



# YÜZÜNCÜ YIL ÜNİVERSİTESİ

## Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

# YUZUNCU YIL UNIVERSITY

## Journal of the Institute of Natural & Applied Sciences

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

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

Yıl / Year : 2024

Cilt / Volume : 29

Sayı / Issue : 1

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

**SAHİBİ / OWNER**

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

**EDİTÖR / EDITOR-IN-CHIEF**

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

**YARDIMCI EDİTÖRLER / ASSOCIATE EDITORS**

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

**YAYIN KURULU / EDITORIAL BOARD**

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

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

### **İSTATİSTİK EDİTÖRÜ / STATISTICS EDITOR**

Prof. Dr. Abdullah YEŞİLOVA

### **DİL EDİTÖRLERİ / LANGUAGE EDITORS**

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

### **MİZANPAJ EDİTÖRÜ / LAYOUT EDITOR**

Doç. Dr. Fikriye Şeyma KAYA

### **SEKRETER / SECRETARY**

Dr. Öğr. Üyesi Ogün Ozan VAROL

### **YAZI İŞLERİ / EDITORIAL AFFAIRS**

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

### **YAZIŞMA ADRESİ / CORRESPONDENCE ADDRESS**

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

**Telefon / Telephone:** +90 432 225 10 97

**Belgegeçer / Fax:** +90 432 225 11 23

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

**Cilt / Volume: 29**

**Sayı / Issue: 1**

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

**Basım Yeri ve Tarih / Published in: Van, 2024**

**DERGİ BİLGİLERİ / INFORMATION**

Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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

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

## İçindekiler / Contents

### Fen Bilimleri ve Matematik / Natural Sciences and Mathematics

- Investigation of the Effects of Piperlongumine and Doxorubicin Combined  
♦ Treatment on Cell Death via PTEN in HeLa Cells 1-11  
*Gonca GÜZELEL, Hande AKALAN, Türker BİLGİN, Duygu YAŞAR ŞİRİN*
- A Comparative Study on Microbial Air Quality of Radiology and Patient  
Waiting Rooms of a Full-Equipped Hospital in Aydın Province *Mehmet*  
♦ *Bahadır TÖRÜN, Aykan ÖZGÜR, H. Halil BIYIK, Esin POYRAZOĞLU* 12-24  
*ÇOBAN*
- Detection of Heavy Metal Concentrations in Feathers of Armenian Gull  
♦ (*Larus armenicus* Buturlin, 1934) in Van Lake Basin/TÜRKİYE 25-32  
*Nurgül TAŞKIN, Atilla DURMUŞ*
- Tekirdağ Topraklarından İzole Edilen İki Dileptid Siliyat Türünün  
♦ (Ciliophora, Litostomatea, Rhynchostomatia) Morfolojik Karakterizasyonu 33-44  
*Hilal URAL, Naciye Gülkız ŞENLER*
- The Mycobiome of the Gut of Willow Wood Borer, *Xiphydria Prolongata*  
♦ (Hymenoptera: Xiphydriidae): A Rich Source of Rare Yeasts 45-52  
*Özgül DOĞAN, Ertan Mahir KORKMAZ, Mahir BUDAK*
- In Vitro*  $\alpha$ -Glucosidase,  $\alpha$ -Amylase Inhibitory and Antioxidant Activities of  
♦ Root Crude Extract and Solvent Fractions of *Arbutus unedo* L. (Ericaceae) 53-61  
*Ahmet BEYATLI*
- Van İli'nde *Astragalus* L. Cinsine Ait Bazı Endemik Taksonların  
♦ Taksonomik Özellikleri ve Dağılımları 62-87  
*Gülistan GENLİ, İlhan KAYA TEKBUDAK, Muzaffer MÜKEMRE*
- Synthesis and Characterization of Stannic Oxide (SnO<sub>2</sub>) Thin Film  
♦ *Reşit ÖZMENTEŞ* 88-96
- Probing the Physics of Molecular Clouds in Spiral Galaxies NGC 5055 and  
♦ NGC 3627 97-108  
*Hülya ESER SULU, Selçuk TOPAL*

- Preconcentration of Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup> by Solid-Phase Extraction  
♦ Using a Recently Developed Mixed-Mode Sorbent 109-118  
*Hayriye ARAL*
- Mikrodalga Ortamında Pamuk Elyafının C.I. Reaktif Yellow 138:1  
♦ Boyarmaddesi ile Boyanma Kinetiğinin İncelenmesi 119-130  
*Ayşe USLUOĞLU, Murat TEKER, Hilal Gülnur ALŞAN*
- ♦  $\mathbb{C}^2$  de Rasyonel Cebirsel Eğrilerin İzometri ve Simetrilerinin Hesaplanması 131-143  
*Uğur GÖZÜTOK, Hüsnü Anıl ÇOBAN*
- Gegenbauer Parameter Effect on Gegenbauer Wavelet Solutions of Lane-  
♦ Emden Equations 144-156  
*Demet ÖZDEK*
- ♦ On the Unit Group of the Integral Group Ring  $\mathbb{Z}(S_3 \times C_3)$  157-165  
*Ömer KÜSMÜŞ, İsmail Hakkı DENİZLER, Richard LOW*

---

## Mühendislik ve Mimarlık / Engineering and Architecture

---

- Sosyal Ağlarda Merkezilik Ölçütleri Kullanılarak Makine Öğrenmesi ile  
♦ Etkili Bireylerin Tespiti 166-172  
*Aybike ŞİMŞEK*
- Crop Classification with Attention Based BI-LSTM and Temporal  
♦ Convolution Neural Network Combination for Remote Sensing Breizhcrop  
Time Series Data 173-188  
*Amer Najmualdeen Ali Akbar BANDAR, Ahmet COŞKUNÇAY*
- Investigation of Complexing Properties with Polyethyleneimine of  
♦ Some Commercial Lipases 189-199  
*Eda ÖNDÜL KOÇ, Mert YILMAZ*
- Farklı Tahıl Çeşitlerinden Endüstriyel Olarak Üretilmiş Bozaların  
♦ Antioksidan Aktivite Değerleri ve Besin Element İçeriklerinin Belirlenmesi 200-211  
*Songül ATABAY, Yağmur ERİM KÖSE*

- ◆ Horoz Karası (*Vitis vinifera* L.) Çeşidi Kuru Üzüm ve Çekirdeğinin Bazı Kalite Özellikleri ve Antibakteriyel Aktivitesi 212-220  
*Gülcan KOYUNCU, Filiz UÇAN TÜRKMEN*
- ◆ Çelik Liflerin Hibritlenmesinin Betonun Mekanik Davranışına Etkisi 221-235  
*Necim KAYA, Berfin RAMAZANOĞLU*
- ◆ Kalabak Tepe Kireçtaşlarının Nihai Taşıma Gücünün Farklı Analiz Yöntemleri ile Araştırılması 236-259  
*Tümay KADAKCI KOCA, Mehmet KURUOĞLU, Ekin KÖKEN, Cem KINCAL*
- ◆ Metal Nanopartikül Temelli Elektrokatalizör Sentezi ve Elektrokimyasal Hidrojen Peroksit Sensörü 260-274  
*Fırat SALMAN, Hilal ÇELİK KAZICI, Mehmet Sait İZGİ*
- ◆ TiC-C ile Kaplanan AISI 1040 Çelik Yüzeyinin Aşınma Özelliklerinin İncelenmesi 275-291  
*Musa KILIÇ, Serkan GÖK, Oktay ADIYAMAN*
- ◆ Kültürel Mirasın Yeniden Kullanımında Çevresel ve İşlevsel Performansın Kullanıcılar Üzerinden Değerlendirilmesi: Hamamlı Konak Örneği 292-313  
*Fatma Seda ÇARDAK, Gökhan UŞMA*

---

## Zirai Bilimler / Agriculture

---

- ◆ Hızlandırılmış Makine Öğrenmesi Algoritmaları ile Tarım Parseli Tabanlı Ürün Desen Sınıflandırması 314-330  
*Fatih Fehmi ŞİMŞEK*
- ◆ Hamur (Ağrı) Yöresinde Yetişen Alıç (*Crataegus spp.*) Türlerinin Tespiti ve Ümitvar Genotiplerin Seçimi 331-338  
*Yasemin TUĞRUL, Ersin GÜLSOY*
-

## Derleme / Review

---

- Farklı Gıda Gruplarında Piroлизidin Alkaloidlerin Varlığı ve Yasal  
♦ Regülasyonların İncelenmesi 339-352  
*Hazal GÜL, Emine NAKİLCİOĞLU, Semih ÖTLEŞ*
- Derin Sahte Ses Manipülasyonu Tespit Sistemleri Üzerine Bir Derleme  
♦ *Gül TAHAOĞLU, Muhammed KILIÇ, Beste ÜSTÜBİOĞLU, Güzin ULUTAŞ* 353-402
- Tef (*Eragrostis Tef* [Zucc.] Trotter) Bitkisinin Hayvan Beslemede  
♦ Kullanımı 403-412  
*Serhat YILDIZ*
-





Research Article

**Investigation of the Effects of Piperlongumine and Doxorubicin Combined Treatment on Cell Death via PTEN in HeLa Cells**

**Gonca GÜZELEL<sup>1</sup>, Hande AKALAN<sup>1</sup>, Türker BİLGİN<sup>2</sup>, Duygu YAŞAR ŞİRİN\*<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Tekirdag Namik Kemal University, Science and Arts Faculty, Biology Department, 59030, Tekirdağ, Türkiye

<sup>2</sup>Tekirdag Namik Kemal University, Health College, Nutrition and Dietetics Department, 59030, Tekirdağ, Türkiye

Gonca GÜZELEL, [ORCID No: 0000-0002-8755-6807](#), Hande AKALAN, [ORCID No: 0000-0002-5922-2498](#), Türker BİLGİN, [ORCID No: 0000-0002-3015-0929](#), Duygu YAŞAR ŞİRİN, [ORCID No: 0000-0002-1224-442X](#)

\*Corresponding author e-mail: [dysirin@nku.edu.tr](mailto:dysirin@nku.edu.tr)

**Article Info**

Received: 07.03.2023  
Accepted: 20.10.2023  
Online April 2024

DOI:[10.53433/yyufbed.1258515](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1258515)

**Keywords**

Doxorubicin,  
Piperlongumine,  
PTEN

**Abstract:** Doxorubicin (Dox), which is used in treating many types of cancer including cervix cancer nevertheless, its effect alone is low especially in recurrent cases. Therefore, investigating of agents that can increase the impact of Dox continues. The aim of the present study is to answer the question: Can Piperlongumine (PL) a natural alkaloid cause an increase in the efficacy of Dox in the HeLa cell line? In this study, the effects of Dox and PL on cell viability by MTT and Acridine orange/propidium iodide staining, and expression levels of the PTEN (Phosphatase and tensin homolog 10) gene by Real-Time PCR and Western-Blot were evaluated in HeLa cells. It was determined that PL combined with Dox increased cell death and suppressed cell proliferation. The PTEN gene expression was decreased in all experimental groups, but the PTEN protein phosphorylation increased in cultures treated with PL and when Dox/PL was combined. The fact that PL application increases the activation of PTEN, which is a tumor suppressor. This indicates that it can be used to increase the effectiveness of Dox in the treatment.

**HeLa Hücrelerinde Piperlongumin ve Doksorubisin Kombine Tedavisinin PTEN Yoluyla Hücre Ölümü Üzerine Etkilerinin Araştırılması**

**Makale Bilgileri**

Geliş: 07.03.2023  
Kabul: 20.10.2023  
Online Yayınlanma Nisan 2024

DOI:[10.53433/yyufbed.1258515](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1258515)

**Anahtar Kelimeler**

Doksorubisin,  
Piperlongumin,  
PTEN

**Öz:** Doksorubisin (Dox) birçok kanser türünün yanı sıra serviks kanseri tedavisinde de kullanılmaktadır ancak özellikle tekrarlayan vakalarda tek başına etkisi düşüktür. Bu nedenle Dox etkisini artırabilecek ajanların araştırılması devam etmektedir. Bu çalışmada amaç: Doğal bir alkaloid olan Piperlongumine (PL), HeLa hücre hattında Dox etkinliğini artırabilir mi? sorusuna cevap vermektir. Çalışmamızda, HeLa hücrelerinde MTT ve Akridin oranj/propidyum iyodür boyama ile Dox ve PL'nin hücre canlılığı, Real-Time PCR ve Western-Blot ile PTEN (Fostataz and tensin homolog 10) gen/proteininin ekspresyonu üzerindeki etkileri değerlendirilmiştir. Dox ile kombine edilen PL'nin hücre ölümünü arttırmış ve proliferasyonunu baskılamıştır. Tüm deney gruplarında PTEN gen ekspresyonu azalmıştır ancak PL ve Dox/PL kombine uygulanan kültürlerde PTEN protein fosforilasyonu artmıştır. PL uygulamasının bir tümör baskılayıcı olan PTEN aktivasyonunu arttırması tedavide Dox etkinliğini arttırmak amacı ile kullanılabilirliğini göstermektedir.

## 1. Introduction

Cancer is one of the most important health problems of our age and new treatment methods or chemotherapeutics are still among the most researched subjects. Piperlongumin (PL) is also called piplartin, is an herb used in Indian alternative medicine to treat cough, respiratory infections, stomachache, and other ailments. It is an active alkaloid isolated from the *Piper longum* and the chemical structure of PL is well characterized. Although it's newly discovered its pharmacological properties have been revealed in recent years (Piska et al., 2018). Many studies have shown that piperlongumine (PL) can selectively kill cancer cell lines, and subsequent studies have confirmed the anticancer activities of piperlongumine (Kumar & Agnihotri, 2019; Seber et al., 2020). Piperlongumin has been found to induce cell death both by caspase-dependent apoptosis and via necrosis and autophagy (Guamán-Ortiz et al., 2017).

Doxorubicin, is a chemotherapeutic that inhibits topoisomerase II during DNA replication and then prevents nucleotide chain attachment after double strand breakage (Momparler et al., 1976). Doxorubicin (DOX) is one of the abundant and effective chemotherapeutic agent used for cancer therapy (Xia et al., 2018). However, like other chemotherapeutic agents, the efficacy of doxorubicin is severely limited due to chemoresistance (Zhou et al., 2013).

The PTEN gene encodes a phosphatase enzyme expressed in many tissues. PTEN functions as a tumor suppressor in regulating cell growth and apoptosis and arresting cell migration by interacting with the extracellular matrix. The function of PTEN prevents cells from uncontrolled cell proliferation and regulate cell division (Moon et al., 2004). Moreover, AKT1/NF-kappaB/Notch1/PTEN axis has an important role in the development of chemoresistance, downregulation of PI3K/AKT activities through overexpression of PTEN gene sensitizes gastric cancer cells to chemotherapeutic agents (Zhou et al., 2013).

In this study we conducted with the cervical cancer cell line HeLa, the effects of doxorubicin (Dox) and PL on PTEN (Phosphatase and tensin homolog 10) expression and cell proliferation/migration were investigated. Actin, a cytoskeletal component expressed in all cell types, was used as an internal control gene in the study. Changes in PTEN gene and protein expression were evaluated by comparing them with  $\beta$ -Actin expression used as an internal control.

In our study, Dox and PL were applied to the HeLa cell line for 24 hours, and the effects of drugs on PTEN and  $\beta$ -Actin genes were investigated. RNA isolations were performed, and the Real Time PCR method was applied to determine the expression amount of the determined genes. At the same time, protein analysis was performed after drug administration at the end of 24 hours and western-blot method was used for protein expression of PTEN. Furthermore, MTT [3-(4,5-dimethylthiazol-2-yl)-2,5-diphenyltetrazolium bromide] analysis and acridine orange/propidium iodide (AO/PI) staining were performed to determine the viability of HeLa cells. In this manner, the expression level of the PTEN gene associated with metastasis and tumorigenesis were compared and the possible role of piperlongumine, a natural product, in the treatment of cervical cancer was examined (Moon et al., 2004; Seber et al., 2020).

## 2. Material and Methods

### 2.1. Cell culture

HeLa cells were grown in DMEM medium containing 10% FBS (Fetal Bovine Serum), 1% Penicillin streptomycin, and L glutamine, and placed in 96-well culture dishes at  $3.2 \times 10^4$  cells/well for MTT analyses and AO/PI staining,  $9.5 \times 10^5$  cells/well into 6-well culture dishes for RNA and protein isolations. IC50 doses were determined by applying increasing doses of PL and Dox to cells incubated at 37 °C for 24 hours. 50, 75, 100, 125, 150, and 175  $\mu$ M PL and 500, 750, 1000, 1500, and 2000 nM Dox were applied to determine the IC50. The applications were carried out in three repetitions. Then, the combined doses of 100  $\mu$ M PL, 1000 nM Dox, and 100  $\mu$ M PL + 1000 nM Dox were determined for Real time PCR and western blot analyzes were applied to the control and experimental groups. Experimental groups, application time, application, and amount of PL and Dox applied are summarized in Table 1.

Table 1. Experimental groups, application time, application, and amount of PL and Dox applied

Group No	Application	Application Period	Application Amount
1	Control	24 h	-
2	PL	24 h	100 $\mu$ M
3	Dox	24 h	1000 nM
4	PL + Dox	24 h	100 $\mu$ M + 1000 nM

## 2.2. MTT cell viability analysis

In our study, cell viability analysis was performed in cultures where Dox and PL were applied for 24 hours using the Vybrant® MTT [3-(4,5-dimethylthiazol-2-yl)-2,5-diphenyltetrazolium bromide] Cell Proliferation Assay Kit (V-13154, Thermo Fisher Scientific, USA) by the company's instructions. The optical density (OD) value obtained from the control group samples was accepted as 100% viable, and the % viability of experimental groups was calculated according to the formula % viability = (OD test group X 100) / (OD control group).

## 2.3. AO (Acridine Orange) /PI (Propidium Iodide) staining

HeLa cells cultured in 96-well plates were stained with AO/PI simultaneously with MTT analysis and visualized under a fluorescent microscope (Leica DM2500, DH Life Sciences, USA). AO/PI staining was used to confirm MTT data and evaluation of cell viability.

## 2.4. RNA isolation, cDNA extraction, and quantitative Real-Time Polymerase Chain Reaction (qRT-PCR)

RNA was isolated by the manufacturer's instructions (Pure Link, Ambion Kit). Using 100 ng RNA obtained from the experimental and control groups, the cDNA reaction was established in the presence of 10x Buffer, 25 dNTP mix (100 mM), Random Primer, Multiscribe Reverse Transcriptase, and dH<sub>2</sub>O, which are included in the kit (Applied Biosystems, USA). The reaction protocol was as follows: incubation at 25°C for 10 minutes, at 37°C for 120 minutes, and at 85°C for 5 minutes.

Gene-specific assays; PTEN (catalog #: 433118003, PTEN: 433118003, PTEN) 1) and  $\beta$ -Actin (catalog # 4331182, Actb. Rn00667869\_m1, RefSeq NM\_031144.3, Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA USA), were used to identify gene expression using Applied Biosystems 7300/7500 Real-time PCR system.

## 2.5. Western blot analysis

The western blot method was used to determine PTEN protein expression. Total proteins were obtained using Triton X-100 (Sigma-Aldrich, Cat # 10789704001, Germany) and protease inhibitor cocktail (Roche, Cat # 04693159001, Germany).

The total protein amount was determined by using Bradford protein assay, and 100 ng protein from each sample was separated by sodium dodecyl sulfate-polyacrylamide gel electrophoresis (SDS-PAGE). Then transferred to the PVDF membrane (Thermo Fisher Scientific, Cat # IB401001, Waltham, MA, USA) for immunoblotting. Membranes were incubated with phospho-PTEN (Ser380) polyclonal antibody (Thermo Fisher Scientific, Cat # PA5-17826, Waltham, MA, USA) diluted 1:1000 and monoclonal  $\beta$ -Actin antibody diluted 1:5000 (Thermo Fisher Scientific, Waltham, Cat # MA1-140) O/N at room temperature. Secondary antibody labeling was performed using the Western Breeze chemiluminescence kit (Thermo Fisher Scientific, Cat # WB7104, Waltham, MA, USA) and protein bands were visualized using X-ray film (Thermo Fisher Scientific, Cat # 34090, Waltham, MA, USA). Band intensity was then calculated using ImageJ software to examine fold changes in protein expression.

## 2.6. Statistical analysis

The parametric or nonparametric nature of the data was determined by applying Shapiro Wilk (for normality) and Levene (homogeneity of variance) tests. Spearman correlation coefficients were calculated for linear relationships between the control and the variables (Piperlongumine and Doxorubicin applications) (Steel & Torrie, 1960). A value of  $p < 0.05$  was accepted as significant. Shapiro Wilk, Levene and Spearman tests were performed using SPSS version 15.0.

## 3. Results

### 3.1. Cell viability analysis

The % viability determined as a result of PL administration were as follows: PL50 81.9 %, PL75 73.0 %, PL100 66.9 %, PL125 67.1 %, PL150 67.2 %, and PL175 59.9 % (Figure 1).

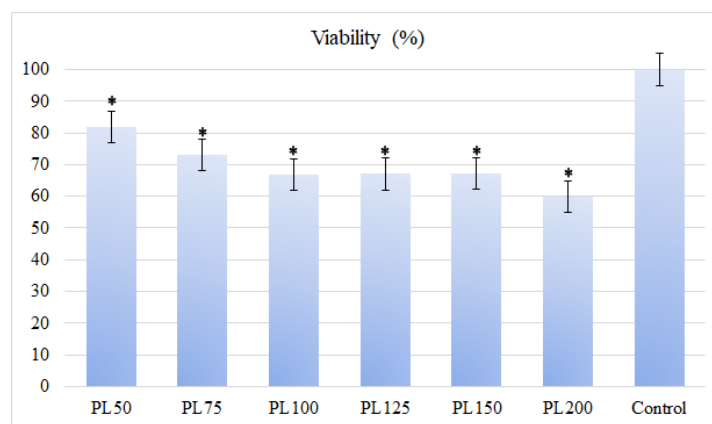


Figure 1. Graph of % viability in PL administrated cultures. (50, 75, 100, 125, 150, and 175  $\mu$ M PL). \* Negative correlation of cell viability with the increasing doses of piperlongumine were statistically significant ( $p = 0.002$ ).

The % viability levels obtained as a result of Dox application were determined as D500 78.9 %, D750 70.7 %, D1000 69.4 %, D1500 62.4 %, D1750 61.4 %, and D2000 58.4 %. The graph of these data is given in Figure 2.

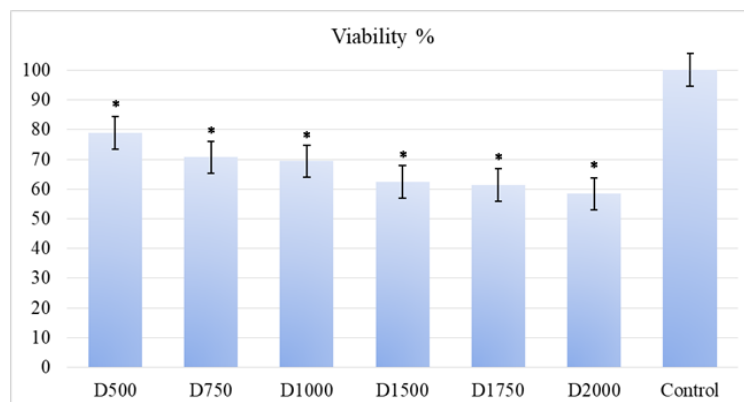


Figure 2. Graph of % viability in Dox administrated cultures. (500, 750, 1000, 1500, 1750, and 2000 nM Dox). \* Negative correlation of cell viability with the increasing doses of Dox were statistically significant ( $p < 0.001$ ).

To confirm the results of the MTT analysis and to determine whether the detected cell deaths were apoptotic, AO/PI staining was performed in all samples treated with PL and Dox. The microphotographs of the AO/PI staining can be seen in Figure 3. It was determined that as the application dose increased, cell death increased in the samples treated with both PL and Dox. In cultures treated with 100  $\mu$ M PL and 1000nM Dox, cell viability was found to be 66.9% and 69.4%, respectively, after MTT analysis. However, in AO/PI staining, it was determined that cell proliferation was also suppressed above these doses and thus the number of cells decreased. In the next stages of the study, 100  $\mu$ M PL, 1000nM Dox, and 100  $\mu$ M PL + 1000nM Dox were applied in combination. In Figure 4, graph of % viability in PL100, D1000 and PL100+D1000 (viability 39.1%) experimental groups are given. In the Figure 5, AO/PI staining of the control group 100  $\mu$ M PL, 1000nM Dox and 100  $\mu$ M PL + 1000nM Dox combined applications are given.

### 3.2. Statistical analysis

In the cell culture experiments, viability was negatively correlated with the increasing doses of piperlongumine ( $r = -0.745$ ,  $p = 0.002$ ), also negative in the increasing doses of doxorubicin applications ( $r = -0.816$ ,  $p < 0.001$ ). But, maximal in cell viability occurred at PL100+D1000 combination (Figure 4).

### 3.3. Quantitative Real-Time PCR analysis

qRT-PCR experiments were performed on a total of 4 groups; PTEN gene expressions were normalized to  $\beta$ -Actin expression used as an internal control gene from the same sample.

After the Rn values were determined in all samples, the level of gene expression in all samples was calculated concerning the control group (Group 1), and the relative quantity (RQ) value was given in the table (Table 1). In the reference sample, RQ=1, that is, the gene expression level was accepted as 100%, and the change in gene expression in the samples belonging to the experimental groups was determined as fold change.

As a result of the analyses, in group 2, where only PL was administered for 24 hours, PTEN gene expression (RQ=0.38) decreased by 62%. In group 3, where only Dox was administered for 24 hours, PTEN gene expression (RQ=0.42) decreased by 58%. In group 4, where piperlongumine and Dox were administered combined for 24 hours PTEN gene expression decreased by 53% (RQ=0.47) (Table 2).

Table 2. RQ values of  $\beta$ -Actin, and PTEN gene expressions were obtained as a result of qRT-PCR

Group No	$\beta$ -Actin	PTEN
1	1	1
2	1	0.38
3	1	0.42
4	1	0.47

### 3.4. Western-Blot analysis

Western-blot experiments were performed on a total of 4 samples in all experimental groups; Expressions of PTEN protein were normalized to the expression of  $\beta$ -Actin used as an internal control gene from the same sample. The demonstrative picture of the protein bands obtained by western blot is given in Figure 6. Pictures of WB were analyzed using the ImageJ program and the change in protein expression was determined in folds (Table 3).

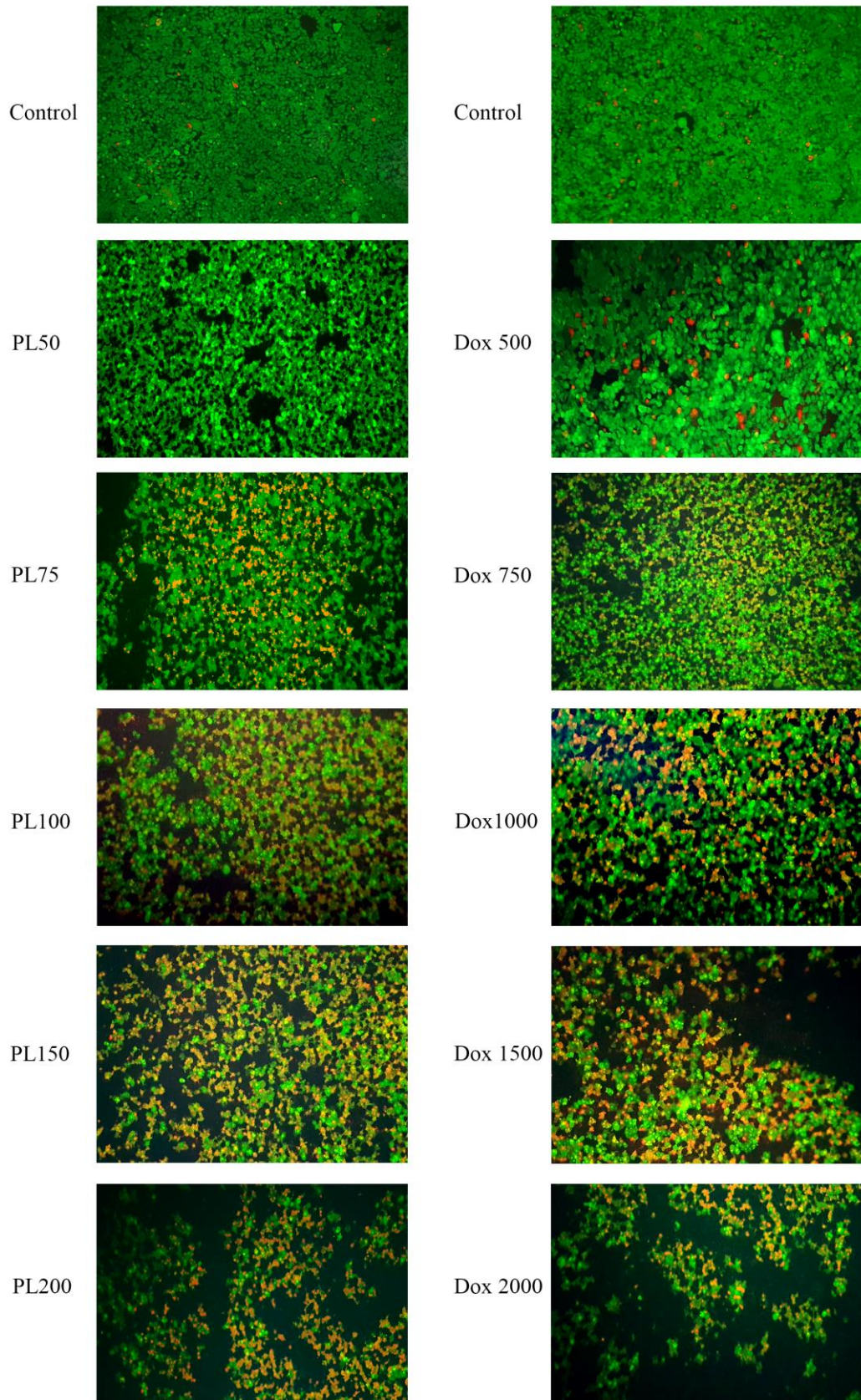


Figure 3. The microphotographs of the AO/PI staining of 50, 75, 100, 125, 150, and 175  $\mu$ M PL and 500, 750, 1000, 1500, 1750, and 2000 nM Dox application. Dead cells are stained red and live proliferating cells are stained green.

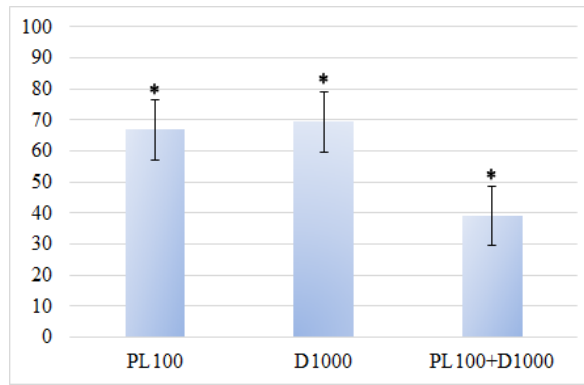


Figure 4. Graph of % viability in PL100, D1000 and PL100+D1000 experimental groups. \*Negative correlation of cell viability with in PL100, D1000 and PL100+D1000 experimental groups were statistically significant ( $p < 0.001$ ) and maximal in the PL100+D1000 combination group.

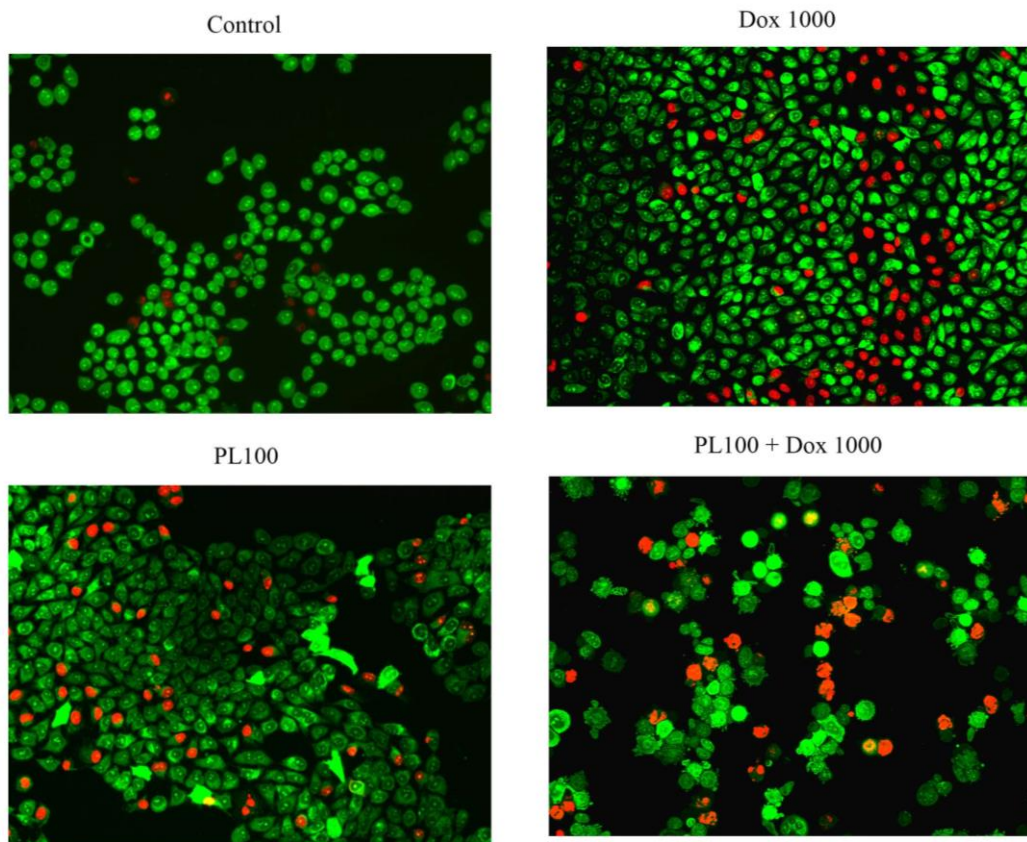


Figure 5. AO/PI staining of the control group 100  $\mu$ M PL, 1000nM DOX, and 100  $\mu$ M PL + 1000 nM Dox combined applications. Dead cells are stained red and live proliferating cells are stained green.

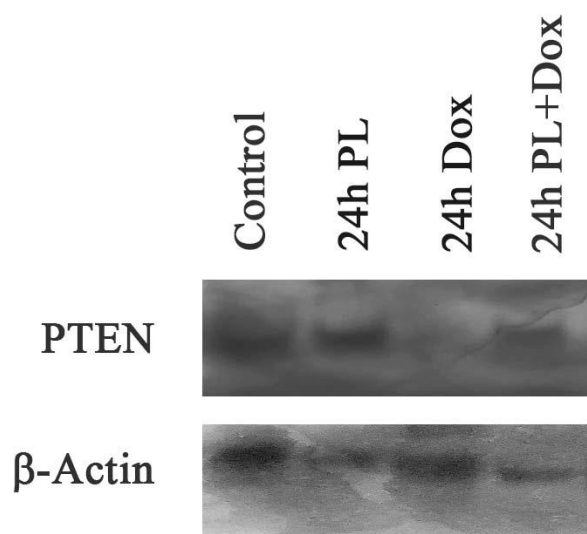


Figure 6. The PTEN and  $\beta$ -Actin protein bands obtained by western blot

Table 3. Fold changes of  $\beta$ -Actin and PTEN expressions

Group No	$\beta$ -Actin	PTEN
1	1	1
2	1	1.33
3	1	0.77
4	1	3.16

#### 4. Discussion and Conclusion

PL is a natural product in alkaloid structure found in *Piperlongum linn* plant species. Numerous studies in cancer cell lines and animal models suggest that PL exhibits anti-tumorigenic activity (Chen et al., 2018). In the study of Gong et al. (2014); it has been shown that PL causes the cells to go to apoptosis by stopping the cell cycle in the G2/M phase and also provides the accumulation of intracellular reactive oxygen species (ROS) in a dose and time-dependent manner. The same study suggested that low-dose PL combined therapy with cisplatin or paclitaxel has a growth-inhibiting synergistic effect in ovarian cancer cells (Gong et al., 2014). Induction of oxidative stress by exogenous ROS production therapy can now be considered an effective cancer therapy. That's because this approach selectively kills cancer cells without affecting normal cells. Piperlongumine (PL) functions as an inducer of ROS in anticancer therapy. Piperlongumine has been shown to increase ROS levels and induce selective cell death in a few cancer cells but not in normal cells (Raj et al., 2011). Accumulation of PL-activated ROS leads to apoptosis of the cancerous cell through activation of the JNK/ERK pathway (Kumar & Agnihotri, 2019). Niu et al. (2015) reported that piperlongumin inhibits interactions with chromosomal maintenance 1 (CRM1), also known as export 1 (XPO1), in HeLa cells. They showed that tumor suppressor proteins cause accumulation in the nucleus and that piperlongumin itself directly interacts with Cys528, which is conserved in CRM1. The authors examined the effect on CRM1 mutant HeLa cells. They suggested that CRM1 mutant HeLa cells are resistant to piperlongumin and thus piperlongumin-mediated inhibition of nuclear export of tumor suppressor proteins could be used to develop strategies to treat cancers including cervical cancer (Niu et al., 2015). Similarly, in a study evaluating tumor formation, cell migration, invasion, proliferation ability, and sensitivity to chemotherapy and radiotherapy in oral cancer cells, the anti-tumor effect of PL is emphasized (Karki et al., 2017).



Doxorubicin, is a chemotherapeutic that is frequently used in the treatment of many cancers, including cervix cancer. It inhibits replication and prevents cell division by stabilizing topoisomerase II and DNA complex during DNA replication (Momparker et al., 1976). The antitumor effects of doxorubicin are mechanisms including micromolecule synthesis, generation of reactive oxygen species (ROS), DNA binding, cross-linking, suppression of topoisomerase IIb (TOPIIb) and its intercalation to DNA resulting in the induction of apoptosis and prevention of DNA damage. TOPIIb cleaves DNA strands during replication, transcription or recombination. Doxorubicin is known as an inhibitor that prevents DNA synthesis by interfering with DNA strands. Although doxorubicin is toxic to both cancer and normal cells, the mechanism of cell death in both cells may not be similar (Takemura & Fujiwara, 2007; Wang et al., 2019). At the same time, DOX binds to the cell membrane and changes the physical properties of the membrane, thus disrupting the membrane function of the cell (Alves et al., 2017).

In the present study, the anti-tumorigenic effect of PL and also combined therapy with Dox on HeLa cells was investigated. In our study, MTT analysis was performed in all samples treated with PL and Dox to determine cell viability and proliferation. Furthermore, AO/PI staining was performed to confirm the results of the MTT analysis. In MTT analysis and AO/PI staining, it was determined that as the application dose increased, cell death increased in both PL and Dox-applied samples ( $p < 0.001$ ). In cultures treated with 100  $\mu$ M PL and 1000 nM Dox combined, cell viability was found to be 66.9% and 69.4%, respectively, after MTT analysis. AO/PI stains confirm the MTT data. These data demonstrated the anti-tumor effect of PL in HeLa cells, in agreement with the literature (Seber et al., 2020). Although the antitumor activity of PL is known, the underlying molecular mechanisms have not been fully elucidated yet. Therefore, in the continuation of our study, the expression levels of genes associated with metastasis and tumorigenesis such as PTEN were evaluated.

The phosphatidylinositol 3-kinase/protein kinase B signaling pathway (PI3K/Akt signaling pathway) is one of the key regulators of several signaling pathways including cell survival, proliferation, differentiation, endocytosis and vesicle trafficking, metabolism, and host inflammatory responses. Active Akt plays a central role in cell signaling downstream of PI3K in a variety of cellular stimuli. Controls its substrates, such as Bad, caspase-9, glycogen synthase kinase 3 $\beta$  (GSK3 $\beta$ ), mTOR, and many other transcription factors. Disruption of Akt activity is among the pathophysiological causes of various diseases, including type 2 diabetes and cancer (Nakayama et al., 2015). In parallel with research on cancer, research in other fields has revealed the catalytic and regulatory roles of the PI3K signaling pathway in normal cell function (Fruman et al., 2017). PI3K is negatively controlled by PTEN. Although PTEN is a bidirectional phosphatase enzyme that has effects on many proteins, its main function for the cell is to dephosphorylate phosphatidylinositol 3,4,5-triphosphate (PIP3) to phosphatidylinositol 4,5-biphosphate (PIP2) by working as a negative regulator of PI3K (Myers & Tonks, 1997; Tamura et al., 1998). It is well known that loss of PTEN gene expression is directly related to increasing Akt activity (Stambolic et al., 1998).

As a result of qRT-PCR analyses, in group 2, where only piperlongumine was administered PTEN gene expression (RQ=0.38) decreased by 62%. In group 3, where only Dox was administered for 24 hours, PTEN gene expression (RQ=0.42) decreased by 58%. In group 4, where piperlongumine and Dox were administered combined for 24 hours, PTEN gene expression decreased by 53% (RQ=0.47). However, western blot analyzes showed that PTEN protein expression persisted despite decreased gene expression. In group 2, where only piperlongumine was administered PTEN expressed 1.33 fold higher compared to control and in group 4, where piperlongumine and Dox were administered combined for 24 hours, PTEN was expressed 3.16 fold higher. Only in group 3, where only Dox was administered for 24 hours, PTEN expression (0.77 fold) decreased by 23%.

In this study, the effect of PL on cell proliferation and viability was evaluated when used alone or in combination with Dox in HeLa cells, a cervical cancer cell line. In our literature review, we did not find any study reporting the effect of PL on PTEN gene/protein expression when used alone or in combination with Dox in HeLa cells. Our study made a valuable contribution to the literature as the first study in which the anti-tumor effect of PL on cell viability was evaluated by determining the PTEN gene and protein expression.

While it was determined that PTEN gene expressions were decreased in all groups, it was observed that protein expression continued as a result of the western-blot study. This suggests that PTEN protein phosphorylation and activation are enhanced when piperlongumine is administrated alone or together with doxorubicin. Increasing the activation of PTEN, a tumor suppressor, in the cancer cell is

a desirable outcome. However, it should be considered that the PTEN gene expression is decreased. Also, of course, it is not enough to specify the PTEN expression alone. Other signaling molecules that regulate the expression of this gene or are affected after its activation need to be investigated. And, whether it causes PTEN change in normal cells should be confirmed.

#### 4.1. Conclusion

It was determined that cell death was increased and cell proliferation was suppressed in the samples treated with both PL and Dox. These data showed the anti-tumor effect of PL in agreement with the literature. In addition, PTEN protein phosphorylation and activation were enhanced when piperlongumine was administrated alone or together with doxorubicin. This shows that despite anti-cancer effect of PL, this compound can be considered for therapeutic use to increase drug efficacy in drug-resistant cancer cells.

#### Acknowledgements

This study was supported by Tekirdağ Namık Kemal University Scientific Research Projects Unit with the project numbered “NKUBAP.01.YL.20.267”.

#### References

- Alves, A. C., Magarkar, A., Horta, M., Lima, J., Bunker, A., Nunes, C., & Reis, S. (2017). Influence of doxorubicin on model cell membrane properties: insights from in vitro and in silico studies. *Scientific Reports*, 7(1), 6343. doi:10.1038/s41598-017-06445-z
- Chen, Y. J., Kuo, C. C., Ting, L. L., Lu, L. S., Lu, Y. C., Cheng, A. J., ..., & Chiou, J. F. (2018). Piperlongumine inhibits cancer stem cell properties and regulates multiple malignant phenotypes in oral cancer. *Oncology Letters*, 15(2), 1789-1798. doi:10.3892%2Fol.2017.7486
- Fruman, D. A., Chiu, H., Hopkins, B. D., Bagrodia, S., Cantley, L. C., & Abraham, R. T. (2017). The PI3K pathway in human disease. *Cell*, 170(4), 605-635. doi:10.1016%2Fj.cell.2017.07.029
- Gong, L. H., Chen, X. X., Wang, H., Jiang, Q. W., Pan, S. S., Qiu, J. G., ..., & Yan, X. J. (2014). Piperlongumine induces apoptosis and synergizes with cisplatin or paclitaxel in human ovarian cancer cells. *Oxidative Medicine and Cellular Longevity*, 2014, 906804. doi:10.1155/2014/906804
- Guamán-Ortiz, L. M., Orellana, M. I. R., & Ratovitski, E. A. (2017). Natural compounds as modulators of non-apoptotic cell death in cancer cells. *Current Genomics*, 18(2), 132-155. doi:10.2174/1389202917666160803150639
- Karki, K., Hedrick, E., Kasiappan, R., Jin, U. H., & Safe, S. (2017). Piperlongumine induces reactive oxygen species (ROS)-dependent downregulation of specificity protein transcription factors. *Cancer Prevention Research (Phila)*, 10(8), 467-477. doi:10.1158/1940-6207.CAPR-17-0053
- Kumar, S., & Agnihotri, N. (2019). Piperlongumine, a piper alkaloid targets Ras/PI3K/Akt/mTOR signaling axis to inhibit tumor cell growth and proliferation in DMH/DSS induced experimental colon cancer. *Biomedicine & Pharmacotherapy*, 109, 1462-1477. doi:10.1016/j.biopha.2018.10.182
- Momparler, R. L., Karon, M., Siegel, S. E., & Avila, F. (1976). Effect of adriamycin on DNA, RNA, and protein synthesis in cell-free systems and intact cells. *Cancer Research*, 36(8), 2891-2895.
- Moon, S. K., Kim, H. M., & Kim, C. H. (2004). PTEN induces G1 cell cycle arrest and inhibits MMP-9 expression via the regulation of NF-kappaB and AP-1 in vascular smooth muscle cells. *Archives of Biochemistry and Biophysics*, 421(2), 267-276. doi:10.1016/j.abb.2003.11.007
- Myers, M. P., & Tonks, N. K. (1997). PTEN: sometimes taking it off can be better than putting it on. *The American Journal of Human Genetics*, 61(6), 1234-1238. doi:10.1086/301659
- Nakayama, M., Inoue, T., Naito, M., Nakayama, K., & Ohara, N. (2015). Attenuation of the phosphatidylinositol 3-kinase/Akt signaling pathway by *Porphyromonas gingivalis* gingipains RgpA, RgpB, and Kgp. *Journal of Biological Chemistry*, 290(8), 5190-5202. doi:10.1074/jbc.M114.591610

- Niu, M., Xu, X., Shen, Y., Yao, Y., Qiao, J., Zhu, F., ..., & Xu, K. (2015). Piperlongumine is a novel nuclear export inhibitor with potent anticancer activity. *Chemico Biological Interactions*, 237, 66-72. doi:10.1016/j.cbi.2015.05.016
- Piska, K., Gunia-Krzyżak, A., Koczurkiewicz, P., Wójcik-Pszczola, K., & Pękala, E. (2018). Piperlongumine (piplartine) as a lead compound for anticancer agents - Synthesis and properties of analogues: A mini-review. *European Journal of Medicinal Chemistry*, 156, 13-20. doi:10.1016/j.ejmech.2018.06.057
- Raj, L., Ide, T., Gurkar, A. U., Foley, M., Schenone, M., Li, X., ..., & Lee, S. W. (2011). Selective killing of cancer cells by a small molecule targeting the stress response to ROS. *Nature*, 475(7355), 231-234. (Retraction published *Nature*. 2018 Sep;561(7723):420) doi:10.1038/nature10167
- Seber, S., Sirin, D. Y., Yetisyigit, T., & Bilgen, T. (2020). Piperlongumine increases the apoptotic effect of doxorubicin and paclitaxel in a cervical cancer cell line. *Nigerian Journal of Clinical Practice*, 23(3), 386-391. doi:10.4103/njcp.njcp\_80\_19
- Stambolic, V., Suzuki, A., de la Pompa, J. L., Brothers, G. M., Mirtsos, C., Sasaki, T., ..., & Mak, T. W. (1998). Negative regulation of PKB/Akt-dependent cell survival by the tumor suppressor PTEN. *Cell*, 95(1), 29-39. doi:10.1016/S0092-8674(00)81780-8
- Steel, R. G. D. & Torrie, J. H. (1960). *Principles and Procedures of Statistics, With Special References to the Biological Sciences*. New York, USA: McGRAW-HILL Book Company.
- Tamura, M., Gu, J., Matsumoto, K., Aota, S., Parsons, R., & Yamada, K. M. (1998). Inhibition of cell migration, spreading, and focal adhesions by tumor suppressor PTEN. *Science*, 280(5369), 1614-1617. doi:10.1126/science.280.5369.1614
- Takemura, G., & Fujiwara, H. (2007). Doxorubicin-induced cardiomyopathy from the cardiotoxic mechanisms to management. *Progress in Cardiovascular Diseases*, 49(5), 330-352. doi:10.1016/j.pcad.2006.10.002
- Wang, H., Jiang, H., Corbet, C., De Mey, S., Law, K., Gevaert, T., Feron, O., & De Ridder, M. (2019). Piperlongumine increases sensitivity of colorectal cancer cells to radiation: Involvement of ROS production via dual inhibition of glutathione and thioredoxin systems. *Cancer Letters*, 450, 42-52. doi:10.1016/j.canlet.2019.02.034
- Xia, Y., Xu, T., Zhao, M., Hua, L., Chen, Y., Wang, C., Tang, Y., & Zhu, B. (2018). Delivery of doxorubicin for human cervical carcinoma targeting therapy by folic acid-modified selenium nanoparticles. *International Journal of Molecular Sciences*, 19(11), 3582. doi:10.3390/ijms19113582
- Zhou, W., Fu, X. Q., Zhang, L. L., Zhang, J., Huang, X., Lu, H. U., ..., & Yu, H. G. (2013). The AKT1/NF-kappaB/Notch1/PTEN axis has an important role in chemoresistance of gastric cancer cells. *Cell Death & Disease*, 4, e847. doi:10.1038/cddis.2013.375



Research Article

**A Comparative Study on Microbial Air Quality of Radiology and Patient Waiting Rooms of a Full-Equipped Hospital in Aydın Province**

**Bahadır TÖRÜN<sup>\*1</sup>, Aykan ÖZGÜR<sup>2</sup>, H. Halil BIYIK<sup>2</sup>, Esin POYRAZOĞLU ÇOBAN<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Hakkari University, Vocational School of Health Services, Medical Laboratory Techniques Department, 30000, Hakkari, Türkiye

<sup>2</sup>Aydın Adnan Menderes University, Faculty of Science, Biology Department, 09100, Aydın, Türkiye  
Bahadır TÖRÜN, [ORCID No: 0000-0001-5142-1882](https://orcid.org/0000-0001-5142-1882), Aykan ÖZGÜR, [ORCID No: 0000-0001-9686-2809](https://orcid.org/0000-0001-9686-2809), Halil BIYIK, [ORCID No:0000-0003-0258-054X](https://orcid.org/0000-0003-0258-054X), Esin POYRAZOĞLU ÇOBAN, [ORCID No: 0000-0002-3921-5362](https://orcid.org/0000-0002-3921-5362)

\*Corresponding author e-mail: bahadirtorun@hakkari.edu.tr

**Article Info**

Received: 19.07.2023  
Accepted: 08.11.2023  
Online April 2024

DOI:[10.53433/yyufbed.1329620](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1329620)

**Keywords**

Air microbiome,  
Air quality,  
Metagenome,  
X-Ray room

**Abstract:** Every year many patients die due to hospital-acquired infections. These infections also put the lives of healthcare workers at risk. Additionally, hospitals are one of the main reservoirs of antimicrobial resistance. In this study, the effect of X-rays on species diversity and functions and antimicrobial resistance were observed. Metagenome analysis was performed on air samples taken from the x-ray room (radiation exposure) and the waiting room (non-radiation area) to examine whether the radiation affected the species present in the air. The diversity of microorganisms was analysed based on phylum, genus, and species levels. Functional profiling and resistance screening were also performed. X-ray radiation was found to have a major effect at the phylum level. It was observed that Proteobacteria species almost dominated the microbiome in the x-ray room (99%) while Actinobacteria species dominated the microbiome in the waiting room (84%). No significant differences were observed between the two areas in functional profiling. A total of thirty-eight functions were observed, twenty-four of which were overlapping. Antimicrobial resistance was not as diverse as expected. Only beta-lactam, penicillin, tetracycline, and lincomycin resistance genes were present (2364 reads belonging to four different genes). According to the results, it was observed that X-rays affected the air microbiome, as expected. A decrease in the number of microorganisms was expected, but it was also observed that the dominant microorganism types changed. On the other hand, no significant difference was found in terms of functional profiling and no significant antimicrobial resistance was observed.

**Aydın İlindeki Tam Teşekküllü Bir Hastanenin Radyoloji ve Hasta Bekleme Odalarının Mikrobiyal Hava Kalitesinin Karşılaştırmalı Olarak İncelenmesi**

**Makale Bilgileri**

Geliş: 19.07.2023  
Kabul: 08.11.2023  
Online April 2024

DOI:[10.53433/yyufbed.1329620](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1329620)

**Öz:** Her yıl çok sayıda hasta hastane kaynaklı enfeksiyonlar nedeniyle hayatını kaybetmektedir. Bu enfeksiyonlar sağlık çalışanlarının hayatını da riske atmaktadır. Ayrıca hastaneler, antimikrobiyal direncin ana rezervuarlarından biridir. Çalışmada X-ışınlarının tür çeşitliliği ve fonksiyonları üzerine etkisi ve antimikrobiyal direnç gözlemlenmiştir. Röntgen odasından (radyasyona maruz kalan) ve bekleme odasından (radyasyon olmayan alan) alınan hava örneklerine radyasyonun havada bulunan türleri etkileyip etkilemediğini görmek için metagenom analizi yapıldı. Mikroorganizmaların çeşitliliği şube, cins ve tür seviyelerinde analiz edildi. Ayrıca fonksiyonel profillemeye ve direnç taraması

**Anahtar Kelimeler**

Hava kalitesi,  
Hava mikrobiyomu,  
Metagenom,  
Röntgen odası

yapıldı. X-ışını radyasyonunun şube düzeyinde büyük bir etkisi olduğu bulundu. Röntgen odasında Proteobacteria türleri mikrobiyomu neredeyse domine ettiği (%99), bekleme odasında Actinobacteria mikrobiyomu domine ettiği görüldü (%84). Fonksiyonel profillemeye iki alan arasında önemli bir fark görülmedi. Yirmi dördü örtüşen toplam otuz sekiz fonksiyon gözlemlendi. Antimikrobiyal direnç beklenen kadar çeşitli değildi. Sadece beta-laktam, penisilin, tetrasiklin ve lincomycin direnç genleri mevcuttu (dört farklı gene ait 2364 okuma). Çıkan sonuçlara göre, beklenti doğrultusunda, X-ışınlarının hava mikrobiyomunu etkilediği gözlemlendi. Mikroorganizma sayısında azalma bekleniyordu fakat baskın mikroorganizma türlerinin değiştiği de gözlemlendi. Fonksiyonel profillemeye açısından önemli bir fark bulunamamış ve önemli bir antimikrobiyal direnç görülmemiştir.

**1. Introduction**

Many factors are shaping microbial communities around us (O'Hara et al., 2017). These communities can harbour pathogens with serious effects on our health. The development of technologies like Next Generation Sequencing and metagenomic analysis gives us opportunities to analyze and understand these microbial communities (Roux et al., 2016). From homes to offices, humans spend most of their time in indoor environments. There are many studies related to the indoor microbiome (Lax et al., 2014; Lax & Gilbert, 2015; Lax et al., 2017). Indoor Air Quality (IAQ) is important to protect humans since they are directly affected by the air quality of the indoor environment (Leung & Chan, 2006). For hospitals, IAQ is more important because hospital-acquired infections (HAI) are considered one of the main reasons for patient deaths (Lax & Gilbert, 2015). Hospital air represents a reservoir for Hospital-acquired infections for both patients and healthcare workers (Alrazeeni & Al Sufi, 2014). Therefore, many studies focused on identifying hospital-associated pathogens and their transmission routes (Marinella et al., 1997; Bures et al., 2000; Akinyemi et al., 2009; Wiener-Well et al., 2011). Fewer studies were conducted on indoor air microbiome and their transmission routes (Li et al., 2021).

Antibiotics are used for the treatment of bacterial infections and to prevent bacterial infections (Adedeji, 2016). However, over time bacteria develop resistance mechanisms to these drugs once seen as miracle substances. Extensive antibiotic applications caused a crisis worldwide (Ventola, 2015). In addition to soil and water-borne resistant bacteria, air-borne resistant bacteria are also becoming a problem (Li et al., 2021). Several researchers focused their studies on airborne resistance (Li et al., 2018; Xie et al., 2018).

Many industries use UV, ionizing, and gamma radiation to inhibit microbial growth (Farkas & Mohácsi-Farkas, 2011; Kumar et al., 2012). Ionizing radiation is used in the food industry to prevent microbial spoilage (Farkas & Mohácsi-Farkas, 2011). X-ray radiation does not produce radioactive waste and can pass 30-40 cm thick objects (Oner & Wall, 2013). Studies of the effects of X-ray radiation go back over a century (Clark & Boruff, 1929). There are also studies on X-ray applications for foodborne pathogens like *E.coli* O157H7, *Listeria monocytogenes*, *Salmonella enterica*, and *Shigella flexneri* (Mahmoud, 2009, 2010 and 2012).

Due to the high rates of hospital-acquired and antimicrobial-resistant infections, the need to characterize hospital microbiomes increased. Radiology is one of the busiest departments in hospitals. There are always people coming in and out. Likewise, the waiting room in front of the X-ray room becomes more crowded as both patients and their relatives arrive. The workload of the X-ray room is between 350-400 patients per day on average. The number of patients who had X-rays taken during the time we sampled was eighty. This greatly increases the diversity of microorganisms. In this study, a metagenomic-based method was applied to identify microorganisms, analyze the functions of these microorganisms, profile the virulence factors and resistance genes in hospital indoor air, and compare the X-ray room with the waiting room air microbiome.

## 2. Material and Methods

### 2.1. Sample collection

Air samples were taken with the Merck MAS100 Air Sampler device. For each sampling, 50 liters of air were drawn at once from two different locations; one sample from the X-ray room (50 L) and one sample from the patient waiting room (50 L) which is considered to be a non-radiation area. Sampling was made between 10 am and 12 pm when the patient density was highest. Airborne particles smaller than 3  $\mu\text{m}$  were directed into buffered peptone water (Merck, pH:7.4) using a modified air sampler (Whon et al., 2012).

### 2.2. Metagenome analysis

For metagenome analysis samples were sent to Eurofins Genomics (Germany) company. From both samples, taxonomic, functional profiling, and resistance screening were made.

DNA isolation, PCR, and sequencing were made by Eurofins Genomics company. DNA isolation of the samples was performed using GeneMark Bacterial Genomic DNA isolation kit. V3 (5'-CCTACGGGNGGCWGCAG-3') -V4 (5'-GACTACHVGGGTATCTAATCC-3') primer region was used for PCR of the samples (Klindworth et al., 2013). Illumina NovaSeq platform was used for sequencing (IlluminaTM, Inc., San Diego, CA, United States). The software used for analyzing metagenomic data is given in Table 1.

Table 1. Name, version, and description of relevant programs

Software	Reference	Description
Bowtie 2.2.9	Langmead et al., 2009	A short-read aligner with high memory efficiency. The Burrows-Wheeler transform algorithm serves as its foundation.
Kraken 0.10.5	Wood & Salzberg, 2014	Kraken is a program that assigns taxonomic names to metagenomic DNA sequences.
Krona 2.5	Ondov et al., 2011	By using zoomable pie charts, Krona enables the exploration of hierarchical data.
Picard 1.131	Anonymus, 2018	A Java-based command-line tool for parsing SAM/BAM files.
R 2.15.3	R team, 2010	R is a programming language and environment for statistical computing.
SAMTools 0.1.18	Li et al., 2009	SAMtools offers many tools for working with alignments in the SAM format.
Trimmomatic 0.33	Lohse et al., 2012	Trimmomatic performs a variety of useful trimming tasks for Illumina paired-end and single-end data.
Bamtools 2.3.0	Barnett et al., 2011	A compact yet potent set of command-line utility applications called BamTools are available for modifying and searching BAM files for information.
Sambamba 0.6.3	Tarasov et al., 2015	A high-performance, modern, dependable, and quick program (and library), Sambamba is used to work with SAM and BAM files.

Low-quality reads (a read is a small section of DNA) were removed before further processing. If the average quality is less than 15, bases were extracted. For the following phases, only pairs (forward and reverse read) were employed.

Non-host readings were then subjected to a taxonomic profiling technique following the removal of host sequence reads. Kraken (Wood & Salzberg, 2014) was used as a reference database for taxonomic profiling. Each read was divided into overlapping k-mers by Kraken to classify the reads. The genomes that make up each k-mer were mapped to their lowest common ancestor (LCA) in a reference database.

Read counts of samples detected at Phylum, Genus, and Species levels were collected and normalized by using the Vegan package in R to compare species richness analysis (Oksanen et al., 2007). Normalized read counts facilitate better correlations with different sample sizes.

Non-host sequence reads were mapped against the integrated reference catalogue (IGC) using Bowtie (Langmead et al., 2009) with default parameters. The Kyoto Encyclopedia of Genes and Genomes (KEGG) functional annotations were used to aggregate IGC-associated data (Ogata et al., 1999). Using molecular-level data, particularly from sizable molecular datasets generated by high-throughput technologies, KEGG is a database resource for understanding high-level functions and utility of a biological system, such as the cell, the organism, and the ecosystem.

Using Bowtie (Langmead et al., 2009) with the default parameters, non-host sequence reads were mapped against the microbial virulence database (MvirDB) (Zhou et al., 2007). MvirDB is a collection of genes with traits associated with virulence, such as transcription factors, pathogenicity islands, resistance proteins, and antibiotic resistance.

### 3. Results and Discussion

In the X-ray room, there were 33.952.806 sequence reads in total with 95.6% high-quality reads. In the waiting room, there were 34.785.046 sequence reads in total with 94% high-quality reads.

A classification tree was created for each read by chopping down the taxonomy and only keeping the taxa (including ancestors) connected to the k-mers in that read. The read was classified using the path from the root to the leaf with the highest sum of weights after each node was given a weight based on the number of k-mers mapped to the node. Although high-quality reads have a high percentage, classification rates were low (51% for X-ray room, 30% for waiting room).

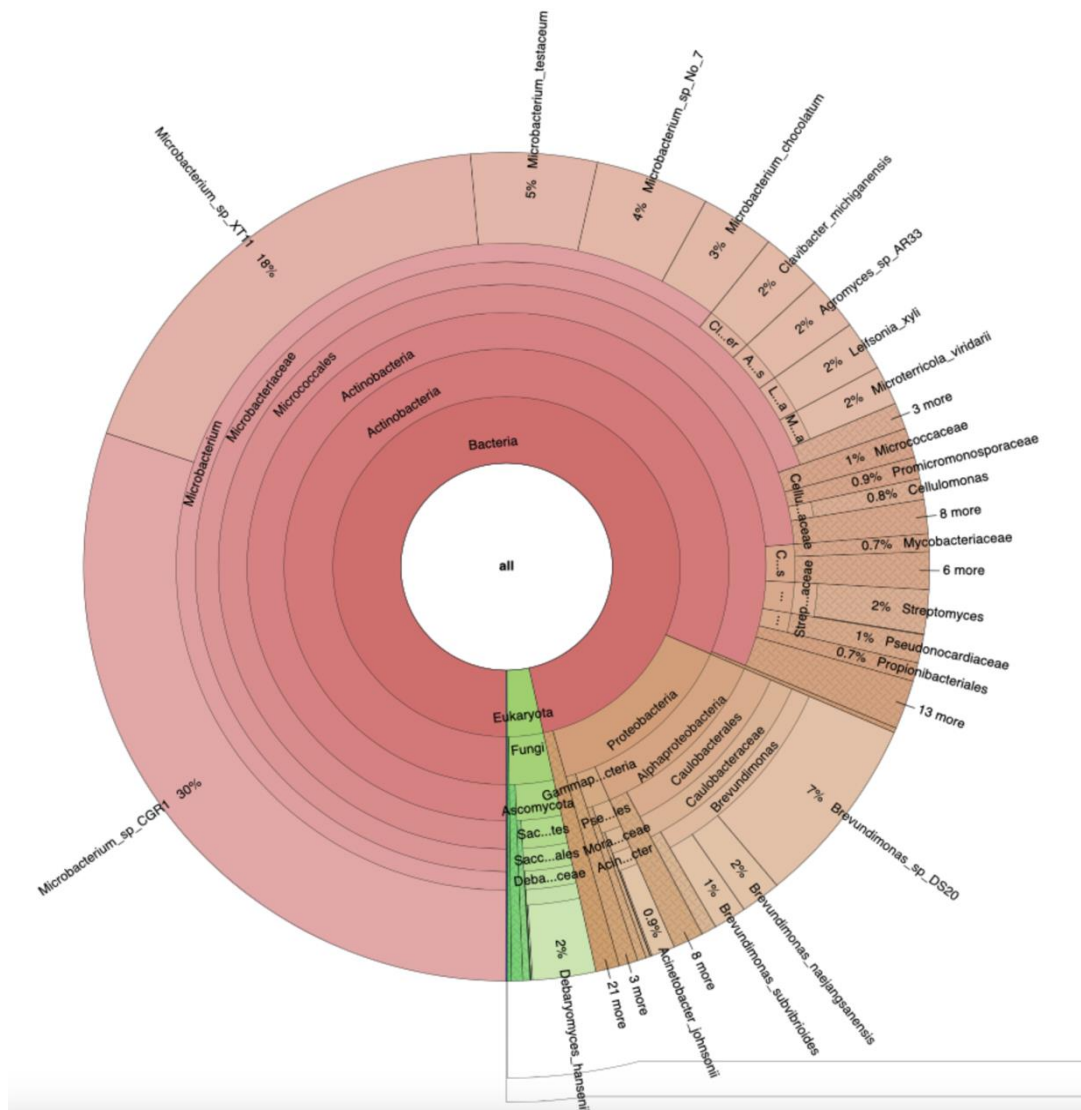


Figure 1. An illustration of an interactive plot created by Krona.

Most of the classified reads belong to the Bacteria kingdom (99.47% in the X-ray room, 75% in the waiting room). There were also reads assigned to Viruses, Fungi, and ambiguous reads. Results from Kraken (Wood & Salzberg, 2014) were used to generate plots using Krona (Ondov et al., 2011).

At the levels of the Phylum (Figure 2), Genus (Figure 3), and Species (Figure 4), abundance was calculated as the percentage of OTU-assigned readings from different taxonomic levels.

A diversity index is a quantitative measure that reflects how many different species are in a dataset and simultaneously takes into account how evenly the basic individuals are distributed among those types. Simpson diversity index value ranges from 0 to 1. Smaller values indicate diverse environments. Shannon diversity index, Inverse Simpson diversity, and Alpha diversity have values greater than zero. A higher score indicates more diversity. SpeciesNo refers to the complete number of species found in samples. The distribution of individuals across species is referred to as evenness. The index gets closer to zero when communities with few species become less even. Six diversity indices were inferred based on the number of species found in each sample (Figure 5).

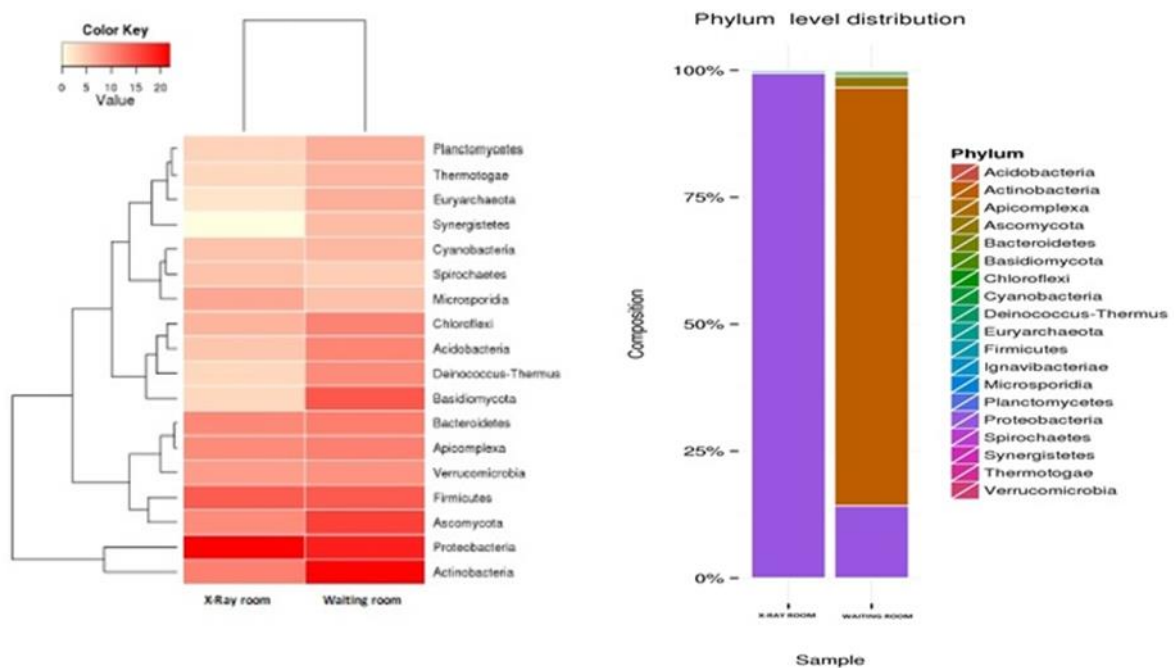


Figure 2. The taxonomic abundance and its relationship across the samples were shown via a heat map and a bar plot. The link between the species (left) and the samples (top) was displayed in dendrograms created by performing hierarchical clustering from the abundance levels. For clarity, the abundance levels (amount of reads linked to each taxon) were logarithmically converted to base 2. Taxa level: Phylum.



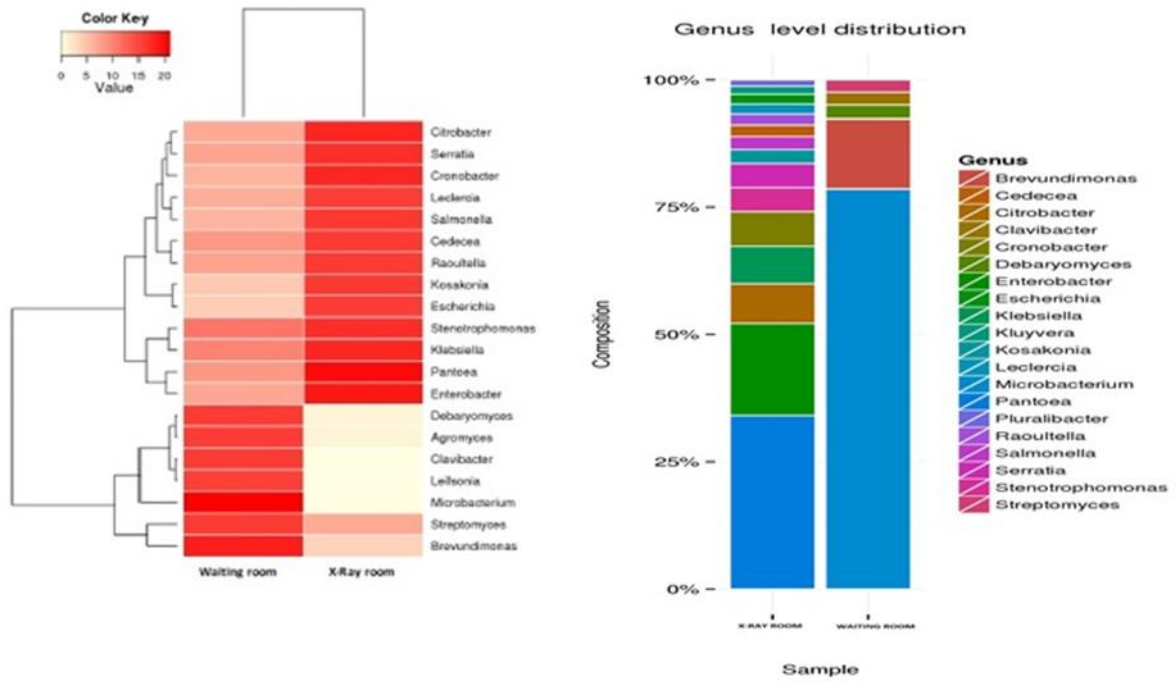


Figure 3. The taxonomic abundance and its relationship across the samples were shown via a heat map and a bar plot. The link between the species (left) and the samples (top) was displayed in dendrograms created by performing hierarchical clustering from the abundance levels. For clarity, the abundance levels (amount of reads linked to each taxon) were logarithmically converted to base 2. Taxa level: Genus.

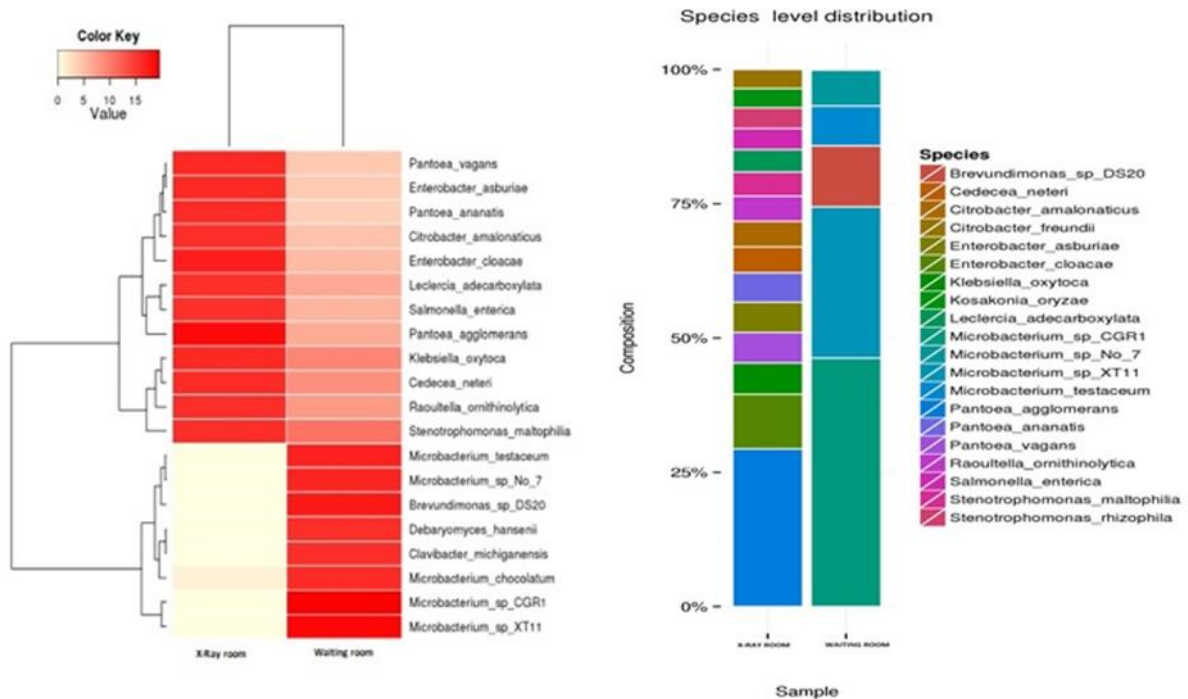


Figure 4. The taxonomic abundance and its relationship across the samples were shown via a heat map and a bar plot. The link between the species (left) and the samples (top) was displayed in dendrograms created by performing hierarchical clustering from the abundance levels. For clarity, the abundance levels (amount of reads linked to each taxon) were logarithmically converted to base 2. Taxa level: Species.

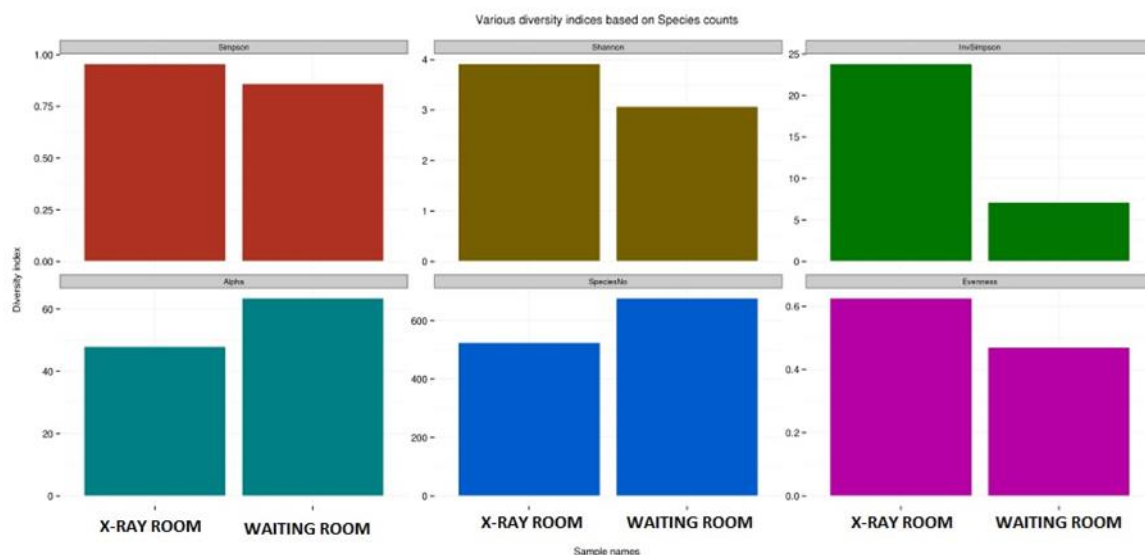


Figure 5. Diversity indices are calculated based on species counts discovered in each sample.

Simpson index values were 0.96 in the X-Ray room and 0.86 in the waiting room. Shannon's index values were 3.92 for the X-ray room and 3.07 for the waiting room. Inverse Simpson index values were 23.85 for the X-ray room and 7.18 for the waiting room. Alpha index values were 48.08 for the X-ray room and 63.6 for the waiting room. There were 526 species in the X-Ray room and 678 species in the waiting room. Evenness values were 0.63 for the X-ray room and 0.47 for the waiting room. Species Diversity is simply the number and relative abundance of species found in a given biological organization. According to the Simpson index and Alpha index, the waiting room was more diverse, while the Shannon index, Inverse Simpson index, and Evenness told us the X-ray room was more diverse. Also, SpeciesNo suggests waiting room had more species than the X-ray room.

In the waiting room, viruses account for 0.04% (1088 reads) of all diversity, while in the X-ray room, they account for 0.001% (58 reads) of all diversity. Most of the viruses were bacteriophage species. Some animal viruses were also present like cyprinid, equid, and caviid herpesviruses, and plant virus-like Pothos latent virus. Human endogenous retrovirus K was found in the waiting room and constitutes only 0.0001% (3 reads) of all viruses. Human endogenous retrovirus K is related to cancer (Curty et al., 2020). In normal cells, their expression is inhibited, but in tumor cells, their expression is increased (Bannert et al., 2018).

In the X-ray room, almost all of the identified taxa (99.47 %) belong to the Bacteria kingdom, and in the waiting room, the majority of taxa (74.92 %) belong to the Bacteria kingdom. In the X-ray room, only 0.46 % of the reads cannot be assigned to any kingdom while in the waiting room, 22.85 % of the reads can not be assigned to any kingdom. In the waiting room, Actinobacteria was dominant but almost all species found in the X-ray room belong to Proteobacteria. Phylum Proteobacteria contains several human pathogens. Members of Phylum Actinobacteria are commonly found in soil and water. They are economically important for agriculture and forestry.

At the genus level in the X-ray room, *Pantoea* was most abundant. Generally, *Pantoea* species were not considered harmful but some species can be opportunistic pathogens (Delétoile et al., 2009; Yilmaz et al., 2015). In addition to *Pantoea*, *Enterobacter* and *Cedecea* genera were abundant. Genus *Cedecea* is an extremely rare bacteria that originated from the Centers for Disease Control (CDC) (Grimont et al., 1981). Members of the genus *Cedecea* can cause a wide spectrum of acute infections in immunocompromised hosts (Dalamaga & Vrioni, 2011; Ahmad et al., 2021). Furthermore, multidrug-resistant *Cedecea* prevalence is becoming more concerning because of their wide distribution in the environment. In the waiting room, the bacterial profile was different from than X-ray room. Members of the genus *Microbacterium* and *Brevibacterium* were abundant whereas *Cedecea*, *Pantoea*, and *Enterobacter* species were less frequent. Species of *Microbacterium*, *Brevibacterium*, and *Debaromyces* genus can be susceptible to radiation because they were near or less than detectable in the X-ray room. In Oshoma et al. (2010) studied microbial air quality of X-Ray rooms in Nigeria using cultural methods.

They investigated both indoor and outdoor environments of the X-Ray rooms for five days. They found the microbial load between 2.00 cfu/m<sup>3</sup> and 41.5 cfu/m<sup>3</sup>. According to their study *Pseudomonas aeruginosa*, *Staphylococcus aureus*, and *E.coli* were abundant. Our study showed different results. This is a normal outcome since we used a stronger method. [Girma & Lamore \(2022\)](#) studied indoor air bacterial profiles in a university hospital in Ethiopia using cultural methods. They conducted their study in ten different wards and found a bacterial load between 280-6369 cfu/m<sup>3</sup>. They isolated *Staphylococcus aureus*, *E.coli*, *Klebsiella* spp., *Bacillus* spp., *Proteus* spp., and *Streptococcus* spp. They did not include an X-ray room in their study. This differs from our study. Also, they used cultural methods which also differs from our study.

Fungal species in both rooms mostly belong to Ascomycota. The difference is in the waiting room Basidiomycota was abundant after Ascomycota while in X-ray room, Microsporidia was abundant after Ascomycota. Although there were fewer fungi in the X-ray room (2383 reads) than in the waiting room (87.118 reads); the X-ray room had more fungi species. Both rooms contain various animal and plant pathogens. *Debaryomyces hansenii*, the most abundant fungi species in the waiting room, is an invasive yeast species also known as *Candida famata*. It can cause problems in immunocompromised patients ([Karapetsa et al., 2019](#)). On the other hand, *Trichosporon asahii*, found in the waiting room causes skin infections and can be dangerous in immunocompromised patients ([Yayla et al., 2018](#)).

A review written by [Ilyas et al. \(2019\)](#) states Hospital Acquired Infection risk has increased in X-ray rooms due to the increasing number of patients. They also discussed how patients and healthcare workers can be exposed to pathogens in X-Ray rooms. In our study, the workload of the X-ray room was between 350-400 patients per day. This is a relatively high number and supports the mentioned review.

There were 2.803.505 reads in the X-ray room associated with IGC while the waiting room had 58.966 reads. The reads were further filtered to only include those that could be paired together and be uniquely positioned. Reads of high quality were processed and reported.

The accompanying table and figure (Table 2, Figure 6) summarize the makeup of various functional categories for each sample.

Table 2. Composition of top 20 functional categories for all samples (%)

Function	X-Ray Room	Waiting Room
Unknown	27.60	50.35
Carbohydrate Metabolism	11.37	5.13
Nucleotide Metabolism	8.63	3.52
Energy Metabolism	6.01	3.50
Amino Acid Metabolism	6.87	2.49
Genetic Information Processing	3.53	5.61
Translation	6.75	2.30
Membrane Transport	4.82	2.57
Cellular Processes and Signaling	3.87	3.47
Poorly Characterized	2.66	4.54
Metabolism	2.55	4.43
Replication and Repair	3.63	2.65
Folding, Sorting, and Degradation	3.27	2.34
Enzyme Families	2.01	1.60
Transcription	2.45	0.92
Glycan Biosynthesis and Metabolism	0.92	1.02
Lipid Metabolism	0.66	0.91
Metabolism of Cofactors and Vitamins	0.72	0.80
Signal Transduction	0.53	0.72
Metabolism of Terpenoids and Polyketides	0.29	0.37

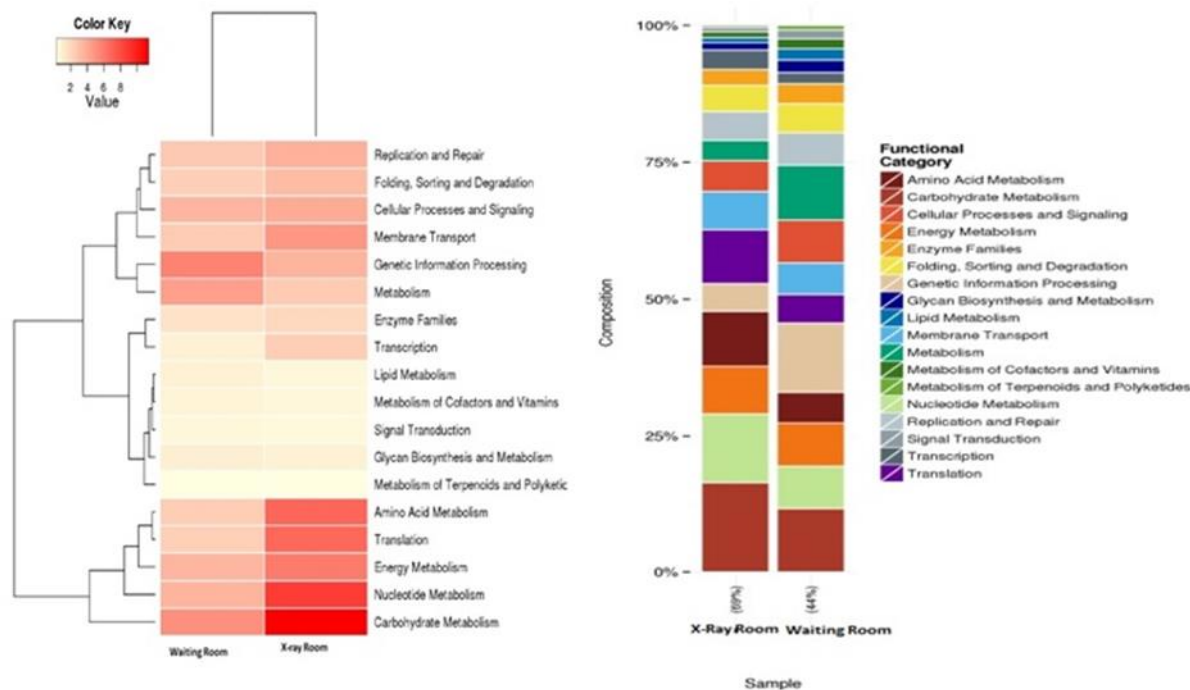


Figure 6. Heat map displaying the relative frequency of the most prevalent functional categories in the samples and their correlations. The relationships between the various functional categories (left) and the samples (top) were displayed in dendrograms created by generating hierarchical clustering from the frequencies. Bar graph displaying the proportion of genes discovered in the most prevalent functional categories across all samples.

Only a small percentage (0.18 %) of the reads in the waiting room were mapped. This, again, makes the comparison harder. Furthermore, 50 % of them remained unknown after the profiling. Unknown and poorly characterized functions are not included in our evaluation of the results.

Our analysis detected 38 different functions with 24 overlapping functions, with the top functions being carbohydrate, nucleotide, and energy metabolism.

In the X-ray room, carbohydrate metabolism had the highest reads among other functions. This fits our expectations. On the other hand, the replication and repair functions were lower than our expectations. Under constant X-rays, we expected increased repair functions. O’Hara et al. (2017) conducted a metagenomic study on ambulances. They found cofactors, prosthetic groups, and electron carriers as top functions followed by secondary metabolites biosynthesis function. In our study, these two functions belong to the lowest function groups. It is possible to X-Rays cause this difference but there is not enough data to reach a solid conclusion.

For the waiting room, considering low mapping, functions were almost equally distributed with genetic information processing taking the lead and followed by metabolism functions.

The distribution of reads on various virulence factors for each sample is given in Table 3 and Figure 7.

Table 3. Distribution of virulence factors for all samples (number of reads)

Virulence Factor	X-ray room	Waiting room
Antibiotic resistance	2364	26
Differential gene regulation	286	0
Pathogenicity island	10936	162
Protein toxin	6	32
Virulence protein	8480	478

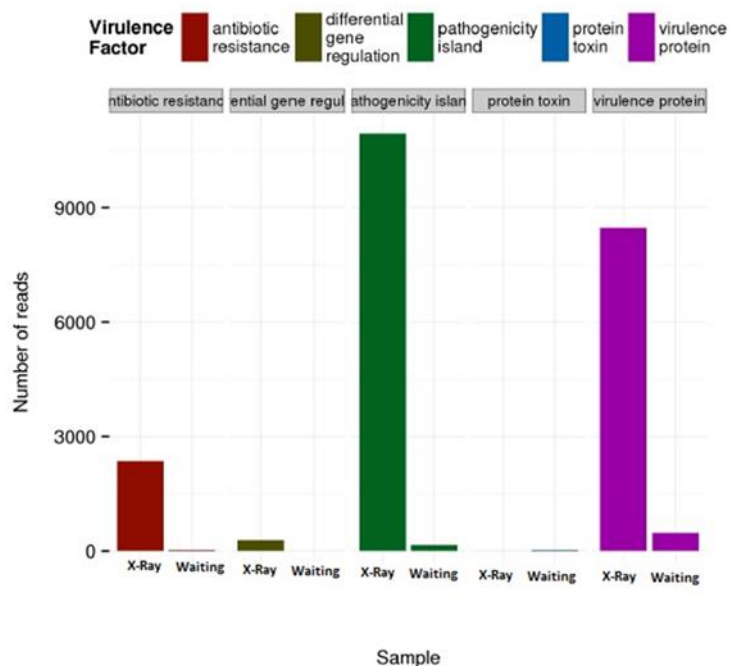


Figure 7. Sample-based read distribution of different virulence factors.

Most reads belong to pathogenicity islands and virulence proteins. There weren't many antimicrobial resistance (AMR) reads but from 2364 reads multi-resistance beta-lactam, penicillin, lincomycin, and tetracycline resistance genes were found. During the sampling time, airborne antimicrobial resistance was low. It is possible the presence of radiation shifted antibiotic resistance genes related to the radiation-related genes. It is also possible antimicrobial resistance genes could be frequent in the surface samples instead of air samples.

We expected methicillin-resistant *Staphylococcus aureus* (MRSA) but *Staphylococcus aureus* has only 76 reads. It is approximately equal to %0.0002 of all reads. Considering this it is normal not to find MRSA. O'Hara et al. (2017) also found similar results from the surfaces of ambulances.

#### 4. Conclusion

Although there are several methods available for identification in a sequenced sample, no methods have perfect accuracy. Both rooms had almost equal reads but 30 % of reads in the waiting room were classified. This makes the comparison somewhat harder. In the X-ray room, this ratio was almost 50-50. This indicates large part of the data remains unknown. This is also true for functional profiling and resistance screening. Classified data was inferred and interpretations were made based on these classified data. It should also be noted that drawing air samples on buffered peptone water and doing the metagenomic analysis wasn't a routine technique.

In previous studies there was not much about air metagenome in hospitals, let alone in X-ray rooms. The sampling technique used was a modified technique from Whon et al. (2012) They collected viral particles with a 1 µm filter. We used a 3 µm filter to collect fungal particles as well as bacterial and viral particles.

In our study, we want to see the effects of X-rays on airborne bacteria. Although problems were encountered with waiting room data, the results were satisfying. X-Rays have a major effect on phylum. They also affect the species diversity though more data were needed to make a solid conclusion. For functional analysis, results were within the expectations except for repair functions. For antimicrobial resistance fewer resistance genes were found than expected but this can be because our samples were airborne.

This study will be a foundation for further studies. Today's technology, software, and databases allow us to dig deeper into the microbiome. In the future transcriptomic, proteomic, and metabolomic studies can be made. With more robust studies on interactions between microbiota, residents can be

understood and solutions can be offered for HAI, AMR, and other pathogen-related problems in hospitals.

## Acknowledgements

The authors declare that there is no conflict of interest. This study was conducted at Aydın Adnan Menderes University, Faculty of Science and Literature, Microbiology Laboratory.

## References

- Adedeji, W. A. (2016). The treasure called antibiotics. *Annals of Ibadan Postgraduate Medicine*, 14(2), 56.
- Ahmad, H., Masroor, T., Parmar, S. A., & Panigrahi, D. (2021). Urinary tract infection by a rare pathogen *Cedecea neteri* in a pregnant female with Polyhydramnios: rare case report from UAE. *BMC Infectious Diseases*, 21, 1-6. doi:10.1186/s12879-021-06298-y
- Akinyemi, K. O., Atapu, A. D., Adetona, O. O., & Coker, A. O. (2009). The potential role of mobile phones in the spread of bacterial infections. *The Journal of Infection in Developing Countries*, 3(08), 628-632. doi:10.3855/jidc.556
- Anonymous. (2018). Picard Tools. <http://broadinstitute.github.io/picard/> Access Date: 08.11.2024.
- Alrazeeni, D., & Al Sufi, M. S. (2014). Nosocomial infections in ambulances and effectiveness of ambulance fumigation techniques in Saudi Arabia: Phase I study. *Saudi Medical Journal*, 35(11), 1354.
- Bannert, N., Hofmann, H., & Hohn, O. (2018). HERVs new role in cancer: from accused perpetrators to cheerful protectors. *Frontiers in Microbiology*, 9, 338466. doi:10.3389/fmicb.2018.00178
- Barnett, D. W., Garrison, E. K., Quinlan, A. R., Strömberg, M. P., & Marth, G. T. (2011). BamTools: a C++ API and toolkit for analyzing and managing BAM files. *Bioinformatics*, 27(12), 1691-1692. doi:10.1093/bioinformatics/btr174
- Bures, S., Fishbain, J. T., Uyehara, C. F., Parker, J. M., & Berg, B. W. (2000). Computer keyboards and faucet handles as reservoirs of nosocomial pathogens in the intensive care unit. *American Journal of Infection Control*, 28(6), 465-471. doi:10.1067/mic.2000.107267
- Clark, G. L., & Boruff, C. S. (1929). The effect of X-rays on bacteria. *Science*, 70(1803), 74-75. doi:10.1126/science.70.1803.74
- Curty, G., Marston, J. L., de Mulder Rougvie, M., Leal, F. E., Nixon, D. F., & Soares, M. A. (2020). Human endogenous retrovirus K in cancer: a potential biomarker and immunotherapeutic target. *Viruses*, 12(7), 726. doi:10.3390/v12070726
- Dalamaga, M., & Vriani, G. (2011). *Cedecea*. In: Liu D. (Ed.), *Molecular Detection of Human Bacterial Pathogens* (pp 817-825), Boca Raton, FL: CRC Press/Taylor and Francis Group.
- Delétoile, A., Decré, D., Courant, S., Passet, V., Audo, J., Grimont, P., ... & Brisse, S. (2009). Phylogeny and identification of *Pantoea* species and typing of *Pantoea* agglomerans strains by multilocus gene sequencing. *Journal of Clinical Microbiology*, 47(2), 300-310. doi:10.1128/jcm.01916-08
- Farkas, J., & Mohácsi-Farkas, C. (2011). History and future of food irradiation. *Trends in Food Science & Technology*, 22(2-3), 121-126. doi:10.1016/j.tifs.2010.04.002
- Girma, A., & Lamore, Y. (2022). Determination of the indoor air bacterial profile in Jimma University Specialized Hospital, Southwest Ethiopia. *SAGE Open Medicine*, 10. doi:10.1177/20503121221122405
- Grimont, P. A., Grimont, F., Farmer III, J. J., & Asbury, M. A. (1981). *Cedecea davisae* gen. nov., sp. no v. and *Cedecea lapagei* sp. nov., New Enterobacteriaceae from clinical specimens. *International Journal of Systematic and Evolutionary Microbiology*, 31(3), 317-326. doi:10.1099/00207713-31-3-317
- Ilyas, F., Burbridge, B., & Babyn, P. (2019). Health care-associated infections and the radiology department. *Journal of Medical Imaging and Radiation Sciences*, 50(4), 596-606. doi:10.1016/j.jmir.2019.07.011
- Karapetsa, M., Tsolaki, V., Arabatzis, M., Petinaki, E., Velegraki, A., & Zakynthinos, E. (2019). Septic shock due to *Candida famata* (*Debaryomyces hansenii*) candidemia in an ICU

- immunocompetent trauma-patient. *Journal of Infection and Public Health*, 12(4), 594-597. doi:10.1016/j.jiph.2018.12.015
- Klindworth, A., Pruesse, E., Schweer, T., Peplies, J., Quast, C., Horn, M., & Glöckner, F. O. (2013). Evaluation of general 16S ribosomal RNA gene PCR primers for classical and next-generation sequencing-based diversity studies. *Nucleic Acids Research*, 41(1). doi:10.1093/nar/gks808
- Kumar, V., Singh C., Shukla V., & Bhargava, H.K. (2012). *Gamma radiation and its effect on microbial growth*. India: Babasaheb Bhimrao Ambedkar University.
- Langmead, B., Trapnell, C., Pop, M., & Salzberg, S. L. (2009). Ultrafast and memory-efficient alignment of short DNA sequences to the human genome. *Genome Biology*, 10, 1-10. doi:10.1186/gb-2009-10-3-r25
- Lax, S., Smith, D. P., Hampton-Marcell, J., Owens, S. M., Handley, K. M., Scott, N. M., ... & Gilbert, J. A. (2014). Longitudinal analysis of microbial interaction between humans and the indoor environment. *Science*, 345(6200), 1048-1052. doi:10.1126/science.1254529
- Lax, S., & Gilbert, J. A. (2015). Hospital-associated microbiota and implications for nosocomial infections. *Trends in Molecular Medicine*, 21(7), 427-432. doi:10.1016/j.molmed.2015.03.005
- Lax, S., Smith, D., Sangwan, N., Handley, K., Larsen, P., Richardson, M., ... & Gilbert, J. A. (2017). Colonization and succession of hospital-associated microbiota. *Science Translational Medicine*, 9(391).
- Leung, M., & Chan, A.H.S. (2006). Control and management of hospital indoor air quality. *Medical Science Monitor*, 12, SR17e23.
- Li, H., Handsaker, B., Wysoker, A., Fennell, T., Ruan, J., Homer, N., ... & Durbin, R. (2009). The sequence alignment/map format and SAMtools. *Bioinformatics*, 25(16), 2078-2079. doi:10.1093/bioinformatics/btp352
- Li, J., Cao, J., Zhu, Y. G., Chen, Q. L., Shen, F., Wu, Y., ... & Yao, M. (2018). Global survey of antibiotic resistance genes in air. *Environmental Science & Technology*, 52(19), 10975-10984. doi:10.1021/acs.est.8b02204
- Li, X., Wu, Z., Dang, C., Zhang, M., Zhao, B., Cheng, Z., ... & Xia, Y. (2021). A metagenomic-based method to study hospital air dust resistome. *Chemical Engineering Journal*, 406, 126854. doi:10.1016/j.cej.2020.126854
- Lohse, M., Bolger, A. M., Nagel, A., Fernie, A. R., Lunn, J. E., Stitt, M., & Usadel, B. (2012). R obi NA: A user-friendly, integrated software solution for RNA-Seq-based transcriptomics. *Nucleic Acids Research*, 40(W1), W622-W627. doi:10.1093/nar/gks540
- Mahmoud, B. S. (2009). Effect of X-ray treatments on inoculated Escherichia coli O157: H7, Salmonella enterica, Shigella flexneri and Vibrio parahaemolyticus in ready-to-eat shrimp. *Food Microbiology*, 26(8), 860-864. doi:10.1016/j.fm.2009.05.013
- Mahmoud, B. S. (2010). The effects of X-ray radiation on Escherichia coli O157: H7, Listeria monocytogenes, Salmonella enterica and Shigella flexneri inoculated on whole Roma tomatoes. *Food Microbiology*, 27(8), 1057-1063. doi:10.1016/j.fm.2010.07.009
- Mahmoud, B. S. (2012). Effects of X-ray treatments on pathogenic bacteria, inherent microflora, color, and firmness on whole cantaloupe. *International Journal of Food Microbiology*, 156(3), 296-300. doi:10.1016/j.ijfoodmicro.2012.04.001
- Marinella, M. A., Pierson, C., & Chenoweth, C. (1997). The stethoscope: a potential source of nosocomial infection?. *Archives of Internal Medicine*, 157(7), 786-790. doi:10.1001/archinte.1997.00440280114010
- O'Hara, N. B., Reed, H. J., Afshinnekoo, E., Harvin, D., Caplan, N., Rosen, G., ... & Mason, C. E. (2017). Metagenomic characterization of ambulances across the USA. *Microbiome*, 5, 1-20. doi:10.1186/s40168-017-0339-6
- Ogata, H., Goto, S., Sato, K., Fujibuchi, W., Bono, H., & Kanehisa, M. (1999). KEGG: Kyoto encyclopedia of genes and genomes. *Nucleic Acids Research*, 27(1), 29-34. doi:10.1093/nar/27.1.29
- Oksanen, J., Kindt, R., Legendre, P., O'Hara, B., Stevens, M. H. H., Oksanen, M. J., & Suggests, M. A. S. S. (2007). The vegan package. *Community Ecology Package*, 10(631-637), 719.
- Ondov, B. D., Bergman, N. H., & Phillippy, A. M. (2011). Interactive metagenomic visualization in a Web browser. *BMC Bioinformatics*, 12, 1-10. doi:10.1186/1471-2105-12-385

- Oner, M. E., & Wall, M. M. (2013). Quality of fresh-cut purple-fleshed sweet potatoes after X-ray irradiation treatment and refrigerated storage. *International Journal of Food Science & Technology*, 48(10), 2064-2070. doi:10.1111/ijfs.12187
- Oshoma, C., Ehigimamusoe, F. O., Emoghene, A., Osayande, A. O. (2010). Microbial air quality of x-ray rooms in private and public radiology unit in Benin City, Nigeria. *Asian Journal of Microbiology, Biotechnology and Environmental Sciences*, 12(4), 721-726.
- R Development Core Team. (2010). R: A Language and Environment for Statistical Computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria.
- Roux, S., Brum, J. R., Dutilh, B. E., Sunagawa, S., Duhaime, M. B., Loy, A., ... & Sullivan, M. B. (2016). Ecogenomics and potential biogeochemical impacts of globally abundant ocean viruses. *Nature*, 537(7622), 689-693. doi:10.1038/nature19366
- Tarasov, A., Vilella, A. J., Cuppen, E., Nijman, I. J., & Prins, P. (2015). Sambamba: fast processing of NGS alignment formats. *Bioinformatics*, 31(12), 2032-2034. doi:10.1093/bioinformatics/btv098
- Ventola, C. L. (2015). The antibiotic resistance crisis: part 1: causes and threats. *Pharmacy and Therapeutics*, 40(4), 277.
- Whon, T. W., Kim, M. S., Roh, S. W., Shin, N. R., Lee, H. W., & Bae, J. W. (2012). Metagenomic characterization of airborne viral DNA diversity in the near-surface atmosphere. *Journal of Virology*, 86(15), 8221-8231. doi:10.1128/jvi.00293-12
- Wiener-Well, Y., Galuty, M., Rudensky, B., Schlesinger, Y., Attias, D., & Yinnon, A. M. (2011). Nursing and physician attire as possible source of nosocomial infections. *American Journal of Infection Control*, 39(7), 555-559. doi:10.1016/j.ajic.2010.12.016
- Wood, D. E., & Salzberg, S. L. (2014). Kraken: ultrafast metagenomic sequence classification using exact alignments. *Genome Biology*, 15, 1-12. doi:10.1186/gb-2014-15-3-r46
- Xie, J., Jin, L., Luo, X., Zhao, Z., & Li, X. (2018). Seasonal disparities in airborne bacteria and associated antibiotic resistance genes in PM<sub>2.5</sub> between urban and rural sites. *Environmental Science & Technology Letters*, 5(2), 74-79. doi:10.1021/acs.estlett.7b00561
- Yayla, B. D., Mutlu, B., & Gedudot, A. (2018). Invasive Trichosporon infection: a report of two cases. *Klimik Dergisi*, 31(1), 67-70.
- Yılmaz, F., Savcı, S., Pazar-Yıldırım, E., Gönüllü, N., Bavunoğlu, I., Köksal-Çakırlar, F., ... & Kiraz, N. (2015). *Pantoea agglomerans* in neden olduğu kateter ilişkili bir sepsis olgusu. *Türk Hijyen ve Deneysel Biyoloji Dergisi*, 72(1), 59-62.
- Zhou, C. E., Smith, J., Lam, M., Zemla, A., Dyer, M. D., & Slezak, T. (2007). MvirDB—a microbial database of protein toxins, virulence factors and antibiotic resistance genes for bio-defence applications. *Nucleic Acids Research*, 35, D391-D394. doi:10.1093/nar/gkl791





Research Article

**Detection of Heavy Metal Concentrations in Feathers of Armenian Gull (*Larus armenicus* Buturlin, 1934) in Van Lake Basin/TÜRKİYE**

Nurgül TAŞKIN, Atilla DURMUŞ\*

Van Yuzuncu Yil University, Science Faculty, Biology Department, 65080, Van, Türkiye  
Nurgül TAŞKIN, ORCID No: 0009-0008-5155-0754, Atilla DURMUŞ, ORCID No: 0000-0002-5116-9581

\*Corresponding author e-mail: atilla@yyu.edu.tr

**Article Info**

Received: 23.08.2023

Accepted: 12.12.2023

Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1348713

**Keywords**

Armenian gull (*Larus armenicus*),  
Heavy metal,  
Van Lake,  
Wetland

**Abstract:** Birds are the living groups at the top of the food web and most affected by environmental pollutants. The aim of the present study was to detect levels of some heavy metal accumulations in the Armenian Gull (*Larus armenicus*), which uses the Van Lake basin for breeding and feeding purposes. Samples were taken from the body feathers of adult and juvenile gulls and from the waters in their feeding environments, taking into account the feeding rates, in order to determine at what rate the birds at the top of the food web accumulate toxic substances and how they are affected. In the samples taken, Iron (Fe), Cadmium (Cd), Copper (Cu), Lead (Pb) and Arsenic (As) concentrations were measured. Metal concentrations were measured using ICAP 6000 Spectrometer. According to the results of the analysis, Cu (6.43 mg kg<sup>-1</sup>), Pb (4.02 mg kg<sup>-1</sup>) and Cd (0.14 mg kg<sup>-1</sup>) concentrations were highest in juveniles, while Fe concentration (94.32 mg kg<sup>-1</sup>) was found to be highest in adults. Compared with WHO (World Health Organization) and TSE-266 standart; As, Fe, Cd, Cu and Pb concentrations in water were higher than the permissible levels for drinking water. Concentration differences in Juveniles and adults seem to vary depending on the feeding density.

**Van Gölü Havzasındaki Van Gölü Martısı'nın (*Larus armenicus* Buturlin, 1934) Tüylerindeki Ağır Metal Konsantrasyonlarının Tespiti**

**Makale Bilgileri**

Geliş: 23.08.2023

Kabul: 12.12.2024

Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1348713

**Anahtar Kelimeler**

Ağır metal,  
Sulak alan,  
Van Gölü,  
Van Gölü Martısı (*Larus armenicus*)

**Öz:** Besin ağının üst basamağında yer alan kuşlar, çevresel kirleticilerden en fazla etkilenen canlı gruplarıdır. Bu çalışmada Van Gölü havzasını üreme ve beslenme amacıyla kullanan Van Gölü Martısındaki (*Larus armenicus*) bazı ağır metal birikimleri araştırıldı. Besin ağının en üst basamağında yer alan kuşların toksik maddeleri hangi oranlarda biriktirdiği ve nasıl etkilendiklerini tespit etmek amacı ile beslenme oranları da dikkate alınarak yetişkin ve yavru martılarının vücut tüylerinden ve beslendiği ortamlardaki sulardan örnekler alındı. Metal konsantrasyonları ICAP 6000 spektrofotometresi ile ölçüldü. Alınan örneklerde; Demir (Fe), Kadmium (Cd), Bakır (Cu), Kurşun (Pb) ve Arsenik (As) konsantrasyonlarına bakıldı. Analiz sonuçlarına göre; Cu (6.43 mg kg<sup>-1</sup>), Pb (4.02 mg kg<sup>-1</sup>) ve Cd (0.14 mg kg<sup>-1</sup>) konsantrasyonlarının en fazla yavrualarda, Fe konsantrasyonunun (94.32 mg kg<sup>-1</sup>) ise en fazla erginlerde olduğu görüldü. Dünya Sağlık Örgütü (WHO) ve TSE-266 standartlarına göre; Su içerisindeki As, Fe, Cd, Cu ve Pb konsantrasyonlarının içilebilir referans değerinden çok fazla olduğu tespit edildi. Yavru ve yetişkinlerdeki konsantrasyon farklılıklarının beslenme yoğunluğuna bağlı olarak değiştiği görülmektedir.

## 1. Introduction

There has been a demand in line with the needs that have emerged in parallel with the increase in the human population around the world. In order to meet this increasing demand, nature has been used effectively and as a result of this effective use, a serious problem has arisen both in the consumption of natural resources and in the disposal of waste materials into nature. Wastes of human origin adversely affect other living species in nature. Heavy metals, which are natural components of nature and living things in nature, can be beneficial when they are at a certain limit, but they can be harmful above a certain rate (Zhang et al., 2018; Tepe et al., 2022; Kodat & Tepe, 2023).

Wetland ecosystems are one of the most important ecosystems with the highest biodiversity. Due to its direct and indirect usage characteristics, it has been used by mankind from the past to present. Wetlands have an indispensable importance as a place of nutrition and shelter in the life of many living things, especially fish and waterfowl. Birds, located at the top levels of the food chain, are called the bioindicator group, which is most quickly affected by deteriorating environmental conditions and reacts to this deformation (Burger, 1994). For this reason, one of the most appropriate methods of determining the metal accumulation in bird species in nature is to determine the amount in their feathers. Heavy metals in feathers can accumulate externally by direct contact and internally via the blood path (Movalli, 2000; Ullah et al., 2014). The metals enter the bird's body through feeding and begin to accumulate from the calamus region of the feather, which is connected with blood vessels (Dauwe et al., 2000 and 2003). When we look at the literature, metals with a density higher than 5 g/cm<sup>3</sup> are considered heavy metals i.e., a group of over 60 such as iron, cobalt, copper, mercury and zinc (Burger & Gochfeld, 1995; Järup, 2003; Kahvecioğlu et al., 2003; Durmuş et al., 2018).

In this study, Lake Van, which is an important resting and breeding area for birds, located within the borders of the province of Van, was selected. Lake Van faces the threat of pollution due to domestic and industrial wastes.

The study aims to determine some heavy metal levels in bird feathers and in the water in the area where they live, and investigate the feasibility of using bird feathers in monitoring environmental pollution. For this purpose, the Armenian gull (*Larus armenicus*) was selected as a bioindicator species. The gull is a species in the Near Threatened (NT) status in the IUCN 2022 (International Union for Conservation of Nature) list.

Armenian gull, one of the bird species most affected by environmental pollution, lives in a limited area where Turkey, Israel, Egypt and Iran are located (Durmuş et al., 2018; Nergiz & Şamat, 2019). The species, which is native and distributed only in the East Anatolia region of Türkiye, feeds on the pearl mullet in summer (*Chalcalburnus tarichi*), which is endemic in Lake Van while it goes down to city centers and feeds from garbage dumps in the winter season (Adızel et al., 2010). Detection of heavy metal accumulations in the body of these species, which are in direct contact with the environment, will be a reference for wildlife conservation studies.

## 2. Material and Methods

The proposed research project does not need the Animal Research Ethics Committee (Decision number 2016/03).

This study was carried out on the shores and islands of Lake Van, which is located in the east of Turkey and is the largest lake in the country. Situated within the borders of Van and Bitlis provinces, the lake is located at 32.2207 X and 42.75245 Y coordinates (Figure 1).

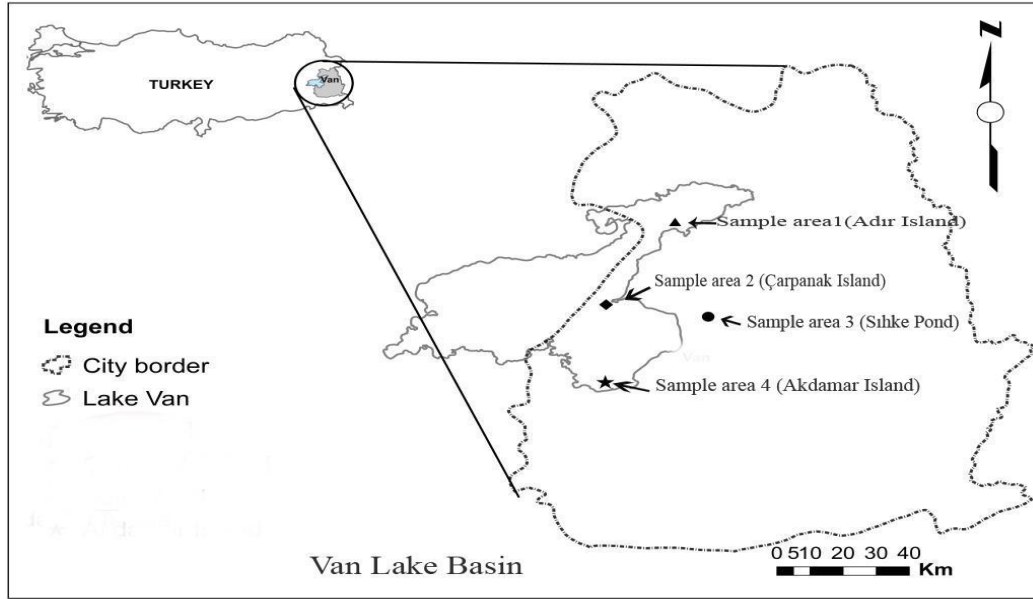


Figure 1. Sample areas in Van province.

Gull feather samples were collected from the islands in Lake Van (Akdamar, Adır, Çarpanak) and from the shores of Lake Van and the Sihke pond of the city dump, from the adults found dead in July 2017, the post-breeding period, and from dead offsprings around the nests (Figure 1).

These collected feather samples were classified according to their body regions. Samples of primary (APF: adult primary feathers) and secondary flight feathers (ASF: adult secondary feathers) of adult individuals are from 9th and 10th feathers as standard; covert feathers (ACF: adult covert feathers and JCF: juvenile covert feathers) were taken from the thorax of adults and juveniles (Burger & Gochfeld, 1997; Aslan, 2007). During the collection of feather samples, plastic gloves were used to prevent external contamination of the feathers and the feathers were placed in plastic bags.

Plastic bags containing feather samples were labeled according to the individual (adult-pup) from which the samples were taken and feather type then brought to the laboratory. The feather samples brought to the laboratory in closed boxes were kept in closed bags, away from the sun and moisture, until solution preparation and analysis. Feathers can become contaminated because they are in contact with the environment. Therefore, these environmental pollutants are cleaned by washing 3 times with acetone in order not to cause errors in the analysis results (Goede & Bruin, 1986). Feather samples, cleaned from environmental wastes, are kept in glass containers for 24 hours in an oven with a temperature of 70 degrees to dry and samples were cut and weighed at 2 grams of each sample on a precision weigher and placed in a beaker. 8 ml of 65% HNO<sub>3</sub> and 2 ml of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> were added and treated with the animal tissue sample program in the microwave incineration unit (E.E.A.M.D.S. Milestone, 230/50 Hz, Italy) (Blust et al., 1988; Janssen et al., 2001). The metal analysis of the samples was conducted using ICP-AAS instrument (Thermo Scientific Icap 6000 Series, ICP Spectrometer).

Among the feather samples taken, Iron (Fe), Cadmium (Cd), Copper (Cu), Lead (Pb) and Arsenic (As) concentrations were measured. The results were calculated as mg kg<sup>-1</sup> of dry weight.

Statistical analysis was conducted with IBM SPSS Statistics 21 statistical package program to compare the metal ratios in feathers taken from different body parts of adults, juveniles and water samples.

### 3. Results

The areas where the gulls (*Larus armenicus*) breed most intensively in Lake Van Basin are the islands within the lake. The seagull, which is native to the region, migrates to 4 islands in the lake as of April and carries out its nesting and breeding activities. They reach an intense breeding activity and high population density in May and June. In June, which is the end of the breeding period, some young and adult individuals in the colony are faced with death due to epidemic disease, competition and nutritional deficiency. In the summer of 2017 after breeding, feather samples were taken from

adults and juveniles around Akdamar Island, Çarpanak Island, Adır Islands in Lake Van, and around Sihke Lake, which is close to the city dump. Some heavy metal amounts detected in feather samples collected from different parts of their bodies are given in Tables 1-3.

Table 1. Metal amounts detected in feather samples of adult Armenian gull (mg kg<sup>-1</sup> dry weight)

	Sample	n	Median	Mean	Std. dev.	Std.error	Min.	Max.	*p
As	APF	10	.26	.25 b	.15	.05	.08	.56	>.05
	ASF	10	.32	.36 b	.16	.05	.24	.80	
	ACF	10	.38	.72 b	.93	.29	.16	3.28	
Cd	APF	10	.12	.13a	.06	.02	.08	.24	>.05
	ASF	10	.12	.12a	.04	.01	.08	.24	
	ACF	10	.12	.15a	.06	.02	.08	.28	
Cu	APF	10	1.70	1.66ab	.84	.27	.56	3.16	<.00 1
	ASF	10	2.16	5.45a	7.32	2.32	1.28	21.20	
	ACF	10	2.36	2.37ab	1.04	.33	.64	4.24	
Fe	APF	10	54.80	50.76b	19.55	6.18	21.20	80.00	<.00 1
	ASF	10	58.00	64.52b	25.48	8.06	29.20	114.80	
	ACF	10	92.40	94.32a	38.34	12.13	39.60	169.20	
Pb	APF	10	1.40	1.51ab	.82	.26	.80	3.60	>.05
	ASF	10	1.56	1.66ab	.81	.26	.80	3.72	
	ACF	10	1.38	1.97ab	1.02	.32	1.00	3.44	

a, b and ab: The difference between groups taking different lowercase letters is significant.

n: Number of samples

When the mean concentration densities between primary, secondary and covert feathers from adult individuals are compared and ranked, it is seen that Fe > Cu > Pb > As > Cd. In the statistical evaluation, while the Iron (Fe) concentration is similar in APF and ASF, there is a significant difference with ACF. When the copper (Cu) concentration is examined, it is seen that there is no significant difference between APF and ACF, but the concentration of ASF is significantly different in these two groups. It is seen that there is a similarity for each hair group in Lead (Pb), Arsenic (As) and Cadmium (Cd) concentrations and there is no statistically significant difference (Table 1).

Table 2. Metal amounts detected in feather samples of juvenile Armenian gull (mg kg<sup>-1</sup> dry weight)

	Sample	n	Median	Mean	Std. Dev.	Std.error	Min.	Max.	*p
As	JCF	10	.36	.34 b	.10	.03	.16	.52	<.00 1
Cd	JCF	10	.12	.14a	.04	.01	.08	.20	
Cu	JCF	10	2.00	6.43a	9.41	2.98	1.16	26.00	
Fe	JCF	10	65.00	73.12ab	45.80	14.48	26.40	157.20	
Pb	JCF	10	1.74	4.02a	6.80	2.15	.76	23.20	

a, b and ab: The difference between groups shown with different lowercase letters is significant.

When the average heavy metal concentration densities in the samples taken from the body hair of the pups are listed, it can be seen that it is in the form of Fe > Cu > Pb > As > Cd. It was found that Fe and As concentrations in the covert feathers were statistically different from other metals, but the difference between Cd, Cu and Pb concentrations was not significant (Table 2).

Table 3. Metal amounts detected in the water of Lake Van (mg ml<sup>-1</sup>)

	Sample	n	Median	Mean	Std. dev	Std.error	Min.	Max.	*p
As	Water	10	5.52	5.17 a	4.02	1.27	.40	11.20	
Cd	Water	10	.02	.02b	.02	.01	.00	.08	
Cu	Water	10	.00	.07b	.13	.04	.00	.32	<.001
Fe	Water	10	.66	6.35c	9.83	3.11	.16	26.80	
Pb	Water	10	.00	.02b	.03	.01	.00	.08	

a, b, c: The difference between groups shown in different lowercase letters is significant.

Considering the average concentration densities of the water samples taken from the shores of the sampled islands on the southern shores of Lake Van, the result was found to be Fe > As > Cu > Pb=Cd. The statistical difference between Fe and As concentrations is significant; but this was not the case for the other 3 metals; that is to say, it is seen that there is no statistically significant difference between Cd, Pb and Cu concentrations (Table 3).

When we compared these water results with WHO and TSE-266 standards, all of the concentrations of metals were higher than the permissible levels for drinking water

In addition, Dunn's test for multiple comparisons was used to identify different groups in the obtained data. Spearman's rank correlation coefficient was calculated to determine the relationship between these variables (Figure 2).

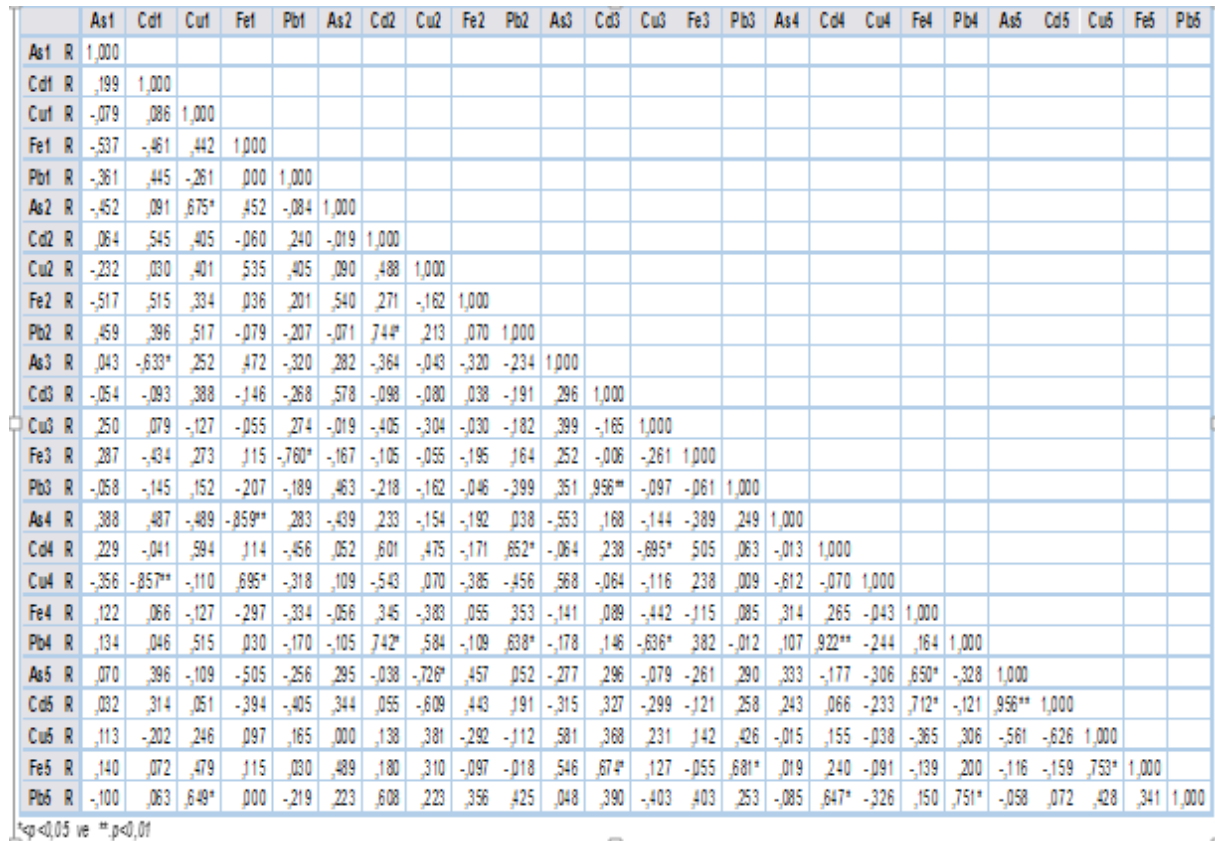


Figure 2. Concentration changes in feather samples (Spearman's rank correlation).

When the relations of heavy metals with each other in Figure 2 above are examined, it can be seen that the values of (-) and below are negatively related with each other, whereas 0 values are not related with each other, and (+) values are positively related with each other.

#### 4. Discussion and Conclusion

In this study, heavy metal (As, Cd, Cu, Fe, Pb) concentrations were determined in the feathers of the Armenian gull, which uses islands in Lake Van, Turkey's largest lake, and feeds on its shores for breeding and feeding purposes. Within the scope of this study, feather samples were taken from different parts of the bodies of the young and adult seagulls that died on the shore of Lake Sihke, which is located near the city dump, and from 3 islands in Lake Van. In addition, water samples were taken from the areas where feathers were collected. As a result of the analysis, when the metal concentration densities in the primary, secondary and covert feathers of adults and juvenile individuals were examined, it was seen that they were ranked as Fe > Cu > Pb > As > Cd. However, when the concentration densities in the water samples were examined, it was observed that Fe > As > Cu > Pb=Cd. While iron (Fe) is highest in water and feathers, Arsenic (As) is at the end in feathers, while it is the second and very high in water (Table 3). The reason for this is thought to be due to the geological structure of the region.

When juvenile, adult and water samples were compared with each other, the highest concentrations of Cu (6.43 mg kg<sup>-1</sup>), Pb (4.02 mg kg<sup>-1</sup>) and Cd (0.14 mg kg<sup>-1</sup>) were in juvenile covert feathers. Fe concentration was found to be highest (94.32 mg kg<sup>-1</sup>) in the adult cover hair and the As concentration (5.17 mg ml<sup>-1</sup>) in water. The excess of some metals in the juvenile feathers is due to the intense feeding of the offspring by their parents during the post-breeding period. In addition, the fact that the young individuals do not molt during this period causes the accumulation to be more intense.

In studies conducted with waterfowl and herons, it has been observed that heavy metals such as Pb and Cd are higher in the feathers of juveniles than in adults (Burger & Gochfeld, 1995; Spahn & Sherry, 1999). Therefore our study can be considered to be in parallel with the aforementioned studies in literature.

Detection of metal concentrations in all samples taken within the scope of this study shows that birds are affected by pollutants in their environment. When the amounts of heavy metals detected in the water of Lake Van were compared with the acceptable values of heavy metals in aquatic environments given by the World Health Organization (WHO) and Turkish Standards Institution (TSE-266), it was seen that the Fe and As values were considerably higher than the accepted values. Cd, Cu and Pb densities are at least 2 times higher.

The metal ratio seen in the birds at the top of the food web gives an idea about the metal accumulation in the ecosystem and reveals the precautions that can be taken (Zolfaghari et al., 2007; Behrooz et al., 2009). In this study, it was revealed that the heavy metal level is related to diet and habitat characteristics. In Lake Van Basin, heavy metal rates were found to be high in areas where there is agricultural activity or where urban pollution prevailed (Table 1-3).

#### Acknowledgements

This study was supported by Van Yuzuncu Yil University, BAP 2016-FYL-5269 project. We wish to thank The Scientific Research Project Unit of Van Yuzuncu Yil University for their financial support.

#### References

- Adızel, Ö., Durmuş, A., & Kiziroğlu, İ. (2010). Preliminary study on newly detected yayliyaka marshes in the Lake Van Basin, Turkey. *The Journal of Animal and Plants Sciences*, 20(4), 286-292.
- Aslan, G. (2007). *Nallihan Kuş Cenneti-Ankara'dan toplanan kuş tüylerinde bazı ağır metallerin saptanması*. (MSc), Hacettepe University Institute of Natural and Applied Science, Ankara.
- Behrooz, R. D., Esmaili-Sari, A., Ghasempouri, S. M., Bahramifar, N., & Covaci, A. (2009). Organochlorine pesticide and polychlorinated biphenyl residues in feathers of birds from different trophic levels of south-west Iran. *Environment International*, 35, 285-290. doi:10.1016/j.envint.2008.07.001

- Blust, R., Van der Linden, A., Verheyen, E., & Decler, W. (1988). Evaluation of microwave heating digestion and graphite furnace atomic absorption spectrometry with continuum source background correction for the determination of Fe, Cu and Cd in brine shrimp. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 3, 387-393. doi:10.1039/JA9880300387
- Burger, J. (1994). Metals in avian feathers: bioindicators of environmental pollution. *Reviews of Environmental Contamination and Toxicology*, 5, 203-311.
- Burger, J., & Gochfeld, M. (1995). Biomonitoring of heavy metals in the Pasific Basin using avian feathers. *Environmental Toxicology and Chemistry*, 14(7), 1233-1239. doi:10.1002/etc.5620140716
- Burger, J., & Gochfeld, M. (1997). Risk, mercury levels, and birds: relating adverse laboratory effects to field biomonitoring. *Environmental Research*, 75, 160-172. doi:10.1006/enrs.1997.3778
- Durmuş, A., Çelik, E., Cenger, C., Taşkın, N., & Acar, Ş. (2018). Determination of metals and selenium concentrations in feather of Armenian gull (*Larus armenicus*) living in Van Lake Basin, Turkey. *Applied Ecology and Environmental Research*, 16, 3831-3837. doi:10.15666/aeer/1604\_38313837
- Dauwe, T., Bervoets, L., Blust, R., Pinxten, R., & Eens, M. (2000). Can excrement and feathers of nestling songbirds be used as biomonitors for heavy metal pollution? *Archives of Environmental Contamination and Toxicology*, 39, 541-546. doi:10.1007/s002440010138
- Dauwe, T., Bervoets, L., Pinxten, R., Blust, R., & Eens, M. (2003). Variation of heavy metals within and among feathers of birds of prey: effects of molt and external contamination. *Environmental Pollution*, 124, 429-436. doi:10.1016/S0269-7491(03)00044-7
- Goede, A. A., & Bruin, M. D. E. (1986). The use of bird feathers for indicating heavy metal pollution. *Environmental Monitoring and Assessment*, 7, 249-256. doi:10.1007/BF00418017
- Järup, L. (2003). Hazards of metal contamination. *British Medical Bulletin*, 68(1), 167-182. doi:10.1093/bmb/ldg032
- Janssen, E., Dauwe, T., Bervoets, L., & Eens, M. (2001). Heavy metals and selenium in feathers of great tits (*Parus major*) along a pollution gradient. *Environmental Toxicology and Chemistry*, 20, 2815-2820. doi:10.1002/etc.5620201221
- Kahvecioğlu, Ö., Kartal, G., Güven, A., & Timur, S. (2003). Metallerin çevresel etkileri. *Metalurji Dergisi*, 136, 47-53.
- Kodat, M., & Tepe, Y. (2023). A holistic approach to the assessment of heavy metal levels and associated risks in the coastal sediment of Giresun, southeast Black Sea. *Heliyon*, 9(6), E16424. doi:10.1016/j.heliyon.2023.e16424
- Movalli, P. A. (2000). Heavy metal and other residues in feathers of laggar falcon (*Falco biarmicus juggar*) from six districts of Pakistan. *Environmental Pollution*, 109, 267-275. doi:10.1016/s0269-7491(99)00258-4
- Nergiz, H., & Şamat, A. K. (2019). Assessment of heavy metal concentration in feathers of Armenian gull (*Larus Armenicus* Buturlin, 1934) and water samples of Hazar Lake, Turkey. *Applied Ecology and Environmental Research*, 17(4), 10221 - 10227. doi:10.15666/aeer/1704\_1022110227
- IUCN. (2022). Red List of Birds. <http://www.iucnredlist.org/details/22694357/0> Access date: 19.11.2023.
- Spahn, S. A., & Sherry, T. W. (1999). Cadmium and lead exposure associated with reduced growth rates, poorer fledging success of little blue heron (*Egretta caerulea*) in south Louisiana wetlands. *Archives of Environmental Contamination and Toxicology*, 37, 377-384. doi:10.1007/s002449900528
- Tepe, Y., Şimşek, A., Ustaoglu, F., & Taş, B. (2022). Spatial-temporal distribution and pollution indices of heavy metals in the Turnasuyu Stream sediment, Turkey. *Environmental Monitoring and Assessment*, 194, 818. doi:10.1007/s10661-022-10490-1
- Ullah, K., Hashmi, M. Z., & Malik, R. N. (2014). Heavy-metal levels in feathers of cattle egret and their surrounding environment: a case of the Punjab province, Pakistan. *Archives of Environmental Contamination and Toxicology*, 66, 139-153. doi:10.1007/s00244-013-9939-8
- Zhang, J., Han, L., Ji, Y., Wei, J., Cai, G., Gao, G., Wu, J., & Yao, Z. (2018). Heavy metal investigation and risk assessment along the Le'An River from non-ferrous metal mining and

smelting activities in Poyang, China. *Journal of Environmental Biology*, 39, 536-545. doi:10.22438/jeb/39/4/MRN-681

Zolfaghari, G., Esmaili-Sari, A., Mahmoud, G. S., & Kiabi, H. (2007). Examination of mercury concentration in the feathers of 18 species of birds in southwest Iran. *Environmental Research*, 104(2), 258-265. doi:10.1016/j.envres.2006.12.002





## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

### Tekirdağ Topraklarından İzole Edilen İki Dileptid Siliyat Türünün (Ciliophora, Litostomatea, Rhynchostomatia) Morfolojik Karakterizasyonu #

Hilal URAL<sup>1</sup>, Naciye Gülkız ŞENLER<sup>\*2</sup>

<sup>1</sup>Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Biyoloji Anabilim Dalı, 59030, Tekirdağ, Türkiye

<sup>2</sup>Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Biyoloji Bölümü, 59030, Tekirdağ, Türkiye

Hilal URAL, ORCID No: 0009-0004-9928-7626, Naciye Gülkız ŞENLER, ORCID No: 0000-0002-5035-0880

\*Sorumlu yazar e-posta: ngulkiz@nku.edu.tr

#### Makale Bilgileri

Geliş: 17.08.2023  
Kabul: 22.12.2023  
Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1344576

#### Anahtar Kelimeler

Dileptid siliyatlar,  
*Rimaleptus mucronatus*,  
*Rurikoplites armatus*,  
Tekirdağ,  
Toprak siliyatları,  
Türkiye

**Öz:** Tekirdağ'ın (TÜRKİYE) doğal ve doğal olmayan alanlarından alınan toprak örneklerindeki iki dileptid siliyat türü (*Rimaleptus mucronatus* ve *Rurikoplites armatus*) ve dinlenme kistleri standart yöntemler kullanılarak morfoloji ve morfometri bakımından incelenmiştir. *R. mucronatus* (i) yaklaşık 261-466 × 38-83 µm büyüklüğünde; (ii) hortum uzunluğunun vücut uzunluğuna oranı %35'tir; (iii) dorsalde konumlanmış, yaklaşık 15 adet küçük kontraktıl vakuol; (iv) büyüklük bakımından farklı, biçim bakımından aynı iki tip ekstruzom; (v) 16-22 sil sırası; (vi) çok sıralı, düzensiz ve atlamalı dorsal fırça, *R. armatus* (i) yaklaşık 133-202 × 17-29 µm büyüklüğünde; (ii) hortum uzunluğu ile vücut uzunluğu oranı %30; (iii) dorsalde 2 kontraktıl vakuol; (iv) iki tip ekstruzom; (v) 9-12 sil sırası; (vi) iki sıralı ve atlamalı dorsal fırça ile karakterize edildi. *R. armatus* Türkiye siliyat faunası için yeni kayıttır. Dinlenme kisti ilk kez bu çalışmada tanımlanmıştır. *R. mucronatus* ve *R. armatus*'un morfolojik ve morfometrik özellikleri ile *R. mucronatus*'un kist morfolojisi daha önce çalışılmış popülasyonlara benzerdir. Farklılıkların coğrafik bölge ve habitat farklılığından kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

### Morphological Characterization of Two Dileptid Ciliate Species (Ciliophora, Litostomatea, Rhynchostomatia) Isolated from Tekirdağ Soils

#### Article Info

Received: 17.08.2023  
Accepted: 22.12.2023  
Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1344576

#### Keywords

Dileptid ciliates,  
*Rimaleptus mucronatus*,  
*Rurikoplites armatus*,  
Soil ciliates,  
Tekirdağ,  
Türkiye

**Abstract:** Two species of dileptid ciliates (*Rimaleptus mucronatus* and *Rurikoplites armatus*) and resting cysts in soil samples taken from natural and unnatural areas of Tekirdağ (TÜRKİYE) were examined in terms of morphology and morphometry using standard methods. *R. mucronatus* is (i) a size of about 261-466 × 38-83 µm; (ii) the ratio of proboscis length to body length is 35%; (iii) dorsally located about 15 small contractile vacuoles; (iv) two types of extrusomes different in size but identical in shape; (v) about 16-22 ciliary rows; and (vi) multi-row, irregular and staggered dorsal brush, *R. armatus* is: (i) about 133-202 × 17-29 µm; (ii) proboscis length to body length ratio is 30% (iii) 2 contractile vacuoles dorsally; (iv) 2 types of extrusome; (v) ciliary rows, 9-12; and (vi) staggered and 2 rowed dorsal brush characterized by. *R. armatus* is a new record for the Turkish ciliate fauna. Resting cyst is first described in this study. The morphological features and morphometric features of *R. mucronatus* and *R. armatus* and the resting cyst morphology of *R. mucronatus* are similar to previously studied populations. However, the differences here may be caused by geographical region and habitat differences.

# Bu çalışma Prof. Dr. Naciye Gülkız ŞENLER'in danışmanlığında yapılan Hilal URAL'ın yüksek lisans tezinden üretilmiştir.

## 1. Giriş

Dileptidler hücre yüzeyleri tümüyle sillerle kaplı (holokroz) litostomatean siliyatlardır. Hücre yapılarını farklı kılan hortuma, gövdeye ve bazı türlerinde kuyruğa sahiptirler (Lynn & Small, 2000; Lynn, 2008; Vďačný & Foissner, 2012). Karasal, yarı karasal ve sucul habitatlarda siliyatlar, diğer protistler ve hatta mikroskobik çok hücreliler üzerinden beslenen predatör siliyatlardır. Bu yüzden mikrobiyal besin ağının en önemli fagotrofik organizmalarıdır (Vďačný ve ark., 2006).

Dileptid siliyatlar, genellikle iğne yapraklı ağaçların yaprak döküntülerinde, kara yosunu örtüsü ile mineral içerikli toprak gibi karasal habitatlarda bulunurlar ve geniş küresel dağılıma sahiptirler. Hücre yapılarının oldukça esnek, eğilip bükülebilen, uzun ve ince olmaları ön adaptasyondur (Vďačný & Foissner, 2008; Vďačný & Foissner, 2012). Bu özellikler sayesinde toprak partikülleri arasındaki küçük boşluklarda dahi yaşamlarını sürdürebilirler. Böylece dileptid siliyatların karasal habitatlardaki çeşitlenmesine de olanak sağlar. Dileptidlerin coğrafik dağılımı az bilinmektedir. Birçoğu holoarktik bölgede bulunmuştur. *Dimacrocaryon amphileptoides*'in, *Rimaleptus alpinus*'un ve *R. mucronatus*'un kayıtları coğrafik bölgelerin hepsinde bulunmaktadır (Vďačný & Foissner, 2012). Bununla birlikte çoğu türün gerçek yayılışı bilinmemektedir. Bu organizma grubuna ait ilk çalışmalar sucul ortamlardaki siliyat çalışmaları içinde yer almakta ve çoğunlukla canlı incelemeye dayanmaktadır (Kahl, 1931 ve 1935; Vuxanovici, 1959; Dragesco, 1963). Uzun yıllar vücut biçimi, büyüklüğü, nükleer aparey, hortumun uzunluğu ile hortuma ait uzunluk oranları, kontraktıl vakuollerinin sayısı ve kontraktıl vakuollerin lokalizasyonu gibi özelliklerinin yanı sıra biyotopu da diyagnostik özellik olarak kullanılmıştır. Böylece birbirlerinden ayırt edilmişlerdir. Vďačný & Foissner (2012), tür ayırımında kullanılabilecek 4 yeni özellik daha ilave etmişlerdir: dorsal fırça (monomorfik/dimorfik), oral açıklık biçimi, mikronukleus biçimi ve sirkamoral dikinetidleri arasındaki mesafe. Dileptid siliyatlar ile ilgili çalışmalar çok eskiye dayanmakla birlikte, ülkemiz dileptid siliyat taksonları hakkında kapsamlı bir çalışma bulunmamaktadır. Şimdiye kadar bir dileptid türü (*Dileptus mucronatus*) rapor edilmiştir (Çapar, 2007). Bu çalışmada Tekirdağ topraklarından izole edilen, Dileptida takımı Dimacrocaryonidae familyasına ait iki tür, canlı ve gümüş boyama teknikleri uygulanarak incelenmiştir. Çalışmanın hem yerel hem de küresel siliyat çeşitliliği ve dağılışı ile ilgili mevcut bilgiye katkı sağlaması beklenmektedir.

## 2. Materyal ve Yöntem

Toprak örnekleri 2016-2017 yılları arasında, Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi Yerleşkesi (40°59'48" K; 27°34'59" D) ve Atatürk Orman Mesire Alanı (40°59'34" K; 27°35'24"D) sınırları içerisinde yer alan doğal ve doğal olmayan çayırılık ve çamlık alanlardan, yüzeye yakın kısımdan (yüzeyden 5-10 cm derinliğe kadar), rastgele yöntemle 10 farklı noktadan yaprak döküntüleri, humus tabaka ile bitkilerin ince kökleri birlikte alınarak karıştırılmıştır.

Kompozit toprak örnekleri, laboratuvarında direkt güneş ışığı almayan bir yerde kurutulup muhafaza edilmiştir. Kistlerin yeniden aktivasyonu için "non-flooded Petri dish" yöntemiyle toprak kültürleri yapılmıştır (Foissner ve ark., 2002; Vďačný & Foissner, 2012). Siliyatlar canlı inceleme ile gümüş boyama tekniklerinin birlikte kullanılmasıyla araştırılmıştır (Foissner, 2014). Hücreler önce canlı olarak stereomikroskop altında, sonra Olympus CX41 araştırma mikroskobu ile 100-1000X büyütmede gözlenmiştir. Infrasiliyatür gümüş boyama yöntemleriyle ortaya çıkarılmıştır. Hücrelerin karakteristik özelliklerinin incelenmesi, ölçümlerinin alınması ve fotoğraflanması araştırma mikroskobuna uyumlu Olympus SC30 model dijital kamera, Cell Software mikro görüntüleme ve ölçüm sistemiyle gerçekleştirilmiştir. Canlı örnekler için çizimler, video görüntü kayıtları ve canlı fotomikrograflar; siliyatür ve diğer özelliklere ait çizimler ise çeşitli gümüş boyama teknikleri uygulanmış preparasyonlardan elde edilmiş ve fotomikrograflar esas alınarak çizilmiştir. Fotomikrograflar Photoshop (CC2023) programı ile bilgisayar ortamında, asıl ölçümlere ve oranlara dikkat edilerek işlenmişlerdir. Ölçüm ve sayısal verilere ait betimsel istatistik SPSS 15.0 (IBM Corp., 2007) ile yapılmıştır. Teşhis, taksonomi ve terminoloji için Lynn & Small (2000), Foissner ve ark. (2002), Lynn (2008), Vďačný & Foissner (2012)'dan yararlanılmıştır. Toprak örneklerinin analizleri TNKÜ Ziraat Fakültesi'nin Toprak Bilimi ve Bitki Besleme Bölümü laboratuvarında gerçekleştirilmiştir.

Kist oluşumu için “besin” sınırlayıcı faktör olarak kullanılmıştır. Stereomikroskop altında seçilen hücreler, filtre edilmiş ve otoklavlanmış ortam suyu içeren saat camına alınmışlardır. Ortamdan besini mümkün olduğu kadar uzaklaştırmak için, ortam suyu birkaç kez değiştirilmiş ve yaklaşık 12 saat bekletilmiştir. Besin olmayan ortamda, çoğu bireyin kist oluşturduğu (enkistasyon) gözlenmiştir. Kistler direkt alınarak ya da çeşitli boyama yöntemlerinin uygulanması sonrasında (protargol ile boyama ve methyl green-pyroninle supravital boyama) incelenmişlerdir.

### 3. Bulgular

#### 3.1. Çalışma alanlarından alınan toprak örneklerine ait fiziksel ve kimyasal analizler

Çalışma alanlarına ait toprakların analiz sonuçlarına göre (Çizelge 1), iki alanın da toprağı hafif asit reaksiyonu gösterip, tuzsuzdur; fosfor, azot ve potasyum içerikleri az düzeydedir. Çayırılık alan (TNKÜ Yerleşkesi) çok kireçli, organik madde içeriğı çok az, mesire alan toprağı ise organik madde miktarı az düzeyde ve orta kireçli toprak sınıfındadır.

Çizelge 1. Toprak örneklerinin fiziko-kimyasal parametreleri

İstasyon	Tekstür	pH (Toprak Reaksiyonu)	Kireç (%)	Organik Madde (%)	EC mikrosiemens/cm	P ppm (Fosfor)	N % (Azot)	K ppm (Potasyum)	İzole edilen türler
TNKÜ-Yerleşkesi çayırılık alan	Killi Tın	6.32	17.24	0.85	345	4.3	0.04	78	<i>Rimaleptus mucronatus</i>
Atatürk Ormanı Mesire Yeri	Kumlu Killi Tın	6.37	6.47	1.58	370	5.4	0.08	82	<i>Rurukoplites armatus</i>

#### 3.2. Tür tanımı

Takım: Dileptida Jankowski, 1978

Familiya: Dimacrocaryonidae Vd'ačný ve ark., 2011

Cins: *Rimaleptus* Foissner, 1984

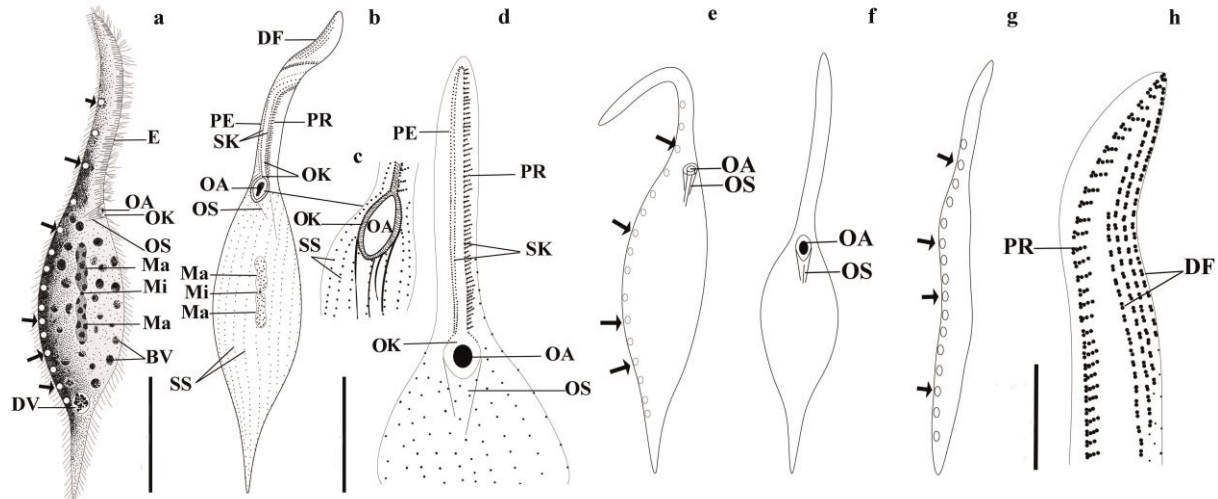
##### 3.2.1. *Rimaleptus mucronatus* (Penard, 1922) Vd'ačný ve ark. (2011)

Hortum, gövde ve belirgin kuyruğı olan tipik dileptidir (Şekil 1a, 1b, 1e-g, 2a-c). Canlı büyüklüğü ortalama  $260.60-465.90 \times 37.50-83.10 \mu\text{m}$  (N=16) olup, genellikle  $335 \times 53 \mu\text{m}$ 'ye yakındır. Hücre genişliğı, hücre uzunluğunun yaklaşık %16'sı kadar olup oldukça değışkendir (%11-24). Protargol ile boyanmış örneklerde fiksasyon süreci hücrelerin küçülmesine neden olduğundan dolayı hücre uzunluğı daha küçük ölçülmüştür (Çizelge 2). Hortum uzunluğı canlı bireylerde, yaklaşık  $21-46 \mu\text{m}$  olup vücut uzunluğunun yaklaşık %35'i kadardır. Vücudun ortalama %10'unu oluşturan kuyruğun uzunluğı oldukça değışkendir (yaklaşık  $21-46 \mu\text{m}$ ). Vücut yapısı oldukça esnek, ileri derecede katlanma eğilimi gösterir, kontraktil değıldir (Şekil 2b, 2c). Makronukleus oblong, iki fragmentten oluşur, hücre gövdesinin orta kısımlarında yer alır (Şekil 1a, 1b, 2e). Her iki fragmentin uzunluk ve genişliğı birbirine yakındır. Mikronukleus tektir. İki fragment arasında, hemen hemen küreseldir (çapı  $\sim 2 \mu\text{m}$ ) (Şekil 1a, 1b, 2e). Dorsal tarafta 15 kadar küçük kontraktil vakuol bulunur (Şekil 1a, 1e, 1g, 2b). Genellikle 4 tanesi hortumda, kalanları gövde kısmında yer alır. Çoğunlukla kuyruğun proksimalinde granüler içerikli olan defekasyon vakuolü vardır (Şekil 1a). Sopa biçimli, uzun ve kısa ekstruzomlara sahiptir (Şekil 1a, 2f-j). Uzun ekstruzomlar (Şekil 2g, 2h, 2j) ortalama  $6.64 \times 0.74 \mu\text{m}$  ( $5.60-7.90 \times 0.50-1.00$ ; N=17), kısa ekstruzomlar (Şekil 2i) ortalama  $3.23 \times 0.69 \mu\text{m}$ 'dir ( $2.63-3.70 \times 0.50-0.90$ ; N=15). Korteks küçük, renksiz granüller (mukosist?) içerir (Şekil 4c).

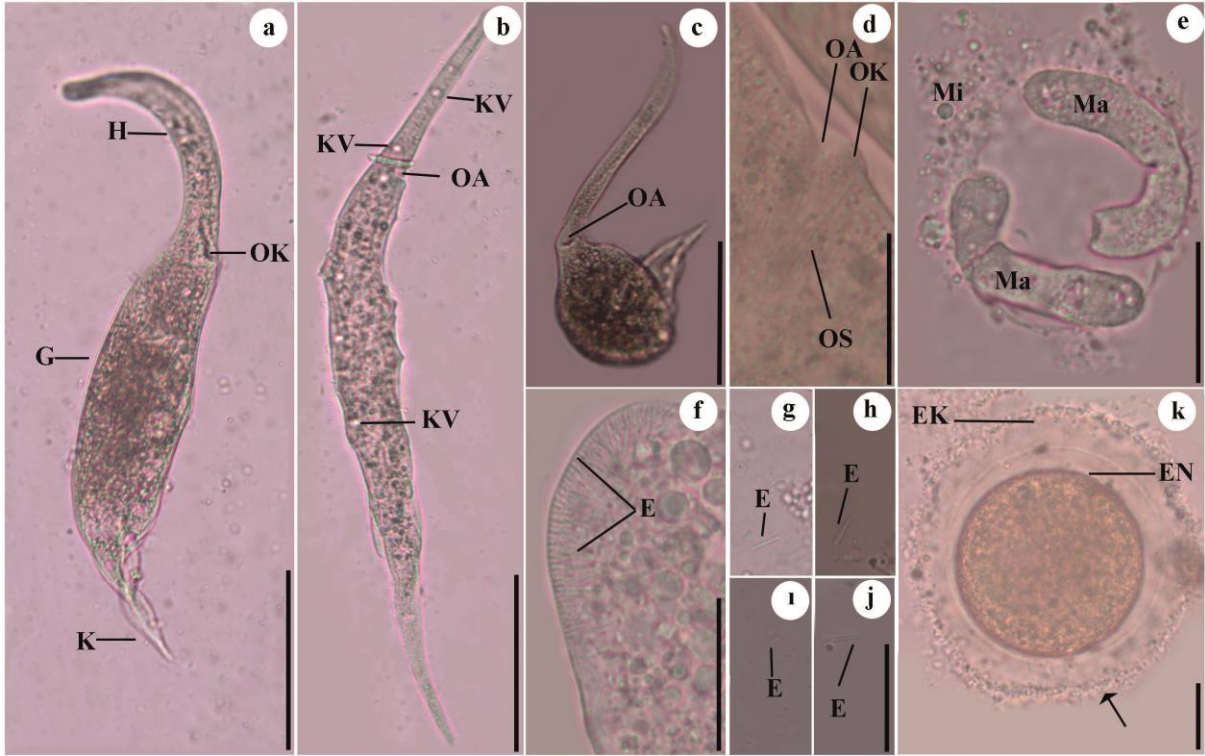
Sitoplazma renksizdir, lipid damlası, besin vakuolleri ve çok sayıda değişken büyüklükte (1-13  $\mu\text{m}$  çaplarında) granül ile doludur. Ovalimsi oral açıklığın genişliği yaklaşık 8  $\mu\text{m}$  olup (4.20-10.60, N=16), anteriyor vücut ucuna uzaklığı hemen hemen 117  $\mu\text{m}$ 'dir (Şekil 1c, 1d, 2a, 2c, 2d, 3a, 3b, 4a, 4b). Oral kabartı oldukça belirgindir (Şekil 2a, 2d), canlı örneklerin genişliği oral açıklığın çevresinde yaklaşık 2  $\mu\text{m}$  iken; hortumda 4  $\mu\text{m}$ 'dir. Oral sepet obkonik biçimlidir, iç ve dış sepetten oluşur (Şekil 2d, 3b, 4a, 4b). Boyanmış ve canlı örneklerinde ayırt edilebilen oral sepet, tespitli örneklerde yaklaşık 13  $\mu\text{m}$  (N=25) uzunluğundadır (Çizelge 2).

Hücrenin yüzeyini örten siller 6-10  $\mu\text{m}$  uzunluğundadır (Şekil 1a). Somatik kineti (sil sırası) sayısı nispeten karardır (CV=%10), 16-22 arasında değişir. Kinetozomları, dar aralıklar oluşturacak şekilde sıralanmış, hücrede orta kısımdan 10  $\mu\text{m}$ 'lik alanda 7 ila 10 adet kinetozom sayılmıştır (Şekil 1b, 3a). Oral kabartı kaidesi takip eden sirkamoral kineti, oral açıklık ile hortumun sağ ve solunda devam eder (Şekil 1b, 1d). Sil sıraları (somatik) ventralde oral kabartı çevresinde kısalarak sonlanır (Şekil 1c, 1d). Hortumun uç kısmına kadar uzanan perioral kineti ise oral kabartının sağ tarafında bulunan ilk kinetiden devam ederek oluşur ve sirkamoral kinetiyle paraleldir (Şekil 1b, 1d, 3b, 3d). Hortumda sirkamoral kinetin sol dalı boyunca uzanan preoral kineti ise sirkamoral kinetiye eğimli bir biçimde devam eder (Şekil 1b, 1d, 1h, 3d). Her biri 3-4 kinetiden oluşur. Dorsal fırça, hortumun dorsal ve dorsolateralinde uzun (yaklaşık olarak hücre uzunluğunun %19-35'i, hortum uzunluğunun %56-77'si kadardır) ve geniş özelleşmiş bir alan oluşturur (Şekil 1h, 3b, 3c). Çok sıralıdır ve kinetidleri düzensiz aralıktır. Fırça sıraları hortumun ucundan kademeli olarak başlar (Şekil 1b, 1h), sıkı paketlenmiş mono- ve dikinetidlerden oluşur. Kılı yapılarının uzunluğu 2  $\mu\text{m}$  kadardır (Şekil 3c). Monokinetidal kuyruk, dorsal fırçanın en sağındaki kinetiden meydana gelir ve hücre gövdesinin ortalarına kadar uzanır.

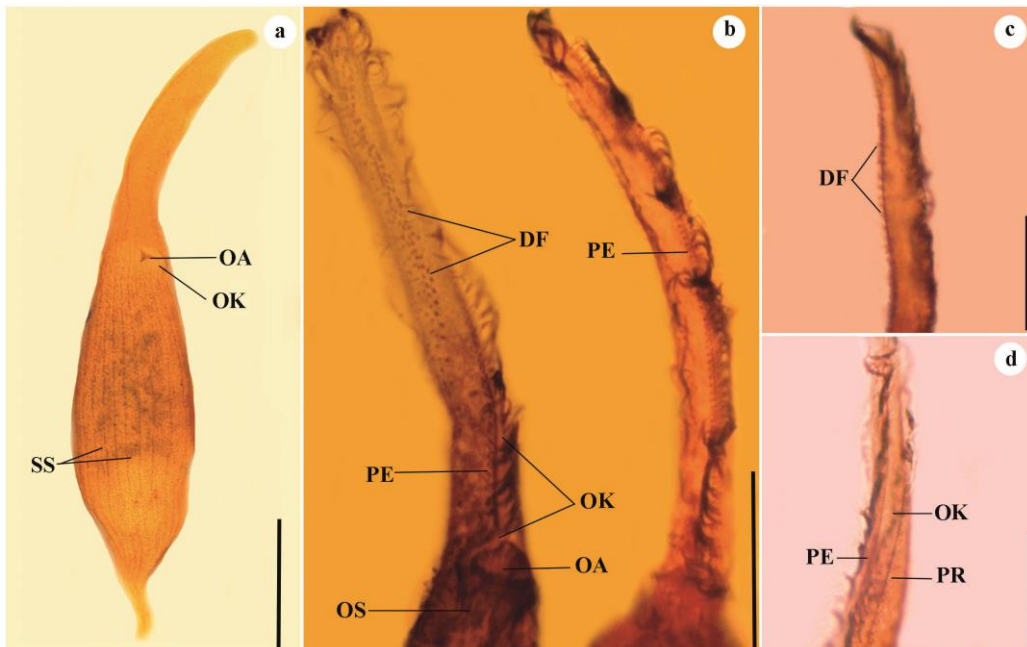
Kist hemen hemen küreseldir. İçte yaklaşık 1  $\mu\text{m}$  kalınlığında (1.10-1.30  $\mu\text{m}$ ; N=4) düz, sarımsı kahverengi bir duvar ve dışta 6.48  $\mu\text{m}$  (5.3-9.0  $\mu\text{m}$ ; N=4) kalınlığında hiyalin bir tabaka ile çevrilidir. Kistin etrafında amorf ihraç materyali içeren belirgin bir mukoz tabaka bulunur. Mukoz tabaka hariç yaklaşık 58-67  $\times$  45-66  $\mu\text{m}$  (uzunluk: ortalama 63.23  $\mu\text{m}$ ; genişlik: ortalama 57.22  $\mu\text{m}$ ; N=4), mukoz tabakayla birlikte 53-85  $\times$  50-80  $\mu\text{m}$ 'dir (uzunluk: ortalama 69.61  $\mu\text{m}$ ; genişlik: ortalama 66.20  $\mu\text{m}$ ; N=4). Makronukleus vejetatif bireylerde olduğu gibi iki parçalıdır. Kontraktıl vakuoller, ekstruzom, oral sepet ve siller ayırt edilmez (Şekil 2k, 4d-f).



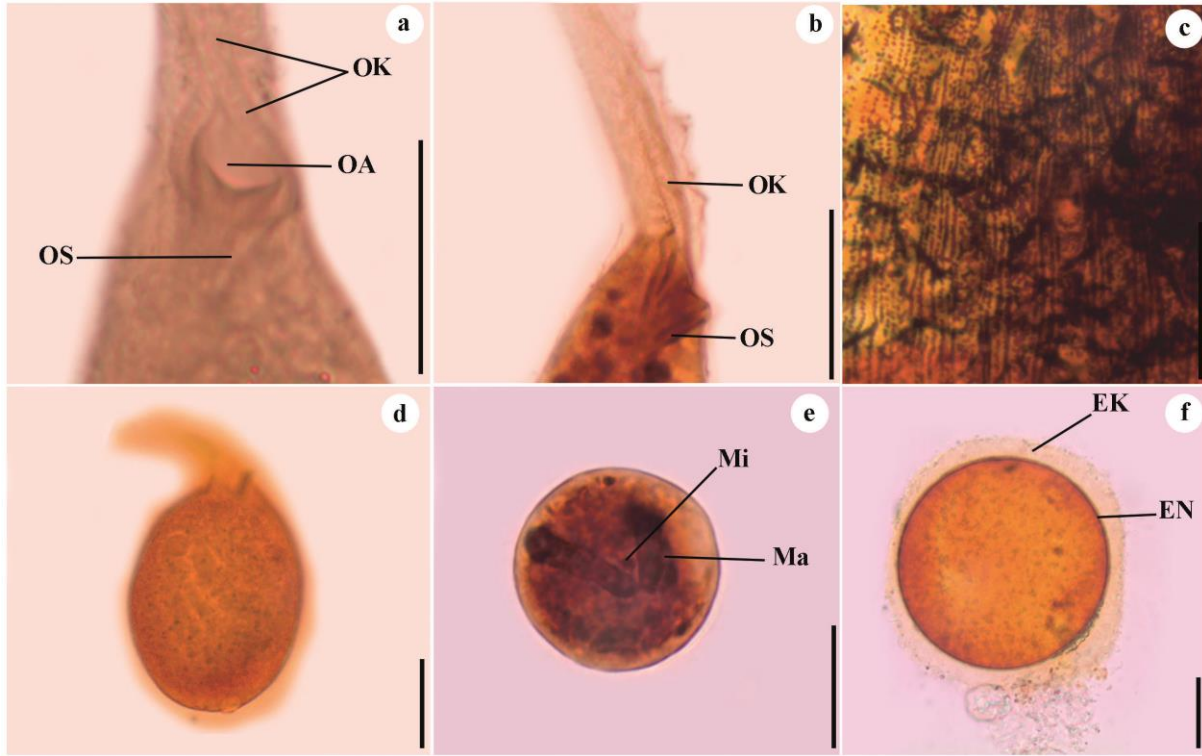
Şekil 1. *Rimaleptus mucronatus*'un çizimleri. a: sağ lateral görünüş, canlı; b: ventral somatik siliyatür; c, d: oral siliyatür; e-g: vücut şekli çeşitliliği ve kontraktıl vakuol modeli; h: sol lateraldeki oral siliyatür. BV: besin vakuölü; DF: dorsal fırça; DV: defekasyon vakuölü; E: ekstruzom; Ma: makronukleus; Mi: mikronukleus; OA: oral açıklık; OK: oral kabartı; OS: oral sepet; PE: perioral kineti; PR: preoral kineti; SS: sil sıraları; SK: sirkamoral kineti; oklar: kontraktıl vakuol. Barlar, 50  $\mu\text{m}$ .



Şekil 2. *Rimaleptus mucronatus*'un canlı fotomikrografları. a-c: genel vücut şekli; d:oral bölge; e: makro- ve mikronükleus; f-j: sopa biçimli uzun ve kısa ekstruzomlar; k: kist. H: hortum; G: gövde; E: ekstruzom; EK: ektokist; EN: endokist; K: kuyruk; KV: kontraktıl vakuol; Ma: makronükleus; Mi: mikronükleus; OA: oral açıklık; OK: oral kabartı; OS: oral sepet; ok: ihraç materyali. Barlar, a-c: 50  $\mu$ m; f-k: 20  $\mu$ m.



Şekil 3. *Rimaleptus mucronatus*'un fotomikrografları (a: gümüş nitrat boyama; b-d: protargol boyama). a: somatik siliyatür; b-d: oral siliyatürü. DF: dorsal fırça; OA: oral açıklık; OK: oral kabartı; OS: oral sepet; PE: perioral kineti; PR: preoral kineti; SS: sil sıraları. Barlar, 20  $\mu$ m.



Şekil 4. *Rimaleptus mucronatus*'un fotomikrografları (a, b, d-f: protargol boyama; c: gümüş karbonat). a, b: oral yapı; c: kortikal granüller; d-f: kist oluşum safhaları. EK: ektokist; EN: endokist; Ma: makronucleus; Mi: mikronucleus; OA: oral açıklık; OK: oral kabartı; OS: oral sepet. Barlar, 20 µm.

Cins: *Rurikoplites* Vd'ačný & Rajter, 2015

### 3.2.2. *Rurikoplites armatus* (Foissner & Schade, 2000) Vd'ačný & Rajter, 2015

Vücut hortum ve gövdeden ibarettir (Şekil 5a, 5b, 6a-d). Canlı hücre boyutları  $133-202 \times 17-29$  µm arasında değişmekte olup ortalama  $166 \times 24$  µm'dir (N=10). Protargol tekniği ile boyanmış hücreler fiksasyondan kaynaklanan büzülmeden dolayı canlı hücrelerden biraz daha küçük ölçülmüştür (Çizelge 2). Genişliğin uzunluğa oranı oldukça değişkendir. Canlı örneklerde yaklaşık %12-18, boyanmış örneklerde %10-19'dur (Çizelge 2). Hortum canlı bireylerde vücudun ortalama %30'unu oluşturur (27-44; N=10). Vücut biçimi oldukça değişkendir (Şekil 5d-f), hücre esnek ve kırılmandır, kontraktil değildir (Şekil 6b-d). Hücre gövdesinin orta kısımlarında nuklear aparey yer alır. Makronucleus iki fragment halinde, dar-silindirik ve sosis biçimlidir (Şekil 5a, 5b, 6f). Her iki fragmentin boyutları hemen hemen aynıdır (Çizelge 2). Mikronucleus tek ve küreseldir, makronucleus fragmentleri arasında yer alır (Şekil 5a, 5b, 6f). Biri anterior, diğeri posterior yarımda, iki kontraktil vakuol dorsal olarak konumlanmışlardır (Şekil 5a, 5d-f, 6a-c). Hücrenin posteriyöründe granüler içeriği olan defekasyon vakuölü bulunur (Şekil 5a, 5b). İki tip ekstruzoma sahiptir. Sopa biçimli ekstruzomlar (tip 1) (Şekil 5a, 6g) çok sayıdadır ve yaklaşık  $2-5 \times 1$  µm büyüklüğündedir (ortalama  $3.58 \times 0.93$  µm; N=20). Klavat biçimli ekstruzomlar (tip 2) (Şekil 5a, 6h) daha az sayıdadır ve canlı büyüklüğü hemen hemen  $2-4 \times 1$  µm'dir (ortalama  $3.78-1.07$ ; N=20). Fırlatılmış ekstruzom mızrak biçimlidir. Oral açıklık ovalimsi olup (Şekil 5a-c, 6a, 6b, 6e, 7a, 7e, 8a, 8b), en geniş kısmı  $4.50-6.90$  µm'dir (N=8). Canlı örneklerde oral açıklık ile anterior vücut ucu arasındaki mesafe ortalama  $56.09$  µm'dir ( $46.40-69.90$  µm; N=10). Oral kabartının oral açıklığı çevreleyen kısmında genişliği (canlı örneklerde)  $2.0-2.9$  µm olarak ölçülmüştür. Oral sepet obkonik biçimindedir, iç ve dış sepetten oluşur (Şekil 5a-c, 7a, 7e). Tespitli örneklerinde yaklaşık olarak  $9$  µm ( $7.20-10.60$  µm; N=19) uzunluğundadır (Çizelge 2).

Somatik siller yaklaşık  $5-8$  µm uzunluğunda olup, ortalama 10 kineti (sil sırası) oluştururlar ( $9.00-12.00$ ; N=20) (Şekil 5b, 7a, 7b) somatik kineti sayısı çok az değişkenlik gösterir (CV=5.90).

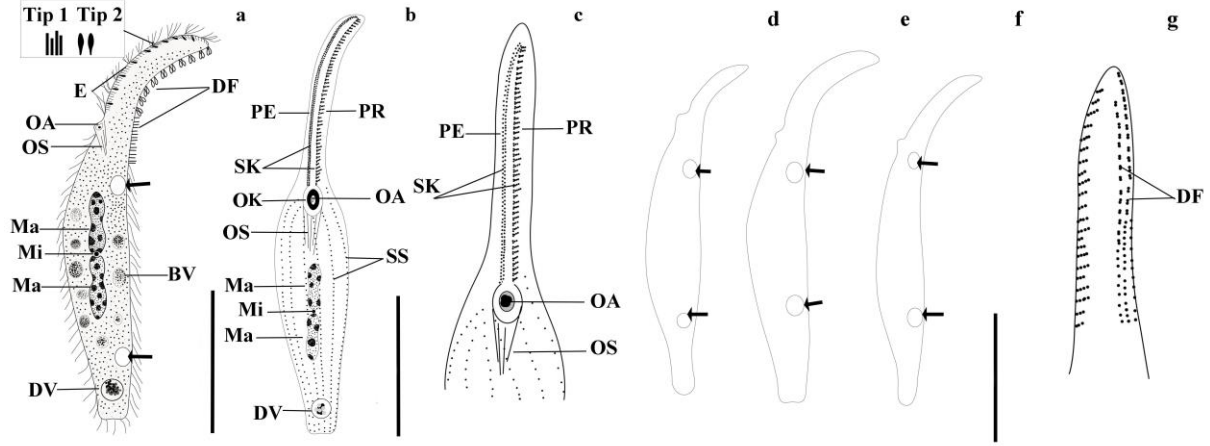
Somatik kinetiler sık düzenlenmiş kinetozom sırasından oluşur, hücrenin orta kısmında 10 µm'lik aralıkta 8-10 kinetozom sayılmıştır (Çizelge 2). Preoral kinetiler 2-3, genellikle 3 kinetiden oluşur (Şekil 5b, 5c, 5f, 7e). Dorsal fırça iki kinetozom sırasından oluşur (Şekil 5g, 7c) (N=16) ve kılsı uzantıları (Şekil 5a, 7e) 2 µm uzunluğundadır. Hücrenin yaklaşık olarak %20-28'i, hortumun %62'si kadar uzunlukta olan dorsal fırça sıraları, bazı örneklerinde hortum boyunca uzanırlar. Dikinetidlerin sayısı yaklaşık 15 ila 16'dır. Monokinetidleri dikinetidler takip eder ve monokinetidlerin aralarındaki boşluk posteriyora doğru gidildikçe artar. Monokinetidal kuyrukla birlikte, dorsal fırça sıralarından bir tanesi hücre gövdesinin ortalarına kadar gelir. Sadece bir bireyde iki dorsal fırça sırasına ek olarak 7-8 dikinetidten ibaret daha kısa bir sıra daha gözlenmiştir (Şekil 7d).

Kistleri küreseldir, çapı 35-40 µm'dir (ortalama 37.14 µm; N=10). Düz, renksiz kist duvarı ortalama 0.6-1.0 µm genişliğindedir (ortalaması: 0.85 µm; N=10). Makronukleusu vejetatif bireylerdeki gibi iki parçadan oluşur (Şekil 6a, 8c-e). Önceki türün aksine lam-lamel arasında sıkıştırılarak patlatılmış kistlerde klavat tip ekstruzomlara rastlanmıştır.

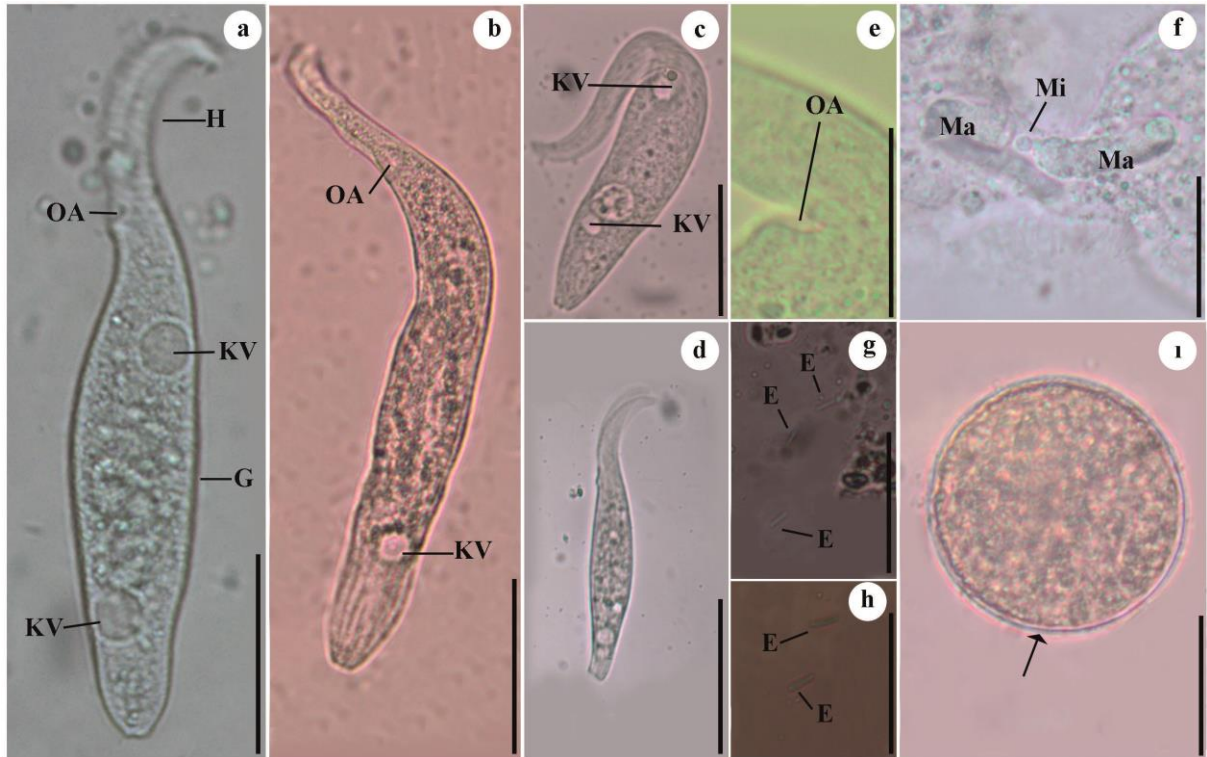
Çizelge 2. *R. mucronatus* (ilk satır) ve *R. armatus*'un (ikinci satır) morfometrik karakterizasyonu.  $\bar{X}$ : aritmetik ortalama; CV: varyasyon kat sayısı; M: medyan; Max: maksimum; Min: minimum; N: ölçülen birey sayısı; SD: standart sapma; SE: ortalamanın standart hatası

Özellik	$\bar{X}$	M	SD	SE	CV	Min	Max	N
Vücut, uzunluk (µm)	191.97	189.80	28.13	5.63	14.82	144.32	258.53	25
	130.19	130.45	17.24	3.86	13.22	95.30	165.0	20
Vücut, genişlik (µm)	40.87	40.80	7.14	1.43	17.50	30.10	57.00	25
	17.41	17.20	2.21	0.50	12.85	13.50	23.50	20
Vücut genişliği/uzunluğu, oran (%)	21.45	21.69	3.40	0.68	15.68	15.01	30.07	25
	13.65	12.73	2.78	0.62	21.84	9.88	19.01	20
Oral kabartı açıklığının anterior uca uzaklığı (µm)	83.18	83.80	15.01	3.00	17.91	45.30	108.89	25
	45.89	46.20	4.96	1.11	10.81	37.60	56.80	20
Hortum uzunluğu/Vücut uzunluğu (%)	36.65	36.39	5.85	1.17	16.08	24.51	47.61	25
	29.12	28.72	4.53	1.01	15.77	23.00	44.07	20
Kuyruk, uzunluk	34.24	33.35	7.62	1.91	22.85	20.70	45.90	16
Nükleer figür, uzunluk (µm)	-	-	-	-	-	-	-	-
	40.23	40.10	9.40	1.88	23.44	24.90	58.10	25
Makronükleer fragmentlerinin sayısı	29.22	29.10	7.49	1.67	25.74	13.80	43.90	20
	2.00	2.00	0.00	0.00	0.00	2.00	2.00	20
Makronükleusun 1. fragmenti, uzunluk	2.00	2.00	0.00	0.00	0.00	2.00	2.00	20
	37.90	38.59	6.45	2.04	16.71	28.10	50.00	10
Makronükleusun 2. fragmenti, uzunluk	23.34	23.20	3.45	1.04	14.87	19.60	31.10	11
	35.97	34.30	7.54	2.38	21.98	27.50	53.60	10
Makronükleus 1. fragment, genişlik	23.22	23.70	3.42	1.03	14.43	17.00	28.40	11
	6.51	6.55	1.01	0.32	15.42	4.80	8.00	10
Makronükleus 2. fragmenti, genişlik	3.26	3.40	0.48	0.14	14.12	2.60	3.80	11
	5.92	5.75	0.86	0.27	14.96	4.60	7.00	10
Mikronükleus, sayısı	3.06	3.20	0.46	0.14	14.38	2.40	3.90	11
	1.00	1.00	0.00	0.00	0.00	1.00	1.00	11
Mikronükleus, çap	1.00	1.00	0.00	0.00	0.00	1.00	1.00	11
	2.09	2.10	0.19	0.06	9.05	1.80	2.40	11
Somatik kineti sayısı, gövdenin orta kısmında	1.61	1.60	0.24	0.06	15.00	1.20	2.00	14
	18.55	18.00	1.88	0.42	10.44	16.00	22.00	20
Kinetozom sayısı, gövdenin orta kısmında 10 µm'de	10.15	10.00	0.59	0.13	5.90	9.00	12.00	20
	8.30	7.00	1.26	0.28	18.00	7.00	10.00	20
	8.75	9.00	0.72	0.16	8.00	8.00	10.00	20

\* Bütün ölçümler protargol boyama uygulanmış bireylerden alınmıştır.

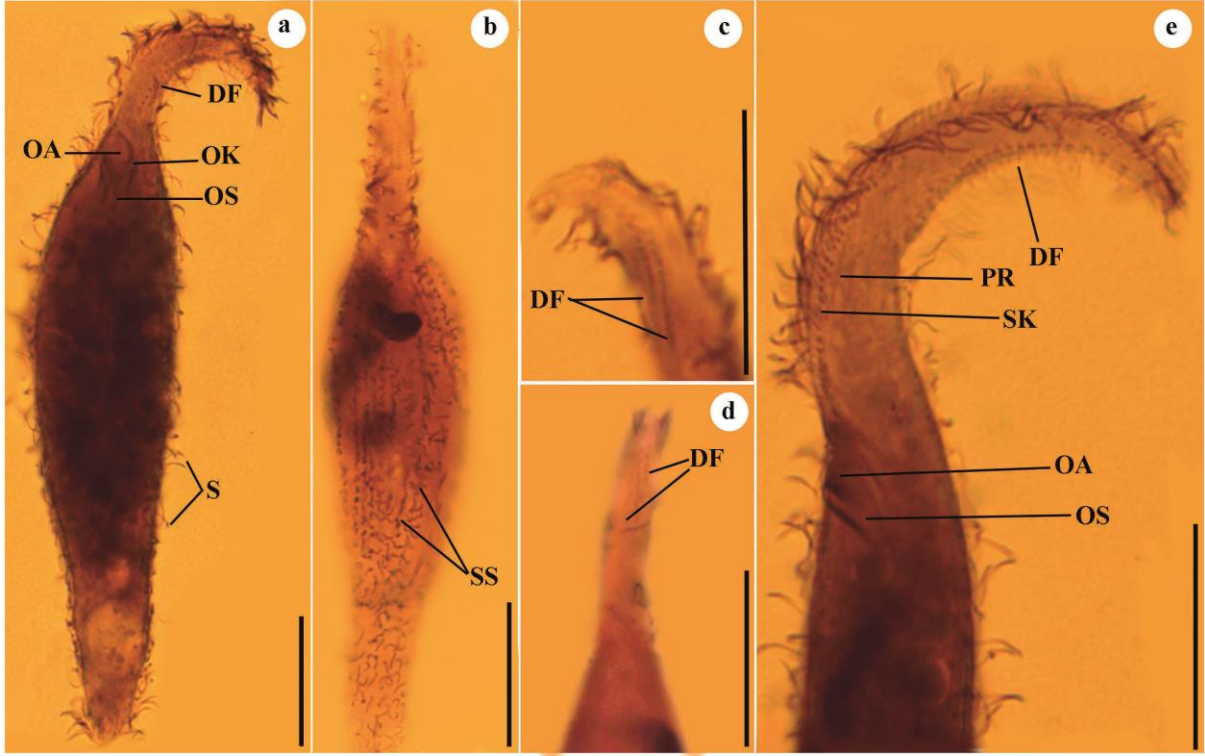


Şekil 5. *Rurikoplites armatus*'un çizimleri. a: sol lateral görünüş, canlı; b: ventral somatik siliyatür; c: ventral oral siliyatür; d-f: vücut şekli çeşitliliği ve kontraktıl vakuol modeli; g: sol lateral oral siliyatürü. BV: besin vakuölü; DF: dorsal fırça; DV: defekasyon vakuölü; E: ekstruzom; Ma: makronukleus; Mi: mikronukleus; OA: oral açıklık; OK: oral kabartı; OS: oral sepet; PE: perioral kineti; PR: preoral kineti; SS: sil sıraları; SK: sirkamoral kineti; oklar: kontraktıl vakuol. Barlar, 50 µm.

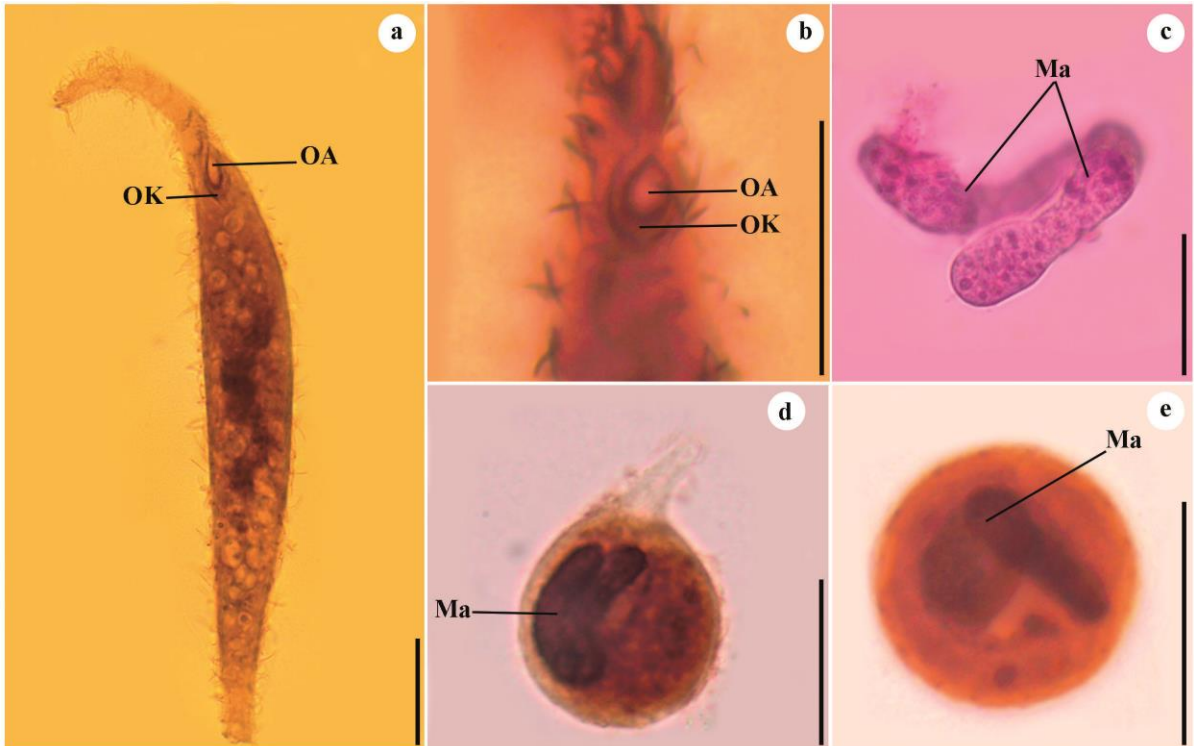


Şekil 6. *Rurikoplites armatus*' un canlı fotomikrografları. a-d: genel vücut şekli ve kontraktıl vakuoller; e: oral bölge; f: nuklear model; g: (sopa biçimli), h (klavat biçimli) ekstruzom; i: kist. H: hortum; G: gövde; E: ekstruzom; KV: kontraktıl vakuol; Ma: makronukleus; Mi: mikronukleus; OA: oral açıklık; ok: kist duvarı. Barlar, 100 µm (d), 50 µm (a-c), 20 µm (e-1).





Şekil 7. *Rurikoplites armatus*'un fotomikrografları (protargol boyama). a: genel görünüş; b: somatik siliyatür; c-e: oral siliyatürü. DF: dorsal fırça; OA: oral açıklık; OK: oral kabartı; OS: oral sepet; PR: preoral kineti; S: sil; SK: sirkomoral kineti; SS: sil sıraları. Barlar, 20 µm.



Şekil 8. *Rurikoplites armatus*'un fotomikrografları (a, b, d, e: protargol boyama; c: methyl green-pyronin). a, b: genel görünüş ve oral bölge; d, e: kist oluşum safhaları; c: kist nükleusu. OA: oral açıklık; OK: oral kabartı; Ma: makronükleus, Barlar, 20 µm.

#### 4. Tartışma ve Sonuç

*R. mucronatus* ilk defa Cenevre'deki bir kanaldan tanımlanmış olup, *Dileptus mucronatus* olarak isimlendirilmiştir (Penard, 1922). Daha sonra, Vďačný ve ark. (2011) obkonik oral sepeti olan iki parçalı makronukleuslu türler için Foissner (1984)'in oluşturduğu *Rimaleptus* cinsine transfer etmişlerdir.

*R. mucronatus*'a ait ilk kayıtlar sucul ortamlara aittir (Penard, 1922; Kahl, 1931; Dragesco, 1960 ve 1963; Foissner, 1984; Blatterer, 1994). Ayrıca Türkiye iç sularından da kayıt altına alınmıştır (Çapar, 2007). Bu rapor ülkemizden ilk kayıt niteliği taşır. Burada tanımlanmış yeni popülasyona ait materyal NKÜ-çayırılık alanı (pH=6.32 ve tuzsuz) döküntü ve topraklarından izole edilmiştir. Bu türe ait mevcut kayıtlar Avustralya karasal habitatları ile Venezuela yarı karasal ve karasal habitatlardandır (pH=5.8 ila 7.3 ve tuzluluğunun değerleri %30-50) (Blatterer & Foissner, 1988; Foissner, 2016). *Rimaleptus mucronatus* türünün dört ana biyocoğrafik bölgeyi içeren kayıtlarının olması bu türün kozmopolit dağılışı gösterdiğine işaret eder. Bu kayıtlara bakıldığında türün tuzlu çevrelerde bulunduğu gibi tuzsuz çevrelerde de bulunduğu görülmektedir. Veriler, bu türün tuza toleransının genişliğini ortaya koyar.

*R. mucronatus*'un Tekirdağ popülasyonu genel morfolojik yapı, somatik ve oral siliyatür bakımından, tanımlanmış diğer popülasyonlara benzerdir. Canlı hücre boyutları oldukça değişkendir (261-466 µm) ve Vďačný & Foissner (2012)'a göre "orta boy" dileptid sınıfına dahildir. Tip örneklerinin büyüklüğü 240 µm ila 275 µm arasındadır (Penard, 1922). Fransa popülasyonunun vücut uzunlukları 240 µm'dir (Dragesco, 1960 ve 1963). Avusturya popülasyonu büyüklüğü 300-500 × 40-60 µm (Foissner, 1984) ve Zanzibar popülasyonu uzunluğu 250-500 µm'dir (Foissner ve ark., 2002). Karasal habitattan izole edilmiş ve protargol ile boyanmış Avusturya örnekleri ise 150-210 × 20-25 µm büyüklüğündedir (Blatterer & Foissner, 1988). Büyüklüğe ait değerler dikkate alındığında çalıştığımız Tekirdağ popülasyonunun, Avusturya (Foissner, 1984) ve Zanzibar'ın (Foissner ve ark., 2002) popülasyon değerlerine yakinken, sucul ortamlardan izole edilen popülasyonlardan (Cenevre ve Fransa popülasyonları) daha büyük değerlere sahiptir. Boyutlar açısından birbirlerine benzer olan üç popülasyon (Avusturya'daki popülasyon, Afrika'daki popülasyon ve Tekirdağ'a ait popülasyon) karasal ortamlara ait topraklardan izole edilmiştir. İnce ve küçük vücut yapısı toprakta yaşayabilme kolaylığı sağladığı için (Çapar, 2008; Vďačný & Foissner, 2008), vücut büyüklüğünün daha küçük olması beklenir. Toprakta yaşayan *R. mucronatus*, esnek vücut yapısı ile bu durumu tolere etmektedir.

Dileptidlerin önemli taksonomik karakteri olan ekstruzom Tekirdağ, Zanzibar ve Kenya popülasyonlarında benzerdir (Foissner ve ark., 2002). Bu üç popülasyonda da biçimsel olarak aynı (sopa biçimli), büyüklüğü farklı (uzun ve kısa) iki tip ekstruzom gözlenmiştir (Tekirdağ popülasyonu: uzun 5.6-7.9 µm, kısa 2.6-3.7 µm; Zanzibar popülasyonu: uzun 6-7 µm, kısa 2.5-3 µm; Kenya popülasyonu: uzun 5-8 µm, kısa 2-4 µm). Foissner (1984) Avusturya popülasyonunda 7 µm uzunluğunda sopa biçimli tek tip ekstruzom olduğunu belirtmesine rağmen daha sonraki çalışmalarında kısa ekstruzomları gözden kaçırdığını ifade etmiştir.

İncelemiş olduğumuz popülasyonu diğer popülasyonlar ile karşılaştırdığımızda en önemli farkın vakuol dizisinde olduğu görülür. Cenevre popülasyonunda ilk vakuolün konumu oral kabartıya yakın (Penard, 1922), Avusturya ile Zanzibar örneklerinin ilk vakuolü ise hortumun ortalarına doğru bir yerde konumlanmıştır (Foissner, 1984; Foissner ve ark., 2002). Popülasyonların kontraktıl vakuolleri karşılaştırıldığında sayılar oldukça değişkendir. Cenevre'deki popülasyonda 5 ila 6 (Penard, 1922; Dragesco, 1963), Zanzibar ve Avusturya popülasyonlarında yaklaşık 6 tanedir (Foissner, 1984; Foissner ve ark., 2002). Tekirdağ popülasyonunda ise yaklaşık 15 olduğundan, diğer popülasyonlarla karşılaştırıldığında oldukça fazladır.

Somatik kineti sayıları popülasyonlar arasında değişkenlik gösterir (Tekirdağ popülasyonunun: 16-22, Fransa popülasyonunun: 22-26, Avusturya popülasyonunun: 21-30, Zanzibar popülasyonunun: 19-26) (Foissner, 1984; Foissner ve ark., 2002). Hortumun yaklaşık yarısından fazlasını işgal etmesine karşın, dorsal fırçasının vücut uzunluğuna oranı "normal" sınırlar dahilindedir (Vďačný & Foissner, 2012). Avusturya ve Zanzibar popülasyonlarına benzerlik göstermekle birlikte, Tekirdağ popülasyonunda kinetidler arasındaki boşluklar ve fırça sıraları daha az düzenlidir.

*Rurikoplites armatus* Foissner ve Schade tarafından ilk kez tanımlanarak, *Dileptus armatus* şeklinde isimlendirilmiştir (Foissner, 2000). Vďačný & Foissner (2012) iki fragmentli makronukleusa ve alışılmış oral sepete sahip olmasından dolayı *Rimaleptus* cinsine aktarmışlardır. Vďačný & Rajter

(2015) daha sonrasında *Rimaleptus armatus*'un sahip olduğu iki makronuklear fragmenti ve atlamalı iki sıralı dorsal fırça nedeniyle, yeni oluşturdukları *Rurikoplites* cinsi ile birleştirmişler. Bu cinsin tip türü olarak *Rurikoplites armatus*'u bildirmişlerdir.

*R. armatus*'un karasal ve yarı karasal çevrelerden izole edilen 3 popülasyonunun deskripsiyonları yapılmıştır. Bunlar, tip popülasyonu olan Almanya'dan 2 popülasyon (Helgoland ve Berlin popülasyonları) (Foissner, 2000) ile Japonya'daki 1 popülasyondur (Vďačný & Foissner, 2012). Helgoland popülasyonunun toprağı kayın ağaçlarının bulunduğu ormandan, Berlin popülasyonu kanalizasyon sulama alanından (pH=4.8-6.5) ve Japonya popülasyonu tarladan (tuzlu, pH=5.5) izole edilmiştir. Ayrıca Maldivler'in kıyısız çalılıklarına (tuzlu, pH=7.7) (Foissner, 2000), Avusturya'nın doğal ormanlarına (Foissner ve ark., 2005) ve Slovakya'nın kavak ormanı ve karasal yosunlarına ait (Vďačný & Rajter, 2015) kayıtlar mevcuttur. Tekirdağ popülasyonunun izole edildiği toprak, doğal olmayan çam ormanındandır (tuzsuz ve pH=6.37). *R. armatus*'un tuzluluğı fazla olan çevrelerde bulunup, tuzsuz çevrelerde de bulunmasından dolayı, bu türü tuz toleransı geniş euryhalin türlere dahil eder. Bunun yanında, bu türün kayıtları bölge düzeyinde bakıldığında kozmopolittir ve ülkemiz için ilk kayıttır.

Tekirdağ popülasyonu, tip popülasyon ve diğer popülasyonlar birlikte değerlendirildiğinde *R. armatus* "kısa hortumlu" ve "küçük" dileptid sınıfına dahildir (Vďačný & Foissner, 2012). Morfoloji ve morfometri bütün popülasyonlarda benzerdir. Tip popülasyonu canlı 140-250 × 20-40 µm, Japonya popülasyonu 120-190 × 20-30 µm, Tekirdağ popülasyonu 133-202 × 17-29 µm'dir. Sil sırası sayısı tip popülasyonunda 10-17, Berlin ve Japonya popülasyonunda ise 10-15'tir. Kinetidler arasındaki mesafe diğer 3 popülasyonla karşılaştırıldığında oldukça azdır, kinetidler sıklığı ise normal sınırlardadır (Vďačný & Foissner, 2012). Dorsal fırçayı oluşturan sil sırası 2'dir. Dikinetidlerin sayısı iki dorsal fırça sırasında da 15 ila 16'dır. İlk sıra 14, ikincisi 16 olan Japon popülasyonu ile benzerlik gösterir. Japonya ve Tekirdağ popülasyonlarında normalde 2 sıralı olan dorsal fırça sırasına ek olarak sadece tek bireyde kısa bir sıra (Japonya popülasyonuna ait fotomikrograflarda, 3 dikinetidden oluşan) daha gözlenmiştir (Vďačný & Foissner, 2012). Bu sıranın uzunluğu Japonya popülasyonundakinin aksine Tekirdağ bireyinde biraz daha fazladır (7-8 dikinetid).

*R. mucronatus*'un dinlenme kisti sadece Kenya popülasyonunda tanımlanmıştır (Foissner ve ark., 2002). Tekirdağ'a ait popülasyonun kist morfolojisi Kenya popülasyonuna benzerdir. Kenya popülasyonda kistin çapı ortalama 60 µm, duvar kalınlığı ise yaklaşık 2 µm olarak ölçülmüştür. Buradaki popülasyonun kisti, Kenya popülasyonunun kistinden daha büyüktür. *R. armatus*'a ait kist morfolojisi ilk defa bu popülasyonda tespit edilmiştir.

Sonuç olarak, ülkemizde dileptid siliyatlar göz ardı edilmiş olmasına rağmen, dünyanın birçok bölgesinden rapor edilmiş, iyi bilinen siliyat türleridir. Yine de yerel çeşitlilik envanterinin belirlenmesine önemli bilimsel katkı sağlanmıştır. Tekirdağ (Türkiye) popülasyonlarının morfolojik ve morfometrik verileri ilk kez bu çalışmayla ortaya konulmuştur. *R. armatus* kistiyle alakalı veriler de ilk defa dünya literatürüne sunulmuş ve bu türe ait bir eksiklik giderilmiştir. Yeni popülasyonlar, morfoloji ve morfometri bakımından genel olarak öncekilere benzerdir. Farklılıklar, coğrafik ve habitat farklılıkları ile açıklanabilir. Biyocoğrafyanın, farklı habitat ve coğrafik bölgelerden gelen güvenilir verilere ihtiyacı vardır. Çalışmamızın siliyatlar ve daha büyük ölçekte protistlerin dağılışı ile ilgili devam eden tartışmaya (kozmpolit model-ılımlı endemisi modeli) (Lynn, 2008) katkısı olacağı düşünülmektedir.

## Teşekkür

Bu çalışmaya, NKUBAP.01.GA.16.079 numaralı araştırma projesi kapsamında maddi destek veren Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi'nin Bilimsel Araştırma Proje Birimi'ne teşekkürlerimizi sunarız.

## Kaynakça

- Blatterer, H. (1994). Die Ciliaten oberösterreichischer Fliessgewässer mit besonderer Berücksichtigung der südlichen Inn-Zubringer. Kataloge des OÖ. Landesmuseums Linz (N. F.), 71, 149-163.
- Blatterer, H., & Foissner, W. (1988). Beitrag zur terricolen Ciliatenfauna (Protozoa: Ciliophora) Australiens. *Stapfia*, 17, 1-84.

- Çapar, S. (2007). Checklist for ciliate species (Protozoa, Ciliophora) living in Turkish in land waters and flooded zones. *Ege Journal of Fisheries and Aquatic Sciences*, 24, 207-212.
- Çapar, S. (2008). Sulak alan siliyatları (Protozoa, Ciliophora) ve morfolojik farkları. *Ege Journal of Fisheries and Aquatic Sciences*, 25, 359-364.
- Dragesco, J. (1960). Les Ciliés mesopsammiques littoraux (systematique, morphologie, ecologie). *The Station Biologique de Roscoff*, 12, 1-356.
- Dragesco, J. (1963). Révision du genre *Dileptus*, Dujardin 1871 (Ciliata Holotricha) (système, cytologie, biologie). *Bulletin Biologique de la France et de la Belgique*, 97, 103-145.
- Foissner, W. (1984). Infraciliatur, Silberliniensystem und Biometrie einiger neuer und wenig bekannter terrestrischer, limnischer und mariner Ciliaten: (Protozoa: Ciliophora) aus den Klassen Kinetofragminophora, colpodea und polyhymenophora. *Staphia*, 12, 1-165.
- Foissner, W. (2000). A compilation of soil and moss ciliates (Protozoa, Ciliophora) from Germany, with new records and descriptions of new and insufficiently known species. *The European Journal of Protistology*, 36, 253-283. doi:10.1016/S0932-4739(00)80003-6
- Foissner, W., Agatha, S., & Berger, H. (2002). Soil Ciliates (Protozoa, Ciliophora) from Namibia (Southwest Africa), with Emphasis on two Contrasting Environments, the Etosha Region and the namib desert. *Denisia*, 5, 1-1459. ISBN: 1608-8700
- Foissner, W., Berger, H., Xu, K., & Zechmeister-Boltenstern, S. (2005). A huge, undescribed soil ciliate (Protozoa: Ciliophora) diversity natural forest stands of Central Europe. *Biodiversity & Conservation*, 14, 617-701. doi:10.1007/s10531-004-3923-6
- Foissner, W. (2014). An update of 'basic light and scanning electron microscopic methods for taxonomic studies of ciliated protozoa'. *The International Journal of Systematic and Evolutionary Microbiology*, 64, 271-292. doi:10.1099/ijs.0.057893-0
- Foissner, W. (2016). Terrestrial and serriterristral ciliates (Protozoa, Ciliophora) from Venezuela and Galapagos. *Denisia*, 28 p, Namibia, Southwest Afrika.
- IBM Corp. (2007). IBM SPSS Statistics for Windows (Version 15.0). <https://www.ibm.com/support/pages/downloading-ibm-spss-modeler-150>
- Kahl, A. (1931). Urtiere oder Protozoa I: Wimpertiere oder Ciliata (Infusoria) 2, Holotricha außer den im 1. Teil behandelten Prostomata. *Tierwelt*, 21, 181-398.
- Kahl, A. (1935). Urtiere oder Protozoa I: Wimpertiere oder Ciliata (Infusoria) 4, Peritricha und Choanotricha. *Tierwelt*, 30, 651-886.
- Lynn, D. H. & Small, E. B. (2000). Phylum Ciliophora Doflein, 1901. In J. J. Lee, G. F. Leedale, P. Bradbury (Eds.), *The Illustrated Guide to the Protozoa* (pp. 371-656). Lawrence, Kansas, USA: Society of Protozoologists.
- Lynn, D. H. (2008). *The Ciliated Protozoa: Characterization, Classification, and Guide to The Literature* (pp. 339-440). Canada, USA: Springer.
- Penard, E. (1922). *Études Sur Les Infusoires D'eau Douce* (pp. 80). Cenevre, İsviçre: Georgia & Cie.
- Vďačný P., Hlúbiková D., & Tirjaková E. (2006): *Spathidium seppelti foissneri* nov. subspec., *Spathidium simplinucleatum* nov. stat., and *Dileptus americanus* Kahl, 1931, one new and two poorly known gymnostome ciliates from soils of Slovakia. *The European Journal of Protistology*, 42, 175-189. doi:10.1016/j.ejop.2006.02.002
- Vďačný, P., & Foissner, W. (2008). Description of four new soil dileptids (Ciliophora, Haptoria), with notes on adaptations to the soil environment. *Acta Protozoologica*, 47, 211-230.
- Vďačný, P., Orsi, W., Bourland, A. B., Shimano, S., Epstein, S. S., & Foissner, W. (2011). Morphological and molecular phylogeny of dileptid and tracheliid ciliates: resolution at the base of the class Litostomatea (Ciliophora, Rhynchostomatia). *The European Journal of Soil Biology*, 47, 295-313. doi:10.1016/j.ejop.2011.04.006
- Vďačný, P., & Foissner, W. (2012). Monograph of the dileptids (Protista, Ciliophora, Rhynchostomatia). *Denisia*, 31, 1-529.
- Vďačný, P., & Rajter, L. (2015). Reconciling morphological and molecular classification of predatory ciliates: Evolutionary taxonomy of dileptids (Ciliophora, Litostomatea, Rhynchostomatia). *Molecular Phylogenetics and Evolution*, 90, 112-128. doi:10.1016/j.ympev.2015.04.023
- Vuxanovici, A. (1959). Contributii la studiul unor infuzori holotrichi. *Revista Studii Şi Cercetări De Biologie*, 11, 307-335.



Research Article

**The Mycobiome of the Gut of Willow Wood Borer, *Xiphydria Prolongata* (Hymenoptera: Xiphydriidae): A Rich Source of Rare Yeasts**

Özgül DOĞAN<sup>1</sup>, Ertan Mahir KORKMAZ<sup>2</sup>, Mahir BUDAK\*<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Sivas Cumhuriyet University University, Vocational School of Health Services, 12345, Sivas, Türkiye

<sup>2</sup>Sivas Cumhuriyet University, Science Faculty, Molecular Biology and Genetics Department, 58140, Sivas, Türkiye

Özgül DOĞAN, ORCID No: 0000-0003-0182-8654, Ertan Mahir KORKMAZ, ORCID No: 0000-0003-0699-1354, Mahir BUDAK, ORCID No: 0000-0001-5610-486X

\*Corresponding author e-mail: mbudak@cumhuriyet.edu.tr

**Article Info**

Received: 09.10.2023

Accepted: 10.01.2024

Online April 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1373533](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1373533)

**Keywords**

Endosymbiosis,  
Insect-fungal interactions,  
ITS1,  
Metabarcoding,  
Willow wood borer,  
Yeasts

**Abstract:** A high-throughput amplicon sequencing as a culture-independent approach was used to identify the gut mycobiome of the willow wood borer *Xiphydria prolongata*. The findings of this study are significant in terms of the insect-fungal interactions and indicate the unexpected richness of the mycobiome and the presence of many rare yeast species in the wood borer gut. A total of 40 fungal genera were found, and among them, only one endophytic fungus, *Daldinia* (Hypoxylaceae), has been previously reported in *Xiphydria*. *Zygosaccharomyces siamensis* is the most prevalent ascomycete species, while *Rhodsporidiobolus colostri* is the most abundant basidiomycetous yeast in *X. prolongata*. Some of the species identified here were known as very rare fungi such as *Skoua fertilis*, *Chaetomium nepalense*, *R. colostri*, and *Vustinia terrae*. This study is also the first report on *S. fertilis* and *V. terrae* in the insect gut flora. These fungi most likely aid in the digestion of lignocellulose in the gut of wood borer. Therefore, further research is required to know the source of acquisition and functional role of these yeast and their industrial potential.

**Odun Arısı *Xiphydria Prolongata*'nın (Hymenoptera: Xiphydriidae) Bağırsak Mikobiyomu: Nadir Mayalar İçin Zengin Bir Kaynak**

**Makale Bilgileri**

Geliş: 09.10.2023

Kabul: 10.01.2024

Online Nisan 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1373533](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1373533)

**Anahtar Kelimeler**

Böcek-mantar etkileşimleri,  
Endosimbioz,  
ITS1,  
Mayalar,  
Metabarkodlama,  
Odun arıları

**Öz:** Söğüt odun arısı *Xiphydria prolongata*'nın bağırsak mikobiyomunu tanımlamak için kültürden bağımsız bir yaklaşım olarak yüksek verimli amplicon dizileme kullanılmıştır. Bu çalışmanın bulguları böcek-fungal etkileşimleri açısından önem taşımakta ve mikobiyomun beklenmedik zenginliğini ve ağaç kurdu bağırsağında birçok nadir maya türünün varlığını göstermektedir. Toplam 40 mantar cinsi bulunmuştur ve bunlar arasında sadece biri endofitik mantar olan *Daldinia* (Hypoxylaceae) daha önce *Xiphydria*'da rapor edilmiştir. *Zygosaccharomyces siamensis* en yaygın askomiset türü iken, *Rhodsporidiobolus colostri* *X. prolongata*'da en bol bulunan bazidiomiset mayadır. Tanımlanan türlerden *Skoua fertilis*, *Chaetomium nepalense*, *R. colostri* ve *Vustinia terrae* çok nadir bulunan mantarlar olarak bilinmektedir. Bu çalışma aynı zamanda *S. fertilis* ve *V. terrae*'nin böcek bağırsak florasındaki ilk raporudur. Bu funguslar büyük olasılıkla odun kurdunun bağırsağındaki lignoselülozun sindirimine yardımcı olmaktadır. Bu nedenle, bu mayaların elde edilme kaynağı ve işlevsel rolü ile endüstriyel potansiyellerinin bilinmesi için daha fazla araştırma yapılması gerekmektedir.

## 1. Introduction

Xiphydriidae (Hymenoptera: Symphyta) is a relatively small but widely distributed family of wood borers, including 146 known species in two subfamilies, of which Xiphydrinae is the largest with 124 species in 24 genera (Taeger et al., 2018). Even though not much is known about the biology of the family, their members have long, cylindrical bodies, dome-shaped heads, and flexible, long necks. The most common genus is *Xiphydria*, which includes 36 described species. The female wood borers have a characteristically long ovipositor that projects posteriorly to drill into wood. The females lay their eggs in a variety of deciduous broad-leaved trees such as maple (*Acer* spp.), alder (*Alnus* spp.), hornbeam (*Carpinus* spp.), willow (*Salix* spp.), oak (*Quercus* spp.), birch (*Betula* spp.), aspen (*Populus tremula*), pulum (*Prunus* spp.) and lindens (*Tilia* spp.) (Smith, 1976 and 2008; Johansson & Larsson, 2020). The larvae bore into physiologically weakened or dead wood of branches, making them economically little important pests (Smith, 1976).

Although there is little information available on how the xiphydrid larvae interact with their host plants and symbiotic fungi, we know that similar to economically important siricid counterparts, the xiphydrid wood borers coexist as an obligatory nutritional symbiotic relationship with fungi in order to digest the complex tissues of their host plants, such as cellulose, making them economically valuable as wood destroying agents (Pažoutová et al., 2010). In this symbiosis, the female inoculates the spores of the xylobiont fungus she has carried from her native tree into the wood during oviposition (Pažoutová et al., 2013). Then, the spores increase in the larval galleries and spread into the adjacent wood, causing the wood to soften so that the larvae can consume the mycelium and tunnel through the tough components of the wood. But, to date, only the members of cramp balls *Daldinia* (Xylariaceae) consisting of wood-inhabiting pyrenomycetes with perithecia as symbionts of three xiphydrid species were reported using traditional culture techniques (Pažoutová et al., 2010 and 2013; Šrůtka et al., 2007). These are *D. decipiens* from *Xiphydria camelus* and *X. longicollis*, *D. childiae* from *X. longicollis* and *X. prolongata*, and *D. hawksworthii* from *X. prolongata*.

To understand the role of these fungi in decomposing host plant polymers to their monomers and making them digestible, first of all, it is necessary to define the mycobiota here by focusing on the insect adult intestinal flora. Due to the limited available fungal symbiotic data to explore the evolution of insect and host plant interaction, in recent years, there has been an increasing interest in insect gut flora, and in understanding the roles of fungus in this interaction. Here, we want to explore the intestinal mycobiota of *Xiphydria prolongata*, also known as the "willow wood borer" because of its affinity for physiologically weakened willow trees as host plants (Smith, 1983; Taeger et al., 2018), collected from the host plant white willow (*Salix alba*) by isolating total DNA of intestinal flora of the female and utilizing ITS1 barcode region in amplicon sequencing as a culture-independent approach. Then, we used various metabarcoding analyses to simultaneously determine the presence and diversity of the previously described and/or novel fungal species.

## 2. Material and Methods

Female wood-boring bees were used in the study, as the core mycobiota is transferred from female bees by oviposition. The samples used in the study were collected from white willow in Sivas province between 2014 and 2019 and stored in absolute ethanol in a deep freezer below -20 °C until the study.

### 2.1. DNA extraction and sequencing

Each willow wood borer preserved in absolute ethanol was washed with sterile distilled water before genomic DNA isolation. Five insect intestines were separated for DNA isolation under a stereomicroscope. The tissues were then pooled in a new sterile 1.5 ml microcentrifuge tube and homogenized using a micropestle. Microbial DNA was extracted from the homogenized tissues with a standard salting-out procedure (Miller et al., 1988). Integrity and purity of the DNA extracts were assessed through visualized on 1% (w/v) agarose gel. ITS1 amplicon metabarcoding 2 x 250 paired-end sequencing was conducted on the Illumina MiSeq platform following the standard protocol at CUTAM (Sivas Cumhuriyet University).

## 2.2. Bioinformatics analysis

The Qiime2 version 2022.11.1 (Amir et al., 2017) workflow was used to conduct bioinformatics analyses. To evaluate the quality of the generated sequences, the built-in QIIME2 commands were used. The DADA2 v.2022.11.1 (Callahan et al., 2016) plugin was used to filter chimeras and perform sequence denoising and deduplication. Taxonomy assignment was carried out against the UNITE dataset (dynamic release) (Kõljalg et al., 2020) using the blast+ (Camacho et al., 2009) plugin. R software v.4.2.1 (R Core Team, 2022) was used for the presentation and organization of the results. The raw sequence data and codes are accessible at <https://doi.org/10.5281/zenodo.7813125>.

## 3. Results

A total of 33,110 reads were generated in each direction with read lengths of 250. The analyses were continued with forward reads because the reverse reads' quality scores were low. 23,500 reads made it through the filter after being cleaned up and checked for chimeras (dada2.tsv in supplementary). The deduplication analysis revealed a total of 439 distinct features (OTUs). 15270 out of 23500 sequences were identified as being from *X. prolongata* (features.csv in supplementary). Fungal species identified by molecular and bioinformatic techniques is reported in Table 1. In total, fungal species accounted for 51 of the 439 OTUs. One fungal species was unidentified representing 1.18% of the total fungal sequences. The majority of the found fungi, approximately sixty percent, were assigned to the Ascomycota, while the remaining forty percent were represented by Basidiomycota (Figure 1). However, the differences in both the fungal composition and abundance were observed in lower taxonomic levels (Table 1).

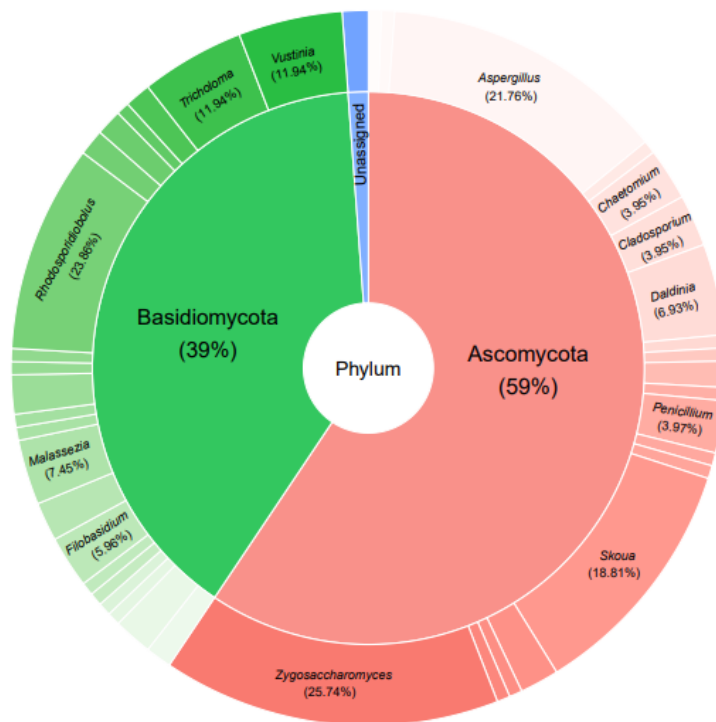


Figure 1. Relative abundance of fungi related to the willow wood borer *Xiphydria prolongata* (Hymenoptera: Xiphydriidae) at the generic level.

The Ascomycota is represented by six fungal classes, in which Saccharomycetes is the predominant with 15.9% of the total fungal sequences. This class is comprised of two genera including *Zygosaccharomyces* and *Candida*. The most represented species is *Zygosaccharomyces siamensis* with 14.71% of the total sequences (92.6% in this class). Eurotiomycetes is the second class representing 15.3% of the total reads with two genera (*Aspergillus* and *Penicillium*). In this class, the most frequently

encountered species is *Aspergillus ruber* with 11.18% of the total sequences (73.10% of the class). The third most common class is Leotiomyces (14.13%) with five genera and seven species. The most abundant species is *Skoua fertilis* in this class, representing 75% of the reads obtained from this class. Sordariomyces is also one of the abundant and important classes (7.65%) of the xiphydrid intestinal flora. This class is represented by five species (*Trichoderma citrinoviride*, *Chaetomium nepalense*, *Apiospora iberica*, *Daldinia childiae*, and *D. hawksworthii*), which are mostly able to degrade cellulose and hemicelluloses. Dothideomyces and Taphrinomyces are also found, consisting of 4.71% and 1.77% of all fungal reads, respectively (Table 1). On the other hand, the phylum Basidiomycota is represented by five classes and its reads are largely members of the Microbotryomycetes and Tremellomycetes classes, with equal representation (accounted for 25.89% of the total reads; Table 1). The first class includes six genera representing seven species, in which the predominated species is *Rhodosporidiobolus colostri*, with 9.41% of the total reads (72.7% in this class). The class Tremellomycetes is represented by nine species under seven genera and *Vustinia terrae* is the most abundant species. Agaricomycetes, Malasseziomycetes, and Cystobasidiomycetes are also observed in the reads obtained from the Basidiomycetes representatives, accounting for 10.59%, 2.94%, and 0.59% of all fungal reads, respectively. Agaricomycetes includes the reads from six species, in which the most abundant is *Tricholoma terreum*, followed by *Baeospora myosura*. In comparison, the other two classes are represented by only one species each: *Erythrobasidium* sp. and *Malassezia restricta* (Table 1).

Table 1. Relative abundance of fungal genera discovered from the gut of willow wood borer *Xiphydria prolongata* (Hymenoptera: Xiphydriidae) and their current taxonomic status according to the UNITE dataset (dynamic version)

Species	Relative abundance	Phylum	Class	Order	Family
<i>Zygosaccharomyces siamensis</i>	14.71	Ascomycota	Saccharomycetes	Saccharomycetales	Saccharomycetaceae
<i>Aspergillus ruber</i>	11.18	Ascomycota	Eurotiomycetes	Eurotiales	Aspergillaceae
<i>Skoua fertilis</i>	10.59	Ascomycota	Leotiomyces	Helotiales	Myxotrichaceae
<i>Rhodosporidiobolus colostri</i>	9.41	Basidiomycota	Microbotryomycetes	Sporidiobolales	Sporidiobolaceae
<i>Tricholoma terreum</i>	4.71	Basidiomycota	Agaricomycetes	Agaricales	Tricholomataceae
<i>Vustinia terrae</i>	4.71	Basidiomycota	Tremellomycetes	Cystofilobasidiales	Mrakiaceae
<i>Daldinia hawksworthii</i>	3.53	Ascomycota	Sordariomycetes	Xylariales	Hypoxylaceae
<i>Malassezia restricta</i>	2.94	Basidiomycota	Malasseziomycetes	Malasseziales	Malasseziaceae
<i>Cladosporium herbarum</i>	2.35	Ascomycota	Dothideomycetes	Capnodiales	Cladosporiaceae
<i>Chaetomium nepalense</i>	2.35	Ascomycota	Sordariomycetes	Sordariales	Chaetomiaceae
<i>Aspergillus flavus</i>	1.76	Ascomycota	Eurotiomycetes	Eurotiales	Aspergillaceae
<i>Baeospora myosura</i>	1.76	Basidiomycota	Agaricomycetes	Agaricales	Tricholomataceae
<i>Filobasidium wieringae</i>	1.76	Basidiomycota	Tremellomycetes	Filobasidiales	Filobasidiaceae
<i>Genoleuria tibetensis</i>	1.76	Basidiomycota	Tremellomycetes	Tremellales	Bulleraceae
<i>Penicillium aotearoae</i>	1.18	Ascomycota	Eurotiomycetes	Eurotiales	Aspergillaceae
<i>Penicillium thomii</i>	1.18	Ascomycota	Eurotiomycetes	Eurotiales	Aspergillaceae
<i>Taphrina sp</i>	1.18	Ascomycota	Taphrinomycetes	Taphrinales	Taphrinaceae
<i>Atheliaceae sp</i>	1.18	Basidiomycota	Agaricomycetes	Atheliales	Atheliaceae
<i>Sistotrema sp</i>	1.18	Basidiomycota	Agaricomycetes	Cantharellales	Hydnaceae
<i>Mrakia aquatica</i>	1.18	Basidiomycota	Tremellomycetes	Cystofilobasidiales	Mrakiaceae
<i>Tremellales sp</i>	1.18	Basidiomycota	Tremellomycetes	Tremellales	Tremellales
<i>Perusta sp</i>	0.59	Ascomycota	Dothideomycetes	Dothideales	Dothioraceae
<i>Dothideomycetes sp</i>	0.59	Ascomycota	Dothideomycetes	Dothideomycetes	Dothideomycetes
<i>Acrodontium neolitsea</i>	0.59	Ascomycota	Dothideomycetes	Mycosphaerellales	Mycosphaerellaceae
<i>Teratosphaeriaceae sp</i>	0.59	Ascomycota	Dothideomycetes	Mycosphaerellales	Teratosphaeriaceae
<i>Lachnum virgineum</i>	0.59	Ascomycota	Leotiomyces	Helotiales	Hyaloscyphaceae
<i>Oidiodendron mellicola</i>	0.59	Ascomycota	Leotiomyces	Helotiales	Myxotrichaceae
<i>Skoua asexualis</i>	0.59	Ascomycota	Leotiomyces	Helotiales	Myxotrichaceae
<i>Monilinia baccarum</i>	0.59	Ascomycota	Leotiomyces	Helotiales	Sclerotiniaceae
<i>Monilinia ssiroi</i>	0.59	Ascomycota	Leotiomyces	Helotiales	Sclerotiniaceae
<i>Pseudeurotiaceae sp</i>	0.59	Ascomycota	Leotiomyces	Thelebolales	Pseudeurotiaceae
<i>Zygosaccharomyces favi</i>	0.59	Ascomycota	Saccharomycetes	Saccharomycetales	Saccharomycetaceae
<i>Candida zeylanoides</i>	0.59	Ascomycota	Saccharomycetes	Saccharomycetales	Saccharomycetales
<i>Trichoderma citrinoviride</i>	0.59	Ascomycota	Sordariomycetes	Hypocreales	Hypocreaceae
<i>Apiospora iberica</i>	0.59	Ascomycota	Sordariomycetes	Xylariales	Apiosporaceae
<i>Daldinia childiae</i>	0.59	Ascomycota	Sordariomycetes	Xylariales	Hypoxylaceae
<i>Taphrina tosquinetti</i>	0.59	Ascomycota	Taphrinomycetes	Taphrinales	Taphrinaceae
<i>Mycena metata</i>	0.59	Basidiomycota	Agaricomycetes	Agaricales	Mycenaceae



Table 1. Relative abundance of fungal genera discovered from the gut of willow wood borer *Xiphydria prolongata* (Hymenoptera: Xiphydriidae) and their current taxonomic status according to the UNITE dataset (dynamic version) (continued)

Species	Relative abundance	Phylum	Class	Order	Family
<i>Ceriporia purpurea</i>	0.59	Basidiomycota	Agaricomycetes	Polyporales	Irpicaceae
<i>Erythrobasidium sp</i>	0.59	Basidiomycota	Cystobasidiomycetes	Erythrobasidiales	Erythrobasidiaceae
<i>Microbotryum betonicae</i>	0.59	Basidiomycota	Microbotryomycetes	Microbotryales	Microbotryaceae
<i>Bannozya yamatoana</i>	0.59	Basidiomycota	Microbotryomycetes	Microbotryomycetes	Chrysozymaceae
<i>Microbotryomycetes sp</i>	0.59	Basidiomycota	Microbotryomycetes	Microbotryomycetes	Microbotryomycetes
<i>Rhodotorula diobovata</i>	0.59	Basidiomycota	Microbotryomycetes	Sporidiobolales	Sporidiobolaceae
<i>Rhodotorula mucilaginoso</i>	0.59	Basidiomycota	Microbotryomycetes	Sporidiobolales	Sporidiobolaceae
<i>Sporidiobolales sp</i>	0.59	Basidiomycota	Microbotryomycetes	Sporidiobolales	Sporidiobolales
<i>Mrakia frigida</i>	0.59	Basidiomycota	Tremellomycetes	Cystofilobasidiales	Mrakiaceae
<i>Filobasidiaceae sp</i>	0.59	Basidiomycota	Tremellomycetes	Filobasidiales	Filobasidiaceae
<i>Filobasidium chernovii</i>	0.59	Basidiomycota	Tremellomycetes	Filobasidiales	Filobasidiaceae
<i>Naganishia albida</i>	0.59	Basidiomycota	Tremellomycetes	Filobasidiales	Filobasidiaceae
Unassigned fungi	1.18				

#### 4. Discussion and Conclusion

Recent advances in the high-throughput sequencing technology and bioinformatics have enabled researchers to understand the role of the insect mycobiota in host nutrition, host development, and evolutionary and ecological processes with a growing number of metabarcoding studies (Lewis & Lizé, 2015; Brentassi et al., 2020; Vega & Biedermann, 2020). Some fungal taxa, predominantly yeasts, have been identified as important members of the insect gut mycobiota, by providing a significant survival and/or nutritional advantage to their hosts. These yeasts degrade high molecular weight molecules, produce nitrogen compounds, and play an important role in detoxification processes through facultative or obligate symbiotic associations (Malacrino et al., 2015). Additionally, they have proven to be an important source of enzymes for various industries (Douglas, 2015).

The present study is a preliminary to investigate the intestinal mycobiota (fungal composition) of *X. prolongata* females using a metabarcoding approach based on the use of fungal ITS1 region, which is widely accepted as a barcode gene in discrimination of the fungal species (Malacrino et al., 2015). The preference for a culture-independent technique in the present study has considerably expanded our knowledge of the mycobiome of *X. prolongata* and provided new insights into the symbiotic relationship between this mycobiome and host insect species. The findings of this study also indicated that the gut habitat of *X. prolongata* harbors an astonishing diversity of yeasts. Despite the fact that some of the species found in the present study comprise the wood borer core mycobiome, others may be diet-specific (Višňovská et al., 2020).

Here, 40 fungal genera were found associated with *X. prolongata* (Table 1), and among them, only one endophytic fungus, *Daldinia* belonging to the family Hypoxylaceae, has been previously reported in *Xiphydria* using culture-based techniques (Šrůtka et al., 2007; Pažoutová et al., 2010 and 2013). The asexual morphs of species of this saprophytic ascomycete genus that grow on decaying wood are known as symbionts of wood borers and also related to the species of some deciduous broad-leaved trees (Pažoutová et al., 2013). The identified species here are *D. childiae* and *D. hawksworthii*, which are reported as insect-related fungi (Pažoutová et al., 2013) and both have been extensively investigated in recent years in terms of ecology, symbiosis, genome, and bioactivity and biosynthesis of their precious metabolites (Šrůtka et al., 2007; Pažoutová et al., 2010; Kim et al., 2020 and 2022). On the other hand, the mycobiome of the female gut flora of *X. prolongata* is mostly represented by *Zygosaccharomyces siamensis* (14.71% of the total sequences, Table 1). This ascosporegenous yeast has also been observed in natural honey with high sugar concentrations collected from honey bees and stingless bees (Saksinchai et al., 2012; Chikano & Takahashi, 2020), indicating its ability to tolerate the environment with high osmotic pressures. The species is therefore used as a promising fungal lipid producer utilizing different carbon sources in biotechnology (Ilmi et al., 2023). *Aspergillus* and *Penicillium*, the ubiquitous saprophytic ascomycete genera present in natural habitats, may be detected rarely, but they have previously been reported from the gut flora of some moths and cockroaches (Bai et al., 2020; Zhang et al., 2020). Another most abundant species of the mycobiome is the very rare and pollen saprophyte fungus *Skoua fertilis* that belongs to Leotiomycetes. This species was only reported

twice from beebread of honey bee hives (Wynns, 2015), but this is the first investigation to find this less conspicuous species in the insect gut flora. In addition, we detected the ascomycete fungus *Chaetomium nepalense* commonly observed in deteriorating wood products and plays a significant role in the degradation of cellulose-based materials. Recent reports indicate the isolation of the members of *Chaetomium* from insect guts (Fujii et al., 2012; Samal et al., 2014), despite the genus's reputation as a soil fungus with high cellulolytic activity. This fungus most likely aids in the digestion of lignocellulose in the gut of wood borer.

The most common basidiomycetous yeast in the wood borer *X. prolongata* is the less noticeable fungus *Rhodospordiobolus colostri*, with an average of 9.5% of total reads. This species has also been found in *Euploea* butterflies and the waste deposit of the attina ant *Acromyrmex lundii* nest (Masiulionis & Pagnocca, 2017; Lin et al., 2018), and it is used in the breakdown of lignin-derived aromatic compounds (Margesin et al., 2022). Another abundant basidiomycetous yeast within *X. prolongata* is *Vustinia terrae*, many rare yeast with orange-coloured pigmentation that belongs to Tremellomycetes (Kachalkin et al., 2019). This is also the first report of this species in the insect gut flora. Further studies are therefore necessary to know the source of acquisition and functional role of this yeast in *X. prolongata*. We have additionally found the lipophilic basidiomycetous yeast *Malassezia restricta*, which is a natural component of human and animal skin flora and has been extensively studied about skin diseases in recent years (Theelen et al., 2018). This species was also observed in the gut of beetles (Zhang et al., 2003), indicating that it is a natural member of the phytophagous insect gut mycobiome.

The close examination of the mycobiome of the *X. prolongata* enables us to enhance the knowledge regarding the diversity of fungi present in the gut community of this species and to analyze for the first time the mycobiome related to the female *X. prolongata*. The findings of this study are significant in terms of the insect-fungal interactions and indicate the unexpected richness of the mycobiome and the presence of many rare yeast species in the wood borer gut. Wood borers, like other reported phytophagous or pollinator insects, most likely use their gut microbiota to improve the usage of plant nutrients, which are more difficult for insects to degrade, thus allowing these insects to overcome the nutrient-poor features of food sources. This study may also serve as a guide for researchers to further explore the evolutionary and ecological relationships between *X. prolongata* and its mycobiome. As a result, more detailed studies are required to uncover the core mycobiota of wood borers through sampling from different life stages of the species.

## Acknowledgments

We thank Sivas Cumhuriyet University (CÜBAP F-614) for providing financial support, and the members of Evolutionary Bioinformatics Research Groups (EBRG) at Sivas Cumhuriyet University for their contributions to laboratory work.

## References

- Amir, A., McDonald, D., Navas-Molina, J. A., Kopylova, E., Morton, J. T., Zech Xu, Z., ..., & Knight, R. (2017). Deblur rapidly resolves single-nucleotide community sequence patterns. *MSystems*, 2(2), e00191-16. doi:10.1128/mSystems.00191-16
- Bai, L., He, L., Yu, P., Luo, J., Yang, M., Xiangren, A., & Xiaoxing, W. (2020). Molecular characterization of mycobiota and *Aspergillus* species from *Eupolyphaga sinensis* Walker based on high-throughput sequencing of ITS1 and CaM. *Journal of Food Quality*, 2020, Article ID 1752415. doi:10.1155/2020/1752415
- Brentassi, M. E., Medina, R., de la Fuente, D., Franco, M. EE., Toledo, A. V., Saparrat, M. CN., & Balatti, P. A. (2020). Endomycobiome associated with females of the planthopper *Delphacodes kuscheli* (Hemiptera: Delphacidae): A metabarcoding approach. *Heliyon*, 6(8), e04634. doi:10.1016/j.heliyon.2020.e04634
- Callahan, B. J., McMurdie, P. J., Rosen, M. J., Han, A. W., Johnson, A. J. A., & Holmes, S. P. (2016). DADA2: High-resolution sample inference from Illumina amplicon data. *Nature Methods*, 13(7), 581-583. doi:10.1038/nmeth.3869

- Camacho, C., Coulouris, G., Avagyan, V., Ma, N., Papadopoulos, J., Bealer, K., & Madden, T. L. (2009). BLAST+: architecture and applications. *BMC Bioinformatics*, 10(1), 421. doi:10.1186/1471-2105-10-421
- Chikano, M., & Takahashi, J. (2020). Complete mitochondrial DNA sequence of the yeast *Zygosaccharomyces siamensis* (Saccharomycetes: Saccharomycetales) from fermented honey of the *Apis cerana japonica* in Japan. *Mitochondrial DNA Part B*, 5(3), 2645-2647. doi:10.1080/23802359.2020.1785961
- Douglas, A. E. (2015). Multiorganismal insects: diversity and function of resident microorganisms. *Annual Review of Entomology*, 60, 17-34. doi:10.1146/annurev-ento-010814-020822
- Fujii, K., Ikeda, K., & Yoshida, S. (2012). Isolation and characterization of aerobic microorganisms with cellulolytic activity in the gut of endogeic earthworms. *International Microbiology: The Official Journal of the Spanish Society for Microbiology*, 15(3), 121-130. doi:10.2436/20.1501.01.165
- Ilmi, M., Badrani, A., & Fauziyah, A. (2023). Increasing lipid production from *Zygosaccharomyces siamensis* AP1 in molasses substrate using sequencing batch method. *Preparative Biochemistry & Biotechnology*, 53(3), 288-296. doi:10.1080/10826068.2022.2081859
- Johansson, N., & Larsson, A. (2020). *Xiphydria betulae* (Enslin, 1911) new to Sweden and new records of *Xiphydria picta* Konow, 1897 (Hymenoptera: Xiphydriidae) with additional notes on two rare ichneumonid parasitoids associated with xiphydriid wood wasps. *Entomologisk Tidskrift*, 140(3-4), 145-155.
- Kachalkin, A. V., Turchetti, B., Inácio, J., Carvalho, C., Mašinová, T., Pontes, A., ..., & Yurkov, A. M. (2019). Rare and undersampled dimorphic basidiomycetes. *Mycological Progress*, 18(7), 945-971. doi:10.1007/s11557-019-01491-5
- Kim, J. A., Jeon, J., Park, S.-Y., Jeon, M. J., Yeo, J.-H., Lee, Y.-H., & Kim, S. (2020). Draft genome sequence of *Daldinia childiae* JS-1345, an endophytic fungus isolated from stem tissue of Korean fir. *Microbiology Resource Announcements*, 9(14). doi:10.1128/MRA.01284-19
- Kim, J., Ko, H., Hur, J.-S., An, S., Lee, J. W., Deyrup, S. T., Noh, M., & Shim, S. H. (2022). Discovery of pan-peroxisome proliferator-activated receptor modulators from an endolichenic fungus, *Daldinia childiae*. *Journal of Natural Products*, 85(12), 2804-2816. doi:10.1021/acs.jnatprod.2c00791
- Köljalg, U., Nilsson, H. R., Schigel, D., Tedersoo, L., Larsson, K.-H., May, T. W., ..., & Abarenkov, K. (2020). The taxon hypothesis paradigm-on the unambiguous detection and communication of taxa. *Microorganisms*, 8(12), 1910. doi:10.3390/microorganisms8121910
- Lewis, Z., & Lizé, A. (2015). Insect behaviour and the microbiome. *Current Opinion in Insect Science*, 9, 86-90. doi:10.1016/j.cois.2015.03.003
- Lin, W., Wang, P., Hsieh, S., Tsai, C., & Hsiao, S. (2018). Yeasts associated with *Euploea* butterflies. *Mycosphere*, 9(1), 149-154. doi:10.5943/mycosphere/9/1/4
- Malacrinò, A., Schena, L., Campolo, O., Laudani, F., & Palmeri, V. (2015). Molecular analysis of the fungal microbiome associated with the olive fruit fly *Bactrocera oleae*. *Fungal Ecology*, 18, 67-74. doi:10.1016/j.funeco.2015.08.006
- Margesin, R., Ludwikowski, T. M., Kutzner, A., & Wagner, A. O. (2022). Low-temperature biodegradation of lignin-derived aromatic model monomers by the cold-adapted yeast *Rhodospordiobolus colostri* isolated from Alpine forest soil. *Microorganisms*, 10(3), 515. doi:10.3390/microorganisms10030515
- Masiulionis, V. E., & Pagnocca, F. C. (2017). *Rhodospordiobolus geoffroae* sp. nov., a basidiomycetous yeast isolated from the waste deposit of the attine ant *Acromyrmex lundii*. *International Journal of Systematic and Evolutionary Microbiology*, 67(4), 1028-1032. doi:10.1099/ijsem.0.001738
- Miller, S. A., Dykes, D. D., & Polesky, H. F. (1988). A simple salting out procedure for extracting DNA from human nucleated cells. *Nucleic Acids Research*, 16(3), 1215-1215. doi:10.1093/nar/16.3.1215
- Pažoutová, S., Šrůtka, P., Holuša, J., Chudíčková, M., & Kolařík, M. (2010). Diversity of xylariaceous symbionts in *Xiphydria* woodwasps: role of vector and a host tree. *Fungal Ecology*, 3(4), 392-401. doi:10.1016/j.funeco.2010.07.002

- Pažoutová, S., Follert, S., Bitzer, J., Keck, M., Surup, F., Šrůtka, P., Holuša, J., & Stadler, M. (2013). A new endophytic insect-associated *Daldinia* species, recognised from a comparison of secondary metabolite profiles and molecular phylogeny. *Fungal Diversity*, 60(1), 107-123. doi:10.1007/s13225-013-0238-5
- R Core Team. (2022). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing: Vienna, Austria. <https://www.R-project.org/>
- Saksinchai, S., Suzuki, M., Chantawannakul, P., Ohkuma, M., & Lumyong, S. (2012). A novel ascosporegenous yeast species, *Zygosaccharomyces siamensis*, and the sugar tolerant yeasts associated with raw honey collected in Thailand. *Fungal Diversity*, 52(1), 123-139. doi:10.1007/s13225-011-0115-z
- Samal, D., Sethy, J., & Sahu, H. (2014). Isolate of fungi associated with dead honey bee. *Journal of Wildlife Research*, 2(4), 31-38.
- Smith, D. R. (1976). The xiphydriid woodwasps of North America (Hymenoptera: Xiphydriidae). *Transactions of the American Entomological Society*, 102(2), 101-131.
- Smith, D. R. (1983). *Xiphydria prolongata* (Geoffroy) (Hymenoptera: Xiphydriidae) adventive in North America. *Proceedings- Entomological Society of Washington*, 85, 860-861.
- Smith, D. R. (2008). Xiphydriidae of the Philippines, Insular Malaysia, Indonesia, Papua New Guinea, New Caledonia, and Fiji (Hymenoptera). *Beiträge Zur Entomologie=Contributions to Entomology*, 58(1), 15-95. doi:10.21248/contrib.entomol.58.1.15-95
- Šrůtka, P., Pažoutová, S., & Kolařík, M. (2007). *Daldinia decipiens* and *Entonaema cinnabarina* as fungal symbionts of *Xiphydria* wood wasps. *Mycological Research*, 111(2), 224-231. doi:10.1016/j.mycres.2006.10.006
- Taeger, A., Liston, A. D., Prous, M., Groll, E. K., Gehroldt, T., & Blank, S. M. (2018). ECatSym – Electronic World Catalog of Symphyta (Insecta, Hymenoptera). Program version 5.0 (19 Dec 2018), data version 40 (23 Sep 2018). Senckenberg Deutsches Entomologisches Institut (SDEI), Müncheberg. <https://sdei.de/ecatsym/> Access Date: 15 Feb 2020.
- Theelen, B., Cafarchia, C., Gaitanis, G., Bassukas, I. D., Boekhout, T., & Dawson, T. L. (2018). *Malassezia* ecology, pathophysiology, and treatment. *Medical Mycology*, 56(suppl\_1), S10-S25. doi:10.1093/mmy/myx134
- Vega, F. E., & Biedermann, P. H. W. (2020). On interactions, associations, mycetangia, mutualists and symbiotes in insect-fungus symbioses. *Fungal Ecology*, 44, 100909. doi:10.1016/j.funeco.2019.100909
- Višňovská, D., Pyszko, P., Šigut, M., Kostovčík, M., Kolařík, M., Kotásková, N., & Drozd, P. (2020). Caterpillar gut and host plant phylloplane mycobiomes differ: a new perspective on fungal involvement in insect guts. *FEMS Microbiology Ecology*, 96(9), fiaa116. doi:10.1093/femsec/fiaa116
- Wynns, A. A. (2015). Convergent evolution of highly reduced fruiting bodies in Pezizomycotina suggests key adaptations to the bee habitat. *BMC Evolutionary Biology*, 15(1), 145. doi:10.1186/s12862-015-0401-6
- Zhang, N., Suh, S.-O., & Blackwell, M. (2003). Microorganisms in the gut of beetles: evidence from molecular cloning. *Journal of Invertebrate Pathology*, 84(3), 226-233. doi:10.1016/j.jip.2003.10.002
- Zhang, J., Gao, D., Li, Q., Zhao, Y., Li, L., Lin, H., Bi, Q., & Zhao, Y. (2020). Biodegradation of polyethylene microplastic particles by the fungus *Aspergillus flavus* from the guts of wax moth *Galleria mellonella*. *Science of The Total Environment*, 704, 135931. doi:10.1016/j.scitotenv.2019.135931



Research Article

**In Vitro  $\alpha$ -Glucosidase,  $\alpha$ -Amylase Inhibitory and Antioxidant Activities of Root Crude Extract and Solvent Fractions of *Arbutus unedo* L. (Ericaceae)**

**Ahmet BEYATLI**

University of Health Sciences, Hamidiye Vocational School of Health Services, Medicinal and Aromatic Plants Program, 34668, Istanbul, Türkiye

Ahmet BEYATLI, [ORCID No: 0000-0001-5225-6217](https://orcid.org/0000-0001-5225-6217)

Corresponding author e-mail: ahmet.beyatli@sbu.edu.tr

**Article Info**

Received: 23.09.2023

Accepted: 01.02.2024

Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1365174

**Keywords**

$\alpha$ -Amylase,  
 $\alpha$ -Glucosidase,  
Antidiabetic,  
Antioxidant,  
*Arbutus unedo*

**Abstract:** Roots of *Arbutus unedo* (Ericaceae) have been used traditionally to treat diabetes in some countries. Conducting more experiments is needed to support this plant's potential antidiabetic properties, though. Ethanol extract yielded by cold maceration was subjected into fractionation to get hexane, chloroform, ethyl acetate, butanol, and aqueous fractions. Total phenolic contents and antioxidant capacity have been estimated utilizing 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH), 2,2-azino-bis-3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid (ABTS) and ferric ion reducing antioxidant potential (FRAP) assay models, respectively. Antidiabetic activity of *A. unedo* extracts were evaluated using *in vitro*  $\alpha$ -glucosidase,  $\alpha$ -amylase inhibition activity. The ethanol extract had the highest antioxidant activity among used extracts. While the results of both  $\alpha$ -glucosidase,  $\alpha$ -amylase enzyme inhibition activity was detected to be dose-dependent, the strongest inhibition activity for  $\alpha$ -glucosidase and  $\alpha$ -amylase was shown by ethanol extract (526.65 and 522.66  $\mu\text{g mL}^{-1}$  respectively) compared to the standard acarbose. Results demonstrated the beneficial effects of *A. unedo* extracts by showing antioxidant and antidiabetic activities.

***Arbutus unedo* L. (Ericaceae) Kök Ham Ekstresinin ve Çözücü Fraksiyonlarının İn Vitro  $\alpha$ -Glikosidaz,  $\alpha$ -Amilaz İnhibitör ve Antioksidan Aktiviteleri**

**Makale Bilgileri**

Geliş: 23.09.2023

Kabul: 01.02.2024

Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1365174

**Anahtar Kelimeler**

$\alpha$ -Amilaz,  
 $\alpha$ -Glukozidaz,  
Antidiyabetik,  
Antioksidan,  
*Arbutus unedo*

**Öz:** *Arbutus unedo* (Ericaceae) kökleri bazı ülkelerde geleneksel olarak diyabet tedavisinde kullanılmaktadır. Ancak bu bitkinin potansiyel antidiyabetik özelliklerini desteklemek için daha fazla çalışmalara ihtiyaç vardır. Soğuk maserasyonla elde edilen etanolik ekstreden, heksan, kloroform, etil asetat, butanol ve sulu fraksiyonlar elde edilmiştir. Toplam fenolik içerik ve sırasıyla 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil (DPPH), 2,2-azino-bis-3-etilbenzotiazolin-6-sülfonik asit (ABTS) ve ferrik iyon indirgeyici antioksidan güç (FRAP) tahlil modelleri kullanılarak antioksidan kapasite değerlendirilmiştir. *A. unedo* ekstrelerinin antidiyabetik aktivitesi, *in vitro*  $\alpha$ -glukosidaz,  $\alpha$ -amilaz inhibisyon aktivitesi kullanılarak değerlendirilmiştir. Kullanılan ekstreler arasında etanol ekstresi en yüksek antioksidan aktiviteye sahiptir. Hem  $\alpha$ -glukosidaz hem de  $\alpha$ -amilaz enzim inhibisyon aktivitesinin sonuçları doza bağlı olarak bulunurken, standart Akarbozla karşılaştırıldığında  $\alpha$ -glukosidaz ve  $\alpha$ -amilaz için en güçlü inhibisyon aktivitesi etanol ekstresi ile gösterilmiştir (sırasıyla 526,65 ve 522,66  $\mu\text{g mL}^{-1}$ ). Sonuçlar *A. unedo* ekstrelerinin antioksidan ve antidiyabetik aktiviteler göstererek faydalı etkilerini ortaya koymuştur.

## 1. Introduction

Hyperglycemia caused by abnormalities in insulin production, action, or both characterizes a group of metabolic illnesses known as diabetes mellitus (DM). According to reports, diabetes now affects about 463 million people globally and may increase to 578 and 700 million by the years 2030 and 2045, respectively (Saeedi et al., 2019). There are two recognized kinds of DM: Type 1, which results in an absolute lack of insulin secretion, and Type 2, which results in both resistance to the effect of insulin and insufficient insulin production (American Diabetes Association, 2008). Beside the main two types there are gestational DM which is the most common metabolic complication for pregnant women, it positively correlates with Type 2 DM later in life (Zhu & Zhang, 2016). Reactive oxygen species (ROS) were produced because of chronic hyperglycemia. Three key processes that result in the production of ROS-glucose autooxidation, protein glycation, and activation of the polyol pathway-can be outlined. These processes are accompanied by weakened antioxidant defenses that cause oxidative stress (Bonfont-Rousselot, 2002). Oxidative stress causes damage to DNA, protein, lipid, carbohydrate, and enzyme components (Halliwell & Gutteridge, 2015). Numerous pharmacological methods have been employed to reduce hyperglycemia, primarily by promoting insulin release, raising glucose transport activity, obstructing gluconeogenesis, and lowering gastrointestinal glucose absorption. To improve glycemic control, currently available medications can be used singly or in combination (Jung et al., 2006; Zhao et al., 2018). Side effects, such as gastrointestinal symptoms, weight gain, edema, heart failure, impaired kidney function, genital infections, and pancreatitis, etc., are associated with the existing conventional antidiabetic agents. Treatments with less side effects are necessary, and plant extracts may be a useful therapeutic strategy (Lee et al., 2021). Recently, several antioxidants, particularly those derived from plants (e.g. *Punica granatum*, *Quillaja saponaria* and *Yucca schidigera*), demonstrated benefits against diabetes and associated complications (Fidan et al., 2009; Okumuş, 2023).

The Ericaceae family includes the *Arbutus* genus, which has 12 accepted species. Mediterranean to the Macaronesia and Western Europe; and Central America to Western Canada make up this species' natural distribution (POWO, 2023). One of the important species of this genus is *A. unedo*, commonly known as Kocayemiş (Turkish), Strawberry tree (English), the most well-known and most researched species among them because of its industrial, therapeutic, and nutritional use. This species is an evergreen shrub or small tree with a height reach to 3-6 m. Spherical red fruits are 1-2 cm in diameter and it ripens in autumn (Baytop, 1999; Morales, 2022). Various classes of phytochemicals, including phenolic compounds, terpenoids, anthocyanins, flavonoids, and tannins, have been found in diverse plant components, according to the study conducted by El Haouari and colleagues (El Haouari et al., 2021). Various parts of *A. unedo* (e.g., flower, root, fruit, and leaf) are used traditionally against different diseases (Bebek Markovinić et al., 2022). Results of research studies conducted both *in vivo* and *in vitro* indicate antioxidant, antibacterial, anti-inflammatory, cytotoxic, anti-hypertensive, and antidiabetic actions of *A. unedo* (Koyu et al., 2019; Mrabti et al., 2021).

Although numerous studies have been conducted to examine this plant's antidiabetic activity using various extraction techniques in various experimental models, additional research is still required on this species that is widely distributed in our country to support the findings from the earlier studies (Mrabti et al., 2018; Tenuta et al., 2020). The goal of the current investigation was to ascertain whether the ethnopharmacological relevance of using *A. unedo* roots to treat diabetes had any scientific backing using *in vitro* antioxidant activity,  $\alpha$ -glucosidase, and  $\alpha$ -amylase inhibition of crude extract and solvent fractions obtained from the plant.

## 2. Material and Methods

### 2.1. Materials

The  $\alpha$ -glucosidase,  $\alpha$ -amylase, 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH), 2,2-azino-bis-3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid (ABTS), 2, 4, 6-tripyridyl-s-triazine (TPTZ), Trolox, gallic acid and Folin-Ciocalteu's reagent were from Sigma-Aldrich (St. Louis, Missouri, USA). Ethanol, methanol, butanol, ethyl acetate, and hexane were purchased from Merck (Darmstadt, Germany). Acarbose (tablets 50 mg Glucobay®, Türkiye) was obtained from a local pharmacy.

## 2.2. Plant material collection and extraction

Roots of *A. unedo* were collected near Armutlu District, Yalova (40°31'35.7"N 28°47'23.3"E) in June 2022. Plant authenticated by Dr. Genç from Istanbul University's Faculty of Pharmacy's Department of Pharmaceutical Botany (voucher number: ISTE-118582) (Fig. 1). The *A. unedo* root was cleaned to remove undesired particles, and then dried under the shade for 20 days at room temperature (25-27°C). After the dried plant was powdered, 250 g of the material was maintained in a medium containing 80% (v/v) ethanol for 72 hours. After being filtered using filter paper, the solvent was then eliminated in a rot-evaporator at 40°C. After being dissolved in dH<sub>2</sub>O, the residue was partitioned with hexane, chloroform, ethyl acetate, and butanol. The fractions and remaining aqueous fraction were concentrated in a rotary evaporator (Akuodor et al., 2010; Hossain et al., 2014).



Figure 1. The photos of *A. unedo* by Ahmet Beyatlı.

## 2.3. Phytochemicals screening

The preliminary qualitative screening of different phytochemicals for *A. unedo* root fractions has been done on the ethanolic extract and solvent fractions using standard methods as described by the Tyler (Tyler, 1993) and Harborne (Harborne, 1998) methods. Results were qualitatively shown as positive (+) or negative (-).

## 2.4. Determination of total phenolic content

In summary, the reaction mixture included 50  $\mu$ L of sodium carbonate (7%), 2.5  $\mu$ L of the Folin-Ciocalteu reagent, 195  $\mu$ L of dH<sub>2</sub>O, and 2.5  $\mu$ L of extracts. The samples and standards absorbances were measured after 30 minutes in the dark at 765 nm. Absorbance versus gallic acid concentration was plotted and a calibration graph was drawn. Then, samples absorbance was substituted in the graphic equation and the determination of the total phenolic substance was determined in mg gallic acid g<sup>-1</sup> sample (Zhou et al., 2004).

## 2.5. *In vitro* antioxidant activity

Trolox was utilized as the reference substance in tests to determine the DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) antioxidant capacity. 0.1 mL of sample/standard, 0.18 mL of 1 mM DPPH solution, and 3 mL of methanol in total were added to tubes. After 30 minutes in darkness, the absorbance of analysis tubes was measured at 515 nm (sample). Following measurements, percentage inhibition values were calculated using the formula:

$$\% \text{ Inhibition} = \frac{A \text{ blank} - A \text{ sample}}{A \text{ blank}} \times 100 \quad (1)$$

The extracts' antioxidant activity levels were determined as "mg Trolox g<sup>-1</sup> sample" using the calibration table for the standard (Şahin et al., 2012).

In 2,2-azino-bis-3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid (ABTS) antioxidant activity assessment Trolox was utilized as the reference material in investigations. It was combined in water with 0.245 mM K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> and 0.746 mM ABTS. The ABTS solution was diluted at 1:10 after being left in the dark for

between 24 and 48 hours. After adding the sample and standard, 3.9 mL of ethanol, and 1 mL of the diluted ABTS solution to the analysis tubes, absorbance was measured at 734 nm after 6 minutes (Sample). Then samples' percentage inhibition values were computed using the same formula used for DPPH calculation.

Extract levels of antioxidant activity were determined as "mg Trolox g<sup>-1</sup> sample" using the calibration chart (Benzie & Strain, 1996; Şahin et al., 2012).

The ferric ion reducing antioxidant potential (FRAP) method, based on the reduction of Fe<sup>3+</sup>-TPTZ (ferric tripyridyltriazine) complex to Fe<sup>2+</sup> in the presence of antioxidants in an acidic medium, was utilized to measure the antioxidant activity using Trolox as a standard (Benzie & Strain, 1996). The analysis tubes were filled with 0.1 mL of sample/standard, and 2.9 mL of FRAP reagent, and maintained in the dark for 30 minutes before the sample/standard absorbances were measured at 593 nm. The antioxidant capacity values of the extracts were calculated in mg Trolox/g sample using the derived line equation.

## 2.6. Inhibition of $\alpha$ -glucosidase activity

The mixture of reaction containing 10  $\mu$ L  $\alpha$ -glucosidase (1 U mL<sup>-1</sup>), 50  $\mu$ L phosphate buffer (100 mM, pH = 7.0), and 20  $\mu$ L of *A. unedo* extract, fractions and acarbose dissolved in DMSO at multiple concentrations (200, 400, 600, 800, and 1000  $\mu$ g mL<sup>-1</sup>) was preincubated at 37°C for 15 min. Then, 20  $\mu$ L of PNPG (*p*-nitrophenyl-glucoside) (5 mM) was added, and the reaction was incubated for 15 minutes. 80  $\mu$ L of sodium carbonate solution (0.10 M) was used in finishing up the reaction. The experiment's absorbances were measured at 405 nm. Acarbose has been used as a standard drug (Telagari & Hullatti, 2015).

## 2.7. Inhibition of $\alpha$ -amylase activity

The phosphate buffer was used in the preparation of the amylase solution. The amylase solution was mixed with *A. unedo* extract, fractions and acarbose dissolved in DMSO at multiple concentrations (200, 400, 600, 800, and 1000  $\mu$ g mL<sup>-1</sup>). After the reaction was finished, the starch solution was added. After incubation, the dinitro-salicylic acid solution was applied to control and test groups. Heated solution absorbances were measured at 650 nm. As a positive control, acarbose was utilized (Shabab et al., 2021; Huneif et al., 2022). By plotting the inhibitions against the measured extract solution concentrations, both  $\alpha$ -glucosidase and  $\alpha$ -amylase IC<sub>50</sub> (half inhibitory concentration) values were determined.

## 2.8. Statistical analysis

The Statistical Package for the Social Sciences (SPSS) (version 13.0) has been utilized for the statistical analyses, experiments were carried out in triplicate. Results were reported as means and standard errors of the means (SEM). One-way analysis of variance (ANOVA) and Duncan's Multiple Range Test were used to examine the variations. *p*-value of 0.05, differences were deemed significant. Plotting % inhibition against concentration curves allowed us to obtain the values of IC<sub>50</sub> (half-maximal inhibitory concentration).

## 3. Results and Discussion

Members of the genus *Arbutus*, e.g. *andrachne*, *pavarii* and *unedo*, can be a good source for phenolics and flavonoids. These phytochemicals widely recognized to have substantial antioxidant and antidiabetic properties, making them an excellent alternative for chemical drugs at the future (Tenuta et al., 2019; Buzgaia et al., 2021).

Qualitative phytochemical analysis of *A. unedo* root extract and fractions showed the presence of different bioactive components (Table 1). Earlier reports of plants showed the presence of tannins and flavonoids, while saponins and alkaloids were not detected (Dib et al., 2013). However, a variety of factors, such as the type of extraction solvents used and its polarity, the plant habitat, the maturity stage of harvested plant, genetic variability, and post-harvest management, all affect the extraction yield



(Siddhuraju & Becker, 2003). The major driver of biological activity may be the presence of these components.

Table 1. Phytochemical analysis of *A. unedo* extract and fractions. Key: (–) absent, (+) present

Phytochemicals	Ethanol Extract	Hexane Fraction	Chloroform Fraction	Ethyl acetate Fraction	Butanol Fraction	Aqueous Fraction
Alkaloids	–	–	–	+	+	–
Flavonoids	+	–	–	+	–	+
Saponins	–	+	+	–	–	–
Terpenoids	+	+	+	+	–	–
Steroids	+	–	–	–	–	–
Tannins	+	–	+	+	+	+
Glycosides	+	–	–	–	–	+

The chemical structure and redox characteristics of phenolic compounds, enable them to function as reducing agents, singlet quenchers, hydrogen donors (Babbar et al., 2011), and chelators of transitional metals, as well as their ability to inhibit lipoxygenase and scavenge free radicals, are primarily responsible for their antioxidant action. Total polyphenols in the samples were determined using the Folin-Ciocalteu reagent (Boivin et al., 2009). Gallic acid is used in the construction of the standard curve. Various plant groups contain gallic acid, a polyhydroxy phenolic molecule that is water soluble. The result of total phenolic content determined spectrophotometrically is shown in Table. 2. The top value was found in the ethanol extract ( $851.64 \pm 2.16$  mg gallic acid g<sup>-1</sup>). Other studies showed that ethyl acetate extract had the highest concentration ( $590.31 \pm 17.62$ ) of total phenolic content (Mrabti et al., 2021). In another study, total phenolic content of *A. unedo* from Portugal was  $172.21 \pm 6.29$  mg GAE/g for water and  $149.28 \pm 5.33$  mg GAE/g for methanol leaf extracts (Oliveira et al., 2009). The total amount of phenolic substances of plant extracts and fractions can be affected by a number of variables, including the used solvent type, extraction temperature and duration, solvent-solid ratio (Pinelo et al., 2005).

Table 2. Total phenolic content of *A. unedo* extracts

Extracts	mg gallic acid g <sup>-1</sup> sample
Ethanol	$851.64 \pm 2.16$
Hexane	$95.54 \pm 0.76$
Chloroform	$304.84 \pm 3.26$
Ethyl acetate	$624.74 \pm 0.26$
Butanol	$274.36 \pm 1.41$
Aqueous	$454.64 \pm 3.36$

Three distinct techniques, including DPPH, ABTS, and FRAP, were used to assess *A. unedo* antioxidant activity. The DPPH radical is a frequently utilized method to assess antioxidant activity in a short amount of time which is based on the capacity of antioxidants to scavenge DPPH radicals. ABTS assays are among the most popular because they are simple, reproducible, and suitable. This test is based on the antioxidants in the analyzed plant extracts reducing ABTS<sup>+</sup> radicals. Additionally, the FRAP test is a rapid and affordable technique that relies on the conversion of a colorless (Fe<sup>3+</sup>-tripyrindyltriazine) complex to a blue (Fe<sup>2+</sup>-tripyrindyltriazine) complex at low pH under the influence of antioxidants that donate electrons (Dudonne et al., 2009).

As shown in Table 3, the used antioxidant activity assays revealed that ethanol extract had the top activity ( $561.81 \pm 6.12$ ,  $293.34 \pm 6.00$  and  $387.71 \pm 7.43$  respectively), and that the hexane fraction had the lowest ( $307.24 \pm 3.49$ ,  $11.33 \pm 0.63$  and  $9.64 \pm 0.31$  respectively). Most bioactive components, including polyphenols (e.g., flavonoids and tannins), which were present in extract and fractions, are responsible for this antioxidant activity (El-Shemy et al., 2010).

Table 3. Results of antioxidant activity of *A. unedo* extracts

Extracts	DPPH (mg Trolox g <sup>-1</sup> )	ABTS (mg Trolox g <sup>-1</sup> )	FRAP (mg Trolox g <sup>-1</sup> )
Ethanol	561.81 ± 6.12	293.34 ± 6.00	387.71 ± 7.43
Hexane	307.24 ± 3.49	11.33 ± 0.63	9.64 ± 0.31
Chloroform	503.21 ± 5.81	122.14 ± 2.41	120.15 ± 4.34
Ethyl acetate	536.97 ± 2.80	91.57 ± 1.83	67.28 ± 2.80
Butanol	418.60 ± 5.86	21.01 ± 1.23	17.56 ± 0.75
Aqueous	419.89 ± 4.41	121.02 ± 2.68	376.60 ± 6.92

A study carried out by Macchioni and colleagues showed that *in vitro*  $\alpha$ -glucosidase activity was suppressed by *A. unedo* fruit methanolic extract with a high level of phenolic components (Macchioni et al., 2020). Both ethanolic and hydroalcoholic extracts of fruit and leaf extracts of *A. unedo*, contained notable quantities of flavonoids and iridoids and inhibiting  $\alpha$ -amylase. Both ethanolic and hydroalcoholic extracts of fruit and leaf extracts of *A. unedo*, contained notable quantities of flavonoids and iridoids and inhibiting  $\alpha$ -amylase (Tenuta et al., 2020). In this study the *in vitro* antidiabetic effect of *A. unedo* on  $\alpha$ -glucosidase is shown in Table 4. Extract, various fractions, and acarbose all shown increased inhibitory efficacy as the concentration increased. The utilized plant extracts, and acarbose each had an IC50 value of 526.65, 762.84, 586.97, 708.46, 809.00, and 472.92  $\mu$ g mL<sup>-1</sup>. Similarly,  $\alpha$ -amylase inhibition levels of different *A. unedo* root extract, fractions and acarbose raised in a concentration-dependent manner. IC50 values of tested groups were 522.66, 867.18, 737.36, 557.84, 782.35, 699.43, and 519.33  $\mu$ g mL<sup>-1</sup> respectively. The most potent antioxidant and antidiabetic activities shown especially by ethanol and ethyl acetate, while other fractions demonstrated varying degrees of activity. The capacity to quench free radicals is a crucial component in preventing the oxidative stress associated with hyperglycemia (Oyeniran et al., 2020).

Table 4. Antidiabetic activity of *A. unedo* on  $\alpha$ -glucosidase and  $\alpha$ -amylase

Extracts	Concentration ( $\mu$ g mL <sup>-1</sup> )	$\alpha$ -glucosidase		$\alpha$ -amylase	
		% Inhibition	IC50 ( $\mu$ g mL <sup>-1</sup> )	% Inhibition	IC50 ( $\mu$ g mL <sup>-1</sup> )
Ethanol	200	21.93 ± 0.1ns	526.65	18.10 ± 0.15 ns	522.66
	400	38.66 ± 1.96*		36.73 ± 0.61 ns	
	600	56.70 ± 0.41*		50.56 ± 1.10*	
	800	70.83 ± 1.01*		72.43 ± 0.62 ns	
	1000	94.23 ± 0.24 ns		93.03 ± 1.29 ns	
Hexane	200	8.53 ± 0.14*	762.84	11.63 ± 0.08*	867.18
	400	17.46 ± 0.17*		23.93 ± 0.21*	
	600	33.26 ± 0.12*		34.16 ± 0.99*	
	800	45.80 ± 0.43*		44.30 ± 1.87*	
	1000	54.46 ± 0.64*		59.06 ± 1.21*	
Chloroform	200	12.86 ± 0.64*	762.84	14.53 ± 0.20*	737.36
	400	26.10 ± 0.52*		28.26 ± 0.31*	
	600	39.80 ± 0.40*		40.53 ± 1.58*	
	800	54.36 ± 1.13*		53.96 ± 1.30*	
	1000	70.66 ± 1.26*		71.10 ± 0.79*	
Ethyl acetate	200	18.33 ± 0.54*	586.97	16.20 ± 0.23 ns	557.84
	400	31.10 ± 0.45*		33.73 ± 0.14*	
	600	49.03 ± 0.14*		45.16 ± 1.91*	
	800	66.40 ± 1.38*		61.80 ± 1.30*	
	1000	84.90 ± 1.19*		87.60 ± 2.37*	
Butanol	200	11.26 ± 0.06*	708.46	12.53 ± 0.20*	782.35
	400	20.73 ± 0.13*		23.60 ± 0.43*	
	600	34.36 ± 0.64*		37.76 ± 1.11*	
	800	48.80 ± 0.28*		47.30 ± 1.24*	
	1000	62.60 ± 0.55*		63.60 ± 2.22*	

Table 4. Antidiabetic activity of *A. unedo* on  $\alpha$ -glucosidase and  $\alpha$ -amylase (continued)

Extracts	Concentration ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ )	$\alpha$ -glucosidase		$\alpha$ -amylase	
		% Inhibition	IC50 ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ )	% Inhibition	IC50 ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ )
Aqueous	200	12.33 $\pm$ 0.40*	809.00	13.63 $\pm$ 0.14*	699.43
	400	24.13 $\pm$ 0.49*		27.16 $\pm$ 0.35*	
	600	39.03 $\pm$ 0.38*		41.03 $\pm$ 0.78*	
	800	47.36 $\pm$ 0.78*		53.83 $\pm$ 1.60*	
	1000	62.50 $\pm$ 1.73*		70.53 $\pm$ 1.10*	
Acarbose	200	24.50 $\pm$ 0.17	472.92	19.53 $\pm$ 0.08	519.33
	400	44.00 $\pm$ 0.40		39.70 $\pm$ 0.72	
	600	64.33 $\pm$ 0.76		56.53 $\pm$ 1.82	
	800	77.96 $\pm$ 1.53		75.66 $\pm$ 1.44	
	1000	94.30 $\pm$ 1.05		97.03 $\pm$ 1.13	

Values significantly different from those of reference drug (acarbose), i.e., \* =  $p < 0.05$  and ns: not significant.

#### 4. Conclusion

The extract and fractions of *A. unedo* species obtained using different solvents were found to be high in terms of total phenolic substance and antioxidant activity. In terms of antidiabetic activity, Ethanolic extract of *A. unedo* roots has more inhibitory abilities on  $\alpha$ -glucosidase and  $\alpha$ -amylase. The presence of phenolics indicates that this plant has a variety of biological characteristics. More research is needed to separate, identify, and investigate the bioactivity of this plant.

#### References

- Akuodor, G. C., Idris-Usman, M., Anyalewechi, N., Odo, E., Ugwu, C. T., Akpan, J. L., Gwotmut, M. D., & Osunkwo, U. A. (2010). In vivo antimalarial activity of ethanolic leaf extract of *Verbena hastata* against *Plasmodium berghei berghei* in mice. *Journal of Herbal Medicine and Toxicology*, 4, 17-23.
- American Diabetes Association. (2008). Standards of medical care in diabetes. *Diabetes Care*, 31(1), S12-S54. doi:10.2337/dc08-S012
- Babbar, N., Oberoi, H. S., Uppal, D. S., & Patil, R. T. (2011). Total phenolic content and antioxidant capacity of extracts obtained from six important fruit residues. *Food Research International*, 44(1), 391-396. doi:10.1016/j.foodres.2010.10.001
- Baytop, T. (1999). *Curing with Plants in Turkey, in the Past and Today (Türkiye'de Bitkiler ile Tedavi, Geçmişte ve Bugün)*. Capa, İstanbul: Nobel Medical Books.
- Bebek Markovinović, A., Brčić Karačonji, I., Jurica, K., Lasić, D., Skendrović Babojelić, M., Duralija, B., ..., & Bursać Kovačević, D. (2022). Strawberry tree fruits and leaves (*Arbutus unedo* L.) as raw material for sustainable functional food processing: A review. *Horticulturae*, 8(10), 881. doi:10.3390/horticulturae8100881
- Benzie, I. F., & Strain, J. J. (1996). The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of "antioxidant power": The FRAP assay. *Analytical Biochemistry*, 239(1), 70-76. doi:10.1006/abio.1996.0292
- Boivin, D., Lamy, S., Lord-Dufour, S., Jackson, J., Beaulieu, E., Côté, M., ..., & Béliveau, R. (2009). Antiproliferative and antioxidant activities of common vegetables: A comparative study. *Food Chemistry*, 112(2), 374-380. doi:10.1016/j.foodchem.2008.05.084
- Bonnefont-Rousselot, D. (2002). Glucose and reactive oxygen species. *Current Opinion in Clinical Nutrition & Metabolic Care*, 5(5), 561-568. doi:10.1097/00075197-200209000-00016
- Buzgaia, N., Lee, S. Y., Rukayadi, Y., Abas, F., & Shaari, K. (2021). Antioxidant activity,  $\alpha$ -glucosidase inhibition and UHPLC-ESI-MS/MS profile of shmar (*Arbutus pavarii* Pamp). *Plants*, 10(8), 1659. doi:10.3390/plants10081659
- Dib, M. E. A., Allali, H., Bendiabdellah, A., Meliani, N., & Tabti, B. (2013). Antimicrobial activity and phytochemical screening of *Arbutus unedo* L. *Journal of Saudi Chemical Society*, 17(4), 381-385. doi:10.1016/j.jscs.2011.05.001

- Dudonne, S., Vitrac, X., Coutiere, P., Woillez, M., & Mérillon, J.-M. (2009). Comparative study of antioxidant properties and total phenolic content of 30 plant extracts of industrial interest using DPPH, ABTS, FRAP, SOD, and ORAC assays. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(5), 1768-1774. doi:10.1021/jf803011r
- El Haouari, M., Assem, N., Changan, S., Kumar, M., Daştan, S. D., Rajkovic, J., Taheri, Y., & Sharifi-Rad, J. (2021). An insight into phytochemical, pharmacological, and nutritional properties of *Arbutus unedo* L. from Morocco. *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, 2021, 1794621. doi:10.1155/2021/1794621
- El-Shemy, H. A., Aboul-Soud, M. A. M., Nassr-Allah, A. A., Aboul-Enein, K. M., Kabash, A., & Yagi, A. (2010). Antitumor properties and modulation of antioxidant enzymes' activity by *Aloe vera* leaf active principles isolated via supercritical carbon dioxide extraction. *Current Medicinal Chemistry*, 17(2), 129-138. doi:10.2174/092986710790112620
- Fidan, A. F., Kucukkurt, I., Yuksel, H., Ozdemir, A., Ince, S., & Dundar, Y. (2009). The effects of structurally different saponin containing plants on tissue antioxidant defense systems, lipid peroxidation and histopathological changes in streptozotocin-induced diabetic rats. *Journal of Animal and Veterinary Advances*, 8(5), 920-927.
- Halliwell, B., & Gutteridge, J. M. (2015). *Free Radicals in Biology and Medicine*. USA: Oxford University Press. doi:10.1093/acprof:oso/9780198717478.001.0001
- Harborne, A. J. (1998). *Phytochemical Methods A Guide to Modern Techniques of Plant Analysis*. 3rd Edition. Springer Science & Business Media.
- Hossain, M. A., Al-Hdhrami, S. S., Weli, A. M., Al-Riyami, Q., & Al-Sabahi, J. N. (2014). Isolation, fractionation and identification of chemical constituents from the leaves crude extracts of *Mentha piperita* L grown in Sultanate of Oman. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 4, S368-S372. doi:10.12980/APJTB.4.2014C1051
- Huneif, M. A., Alshehri, D. B., Alshaihari, K. S., Damraj, M. Z., Mahnashi, M. H., Majid, S. U., ..., & Sadiq, A. (2022). Design, synthesis and bioevaluation of new vanillin hybrid as multitarget inhibitor of  $\alpha$ -glucosidase,  $\alpha$ -amylase, PTP-1B and DPP4 for the treatment of type-II diabetes. *Biomedicine and Pharmacotherapy*, 150, 113038. doi:10.1016/j.biopha.2022.113038
- Jung, M., Park, M., Lee, H. C., Kang, Y.-H., Kang, E. S., & Kim, S. K. (2006). Antidiabetic agents from medicinal plants. *Current Medicinal Chemistry*, 13(10), 1203-1218. doi:10.2174/092986706776360860
- Koyu, H., Koyu, E. B., Demir, S., & Baykan, Ş. (2019). *Arbutus unedo* L. (Kocayemiş). *Türk Farmakope Dergisi*, 4(3), 29-51.
- Lee, J., Noh, S., Lim, S., & Kim, B. (2021). Plant extracts for type 2 diabetes: From traditional medicine to modern drug discovery. *Antioxidants*, 10(1), 81. doi:10.3390/antiox10010081
- Macchioni, V., Santarelli, V., & Carbone, K. (2020). Phytochemical profile, antiradical capacity and  $\alpha$ -glucosidase inhibitory potential of wild *Arbutus unedo* L. fruits from Central Italy: A chemometric approach. *Plants*, 9(12), 1785. doi:10.3390/plants9121785
- Morales, D. (2022). Use of strawberry tree (*Arbutus unedo*) as a source of functional fractions with biological activities. *Foods*, 11(23), 3838. doi:10.3390/foods11233838
- Mrabti, H. N., Jaradat, N., Fichtali, I., Ouedrhiri, W., Jodeh, S., Ayesh, S., Cherrah, Y., & Faouzi, M. E. A. (2018). Separation, identification, and antidiabetic activity of catechin isolated from *Arbutus unedo* L. plant roots. *Plants*, 7(2), 31. doi:10.3390/plants7020031
- Mrabti, H. N., Bouyahya, A., Ed-Dra, A., Kachmar, M. R., Mrabti, N. N., Benali, T., ..., & Faouzi, M. E. A. (2021). Polyphenolic profile and biological properties of *Arbutus unedo* root extracts. *European Journal of Integrative Medicine*, 42, 101266. doi:10.1016/j.eujim.2020.101266
- Okumus, E. (2023). Effect of different drying processes on antioxidant and antidiabetic properties of Pomegranate press wastes. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 28(1), 113-120. doi:10.53433/yyufbed.1134273
- Oliveira, I., Coelho, V., Baltasar, R., Pereira, J. A., & Baptista, P. (2009). Scavenging capacity of strawberry tree (*Arbutus unedo* L.) leaves on free radicals. *Food and Chemical Toxicology*, 47(7), 1507-1511. doi:10.1016/j.fct.2009.03.042
- Oyeniran, O. H., Ademiluyi, A. O., & Oboh, G. (2020). Phenolic constituents and inhibitory effects of the leaf of *Rauvolfia vomitoria* Afzel on free radicals, cholinergic and monoaminergic enzymes

- in rat's brain in vitro. *Journal of Basic and Clinical Physiology and Pharmacology*, 32(5), 987-994. doi:10.1515/jbcpp-2020-0144
- Pinelo, M., Rubilar, M., Jerez, M., Sineiro, J., & Núñez, M. J. (2005). Effect of solvent, temperature, and solvent-to-solid ratio on the total phenolic content and antiradical activity of extracts from different components of grape pomace. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(6), 2111-2117. doi:10.1021/jf0488110
- POWO. (2023). Plants of the World Online. <http://powo.science.kew.org/taxon/urn:lsid:ipni.org:names:30008667-2> Access date: 23.07.2024.
- Saeedi, P., Petersohn, I., Salpea, P., Malanda, B., Karuranga, S., Unwin, N., ..., & Williams, R. (2019). Global and regional diabetes prevalence estimates for 2019 and projections for 2030 and 2045: Results from the International Diabetes Federation Diabetes Atlas. *Diabetes Research and Clinical Practice*, 157, 107843. doi:10.1016/j.diabres.2019.107843
- Shabab, S., Gholamnezhad, Z., & Mahmoudabady, M. (2021). Protective effects of medicinal plant against diabetes induced cardiac disorder: A review. *Journal of Ethnopharmacology*, 265, 113328. doi:10.1016/j.jep.2020.113328
- Siddhuraju, P., & Becker, K. (2003). Antioxidant properties of various solvent extracts of total phenolic constituents from three different agroclimatic origins of drumstick tree (*Moringa oleifera* Lam.) leaves. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(8), 2144-2155. doi:10.1021/jf020444+
- Şahin, S., Işık, E., Aybastier, Ö., & Demir, C. (2012). Orthogonal signal correction-based prediction of total antioxidant activity using partial least squares regression from chromatograms. *Journal of Chemometrics*, 26(7), 390-399. doi:10.1002/cem.2450
- Telagari, M., & Hullatti, K. (2015). In-vitro  $\alpha$ -amylase and  $\alpha$ -glucosidase inhibitory activity of *Adiantum caudatum* Linn. and *Celosia argentea* Linn. extracts and fractions. *Indian Journal of Pharmacology*, 47(4), 425-429. doi:10.4103/0253-7613.161270
- Tenuta, M. C., Deguin, B., Loizzo, M. R., Dugay, A., Acquaviva, R., Malfa, G. A., ..., & Tundis, R. (2020). Contribution of flavonoids and iridoids to the hypoglycaemic, antioxidant, and nitric oxide (NO) inhibitory activities of *Arbutus unedo* L. *Antioxidants*, 9(2), 184. doi:10.3390/antiox9020184
- Tenuta, M. C., Tundis, R., Xiao, J., Loizzo, M. R., Dugay, A., & Deguin, B. (2019). *Arbutus* species (Ericaceae) as source of valuable bioactive products. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 59(6), 864-881. doi:10.1080/10408398.2018.1551777
- Tyler, V. E. (1993). *Phytomedicines in Western Europe: Potential Impact on Herbal Medicine in the United States*. ACS Publications.
- Zhao, C., Yang, C., Liu, B., Lin, L., Sarker, S. D., Nahar, L., Yu, H., Cao, H., & Xiao, J. (2018). Bioactive compounds from marine macroalgae and their hypoglycemic benefits. *Trends in Food Science & Technology*, 72, 1-12. doi:10.1016/j.tifs.2017.12.001
- Zhou, K., Su, L., & Yu, L. (2004). Phytochemicals and antioxidant properties in wheat bran. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(20), 6108-6114. doi:10.1021/jf049214g
- Zhu, Y., & Zhang, C. (2016). Prevalence of gestational diabetes and risk of progression to type 2 diabetes: a global perspective. *Current Diabetes Reports*, 16, 1-11. doi:10.1007/s11892-015-0699-x



## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

### Van İli'nde *Astragalus* L. Cinsine Ait Bazı Endemik Taksonların Taksonomik Özellikleri ve Dağılımları

Gülistan GENLİ<sup>1</sup>, İlhan KAYA TEKBUDAK<sup>2</sup>, Muzaffer MÜKEMRE<sup>\*3</sup>

<sup>1</sup>Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarımsal Biyoteknoloji Bölümü, Van, Türkiye

<sup>2</sup>Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Bitki Koruma Bölümü, Van, Türkiye

<sup>3</sup>Hakkari Üniversitesi, Yüksekova Meslek Yüksekokulu, Bitkisel ve Hayvansal Üretim Bölümü, Hakkari, Türkiye

Gülistan GENLİ, ORCID No: 0000-0002-1271-4479, İlhan KAYA TEKBUDAK, ORCID No: 0000-0002-2754-2489, Muzaffer MÜKEMRE, ORCID No: 0000-0001-6154-6603,

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

#### Makale Bilgileri

Geliş: 14.06.2023

Kabul: 01.02.2024

Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1314716

#### Anahtar Kelimeler

*Astragalus* L.,  
Morfolojik teşhis,  
Taksonomik özellikler

**Öz:** Türkiye'de yayılış gösteren *Astragalus* cinsine ait taksonların çoğu benzer morfolojik özellikler gösterdiği için, bazı taksonların tür ve tür altı seviyesine kadar teşhis edilmesinde zorluk çekilmektedir. Yurdumuz florası ile ilgili ilk önemli yayın olan "Flora of Turkey and the East Aegean Islands" yazımı tamamlandıktan sonraki yıllarda toplanan çok sayıda materyal teşhis edilirken karşılaşılan sorunlar sonucu bazı cinslerdeki problemler dikkat çekmiştir. Bu cinslerin başında benzer morfolojik özellikler gösteren *Astragalus* yer almaktadır (Davis, 1975). *Astragalus* cinsine ait taksonlar morfolojik olarak birbirine benzediği için yanlış teşhis edilmektedir. Bundan dolayı bu çalışmada, Van İlin'nde toplanan 14 endemik taksonun morfolojik bazı özellikleri incelenerek karşılaştırıldı. Ayrıca morfolojik karakterler esas alınarak 14 endemik türün teşhis anahtarı oluşturulmuş ve taksonların morfolojik özellikleri verilmiştir.

### Taxonomic Characteristics and Distribution of Some Endemic Taxa of the *Astragalus* L. Genus in the Van City

#### Article Info

Received: 14.06.2023

Accepted: 01.02.2024

Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1314716

#### Keywords

*Astragalus* L.,  
Morphological diagnosis,  
Taxonomic features

**Abstract:** Since most of the taxa belonging to the *Astragalus* genus distributed in Türkiye show similar morphological characteristics, it is difficult to identify some taxa to the species and subspecies level. In the years following the completion of the first important publication on the flora of our country, "Flora of Turkey and the East Aegean Islands", problems in some genera attracted attention as a result of the problems encountered during the identification of a large number of materials collected. At the beginning of these genera is *Astragalus*, which shows similar morphological features (Davis, 1975). Taxa belonging to the genus *Astragalus* are misdiagnosed because they are morphologically similar to each other. Therefore, in this study, some morphological features of 14 endemic taxa collected from the city of Van were examined and compared. Additionally, identification keys of 14 endemic species were created based on morphological characters and the morphological characteristics of the taxa were given.

## 1. Giriş

Fabaceae familyasında yer alan *Astragalus* cinsi Asya kıtasının bozkır, kurak ve yarı kurak bölgelerinde, Türkiye'nin farklı yükseltilerdeki orman, step ve dağ yamaçları gibi habitatlarda yayılış göstermektedir (Akan ve ark., 2007). Türkiye'nin endemik takson bakımında en zengin familyası 485 tür ile *Compositae*'dir. Fabaceae familyası ikinci sırayı alır ve endemik tür sayısı 332 olup endemik oranı %39.1'dir (Güner ve ark., 2012). Gen merkezi Avrasya olarak bilinen *Astragalus* cinsi dünyada 2500-3000 taksonla temsil edilmekte ve bunlar eski ve yeni dünya taksonları olarak ayrılmaktadır (Atamuradov, 1994). Türkiye Florası'ndaki tür sayısı bakımından en zengin cins 440 taksonla *Astragalus* olup, bunlardan 174'ü endemiktir. Yaşam formu bakımından *Astragalus* cinsine içinde yer alan taksonlar otsu, odunsu-ot, bodur, çalı, yarı-çalı şeklinde veya bazı taksonların ise durumu belirlenememiştir. Bölgelerimize göre en fazla *Astragalus* taksonu İç Anadolu Bölgesi'nde tespit edilirken, bu bölgeyi sırasıyla; Akdeniz, Doğu Anadolu ve Karadeniz bölgeleri izlemiştir (Başbağ ve ark., 2018).

*Astragalus* cinsine ait taksonlar bir yıllık veya çok yıllık olmak, yaprak eksenleri dikenli ve dikensiz olmak iki ana gruba ayrılır. Yöre halkı yaprak eksenini dikenli olan *Astragalus* taksonları "Geven" olarak adlandırmaktadır (Amiri ve ark., 2020). Türkiye doğal olarak yetişen bitki taksonları açısından zengin ülkelerden biridir. Türkiye'de *Astragalus* cinsin endemizm oranı oldukça yüksek olup, bu oran yaklaşık olarak % 60'dır. Fakat son yıllarda özellikle komşu ülkelerde bilimsel çalışmaların sonucunda Türkiye'de endemik olarak bilinen bazı *Astragalus* taksonlarının diğer ülkelerde de yayılış gösterdiği tespit edilmiştir. Bundan dolayı endemizm oranı % 48'lere kadar gerilemiştir (Ekici ve ark., 2009). Endemizm açısından büyük önem arz eden bu cinse ait türlerin teşhisi de aynı derecede önem arz etmekte olup morfolojik özellikler büyük oranda kullanılmaktadır. Morfolojik özellikler dışında ışık ve taramalı elektron mikroskobu yardımıyla taksonların anatomisini, polen morfolojisini, meyve ve yaprak mikromorfolojik özellikleri incelenmektedir. Bu çalışmada kullanılan *Astragalus* taksonların teşhisi yapılırken en fazla karşılaşılan zorluklar, taksonların tüy durumu, yaprak kulakçık (sitipul) şekli ve boyu, çiçekdurumu sapı boyu, çiçeklenme durumu, kaliks ve kaliks dışı boyu, tüy yapısı, taç yaprak rengi, şekli ve boyu, bayrakçık boyu ve şekli ile meyve boyu ve şeklinin belirlenmesi olmuştur. Bundan dolayı çalışmamızdaki temel amacımız, Van İli'nde tespit edilen *Astragalus* cinsine ait 14 endemik taksonu teşhis edilirken karşılaşılan sorunları gidermek ve bu taksonların doğru teşhislerine yardımcı olmaktır.

## 2. Materyal ve Yöntem

Bu çalışma Van Gölü Havzası'nda 2019 yılı vejetasyon döneminde yürütülmüştür. Temmuz ayında yürütülen arazi çalışmasında *Astragalus* cinsine ait taksonların toplanması amacıyla belirli lokasyonlara gidilerek fenotopik özelliklerinin belirlenmesi için bitki örnekleri toplanmıştır. Bu amaçla; Van'ın Çatak, Bahçesaray, Gürpınar ilçelerinden, Görentaş köyü, Yapılı köyü, İnköy, Yukarı Narlıca köyü, Hoşap Üçgen Köy, Atlıhan köyü, Kanalga köyü ve Güzeldere geçidine gidilerek bitki örnekleri toplanmıştır. Araziden toplanan örneklerin GPS kayıtları alınmıştır. Toplanan örneklerin teşhisleri yapılmış ve herbaryum örnekleri haline getirilmiştir. Teşhis edilen taksonlar ve lokasyonları Çizelge 1'de sunulmuştur.

Bu çalışmanın materyalini, *Astragalus* cinsine ait 14 endemik takson oluşturmaktadır.

Çizelge 1. *Astragalus* cinsine ait türlerin toplandığı lokasyonlar ve herbaryum numaraları

Toplanan Örnekler	Lokasyonlar	Herbarium/ Collector Code
<i>Astragalus bashkalensis</i> Chamb.	Van-Güzeldere Geçidi	VPH: 371; GG-15
<i>Astragalus baytopianus</i> Chamb.& Matthews	Van-Görentaş	VPH: 361; GG-5
<i>Astragalus bicolor</i> Lam. subsp. <i>karputanus</i> (Boiss. & Noë) Ponert	Van- Güzeldere çıkışı	VPH: 377; GG-21
<i>Astragalus comosoides</i> Chamb.& Matthews	Van-Çatak Kanalga köyü	VPH: 370; GG-14
<i>Astragalus cryptocarpus</i> D.C.	Van-Çatak	VPH: 375; GG-19
<i>Astragalus davisii</i> Chamb.& Matthews	Van-Bahçesaray	VPH: 359; GG-3
<i>Astragalus delanensis</i> Sirj. & Rech. F.	Van-Yapılı Köy	VPH: 362; GG-6
<i>Astragalus gevashensis</i> Chamb.& Matthews	Van- İnköy	VPH: 365; GG-9

Çizelge 1. *Astragalus* cinsine ait türlerin toplandığı lokasyonlar ve herbaryum numaraları (devam)

Toplanan Örnekler	Lokasyonlar	Herbarium/ Collector Code
<i>Astragalus gymnalopencias</i> Rech. Fil.	Van-Yapılı köy	VPH: 366; GG-10
<i>Astragalus hareftae</i> (Nab) Sirj.	Van- Görentaş	VPH: 376; GG-20
<i>Astragalus lycius</i> Boiss.	Van-Hoşap Üçgen Köy	VPH: 368; GG-12
<i>Astragalus sachanewii</i> Sirj.	Van-Bahçesaray	VPH: 360; GG-4
<i>Astragalus tauricolus</i> Boiss	Van-Gürpınar	VPH: 364; GG-8
<i>Astragalus tournefortii</i> Boiss.	Van-Çatak Atlıhan köyü	VPH: 369; GG-13

VPH: Van Pharmaceutical Herbarium; GG:Gülistan Genli

Morfolojik incelemelerde taksonların ayırt edici karakteristik özelliğe sahip skapozun olup-olamayışı, yaprak boyu ve yaprak ekseninin dikenli olup-olmayışı, yaprakçık şekli ve çift sayısı, tüy durumu, yaprak kulakçık (sitipul) şekli ve boyu; çiçek durumu, sapı boyu, çiçeklenme durumu; çanak tüpü (kaliks) ve kaliks dişi boyu, tüy yapısı; taç yaprak rengi ve boyu, bayrakçık boyu ve şekli; meyve boyu ve şekli gibi morfolojik karakterler incelenmiş olup, Olympus marka VM Binoküler Stereo Mikroskop yardımı ile fotoğrafları çekilmiştir.

### 3. Bulgular

Çalışmada Van Gölü Havzası'nda *Astragalus* cinsine ait 82 takson toplanmış ve bu taksonlardan 14 tanesinin endemik olduğu belirlenmiştir. Çalışmada kullanılan endemik taksonlar; *A. bashkalensis*, *A. baytopianus*, *A. bicolor* subsp. *karputanus*, *A. comosoides*, *A. cryptocarpus*, *A. davisii*, *A. delanensis*, *A. gevashensis*, *A. gymnalopencias*, *A. hareftae*, *A. lycius*, *A. sachanewii*, *A. tauricolus* ve *A. tournefortii*'dir.

#### 3.1. Çalışmada kullanılan 14 endemik taksonun teşhis anahtarı

##### 1. Yaprak eksenleri dikenli

##### 2. Kaliks tüpsü; yaprak eksenleri 8 cm'den kısa

3. Kaliks en az biraz siyah tüylü; bakla genellikle taç yapraktan dışarı çıkar, 4 veya daha fazla tohumlu.

4. Kaliks sadece beyaz tüylü, 12-14 mm uzunluğunda, kaliks dişleri 5-7 mm uzunluğunda; brakteler 2 mm uzunluğunda, şeritsi-mızrak şeklinde ve silli.....*A. hareftae*

4. Kaliks en az biraz siyah tüylü

5. Yaprakçıklar 9-11 çift ve kaliks sadece siyah tüylü; braktelerin uzunluğu 2-3 mm, mızraklı şeklinde; çiçekdurumu kısa sapılı ve 5-6 çiçekli.....*A. cryptocarpus*

5. Yaprakçıklar 4-9 çift ve kaliks en azından biraz beyaz tüylü

6. Yaprakçıklar 10-16 mm uzunluğunda, 4-5 çift, şeritsi-eliptik şeklinde; brakteler siyah ve beyaz tüylü.....*A. baytopianus*

6. Yaprakçıklar 7-10 mm uzunluğunda, 5-6 çift; brakteler yalnızca beyaz tüylü

.....*A. delanensis*

3. Kaliks sadece beyaz yumuşak tüylü; bakla taç yaprak içinde, 1-2 tohumlu.....*A. gevashensis*

2. Kaliks lobları neredeyse tabana kadar bölünmüş, yaprak ekseni 2-5 cm uzunluğunda.....

.....*A. tournefortii*

##### 1. Yaprak eksenleri dikensiz

##### 7. Bitki gövdesiz, genellikle sıkapoz

8. Yaprakçıklar çatalı (bifurkat)-ince tüylü; bayrakçık uçta girintili (emarginat)

.....*A. bicolor* subsp. *karputanus*

##### 8. Yaprakçıklar basit tüylü

9. Yapraklar 6-10 cm uzunluğunda; yaprakçıklar 5-10 mm uzunluğunda, yaprak kulakçıkları 4-8 mm uzunluğunda

10. Yaprakçıklar 8-18 çift, 5-10 mm uzunluğunda, eliptik-yumurtamsı, yuvarlak, her iki yüzeyi yoğun beyaz tüylerle kaplı; yaprak kulakçığı 8 mm; kaliks dişlerinin uzunluğu 1-3 mm.

.....*A. bashkalensis*



10. Yaprakçıklar 8-14 çift, 6-8 mm uzunluğunda, dikdörtgensi şeklinde, seyrek basit tüylü; yaprak kulakçıkları 4-6 mm uzunluğunda; kaliks dişleri 3 mm uzunluğunda.....**A. comosoides**
9. Yapraklar 10-20 cm uzunluğunda, 15-18 çift yaprakçıklı, yaprakçıklar 8-14 mm uzunluğunda, eliptik, sivri, uzun zayıf ince tüylü, yaprak kulakçıkları 12-15 mm uzunluğunda, kaliks dişleri 7-8 mm .....**A. davisii**
7. Bitki uzun veya kısa gövdeli
  11. Boyu 150 cm'ye kadar uzayabilen; çiçekdurumu sapsız, küremsi şeklinde; yaprak kulakçığı 15-20 mm uzunluğunda.....**A. gymnalopecias**
  11. Boyları 5-30 cm'ye kadar uzayabilen; çiçekdurumu saplı, salkım, oval salkım, küremsi, başak, dikdörtgensi veya yumurtamsı şeklinde; yaprak kulakçığı 2-10 mm uzunluğunda
  12. yaprakçıklar basit tüylü
    13. Bitki 4-10 cm uzunluğunda; yaprakların uzunluğu 1-3 cm; yaprakçıklar 6-10 çift, 2-5 mm uzunluğunda; yaprak kulakçığı 2-4 mm uzunluğunda; çiçekdurumu sapı 1-5 cm uzunluğunda; çiçekdurumu oval salkım veya başak şeklinde, gevşek 4-15 çiçekli.....**A. sachanewii**
    13. Bitki 6-15 cm uzunluğunda, yapraklar 3-7 cm uzunluğunda; yaprakçıklar 10-18 çift, 8-10 mm uzunluğunda, yaprak kulakçıkları 7-10 mm uzunluğunda; çiçekdurumu sapı 5-10 cm uzunluğunda, salkım yumurtamsı-silindirik şeklinde ve 10-30- çiçekli .....**A. tauricolus**
  12. Yaprakçıklar bifurkat (çatalı), tüylü.....**A. lycius**

### 3.2. Çalışmada kullanılan 14 endemik taksonun morfolojik özellikleri

#### 3.2.1. *Astragalus bashkalensis* Chamb.

Boyu 15-35 cm uzunluğunda ve gövdeleri yapraksız olan çok yıllık bitkilerdir. Yapraklar 6-10 cm uzunluğunda; yaprakçıklar 8-18 çift, 5-10 mm uzunluğunda, eliptik-yumurtamsı, yuvarlak, her iki yüzeyi yoğun beyaz tüylerle kaplı; yaprak kulakçığı 8 mm, mızraksı. Çiçekdurumu sapının boyu 8-25 cm uzunluğunda, yoğun beyaz tüylü, salkıma doğru artan siyah tüylü yapıdadır. Çiçekdurumu (salkım) kısa silindirik şeklinde ve 20-40 çiçeklidir. Brakteler 3-5 mm uzunluğunda, mızraksı-üçgensiz şeklinde ve siyah tüylüdür. Kaliks 9-11 mm, tüpsü, siyah-beyaz tüylü; kaliks dişlerinin uzunluğu 1-3 mm, şeritsi, iç yüzeyi tüylüdür. Taç yapraklar pembemsi-leylak rengindedir. Yaprakçıklar 18-22 mm uzunluğundadır. Meyve sapsız, 8-10 mm uzunluğunda, yumurtamsı, karın kısmı omurgalı, sırt kısmı derin oluklu; gaga geriye kıvrık 1-3 mm uzunluğunda; basık beyaz ve yoğun siyah tüylüdür.



Şekil 1. *Astragalus bashkalensis* D.F. Chamb. (a. Genel görünüş, b. Yaprakçık, c. Çiçek, d. Bakal).

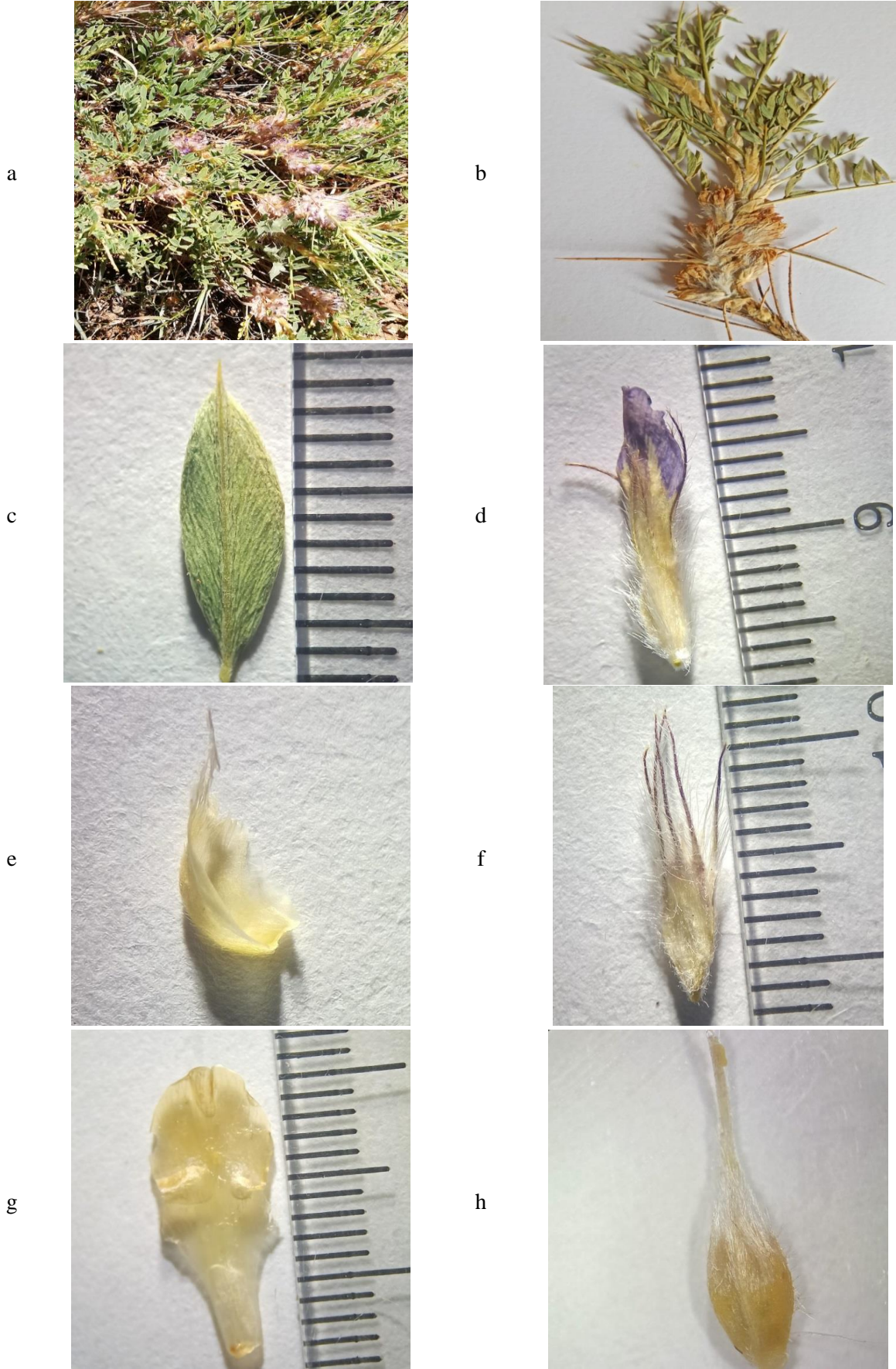
Bulunduğu iller: Van

Bulunduğu ülkeler: Türkiye (Davis, 1970)

Toplandığı lokalite: B9 Van: Hoşap, Güzeldere Geçidi bakımevi çevresi, 38°.10'.642'' N43°.54'.770'' E, 2742 m

### 3.2.2. *Astragalus baytopianus* Chamb. & Matthews

Bodur çalimsı bir bitkidir. Yapraklar 4-6 cm uzunluğunda ve yaprak eksenı dikenlidir. Yaprakçıklar 10-16 mm uzunluğunda, 4-5 çift, şeritsi-eliptik şeklinde, uç kısmı dikenli, üstte tüysüz, altta çok seyrek basık basit-tüylüdür. Yaprak kulakçıkları 9-12 mm uzunluğunda olup üçgensı-mızraksı şeklinde, beyaz tüylü, yarıya kadar birleşiktir. Çiçekdurumu yumurtamsı ve 15-20 sapsız çiçeklidir. Her bir yaprak koltuğunda 3-4 çiçek bulunur. Brakteler 8 mm uzunluğunda, yumurtamsı-mızraksı, kayık şeklinde olup alt yüzeyde seyrek siyah ve beyaz tüyler bulunmaktadır. Brakteol bulunmamaktadır. Kaliks 13-15 mm uzunluğunda, tüpsü, siyah beyaz basit tüylüdür; dişler 7 mm, sert tüylüdür. Taç yaprağın rengi açık kırmızımsı; bayrakçık 15-18 mm uzunluğunda, kulakçıklıdır. Meyve (bakla) 6-8 x 2 mm, dar yumurtamsı, beyaz yayvan-tüylüdür.



Şekil 2. *Astragalus baytopianus* Chamb.& Matthews (a. Genel görünüş, b. Herbarium örneği, c. Yaprakçık, d. Çiçek, e. Brakte, f. Kaliks, g. Bayrakçık, h. Dişi organ (pistil).

Bulunduğu iller: Van

Bulunduğu ülkeler: Türkiye

Toplandığı lokalite: B9 Van: Çatak, Van'dan Görentaş Köyüne doğru, Görentaş Köyü girişi, 38°.10'.996'' N43°.12'.925'' E, 2188 m

### 3.2.3. *Astragalus bicolor* Lam. subsp. *karputanus* (Boiss. & Noë) Ponert

Yapraksız gövdeli (sıkapoz), 6-25 cm uzunluğunda çok yıllık bir bitkidir. Yapraklar 3-12 cm uzunluğunda; yaprakçıklar 8-15 çift, 5-9 mm uzunluğunda, dar eliptik, çatalı-ince tüylü; yaprak kulakçığı 5-8 mm uzunluğunda, üçgenimsi şeklinde ve yaprak sapından bağımsızdır. Çiçekdurumu sapı 4-23 cm uzunluğundadır. Çiçekdurumu küremsi-yumurtamsı, 5-25 çiçekli başak şeklindedir. Brakteler 6-10 mm uzunluğunda, mızrak şeklinde veya yumurtamsı-mızrak şeklinde, basık beyaz tüylü ya da bazen siyah ve beyaz tüylü. Kaliks 6-8 mm uzunluğunda, tüpsü-çan şeklinde, beyaz basık ve aralarında kısa siyah çatalı tüylü; kaliks dişi uzunluğu 3-5 mm'dir. Taç yaprak beyazımsı-pembe, lavanta veya menekşe renginde; bayrakçık 14-22 mm uzunluğunda, uçta girintili (emarginat), bayrakçık ayası şeritsi-dikdörtgen şeklindedir. Meyve (bakla) 8-10 mm uzunluğunda, yumurtamsı, beyaz basit ve kısa siyah basık çatalı tüylere sahiptir ve gaga 2 mm uzunluğunda kıvrıktır.



a



b

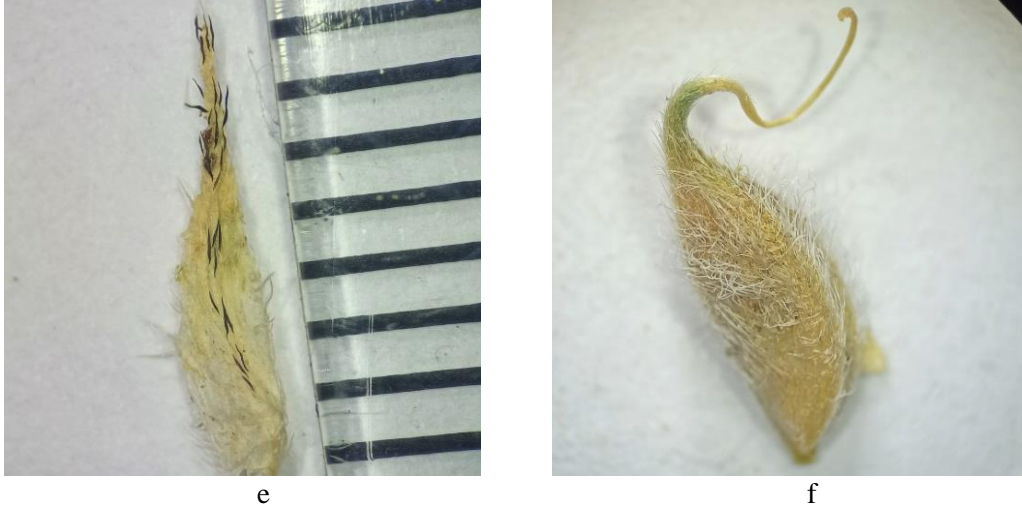


c



d

Şekil 3. *Astragalus bicolor* Lam. subsp. *karputanus* (Boiss. & Noë) Ponert (a. Çiçekdurumu, b. Yaprakçık, c. Yaprakçık yüzeyi tüy durumu, d. Çiçek, e. Brakte, f. Bakla).



Şekil 3. *Astragalus bicolor* Lam. subsp. *karputanus* (Boiss. & Noë) Ponert (a. Çiçekdurumu, b. Yaprakçık, c. Yaprakçık yüzeyi tüy durumu, d. Çiçek, e. Brakte, f. Bakla) (devam).

Bulunduğu iller: Ağrı, Bitlis, Erzurum, Kars ve Van

Bulunduğu ülkeler: Türkiye

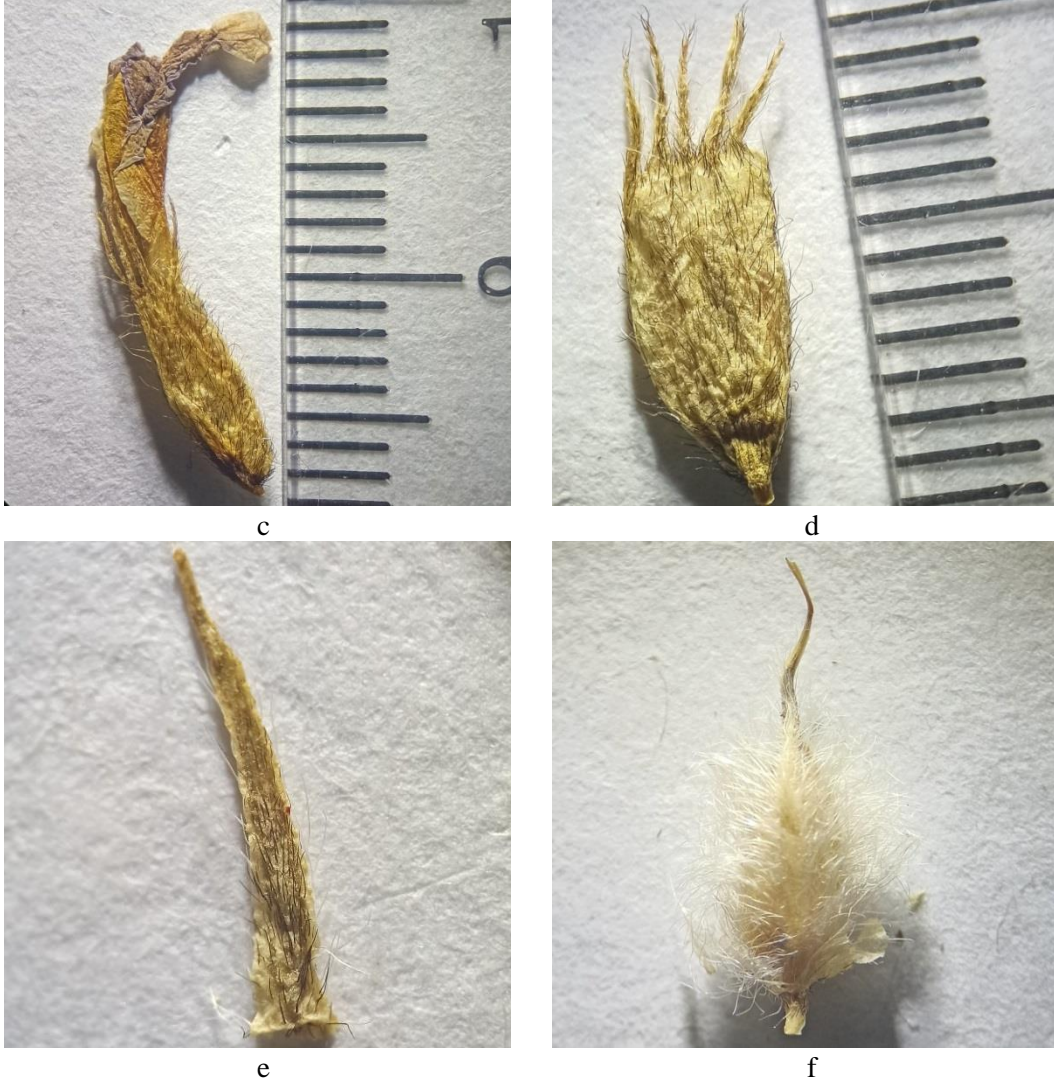
Toplandığı lokalite: B9 Van: Hoşap, Güzeldere geçidi, 38°.11'.511'' N43°. 54'. 606''E, 2700 m

### 3.2.4. *Astragalus comosoides* Chamb. & Matthews

Yapraklı gövdesi olan veya olmayan, 11-25 cm uzunluğunda çok yıllık bir bitkidir. Yapraklar 6-13 cm uzunluğunda; yaprakçıklar 8-14 çift, 6-8 mm uzunluğunda, dikdörtgensel şeklinde, seyrek basit tüylüdür. Yaprak kulakçıkları 4-6 mm uzunluğunda, mızrak şeklindedir. Çiçekdurumu sapı 10-16 cm uzunluğundadır. Çiçekdurumu gevşek-silindirik, sapı 6-12 cm uzunluğunda, 20-60 çiçekli salkım yapısındadır. Brakteler 6 mm uzunluğunda, şeritsi-mızraksı şeklinde, siyah-beyaz seyrek tüylü. Kaliks 10-12 mm uzunluğunda, tüpsü şeklinde, seyrek olarak siyah ve beyaz basit-tüylü; dişler 3 mm uzunluğundadır. Taç yaprak menekşe veya beyazımsıdır. Bayrakçık 16-22 mm, meyve (bakla) 10 mm uzunluğunda, yumurtamsı, sapsız, yandan basık, uzun beyaz basit tüylüdür.



Şekil 4. *Astragalus comosoides* Chamb.& Matthews (a. Çiçekdurumu (meyvede), b. Yaprakçık, c. Çiçek, d. Kaliks, e. Brakte, f. Bakla).



Şekil 4. *Astragalus comosoides* Chamb.& Matthews (a. Çiçekdurmu (meyvede), b. Yaprakçık, c. Çiçek, d. Kaliks, e. Brakte, f. Bakla) (devam).

Bulunduğu iller: Hakkari ve Van

Bulunduğu ülkeler: Türkiye

Toplandığı lokalite: C9 Van: Çatak, Kanalga Köyü Tanrıverdi Mezrası, 37°.52'.422'' N 43°.01'.282'' E, 1676 m

### 3.2.5. *Astragalus cryptocarpos* D.C.

Boyları 30 cm uzunluğunda, bodur çalimsı bitkilerdir. Yapraklar 2-5 cm uzunluğunda, eksenler dikenli; yaprakçıkların uzunluğu 4-8 mm, dar eliptik şeklinde, küt uçlu(emarginat), tüysüz, yapraklar 9-11 çift yaprakçıklı; yaprak kulakçığı 6 mm uzunluğunda, üçgensiz-mızraksı şeklinde, tüysüz, yarıya kadar birleşiktir. Çiçekdurumu 5-6 kısa saplı çiçeklidir. Braktelerin uzunluğu 2-3 mm, mızraksı şeklinde ve zarsı yapıdadır. Brakteol bulunmaz. Kaliks uzunluğu 8-10 mm, tüpsü, çok seyrek olarak basık siyah tüylü; kaliks dişlerin uzunluğu 2-3 mm, dar üçgensiz. Taç yapraklar beyaz veya pembemsi; bayrakçık 20-23 mm uzunluğunda. Meyve beyaz tüylüdür.



Şekil 5. *Astragalus cryptocarpus* D.C. (a. Genel görünüşü, b. Yaprakçık, c. Çiçek, d. Kaliks, e. Kaliks yüzeyi, f. Bakla).

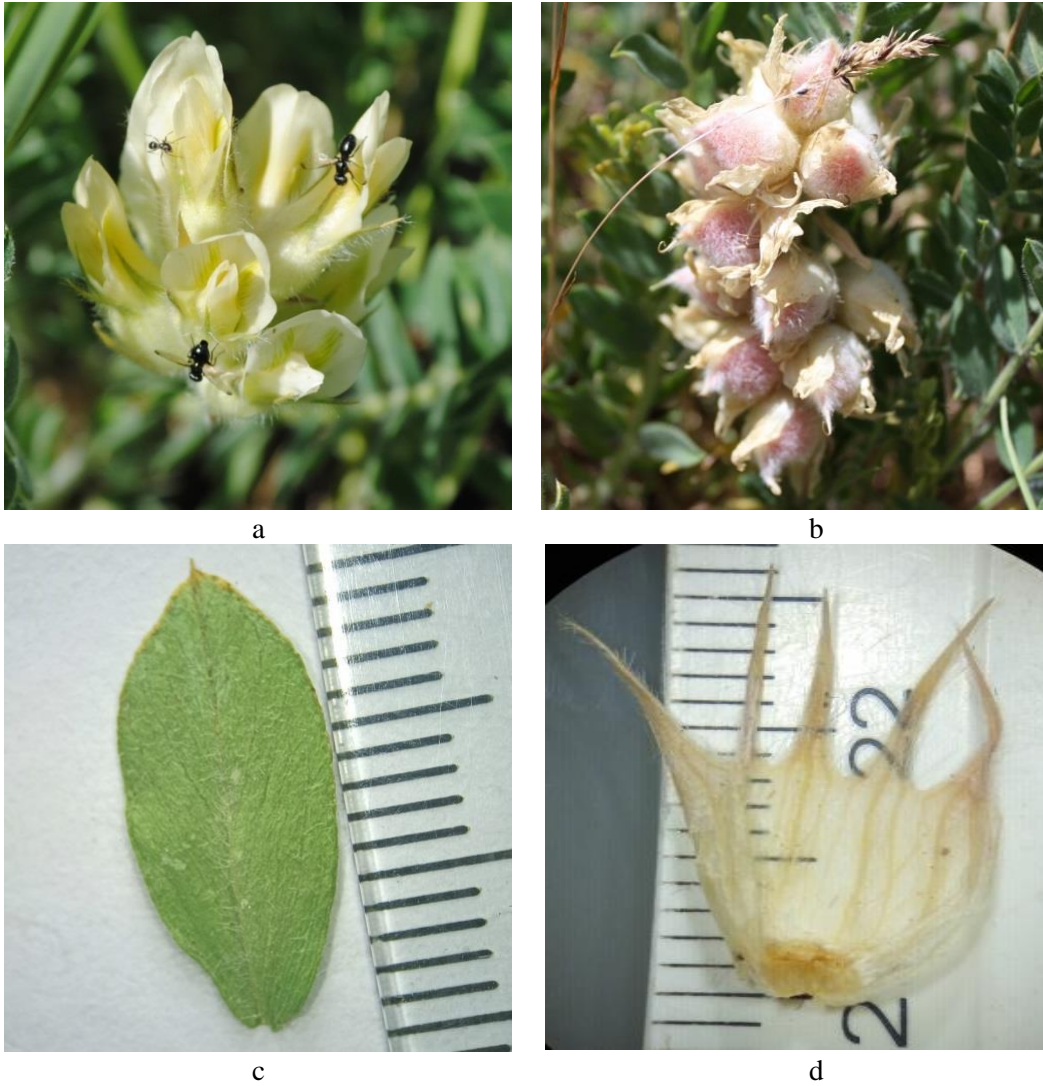
Bulunduğu iller: Hakkari ve Van

Bulunduğu ülkeler: Türkiye

Toplandığı lokalite: B9 Van: Çatak, Yukarı Narlıca köyü batısı, 38°.08'.463'' N43°.02'.249''E, 2291 m

### 3.2.6. *Astragalus davisii* Chamb. & Matthews

Gövdeleri yapraksız (sıkapoz), sürünücü veya uç kısımda yükselici olan çok yıllık bir bitkidir. Yapraklar 10-20 cm uzunluğunda, tekteleksi (imparapinnat); yapraklar 15-18 çift yaprakçıklı, yaprakçıklar 8-14 mm uzunluğunda, eliptik, sivri, uzun zayıf ince tüylü, yaprak kulakçıkları 12-15 mm uzunluğunda, mızraksı şeklinde, beyaz sili, tabanda bileşik; çiçekdurumu sapı 10-26 cm uzunluğunda, tüylerle örtülü, yapraklara eşit veya yaprakları geçer. Çiçekler kokulu, yumurtamsı salkım 8-18 çiçekli. Braktelerin boyu 10-15 mm, mızraksı, beyaz tüylü. Brakteoller 4-8 mm uzunluğunda, şeritsi. Kaliks 14-16 mm uzunluğunda, tüpsü-çansı, hafif şişmiş, yumuşak beyaz tüylü; kaliks dişlerinin uzunluğu 7-8 mm, üçgeni-şeritsi. Taç yaprak krem renginde, bayrakçıklar 22-26 mm uzunluğunda, tüysüzdür. Meyve (bakla) 10-17 mm uzunluğunda, yumuşak beyaz tüylü ve yumurtamsı şeklindedir.



Şekil 6. *Astragalus davisii* Chamb.& Matthews. (a. Çiçekdurumu (çiçekte), b. Çiçekdurumu (meyvede), c. Yaprakçık, d. Kaliks).

Bulunduğu iller: Bitlis, Van ve Hakkari

Bulunduğu ülkeler: Türkiye

Toplandığı lokalite: B9 Van: Bahçesaray, Baheçesaray Kerpit geçidi arası, 38°8'.300'' N 42°51'.3350''E, 2341 m



### 3.2.7. *Astragalus delanensis* Sirj. & Rech. F.

Dalları 15 cm uzunluğunda olan bodur çalimsı bitkilerdir. Yapraklar 3-6 cm uzunluğunda; yaprak eksenı dıkenli; yaprakçıklar eliptik, 5-6 çift, 7-10 mm uzunluğunda, üst tarafı tüysüz, alt tarafı seyrek basit tüylü. Sitipül 7-13 mm, üçgensiy-yumurtamsı şeklindedir. Çiçekdurumu küremsiy şekilde, çiçekler sapsız ve 10-20 adettir. Brakteelerin uzunluğuy 7-8 mm, yumurtamsiy-dikdörtgensiy şekilde, alt yüzey beyaz tüylüdür. Brakteol bulunmaz. Kaliks 11-14 mm uzunluğunda, tüpsüy, siyah ve beyaz tüylüy; kaliks dışileri 6-7 mm uzunluğunda ve siyah tüylüdür. Taç yaprak kırmızı renkli; bayrakçıkların uzunluğuy 15-17 mm'dir. Meyve 8-9 mm uzunluğunda, yumurtamsiy şekilde, yoğun siyah ve beyaz tüylüdür.



a



b

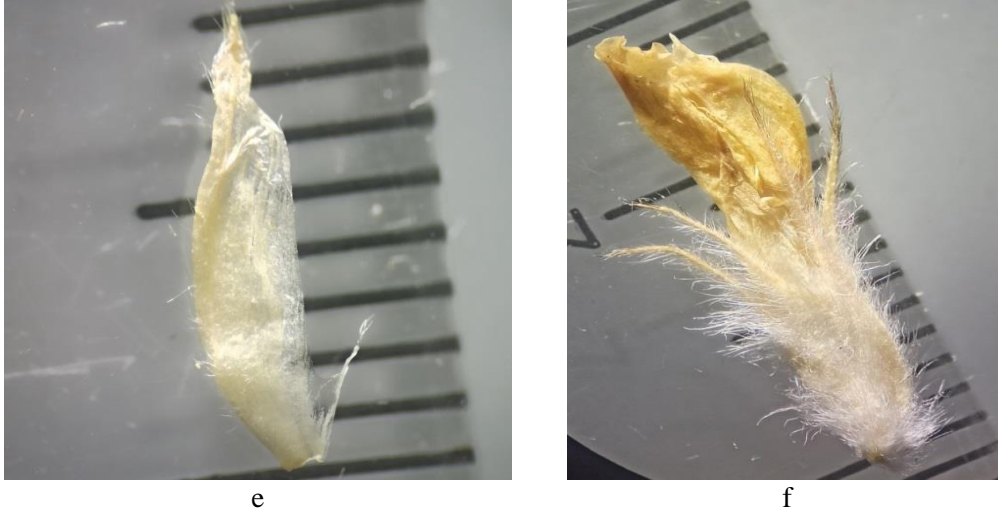


c



d

Şekil 7. *Astragalus delanensis* Sirj. & Rech. (a. Genel görünüş, b. Herbaryum örneğiy, c. Yaprakçık, d. Sitipül, e. Brakte, f. Çiçek).



Şekil 7. *Astragalus delanensis* Sirj. & Rech. (a. Genel görünüş, b. Herbaryum örneği, c. Yaprakçık, d. Sitipul, e. Brakte, f. Çiçek) (devam).

Bulunduğu iller: Siirt ve Van

Bulunduğu ülkeler: Türkiye

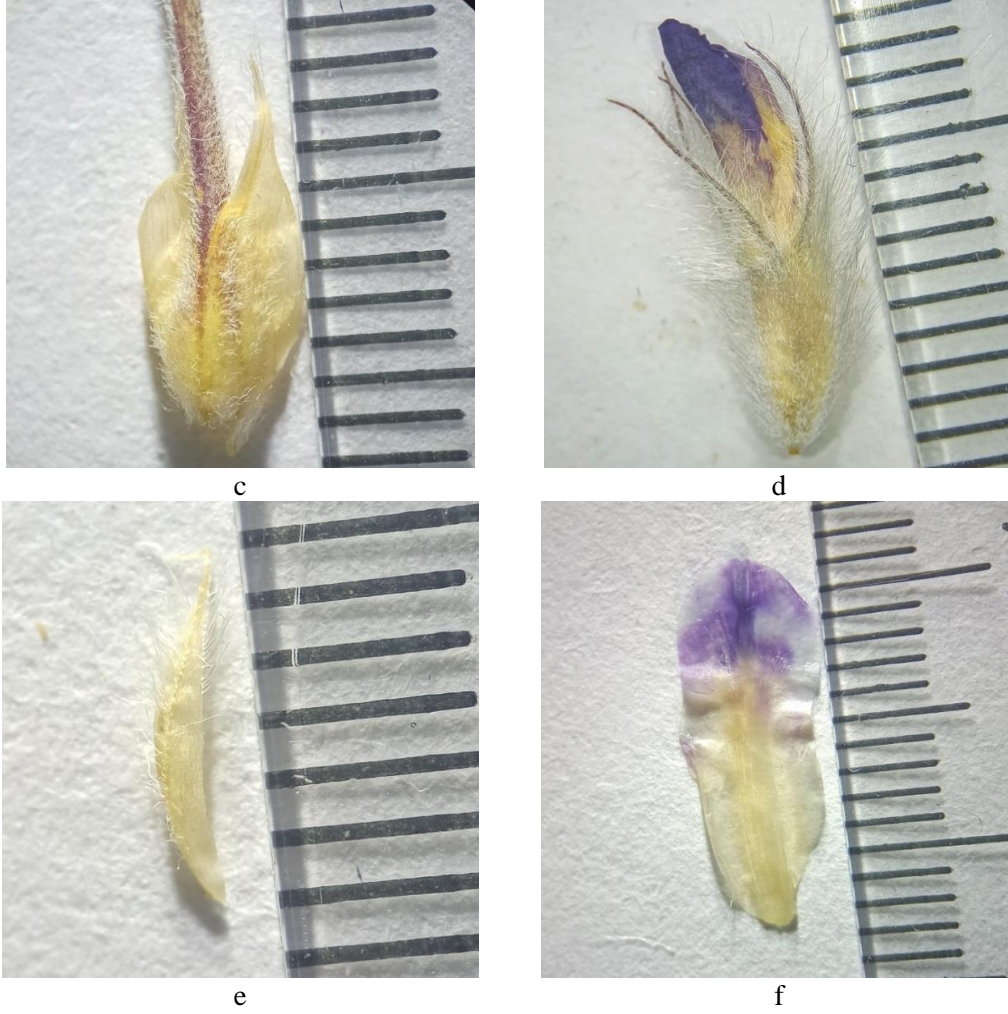
Toplandığı lokalite: B9 Van: Bahçesaray, Yapılı Köy'ünden Bahçesaray'a doğru Yapılı Köy'ün çıkışı, 38°.94'.87'' N42°.58'.506''E, 2400 m

### 3.2.8. *Astragalus gevashensis* Chamb. & Matthews

Yastık formu teşkil eden bodur çalimsı bitkilerdir. Yaprak eksenleri dikenli, 2.5-7 cm uzunluğunda; yaprakçıklar 5-8 çift, 5-16 mm uzunluğunda, dar eliptik şeklinde, beyaz kısa yumuşak tüylüdür. Yaprak kulakçıkların uzunluğu 9-11 mm, üçgensiz-mızraksı şeklindedir. Çiçekdurumu küremsi-yumurtamsı şeklinde, çiçek sayısı 15-30 adet; her eksenden 3-4 çiçek çıkar. Brakteol bulunmaz. Kaliks 13-16 mm uzunluğunda, şeritsi, grimsi beyaz görünüşte sık tüylü. Brakteol bulunmaz. Kaliks 13-16 mm uzunluğunda, beyaz yumuşak tüylüdür. Taç yapraklar menekşe-pembe renkli; bayrakçık 17-19 mm uzunluğundadır. 1-2 tohumlu.



Şekil 8. *Astragalus gevashensis* Chamb. & Matthews (a. Genel görünüş, b. Yaprakçık, c. Sitipul, d. Çiçek, e. Brakte, f. Bayrakçık).



Şekil 8. *Astragalus gevasensis* Chamb. & Matthews (a. Genel görünüş, b. Yaprakçık, c. Sitipul, d. Çiçek, e. Brakte, f. Bayrakçık) (devam).

Bulunduğu iller: Bitlis, Van

Bulunduğu ülkeler: Türkiye

Toplandığı lokalite: B9 Van: Gevaş, İnköy, İnköyden Altınsaç'a giriş, 38°25'.811''N42°53'.102''E, 1808 m

### 3.2.9. *Astragalus gymnaopecias* Rech. Fil.

Gövdeleri 150 cm'ye kadar uzayabilen ve tüysüz çok yıllık bitkilerdir. Yapraklar 9-25 cm uzunluğunda; yapraklar 11-14 çift yaprakçıklı, yaprakçıklar 15-60 mm uzunluğunda dar eliptik şekilde ve tüysüz; yaprak kulakçığı 15-20 mm uzunluğunda, şeritsi-mızraksı şeklinde ve tüysüzdür. Çiçekdurumu sapsız, 4 cm genişliğinde, küremsi şeklinde, 15-25 çiçeklidir. Brakteler 3-12 mm uzunluğunda, şeritsi, silli ve brakteol 1-1.5 mm uzunluğunda, şeritsi, sillidir. Kaliks uzunluğu 9-14 mm, tüpsü, tüysüz ya da özellikle kenarda birkaç uzun tüylü, kaliks dişleri 1.5-5 mm uzunluktadır. Taç yapraklar sarı renkli; bayrakçıkların uzunluğu 18-20 mm. Genç meyve (bakla), yumurtamsı, 14-16 mm, yumuşak tüylüdür.



Şekil 9. *Astragalus gymnalopecias* Rech. Fil. (a. Çiçekdurumu, b. Yaprakçık, c. Çiçek, d. Bakla).

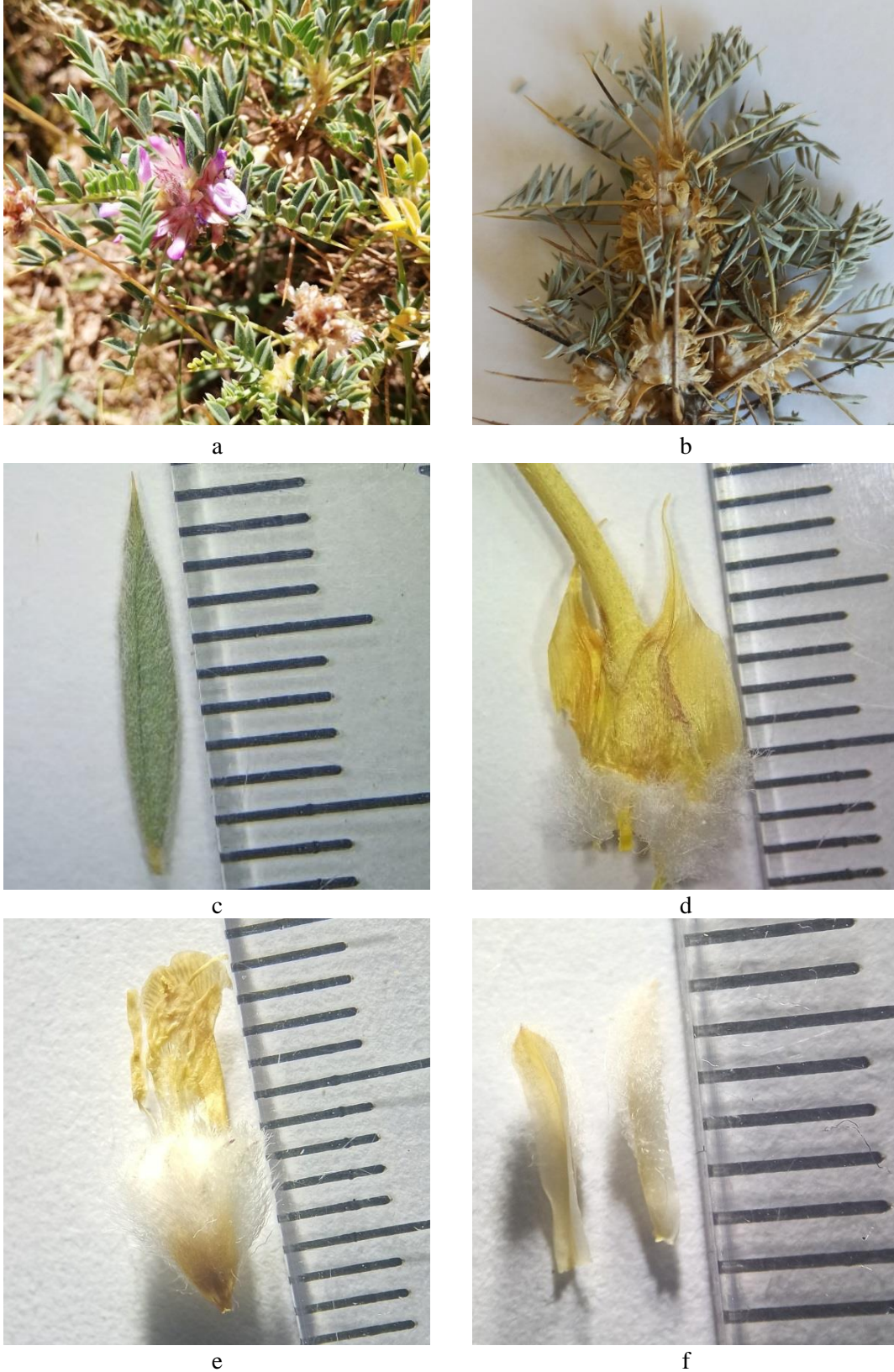
Bulunduğu iller: Bitlis ve Van

Bulunduğu ülkeler: Türkiye

Toplandığı lokalite: B9 Van: Çatak, Yukarı Narlıca Köyünden Bahçesaray'a doğru Yapılı Köyün çıkışı, 38°7'.350'' N43°3'.129'' E, 2250 m

### 3.2.10. *Astragalus hareftae* (Nab) Sirj.

Yaprak eksenini dikenli olan bodur çalimsı bir bitkidir. Yapraklar 2-3 cm uzunluğunda, yaprakçıklar 4-5 çift, 6-9 mm uzunluğunda, dar eliptik şeklinde, uç kısmı dikenli, seyrek yayılan-basit yumuşak uzun tüylü; yaprak kulakçıkları 10 mm uzunluğunda, mızrak şeklinde, tüysüz fakat silli, uzunluklarının  $\frac{2}{3}$  kadarı birleşiktir. Küremsi şeklindeki çiçekdurumu 15-20 sapsız çiçeklidir. Brakteol 2 mm uzunluğunda, şeritsi-mızrak şeklinde ve sillidir. Brakteol yoktur. Kaliks 12-14 mm uzunluğunda, tüp şeklinde olup seyrek beyaz basit tüp yapısına sahiptir. Kaliks dişleri 5-7 mm uzunluğunda, uzun yumuşak tüylüdür. Taç yaprak pembesi veya leylak renginde; bayrakçık 20-25 mm uzunluğundadır.



Şekil 10. *Astragalus hareftae* (Nab.) Sirj. (a. Genel görünüş, b. Herbaryum örneği, c. Yaprakçık, d. Sitipul, e. Çiçek, f. Brakte).

Bulunduğu iller: Van

Bulunduğu ülkeler: Türkiye

Toplandığı lokalite: B9 Van: Çatak, Van'dan Görentaş Köyüne doğru Görentaş Köyünün girişi, 38°.10'.996'' N43°.12'.925'' E, 2188 m

### 3.2.11. *Astragalus lycius* Boiss.

Boyu 20-35 cm uzunluğunda, gövdesi uç kısımdan yükselici, çok yıllık otsu bitkidir. Yapraklar 2,5-5 cm uzunluğunda; 8-13-çift yaprakçıklı, yaprakçıklar 8-14 mm uzunluğunda, dar eliptik, basık çatalı tüylüdür. Yaprak kulakçıkları 3 mm uzunluğunda, üçgen şeklindedir. Çiçekdurumu sapı 4-10 cm uzunluğundadır. Çiçekdurumu sapı 4-10.5 cm, salkım şeklinde, salkım küresel veya dikdörtgensi, 10-20 çiçeklidir. Brakteler 3 mm uzunluğunda, siyah-beyaz tüylü, mızrak şeklindedir. Kaliks 5-7 mm uzunluğunda, tüpsü, basık siyah ve beyaz çatalı-tüylü; kaliks dişleri 3 mm uzunluğunda, şeritsi yapıdadır. Taç yaprak mor-kırmızı; bayrakçık 12-20 mm uzunluğunda ve tüysüzdür. Meyve (bakla) 10-12 x 3 mm, dikdörtgensi, ağırlıklı olarak basık beyaz çatalı tüylüdür.



a



b



c



d

Şekil 11. *Astragalus lycius* Boiss. (a. Çiçekdurumu, b. Yaprakçık, c. Çiçek, d. Kaliks, e. Brakte, f. Bakla).



Şekil 11. *Astragalus lycius* Boiss. (a. Çiçekdurumu, b. Yaprakçık, c. Çiçek, d. Kaliks, e. Brakte, f. Bakla) (devam)

Bulunduğu iller: Ankara, Burdur, Çankırı, Gaziantep, Maraş ve Van

Bulunduğu ülkeler: Türkiye

Toplandığı lokalite: B9 Van: Hoşap, Üçgen köy yolunun sonunda, 38°19'.421'' N43°48'.494'' E, 2303 m

### 3.2.12. *Astragalus sachanewii* Sirj.

Boyu 4-10 cm uzunluğunda, sürüncü, beyaz tüylerle kaplı çok yıllık bir bitkidir. Yapraklar uzunluğu 1-3 cm, basık tüylü; yaprakçıklar 6-10 çift, 2-5 mm uzunluğunda, eliptik, altta seyrek basık tüylü; sitipul 2-4 mm uzunluğunda, beyazımsı-zarımsı, uç kısmında üçgensel, genişçe oval, beyaz tüylüdür. Çiçekdurumu sapı 1-5 cm uzunluğunda; çiçekdurumu oval salkım veya başak şeklinde, gevşek 4-15 çiçeklidir. Brakteler 1.5-2.5 mm uzunluğunda, geniş mızrak şeklinde, siyah-beyaz tüylü. Kaliks 5-10 mm uzunluğunda, boru şeklinde, seyrek siyah-beyaz, yayvan, basit tüylü; dişler 1 mm'dir. Taç yaprak leylak-menekşe veya krem renginde; bayrakçık 12-20 mm'dir. Meyve 7-10 mm uzunluğunda, dar eliptik-yumurtamsı, yumuşak beyaz tüylü. Yumurtalık beyaz tüylüdür.



a



b



d



e

Şekil 12. *Astragalus sachanewii* Sirj. (a. Genel görünüş, b. Çiçekdurumu, d. Yaprakçık, e. Çiçek).

Bulunduğu iller: Hakkari ve Van

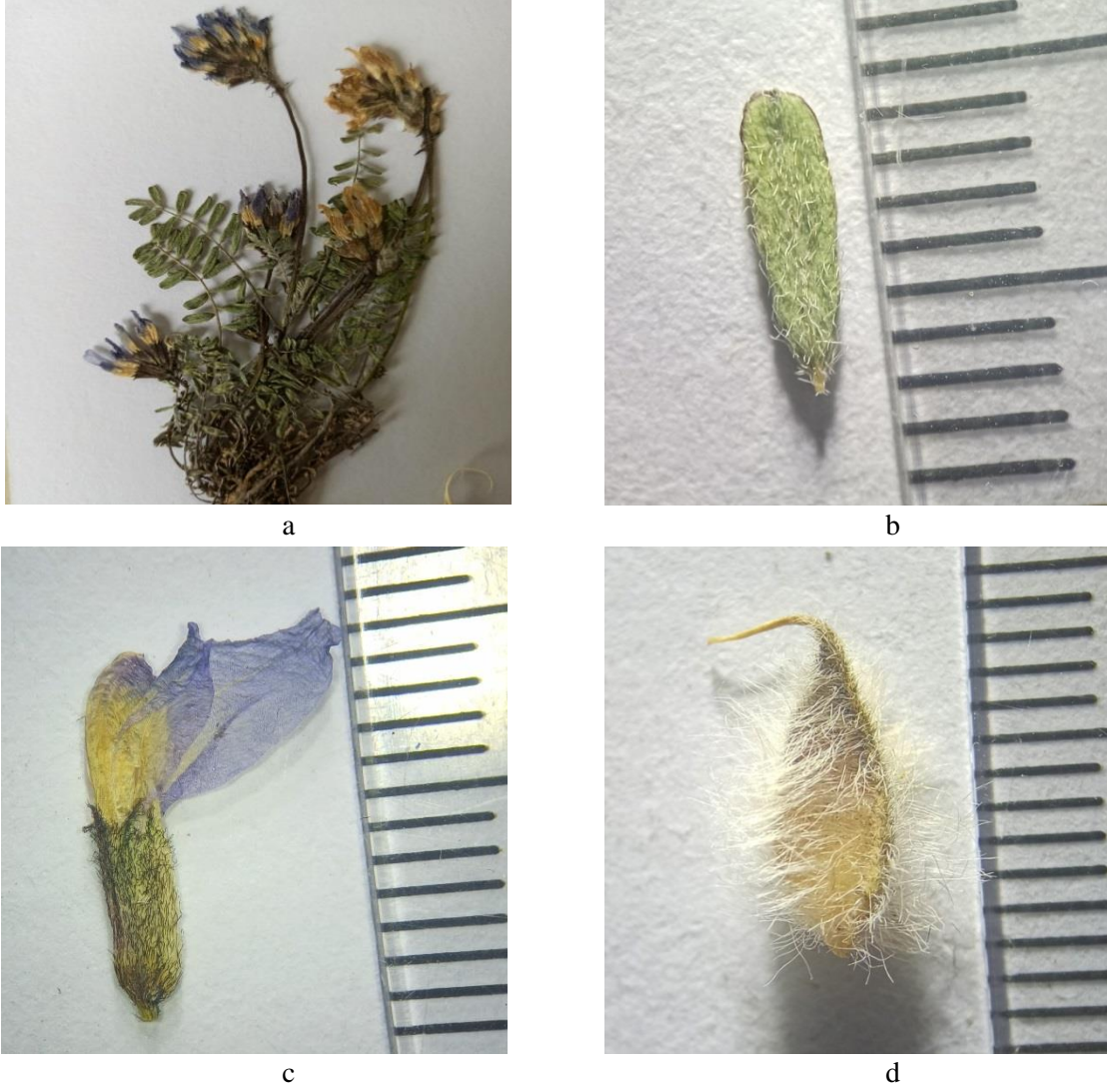
Bulunduğu ülkeler: Türkiye

Toplandığı lokalite: B9 Van: Bahçesaray, Kerpit geçidi, 38°.91'.92''N42°.54'.161''E, 3047 m

### 3.2.13. *Astragalus tauricolus* Boiss.

Bitki 6–15 cm boyunda, yapraklar 3-7 cm uzunluğunda; yaprakçıklar 10-18 çift, 8-10 mm uzunluğunda, eliptik, sivri uçlu, basık beyaz tüylerle kaplıdır. Yaprak kulakçıkları 7-10 mm uzunluğunda, üçgensiz şeklinde, uzunluklarının yarısına kadar birleşiktir. Çiçekdurumu sapı 5–10 cm uzunluğunda, basık beyaz, salkıma doğru artan siyah tüylerle kaplıdır. Salkım yumurtamsı-silindirik yapıda ve 10–30 çiçeklidir. Brakteler yeşil, 5–9 mm, üçgensiz şeklinde olup siyah-beyaz tüylerle kaplı. Kaliks 9–13 mm uzunluğunda, tüpsü şeklinde, beyaz ve siyah tüylü; kaliks dişleri 2–4 mm uzunluğundadır. Taç yaprak baskın mor ile kremi veya sarımsı mor renklidir. Bayrakçık 20–25 mm uzunluğundadır. Bakla (meyve) 8-13 mm uzunluğunda, dar yumurtamsı –elipsoid, yoğun uzun beyaz tüylüdür.





Şekil 13. *Astragalus tauricolus* Boiss. (a. Genel görünüş, b. Yaprakçık, c. Çiçek, d. Bakla).

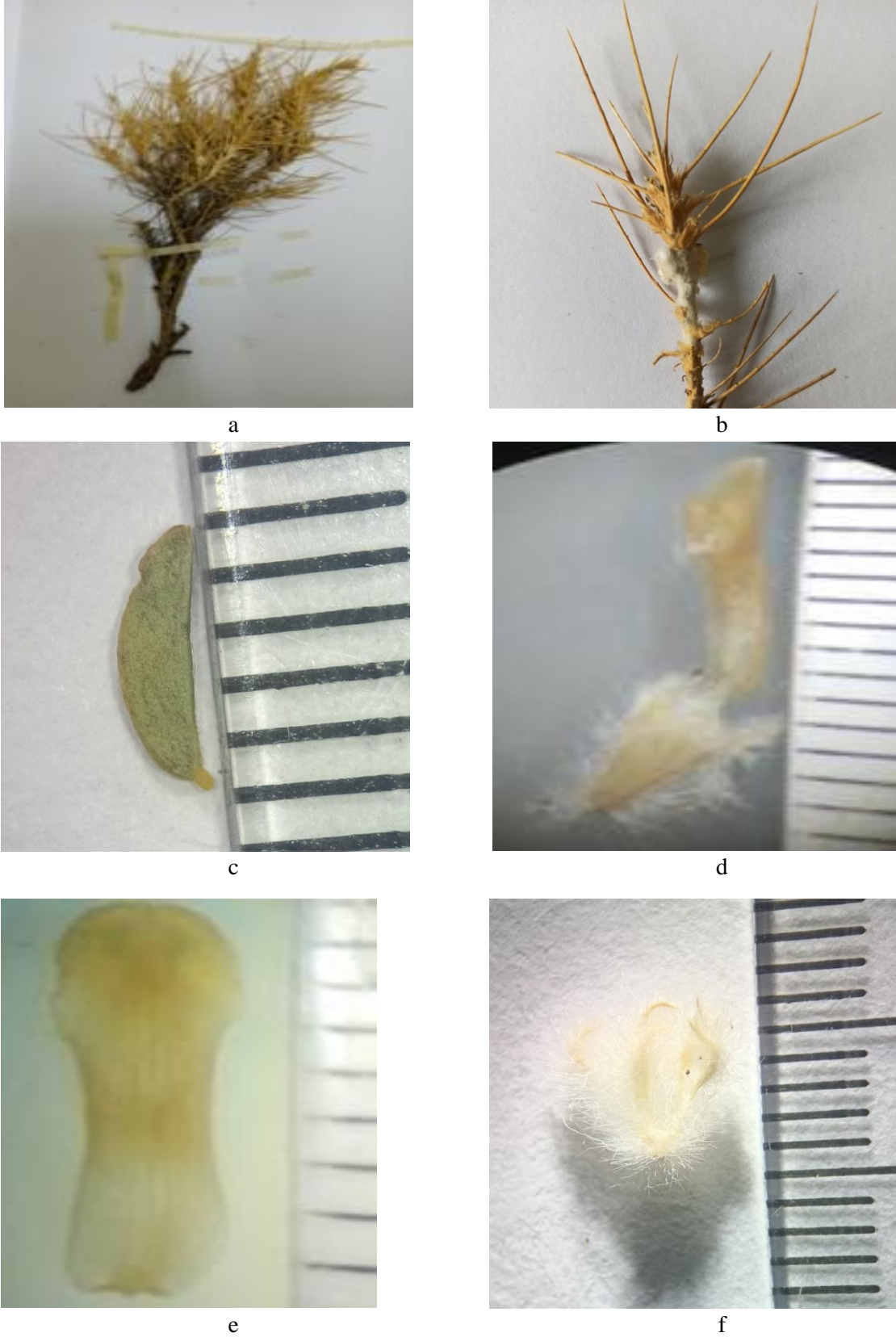
Bulunduğu iller: Bitlis, Hakkari, Kayseri, Tunceli ve Van

Bulunduğu ülkeler: Türkiye

Toplandığı lokalite: B9 Van: Gürpınar, Cevizalan-Umut köyleri arası, 38°19'.168'' N 43°36'.565''E, 2128 m

### 3.2.14. *Astragalus tournefortii* Boiss.

30 cm'ye kadar uzayabilen alçak şemsiyemsi şeklinde çalimsı bir bitkidir. Yaprak eksenini dikenli, 3-5 cm uzunluğunda, tüysüz veya seyrek tüylüdür. Yaprakçıklar 4-7 çift, 4-6 mm uzunluğunda, eliptik, genellikle sivri ve sert uçlu tüysüzdür. Yaprak kulakçıkları 7-9 mm uzunluğunda, üçgensiyumurtamsı, tüysüz veya beyaz tüylüdür. Her yaprak koltuğunda 2-3 çiçek çıkar, çiçekdurumu yumurtamsı-dikdörtgensiy şeklinde ve 8-20 çiçeklidir. Brakteol 4-8 mm uzunluğunda, yumurtamsı-yuvarlak, kayık şeklinde, iki loblu, tüysüz veya beyaz tüylüdür. Brakteol yok. Kaliks 5-7 mm uzunluğunda, taban beyaz tüylüdür. Kaliks lobları neredeyse tabana kadar bölünmüştür. Bayrakçık 10-12 mm uzunluğunda, geniş turnaklıdır (*platynychioid*). Meyve bilinmiyor.



Şekil 14. *Astragalus tournefortii* Boiss. (a. Herbarium örneği, b. Dal kısmı, c. Yaprakçık, d. Çiçek, e. Bayrakçık, f. Kaliks).

Bulunduğu iller: Van

Bulunduğu ülkeler: Türkiye

Toplandığı lokalite: B9 Van: Çatak, Atlıhan köyü, 37°.54'.542'' N 42°.52'.214'' E, 1790 m

#### 4. Tartışma ve Sonuç

Angiospermilerin en büyük cinslerinden biri olan *Astragalus* cinsi Fabaceae familyasında yer alan ve dünya çapında yaklaşık 250 bölüm ve 2500 tür içeren büyük bir cinistir (Townsend & Guest, 1974; Lock & Simpson, 1991; Podlech, 1986; Sanderson, 1991). Bu çalışmada toplanan *Astragalus* cinsine ait 14 endemik taksonun ayırt edilmesinde yaprak ekseninin dikenli olup-olmayışı ve skapozun olup-olamayışı, bitkinin boyu, yaprak boyu, yaprakçık boyu, şekli ve çift sayısı, tüy durumu, yaprak kulakçık (sitipul) şekli ve boyu, çiçekdurumu sapı boyu, çiçeklenme durumu, brakte boyu, brakte şekli ve tüy durumu, kaliks boyu ve şekli ve kaliks dişi uzunluğu, tüy durumu, taç yaprak rengi ve boyu, bayrakçık boyu ve şekli ile meyve boyu ve şeklinin en fazla kullanılan taksonomik karakterler olduğu tespit edilmiştir.

Çalışmamızda kullanılan yaprak ekseni dikenli olan *Astragalus baytopianus*, *Astragalus cryptocarpos*, *Astragalus delanensis*, *Astragalus hareftae*, *Astragalus gevashensis* ve *Astragalus tournefortii* taksonların taksonomik karakterleri Çizelge 2'de verilmiştir.

Çizelge 2. Yaprak ekseni dikenli olan taksonlar

Karakterler	<i>A. baytopianus</i>	<i>A. cryptocarpos</i>	<i>A. delanensis</i>	<i>A. gevashensis</i>	<i>A. hareftae</i>	<i>A. tournefortii</i>
<b>Yaprak boyu</b>	4-6 cm	2-5 cm	3-6 cm	2.5-7 cm	2-3 cm	3-5 cm
<b>Yaprakçık boyu</b>	10-16 mm	4-8 mm	7-10 mm	5-16 mm	6-9 mm	4-6 mm
<b>Yaprakçık şekli</b>	şeritsi-eliptik	Dar eliptik	Eliptik	Dar eliptik	Dar eliptik	Eliptik
<b>Yaprakçık çift sayısı</b>	4-5 çift	9-11	5-6 çift	5-8 çift	4-5 çift	4-7 çift
<b>Yaprakçık tüy durumu</b>	Üstte tüysüz, altta çok seyrek basık basit-tüylü	tüysüz	Üst tarafı tüysüz, alt tarafı basit tüylü	Yoğun beyaz tüylü	Basit yumuşak uzun tüylü	Az çok tüysüz
<b>Sitipul boyu</b>	9-12 mm	6 mm	7-13 mm	9-11 mm	10 mm	7-9 mm
<b>Sitipul şekli</b>	Üçgensimızraksı	Üçgensimızraksı	Üçgensiyumurtamsı	Üçgensimızraksı	Mızrak	Üçgensiyumurtamsı
<b>Çiçekdurumu</b>	15-20	5-6	10-20	15-30	15-20	8-20
<b>Her bir yaprak koltuğundaki çiçek sayısı</b>	3-4	1-3	-	3-4	-	2-3
<b>Brakte boyu</b>	8 mm	2-3 mm	7-8 mm	7-10 mm	2 mm	4-8 mm
<b>Brakte şekli</b>	Yumurtamsimızraksı veya kayıksı	Mızraksı	Yumurtamsidikdörtgensı	Şeritsi	Şeritsimızrak	Yumurtamsiyuvarlak
<b>Brakte tüy durumu</b>	Seyrek siyah ve beyaz tüylü	Zarsı yapıda	Alt yüzey beyaz tüylü	Grimsi beyaz sık tüylü	Beyaz yumuşak tüylü	Tüysüz veya beyaz tüylü
<b>Kaliks boyu</b>	13-15 mm	8-10 mm	11-14 mm	13-16 mm	12-14 mm	5-7 mm
<b>Kaliks şekli</b>	Tüpsü	Tüpsü	Tüpsü	Tüpsü	Tüpsü	Tabana kadar parçalı
<b>Kaliks tüy durumu</b>	Siyah-beyaz basit tüylü	Seyrek basık siyah tüylü	Siyah-beyaz tüylü	Beyaz yumuşak tüylü	Seyrek beyaz basit tüylü	Taban beyaz tüylü
<b>Kaliks dişi uzunluğu</b>	7 mm	2-3 mm	6-7 mm	7 mm	5-7 mm	-
<b>Taç yaprak rengi</b>	Açık kırmızımsı	Beyaz veya pembemsi	Kırmızı	Menekşe-pembe	Pembesi veya leylak	Beyazımsı-krem
<b>Bayrakçık boyu</b>	15-18 mm	20-23 mm	15-17 mm	17-19 mm	20-25 mm	10-12 mm
<b>Bayrakçık şekli</b>	Kulakçıklı	-	-	Geniş tırnaklı	-	Geniş tırnaklı
<b>Meyve boyu</b>	6-8 x 2 mm	11-12 mm	8-10 mm	-	-	-
<b>Meyve şekli</b>	Dar yumurtamsı (4 ve daha tohumlu)	Eliptik(4 ve daha tohumlu)	Yumurtamsı(4 ve daha tohumlu)	-(2 tohumlu)	-(4 ve daha tohumlu)	-

Yaprak eksenleri dikenli olan *Astragalus* taksonlarına ait morfolojik özellikler Çizelgede 2'de sunulduğu üzere, *A. tournefortii* bitkisinin kaliks lobları tabana kadar parçalı olması *A. cryptocarpos*, *A.*

*baytopianus*, *A. delanensis*, *A. hareftae* ve *A. gevashensis* taksonlarından kolaylıkla ayırt edilmektedir. Kaliksin sadece yoğun beyaz yumuşak tüylü olması, bakla taç yaprak içinde ve baklanın 1-2 tohumlu olması özelliğinden dolayı *A. gevashensis* türü *A. cryptocarpus*, *A. baytopianus*, *A. delanensis* ve *A. hareftae* türlerinden farklılık göstermektedir. *A. hareftae* türünün kaliksi sadece beyaz tüylü olmasıyla *A. cryptocarpus*, *A. baytopianus* ve *A. delanensis* türlerinden ayırt edilmektedir. Yaprakçıkların 9-11 çift, braktelerin 2-3 mm uzunluğunda, çiçekdurumu 5-6 çiçekli olması ve kaliksin sadece siyah tüyler taşıması gibi karakteristik özelliklerden dolayı *A. cryptocarpus* türü *A. baytopianus* ve *A. delanensis* türlerinden ayırt edilmektedir. *A. baytopianus* türünün brakteler siyah ve beyaz tüylü olması ile *A. delanensis* türünün brakteleri yalnızca beyaz tüy taşıması özelliğinden dolayı birbirinden ayırmaktadır.

Yaprak eksenli dikenli olmayan taksonlar kendi aralarında gövdenin yapraksız (sıkapoza) olup-olmamasına göre iki gruba ayrılır. Buna göre sıkapoza taksonlar; *Astragalus bashkalensis*, *Astragalus bicolor* subsp. *karputanus*, *Astragalus comosoides* ve *Astragalus davisii* (Çizelge 3); gövdesi üzerinde yaprak olan taksonlar ise *Astragalus gymnalopencias*, *Astragalus lycius*, *Astragalus sachanewii* ve *Astragalus tauricolus*'dir (Çizelge 4). Çalışmamızda kullanılan *Astragalus* taksonları basitçe bu şekilde gruplandırdıktan sonra, grupları oluşturan taksonların birçoğu birbirine benzemesine rağmen bitkinin boyu, yaprakçık şekli ve çift sayısı, tüy durumu, yaprak kulakçık (sitipul) şekli ve boyu, çiçekdurumu sapı boyu, çiçeklenme durumu, brakte boyu, brakte şekli ve tüy durumu, kaliks boyu ve şekli ve kaliks dişi uzunluğu, kaliks tüy durumu, taç yaprak rengi ve boyu, bayrakçık boyu ve şekli ile meyve boyu ve şekli gibi morfolojik özelliklerin farklı olmasıyla birbirinden rahatlıkla ayırt edilebilir.

Çizelge 3. Gövdesiz ve genellikle sıkapoza taksonlar

Karakterler	<i>A. bashkalensis</i>	<i>A. bicolor</i> subsp. <i>karputanus</i>	<i>A. comosoides</i>	<i>A. davisii</i>
Bitkinin boyu	15-35 cm	6-25 cm	11-25 cm	-
Yaprak boyu	6-10 cm	3-12 cm	6-13 cm	10-20 cm
Yaprakçık boyu	5-10 mm	5-9 mm	6-8 mm	8-14 mm
Yaprakçık şekli	Eliptik-yumurtamsı	Dar eliptik	dikdörtgensel	Eliptik-
Yaprakçık çift sayısı	8-18 çift	8-15 çift	8-14 çift	15-18 çift
Yaprakçık tüy durumu	Her iki yüzeyi yoğun beyaz tüylü	Çatalsı (bifurkat)-ince tüylü	Seyrek basit tüylü	Uzun zayıf ince tüylü
Sitipul boyu	8 mm	5-8 mm	4-6 mm	12-15 mm
Sitipul şekli	Mızraksı	Üçgenimsi	Mızrak	Mızraksı
Çiçekdurumu sapı uzunluğu	8-25 cm	4-23 cm	6-12 cm	10-26 cm
Çiçekdurumu çiçek sayısı	20-40	15-25	20-60	8-18 çiçekli
Brakte uzunluğu	3-5 mm	6-10 mm	6 mm	10-15 mm
Brakte şekli	Mızraksı-üçgensel	Yumurtamsı-mızrak	Şeritsi-mızraksı	Mızraksı
Brakte tüy durumu	Siyah tüylü	Siyah ve beyaz tüylü	siyah-beyaz seyrek tüylü	Beyaz tüylü
Kaliks boyu	9-11 mm	6-8 mm	10-12 mm	14-16 mm
Kaliks şekli	Tüpsü	Tüpsü-çan	Tüpsü	tüpsü-çansız
Kaliks tüy durumu	Siyah-beyaz tüylü	Siyah ve beyaz bifurkat tüylü	Siyah-beyaz basit tüylü	yumuşak beyaz tüylü
Kaliks dişi uzunluğu	1-3 mm	3-5 mm	3 mm	7-8 mm
Taç yaprak rengi	Pembemsi-leylak	Beyazımsı-pembe, lavanta veya menekşe	Menekşe	Krem
Bayrakçık boyu	18-22 mm	14-22 mm, uçta girintili	16-22 mm	22-26 mm
Meyve boyu	8-10 mm	8-10 mm	10 mm	10-17 mm
Meyve şekli	Yumurtamsı	Yumurtamsı	Yumurtamsı	Yumurtamsı

Gövdesiz ve genellikle sıkapoza taksonların morfolojik özellikleri Çizelge 3'te karşılaştırmalı olarak verilmiş olup, yaprakçıkların çatalsı (bifurkat)-ince tüylü olmasıyla *A. bicolor* subsp. *karputanus* taksonu *A. bashkalensis*, *A. comosoides* ve *A. davisii* taksonlarında kolaylıkla ayırt edilmektedir. Ayrıca yaprak kulakçıkları (sitipul) ve kaliks dişlerinin uzunlukları *A. bashkalensis*, *A. comosoides* ve *A. davisii* taksonlar için ayırt edici karakterlerdir.

Çizelge 4. Uzun veya kısa gövdeli taksonlar

Karakterler	<i>A. gymnalopecias</i>	<i>A. lycius</i>	<i>A. sachanewii</i>	<i>A. tauricolus</i>
Bitkinin boyu	150 cm'ye kadar uzayabilir	20-35 cm	4-10 cm	6-15 cm
Yaprak boyu	9-25 cm	2.5-5 cm	1-3 cm	3-7 cm
Yaprakçık boyu	15-60 mm	8-14 mm	2-5 mm	8-10 mm
Yaprakçık şekli	Dar eliptik	Dar eliptik	Eliptik	Eliptik
Yaprakçık çift sayısı	11-14 çift	8-13-çift	6-10 çift	10-18 çift
Yaprakçık tüy durumu	Tüysüz	Basık çatalı tüylü	Seyrek basit basık tüylü	Basık beyaz tüylü
Sitipul boyu	15-20 mm	3 mm	2-4 mm	7-10 mm
Sitipul şekli	Şeritsi-mızraklı	Üçgen	Genişçe oval	Üçgensel
Çiçekdurumu sapı uzunluğu	sapsız	4-10.5 cm	1-5 cm	5-10 cm
Çiçekdurumu çiçek sayısı	15-25	10-20	4-15	10-30
Brakte uzunluğu	3-12 mm	3 mm	1.5-2.5 mm	5-9 mm
Brakte şekli	Şeritsi	Mızrak	Mızrak	Üçgensel
Brakte tüy durumu	Silli	Siyah-beyaz tüylü	Siyah-beyaz tüylü	Siyah-beyaz tüylü
Kaliks boyu	9-14 mm	5-7 mm	5-10 mm	9-13 mm
Kaliks şekli	Tüpsü	Tüpsü	Boru	Tüpsü
Kaliks tüy durumu	Tüysüz veya kenarda birkaç uzun tüylü	Basık siyah ve beyaz çatalı-tüylü	Seyrek siyah-beyaz basit tüylü	Beyaz ve siyah tüylü
Kaliks dişi uzunluğu	1.5-5 mm	3 mm	1 mm	2-4 mm
Taç yaprak rengi	Sarı	Mor-kırmızı	Leylak-menekşe veya krem	Mor-kremsi veya sarımsı-mor
Bayrakçık boyu	18-20 mm	12-20 mm	12-20 mm	20-25 mm
Meyve boyu	14-16 mm	10-12 mm	7-10 mm	8-13 mm
Meyve şekli	Yumurtamsı	Dikdörtgensel	Dar eliptik-yumurtamsı	Dar yumurtamsı- elipsoid

Çizelge 4'te uzun veya kısa gövdeli taksonların morfolojik özellikleri sunulmuş olup, *A. gymnalopecias* taksonun boyu 150 cm'ye kadar uzanması, yaprakların 9-25 cm, yaprak kulakçığı 15-20 mm ve yaprakçıkların 15-60 mm uzunlukta ve çiçekdurumu sapsız olmasıyla *A. lycius*, *A. sachanewii* ve *A. tauricolus* taksonlarından farklıdır. Yaprakçıklar ve kalikte çatalı (bifurkat) tüylerin varlığıyla *A. lycius* türü *A. sachanewii* ve *A. tauricolus* türlerinden ayırt edilmektedir. *A. sachanewii* ve *A. tauricolus* türleri yaprakçıkların boyu, sitipül boyu, çiçekdurumu sapı uzunluğu, brakte uzunluğu ve kaliks dişi uzunluğu gibi karakteristik özellikleri farklılık göstermektedir.

Van İlin'nde toplanan 14 endemik taksonun bazılarında tespit ettiğimiz bazı morfolojik özellikler Türkiye Florası'nda belirtilen özelliklerden farklılık göstermiştir (Çizelge 5).

Çizelge 5. Türkiye Florası'ndaki morfolojik özelliklerden farklılık gösteren taksonlar ve özellikleri

Takson	Özellik(ler)	Örnekte	Türkiye florasında (Davis, 1970)
<i>A. bashkalensis</i>	Bitkinin boyu	15-35 cm	Belirtilmemiş
	Yaprak boyu	6-10 cm	6-7 cm
	Yaprakçık boyu	5-10 mm	5-7 mm
	Yaprakçık şekli	Eliptik-yumurtamsı	Geniş eliptik
	Yaprakçık çift sayısı	8-18 çift	8-16 çift
	Çiçekdurumu sapı uzunluğu	8-25 cm	8-11 cm
	Çiçekdurumu çiçek sayısı	20-40	30
	Brakte uzunluğu	3-5 mm	5 mm
	Kaliks boyu	9-11 mm	10 mm
	Kaliks dişi uzunluğu	1-3 mm	1-2 mm
	Bayrakçık boyu	18-22 mm	18 mm
	Meyve şekli	Yumurtamsı	Belirtilmemiş
	Meyve boyu	8-10 mm	Belirtilmemiş

Çizelge 5. Türkiye Florası'ndaki morfolojik özelliklerden farklılık gösteren taksonlar ve özellikleri (devam)

Takson	Özellik(ler)	Örnekte	Türkiye florasında (Davis, 1970)
<i>A. bicolor</i> subsp. <i>karpitanus</i>	Bitkinin boyu	6-25 cm	Belirtilmemiş
	Yaprakçık boyu	5-9 mm	3-8 mm
	Sitipul boyu	5-8 mm	6 mm
	Sitipul şekli	Üçgenimsi	Yumurtamsı
	Çiçekdurumu sapı uzunluğu	4-23 cm	5-22 cm
	Brakte uzunluğu	6-10 mm	7-10 mm
	Meyve boyu	8-10 mm	10 mm
	Bayrakçık şekli	Uçta girintili (emarginat)	Belirtilmemiş
<i>A. comosoides</i>	Bitkinin boyu	11-25 cm	Belirtilmemiş
	Yaprakçık boyu	6-13 mm	6-10 mm
	Çiçekdurumu sapı uzunluğu	6-12 cm	10-16 cm
<i>A. davisii</i>	Çiçekdurumu sapı uzunluğu	10-26 cm	Belirtilmemiş
	Meyve boyu	10-17 mm	Belirtilmemiş
	Meyve şekli	Yumurtamsı	Belirtilmemiş
<i>A. gevasiensis</i>	Yaprak boyu	2.5-7 cm	Belirtilmemiş
	Kaliks dişi uzunluğu	7 mm	Belirtilmemiş
<i>A. gymnalopecias</i>	Bitkinin boyu	150 cm'ye kadar uzayabilir	Belirtilmemiş
	Yaprak boyu	9-25 cm	9-20 cm
	Brakte uzunluğu	3-12 mm	3-4 mm
	Kaliks boyu	9-14 mm	9-12
	Kaliks dişi uzunluğu	1.5-5 mm	1.5-3 mm
	Meyve boyu	14-16 mm	Belirtilmemiş
<i>A. lycius</i>	Çiçekdurumu sapı uzunluğu	4-10.5 cm	10 mm
	Taç yaprak rengi	Mor-kırmızı	Mor
<i>A. sachanewii</i>	Yaprak boyu	1-3 cm	2-3 mm
	Yaprakçık boyu	2-5 mm	3-5 mm
	Yaprakçık çift sayısı	6-10 çift	5-7 çift
	Çiçekdurumu sapı uzunluğu	1-5 cm	3-4 cm
	Çiçekdurumu çiçek sayısı	4-15	5-10
	Brakte uzunluğu	1.5-2.5 mm	2 mm
	Brakte tüy durumu	Siyah-beyaz tüylü	Belirtilmemiş
	Kaliks boyu	5-10 mm	5-7 mm
	Bayrakçık boyu	12-20 mm	12-14 mm
	Meyve boyu	7-10 mm	Belirtilmemiş
	Meyve şekli	Dar eliptik-yumurtamsı	Belirtilmemiş
<i>A. tauricolus</i>	Bitkinin boyu	6-15 cm	2 cm
	Yaprak boyu	3-7 cm	4-5 cm
	Çiçekdurumu sapı uzunluğu	5-10 cm	5-8 cm
	Çiçekdurumu çiçek sayısı	10-30	10-20
	Kaliks dişi uzunluğu	2-4 mm	3-4 mm
	Taç yaprak rengi	Mor-kremsi veya sarımsı-mor	Krem ortası mor
	Meyve boyu	8-13 mm	11-13 mm

Sonuç olarak, Van İlinde toplanan *Astragalus* cinsine ait 14 endemik taksonun ayırt edici karakteristik özelliğe sahip gövde, yaprak, yaprakçık, tüy durumu, yaprak kulakçık (sitipul), çiçeklenme durumu, kaliks, taç yaprak ve meyve kısımları tablolar halinde karşılaştırılıp, teşhisleri kolaylaştırmak amacıyla teşhis anahtarları oluşturulmuştur.

## Teşekkür

Bu çalışma Van YYU Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi (BAP; proje numarası: FYL-2019-8085) tarafından desteklenmiştir.

## Kaynakça

- Akan, H., Fırat, M., & Ekici, M. (2008). *Astragalus bahcesarayensis* (Leguminosae-Papilionodeae), a new species of section Alopecuroidei DC from Turkey. *Botanical Journal of the Linnean Society*, 156, 439-444.
- Amiri, M. S., Joharchi, M. R., Nadaf, M., & Nasseh, Y. (2020). Ethnobotanical knowledge of *Astragalus* spp.: The world's largest genus of vascular plants. *Avicenna Journal of Phytomedicine*, 10(2), 128-142.
- Atamuradov, K. I. (1994). Paleogeography of Turkmenistan. In V. Fet & K. I. Atamuradov (Eds.), *Biogeography and Ecology of Turkmenistan* (pp. 49-64). Dordrecht: Springer.
- Başbağ, M., Kavak, B., Fırat, M., Çağan, E., & Salih, M. (2018). *Türkiye florasında yer alan endemik Astragalus taksonları*. International Congress on Agriculture and Animal Sciences, Alanya.
- Davis, P. H. (1970). *Flora of Turkey and the East Aegean Islands* (c.3). Edinburgh: University Press.
- Davis P.H. (1975). *Turkey Present State of Floristic Knowledge*. Edinburgh : Dep. of Botany of Royal Botanic Garden.
- Ekici, M., Aytaç, Z., Önde, S., Vural, C., & Özkan, M. (2009). Türkiye'nin *Astragalus* L. (Leguminosae) Cinsine Ait *Proselius* Bunge, *Hypoglottidei* DC. ve *Xiphidium* Bunge Seksiyonlarının Revizyonu, Tübitak çalışması. Proje No: 106T284.
- Güner, A., Aslan, S., Ekim, T., Vural, M., & Babaç, M. T. (2012). *Türkiye Bitkileri Listesi (Damarlı Bitkiler)*. İstanbul: Nezahat Gökyiğit Botanik Bahçesi ve Flora Araştırmaları Derneği Yayını.
- Lock, J. M., & Simpson, K. (1991). *Legumes of West Asia: a Check-list*. Royal Botanic Gardens, Kew.
- Podlech, D. (1986). Taxonomic and phytogeographical problems in *Astragalus* of the Old World and South-West Asia. *Proceedings of the Royal Society of Edinburgh*, 89, 37-43. doi:10.1017/S0269727000008885
- Sanderson, M. J. (1991). Phylogenetic relationships within North American *Astragalus* L. (Fabaceae). *Systematic Botany*, 16, 414-430. doi:10.2307/2419334
- Townsend, C. C., & Guest, E. (1974). *Astragalus* L. In *Flora of Iraq* (pp. 231-442). Ministry of Agriculture of the Republic of Iraq.



Research Article

## Synthesis and Characterization of Stannic Oxide (SnO<sub>2</sub>) Thin Film

Reşit ÖZMENTEŞ

Bitlis Eren University, Vocational School of Health Services, 13100, Bitlis, Türkiye

Reşit ÖZMENTEŞ, ORCID No:0000-0002-5893-0660

Corresponding author e-mail: rozmentes@beu.edu.tr

### Article Info

Received: 20.05.2023  
Accepted: 25.10.2023  
Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1299973

### Keywords

FE-SEM,  
SnCl<sub>4</sub> precursor,  
Thin film thickness,  
Tin oxide,  
UV-vis spectroscopy,  
XRD

**Abstract:** SnO<sub>2</sub> (Stannic oxide) thin films were prepared by atomizing stannic chloride (SnCl<sub>4</sub>) solution onto microscope slide substrate at 400°C substrate temperature with a simple spray coating device. The samples were examined optically, structurally, morphologically, and compositionally by UV-Vis, XRD, SEM and EDS spectroscopic techniques. Optical analysis showed that the synthesized films had 70–88% transmittance in the visible region and the band gap energy (E<sub>g</sub>) value was 3.89 eV. Based on absorbance and transmittance measurements, the wavelength-dependent refractive index distribution of the film was found and its thickness was calculated as 239 nm by the Swanepoel method. XRD studies determined that the films are amorphous structure. FE-SEM micrographs revealed that granular structure with a size of 884 nm, and a film thickness around 287.1-341.8 nm while the EDX analysis indicated the non-stoichiometric structure of the deposited thin films.

## Stannik Oksit (SnO<sub>2</sub>) İnce Film Sentezi ve Karakterizasyonu

### Makale Bilgileri

Geliş: 20.05.2023  
Kabul: 25.10.2023  
Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1299973

### Anahtar Kelimeler

FE-SEM,  
İnce film kalınlığı,  
Kalay oksit,  
SnCl<sub>4</sub> öncüsü,  
UV-vis spektroskopisi,  
XRD

**Öz:** SnO<sub>2</sub> (stannik oksit) ince filmler, stannik klorür (SnCl<sub>4</sub>) çözeltisinin basit bir spreyle kaplama cihazı ile 400°C altlık sıcaklığında mikroskop lam altlığı üzerine atomize edilmesiyle hazırlandı. Numuneler UV-Vis, XRD, SEM ve EDS spektroskopik teknikleri ile optiksel, yapısal, morfolojik ve bileşimsel olarak incelenmiştir. Optik analiz, sentezlenen filmlerin görünür bölgede %70-88 geçirgenliğe sahip olduğunu ve bant aralığı enerji (E<sub>g</sub>) değerinin 3.89 eV olduğunu gösterdi. Absorbans ve geçirgenlik ölçümlerine dayalı olarak filmin dalga boyuna bağlı kırılma indisi dağılımı bulunmuş ve Swanepoel yöntemi ile kalınlığı 239 nm olarak hesaplanmıştır. XRD çalışmaları filmlerin amorf yapıda olduğunu belirlemiştir. FE-SEM mikrografları, 884 nm boyutunda granüler yapıyı ve 287.1-341.8 nm civarında film kalınlığını ortaya koyarken, EDX analizi, biriktirilen ince filmlerin stokiyometrik olmayan yapısını gösterdi.

## 1. Introduction

Functional materials known as metal oxides can display various properties, including being an insulator, semiconductors, metals or superconductors. Tin oxides-SnO<sub>x</sub> (stannous-SnO, stannic-SnO<sub>2</sub>) are metal oxides with a wide semiconductor band gap from the class of transparent conductive oxide (TCO) material owing to showing excellent electrical conductivity and transmittance in the visible region of light (Nikiforov et al., 2020). The basic requirement for TCO film is low resistivity (<0.001 Ω.cm), wide bandgap (>3.5 eV) and high optical transmittance (>90%) (Timofeev et al., 2020).



Among many TCOs, tin oxide films have received the most research attention due to their high transmittance, high carrier concentration ( $10^{19}$ - $10^{21}$ cm<sup>-3</sup>), wide bandgap, high electrical as well as thermal conductivity (Gong et al., 2019; Dalapati et al., 2021). Due to the variable oxidation states and oxygen vacancy defects, tin oxides have versatile applications in various fields (Anu & Savitha Pillai, 2022). Tin oxides are widely used as semiconductor materials in diodes, transistors, solar cells, LEDs, gas sensors, capacitors, photocatalytic, optoelectronic devices, and many other electronic devices (Schell et al., 2017; Doyan et al., 2021).

SnO<sub>x</sub> has two main oxide phases: stannic-SnO<sub>2</sub> and stannous-SnO. In these phases tin has the oxidation state of Sn<sup>4+</sup> and Sn<sup>2+</sup>, respectively (Dias et al., 2020). The SnO and Sn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> oxidation phases of tin oxide are more difficult to synthesize because they indicate thermal instability at temperatures above 400 °C (Suman et al., 2015).

Stannous oxide (SnO) generally shows p-type semiconductor properties with a wide band gap (2.5-3.4 eV) and crystallizes in an orthorhombic crystal structure. Stannic oxide (SnO<sub>2</sub>) is an n-type semiconductor with a broad bandgap (3.6-4 eV) and crystallizes in the tetragonal rutile structure (with the values of lattice parameters a=b=0.4738, c=0.3187 nm and space group P42/mnm) (Abdullah et al., 2018). When exposed to extreme pressure and temperatures, tin can adopt a metastable orthorhombic crystal structure. This structure involves each tin atom bonding with six oxygen atoms, while each oxygen atom, in turn, bonds with the three nearest tin atoms to form an equilateral triangle (Patil et al., 2012).

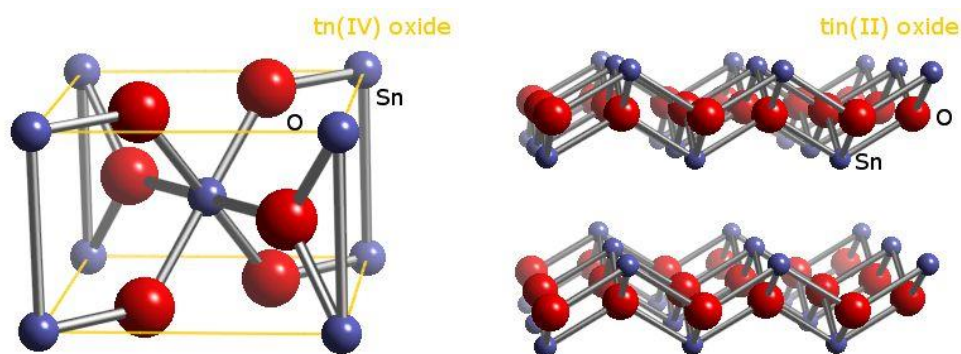


Figure 1. The crystal structure of tin oxides (Hafez, 2014).

Microstructural and optoelectronic properties of tin oxide are strongly dependent on the fabrication circumstance and technique. Various techniques are used for depositing tin oxide films, such as thermal evaporation, electrodeposition, chemical vapor deposition, and sol-gel spray. The spraying method is an important technique that is used for the synthesis of tin(II) oxide onto a hot substrate at high temperatures (400-600°C) (Dalapati et al., 2021). It is an essential alternative to other methods for its easy feasibility, homogeneous distribution, and economic efficiency (low cost-effectiveness). At the same time the method is one of the low-cost and simple methods used to coat large areas of SnO<sub>2</sub> films at low coating temperatures (Al-Jawad et al., 2015). The quality of the sprayed films is directly affected by the type of precursor and deposition temperature. Palanichamy et al. (2018) reported that SnO<sub>2</sub> thin films produced by the nebulizer spray pyrolysis method at different deposition temperatures (300-500 C) have a tetragonal crystal structure. Thanachayanont et al. (2011) produced SnO<sub>2</sub> films at 300, 400 and 500 °C by spray pyrolysis method on soda-lime glass substrate from SnCl<sub>2</sub> solution containing 90% methanol, 10% deionized water and SnCl<sub>2</sub> precursor. According to the study, films produced at 300 C had an amorphous structure consisting of small circular surface grains, while films produced at 400 and 500 C showed a polycrystalline structure with larger grains. In another study, Caglar et al. (2007) synthesized amorphous SnO<sub>2</sub> thin films from SnCl<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O precursor on glass substrate by spray pyrolysis method at 300 C substrate temperature. Similarly, Pan & Fu (2001) reported that tin oxide films deposited at substrate temperature below 300 °C form an amorphous structure. Generally, in the synthesis of sol-gel based SnO<sub>2</sub> thin films, the starting solution had been prepared by dissolving powder SnCl<sub>2</sub> or SnCl<sub>4</sub> in suitable solvents. Therefore, the current

study aims to produce tin oxide thin films from liquid SnCl<sub>4</sub> precursor by spray method and to examine their optical, structural, morphological and compositional properties.

## 2. Material and Methods

### 2.1. Material

In this study, stannic chloride (SnCl<sub>4</sub>) anhydrous (98%) inorganic compound was used as the precursor. SnCl<sub>4</sub> is a colorless, hygroscopic (water-sensitive), fuming liquid that dissolves in cold water and decomposes in hot water to form hydrochloric acid (HCl). It fumes when it comes into contact with air. Methanol (98%), ethanol (90%), deionized water was used as solvents and diluted HCl (%30) solution was used as stabilizer.

### 2.2. Sample preparation

The spraying solution was prepared at room temperature with liquid tin(IV) chloride as a precursor, deionized water and methanol as a solvent. For this, a solution was prepared using 3 ml of tin(IV) chloride, 5 ml of deionized water, 90 ml of methanol and 2 ml of HCl. After stirring the mixture for an hour at room temperature on a magnetic stirrer, 100 ml tin chloride precursor solution was obtained. The glass substrates were chemically cleaned with ethanol and distilled water, placed on a flat surface heater, and the heater brought to the desired temperature of 400 °C. Then, the starting solution was sprayed from a distance of 30 cm on a glass slide target. A simple air compressor and nebulizer were used for the spraying process. The thin film coating process was completed by the evaporation of the solution reaching the substrate surface by spraying the precursor solution with the help of a nebulizer with constant pressure air.

The possible chemical reaction occurring on the heated substrate is as follows (Bari & Patil, 2014; Al-Jawad et al., 2015):



The quality of thin films strongly depends on the coating conditions and the setting of their parameters. During the experiment, the distance between the substrate-spray nozzle was maintained at 30 cm, the solution flow rate was approximately 5 ml/min, and the deposition temperature was kept at 400 °C.

## 3. Results and Discussion

### 3.1. Optical properties

Optical analysis were carried out by taking absorbance and transmittance measurements of the samples in the 300-900 nm wavelength range with a Shimadzu-2450 UV-Vis spectrophotometer. The optical band gap energy ( $E_g$ ) of the films was found by plotting the absorption coefficient ( $\alpha$ ) versus wavelength. The  $E_g$  value was calculated using Equation (2) with the well-known Tauc method (Marikkannan et al., 2015). Accordingly, the absorption coefficient ( $\alpha$ ) and the incident photon energy ( $h\nu$ ) depend as follows (Thirumoorthi & Prakash, 2016).

$$\alpha h\nu = A(h\nu - E_g)^n \quad (2)$$

here, A is a constant, and n depends on the optical transition type (n=1/2 for direct and n=2 for indirect transition).

If both sides of the equation are squared (A=1 and n=1/2), the absorption coefficient  $\alpha$  can also be expressed as:

$$(\alpha h\nu)^2 = h\nu - E_g \quad (3)$$

In the graph of  $(\alpha h\nu)^2$  vs.  $h\nu$ , the band gap value is found from the point where it intersects the x-axis by extrapolating the linear part of the curve. UV-vis spectral investigations were carried out to investigate the optical properties of tin oxide films. Optical absorption and transmission spectra in the wavelength range of 300 to 400 nm were recorded to calculate the bandgap of the film. The  $(\alpha h\nu)$ - $(h\nu)$  graph was drawn to find the optical forbidden energy gap value of the film. In this graph, the forbidden band gap ( $E_g$ ) of the film is found from the photon energy value corresponding to the wavelength where the absorption sharply increases. The absorption spectrum of the tin oxide thin film sprayed on the glass substrate is shown in Figure 2a. It is understood that high photon absorption occurs in the UV region of the spectrum around the 320 nm wavelength (band edge). This is the point corresponding to the band gap energy of the thin film. The optical transmittance spectrum of tin oxide thin film is shown in Figure 2b. From the graph; it is evident that the film has a high level of transparency (max 88%) in the visible and near-infrared region at wavelengths above 400 nm. The transmittance spectrum is in the form of interference fringes (presence of oscillations) in the range of 350-800 nm, indicating that the films are formed homogeneously.

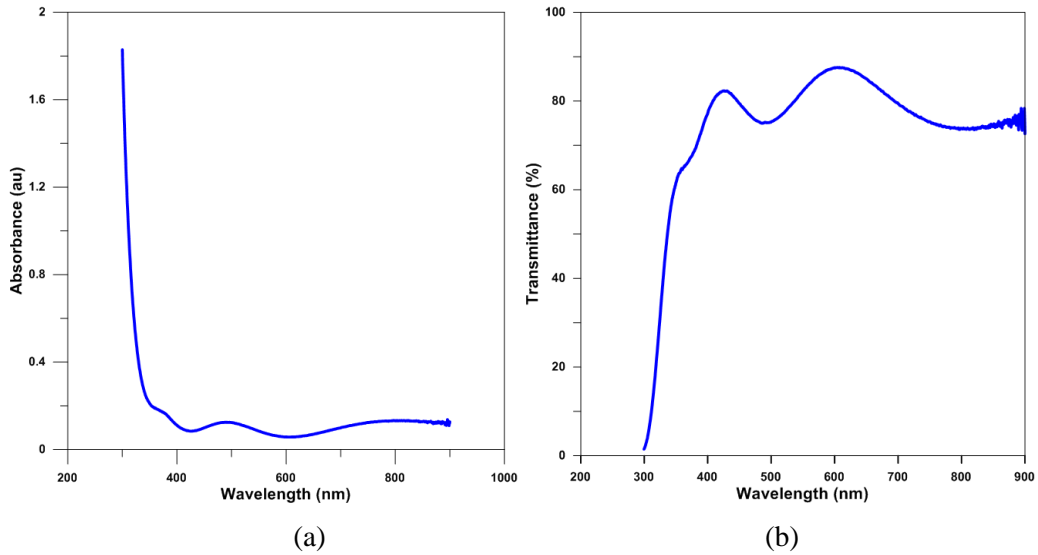


Figure 2. Variation of (a) absorbance (b) transmittance spectra as function of wavelength for tin oxide thin film.

The thickness of the film can be calculated from the successive max or min wavelengths in the transmittance spectrum by the Swanepoel method using Equation (4) (Akgul et al., 2013)

$$d = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2(n_1 \lambda_2 - n_2 \lambda_1)} \quad (4)$$

where,  $d$  is thickness,  $n_1$  and  $n_2$  are the values of refractive indices calculated at wavelengths  $\lambda_1$  and  $\lambda_2$ .

Figure 3a shows that the consecutive maximum points correspond to wavelengths of approximately 430 and 600 nm. The wavelength-dependent refractive index distribution of the film was obtained as in Figure 3b based on optical absorbance and transmittance measurements. From here, the  $n_1$  and  $n_2$  values corresponding to the  $\lambda_1$  and  $\lambda_2$  wavelengths were found to be 2.709 and 2.527, respectively. As a result of all calculations, the thickness of the film was found to be 239 nm using Equation (4). This value is a reasonable nanofilm thickness. In their similar study, Orimi & Maghouili (2016) have been calculated the thickness of the SnO<sub>2</sub> nanostructured film using the Swanepole method. To find the thickness, the authors calculated the  $n_1$  and  $n_2$  refractive index values, corresponding to the two consecutive maximum or minimum transmittance values in formula (4), by taking them as approximately 2 and estimated them as 422 nm. However, in this study,  $n_1$  and  $n_2$

values were calculated directly from the refractive index distribution obtained from absorption and transmittance measurements. In this respect, the thickness value of the film calculated in this study is highly reasonable. The  $E_g$  value was calculated as 3.89 eV, as shown in Figure 3b. This value is close to the pure SnO<sub>2</sub> band gap of 3.6 eV. The slight increment in the band gap value is interpreted to be due to the deviation in the stoichiometry of the point defect concentration associated with the crystal structure of the SnO<sub>2</sub> films (Khaenamkaew et al., 2020). It should be noted that, the optical band gap value calculated in this study is in agreement with the band gap values in the literature value (3.6-4 eV) for stannic oxide thin films (Erken & Gümüş, 2018; Gong et al., 2019).

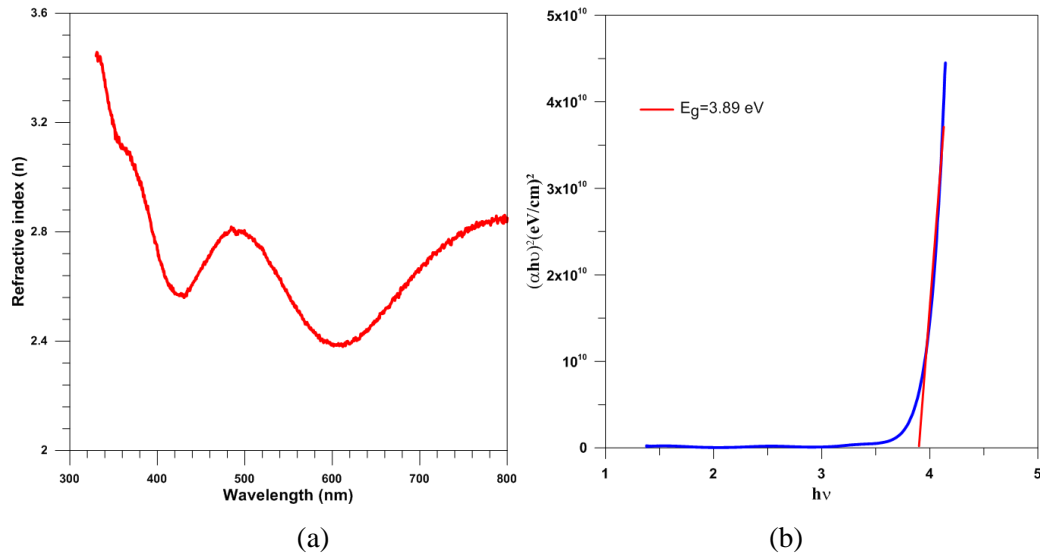


Figure 3. (a) Wavelength-dependent refractive index dispersion of the film. (b) The  $(\alpha hv)^2$  vs  $(hv)$  plot of tin oxide thin film.

### 3.2. XRD results

The crystal and phase structure of tin oxide thin films were investigated by X-ray diffraction method. Figure 4 shows the XRD pattern in the angle range  $2\theta=0^\circ$ - $80^\circ$ . The presence of large mound in the XRD pattern in the angle range from  $10^\circ$  to  $40^\circ$  and the absence of sharp diffraction peaks confirm the amorphous nature of the film. Low-intensity peaks appearing in the spectrum, such as the two peaks centered at  $2\theta=23^\circ$  and  $27.7^\circ$  at the top of the large bump, can be considered an indication that the film is close to transformation from the amorphous phase to polycrystalline phase. The absence of characteristic peaks in the spectrum is associated with the inability of tin to crystallize by combining with oxygen due to the stoichiometric deviation, impurities merger in synthesis process and some structural defects (Gomaa et al., 2022; Nwanna et al., 2022). The fact that the tin oxide film does not form in a crystal structure can be attributed to the reasons arising from the insufficient thickness of the film. In the current study, the 239 nm thickness of the tin oxide film has not been sufficient for the grains to accumulate and crystallize into a nanostructured thin film layer. Literature studies show that tin dioxide and other optical materials are formed in the crystalline phase when the film thickness is around 400 nm or greater, which is greater than the thickness of our sample (Lee et al., 2014; El-Denglawey et al., 2018). Another point that should not be overlooked is that in most cases the thin oxide films are subjected to thermal annealing to ensure crystallization of the film in tetragonal and other phases (Mehraj et al., 2015; Saritaş, 2023).

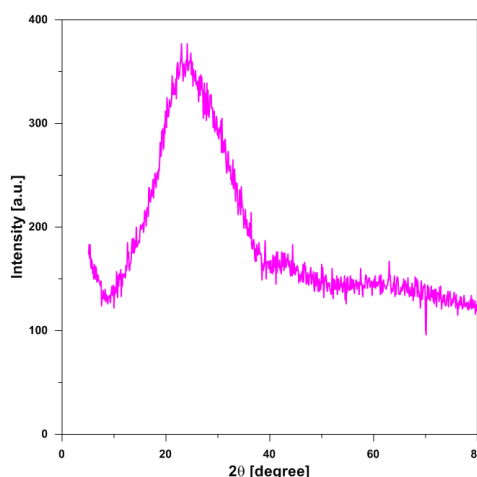


Figure 4. XRD patterns of the tin oxide films.

### 3.3. Morphological and compositional analysis

The morphological characteristics of tin oxide thin film were analyzed by Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM). The detailed FE-SEM images of the samples in Figure 5-(a)-(d) magnified 20 Kx (20000 times magnification), 50 Kx and 200 Kx, it is seen that the closely arranged spherical grains of tin oxide are agglomerated on the film surface. The average radius of the spheric granular regions was measured as 884 nm, as illustrated in Figure 5-(c). In the images, although the sizes of the particles in the granular regions of the film layer vary, homogeneity is observed. There are nanoscale boundaries between particles. It can be seen from Figure 5-c that the average grain size of the smallest particle is around 20 nm. This means that since the tin was not fully oxidized on the substrate temperature at 400°C, the particles could not grow fully and a dense particle accumulation did not occur. Therefore, the crystal phase did not fully emerge as seen in XRD spectroscopy. As seen in the cross-sectional image in Figure 5-d, the surface of the tin oxide film coated on the glass substrate is rough. There is an average thickness due to the rough surface of the film. From the cross-sectional FE-SEM micrograph, the film thickness was measured as 287.1 and 341.8 nm in near two region. These thickness values are consistent with the 239 nm value calculated from optical spectroscopic measurements. The fluctuation in the film thickness value is closely related to the dispersion format of microparticles during the atomization and deposition of the SnCl<sub>4</sub> starting solution during production.

Tin oxide sample was analyzed for elemental composition using EDX system connected to SEM setup. The elemental analysis was performed for Sn and O. The average atomic percentage was 21.22: 36.71. The % of Sn and O should be stoichiometrically at 33.30 and 66.70, respectively (Bari & Patil, 2014). The average results are presented in Table 1. There is quite a deviation from the stoichiometry of the film. Figure 6 shows the EDX spectrum of tin oxide thin film. The spectrum presents well-defined peaks of tin and oxygen, revealing the presence of silicon detected from the substrate. Si, C, Ca and Cu, which emerged in the EDX analysis of the material, are the elements found in the structure of the glass substrate.

Table 1. The average atomic percentage of the tin oxide sample

Element	Weight (%)	Atomic (%)
Tin(Sn)	58.45	21.22
Oxygen(O)	13.63	36.71
Chorine(Cl)	0.77	0.94
Carbon(C)	3.91	14.04
Silicon(Si)	12.04	18.46
Calcium (Ca)	2.62	2.81
Copper (Cu)	8.58	5.82

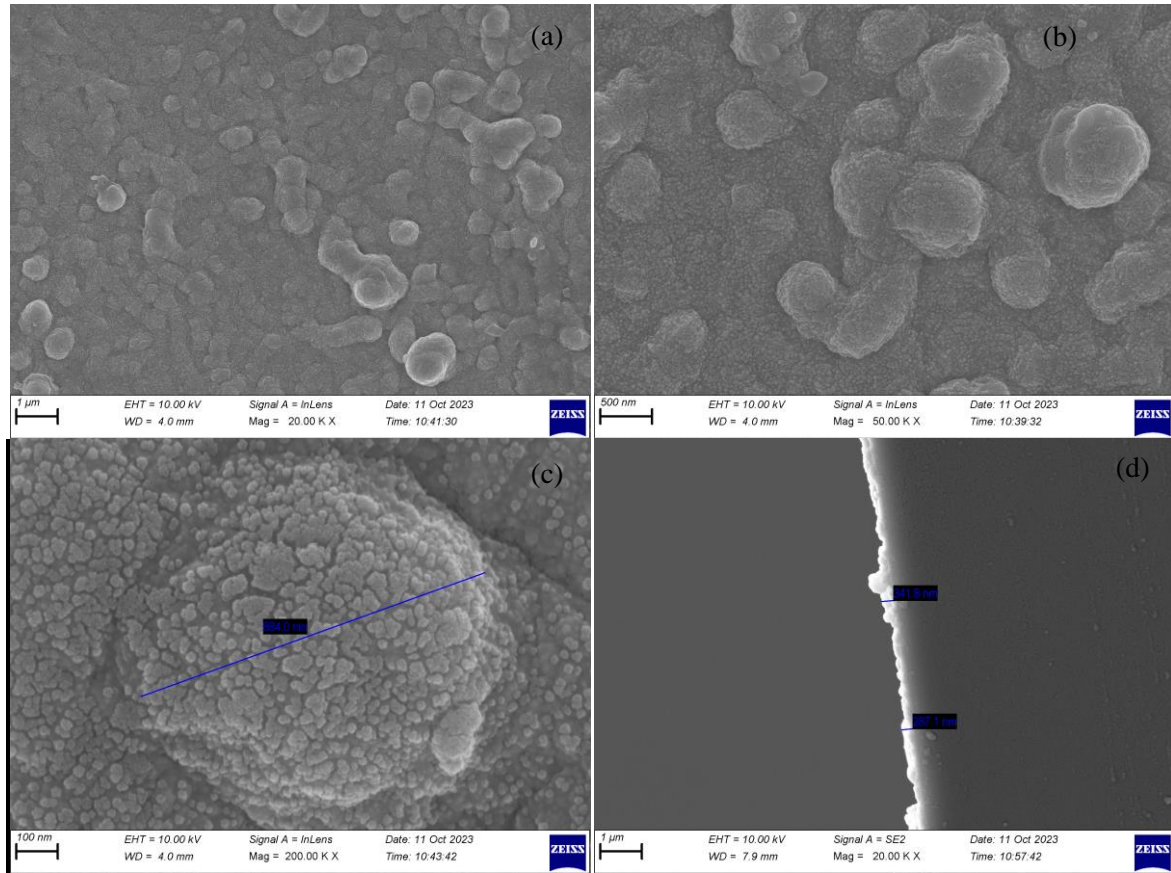


Figure 5. FE-SEM images of the tin oxide thin film at different magnifications. (a) magnification at 1 μm scale (b) magnification at 500 nm scale (c) average grain size of tin oxide nanoparticles (d) cross sectional image of tin oxide film on glass substrate.

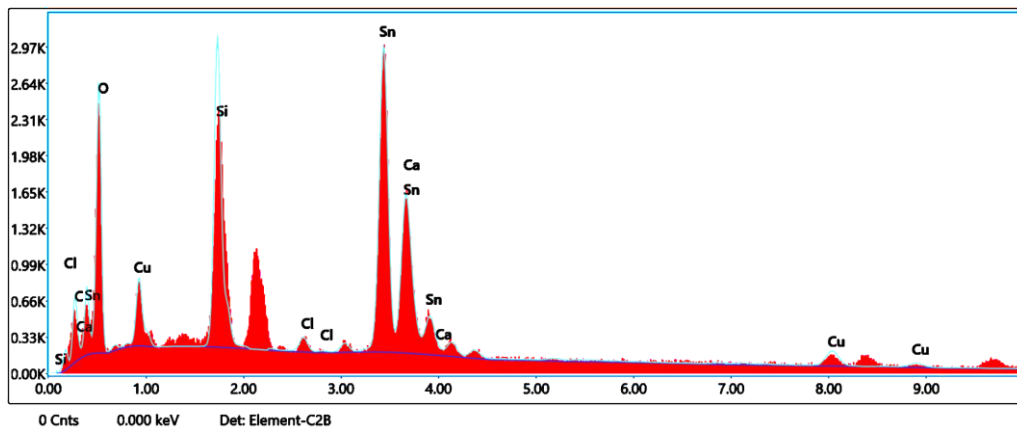


Figure 6. EDX spectra of the tin oxide film.

#### 4. Conclusion

Tin oxide thin films were produced using SnCl<sub>4</sub> precursor on microscope slide at 400 °C substrate temperature by sol-gel spray deposition method. Absorption coefficient, band gap (3.89 eV) and refractive index distribution were derived from optical absorption and transmittance measurements. The thickness of the film was calculated as 239 nm using the Swanepoel method from the interference fringes observed in the transmittance spectrum. The XRD results showed that the deposited tin oxide films were amorphous nature. The non-crystalline structure of the film was ascribed to stoichiometric deviation due to impurities merger in synthesis process and some structural

defects. FE-SEM micrographs indicated the granular structure of the film surface and the film thickness was around 287.1-341.8 nm. EDX spectra revealed non-stoichiometric composition with the presence of 22.4% tin (Sn) and 36.71% oxygen (O) elements in the film. These results demonstrate that the amorphous tin oxide thin films produced 400 °C substrat temperature can be used for a variety of semiconductor transparent conductive oxide (TCO) applications.

## References

- Abdullah N., Ismail N. M., & Nuruzzaman D. M. (2018). Preparation of tin oxide (SnO<sub>2</sub>) thin films using thermal oxidation. *IOP Conference. Series: Material Science Engineering*, 319, 012022. doi:10.1088/1757-899X/319/1/012022
- Akgul, F. A., Gumus, C., Er, A. O., Farha, A. H., Akgul, G., Ufuktepe, Y., & Liu, Z. (2013). Structural and electronic properties of SnO<sub>2</sub>. *Journal of Alloys and Compounds*, 579, 50-56. doi:10.1016/j.jallcom.2013.05.057
- Al-Jawad S. M. H., Oleiwe F. H., & Khulaef, J. H. (2015). Preparation and characterization of Tin Oxide thin films by using spray pyrolysis technique. *Engineering & Technical Journal*, 33(B), 3. doi:10.30684/etj.33.3B.12
- Anu, M. A., & Savitha Pillai, S. (2022). Structure, thermal, optical and dielectric properties of SnO<sub>2</sub> nanoparticles-filled HDPE polymer. *Solid State Communications*, 341, 114577. doi:10.1016/j.ssc.2021.114577
- Bari, R. H., & Patil, S. B. (2014). Studies on spray pyrolysed nanostructured SnO<sub>2</sub> thin films for H<sub>2</sub> gas sensing application. *International Letters of Chemistry, Physics and Astronomy*, 17(2), 125-141. doi:10.56431/p-5f086q
- Caglar, Y., Ilican, S., & Caglar, M. (2007). Single-oscillator model and determination of optical constants of spray pyrolyzed amorphous SnO<sub>2</sub> thin films. *The European Physical Journal B*, 58, 251-256. doi:10.1140/epjb/e2007-00227-y
- Dalapati, G. K., Sharma, H., Guchhait, A., Chakrabarty, N., Bamola, P., Liu, Q., ..., & Sharma, M. (2021). Tin oxide for optoelectronic, photovoltaic and energy storage devices: A review. *Journal Material Chemistry A*, 9, 16621. doi:10.1039/d1ta01291f
- Dias, J. S., Batista, F. R. M., Bacani R., & Triboni, E. R. (2020). Structural characterization of SnO nanoparticles synthesized by the hydrothermal and microwave routes. *Scientific Reports/Nature Research*, 10, 9446. doi:10.1038/s41598-020-66043-4
- Doyan, A., Susilawati, Mulyadi, L., Hakim, S., Munanadar, H., & Taufik, M. (2021). The effect of dopant material to optical properties: energy band gap Tin Oxide thin film. *Journal of Physics: Conference Series*, 1816, 012114. doi:10.1088/1742-6596/1816/1/012114
- El-Denglawey, A., Makhlof, M. M., & Dongol, M. (2018). The effect of thickness on the structural and optical properties of nano Ge-Te-Cu films. *Results in Physics*, 10, 714-720. doi:10.1016/j.rinp.2018.07.023
- Erken, Ö., & Gümüş, C. (2018). Determination of the thickness and optical constants of polycrystalline SnO<sub>2</sub> thin film by envelope method. *Adiyaman University Journal of Science*, 8(2), 141-145.
- Gomaa, H. M., Yahia, I. S., Yousef, E. S., Zahren, H. Y., Makram, B. M. A., & Saudi, H. A. (2022). A novel correction method toward extraction of reflectance and linear refractive index of some borosilicate glasses doped with BaTiO<sub>3</sub>. *Journal of Electronic Materials*, 51, 6347-6355. doi:10.1007/s11664-022-09858-3
- Gong, J., Wnag, X., Fan, X., Dai, R., Wang, Z., Zhang, Z., & Ding, A. Z. (2019). Temperature dependent optical properties of SnO<sub>2</sub> film study by ellipsometry. *Optical Materials Express*, 9(9), 3691-3699. doi:10.1364/OME.9.003691
- Hafez, A. (2014). *Development of enhanced hydrogen-doped indium oxide material properties by integration of a negatively biased mesh into the sputtering process*. (MSc), Technical University of Berlin, Berlin Institute of Technology, Berlin, Germany.
- Khaenamkaew, P., Manop, D., Tanghengjaroen, C., & Ayuthaya, W. P. N. (2020). Crystal structure, lattice strain, morphology, and electrical properties of SnO<sub>2</sub> nanoparticles induced by low calcination temperature. *Advance in Materials Science and Engineering*, 10, Article ID 3852421. doi:10.1155/2020/3852421

- Lee, S. M., Joo, Y. H., & Kim, C. I. (2014). Influences of film thickness and annealing temperature on properties of sol-gel derived ZnO-SnO<sub>2</sub> nanocomposite thin film. *Applied Surface Science*, 320, 494-501. doi:10.1016/j.apsusc.2014.09.099
- Marikkannan, M., Vishnukanthan, V., Vijayshankar, A., Mayandi J., & Pearce, J. M. (2015). A novel synthesis of tin oxide thin films by the sol-gel process for optoelectronic applications. *AIP Advances*, 5, 027122. doi:10.1063/1.4909542
- Mehraj, S., Ansari, M. S., & Alimuddin. (2015). Annealed SnO<sub>2</sub> thin films: Structural, electrical and their magnetic properties. *Thin Solid Films*, 589, 57-65. doi:10.1016/j.tsf.2015.04.065
- Nikiforov, A., Timofeev, V., Mashanov, V., Azarov, I., Loshkarev, I., Volodin, V., Gulyaev, D., Chetyrin, I., & Korolkov, I. (2020). Formation of SnO and SnO<sub>2</sub> phases during the annealing of SnO(x) films obtained by molecular beam epitaxy. *Applied Surface Science*, 512, 145735. doi:10.1016/j.apsusc.2020.145735
- Nwanna, E. C., Imoisili, P. E., & Jen, T. C. (2022). Synthesis and characterization of SnO<sub>2</sub> thin films using metalorganic precursors. *Journal of King Saud University-Science*, 34, 102123. doi:10.1016/j.jksus.2022.102123
- Orimi, R. L., & Maghouli, M. (2016). Optical characterization of SnO<sub>2</sub> nanostructure thin films, annealed at different temperatures. *Optik*, 127, 263-266. doi:10.1016/j.ijleo.2015.10.033
- Palanichamy, S., Mohamed, J. R., Kumar, P. S. S., Pandiarajan, S., & Amalraj, L. (2018). Physical properties of nebulized spray pyrolysed SnO<sub>2</sub> thin films at different substrate temperature. *Applied Physics A*, 124, 643. doi:10.1007/s00339-018-2065-8
- Pan, X. Q., & Fu, L. (2001). Oxidation and phase transitions of epitaxial tin oxide thin films on sapphire. *Journal of Applied Physics*, 89, 6048-6055. doi:10.1063/1.1368865
- Patil, G. E., Kajale, D. D., Gaikwad, V. B., & Jain, G. H. (2012). Spray pyrolysis deposition of nanostructured tin oxide thin films. *International Scholarly Research Network ISRN Nanotechnology*, 5. doi:10.5402/2012/275872
- Sarıtaş, S. (2023). The effect of annealing temperature on iron-doped tungsten oxide structure and photosensitive gas sensor applications. *Erzincan University Journal of Science and Technology*, 16(2), 374-383. doi:10.18185/erzifbed.1277351
- Schell, J., Lupascu, D. C., Carbonari, A. W., Mansano, R. D., Dang, T. T., & Vianden, R. (2017). Implantation of cobalt in SnO<sub>2</sub> thin films studied by TDPAC. *AIP Advances*, 7, 055304. doi:10.1063/1.4983270
- Suman, P. H., Felix, A. A., Tuller, H. L., Varela, J. A., & Orlandi, M. O. (2015). Comparative gas sensor response of SnO<sub>2</sub>, SnO and Sn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanobelts to NO<sub>2</sub> and potential interferences. *Sensors and Actuators B*, 208, 122-127. doi:10.1016/j.snb.2014.10.119
- Thanachayanont, C., Yordsri, V., & Boothroyd, C. (2011). Microstructural investigation and SnO nanodefects in spray-pyrolyzed SnO<sub>2</sub> thin films. *Materials Letters*, 65, 2610-2613. doi:10.1016/j.matlet.2011.05.071
- Timofeev, V. A., Mashanov, V. I., Nikiforov, A. I., Azarov, I. A., Loshkarev, I. D., Korolkov, I. V., Gavrilova, T. A., Yesin, M. Y., & Chetyrin, I. A. (2020). Effect of annealing temperature on the morphology, structure, and optical properties of nanostructured SnO(x) films. *Material Research Express*, 7, 015027. doi:10.1088/2053-1591/ab6122
- Thirumoorthi, M., & Prakash, J. T. J. (2016). Structure, optical and electrical properties of indium tin oxide ultra thin films prepared by jet nebulizer spray pyrolysis technique. *Journal of Asian Ceramic Societies*, 4, 124-132. doi:10.1016/j.jascer.2016.01.001





Research Article

**Probing the Physics of Molecular Clouds in Spiral Galaxies NGC 5055 and NGC 3627 #**

**Hülya ESER SULU<sup>1</sup>, Selçuk TOPAL<sup>\*2</sup>**

<sup>1</sup>Van Yuzuncu Yil University, Institute of Natural and Applied Sciences, Department of Physics, 65080, Van, Türkiye

<sup>2</sup>Van Yuzuncu Yil University, Faculty of Science, Department of Physics, 65080, Van, Türkiye  
Hülya ESER SULU, ORCID No: 0000-0002-3187-4208, Selçuk TOPAL, ORCID No: 0000-0003-2132-5632

\*Corresponding author e-mail: selcuktopal@yyu.edu.tr

**Article Info**

Received: 20.09.2023

Accepted: 02.01.2024

Online April 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1363547](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1363547)

**Keywords**

Galaxies,  
Molecular clouds,  
Spiral galaxies,  
Star formation

**Abstract:** Although galaxies can be grouped in a few categories in terms of morphology, they have remarkably different intrinsic properties. Spiral galaxies host substantial amounts of molecular gas and have ongoing star formation activity with respect to elliptical galaxies lacking star formation. Molecular emission lines are used to probe the internal properties of molecular gas clouds where stars are born and die. Carbon monoxide (CO) is easily detectable in the interstellar medium (ISM) of galaxies. In this research, we probe the physics of the gas clouds at multiple positions in disc galaxies NGC 5055 (M63) and NGC 3627 (M66) using four CO transitions and their line ratios.  $^{12}\text{CO}(J=1-0)$  is the brightest across the disc of both galaxies compared to the other lines, i.e.,  $^{12}\text{CO}(J=2-1, J=3-2)$  and  $^{13}\text{CO}(J=1-0)$ . The CO intensities show a decrease from the center of the galaxies to the outskirts. However, NGC 3627 shows a rather irregular decrease pattern compared to NGC 5055. The CO line ratios show an increase up to a distance from the center and start to decrease. Although NGC 5055 shows a similar variation in the line ratios on each side of the disc, NGC 3627 has an opposite trend on either side. Therefore, the ISM could have different temperatures, opacity, densities, and levels of star formation in different regions of the galaxy's disc. Our results indicate that the line ratios found at the center of both galaxies are different. The difference could be the result of the bar-driven gas accumulation in the center of NGC 3627. The line ratios in the center of NGC 5055 are within the range found for the centers of other spiral and active galaxies in the literature, but the ratios in the center of NGC 3627 are relatively lower.

**NGC 5055 ve NGC 3627 Sarmal Galaksilerinde Molekül Bulutlarının Fiziğinin Araştırılması**

**Makale Bilgileri**

Geliş: 20.09.2023

Kabul: 02.01.2024

Online Nisan 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1363547](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1363547)

**Öz:** Galaksiler morfoloji açısından birkaç kategoride gruplandırılabilir de, oldukça farklı içsel özelliklere sahiptirler. Sarmal galaksiler önemli miktarda moleküler gaz barındırır ve yıldız oluşumu olmayan eliptik galaksilere kıyasla devam eden yıldız oluşum aktivitesine sahiptir. Moleküler ışınım salma çizgileri, yıldızların doğup öldüğü gaz bulutlarının iç özelliklerini incelemek için kullanılır. Karbon monoksit (CO) galaksilerdeki yıldızlararası ortamda (YAO) kolaylıkla tespit edilebilir. Bu çalışmada, dört CO geçişini ve bunların çizgi oranlarını kullanarak NGC 5055 (M63) ve NGC 3627 (M66) disk galaksilerinin birçok bölgesinde gaz bulutunun fiziğini araştırıyoruz.  $^{12}\text{CO}(J=1-0)$  geçişi, diğer  $^{12}\text{CO}(J=2-1, J=3-2)$  ve  $^{13}\text{CO}(J=1-$

# Bu çalışma Doç. Dr. Selçuk Topal'ın danışmanlığında tamamlanan Hülya Eser Sulu'nun yüksek lisans tezinden bazı kısımları içermektedir.

**Anahtar Kelimeler**  
Galaksiler,  
Molekül bulutları,  
Sarmal galaksiler,  
Yıldız oluşumu

0) geçişlerine kıyasla, her iki galaksinin diskinde daha parlaktır. CO akı yoğunlukları galaksi merkezlerinden diskin eteklerine doğru bir azalma göstermektedir. Ancak NGC 3627, NGC 5055'e kıyasla oldukça düzensiz bir azalma eğilimine sahiptir. CO çizgi oranları merkezden uzaklaştıkça bir süre artış gösterir ve daha sonra azalmaya başlar. Her ne kadar NGC 5055 diskinin her iki tarafında çizgi oranları benzer değişim gösterse de, NGC 3627 diskinin her iki tarafında zıt bir değişime sahiptir. Bu nedenle YAO, galaksinin farklı bölgelerinde farklı sıcaklıklara, opaklığa, yoğunluklara ve yıldız oluşum seviyelerine sahip olabilir. Sonuçlarımız, her iki galaksinin merkezinde bulunan çizgi oranlarının farklı olduğunu göstermektedir. Bu fark, NGC 3627'nin merkezi bölgesinde çubuk yapısı nedeniyle oluşan gaz birikiminin bir sonucu olabilir. NGC 5055'in merkezindeki çizgi oranları literatürdeki diğer sarmal ve aktif galaksilerin merkezleri için bulunan aralıktadır, ancak NGC 3627'nin merkezindeki oranlar nispeten daha düşüktür.

## 1. Introduction

There are many types of galaxies in the observable universe with their own physical and dynamic structures (Hubble, 1936; de Vaucouleurs, 1974; de Vaucouleurs et al., 1991; Cappellari et al., 2011; Kormendy & Bender, 2012). Spiral galaxies host substantial cold gas reservoirs, i.e., the fuel for star formation, and show substantial star formation activity. The interstellar medium (ISM) of galaxies has a dynamic and complex structure consisting of many phenomena at play, such as stellar birth and death, supernova explosions, stellar winds, turbulence, and cosmic rays, all affecting the physics and chemistry of the medium (Maloney et al., 1996; Fukui et al., 2009; Padovani et al., 2009). The environment's atomic, ionized, and molecular structure can be studied using different tracers, such as carbon monoxide (CO). The CO is very abundant in spiral galaxies and is widely used to study star-forming gas clouds (Weinreb et al., 1963; McKee & Hollenbach, 1980; Hollenbach & Tielens, 1999; Saintonge & Catinella, 2022 and references therein). The CO line is the most used tracer among more than 300 molecules detected in the ISM or circumstellar shells (Endres et al., 2016), and its low- $J$  rotational transitions are easily detectable from the ground.

The change in the line ratios in galaxies could depend on many factors, such as the position over the disc, galaxy types, and local star formation processes. Papadopoulos & Seaquist (1998) obtained an average value of  $^{12}\text{CO}(2-1) / ^{12}\text{CO}(1-0) = 0.70$  and  $^{12}\text{CO}(1-0) / ^{13}\text{CO}(1-0) = 11.7$  for a sample of Seyfert galaxies. Paglione et al. (2001) studied 17 nearby spiral galaxies and found that the ratio between  $^{12}\text{CO}(1-0)$  and its isotopologue  $^{13}\text{CO}(1-0)$  decreased with radius from the center. This indicates an increase in the CO-to- $\text{H}_2$  conversion factor,  $X_{\text{CO}}$ , from the center to the outskirts. Israel (2020) studied the center of spirals and found a large range for the same ratio, i.e. the ratio varies from 5 to 30. Leroy et al. (2009) studied nearby spirals and found that the  $^{12}\text{CO}(2-1) / ^{12}\text{CO}(1-0)$  ratio varies from 0.6 to 1.0 across the disc, similar to the ratios found in the Milky Way, and the ratio tends to get higher in the center.

In this study, we targeted two spiral galaxies, i.e., NGC 5055 (Messier 63 or M63) and NGC 3627 (Messier 66 or M66), having different disc morphologies (i.e., galaxies with and without a dominant central bar structure) and different nuclear activities (i.e., galaxies with and without an active galactic nucleus, AGN) to study the line ratios in the center and across the disc of spiral galaxies. This will allow us to investigate the line ratios' dependence on the environment and galaxy morphology.

NGC 5055 and NGC 3627 are rich in molecular gas and had multiple CO lines detected. NGC 5055 and NGC 3627 are nearby spiral galaxies located at a distance of 9 and 11.5 Mpc, respectively (NASA Extragalactic Database, NED). NGC 3627 is an S3-type Seyfert galaxy hosting an active galactic nucleus (AGN) and a bar at its center. NGC 5055 is however a non-barred galaxy and does not show an AGN activity (NED). Our goals are to explore the physics of molecular gas clouds across the radial cut of both galaxies using multiple CO line ratios such as temperature, density, and opacity and to compare our results with the literature studies done for different galaxies.

Table 1. Basic properties of NGC 5055 and NGC 3627

Property	NGC 5055	NGC 3627	Reference
Galaxy type	SA(rs)bc	SAB(s)b, S3	a
RA (J2000)	13 <sup>h</sup> 15 <sup>m</sup> 49.33 <sup>s</sup>	11 <sup>h</sup> 20 <sup>m</sup> 14.96 <sup>s</sup>	a
DEC (J2000)	+42°01'45.4"	+12°59'29.54"	a
Major axis diameter (arcminutes)	3.4	3.1	a
Minor axis diameter (arcminutes)	1.9	1.7	a
$V_{\odot}$ (km/s)	500	720	a
Distance (Mpc)	9.0	11.5	b
Position angle (degree)	103	168	b
Inclination (degree)	55	67.5	b

<sup>a</sup>Nasa/Ipac Extragalactic Database (NED), <sup>b</sup>HyperLEDA (Makarov et al., 2014).

Our paper is set up as follows. In Section 2, we present the data and analysis methods. We present our results and make related discussions in Section 3. Finally, we briefly make our final remarks in Section 4.

## 2. Material and Methods

### 2.1. The CO data

Literature CO data for both galaxies in our sample were taken from various sources. The data of <sup>12</sup>CO(1-0) and <sup>13</sup>CO(1-0) were taken from the CO Multi-line Imaging of Nearby Galaxies (COMING, Sorai et al., 2019), while <sup>12</sup>CO(2-1) and <sup>12</sup>CO(3-2) data were taken from the Hera CO Line Extragalactic Survey (HERACLES; Leroy et al., 2009), and from the James Clerk Maxwell Telescope (JCMT) Nearby Galaxies Legacy Survey (JCMT NGLS; Wilson et al., 2012), respectively. Four low- $J$  CO lines were obtained for both galaxies, i.e. <sup>12</sup>CO(1-0), <sup>12</sup>CO(2-1), <sup>12</sup>CO(3-2), and <sup>13</sup>CO(1-0). Each CO data has a different angular resolution, i.e., 17, 11, and 14.5 arcseconds (arcsecs) for <sup>12</sup>CO(1-0), <sup>12</sup>CO(2-1), and <sup>12</sup>CO(3-2), respectively.

Table 2. The basic properties of CO data for galaxies NGC 5055 and NGC 3627

Transition	Frequency (GHz)	Telescope	Beam size (")	Linear size (kpc)	Source
<sup>12</sup> CO(1-0)	115.27	Nobeyama 45m	17	0.8	Sorai et al., 2019
<sup>13</sup> CO(1-0)	110.20	Nobeyama 45m	17	0.8	Sorai et al., 2019
<sup>12</sup> CO(2-1)	230.53	IRAM 30m	11	0.5	Leroy et al., 2009
<sup>12</sup> CO(3-2)	345.79	JCMT 15m	14.5	0.7	Wilson et al., 2012

## 2.2. Analysis

### 2.2.1. Moment maps

The total CO intensity map for both galaxies NGC 5055, and NGC 3627 (hereafter moment 0) was created using the MIRIAD, Multichannel Image Reconstruction, Image Analysis, and Display (Sault et al., 1995) package. The unit in the maps is  $\text{K km s}^{-1}$ , where K stands for Kelvin. We defined an area for the total CO intensity by following the procedure described in a previous paper (Topal et al., 2016). The moment 0 maps are shown in Figure 1.

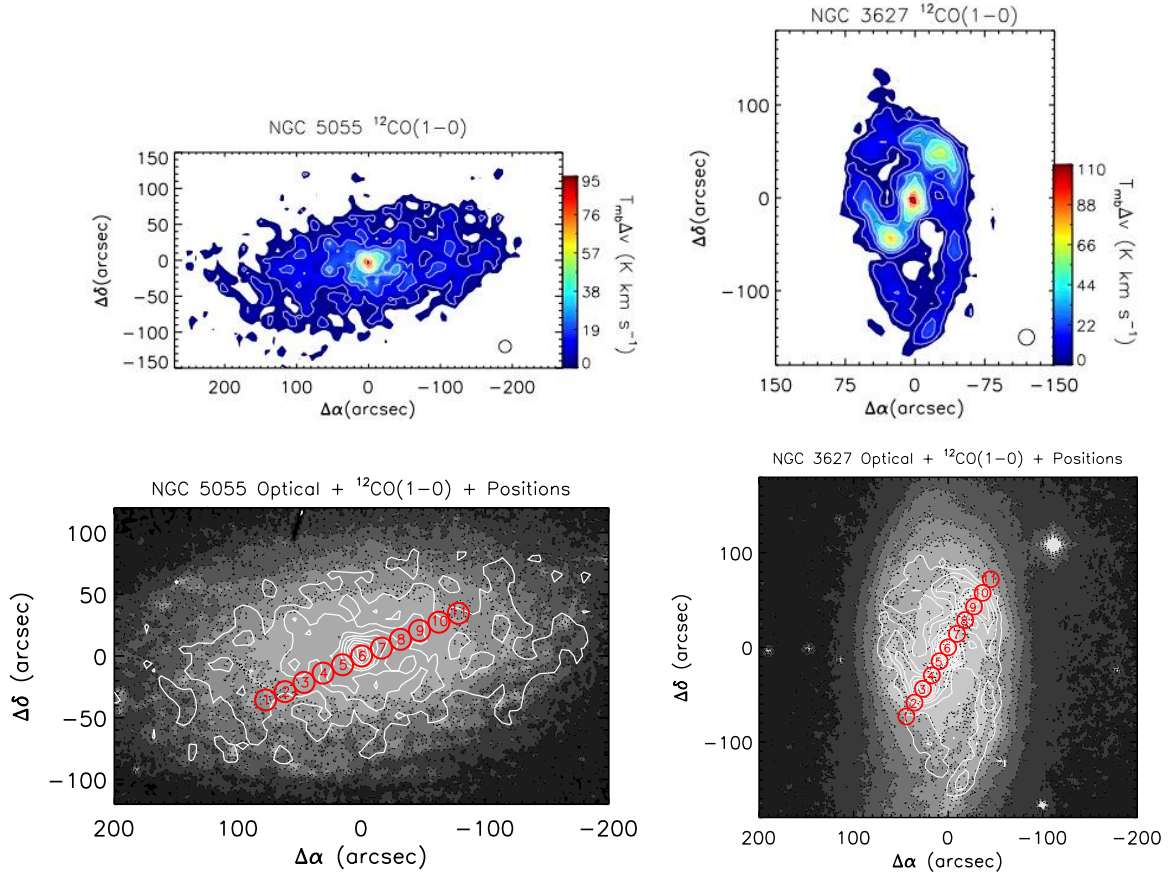


Figure 1. Top: The total  $^{12}\text{CO}(1-0)$  integrated intensity maps (moment 0) for both galaxies are shown. The black circles in the top panels indicate the angular resolution. The contour levels on the maps are indicated by white lines, each separated by 10 percent of the peak intensity. The peak  $^{12}\text{CO}(1-0)$  intensities are  $95.4 \text{ K km s}^{-1}$  and  $110.1 \text{ K km s}^{-1}$  for NGC 5055 and NGC 3627, respectively. Bottom: The selected positions are indicated by red circles over the galaxies. Each red circle has a diameter of 17 arcsecs, equivalently a linear size of about 0.8 kpc over each galaxy. The CO intensity maps (white contours) are overlaid on the Sloan Digital Sky Survey image of the galaxies (grey contours on the background).

### 2.2.2. Total integrated intensities

A total of 11 circular positions, each having an angular diameter of 17 arcsecs, were chosen over the major axis of the galaxies (see Figure 1). The beam-averaged CO spectra were extracted from each position, and then a Gaussian fit was applied using the Interactive Data Language (IDL) package (see Section 2.2.1). We fit a single Gaussian function (see Eq. 1) to all CO spectra to calculate the total integrated intensities at the selected positions over the galaxy's major axis. The Gaussian function is given below.

$$f(v) = Ae^{-\frac{(v-v_0)^2}{2\sigma^2}} \quad (1)$$

where A is the peak flux at the  $v_0$ , i.e., the velocity at the center, and  $\sigma$  is the profile width (root-mean-square velocity), i.e.,  $\text{FWHM} = 2\sqrt{2\ln 2} \sigma = 2.354 \sigma$ , where the FWHM is the Full Width at Half Maximum. An IDL code MPFIT was performed to optimize the fit (Markwardt, 2009). We increased the optimization by running MPFIT many times using different ranges for the fit parameters instead of considering one initial set of values for the fit. As a final step, the chi-square was calculated for the fitting parameters. The parameters with the smallest reduced chi-squared value ( $\Delta\chi^2 = \chi^2 - \chi_{min}^2$ ) were defined as the best fit.

The  $^{12}\text{CO}(1-0)$ ,  $^{13}\text{CO}(1-0)$ ,  $^{12}\text{CO}(2-1)$  and  $^{12}\text{CO}(3-2)$  spectra obtained at the center (i.e., position 6, see Figure 1) are given as an example below (Figure 2). At some positions in both galaxies,  $^{13}\text{CO}(1-0)$  was not detected due to low signal-to-noise (i.e.,  $S/N < 3$ ), and  $^{12}\text{CO}(1-0)$  was not detected at one position in NGC 3627, i.e., the position 11 (see Figure 1). We, therefore, calculated an upper limit, (i.e., the maximum intensity possible given the noise, velocity resolution, and line width), for the CO intensities at those positions using  $3 \times \sigma_{rms} \times \delta v \times \sqrt{N}$ , where  $\sigma_{rms}$  is the rms noise,  $\delta v$  is the velocity resolution of 10 km/s, and N represents the number of velocity channels covering the line emission. The upper limit CO intensities are shown with an arrow in Figure 3.

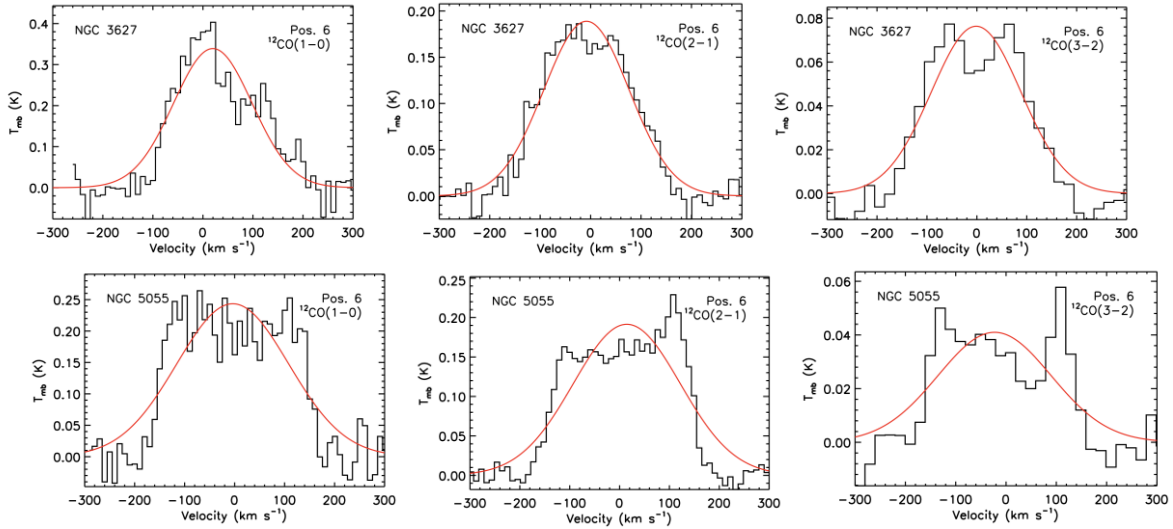


Figure 2. The spectra of the  $^{12}\text{CO}(1-0, 2-1, 3-2)$  lines detected at the center of the galaxies NGC 5055 (top) and NGC 3627 (bottom) are shown as an example. The solid red line indicates the best-fit Gaussian function.

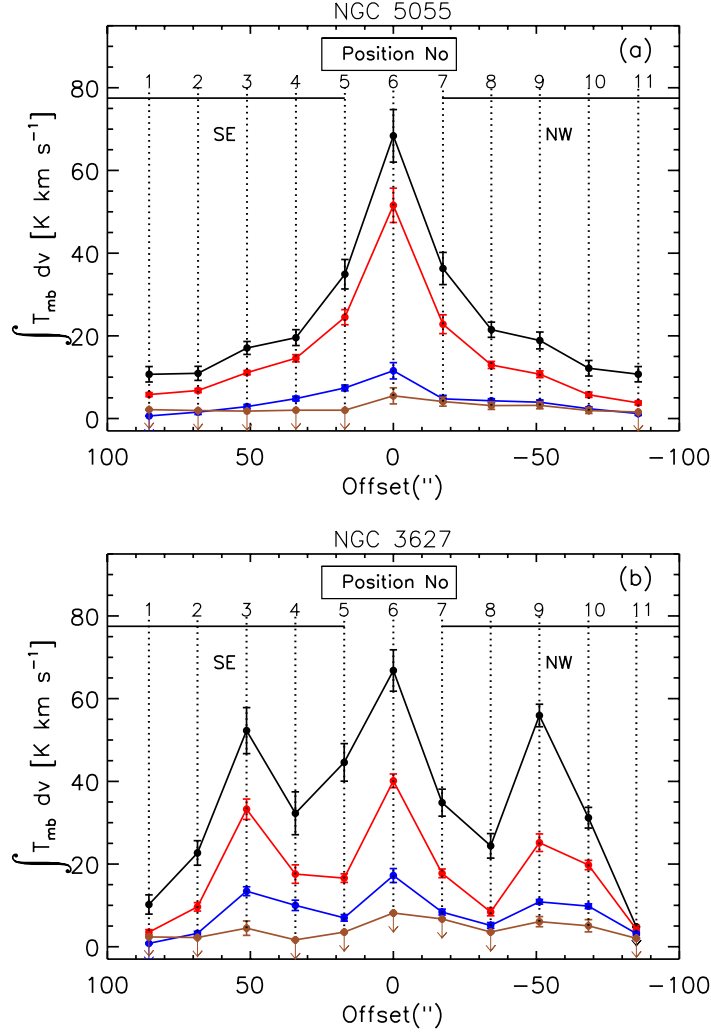


Figure 3. The total CO integrated intensities calculated over the disc of NGC 5055 (panel a) and NGC 3627 (panel b) are shown, respectively. The  $^{12}CO(1-0)$ ,  $^{12}CO(2-1)$ ,  $^{12}CO(3-2)$ , and  $^{13}CO(1-0)$  line intensities are represented by black, red, blue, and brown colors, respectively. The arrows show the values with upper limits. SE and NW represent the southeast and northwest parts of the major axis of the galaxies, respectively.

### 2.2.3. Line ratios

Before obtaining integrated CO intensity line ratios, we should first ensure all the data cubes have the same angular resolution, i.e., the common beam size of 17 arcsecs. We convolved the  $^{12}CO(2-1)$  and  $^{12}CO(3-2)$  data cubes to the common beam using MIRIAD task *convol*. After obtaining all data cubes at the same angular resolution, we extracted the CO spectra from each position in the major axis of the galaxies (see Figure 1). We applied the Gaussian fit to each individual spectrum to obtain the beam-averaged integrated intensities. We finally obtained the line ratios of  $^{12}CO(1-0)/^{13}CO(1-0)$  (hereafter  $R_{11}$ ),  $^{12}CO(2-1)/^{12}CO(1-0)$  (hereafter  $R_{21}$ ), and  $^{12}CO(3-2)/^{12}CO(1-0)$  (hereafter  $R_{31}$ ). The ratios are shown in Figure 4. Figure 4 shows the CO line ratios (i.e.,  $R_{11}$  (black),  $R_{21}$  (red), and  $R_{31}$  (blue)) as a function of angular distance over the major axis of NGC 5055 and NGC 3627 galaxies. The data points with an arrow indicate the limit values. Vertical dashed lines on “panel b” represent the center of the galaxy’s disc. Spearman correlation coefficients,  $r_s$  (Spearman, 1904), were also shown in the panels.

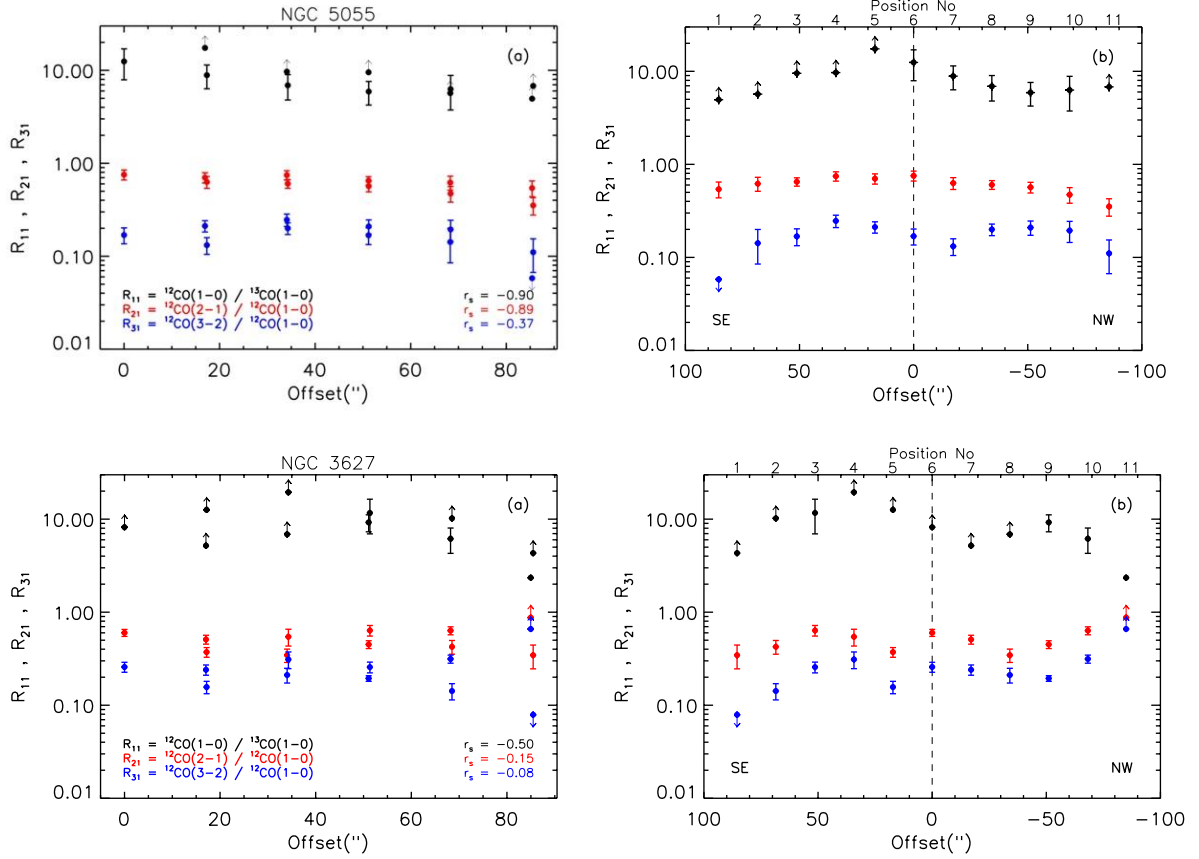


Figure 4. The CO line ratios, i.e.,  $R_{11}$  (black),  $R_{21}$  (red), and  $R_{31}$  (blue), in NGC 5055 (top panels) and NGC 3627 (lower panels) are shown as a function of angular distance over the major axis of both galaxies (see Figure 1 for the positions). The data points with an arrow indicate the limit values. Vertical dashed lines on panel b represent the center of the galaxy's disc. Spearman correlation coefficients ( $r_s$ ), were also estimated and shown in the panels.

### 3. Results and Discussion

#### 3.1. Moment maps and integrated intensities

The distribution of CO gas in the disc of both galaxies is shown in Figure 1. As seen in Figure 1, NGC 3627 has two prominent gaseous arms and a bar, while the gaseous disc of NGC 5055 is patchy without a prominent bar. There is only one bright CO emission in the center of NGC 5055, while NGC 3627 has three multiple bright spots across its major axis, i.e., the center and two positions on both ends of the bar (Figure 1). The two bright spots at the end of the bar in NGC 3627 could be due to our viewing angle (i.e., the higher the column density, the higher the CO brightness) or CO could be brighter at those positions due to higher star formation activity.

The integrated intensities as a function of radius are shown in Figure 3. The  $^{13}\text{CO}(1-0)$  line is the weakest line compared to the others, and it was not detected in the SE (southeastern) part of NGC 5055 and some positions across the disc of NGC 3627. As seen in Figure 3, line intensities decrease from the galaxy's center to the outskirts. The decrease happens more gradually in NGC 5055 compared to NGC 3627, where the line intensities show peaks not only at the center but also at some positions outside the center (i.e., positions 3 and 9, see Figure 3).

This indicates a more heterogeneous distribution of molecular gas in the disc of NGC 3627 compared to NGC 5055. It is also consistent with the bright spots seen at the moment 0 maps of NGC 3627, i.e., the two bright spots outside the central region and along the major axis (see the top-right panel in Figure 1). NGC 3627 has a prominent bar, while NGC 5055 does not. This difference in

morphology could be the reason for the difference in variation of the CO line intensity across the disc of the galaxies.

A higher temperature is required to excite the higher transition of a molecule. Accordingly  $^{12}\text{CO}(1-0)$  requires lower average kinetic temperature than  $^{12}\text{CO}(2-1)$  and the  $^{12}\text{CO}(2-1)$  requires lower temperature than  $^{12}\text{CO}(3-2)$  and so on. The  $^{12}\text{CO}(1-0)$  intensity at the center of galaxies NGC 5055 and NGC 3627 have approximately the same values within the error bars, i.e.,  $68.4 \pm 6.4 \text{ K km s}^{-1}$  and  $66.8 \pm 5.0 \text{ K km s}^{-1}$  for, respectively. The center of NGC 5055 is brighter ( $51.6 \pm 4.1 \text{ K km s}^{-1}$ ) than NGC 3627 ( $40.1 \pm 1.7 \text{ K km s}^{-1}$ ) in  $^{12}\text{CO}(2-1)$ , while the center of NGC 3627 is brighter ( $17.2 \pm 1.7 \text{ K km s}^{-1}$ ) than NGC 5055 ( $11.5 \pm 1.9 \text{ K km s}^{-1}$ ) in  $^{12}\text{CO}(3-2)$ . Overall, NGC 3627 possibly has an ISM with a higher average temperature at its center. This could be that NGC 3627 is hosting an AGN, which could heat the environment in the vicinity and make  $^{12}\text{CO}(3-2)$  brighter at its center.

### 3.2. Line ratios

Probing the line ratios has the potential to provide a clearer insight into the physical properties of the ISM. Since  $^{12}\text{CO}(1-0)$  is generally optically thick while its isotopologue  $^{13}\text{CO}(1-0)$  is thinner in galaxies, the ratio of  $R_{11}$  could give information on the optical depth and the level of star formation activity. The higher  $R_{11}$  ratio, therefore, could indicate thinner gas, which could be a result of supernova explosion(s), and/or strong stellar winds, all of which could dissipate the surrounding gas. The ratios between  $^{12}\text{CO}(1-0)$  and its higher transitions, such as  $^{12}\text{CO}(2-1)$  and  $^{12}\text{CO}(3-2)$ , provide insights into the average temperature in the ISM, i.e., the higher the  $R_{21}$ , and  $R_{31}$  ratios, the higher the temperature.

The three  $R_{11}$ ,  $R_{21}$ , and  $R_{31}$  line ratios obtained across the disc of both galaxies NGC 5055 and NGC 3627 are shown in Figure 4. Since the  $^{12}\text{CO}(1-0)$  is the brightest emission among the lines, all the ratios obtained along the major axis of each galaxy are as follows:  $R_{11} > 1$ ,  $R_{21} < 1$ , and  $R_{31} < 1$  (see Figure 4).

#### 3.2.1. Center

The values of  $R_{11}$  ratios at the center of NGC 5055 and NGC 3627 are  $4.5 \pm 0.7$  and 8.2 (lower limit), respectively. The higher  $R_{11}$  ratio at the center of NGC 3627 indicates thinner gas than that of NGC 5055. NGC 5055 and NGC 3627 galaxies have very similar  $R_{21}$  ratios at their centers, i.e.,  $0.75 \pm 0.09$  and  $0.60 \pm 0.05$ , respectively. However, the  $R_{31}$  ratio, as an indication of higher temperature, is slightly higher at the center of NGC 3627 ( $0.26 \pm 0.03$ ) than at the center of NGC 5055 ( $0.17 \pm 0.03$ ). All three CO line ratios obtained at the center of the galaxies indicate that NGC 3627 has thinner and slightly hotter gas in its center than NGC 5055.

The low- $J$  CO line ratios ( $R_{11}$ ,  $R_{21}$ , and  $R_{31}$ ) could have different values not only at different types of galaxies but also at different locations over the same galaxy. The gaseous center of spiral galaxies gas has the ratio of  $R_{11} > 1$  and generally  $5 < R_{11} < 30$  (Israel, 2020). However, starburst galaxies could have  $1 < R_{21} < 2$  (Israel, 2020). The  $R_{31}$  ratios at the center of spiral galaxies are generally within a range of  $0.2 < R_{31} < 0.7$  (Mauersberger et al., 1999). The luminous infrared galaxies mostly have  $0.2 < R_{31} < 1.0$  at their centers, whereas the galaxies with AGN have  $R_{31} < 1.0$  (Yao et al., 2003; Lamperti et al., 2020; Topal, 2021). As seen in Figure 5, the center of NGC 5055 (i.e., open circle in the figure, respectively) has similar  $R_{11}$  line ratios to that observed in the center of spirals (grey-shaded area in Figure 5) and active galaxies (brown stars in Figure 5). However, the center of NGC 3627 (open circle in Figure 5) has a lower  $R_{11}$  and  $R_{21}$  ratios compared to the center of NGC 5055 (open triangle in Figure 5), and most spirals (cyan-shaded area in Figure 5) as a result of being less bright in  $^{12}\text{CO}(2-1)$  (see the central position in the red line in Figure 3). However, please note that  $R_{11}$  ratio in the center of NGC 3627 is a lower limit. Additionally, hotter and more compact gas component indicated by  $^{12}\text{CO}(3-2)$  transition is brighter in the center of NGC 3627 than in NGC 5055 (see the central position in the blue line in Figure 3). It is, therefore, still possible that the ISM in the central region of NGC 3627 could host a more tenuous and hotter gas component than that in the center of NGC 5055. The central bar in NGC 3627 could play a major role in such complexity by accumulating cold or warm gas to the AGN-hosting central region of NGC 3627.



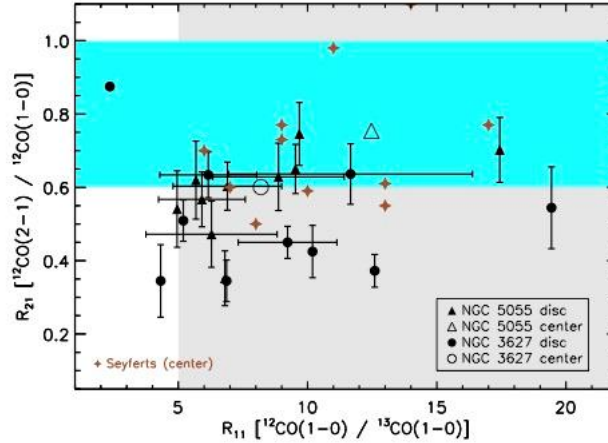


Figure 5. The ratios of the integrated CO line intensities. Black triangles and circles represent the ratios (i.e.,  $R_{11}$  and  $R_{21}$ ) in NGC 5055 and NGC 3627, respectively. The ratios in the center of NGC 5055 and NGC 3627 are shown by an open triangle and circle, respectively. Grey and cyan-shaded areas represent the range for the  $R_{11}$  ratios detected in the center of nearby spiral galaxies (Israel, 2020) and the  $R_{21}$  ratios across the disc of spiral galaxies (Leroy et al., 2009), respectively. The data points without error bars indicate the lower limit values for the line ratios at that position. Brown stars indicate the  $R_{11}$  and  $R_{21}$  ratios obtained in the central region of Seyfert galaxies (Papadopoulos & Seaquist, 1998).

### 3.2.2. Along the bar

As seen in Figure 4 (i.e., panel a for both galaxies), the correlation between the line ratios and the distance from the galactic center is negative. The Spearman correlation coefficients were calculated considering only the positions with detections, i.e., no upper limit ratios were considered. The correlation is stronger in NGC 5055 (excluding  $R_{31}$  having a weaker correlation), while it is much weaker in NGC 3627, except  $R_{11}$  which has a moderate correlation, i.e.,  $r_s = -0.50$  (see Figure 4). However, please note that since the correlation found for  $R_{11}$  in NGC 3627 and that in NGC 5055 are based on only five (i.e.,  $^{13}\text{CO}(1-0)$  was detected at only five positions in NGC 3627) and three (i.e.,  $^{13}\text{CO}(1-0)$  was detected at only three positions in NGC 3627) positions, the correlation between  $R_{11}$  and the galactocentric radius is not as statistically significant as the other two line ratios and the radius.

The right panels in Figure 4 show the variation of line ratios on each side of the disc separately. As seen in the figure, the variation is different on each side of the disc. In NGC 5055,  $R_{11}$  gradually decreases on both sides of the disc, although it is not clear for the southeastern part of the disc, i.e., the line ratios are all lower limit there. However, after 50 arcsecs (a linear size of  $\approx 2.2$  kpc over the galaxy) from the center in the northwestern part, the ratio tends to increase again. The  $R_{21}$  ratio also shows a gradual decrease from the center, but the overall change is small. The  $R_{31}$  ratio follows a similar pattern on each side, i.e., the ratio increases up to 30 arcsecs (a linear size of  $\approx 1.3$  kpc) followed by a decrease (see Figure 4). This indicates that the gas gets thinner from the center to the outskirts, while the temperature seems to fluctuate, reaching a peak at about 30 arcsecs from the center, and then decreasing.

In NGC 3627, the line ratios show a more complicated pattern through the disc of the galaxy. There is no strong correlation between the line ratios and the galactocentric distance in NGC 3627 (see the lower panels in Figure 4). For the  $R_{11}$ ,  $R_{21}$ , and  $R_{31}$  line ratios, Spearman correlation coefficients are equal to  $-0.50$ ,  $-0.15$  and  $-0.08$ , respectively. The  $R_{21}$  and  $R_{31}$  ratios decrease from the center to about 30 arcsecs on both sides of the disc. However, while the ratios gradually increase on both sides after about 30 arcsecs, they start to decrease again at 50 arcsecs on the southeastern part of the disc, contrary to a continuous increase on the northwestern part of the disc (see Figure 4). This indicates a difference in temperature variation on each side of the disc.

NGC 3627 shows generally more fluctuations in the line ratios than NGC 5055. This could result from the similar fluctuations seen in the integrated intensities across the disc of the NGC 3627.

As seen from the cyan-shaded area in Figure 5, Milky Way and nearby spiral galaxies have  $0.6 < R_{21} < 1$  across their discs (e.g., Leroy et al., 2009; Topal, 2020). Most positions in the disc of both galaxies have lower  $R_{21}$  ratios than nearby spirals (cyan-shaded area in Figure 5), indicating lower temperature on average. However, the  $R_{11}$  ratios seem similar to other galaxies (grey-shaded area in Figure 5).

#### 4. Conclusion

We probed the gas clouds in two spiral galaxies, NGC 5055 and NGC 3627, using multiple emission lines of low- $J$  CO transitions taken from the COMING (Sorai et al., 2019), the HERACLES (Leroy et al., 2009), and the NGLS data (Wilson et al., 2012). The main results are as follows.

$^{12}\text{CO}(1-0)$  is the most extensive emission across the disc of both galaxies, while  $^{13}\text{CO}(1-0)$  is more centrally concentrated and was not detected at the center of NGC 3627. The CO is the brightest at the center of both galaxies, but NGC 3627 also has two CO-bright spots at both ends of its bar.

The integrated CO intensity decreases from the center to the outskirts in both galaxies. However, NGC 3627 does not show a gradual decrease in the intensity (i.e., showing some peaks at extranuclear positions). This indicates a more heterogeneous gas distribution in NGC 3627 than that of NGC 5055.

The integrated  $R_{11}$ ,  $R_{21}$ , and  $R_{31}$  CO line ratios show a negative correlation with the galactocentric distance in both galaxies, i.e., the ratios decrease as the distance from the center increases. However, the correlation along the disc of NGC 5055 is stronger than that seen in NGC 3627. The  $R_{31}$  shows the same pattern on each side of the NGC 5055. The ratio increases from the center to about 30 arcsecs and then decreases in the SE and NW parts of the disc. The southeastern part of the NGC 3627 shows a similar trend as in the NGC 5055, while the northeastern of the disc in NGC 3627 shows an opposite trend, i.e., the ratio decreases first and then gradually increases. This indicates different physical properties in the ISM, leading to a different level of star formation activity in each galaxy.

Most positions over the disc of NGC 5055 and NGC 3627 have lower  $R_{21}$  but similar  $R_{11}$  ratios compared to other galaxies. However, the center of both galaxies has different line ratios. The center of NGC 3627 has lower  $R_{11}$  (although  $R_{11}$  is a lower limit) and  $R_{21}$  ratios compared to the center of NGC 5055, and most spirals. The center of NGC 3627 is brighter in  $^{12}\text{CO}(3-2)$  and fainter in  $^{12}\text{CO}(2-1)$  transitions compared to the center of NGC 5055, indicating an ISM with a higher average gas kinetic temperature in the center of NGC 3627, but the difference in opacity is not clear. The central bar in NGC 3627 could play an essential role in such complexity by accumulating cold or warm gas in the central region.

#### Acknowledgments

The authors thank the anonymous referees for their useful comments and suggestions. This research has used the NASA/IPAC Infrared Science Archive, operated by the Jet Propulsion Laboratory, California Institute of Technology, under contract with the National Aeronautics and Space Administration. The James Clerk Maxwell Telescope is operated by the East Asian Observatory on behalf of The National Astronomical Observatory of Japan; Academia Sinica Institute of Astronomy and Astrophysics; the Korea Astronomy and Space Science Institute; the National Astronomical Research Institute of Thailand; Center for Astronomical Mega-Science (as well as the National Key R&D Program of China with No. 2017YFA0402700). Additional funding support is provided by the Science and Technology Facilities Council of the United Kingdom and participating universities and organizations in the United Kingdom and Canada. This publication made use of data from COMING, CO Multi-line Imaging of Nearby Galaxies, a legacy project of the Nobeyama 45-m radio telescope.

#### References

- Cappellari, M., Emsellem, E., Krajnović, D., McDermid, R. M., Serra, P., Alatalo, K., ..., & Young, L. M. (2011). The ATLAS3D project—VII. A new look at the morphology of nearby galaxies: the kinematic morphology–density relation. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 416(3), 1680-1696. doi:10.1111/j.1365-2966.2011.18600.x
- de Vaucouleurs, G. (1974). Structure, dynamics and statistical properties of galaxies. *Symposium -*

- International Astronomical Union*, 58, 1-53. doi:10.1017/S007418090002430X
- de Vaucouleurs, G., de Vaucouleurs, A., Corwin, Jr. H. G., Buta, R. J., Paturel, G., Fouque, P. (1991). *Third Reference Catalogue of Bright Galaxies. Volume I: Explanations and references. Volume II: Data for galaxies between 0h and 12h. Volume III: Data for galaxies between 12h and 24h.* New York, USA: Springer.
- Endres, C. P., Schlemmer, S., Schilke, P., Stutzki, J., & Müller, H. S. (2016). The cologne database for molecular spectroscopy, CDMS, in the virtual atomic and molecular data centre, VAMDC. *Journal of Molecular Spectroscopy*, 327, 95-104. doi:10.1016/j.jms.2016.03.005
- Fukui, Y., Kawamura, A., Wong, T., Murai, M., Iritani, H., Mizuno, N., ..., & Kim, S. (2009). Molecular and atomic gas in the large magellanic cloud. II. Three-dimensional correlation between CO and H I. *The Astrophysical Journal*, 705(1), 144. doi:10.1088/0004-637X/705/1/144
- Hollenbach, D. J., & Tielens, A. G. G. M. (1999). Photodissociation regions in the interstellar medium of galaxies. *Reviews of Modern Physics*, 71(1), 173. doi:10.1103/RevModPhys.71.173
- Hubble, E. P. (1936). *Realm of the Nebulae.* USA: Yale University Press.
- Israel, F. P. (2020). Central molecular zones in galaxies: 12CO-to-13CO ratios, carbon budget, and X factors. *Astronomy & Astrophysics*, 635, A131. doi:10.1051/0004-6361/201834198
- Kormendy, J., & Bender, R. (2012). A Revised parallel-sequence morphological classification of galaxies: structure and formation of S0 and spheroidal galaxies. *The Astrophysical Journal Supplement Series*, 198, 2-41. doi:10.1088/0067-0049/198/1/2
- Lamperti, I., Saintonge, A., Koss, M., Viti, S., Wilson, C. D., He, H., ..., & Tacconi, L. J. (2020). The CO (3–2)/CO (1–0) luminosity line ratio in nearby star-forming galaxies and active galactic nuclei from xCOLD GASS, BASS, and SLUGS. *The Astrophysical Journal*, 889(2), 103. doi:10.3847/1538-4357/ab6221
- Leroy, A. K., Walter, F., Bigiel, F., Usero, A., Weiss, A., Brinks, E., ..., & Roussel, H. (2009). Heracles: The HERA CO line extragalactic survey. *The Astronomical Journal*, 137(6), 4670. doi:10.1088/0004-6256/137/6/4670
- Makarov, D., Prugniel, P., Terekhova, N., Courtois, H., & Vauglin, I. (2014). HyperLEDA. III. The catalogue of extragalactic distances. *Astronomy & Astrophysics*, 570, A13. doi:10.1051/0004-6361/201423496
- Maloney, P. R., Hollenbach, D. J., & Tielens, A. G. G. M. (1996). X-Ray--irradiated molecular gas. I. physical processes and general results. *Astrophysical Journal*, 466, 561-584.
- Markwardt, C. B. (2009, November). Non-linear least squares fitting in IDL with MPFIT. *Astronomical Data Analysis Software and Systems XVIII*, ASP Conference Series. Quebec, Canada. doi:10.48550/arXiv.0902.2850
- Mauersberger, R., Henkel, C., Walsh, W., & Schulz, A. (1999). Dense gas in nearby galaxies. XII. A survey for CO J=3-2 emission. *Astronomy and Astrophysics*, 341, 256-263.
- McKee, C. P., & Hollenbach, D. J. (1980). Interstellar shock waves. *Annual Review of Astronomy and Astrophysics*, 18(1), 219-262. doi:10.1146/annurev.aa.18.090180.001251
- Padovani, M., Galli, D., & Glassgold, A. E. (2009). Cosmic-ray ionization of molecular clouds. *Astronomy & Astrophysics*, 501(2), 619-631. doi:10.1051/0004-6361/200911794
- Paglione, T. A., Wall, W. F., Young, J. S., Heyer, M. H., Richard, M., Goldstein, M., ..., & Perry, G. (2001). A mapping survey of the 13CO and 12CO emission in galaxies. *The Astrophysical Journal Supplement Series*, 135(2), 183. doi:10.1086/321785
- Papadopoulos, P. P., & Seaquist, E. R. (1998). Physical conditions of the molecular gas in Seyfert galaxies. *The Astrophysical Journal*, 492(2), 521. doi:10.1086/305052
- Saintonge, A., & Catinella, B. (2022). The cold interstellar medium of galaxies in the local universe. *Annual Review of Astronomy and Astrophysics*, 60, 319-361. doi:10.1146/annurev-astro-021022-043545
- Sault, R. J., Teuben, P. J., & Wright, M. C. H. (1995). A retrospective view of Miriad. *Astronomical Data Analysis Software and Systems IV*, ASP Conference Series. San Francisco, USA. doi:10.48550/arXiv.astro-ph/0612759
- Sorai, K., Kuno, N., Muraoka, K., Miyamoto, Y., Kaneko, H., Nakanishi, H., ..., & Saita, C. (2019). CO Multi-line Imaging of Nearby Galaxies (COMING). IV. Overview of the project. *Publications of the Astronomical Society of Japan*, 71, S14. doi:10.1093/pasj/psz115

- Spearman, C. (1904). The proof and measurement of association between two things, *The American Journal of Psychology*, 15, 72-101. doi:10.2307/1412159
- Topal, S., Bureau, M., Davis, T. A., Krips, M., Young, L. M., & Crocker, A. F. (2016). Molecular gas kinematics and line diagnostics in early-type galaxies: NGC 4710 and NGC 5866. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 463(4), 4121-4152. doi:10.1093/mnras/stw2257
- Topal, S. (2020). Molecular line ratio diagnostics along the radial cut and dusty ultraviolet-bright clumps in a spiral galaxy NGC 0628. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 495(3), 2682-2712. doi:10.1093/mnras/staa1146
- Topal, S. (2021). Molecular line ratio diagnostics and gas kinematics in the AGN host Seyfert galaxy NGC 5033. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 504(4), 5941-5953. doi:10.1093/mnras/stab1269
- Weinreb, S., Barrett, A. H., Meeks, M. L., & Henry, J. C. (1963). Radio observations of OH in the interstellar medium. *Nature*, 200, 829-831. doi:10.1038/200829a0
- Wilson, C. D., Warren, B. E., Israel, F. P., Serjeant, S., Attewell, D., Bendo, G. J., ..., & White, G. J. (2012). The JCMT nearby galaxies legacy survey—VIII. CO data and the LCO (3-2)-LFIR correlation in the SINGS sample. *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, 424(4), 3050-3080. doi:10.1111/j.1365-2966.2012.21453.x
- Yao, L., Seaquist, E. R., Kuno, N., & Dunne, L. (2003). CO molecular gas in infrared-luminous galaxies. *The Astrophysical Journal*, 588(2), 771. doi:10.1086/374333



Research Article

**Preconcentration of Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup> by Solid-Phase Extraction Using a Recently Developed Mixed-Mode Sorbent**

**Hayriye ARAL**

Batman University, Technical Sciences Vocational School, Chemistry and Chemical Processing Technologies  
Department, Refinery and Petro-chemistry Program, 72070, Batman, Türkiye

Hayriye ARAL, ORCID No: 0000-0001-7673-5108

Corresponding author e-mail: hayriye.aral@batman.edu.tr

**Article Info**

Received: 17.06.2023

Accepted: 30.10.2023

Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1315917

**Keywords**

Chromium,  
Cobalt,  
Copper,  
Nickel,  
Solid-based stationary phase,  
Solid-phase extraction

**Abstract:** The enrichment and simultaneous analysis of Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup> by solid-phase extraction method were performed using a stationary phase containing amide functional groups, an aromatic benzene ring, and aliphatic groups in a silica-based structure that we had synthesized for HPLC separations in our previous studies. Solid-phase extraction was performed using a column system and the results obtained were analysed by ICP-OES. Effects of pH, amount of sorbent, amount of eluting solvent, sample volume, flow rates of the eluent and the sample, and interfering ions were evaluated in recovery processes for the metals in the sample solutions. Linear range, detection limit, and relative standard deviation (% RSD) values were calculated for each metal. The linear range (ng/mL) was between 0.01 and 0.25 for all ions, while the limit of detection (ng/mL) was found to be 0.64, 1.7, 0.44, and 0.51 and % RSD was 2.8, 2.4, 2.6, and 2.9 for Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, ve Ni<sup>2+</sup>, respectively.

**Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup>'nin Son Zamanlarda Geliştirilen Karma Mod Bir Sorbent Kullanılarak Katı Faz Ekstraksiyonu ile Zenginleştirilmesi**

**Makale Bilgileri**

Geliş: 17.06.2023

Kabul: 30.10.2023

Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1315917

**Anahtar Kelimeler**

Bakır,  
Katı faz ekstraksiyonu,  
Kobalt,  
Krom,  
Nikel,  
Silika tabanlı sabit faz

**Öz:** Daha önceki çalışmalarımızda HPLC ayırmaları için sentezlenen silika tabanlı amid fonksiyonel grupları, benzene halkası ve alifatik gruplar içeren bir sabit baz kullanılarak katı faz ekstraksiyonu yöntemi ile Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, ve Ni<sup>2+</sup>'nin zenginleştirilmesi ve eş zamanlı analizi yapıldı. Katı faz ekstraksiyonu kolon sistemi kullanılarak gerçekleştirilmiş ve elde edilen sonuçlar ICP-OES ile analiz edilmiştir. Örnek çözeltilerdeki metaller için geri kazanım proseslerinde pH, sorbent miktarı, elüsyon çözücü miktarı, numune hacmi, eluent ve numunenin akış hızı ve yabancı iyon etkisi incelendi. Her metal için lineer aralık, dedeksiyon limiti ve bağıl standart sapma değerleri hesaplandı. Dedeksiyon limiti (ng/mL) Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, ve Ni<sup>2+</sup> için sırasıyla 0.64, 1.7, 0.44 ve 0.51 ve bağıl standart sapma 2.8, 2.4, 2.6 ve 2.9 iken, lineer aralık bütün iyonlar için (ng/mL) 0.01 ve 0.25 aralığındadır.

**1. Introduction**

It has been established beyond doubt that heavy metals are pollutants of major significance that exert a multitude of adverse effects for the environment and all present living organisms, in some cases even at the lowest measurable concentrations. Low levels of heavy metals exist naturally within the

environment and trace levels of these metals are crucial for the maintenance of human health. However, at higher concentrations, these metals may be hazardous in the long term as well as the short term (Ali et al., 2019). Increasing volumes of industrial activities in many parts of the world have impacted human quality of life both negatively and positively. Unfortunately, the negative effects of these industrial activities can be deadly, as industrial production constitutes a major source of water polluted with heavy metal ions. Heavy metal ions arising from the run-off of industrial processes differ in a critical way from carbon-based or organic pollutants as the former cannot be degraded environmentally. For this reason, increasing heavy metal ion ratios that reach levels above the healthy determined limits may elicit excessive accumulations of metals in living organisms at the cellular level, negatively impacting both their health and the quality of the surrounding environment (Jang et al., 2008). Among the diverse industrial sectors that channel wastes bearing excessive quantities of heavy metals into the natural water cycle, textiles and dyes, mining, electroplating, refineries, tanneries, and the producers of products ranging from pesticides to papers can be named. As the scope of industrial development expands, the volumes of pollution containing heavy metals are also growing, and the resultant accumulations of heavy metals in the cells of both humans and all other organisms trigger many diseases, among which disorders of the skin and the liver are of particular importance (Jang et al., 2008). It is thus no surprise that an increasingly important field of analytical chemistry involves determining the levels of heavy metals in various environmental reservoirs. Numerous practical spectroscopic methods, such as inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry (ICP-AES) or inductively coupled plasma-optical emission spectrometry (ICP-OES), may be applied with the aim of measuring the levels of metal ions present in different substances. Measurements of natural samples can be complex and it is difficult to accurately, reliably, and directly detect trace levels of metal ions via approaches such as electrothermal atomic absorption spectrometry or flame atomic absorption spectrometry. Therefore, in trace analysis of environmental matrices performed via methods such as ICP-AES or ICP-OES, separation and enrichment steps are recommended according to the particular samples, analyte concentrations, and measurement techniques (Betiha et al., 2020). Pre-enrichment and matrix elimination steps including solid-phase extraction (SPE) (Khan et al., 2020; Nguyen et al., 2022; Baghaei et al., 2023) solvent extractions (Farajzadeh et al., 2009), co-precipitation (Atanassova et al., 1998), and ion exchange are commonly applied before moving on to begin the instrumental measurements (Liu et al., 2016; Vergara-Barberán et al., 2017; Yan et al., 2017; Liu et al., 2020).

SPE is commonly applied in a wide variety of studies as it offers relatively easy application steps with low costs, does not involve any toxic or otherwise possibly dangerous organic solvents, and is an appropriate technique to be used in preconcentrating or separating a wide array of organic and inorganic compounds (Behbahani et al., 2014). SPE has many other important advantages such as offering higher enrichment factors, straightforward handling processes with high levels of safety, high selectivity, and the ability to be combined with other popular detection techniques (Aydin & Soylak, 2007; Cui et al., 2007; Dakova et al., 2011).

The selectivity of SPE varies in accordance with the particular organic ligands attached to the support material (Fan et al., 2005). The selectivity also depends on variables such as the surface area and activity of the chosen solid support and the properties of the ligand that binds to the solid support (Ghaedi et al., 2013). Surface functionalized inorganic solids possessing assorted organic chelating groups can be feasibly used in processes of adsorption and enrichment of metal ions (Chui et al., 2007; El-Ashgar et al., 2009; Javanbakht et al., 2010). The possible supports include chemically functionalized silica gel, which offers appealing characteristics in terms of its mechanical and thermal stability, while also suffering from very minimal issues of swelling and shrinkage or microbial and radiation degradation (Zou et al., 2009). Silica gel, an effective sorbent often utilized in studies of trace levels of metal ions, usually contains large amounts of internal siloxane groups with active hydrogen atoms and silanol groups suitable for reactions with organosilyl-containing members to impart certain organic characteristics to the precursor inorganic support (Akman et al., 1992). Although such silanol groups can be appropriately applied for complexation or enriching of metal ions, they have rather limited selectivity for binding metal ions as a result of low acidity and other donor properties. However, modifying the silica gel surface by virtue of chemical retention using inorganic and organo-functional members will allow for the increase of the binding capacity and will also improve the selectivity of the silica gel (Liu & Liang, 2008).

Various organic compounds such as fluorescein (Alan et al., 2007), 2,3-dihydroxybenzaldehyde (Ngeontae et al., 2007) and aminothioamidoanthraquinone (Fan et al., 2007), xylenol orange (Jamali et al., 2007), 2-thiophenecarboxaldehyde (Akhond et al., 2006), di(n-propyl)thiuram disulphide (Amarasekara et al., 2009) 4-acylpyrazolone (Ngeontae et al., 2007) aminothioamidoanthraquinone (Goswami & Singh, 2002a), 1,8-dihydroxyanthraquinone (Sadeghi & Sheikhzadeh, 2009), murexide (Gübbük et al., 2012), oxime derivatives (Goswami & Singh, 2002b), resacetophenone and diphenyldiketone monothiosemicarbazone (Sharma et al., 2012) undergo immobilization on silica gel surfaces. The molecules that are most commonly used in these binding processes have the ability to chelate thanks to donor atoms that include nitrogen, oxygen, and sulphur, which have excellent capacity for establishing complexes that possess a number of metal ions, providing ideal features for selective extraction in some cases.

In this study, Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup> were preconcentrated using a stationary phase named Ile-PBA-Mix (Figure 1), which contains aromatic, aliphatic, and amide groups in its silica gel-based structure that we synthesized in a previous study (Aral et al., 2017).

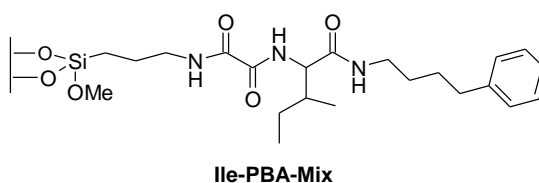


Figure 1. The structure of sorbent used in this study.

## 2. Material and Methods

### 2.1. Reagents and solutions

Ultrapure water was supplied from the Milli-Q Millipore device. Chemicals of analytical-grade purity were utilized in the course of all experiments, having been obtained from Merck. All pieces of glassware and plastic equipment were prepared by cleaning them with 2 mol/L HNO<sub>3</sub> and subsequently washing them with ultrapure water before using them. The pH of the medium was changed as needed by adding 0.1 mol/L HNO<sub>3</sub> and/or NaOH. Solutions were readied with the use of ultrapure water, with 1000 ppm Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup> solutions being diluted with ultrapure water to the desired concentration.

### 2.2. Instruments

An Optima 7000 DV device (PerkinElmer) for ICP-OES experimentation was utilized in measurements of the concentrations of Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup>. Filtering columns (1.0 cm × 10.0 cm) with polypropylene frits were utilized in the course of the SPE experimentation. The solution flow rates were calibrated with the help of a peristaltic pump (BT100-1L). A Thermo scientific Orion 3 Star pH Meter was utilized in the process of adjusting the pH of test solutions.

### 2.3. Column preparation

A glass column possessing an inner diameter of 0.5 cm and length of 50 cm with porous frits was filled with PBA-MIX to approximately 1.5 cm with preconditioning performed using 1 mol/L HNO<sub>3</sub> before the experimentation began. Following the enrichment experiment, HCl:water (1:4) was used to wash the column and it was stored properly until the next relevant step of experimentation.

## 2.4. Testing procedures

Analyte solutions of 0.25 µg mL<sup>-1</sup> concentration and volumes in the range of 250-2000 mL underwent adjustments of their pH values to 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, and 8.0 using an ammonium formate buffer to achieve the pH values of 3.0 and 4.0, an ammonium acetate buffer to achieve the pH values of 4.0-6.0, and an ammonium phosphate buffer to achieve the pH values of 6.0-8.0. Solutions that had been adjusted in this way were then passed through the column described above at flow rates of 2 mL/min. Metal ions retained by complexation underwent elution via the application of 8 mL of 0.25 mol/L HCl with flows of 2 mL/min. Metal ions were subsequently examined via ICP-OES.

## 3. Results and Discussion

### 3.1. pH effects

The process by which metal ions bind to chelating compounds, whether within solutions or by being charged to a solid support, is known to be dependent on many variables, mainly the characteristics of the metal ions themselves, such as their charge and size, as well as the characteristics of the donor elements and their binding properties and buffering variables (Ngeontae et al., 2007). The importance of these characteristics has been thoroughly described in the field of solution chemistry and in the context of the SPE of various metals with chelates that have undergone immobilization on the surfaces of solid supports (Ngeontae et al., 2007). The acidity of the solutions exerts crucial effects in the course of metal adsorption as binding sites of the chelating compounds undergo protonation through the actions of the protons in acidic solutions, while hydroxide can complex or precipitate many metals in basic solutions (Ghaedi et al., 2012). For this reason, the effects of the pH level on the extraction and binding of metal ions of PBA-Mix were investigated in this study in a range from 3 to 8 while ensuring that other parameters remained constant. While the adsorption of all ions increased from pH 3 to 7, it then began decreasing due to the stronger interaction of metal ions with mobile phases rich in hydroxyl ions. Therefore, for the following evaluations, a pH of 7 was determined as the optimum value for simultaneous pre-enrichment.

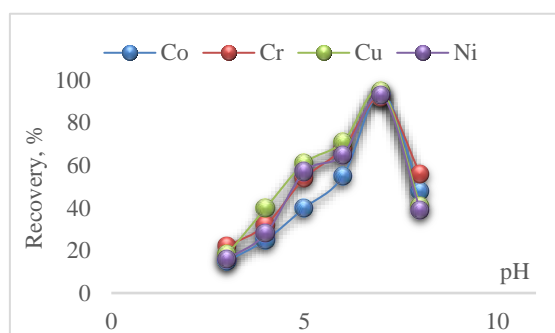


Figure 2. Effects of pH on preconcentration protocol applied for Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup>. Sorbent weight: 0.150 g; sample volume: 50 mL; eluent parameters: 8 mL of 0.25 mol L<sup>-1</sup> HCl; analyte concentration: 0.25 µg mL<sup>-1</sup>; sample and eluent flow rate: 2 mL/min.

### 3.2. Effects of sorbent weight

Impacts of the weighted amount of the solid phase in recovering the metal ions of interest were evaluated using various quantities of the selected solid phase ranging from 50 to 200 mg in weight under conditions wherein all other variables were held at the optimum values. Accordingly, the findings are presented in Figure 3, where it is clear that as the weighted amount of the solid phase increases, the rate of successful recovery also increases and the maximum value is reached when the weighted amount of the solid phase is 150 mg. Therefore, the weighted amount of the sorbent was selected to be 150 mg in the next round of experimentation.



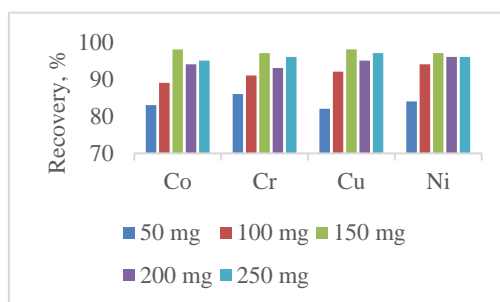


Figure 3. Effects of weighted sorbent amount on the outcomes of the protocol for preconcentrating Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup>. Sample pH: 7, sample volume: 50 mL; eluent parameters: 8 mL of 0.25 mol L<sup>-1</sup> HCl; analyte concentration: 0.25 µg mL<sup>-1</sup>; sample and eluent flow rate: 2 mL/min.

### 3.3. Effects of eluting solvent volumes and concentrations

The concentration of the wash solvent is another important variable in efforts to achieve the quantitative recovery of metal ions from sorbents. In such efforts, the goal is to recover the adsorbed metals of interest while using the smallest possible eluent volume. Ideally, it will be possible to achieve high factors of enrichment using efficiently limited volumes of the selected eluent. In this process, the acid concentration is another variable of significant relevance. At low proton concentrations, some problems arise as a direct result of the inadequacy of protonation occurring at the chelation sites, and when the acid concentrations are particularly high, they will exert significant influence in the course of performing the determination step (Liska, 1993). In general, efficiently performing the elution process for analytes in samples of higher volumes with smaller quantities of the relevant eluent results in higher factors of enrichment (Dakova et al., 2011). Therefore, in the research presented here, the eluting solvent was experimentally investigated by varying its concentration from 0.25 to 3 M and its volume within a range of 5-12 mL. In the course of this experimental process, it was observed that the highest quantitative recovery was achieved as a result of applying 8.0 mL of 0.25 M HCl (Figure 4).

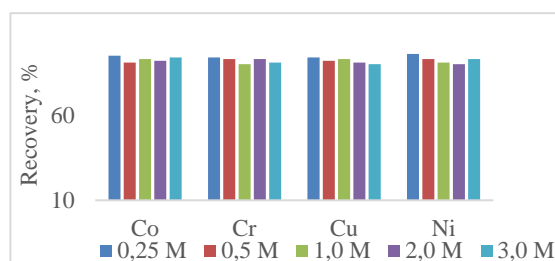


Figure 4. Effects of the applied concentrations of HCl as measured in mol L<sup>-1</sup> in desorbing Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup>. Sample pH: 7, weighted sorbent amount: 0.150 g; volume of the sample: 50 mL; analyte concentration: 0.25 µg mL<sup>-1</sup>; flow rates for sample and eluent: 2 mL/min.

### 3.4. Effects of volume of the sample

Enrichment studies are generally performed with the specific aim of recovering the analyte ions of interest from samples of large volumes. Working with samples of higher volumes makes it possible to obtain higher factors of enrichment. For this reason, determining the optimum value for sample volumes is obviously a step of crucial importance for researchers undertaking extraction studies (Ghaedi et al., 2012). The effect of the volume of the samples in efforts to recover the metallic analyte ions of interest was investigated in the present study while utilizing solutions that ranged from 50 to 250 mL in volume. While increasing the sample volume, the amounts of the selected metal ions were held at a stable level that did not vary in any of the solutions throughout the course of all performed experiments (0.25 µg mL<sup>-1</sup>) and the metal elements attached to the stationary phase underwent elution via the

administration of 8 mL of 0.25 M HCl. Quantitative recoveries were observed for all metal ions at 50 mL.

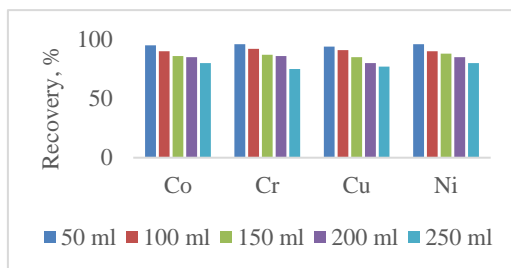


Figure 5. Effects of altering the volume of the samples for absorbance of Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup>. Sample pH: 7, weighted sorbent amount: 0.150 g; eluent parameters: 8 mL of 0.25 mol L<sup>-1</sup> HCl; analyte concentration: 0.25 µg mL<sup>-1</sup>, flow rates for eluent and samples: 2 mL/min.

### 3.5. Effects of flow rates for eluent and samples

For applications involving the use of SPE systems, a variable of particular importance is the sample solution's rate of flow. This variable significantly impacts the rate of recovery of the analytes; furthermore, it is the controlling factor for analysis time. Therefore, the effects of variations in the applied flow rate of the sample on the rate of recovery of the selected metal ions were evaluated within a range from 2 to 10 mL/min under otherwise optimized conditions in terms of variables such as pH and other eluent parameters. The results confirmed that these variations in the rate of flow did not significantly impact recovery rates for Cr<sup>3+</sup> or Cu<sup>2+</sup>. However, for all analytes, the most successful retentions were achieved in terms of the best quantitative values when the flow rate applied for the sample was 2 mL/min. Additionally, it was observed that higher recoveries in terms of flow rates were achieved for full binding of Co<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup> ions but chelation showed decreases due to insufficient time. For these reasons, the value of 2 mL/min was selected as the flow rate to be applied in the subsequent steps of experimentation (Figures 6a and 6b).

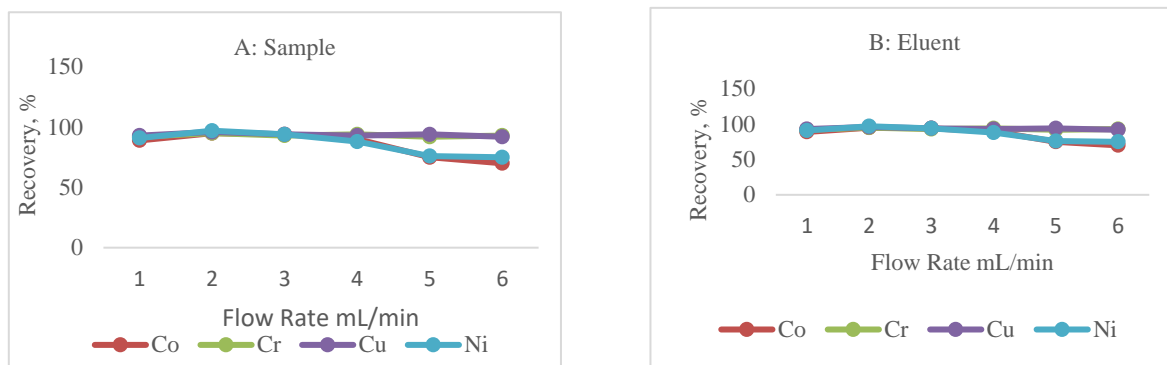


Figure 6. A: Effects of altering eluent flow rates on the outcomes of the protocol for preconcentrating Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup>. Sample pH: 7, weighted sorbent amount: 0.150 g; volume of the sample: 50 mL; eluent parameters: 8 mL of 0.25 mol L<sup>-1</sup> HCl; analyte concentration: 0.25 µg mL<sup>-1</sup>; constant, flow rate maintained for sample: 2 mL/min. B: Effects of altering sample flow rates on the outcomes of the protocol for preconcentrating Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup>. Sample pH: 7, weighted sorbent amount: 0.150 g; volume of the sample: 50 mL; eluent parameters: 8 mL of 0.25 mol L<sup>-1</sup> HCl; analyte concentration: 0.25 µg mL<sup>-1</sup>; constant flow rate maintained for eluent: 2 mL/min.

### 3.6. Effects exerted by interfering ions

The possibility of the effects arising from the presence of undesired foreign ions capable of instigating interaction processes with the metal ions of interest was investigated under optimized experimental conditions. Relative error of >5% was accepted in the experimental error range considered in this process. Experimentation was undertaken using model solutions containing Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup> ions at 0.25 µg/L with various amounts of interfering cations at different levels under the previously described optimized experimental conditions. As confirmed by the findings that are offered in figure 7, a mixture of all possible interfering ions was not observed. Recovery rates were not found to decrease with the absence of the analyte upon the experimental application of the selected concentrations (0.25 µg/L) of appropriate interfering ions. It can be reasonably concluded from these experimental findings that the PBA-Mix solid phase possesses excellent selectivity for the metal ions of interest. Furthermore, the protocol proposed here remains valid for the analysis of real-world samples that contain different levels of other ions.

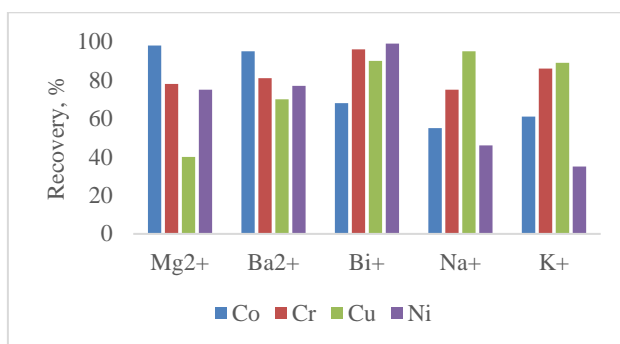


Figure 7. Effects exerted by selected interfering ions on the outcomes of the protocol for preconcentrating Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup>. Sample pH: 7, weighted sorbent amount: 0.150 g; volume of the sample: 50 mL; eluent parameters: 8 mL of 0.25 mol L<sup>-1</sup> HCl; analyte concentration: 0.25 µg mL<sup>-1</sup>; constant flow rate maintained for sample and eluent: 2 mL/min.

### 3.7. Analytical features

Another important factor to be considered in processes such as that described here is the limit of detection, constituting the smallest detectable concentration of the compound of interest causing signals above the noise level as per the definition offered by the IUPAC. The values that are equivalent to three times the standard deviations of the blanks for Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup> ions are 0.64, 1.7, 0.44, and 0.51, respectively. With the intention of investigating the proposed protocol's reproducibility and repeatability under the optimized conditions previously described above, a total of six experiments were undertaken with the same column. The findings are provided in Table 1. Lower relative standard deviation (RSD %) values indicate that the protocol offered in the present work boasts high levels of both repeatability and reproducibility for researchers seeking to undertake the enrichment of trace metal ions.

Table 1. Analysis of the analytical performance of the suggesting protocol under optimized experimental conditions. Sample pH: 7, weighted sorbent amount: 0.150 g; volume of the sample: 50 mL; eluent parameters: 8 mL of 0.25 mol L<sup>-1</sup> HCl; analyte concentration: 0.25 µg mL<sup>-1</sup>; constant flow rate maintained for sample and eluent: 2 mL/min

Parameters	Co <sup>2+</sup>	Cr <sup>3+</sup>	Cu <sup>2+</sup>	Ni <sup>2+</sup>
Linear range (ng/mL)	0.01-0.25	0.01-0.25	0.01-0.25	0.01-0.25
Limit of detection (ng/mL)	0.64	1.7	0.44	0.51
RSD %*	2.8	2.4	2.6	2.9

\*RSD=S<sub>r</sub>=S<sub>x</sub>100/x

## 4. Conclusion

In this Study, the efficiency of a silica-based amide-derived stationary phase, which we used as the HPLC stationary phase in our previous study, on the enrichment of Cu<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Co<sup>2+</sup>, and Ni<sup>2+</sup> metal ions from aqueous solutions by solid phase extraction method was investigated. In order to determine the optimum experimental conditions, the effects of pH, flow rate, sorbent amount, elution solvent concentration, sample volume and interference ions were studied. All metal ions were highly adsorbed to the stationary phase at pH 7 and were eluted with 8 mL of 0.25 mol/L HCl. It was found that this developed SPE method showed high selectivity towards all metal ions in the presence of interference ions and the low detection limit for all metal ions.

## References

- Akhond, M., Absalan, G., Sheikhan, L., Eskandari, M. M., & Sharghi, H. (2006). Di (n-propyl) thiuram disulfide bonded on silica gel as a new sorbent for separation, preconcentration, and measurement of silver ion from aqueous samples. *Separation and Purification Technology*, 52(1), 53-59. doi:10.1016/j.seppur.2006.03.014
- Akman, S., İnce, H., & Köklü, Ü. (1992). Determination of some trace elements in sea-water by atomic absorption spectrometry after concentration with modified silicas. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 7(2), 187-189. doi:10.1039/JA9920700187
- Alan, M., Kara, D., & Fisher, A. (2007). Preconcentration of heavy metals and matrix elimination using silica gel chemically modified with 2, 3-dihydroxybenzaldehyde. *Separation Science and Technology*, 42(4), 879-895. doi:10.1080/01496390601174182
- Ali, H., Khan, E., & Ilahi, I. (2019). Environmental chemistry and ecotoxicology of hazardous heavy metals: environmental persistence, toxicity, and bioaccumulation. *Journal of Chemistry*, 2019, 6730305. doi:10.1155/2019/6730305
- Amarasekara, A. S., Owereh, O. S., & Aghara, S. K. (2009). Synthesis of 4-acylpyrazolone Schiff base ligand grafted silica and selectivity in adsorption of lanthanides from aqueous solutions. *Journal of Rare Earths*, 27(5), 870-874. doi:10.1016/S1002-0721(08)60352-X
- Aral, H., Çelik, K. S., Altındağ, R., & Aral, T. (2017). Synthesis, characterization, and application of a novel multifunctional stationary phase for hydrophilic interaction/reversed phase mixed-mode chromatography. *Talanta*, 174, 703-714. doi:10.1016/j.talanta.2017.07.014
- Atanassova, D., Stefanova, V., & Russeva, E. (1998). Co-precipitative pre-concentration with sodium diethyldithiocarbamate and ICP-AES determination of Se, Cu, Pb, Zn, Fe, Co, Ni, Mn, Cr and Cd in water. *Talanta*, 47(5), 1237-1243. doi:10.1016/S0039-9140(98)00211-2
- Aydin, F. A., & Soylak, M. (2007). A novel multi-element coprecipitation technique for separation and enrichment of metal ions in environmental samples. *Talanta*, 73(1), 134-141. doi:10.1016/j.talanta.2007.03.007
- Baghaei, P. A. M., Mogaddam, M. R. A., Farajzadeh, M. A., Mohebbi, A., & Sorouraddin, S. M. (2023). Application of deep eutectic solvent functionalized cobalt ferrite nanoparticles in dispersive micro solid phase extraction of some heavy metals from aqueous samples prior to ICP-OES. *Journal of Food Composition and Analysis*, 117, 105125. doi:10.1016/j.jfca.2022.105125
- Behbahani, M., Bide, Y., Salarian, M., Niknezhad, M., Bagheri, S., Bagheri, A., & Nabid, M. R. (2014). The use of tetragonal star-like polyaniline nanostructures for efficient solid phase extraction and trace detection of Pb (II) and Cu (II) in agricultural products, sea foods, and water samples. *Food Chemistry*, 158, 14-19. doi:10.1016/j.foodchem.2014.02.110
- Betiha, M. A., Moustafa, Y. M., El-Shahat, M. F., & Rafik, E. (2020). Polyvinylpyrrolidone-Aminopropyl-SBA-15 schiff Base hybrid for efficient removal of divalent heavy metal cations from wastewater. *Journal of Hazardous Materials*, 397, 122675. doi:10.1016/j.jhazmat.2020.122675
- Chui, Y. M., Chang, X. J., Zhu, X. B., Luo, H. X., Hu, Z., Zou, X. J., He, Q. (2007). Chemically modified silica gel with p-dimethylaminobenzaldehyde for selective solid-phase extraction and preconcentration of Cr(III), Cu(II), Ni(II), Pb(II) and Zn(II) by ICP-OES. *Microchemical Journal*, 87(1), 20-26. doi:10.1016/j.microc.2007.04.004

- Cui, Y., Chang, X., Zhu, X., Luo, H., Hu, Z., Zou, X., & He, Q. (2007). Chemically modified silica gel with p-dimethylaminobenzaldehyde for selective solid-phase extraction and preconcentration of Cr (III), Cu (II), Ni (II), Pb (II) and Zn (II) by ICP-OES. *Microchemical Journal*, 87(1), 20-26. doi:10.1016/j.microc.2007.04.004
- Dakova, I., Vasileva, P., Karadjova, I., Karadjov, M., & Slaveykova, V. (2011). Solid phase extraction and diffusive gradients in thin films techniques for determination of total and labile concentrations of Cd (II), Cu (II), Ni (II) and Pb (II) in Black Sea water. *International Journal of Environmental and Analytical Chemistry*, 91(1), 62-73. doi:10.1080/03067310903195011
- El-Ashgar, N. M., El-Nahhal, I. M., Chehimi, M. M., Babonneau, F., & Livage, J. (2009). Preparation of ethylenediaminetriacetic acid silica-gel immobilised ligand system and its application for trace metal analysis in aqueous samples. *International Journal of Environmental and Analytical Chemistry*, 89(14), 1057-1069. doi:10.1080/03067310902717278
- Fan, Z., Hu, B., & Jiang, Z. (2005). Speciation analysis of vanadium in natural water samples by electrothermal vaporization inductively coupled plasma optical emission spectrometry after separation/preconcentration with thenoyltrifluoroacetone immobilized on microcrystalline naphthalene. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 60(1), 65-71. doi:10.1016/j.sab.2004.10.004
- Fan, J., Wu, C., Wei, Y., Peng, C., & Peng, P. (2007). Preparation of xylenol orange functionalized silica gel as a selective solid phase extractor and its application for preconcentration—separation of mercury from waters. *Journal of Hazardous Materials*, 145(1-2), 323-330. doi:10.1016/j.jhazmat.2006.11.025
- Farajzadeh, M. A., Bahram, M., Zorita, S., & Mehr, B. G. (2009). Optimization and application of homogeneous liquid-liquid extraction in preconcentration of copper (II) in a ternary solvent system. *Journal of Hazardous Materials*, 161(2-3), 1535-1543. doi:10.1016/j.jhazmat.2008.05.041
- Ghaedi, M., Rezakhani, M., Khodadoust, S., Niknam, K., & Soylak, M. (2012). The solid phase extraction of some metal ions using palladium nanoparticles attached to silica gel chemically bonded by silica-bonded N-propylmorpholine as new sorbent prior to their determination by flame atomic absorption spectroscopy. *The Scientific World Journal*, 2012, 764195. doi:10.1100/2012/764195
- Ghaedi, M., Montazerzohori, M., Hekmati, A., & Roosta, M. (2013). Solid phase extraction of heavy metals on chemically modified silica-gel with 2-(3-silylpropylimino) methyl-5-bromophenol in food samples. *International Journal of Environmental Analytical Chemistry*, 93(8), 843-857. doi:10.1080/03067319.2012.690148
- Goswami, A., & Singh, A. K. (2002a). 1, 8-Dihydroxyanthraquinone anchored on silica gel: synthesis and application as solid phase extractant for lead (II), zinc (II) and cadmium (II) prior to their determination by flame atomic absorption spectrometry. *Talanta*, 58(4), 669-678. doi:10.1016/S0039-9140(02)00374-0
- Goswami, A., & Singh, A. K. (2002b). Silica gel functionalized with resacetophenone: synthesis of a new chelating matrix and its application as metal ion collector for their flame atomic absorption spectrometric determination. *Analytica Chimica Acta*, 454(2), 229-240. doi:10.1016/S0003-2670(01)01552-5
- Gübbük, I. H., Hatay, I., Coşkun, A., & Ersöz, M. (2009). Immobilization of oxime derivative on silica gel for the preparation of new adsorbent. *Journal of Hazardous Materials*, 172(2-3), 1532-1537. doi:10.1016/j.jhazmat.2009.08.024
- Jamali, M. R., Assadi, Y., Shemirani, F., & Salavati-Niasari, M. (2007). Application of thiophene-2-carbaldehyde-modified mesoporous silica as a new sorbent for separation and preconcentration of palladium prior to inductively coupled plasma atomic emission spectrometric determination. *Talanta*, 71(4), 1524-1529. doi:10.1016/j.talanta.2006.07.034
- Jang, S. H., Min, B. G., Jeong, Y. G., Lyoo, W. S., & Lee, S. C. (2008). Removal of lead ions in aqueous solution by hydroxyapatite/polyurethane composite foams. *Journal of Hazardous Materials*, 152(3), 1285-1292. doi:10.1016/j.jhazmat.2007.08.003
- Javanbakht, M., Rudbaraki, H., Sohrabi, M. R., Attaran, A. M., & Badiei, A. (2010). Separation, preconcentration and determination of trace amounts of lead (II) ions in environmental samples using two functionalised nanoporous silica gels containing a dipyridyl sub-unit. *International*

- Journal of Environmental and Analytical Chemistry*, 90(13), 1014-1024.  
[doi:10.1080/03067310903045471](https://doi.org/10.1080/03067310903045471)
- Khan, W. A., Arain, M. B., & Soylak, M. (2020). Nanomaterials-based solid phase extraction and solid phase microextraction for heavy metals food toxicity. *Food and Chemical Toxicology*, 145, 111704. [doi:10.1016/j.fct.2020.111704](https://doi.org/10.1016/j.fct.2020.111704)
- Liska, I. (1993). On-line versus off-line solid-phase extraction in the determination of organic contaminants in water: advantages and limitations. *Journal of Chromatography A*, 655(2), 163-176. [doi:10.1016/0021-9673\(93\)83220-M](https://doi.org/10.1016/0021-9673(93)83220-M)
- Liu, R., & Liang, P. (2008). Determination of trace lead in water samples by graphite furnace atomic absorption spectrometry after preconcentration with nanometer titanium dioxide immobilized on silica gel. *Journal of Hazardous Materials*, 152(1), 166-171. [doi:10.1016/j.jhazmat.2007.06.081](https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.06.081)
- Liu, H., Zhang, M., Guo, Y., & Qiu, H. (2016). Solid-phase extraction of flavonoids in honey samples using carbamate-embedded triacontyl-modified silica sorbent. *Food Chemistry*, 204, 56-61. [doi:10.1016/j.foodchem.2016.02.102](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.02.102)
- Liu, H., Yu, H., Jin, P., Jiang, M., Zhu, G., Duan, Y., ..., & Qiu, H. (2020). Preparation of mesoporous silica materials functionalized with various amino-ligands and investigation of adsorption performances on aromatic acids. *Chemical Engineering Journal*, 379, 122405. [doi:10.1016/j.cej.2019.122405](https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.122405)
- Ngeontae, W., Aeungmaitrepirom, W., & Tuntulani, T. (2007). Chemically modified silica gel with aminothioamidoanthraquinone for solid phase extraction and preconcentration of Pb (II), Cu (II), Ni (II), Co (II) and Cd (II). *Talanta*, 71(3), 1075-1082. [doi:10.1016/j.talanta.2006.05.094](https://doi.org/10.1016/j.talanta.2006.05.094)
- Nguyen, T. H. D., Huynh, T. T. T., Dang, M. H. D., Nguyen, L. H. T., Doan, T. L. H., Nguyen, T. P., ..., & Tran, P. H. (2022). Ionic liquid-immobilized silica gel as a new sorbent for solid-phase extraction of heavy metal ions in water samples. *RSC Advances*, 12(31), 19741-19750. [doi:10.1039/D2RA02980D](https://doi.org/10.1039/D2RA02980D)
- Sadeghi, S., & Sheikhzadeh, E. (2009). Solid phase extraction using silica gel modified with murexide for preconcentration of uranium (VI) ions from water samples. *Journal of Hazardous Materials*, 163(2-3), 861-868. [doi:10.1016/j.jhazmat.2008.07.053](https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.07.053)
- Sharma, R. K., Pandey, A., Gulati, S., & Adholeya, A. (2012). An optimized procedure for preconcentration, determination and on-line recovery of palladium using highly selective diphenyldiketone-monothiosemicarbazone modified silica gel. *Journal of Hazardous Materials*, 209, 285-292. [doi:10.1016/j.jhazmat.2012.01.022](https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2012.01.022)
- Vergara-Barberan, M., Lerma-García, M. J., Simó-Alfonso, E. F., & Herrero-Martínez, J. M. (2017). Polymeric sorbents modified with gold and silver nanoparticles for solid-phase extraction of proteins followed by MALDI-TOF analysis. *Microchimica Acta*, 184, 1683-1690. [doi:10.1007/s00604-017-2168-5](https://doi.org/10.1007/s00604-017-2168-5)
- Yan, H., Xu, Y., Lu, Y., & Xing, W. (2017). Reduced graphene oxide-based solid-phase extraction for the enrichment and detection of microRNA. *Analytical Chemistry*, 89(19), 10137-10140. [doi:10.1021/acs.analchem.7b03138](https://doi.org/10.1021/acs.analchem.7b03138)
- Zou, X., Cui, Y., Chang, X., Zhu, X., Hu, Z., & Yang, D. (2009). Silica gel surface modified with sulfanilamide for selective solid-phase extraction of Cu (II), Zn (II) and Ni (II). *International Journal of Environmental and Analytical Chemistry*, 89(14), 1043-1055. [doi:10.1080/03067310902995148](https://doi.org/10.1080/03067310902995148)



## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

### Mikrodalga Ortamında Pamuk Elyafının C.I. Reaktif Yellow 138:1 Boyarmaddesi ile Boyanma Kinetiğinin İncelenmesi

Ayşe USLUOĞLU\*, Murat TEKER, Hilal Gülnur ALŞAN

Sakarya Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, 54050, Sakarya, Türkiye  
Ayşe USLUOĞLU, ORCID No: 0000-0002-7523-4210, Murat TEKER, ORCID No: 0000-0001-5589-1507,  
Hilal Gülnur ALŞAN, ORCID No: 0000-0002-6188-2743

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

#### Makale Bilgileri

Geliş: 20.07.2023  
Kabul: 18.01.2024  
Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1330002

#### Anahtar Kelimeler

Kinetik,  
Mikrodalga,  
Pamuk,  
Reaktif boyarmadde

**Öz:** Mikrodalga ortamında C.I. Reactive Yellow 138:1 boyarmaddesinin pamuk elyafı üzerine boyama proses çalışmaları yapıldı. Boya prosesleri, L, ML, M mikrodalga seviyelerinde, pamuklu kumaşın seçilen reaktif boyarmadde ile zamana bağlı olarak boyama işlemleri yapıldı. Tüm boyanan kumaşların K/S değerleri ölçüldü. Tüm veriler kullanılarak 0., I., II. Derece hız denklemleri oluşturuldu ve II. Derece hız denkleminde uygun olduğu belirlenerek hız sabitleri hesaplandı. Mikrodalga ortamda boyama renk derinliğinin zamana bağlı olarak arttığı görülmüştür. Konvansiyonel reaktif boyama proses süresi 90 dakikadır, boyalı kumaşın K/S değeri 6.35'tir. Mikrodalga ortamda L seviyesinde boyama süresi 10 dakikada tamamlanmıştır, boyalı kumaşın K/S değeri 6.72 olup, daha derin renk elde edilmiştir. Mikrodalga ortamda boyama işlem süresinin geleneksel yöntemlere göre oldukça azaldığı gözlemlenmiştir.

### Investigation of Dyeing Kinetics of Cotton Fiber with C.I. Reactive Yellow 138:1 Dyestuff in Microwave Media

#### Article Info

Received: 20.07.2023  
Accepted: 18.01.2024  
Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1330002

#### Keywords

Cotton,  
Kinetic,  
Microwave,  
Reactive dyestuff

**Abstract:** Dyeing process studies were carried out on cotton fiber of reactive dyestuff in microwave heating. Dyeing processes were performed at L, ML, M microwave levels, depending on time, with the reactive dyestuff for cotton fabric. The K/S values of all dyed fabrics were measured. 0., I., II. Ordered velocity equations were calculated. It was determined that the dyeing kinetics were in accordance with the II. order velocity equation, and rate constants were calculated from the velocity equation. It was observed that the color depth of dyeing increased with time. The conventional reactive dyeing process time is 90 minutes, the K/S value of the dyed fabric is 6.35. The L mode dyeing time in microwave environment was completed in 10 minutes, the K/S value of the dyed fabric was 6.72, and a deeper color was obtained. It has been observed that the cotton dyeing process time with microwave heating is significantly reduced compared to the traditional cotton dyeing process.

#### 1. Giriş

Mikrodalgalar, elektromanyetik spektrumun kızılötesi ve radyo frekansları arasında yer almaktadır. 1mm -1m arasındaki dalga boylarına sahip (frekansları sırasıyla 300 GHz - 300 MHz arasında) elektromanyetik ışımalarıdır.

Mikrodalga iyonik parçacıkların göçü ya da dipolar parçacıkların rotasyonu ile moleküler bir hareket başlar. Malzeme cinsine göre absorbe, yansıma ya da geçirimsiz olabilirler (Sutton, 1989). Dipolar moleküller elektrik alan içerisinde dönme momenti kazanıp, hareketlenirler. Bu hareket ile moleküller sürtünerek, çarparak ısı üretimi olur ve mikrodalga enerjisini iyi içerisine alan malzemeler bu şekilde hızlıca ısınırlar (Jennie, 2009).

Mikrodalga ortamında numunenin ısınması iç kısımdadır ve konvansiyonel ısıtma yöntemlerine göre oldukça farklıdır. Mikrodalgaların su içeren maddeler tarafından emilme ve metal dışındaki maddelerden geçebilme gibi özellikleri, ısınmanın dış yüzeyden başlayan konvansiyonel ısıtma yöntemlerinin aksine mikrodalga enerjisi ile iç kısımda, hızlı ve uniform bir ısıtma sağlar (Thostenson & Chou, 1999). İşlem gören numunede sıcaklığın homojen bir şekilde yayılmasından dolayı termal gerilmeler azalmaktadır (Kutbay & Kuşkonmaz, 2004). Mikrodalga ısıtma yönteminin birçok avantajına rağmen dezavantajlarından biri mikrodalga radyasyonudur ve uygun bir Faraday kafesi kullanımı ile engellenebilmektedir. Diğer önemli bir dezavantajı da mikrodalgalar metal yüzeylerden yansıma yaparlar (Elshemy & Haggag, 2019). Bu durum mikrodalga sistem içeren reaktör, boyama makinasının tasarımında ve yapımında hangi malzemelerin kullanılabilceği konusunda sınırlamalar getirir. Bu sınırlamalar, mikrodalga boyama işlemlerinin endüstriyel ölçekte büyütülmesi ve optimize edilmesi için zorluklar ortaya çıkarmaktadır. Bu engellerin aşıldığı endüstriyel işlemlerde ısıtma, proses süresini ve enerji maliyetlerini azaltması nedeniyle tercih edilmektedir. Mikrodalga teknolojisi kullanım alanı günden güne genişlemekte ve çeşitli malzemelerin işlenmesinde daha yaygın bir yöntem olmaya başlamıştır. Mikrodalga enerjisi kullanımına örnek olarak, gıda sektöründe pişirme (Konak ve ark., 2009), sterilizasyon (Turgut, 2016), pastörizasyon (Deghan ve ark., 2012), seramik üretiminde sinterleme (Agrawal, 2006), çimlenmeyi artırma (Eroğlu & Selçuk Cirit, 2019), kimyasal reaksiyonlarda (Keglevich, 2022) verilebilir. Tekstil sektöründe kumaşlara uygulanan yüksek enerji gerektiren ön işlem, boyama, apre, kurutma işlemlerinde mikrodalga teknolojisi kullanımının önü açıktır. Öner ve arkadaşlarının mikrodalga ortamında poly (butylene terephthalate) elyafını dispers boyarmaddeler ile boyama çalışmasında, konvansiyonel yöntemlere göre çok daha az sürede iyi boyarmadde fiksesi sağlandığı belirtilmiştir (Oner ve ark., 2013). Farklı Polyester kumaşların mikrodalga ortamında boyama çalışmalarında, konvansiyonel yöntemlere göre daha kısa zamanda daha yüksek verimde boyarmadde fiksesi sağlanmış, daha iyi fiziksel ve yaş haslık değerlerine ulaşıldığı belirtilmiştir (Elshemy ve ark., 2017). Nylon elyafın mikrodalga ortamında doğal sarı boyarmaddeler ile düzgün bir şekilde boyandığı önceki çalışmalarda belirtilmiştir (Rehman ve ark., 2022). Diğer bir çalışmada da, mikrodalga ortamında PES elyafa yapılan ön işlem sonunda boyarmadde çekim oranının üç kat arttığı belirtilmiştir (Kale & Bhat, 2011).

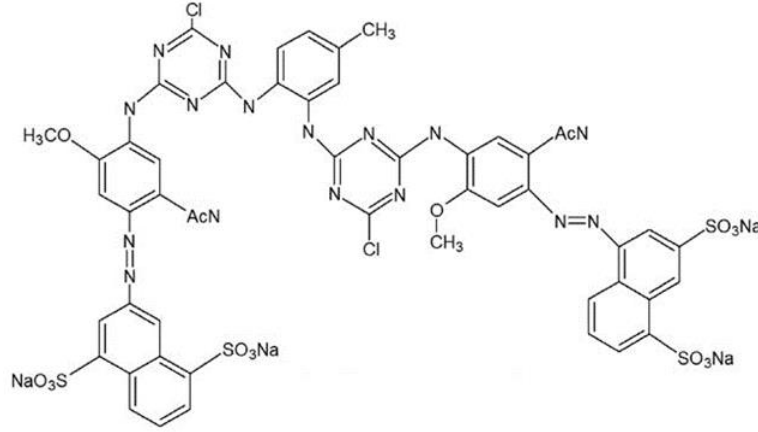
Pamuk elyafı kullanılan en eski elyaf türlerinden biridir. Günümüzde de yaygın olarak kullanılmaya devam etmektedir (Cevheri & Şahin, 2020). 19. Yüzyıla kadar doğal boyarmaddelerle boyanırken, sentetik boyarmaddelerin keşfinden ve yaygın olarak kullanılmasından sonra farklı boyama prosesleri geliştirilmiştir (Başer & İnanıcı, 1990). Günümüzde pamuk elyafının boyanmasında kullanım amacına, istenilen renk ve özelliklerine bağlı olarak farklı yapıdaki reaktif boyarmaddeler çok önemli ölçüde kullanılmaktadır (Çalışkan, 2021).

Bu çalışmanın amacı pamuklu kumaşların reaktif boyarmaddeler ile boyanma işleminde mikrodalga ısıtma sistemi kullanarak, boyama süresini azaltılması ve buna bağlı olarak enerji maliyetlerini azaltan yeşil boyama prosesi oluşturmak ve boyama işlemini kinetik açıdan incelemektir.

## 2. Materyal ve Yöntem

DeneySEL çalışmalarda %100 pamuk, boyamaya hazır ön işlemleri yapılmış örme kumaş kullanılmıştır. Boyamaya yardımcı malzeme olarak Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> kullanılırken, pamuklu kumaşı renklendirme için (C.I.ReactiveYellow 138:1) ticari adı Iyozol Yellow HEYL olan sarı renkli reaktif boyarmadde, mikrodalga fırın olarak Kumtel marka KUM-1225 (1150 W) modeli kullanılmıştır. Boyalı kumaşların boyarmadde çekim ve absorbans değerleri Gretag Macbeth Color Eye 7000 renk spektrofotometresinde ölçülmüştür (Alşan, 2019). Haslık testleri için ECE fosfat test deterjan B, Sodyum perborat tetra hidrat, sürtme haslığı pamuklu test kumaşı, multifiber kullanılmıştır. Haslık testleri değerlendirilmeleri için Laborteks marka ışık kabini ve gri skala kullanılmıştır.





Şekil 1. Çalışmada kullanılan boyarmaddenin kimyasal yapısı (C.I. Reactive Yellow 138:1) (Rahman ve ark., 2015).

Mikrodalga fırınının seviyelerine göre güç değerleri Çizelge 1.'de gösterilmiştir.

Çizelge 1. Mikrodalga fırınının güç seviyeleri

Mikrodalga Gücü	Mikrodalğanın Ayar Seviyeleri				
	L Seviyesi	ML Seviyesi	M Seviyesi	MH Seviyesi	H Seviyesi
% Güç	% 17	% 40	% 66	% 85	% 100
(W) Güç	195.50	460.00	759.00	977.50	1150.00

## 2.1. Kullanılan boyarmaddenin mikrodalga ortamında boyama kinetik çalışmaları

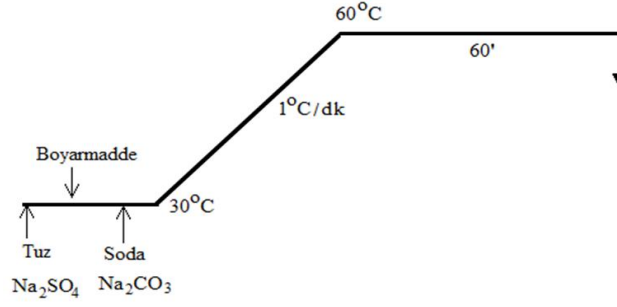
Iyazol Yellow HEYL (C.I.Reactive Yellow 138:1) boyarmaddesinin %4 oranında çözeltisi hazırlandı. Boyama banyosunun bileşenleri olarak 1/100 flotte oranında (kumaş/boyama çözelti oranı), %0.5 boyarmadde konsantrasyonu ve bu konsantrasyona göre hesaplanmış olan miktarlarda 20 g/L. Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 5 g/L. Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> kullanıldı. Hazırlanan boyama banyosunun pH değerleri 10,60- 10,80 arasındadır. Hazırlanan boyama banyolarında kumaşlar L, ML, M mikrodalga seviyelerinde ve zamana bağlı olarak 2, 4, 8, 12, 16, 20, 24, 28 ve 32 dakika sürelerinde boyama işlemleri yapıldı. Boyama sonucunda kumaşlar reaktif boyama sonu yıkama prosesine tabi tutuldu, 60°C'de kurutulup, spektrofotometrede renk ölçümleri yapıldı, K/S değerleri belirlendi. Boyama zamanına göre elde edilen K/S değerlerinden, 0. Derece, I. Derece ve II. Derece boyama kinetik hız hesapları yapılarak, en uygun hız denklemlerinden hız sabitleri tayin edilmiştir. Geri bırakma, desorpsiyon çalışmaları yapılmamıştır.

## 2.2. Konvansiyonel boyama yöntemi ile mikrodalga ortamda boyama yönteminin karşılaştırma çalışmaları

Iyazol Yellow HEYL boyarmaddesinin %4 oranında çözeltisi hazırlandı. Boyama banyosunun bileşenleri olarak 1/100 flotte oranı (kumaş/boyama çözelti oranı), % 1,50 boyarmadde konsantrasyonu ve bu konsantrasyona göre hesaplanmış olan miktarlarda 20 g/L. Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 5 g/L. Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> kullanıldı. Boyama işlemine 30°C'de başlandı, kademeli 1°C/dak. olacak şekilde banyo 60°C'ye ısıtıldı ve bu derecede 60 dakika süresince boyama işlemi yapılmıştır. Boyama işlemi Şekil 2. de gösterilen diyagrama göre yapıldı.

Konvansiyonel reaktif boyama yöntemine göre mikrodalga boyama yönteminin boyarmadde çekim ve haslık özelliklerini karşılaştırmak için mikrodalga ortamında aynı içerikli, %1.50 boyarmadde konsantrasyonunda boyama işlemi yapılmıştır. Mikrodalgada L seviyesinde 10 dakika, ML seviyesinde 8 dakika, M seviyesinde 6 dakika boyama işlemi yapılmıştır. Mikrodalga gücü arttıkça daha kısa sürede boyama işleminin tamamlanacağı öngörüldüğü için güç arttırılınca boyama süresi azaltılmıştır. Konvansiyonel ve mikrodalga yöntemine göre boyanan tüm kumaşlar reaktif boyama sonu yıkama

prosesine tabi tutuldu, 60°C’de kurutulup, spektrofotometrede renk ölçümleri yapıldı, K/S değerleri belirlendi.



Şekil 2. Konvansiyonel reaktif boyama diyagramı.

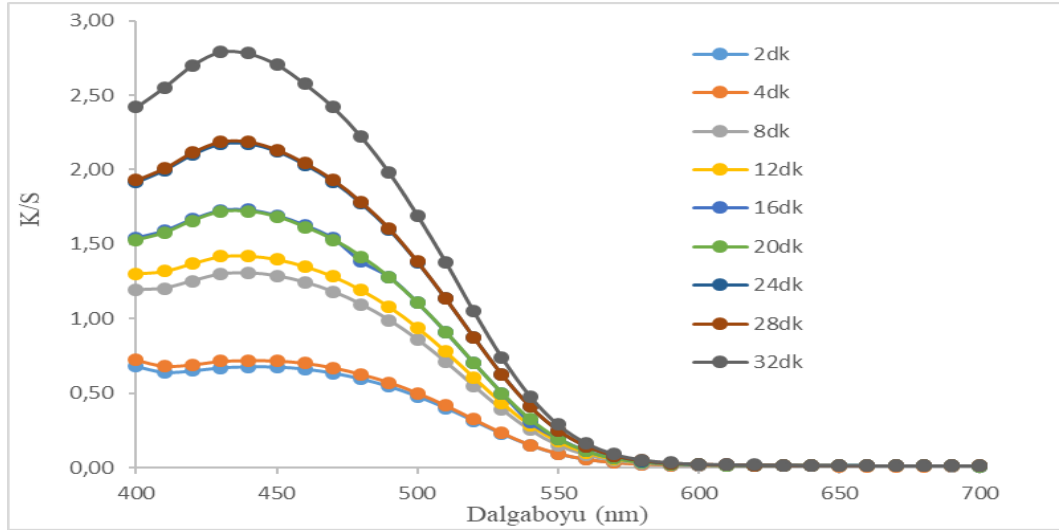
### 2.3. Haslık testlerinin yapılması

Konvansiyonel yöntemde ve mikrodalga ortamında boyanan, yıkanan tüm kumaşlara yıkama haslığı ISO 105 C06 A2S metoduna, kuru ve yaş sürtme haslıkları ISO 105-X12 metoduna göre yapılmıştır. Boyanan kumaşların gri skala ile ISO 105 A02 ve ISO 105 A03 metoduna göre haslık değerlendirmeleri yapılmıştır.

## 3. Bulgular

### 3.1. C.I. Reactive Yellow 138:1 boyarmaddesinin mikrodalğanın L seviyesinde boyama prosesi kinetik çalışmaları

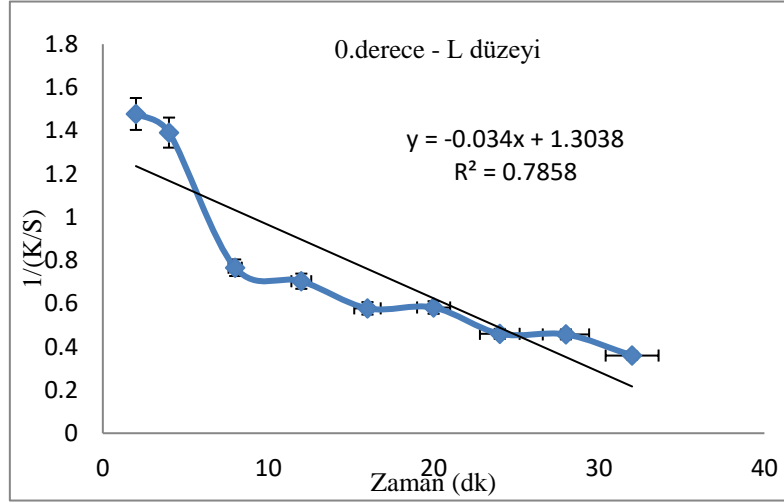
C.I. Reactive 138:1 ile mikrodalga L seviyesinde boyanan kumaşların renk değerleri spektrofotometrede ölçüldü, K/S değerleri hesaplandı. Dalga boyuna göre K/S değerlerini gösteren grafik elde edildi (Şekil 3).



Şekil 3. C.I. Reactive Yellow 138:1 boyarmaddesinin mikrodalğanın L düzeyi K/S-dalgaboyu eğrileri.

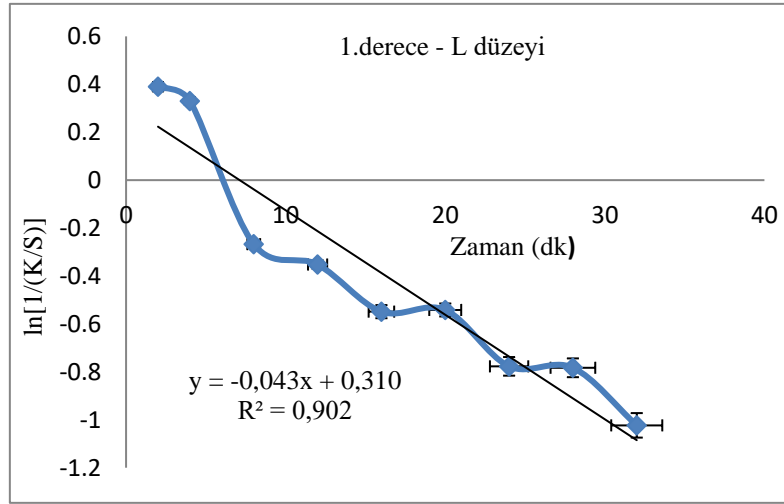
En yüksek K/S (440 nm’deki) değerleri alındı, (Sıfırıncı) 0. Derece kinetik değerleri için C (konsantrasyon)  $C=1/(K/S)$  formülü uygulanarak hesaplamalar yapıldı. I. Derece kinetik değerleri için  $\ln C$  değerleri hesaplanıp, grafikler oluşturuldu. II. Derece kinetik hesaplamalarında, K/S değerleri için  $1/C = K/S$  formülü kullanılarak grafikler oluşturuldu.

0. Derece kinetik hesaplamaları (Şekil 4) te gösterilmiştir.



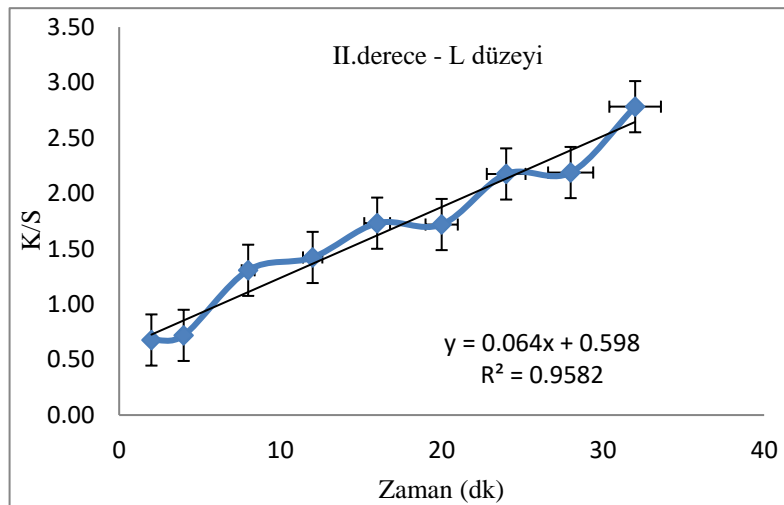
Şekil 4. Mikrodalga L seviyesinde boyamanın 0. derece kinetik hız denklem grafiği.

I. Derece kinetiği (Şekil 5)'te gösterilmiştir.



Şekil 5. Mikrodalga L seviyesi boyamanın I. Derece kinetik hız denklem grafiği.

II. Derece kinetiği (Şekil 6)'da gösterilmiştir.

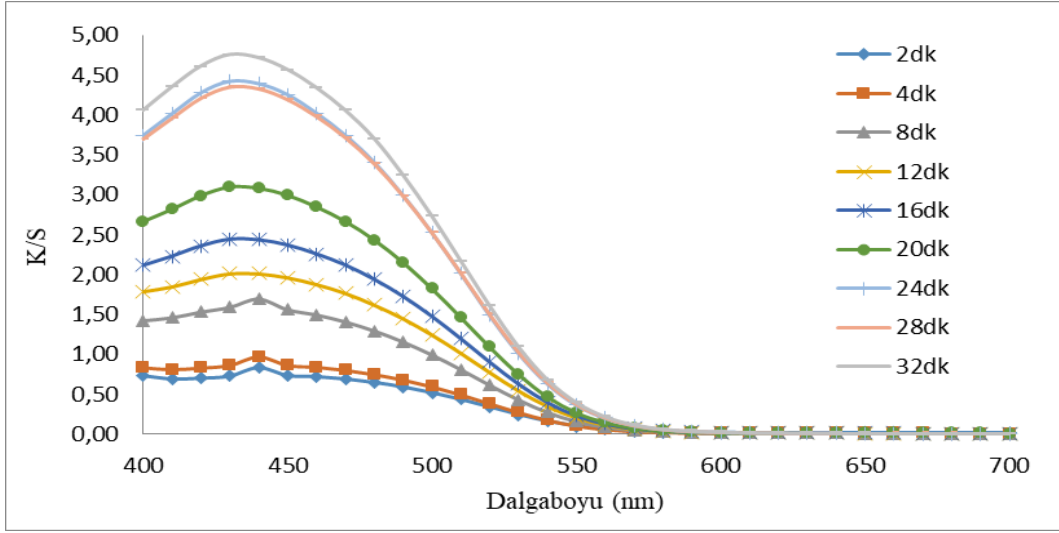


Şekil 6. Mikrodalga L seviyesi boyamanın II. Derece kinetik hız denklem grafiği.

Grafikten elde edilen verilere göre regresyon analizi yapılarak doğru denklemleri hesaplandı ve Çizelge 4'te gösterilmiştir. L seviyesinde boyama kinetiğinin II. derece olduğu gözlemlenmiştir.

### 3.2. C.I. Reactive Yellow 138:1 boyarmaddesinin mikrodalganın ML seviyesinde boyama prosesi kinetik hesaplamaları

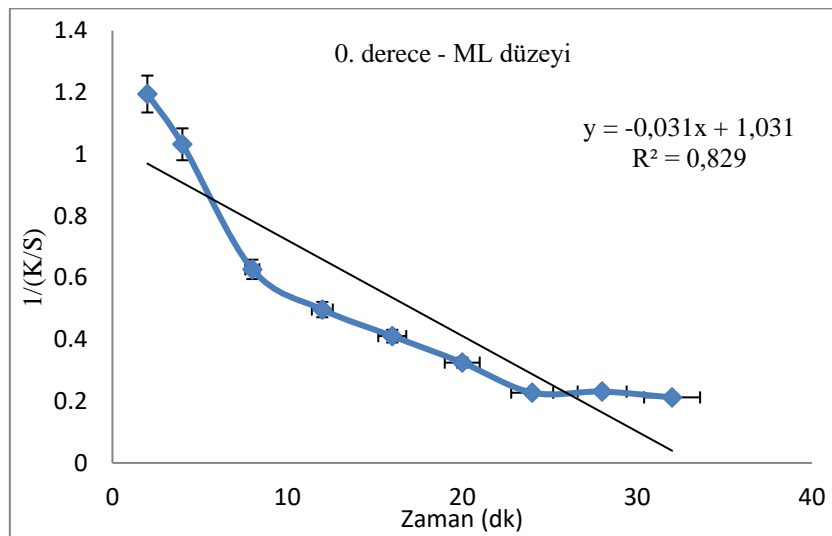
C.I. Reactive 138:1 ile mikrodalga L seviyesinde yapılan boyanan kumaşların renk değerleri spektrofotometrede ölçüldü, K/S değerlerinin hesaplamaları yapıldı. Dalga boyuna göre K/S değerlerini gösteren grafik elde edildi (Şekil 7).



Şekil 7. C.I. Reactive Yellow 138:1 boyarmaddesinin mikrodalganın ML düzeyi K/S-dalgaboyu eğrileri.

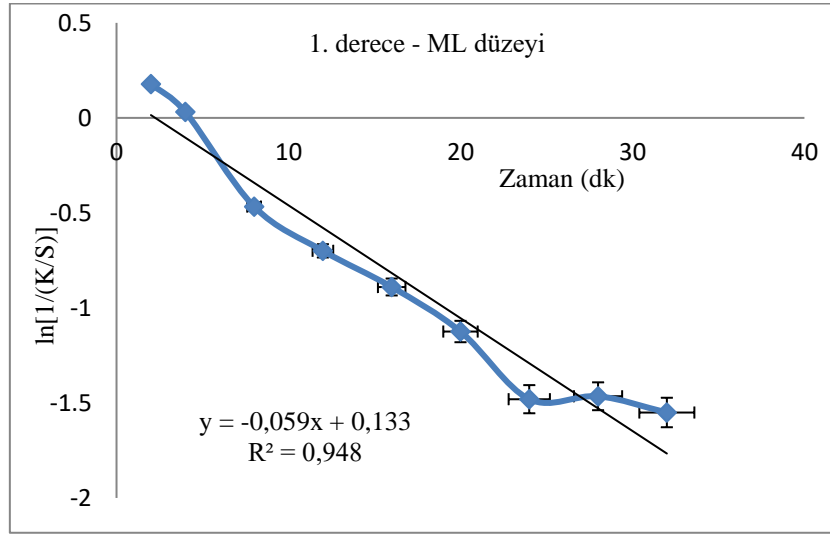
En yüksek K/S (440 nm'deki) değerleri alındı, 0. derece kinetik değerleri için C (konsantrasyon)  $C=1/(K/S)$  formülü uygulanarak hesaplamalar yapıldı. I. Derece kinetik değerleri için  $\ln C$  değerleri hesaplanıp, grafikler oluşturuldu. II. Derece kinetik hesaplamalarında, K/S değerleri için  $1/C = K/S$  formülü kullanılarak grafikler oluşturuldu.

0. Derece kinetik hesaplamaları (Şekil 8)'de gösterilmiştir.



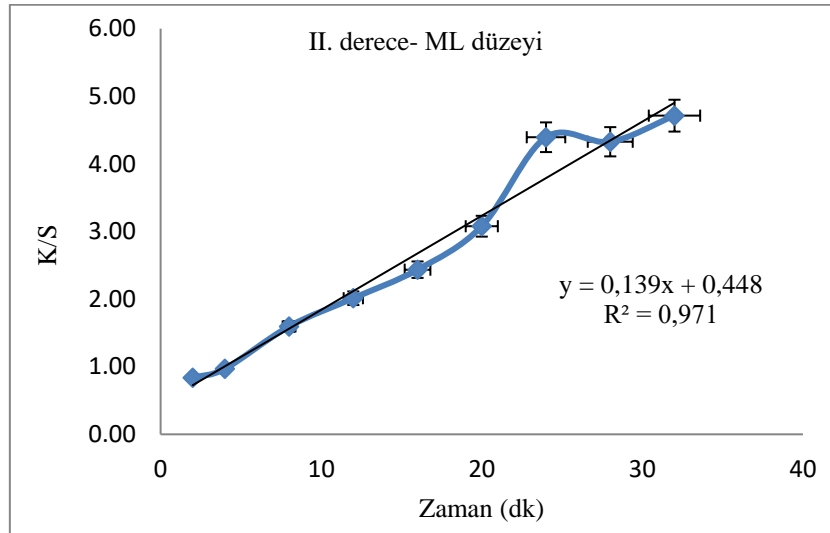
Şekil 8. Mikrodalga ML seviyesinde boyamanın 0. derece kinetik hız denklem grafiği.

I. Derece kinetiği (Şekil 9)'da gösterilmiştir.



Şekil 9. Mikrodalga ML seviyesinde boyamanın I. derece kinetik hız denklem grafiği.

II. Derece kinetiği (Şekil 10)'da gösterilmiştir.



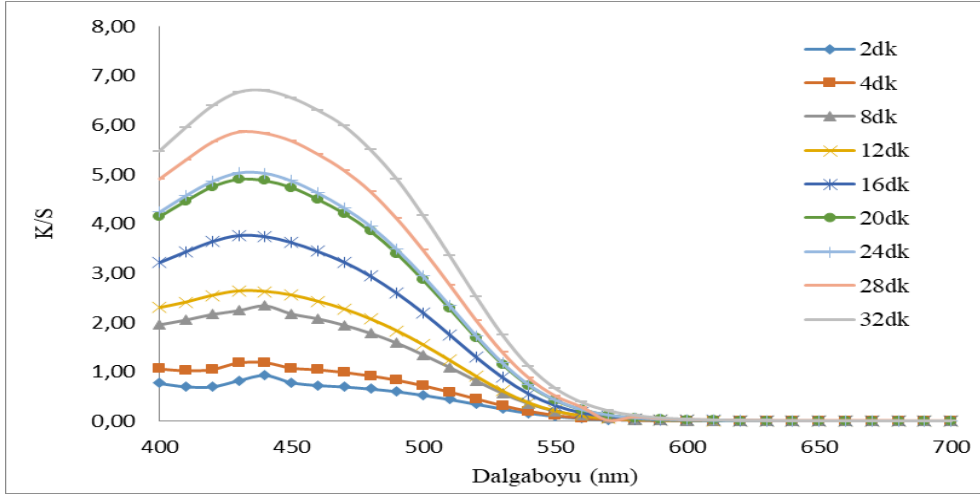
Şekil 10. Mikrodalga ML seviyesinde boyamanın II. derece kinetik hız denklem grafiği.

Grafikten elde edilen verilere göre regresyon analizi yapılarak doğru denklemleri hesaplandı ve Çizelge 4'te de gösterilmiştir. ML seviyesinde boyama kinetiğinin II. derece olduğu gözlemlenmiştir.

### 3.3. C.I. Reactive Yellow 138:1 boyarmaddesinin mikrodalga ortamında M seviyesinde boyama prosesi kinetik çalışmaları

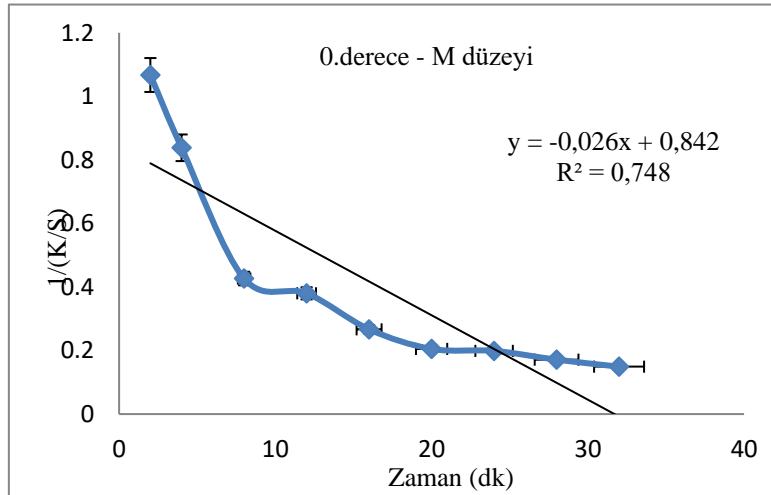
C.I. Reactive 138:1 boyarmaddesi ile M seviyesinde mikrodalga ortamında boyanan kumaşların renk değerleri spektrofotometrede ölçüldü, K/S değerleri belirlendi. Dalga boyuna göre K/S değerlerini gösteren grafik elde edildi (Şekil 11).

En yüksek K/S (440 nm'deki) değerleri alındı, 0. Derece kinetik değerleri için C (konsantrasyon)  $C=1/(K/S)$  formülü uygulanarak hesaplamalar yapıldı. I. Derece kinetik değerleri için  $\ln C$  değerleri hesaplanıp, grafikler oluşturuldu. II. Derece kinetik hesaplamalarında, K/S değerleri için  $1/C = K/S$  formülü kullanılarak grafikler oluşturuldu.



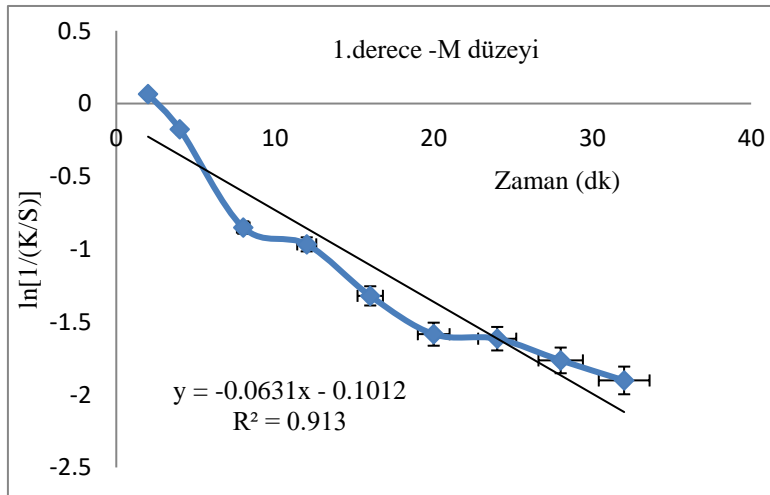
Şekil 11. C.I. Reactive Yellow 138:1 boyarmaddesinin mikrodalga ortamında M düzeyi K/S-dalgaboyu eğrileri.

0. Derece kinetik hesaplamaları (Şekil 12)'de gösterilmiştir.



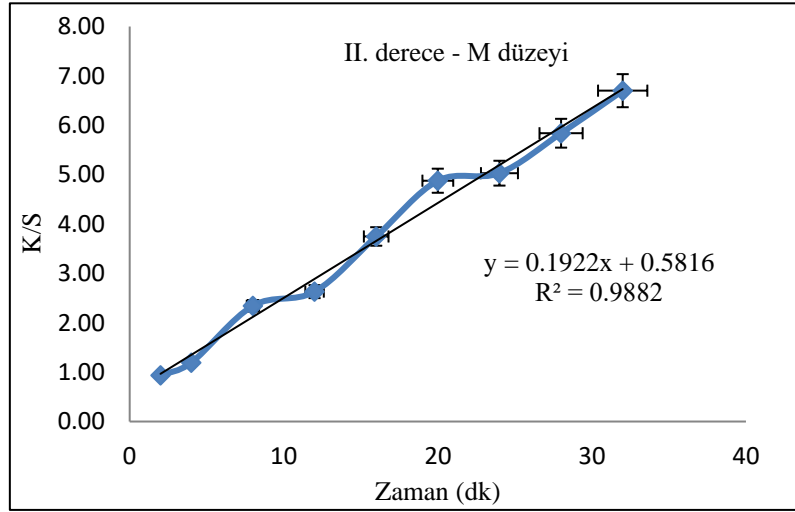
Şekil 12. Mikrodalga M seviyesinde boyamanın II. derece kinetik hız denklem grafiği.

I. Derece kinetiği (Şekil 13)'te gösterilmiştir.



Şekil 13. Mikrodalga M seviyesinde boyamanın I. derece kinetik hız denklem grafiği.

II. Derece kinetiği (Şekil 14)'te gösterilmiştir.



Şekil 14. Mikrodalga M seviyesinde boyamanın II. derece kinetik hız denklem grafiği.

Grafikten elde edilen verilere göre regresyon analizi yapılarak doğru denklemleri hesaplandı ve Çizelge 4'te de gösterilmiştir. M seviyesinde boyama kinetiğinin II. Derece olduğu görülmüştür.

### 3.4. Geleneksel ve mikrodalga ortamda boyama yöntemlerinin karşılaştırılması

Çizelge 2'de geleneksel ve mikrodalga ortamda reaktif boyama proseslerinde boyanan kumaşların fotoğrafları gösterilmiştir. Çizelge 2'de görüldüğü üzere boyanan kumaşların düzgün bir şekilde, abraj yapmadan boyandığı görülmektedir. Mikrodalga ortamında L seviyesinde 10 dakika boyama sonunda en yüksek renk derinliğine ulaşılmıştır. Konvansiyonel reaktif boyama metodunda boyanan kumaşa göre, mikrodalga ortamda L seviyesinde 10 dakika boyanan kumaş daha koyu renkli ve en yakın renk derinliğindedir. ML seviyesi 8 dakika ve M seviyesi 6 dakikada boyanan kumaşlar konvansiyonel yöntemle göre çok az bir oranda daha açık renk derinliğine sahiptirler. Bu deneyler üç defa tekrarlanmıştır ve benzer sonuçlara ulaşılmıştır. Kinetik çalışmalardaki verilere göre mikrodalga gücü arttırıldıkça daha kısa sürede boyamanın tamamlanacağı ön görülmüş olsa da, en iyi renk verimliliğine mikrodalga ortamında 10 dakika boyama sonunda ulaşıldığı gözlemlenmiştir.

Çizelge 2. Konvansiyonel ve mikrodalga ortamda boyanan kumaşların görselleri

Konvansiyonel Boyama 60°C'de 60 dak.	Mikrodalga L Seviyesi 10 dak.	Mikrodalga ML Seviyesi 8 dak.	Mikrodalga M Seviyesi 6 dak.

Çizelge 3'te geleneksel ve mikrodalga ortamda reaktif boyama proseslerinde boyanan kumaşların renk derinlik, yıkama haslık ve sürtme haslık değerleri belirtilmiştir. Geleneksel reaktif boyama ve mikrodalga ortamda boyama yapılan kumaşların renk derinlikleri spektrofotometrede

ölçüldü, K/S değerleri belirlendi. Konvansiyonel yöntemde boyama işlemi toplam 90 dakikada tamamlanırken, mikrodalga ortamda boyama yönteminde 10 dakika içerisinde tamamlanmaktadır. Mikrodalga ortamında boyama süresinin çok kısa olmasına rağmen konvansiyonel yöntemde göre çok yakın K/S renk değerlerine ulaşılmaktadır. Büyükkakıncı ve arkadaşları, organik pamuk elyafının doğal boyarmaddeler ile konvansiyonel yöntemde göre boyama süresi toplamda altmış dakika sürerken, mikrodalga ortamında boyama yönteminde 10 dakikada boyama işleminin tamamlandığı ve geleneksel yöntemde göre daha yüksek K/S değerlerine ulaşıldığı, yıkama haslık değerlerinin de 0.5 puan arttığı belirtilmiştir (Büyükkakıncı ve ark., 2021).

Konvansiyonel ve mikrodalga yönteminde boyanan kumaşlara ISO 105 C06 A2S yöntemine göre uygulanan yıkama haslık test sonuçlarında benzer sonuçlar gözlemlenmiştir. Mikrodalga yöntemine göre boyanan kumaşların yıkama haslık Nylon kirletme değerlerinin 0.5 puan daha iyi olduğu görülmüştür. Konvansiyonel ve mikrodalga yönteminde boyanan kumaşlara ISO 105-X12 yöntemine göre uygulanan kuru sürtme haslık test sonuçlarında benzer sonuçlar gözlemlenmiştir. Mikrodalga yöntemine göre boyanan kumaşların yaş sürtme haslık değerinin 0.5 puan daha iyi olduğu görülmüştür. Mikrodalga ortamda boyama yönteminin haslıklar üzerinde olumlu bir etkisi olduğu gözlemlenmiştir. Molla ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada da, mikrodalga ortamda boyanan kumaşların yıkama, sürtme ve ter haslık değerlerinin konvansiyonel yöntemde göre yaklaşık bir puan değerinde arttığı belirtilmiştir (Molla ve ark., 2014).

Çizelge 3. Geleneksel ve mikrodalga ortamda boyanan kumaşların renk derinliği ve yaş haslık değerleri

	K/S	Yıkama Haslığı ISO 105 C06 A2S							Sürtme Haslığı ISO 105-X12	
		Renk Değ.	Multifiber Kirletme Değeri						Kuru	Yaş
			Yün	Akrilik	PES	Nylon	Pamuk	Asetat		
Konvansiyonel Boyama 60°C'de 60 dak.	6.35	4/5	5	5	5	4	4	5	4	3/4
Mikrodalga L Seviyesi 10 dak.	6.72	4/5	5	5	5	4/5	4	5	4/5	4
Mikrodalga ML Seviyesi 8 dak.	6.07	4/5	5	5	5	4/5	4	5	4/5	4
Mikrodalga M Seviyesi 6 dak.	6.21	4/5	5	5	5	4/5	4	5	4/5	4

#### 4. Tartışma ve Sonuç

Mikrodalga ortamında L, ML ve M seviyelerinde C.I. Reactive Yellow 138:1 boyarmaddesi ile zamana bağlı olarak yapılan boyama proseslerinin spektrofotometrede ölçtüğümüz renk değerlerinden 0. derece, I. derece ve II. dereceden hız denklemlerinin grafiklerini incelediğimizde, Bulduğumuz en uygun boyama kinetiğinin II. derece olduğu hesaplanmıştır, değerler Çizelge 4'te belirtilmiştir. Wang ve arkadaşları, geleneksel yöntem ile reaktif boyama prosesinin de, ayrıca tuz/su içermeyen ortamda yaptıkları boyama prosesinin de II. Derece olduğunu belirtmişlerdir (Wang ve ark., 2018). Boyama yöntemlerimiz farklı da olsa reaktif boyama kinetiğinin II. Dereceye en uygun olduğu görülmektedir.

II. Derece hız sabiti, (1) formülü kullanılarak hesaplanmıştır (Wang ve ark., 2018).

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{1}{q_e} t \quad (1)$$



Çizelge 4. Mikrodalga ortamında L, ML, M seviyelerinde boyanma prosesinden elde edilen II. Dereceden hız denklemleri

Mikrodalğanın Ayar Seviyeleri	II. Derece Hız Denklemleri	R <sup>2</sup>	k (hız Sabiti) [s <sup>-1</sup> ]
L	$y = 0.064x + 0.598$	0.958	$0.72 \times 10^{-2}$
ML	$y = 0.139x + 0.448$	0.971	$4.31 \times 10^{-2}$
M	$y = 0.1922x + 0.5816$	0.988	$6.35 \times 10^{-2}$

C.I. Reactive Yellow 138:1 boyarmaddesiyle yapılan mikrodalga gücünün düşükten yükseğe farklı güç ayar seviyelerindeki boyama proseslerinin kinetik hesaplamalarında, mikrodalğanın güç düzeyini arttırdıkça boyanma hızlarının da arttığı gözlemlenmiştir. Çalışmalar aynı sıcaklıkta yapılmasına rağmen, k sabitlerinin artarak değişimi gözlemlenmiştir. Manyetik dalgaların polariteyi kullanarak dönme momentlerini arttırmasına ve boyanma reaksiyon hızlarının da artmasına vesile olmuştur.

Mikrodalga ortamında L, ML, M seviyelerinde, C.I. Reactive Yellow 138:1 boyarmaddesi ile boyanan tüm kumaşların homojen, düzgün ve iyi egalize olmuş bir şekilde boyandığı gözlemlenmiştir. Kumaşların renk koyuluğunun boyama süresi ile doğru orantılı olarak arttığı gözlemlenmiştir. Konvansiyonel reaktif boyama prosesi 90 dakikada tamamlanırken, mikrodalga ortamda en düşük enerji düzeyinde bile boyama prosesinin 10 dakika içerisinde tamamlandığı görülmüştür. Proses sürelerinin azalması ile birlikte enerji maliyetlerinde de azalma olacaktır. Tekstil sektöründe mikrodalga ısıtma ortamında kısa sürede tamamlanan boyama proseslerinin geliştirilmesi ile yeşil bir üretim yöntemi olarak kullanımının artacağı öngörülmektedir.

## Kaynakça

- Agrawal, D. (2006). Microwave sintering of ceramics, composites and metallic materials and melting of glasses. *Transactions of the Indian Ceramic Society*, 65(3), 129-144. doi:10.1080/0371750X.2006.11012292
- Alşan, H. G. (2019). *Reaktif boyarmaddelerle mikrodalga ortamında boyanma kinetiğinin incelenmesi*. (Yüksek Lisans Tezi), Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya, Sakarya, Türkiye.
- Başer, İ., & İnanıcı, Y. (1990). *Boyarmadde Kimyası*. İstanbul: Marmara Teknik Eğitim Fk. Tekstil Eğitimi Bölümü.
- Büyükakıncı, Y. B., Karadağ, R., & Guzel, E. T. (2021). Organic cotton fabric dyed with dyer's oak and barberry dye by microwave irradiation and conventional methods. *Industria Textila*, 72(1), 30-38. doi:10.35530/IT.072.01.1755
- Cevheri, C. İ., & Şahin, M. (2020). Dünya'da ve Türkiye'de pamuk üretiminin tekstil sektörü açısından önemi. *Harran Üniversitesi Mühendislik Dergisi*, 5(2), 71-81. doi:10.46578/humder.736777
- Çalışkan, N. (2021). *Reaktif boyama sonrası yıkamalarda, reaktif boyama atıksularının tekrar kullanılabilirliğinin değerlendirilmesi*. (Yüksek Lisans Tezi), Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği, Bursa, Türkiye.
- Deghan, A., Jamaljan, J., Farahnaky, A., Mesbahi, G., & Moosavi-Nasab, M. (2012). The effect of microwave pasteurization on some physical and chemical characteristics of milk. *International Journal of Food Engineering*, 8(1), 1-12. doi:10.1515/1556-3758.2423
- Elshehy, N. S., Elshakankery, M. H., Shahien, S. M., Haggag, K., & Sayed, H. (2017). Kinetic investigations on dyeing of different polyester fabrics using microwave irradiation. *Egyptian Journal of Chemistry*, 60(Conference issue), 79-88. doi:10.21608/ejchem.2017.1604.1131
- Elshehy, N. S., & Haggag, K. (2019). New trend in textile coloration using microwave irradiation. *Journal of Textiles, Coloration and Polymer Science*, 16(1), 33-48. doi:10.21608/jtpps.2019.9928.1019
- Eroğlu, A., Selcuk Cirig, N. (2019). Mikrodalga enerjisinin buğdayda çimlenme, erken fide büyümesi ve mitotik bölünme üzerine etkisi. *Doğu Fen Bilimleri Dergisi / Journal of Natural&Applied Sciences of East*, 2(2), 61-68.
- Jennie, R. L. (2009). *Microwave Assisted Proteomics*. England: The Royal Society of Chemistry.

- Kale, M. J., & Bhat, N. (2011). Effect of microwave pretreatment on the dyeing behaviour of polyester fabric. *Coloration Technology*, 127(6), 365-371. doi:10.1111/j.1478-4408.2011.00332.x
- Keglevich, G. (2022). The application of microwaves in the esterification of P-Acids. *Current Microwave Chemistry*, 9, 62-64. doi:10.2174/2213335610666230105162405
- Konak, Ü. İ., Certel, M., & Helhel, S. (2009). Gıda sanayisinde mikrodalga uygulamaları. *Gıda Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 4(3), 20-31.
- Kutbay, I., & Kuşkonmaz, N. (2004). Mikrodalga ısıtmanın seramik üretiminde kullanımı. *Metalurji Dergisi*, 137, 52-56.
- Molla, M, Haggag, K., & Mahmoud, A. M. (2014). Dyeing of cotton fabrics using reactive dyes by microwave irradiation technique. *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 39, 406-410.
- Oner, E., Büyükkacı, Y., & Sökmen, N. (2013). Microwave-assisted dyeing of poly(butylene terephthalate) fabrics with disperse dyes. *Coloration Technology*, 129(2), 125-130. doi:10.1111/cote.12014
- Rahman, A., Kishimoto, N., & Urabe, T. (2015). Adsorption characteristics of clay adsorbents-sepiolite, kaolin and synthetic talc – for removal of Reactive Yellow 138:1. *Water and Environment Journal*, 29, 375-382. doi:10.1111/wej.12131
- Rehman, F. U, Adeel, S., Haddar, W., Bibi, R., Azeem, M., Mia, R., & Bulbul, A. (2022). Microwave-assisted exploration of yellow natural dyes for nylon fabric. *Sustainability*, 14(9), 5599. doi:10.3390/su14095599
- Sutton, W. H. (1989). Microwave processing of ceramic materials. *Ceramic Bulletin*, 68(2), 376-386.
- Thostenson, E. T., & Chou, T. W. (1999). Microwave processing: Fundamentals and applications. *Composites A*, 30, 1055-1071.
- Turgut, T. (2016). The effect of microwave heating on the some quality properties and shelf life of yoghurt. *Kafkas Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi*, 22(6), 809-814.
- Wang, J., Gao, Y., Zhu, L., Gu, X., Dou, H., & Pei, L. (2018). Dyeing property and adsorption kinetics of reactive dyes for cotton textiles in salt-free non-aqueous dyeing systems. *Polymers*, 10(9), 1030. doi:10.3390/polym10091030



## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

### $\mathbb{C}^2$ de Rasyonel Cebirsel Eğrilerin İzometri ve Simetrilerinin Hesaplanması

Uğur GÖZÜTOK\*, Hüsnü Anıl ÇOBAN

Milli Savunma Üniversitesi, Hava Harp Okulu, Temel Bilimler Bölümü, 34149, İstanbul, Türkiye  
Uğur GÖZÜTOK, ORCID No: 0000-0002-6072-3134, Hüsnü Anıl ÇOBAN, ORCID No: 0000-0001-8175-4960

\*Sorumlu yazar e-posta: ugozutok@hho.msu.edu.tr

#### Makale Bilgileri

Geliş: 05.07.2023  
Kabul: 22.11.2023  
Online Nisan 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1323369

#### Anahtar Kelimeler

Cebirsel eğriler,  
İzometrilere,  
Simetriler

**Öz:** Bu çalışmada, iki boyutlu karmaşık uzayda rasyonel cebirsel eğrilerin izometrilere ve simetrilerinin hesaplanması için yeni ve etkili bir algoritma sunulmaktadır. Metot, problemin, karmaşık rasyonel cebirsel eğrilerin parametrizasyonlarına indirgenmesine dayanmaktadır. İki eğri arasındaki karmaşık izometrilere, bir üniter matris ve iki boyutlu karmaşık vektörden meydana gelmektedir. Karmaşık izometrilere etkilenmeyen invariantlar sayesinde oluşturulan polinom denklemlerinin çözümü çarpanlara ayırma ve en büyük ortak çarpan bulma işlemleri ile bulunacaktır. Bu sayede, doğrusal olmayan büyük denklem sistemlerinin çözümünden sakınılacaktır. Girdi eğrilerinin özdeş olması durumunda metot, karmaşık rasyonel cebirsel eğrilerin tüm üniter simetrilerini tespit etmektedir. Sunulan algoritma, Maple bilgisayar cebir sistemi kullanılarak bilgisayar ortamına uyarlanmış ve bu uyarlama kullanılarak geniş çaplı testler yürütülmüştür.

### Computing Isometries and Symmetries of Rational Algebraic Curves in $\mathbb{C}^2$

#### Article Info

Received: 05.07.2023  
Accepted: 22.11.2023  
Online April 2023

DOI:10.53433/yyufbed.1323369

#### Keywords

Algebraic curves,  
Isometries,  
Symmetries

**Abstract:** In this study, we present a new and efficient algorithm for computing isometries and symmetries of rational algebraic curves in the two dimensional complex space. The method is based on reducing the problem to parameterizations of complex rational algebraic curves. Complex isometries between two curves consist of a unitary matrix and a two dimensional complex vector. The solution of polynomial equations formed by invariants that are not affected by complex isometries will be found by factoring and finding the greatest common factor. In this way, we avoid solving large nonlinear systems. If the input curves are identical, the method detects all unitary symmetries of complex rational algebraic curves. The presented algorithm was implemented using the computer algebra system Maple, and using the implementation, we provide an extensive experimentation.

#### 1. Giriş

Geometrik nesnelerin çeşitli geometrilerdeki denklik ve simetrilerinin hesaplanması probleminin etkili çözümleri, örüntü tanıma, bilgisayar grafikleri ve bilgisayarlı görü gibi birçok uygulamalı alana katkı sağladığından, günümüzde etkin bir çalışma alanı olarak karşımıza çıkmaktadır. Özellikle bilgisayar destekli geometrik tasarımda bir eğrinin veya yüzeyin denklik ve simetrilerini önceden bilmek, tasarım sürecini kolaylaştırmaktadır. Bu alanların birçoğunda bilhassa cebirsel eğriler ve yüzeyler, şekillerinin manipüle edilebilmesinden dolayı sıklıkla kullanılmaktadır. Cebirsel eğriler için temel iki temsil bulunurken, çalışmalar da bu yönde ayrılmıştır. Bir cebirsel eğri ya da yüzey kapalı formda temsil edilebilirken, aynı zamanda rasyonel parametrizasyonlarla da temsil edilebilmektedir.

Kapalı formda temsil edilen eğriler ve yüzeyler bir polinom denkleminin sıfır yeriyle temsil edilirken, rasyonel eğriler ise parametre uzayından eğri ya da yüzeyin kendine tanımlı belirli özellikleri saylayan rasyonel parametrizasyonlarla temsil edilir.

Rasyonel eğriler için, Alcázar ve ark. (2015) çalışmalarında rasyonel uzay cebirsel eğrilerinin Öklid anlamında simetrisini, eğrilerin eğrilik ve burulmalarını kullanarak tespit eden bir yaklaşım oluşturmuşlardır. Alcázar ve Quintero (2020a) keyfi boyuttaki trigonometrik rasyonel cebirsel eğrilerin affin denklik ve simetrisini tespit etmişlerdir. Yine Gözütok ve ark. (2023) rasyonel uzay eğrilerinin projektif denklik ve simetrisini tespit eden etkili bir algoritma sunmuşlardır. Kapalı formda temsil edilen eğriler için ise Alcázar ve ark. (2019a) kapalı formda temsil edilen düzlem cebirsel eğrilerinin benzerlikleri problemini çözerken, yine Alcázar ve ark. (2019b) harmonik polinomları kullanarak aynı eğri tipinin benzerlik ve simetrisini hesaplamışlardır. Yine kapalı formda temsil edilen düzlem cebirsel eğrilerinin daha genel bir yapı olan afin denklik ve simetrisi (Alcázar ve ark., 2022) çalışmasında ele alınmıştır.

Literatürde daha az çalışma bulunmakla beraber, cebirsel yüzeyler için de önemli çalışmalar bulunmaktadır. Bunlardan bazıları kapalı formda temsil edilen yüzeyler için yaklaşımlar getirirken (Bizzarri ve ark., 2020; Alcázar ve ark., 2023), diğerleri de rasyonel yüzeyler için hesaplama metotları geliştirmiştir (Hauer ve ark., 2018; Alcázar ve Quintero, 2020b; Jüttler ve ark., 2022).

Bu çalışmada, iki boyutlu karmaşık uzaydaki rasyonel cebirsel eğrilerin karmaşık izometrisinin ve simetrisinin hesaplanması için etkili bir algoritma oluşturulması amaçlanmıştır. Bu problem üzerinde çalışılmasına sebep olan en önemli motivasyon kaynağı, problem üzerinde herhangi bir çalışmanın olmaması olarak açıklanabilir. Literatürde genel olarak karmaşık uzayda kapalı formda ya da rasyonel cebirsel eğriler için yeterince çalışma bulunmamaktadır. Bu yüzden, literatürdeki boşluğun doldurulmasına katkı sağlamak ve problem üzerinde geliştirilecek etkili yaklaşımlar oluşturmak amacıyla bu çalışmaya ihtiyaç duyulmuştur. Bu çalışmayla oluşturulacak metodun karmaşık uzayda diğer cebirsel varyetelerin denklik problemlerinin çözülmesine de katkı sağlamasının yanında, yine karmaşık uzayda daha genel denklik problemlerinin çözümünde yol göstereceği düşünülmektedir.

## 2. Materyal ve Yöntem

### 2.1. Ön bilgiler

Bu kısımda, problemin çözümü için gerekli ön bilgiler ve problemin açık ifadesi verilecektir. Aşağıdaki rasyonel parametrenişe sahip bir cebirsel  $\mathcal{C}$  eğrisine karmaşık rasyonel cebirsel eğri denir:

$$\mathbf{p}: \mathbb{R} \rightarrow \mathbb{C}^2, \quad \mathbf{p}(t) = (p_1(t) + ip_2(t), p_3(t) + ip_4(t)), \quad (1)$$

Burada  $1 \leq i \leq 4$  için  $p_i(t) = \frac{Q_i(t)}{Q(t)}$ ,  $Q_i(t), Q(t)$  polinomlar ve  $i^2 = -1$  dir.  $\mathcal{C}$  eğrisinin derecesi  $\mathbf{p}$  parametrizasyonunun dereesi olan  $n = \max\{Q_i(t), Q(t)\}$  olarak tanımlanır. Eğer  $\mathbf{p}$  parametrizasyonu, parametre uzayındaki sonlu sayıda nokta hariç birebir ise  $\mathbf{p}$  ye düzgün parametrizasyon denir. Her düzlem cebirsel eğrisi bir düzgün parametrizasyona sahip olduğundan, bu çalışma boyunca bir  $\mathcal{C}$  eğrisinin  $\mathbf{p}$  parametrizasyonunun her zaman düzgün olduğu kabul edilecektir.

$2 \times 2$  tipindeki tüm karmaşık matrislerin kümesi  $\mathbb{C}_{2 \times 2}$  olmak üzere, bir  $A \in \mathbb{C}_{2 \times 2}$  matrisinin eşlenik transpozu  $A^* := \bar{A}^T$  ile ifade edilir. Eğer  $AA^* = I$  oluyorsa  $A$  matrisine üniter matris denir.  $\mathbf{z} \in \mathbb{C}^2$  verilsin,  $\mathbf{z} := (z_1, z_2)^T$ ,  $A$  matrisi  $2 \times 2$  tipinde bir üniter matris ve  $\mathbf{b} \in \mathbb{C}^2$  olmak üzere,  $\mathbb{C}^2$  uzayının bir (karmaşık) izometrisi  $f(\mathbf{z}) = A\mathbf{z} + \mathbf{b}$  şeklinde tanımlanır.  $\mathcal{C}_1, \mathcal{C}_2, \mathbb{C}^2$  de iki rasyonel cebirsel eğri olmak üzere  $f(\mathcal{C}_1) = \mathcal{C}_2$  olacak şekilde bir  $f$  izometrisi varsa,  $\mathcal{C}_1$  ve  $\mathcal{C}_2$  eğrilerine izometrik denir.  $\mathcal{C}$  cebirsel düzlem eğrisi için,  $f(\mathcal{C}) = \mathcal{C}$  olacak şekilde birim dönüşümden farklı bir  $f$  izometrisi varsa,  $\mathcal{C}$  eğrisine (üniter) simetrik denir.

Aşağıdaki sonuç izometrik eğrilerin denkliklerini parametre uzayına indirmektedir. Bu sonucun en genel versiyonu (Sendra ve ark., 2007) çalışmasında kanıtlanmıştır.

**2.1.1. Teorem:**  $C_1$  ve  $C_2$  eğrileri, sırasıyla  $p$  ve  $q$  düzgün parametrisasyonlarına sahip olsun.  $C_1$  ve  $C_2$  eğrileri  $f(z) = Az + b$  kompleks izometrisi ile izometrik ise bu takdirde bir  $\varphi(t) = \frac{at+b}{ct+d}$  Möbius dönüşümü için aşağıdaki diagram geçerlidir:

$$\begin{array}{ccc} C_1 & \xrightarrow{f} & C_2 \\ p \uparrow & & \uparrow q \\ \mathbb{R} & \xrightarrow{\varphi} & \mathbb{R} \end{array}$$

Teorem 2.1.1. de verilen diagramdan açıktır ki, eğer eğriler izometrik ise

$$Ap(t) + b = q \circ \varphi(t) \quad (2)$$

olacak şekilde bir  $\varphi$  Möbius dönüşümü mevcuttur. Bu sonucun en önemli getirisi,  $C_1$  ve  $C_2$  eğrileri arasındaki her bir  $f$  izometrisine karşılık, bir  $\varphi$  Möbius dönüşümünün olmasıdır. Böylece, izometrilere tespit etmek için, Möbius dönüşümlerini tespit etmek yeterlidir.

İzometrilere dereceyi korudukları için izometrik  $C_1$  ve  $C_2$  eğrilerinin dereceleri aynı olmalıdır. Bu yüzden makalenin geri kalan kısmında  $C_1$  ve  $C_2$  eğrilerinin dereceleri aynı  $n$  doğal sayısı olarak kabul edilecektir.

Böylece, bu çalışmaya motivasyon oluşturan problem aşağıdaki şekilde özetlenebilir.

**Problem:** Sırasıyla  $p$  ve  $q$  düzgün parametrisasyonlarına sahip  $C_1$  ve  $C_2$  karmaşık rasyonel cebirsel eğrileri için, bu eğrilerin izometrik olup olmadığını, eğer izometrik iseler aralarındaki olası tüm izometrilere hesaplayan bir algoritmanın oluşturulması.

## 2.2. Metot ve strateji

Bu kısımda, bir önceki kısımda belirtilen problem için bir metot inşa edilecektir. Metodun basamakları aşağıdaki düzeni takip edecektir:

1. *Temel İnvaryantlar:*  $\mathbb{C}^2$  de  $z = (z_1, z_2)$  ve  $w = (w_1, w_2)$  vektörlerinin Hermit iç çarpımı  $\langle z, w \rangle = z_1 \bar{w}_1 + z_2 \bar{w}_2$  ile tanımlanır.  $A$  bir üniter matris olmak üzere,

$$\langle Az, Aw \rangle = \langle z, w \rangle \quad (3)$$

olup, hermit iç çarpımı üniter matrislerden etkilenmez, yani üniter matrislerin etkisine göre bir invaryanttır. Bu özellikten faydalanmak için öncelikle  $u := p$  ve  $v := q \circ \varphi$  alalım. Bu durumda (2) denklemi

$$Au + b = v \quad (4)$$

şeklini alır. (4) denkleminin  $t$  parametresine göre bir ve iki kere türevlenmesiyle

$$\begin{aligned} Au' &= v', \\ Au'' &= v'' \end{aligned} \quad (5)$$

elde edilir. Burada (3) özelliği kullanılırsa

$$\begin{aligned} \langle \mathbf{u}', \mathbf{u}' \rangle &= \langle \mathbf{v}', \mathbf{v}' \rangle, \\ \langle \mathbf{u}', \mathbf{u}'' \rangle &= \langle \mathbf{v}', \mathbf{v}'' \rangle, \\ \langle \mathbf{u}'', \mathbf{u}' \rangle &= \langle \mathbf{v}'', \mathbf{v}' \rangle, \\ \langle \mathbf{u}'', \mathbf{u}'' \rangle &= \langle \mathbf{v}'', \mathbf{v}'' \rangle \end{aligned} \quad (6)$$

elde edilir. Burada iç çarpımlar, parametrizasyonların bir fonksiyonu olarak ele alınırsa

$$\begin{aligned} F_{11}(\mathbf{u}) &= \langle \mathbf{u}', \mathbf{u}' \rangle, \\ F_{12}(\mathbf{u}) &= \langle \mathbf{u}', \mathbf{u}'' \rangle, \\ F_{21}(\mathbf{u}) &= \langle \mathbf{u}'', \mathbf{u}' \rangle, \\ F_{22}(\mathbf{u}) &= \langle \mathbf{u}'', \mathbf{u}'' \rangle \end{aligned} \quad (7)$$

yazılır. Buradan (6) denklemini, her  $1 \leq i, j \leq 2$  için

$$F_{ij}(\mathbf{u}) = F_{ij}(\mathbf{v}) \quad (8)$$

şeklinde ifade edilebilir. Dolayısıyla aşağıdaki önerme doğrulanır:

$$A\mathbf{u} + \mathbf{b} = \mathbf{v} \implies F_{ij}(\mathbf{u}) = F_{ij}(\mathbf{v}). \quad (9)$$

Buradan,  $F_{ij}$  fonksiyonlarının her  $i, j$  için karmaşık izometrilere göre birer invaryant olduğu anlaşılır.  $F_{ij}$  invaryant fonksiyonlarına temel invaryantlar olarak adlandırılacaktır. (9) önermesinin tersine de doğru olması için gerekli şartları elde ederek, izometrik olma bağıntısı karakterize edilebilir. Burada (9) önermesi, izometrilere tespiti için bir sistem sunmaktadır, ancak bu sistem doğrusal olmayan bir sistemi çözmeyi gerektirmektedir, çünkü genel olarak  $F_{ij}(\mathbf{v}) = F_{ij}(\mathbf{q} \circ \varphi) \neq F_{ij}(\mathbf{q}) \circ \varphi$ . Dolayısıyla, bu tarz sistemleri çözmekten kaçınmak için  $\kappa(\mathbf{q} \circ \varphi) = \kappa(\mathbf{q}) \circ \varphi$  şartını sağlayan özel invaryantlara ihtiyaç duyulmaktadır. Bu tarz invaryantlara Möbius-invaryantları adı verilecektir.

2. *Möbius-Invaryantları:* Genel olarak  $F_{ij}(\mathbf{q} \circ \varphi) \neq F_{ij}(\mathbf{q}) \circ \varphi$  olduğu açıktır. Burada bu şartı sağlayacak başka invaryantların tespiti  $F_{ij}(\mathbf{q} \circ \varphi)$  ifadesi zincir kuralı ile genişletilip, ortaya çıkan  $\varphi'$  ve  $\varphi''$  gibi parametreler sistemden elimine edilerek yapılabilir. Dolayısıyla metodun bu basamağı,  $F_{ij}(\mathbf{q} \circ \varphi)$  ifadesinin genişletilip, katsayıları  $\varphi'$  ve  $\varphi''$  parametrelerinden oluşan, dört denklemlilik bir sistem elde etmekten oluşmaktadır. Bu sistemden, Gröbner bazı kullanılarak, eliminasyon ideali elde edilip, eliminasyon idealindeki indirgenmiş sistemin içerdiği simetrik yapılar tespit edilecektir. Daha sonraki kısımlarda görüleceği üzere, bu sistemin eliminasyon ideali  $F_{ij}$  temel invaryantlarını içeren iki simetrik form içermektedir. Bu formların düzenlenmesiyle,  $i \in \{1, 2\}$  için  $\kappa_i(\mathbf{q} \circ \varphi) = \kappa(\mathbf{q}) \circ \varphi$  şartını sağlayan iki adet Möbius-invaryantı tespit edilecektir. Bu eşitlikler ve (9) önermesinden,

$$\begin{aligned} \Phi_1 &:= \kappa_1(\mathbf{p}) - \kappa_1(\mathbf{q}) \circ \varphi = 0, \\ \Phi_2 &:= \kappa_2(\mathbf{p}) - \kappa_2(\mathbf{q}) \circ \varphi = 0 \end{aligned} \quad (10)$$

elde edilecektir. Bu iki kriterin paydalarının yok edilmesiyle elde edilecek iki polinomun  $s - \varphi(t)$  biçiminde bir özel çarpan içereceği kanıtlanacaktır. Dolayısıyla, (10) sisteminden elde edilecek iki polinomun en büyük ortak çarpanının tespiti edilip, bu ortak çarpanın çarpanları arasında  $s - \varphi(t)$  özel çarpanının tespitiyle, olası tüm  $\varphi$  Möbius dönüşümleri, herhangi bir sistem çözümüne gerek kalmadan elde edilebilecektir.

3. *İzometrilere Elde Edilmesi:* Bir önceki basamakta elde edilen her bir  $\varphi$  dönüşümüne karşılık gelen  $A$  üniter matrisi, (9) önermesinin tersinin elde edilmesiyle geliştirilecek yöntem

sayesinde, basit bir matris çarpımıyla tespit edilecektir. Böylece elde edilen her bir  $\varphi$  Möbius dönüşümü ve ona karşılık gelen  $A$  üniter matrisinin (2) denkleminde yerine yazılması ile  $\mathbf{b}$  ötelemesi doğrudan tespit edilip,  $f(\mathbf{z}) = A\mathbf{z} + \mathbf{b}$  izometrisi tam olarak elde edilebilecektir.

### 3. Bulgular

#### 3.1. İzometrik eğrilerin karakterizasyonu

Bu kısımda, izometrik eğrilerin karakterize edilmesiyle elde edilen sonuçların verilmesi planlanmıştır. Bunun için (9) önermesinin tersinin doğru olması için gerekli şartlar elde edilecektir. Keyfi  $\mathbf{z}_1, \mathbf{z}_2, \dots, \mathbf{z}_m \in \mathbb{C}^2$  vektörleri için

$$\begin{pmatrix} \langle \mathbf{z}_1, \mathbf{z}_1 \rangle & \langle \mathbf{z}_1, \mathbf{z}_2 \rangle & \cdots & \langle \mathbf{z}_1, \mathbf{z}_m \rangle \\ \langle \mathbf{z}_2, \mathbf{z}_1 \rangle & \langle \mathbf{z}_2, \mathbf{z}_2 \rangle & \cdots & \langle \mathbf{z}_2, \mathbf{z}_m \rangle \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \langle \mathbf{z}_m, \mathbf{z}_1 \rangle & \langle \mathbf{z}_m, \mathbf{z}_2 \rangle & \cdots & \langle \mathbf{z}_m, \mathbf{z}_m \rangle \end{pmatrix} \quad (11)$$

matrisine  $\mathbf{z}_1, \mathbf{z}_2, \dots, \mathbf{z}_m$  vektörlerinin Gram matrisi denir ve bu matris  $Gram(\mathbf{z}_1, \mathbf{z}_2, \dots, \mathbf{z}_m)$  ile ifade edilir. Yine  $\mathbf{u}'$  ve  $\mathbf{u}''$  vektörlerinin oluşturduğu matrisi  $D(\mathbf{u}) = [\mathbf{u}' \ \mathbf{u}'']$  ve bu matrisin determinantını da  $\Delta(\mathbf{u}) := \|\mathbf{u}' \ \mathbf{u}''\|$  ile ifade edelim. Buradan

$$D(\mathbf{u})^T \overline{D(\mathbf{v})} = \begin{pmatrix} \langle \mathbf{u}', \mathbf{v}' \rangle & \langle \mathbf{u}', \mathbf{v}'' \rangle \\ \langle \mathbf{u}'', \mathbf{v}' \rangle & \langle \mathbf{u}'', \mathbf{v}'' \rangle \end{pmatrix} \quad (12)$$

olduğu kolayca görülebilir. Diğer yandan, (12) dekleminin iki tarafının determinantının alınmasıyla

$$\Delta(\mathbf{u}) \overline{\Delta(\mathbf{v})} = \begin{vmatrix} \langle \mathbf{u}', \mathbf{v}' \rangle & \langle \mathbf{u}', \mathbf{v}'' \rangle \\ \langle \mathbf{u}'', \mathbf{v}' \rangle & \langle \mathbf{u}'', \mathbf{v}'' \rangle \end{vmatrix} \quad (13)$$

elde edilir. Benzer şekilde (12) ve (13) denklemlerinden

$$\det Gram(\mathbf{u}', \mathbf{u}'') = |\Delta(\mathbf{u})|^2 \quad (14)$$

elde edilir. Ayrıca  $F_{ij}$  temel invaryantlarının tanımından

$$Gram(\mathbf{u}', \mathbf{u}'') = \begin{pmatrix} F_{11}(\mathbf{u}) & F_{12}(\mathbf{u}) \\ F_{21}(\mathbf{u}) & F_{22}(\mathbf{u}) \end{pmatrix} \quad (15)$$

olduğu açıktır. Böylece aşağıdaki ana sonuç verilebilir.

**3.1.1. Teorem:**  $F_{ij}(\mathbf{u}) = F_{ij}(\mathbf{v})$  ise  $A\mathbf{u} + \mathbf{b} = \mathbf{v}$  olacak şekilde bir  $A$  üniter matrisi ve  $\mathbf{b} \in \mathbb{C}^2$  karmaşık vektörü vardır.

**İspat:** Kabul edelim ki  $F_{ij}(\mathbf{u}) = F_{ij}(\mathbf{v})$  sağlansın. Bu takdirde (15) denkleminde

$$Gram(\mathbf{u}', \mathbf{u}'') = Gram(\mathbf{v}', \mathbf{v}'') \quad (16)$$

elde edilir. Bir  $A$  karmaşık matrisi için  $D(\mathbf{v})(D(\mathbf{v}))^{-1} = A$  alalım. Buradan  $AD(\mathbf{u}) = D(\mathbf{v})$  yazılır. (16) denkleminde

$$D(\mathbf{u})^T \overline{D(\mathbf{u})} = Gram(\mathbf{u}', \mathbf{u}'') = Gram(\mathbf{v}', \mathbf{v}'') = D(\mathbf{v})^T \overline{D(\mathbf{v})} \quad (17)$$

elde edilir. Buradan,  $AD(\mathbf{u}) = D(\mathbf{v})$  olduğu kullanılırsa

$$D(\mathbf{u})^T \overline{D(\mathbf{u})} = D(\mathbf{v})^T \overline{D(\mathbf{v})} = (AD(\mathbf{u}))^T \overline{(AD(\mathbf{u}))} = D(\mathbf{u})^T A^T \overline{AD(\mathbf{u})} \quad (18)$$

bulunur. (18) denkleminin en solundaki ifade ile en sağındaki ifadeden  $D(\mathbf{u})^T \overline{D(\mathbf{u})} = D(\mathbf{u})^T A^T \overline{AD(\mathbf{u})}$  yazılır. Bu son eşitliğin her iki yanını, soldan  $(D(\mathbf{u})^T)^{-1}$  ve sağdan  $(\overline{D(\mathbf{u})})^{-1}$  ile çarpılırsa

$$A^T \overline{A} = I \quad (19)$$

bulunur. Burada  $I$  matrisi  $2 \times 2$  tipinde birim matrisi temsil etmektedir. Buradan  $A$  matrisinin bir üniter matris olduğu bulunur. Ayrıca  $AD(\mathbf{u}) = D(\mathbf{v})$  eşitliğinden

$$\begin{aligned} A\mathbf{u}' &= \mathbf{v}' \\ A\mathbf{u}'' &= \mathbf{v}'' \end{aligned} \quad (20)$$

elde edilir.  $A\mathbf{u}' = \mathbf{v}'$  eşitliği  $t$  parametresine göre integrallenirse, sabit bir  $\mathbf{b} \in \mathbb{C}^2$  vektörü için

$$A\mathbf{u} + \mathbf{b} = \mathbf{v} \quad (21)$$

elde edilir ki bu da ispatı tamamlar. ■

$\mathbf{u} = \mathbf{p}$  ve  $\mathbf{v} = \mathbf{q} \circ \varphi$  olduğu dikkate alınır, Teorem 3.1.1. ve (9) önermesinden aşağıdaki sonuç elde edilir.

**3.1.2. Sonuç:** Sırasıyla  $\mathbf{p}$  ve  $\mathbf{q}$  düzgün parametrisasyonlarına sahip  $\mathcal{C}_1$  ve  $\mathcal{C}_2$  karmaşık rasyonel cebirsel eğrileri verilsin.  $\mathcal{C}_1$  ve  $\mathcal{C}_2$  eğrilerinin izometrik olması için gerek ve yeter şart  $F_{ij}(\mathbf{p}) = F_{ij}(\mathbf{q} \circ \varphi)$ .

Bu sonuçla birlikte,  $F_{ij}$  invaryantları izometrik olma bağıntısını karakterize etmiş olmaktadır. Diğer yandan, eğer eğriler izometrik ise izometrinin matrisi

$$A = D(\mathbf{q} \circ \varphi)(D(\mathbf{p}))^{-1} \quad (22)$$

ile tespit edilebilirken, izometrinin ötelemesi de

$$\mathbf{b} = \mathbf{q} \circ \varphi - A\mathbf{p} \quad (23)$$

ile hesaplanabilir.

### 3.2. Möbius-Invaryantları

Bir önceki kısımda iki eğri arasındaki izometrisini  $F_{ij}(\mathbf{p}) = F_{ij}(\mathbf{q} \circ \varphi)$  sistemi ile karakterize etmiştik. Bu sistem çözülerek izometrilere karşılık gelen  $\varphi$  Möbius dönüşümlerini bulmak mümkündür ancak bu sistem çoğunlukla yüksek dereceli ve doğrusal olmayan bir sistem olacaktır. Dolayısıyla etkili bir çözüm için bu sistemi çözmeden Möbius dönüşümlerini tespit edeceğiz. Bunun için ihtiyacımız olan Möbius-invaryantları ile ilgili tüm sonuçları bu kısımda sunacağız.

Öncelikle zincir kuralı kullanılarak  $F_{ij}(\mathbf{q} \circ \varphi)$  ifadesinin genişletilmesiyle



$$\begin{aligned}
 F_{11}(\mathbf{q} \circ \varphi) &= \varphi'^2 F_{11}(\mathbf{q}) \circ \varphi, \\
 F_{12}(\mathbf{q} \circ \varphi) &= \varphi' \varphi'' F_{11}(\mathbf{q}) \circ \varphi + \varphi'^3 F_{12}(\mathbf{q}) \circ \varphi, \\
 F_{21}(\mathbf{q} \circ \varphi) &= \varphi' \varphi'' F_{11}(\mathbf{q}) \circ \varphi + \varphi'^3 F_{21}(\mathbf{q}) \circ \varphi, \\
 F_{22}(\mathbf{q} \circ \varphi) &= \varphi''^2 F_{11}(\mathbf{q}) \circ \varphi + \varphi'^2 \varphi'' F_{12}(\mathbf{q}) \circ \varphi \\
 &\quad + \varphi'^2 \varphi'' F_{21}(\mathbf{q}) \circ \varphi + \varphi'^4 F_{22}(\mathbf{q}) \circ \varphi
 \end{aligned} \tag{24}$$

sistemi elde edilir. Gröbner bazı hesaplanarak elde edilen eliminasyon ideali aşağıdaki simetrik formları içermektedir. Burada  $s := \varphi(t)$  alınırsa,

$$\begin{aligned}
 &F_{11}^3(\mathbf{q}(s))(F_{11}(\mathbf{q})(s)F_{22}(\mathbf{q})(s) - F_{12}(\mathbf{q})(s)F_{21}(\mathbf{q})(s)) \\
 &- F_{11}^3(\mathbf{q})(s) \left( F_{11}(\mathbf{q})(s)F_{22}(\mathbf{q})(s) - F_{12}(\mathbf{q})(s)F_{21}(\mathbf{q})(s) \right) = 0 \\
 &F_{11}^3(\mathbf{q}(s))(2F_{11}(\mathbf{q})(s)F_{22}(\mathbf{q})(s) - F_{12}^2(\mathbf{q})(s) - F_{21}^2(\mathbf{q})(s)) \\
 &- F_{11}^3(\mathbf{q})(s) \left( 2F_{11}(\mathbf{q})(s)F_{22}(\mathbf{q})(s) - F_{12}^2(\mathbf{q})(s) - F_{21}^2(\mathbf{q})(s) \right) = 0
 \end{aligned} \tag{25}$$

elde edilir.

(25) denkleminin düzenlenmesiyle

$$\begin{aligned}
 &\frac{F_{11}(\mathbf{q}(s))F_{22}(\mathbf{q}(s)) - F_{12}(\mathbf{q}(s))F_{21}(\mathbf{q}(s))}{F_{11}^3(\mathbf{q}(s))} \\
 &= \frac{F_{11}(\mathbf{q})(s)F_{22}(\mathbf{q})(s) - F_{12}(\mathbf{q})(s)F_{21}(\mathbf{q})(s)}{F_{11}^3(\mathbf{q})(s)}, \\
 &\frac{2F_{11}(\mathbf{q}(s))F_{22}(\mathbf{q}(s)) - F_{12}^2(\mathbf{q}(s)) - F_{21}^2(\mathbf{q}(s))}{F_{11}^3(\mathbf{q}(s))} \\
 &= \frac{2F_{11}(\mathbf{q})(s)F_{22}(\mathbf{q})(s) - F_{12}^2(\mathbf{q})(s) - F_{21}^2(\mathbf{q})(s)}{F_{11}^3(\mathbf{q})(s)}
 \end{aligned} \tag{26}$$

elde edilir. Burada (26) sistemindeki eşitliklerin sol yanındaki ifadeleri, parametrizasyonların birer fonksiyonu olarak ifade edersek

$$\begin{aligned}
 \kappa_1(\mathbf{q}) &:= \frac{F_{11}(\mathbf{q})F_{22}(\mathbf{q}) - F_{12}(\mathbf{q})F_{21}(\mathbf{q})}{F_{11}^3(\mathbf{q})}, \\
 \kappa_2(\mathbf{q}) &:= \frac{2F_{11}(\mathbf{q})F_{22}(\mathbf{q}) - F_{12}^2(\mathbf{q}) - F_{21}^2(\mathbf{q})}{F_{11}^3(\mathbf{q})}
 \end{aligned} \tag{27}$$

elde edilir. Böylece aşağıdaki sonuç, doğrudan  $\kappa_i$  fonksiyonlarının tanımından ve (26) sisteminden doğrulanır.

**3.2.1. Teorem:**  $i \in \{1,2\}$  için aşağıdaki eşitlik sağlanır:

$$\kappa_i(\mathbf{q}(s)) = \kappa_i(\mathbf{q})(s). \tag{28}$$

Buradaki  $\kappa_i$  invaryant fonksiyonlarına Möbius-invaryantları adı verilecektir. Möbius-invaryantları aşağıdaki sonucu doğrular.

**3.2.2. Teorem:** Sırasıyla  $\mathbf{p}$  ve  $\mathbf{q}$  düzgün parametrizasyonlarına sahip  $\mathbf{C}_1$  ve  $\mathbf{C}_2$  karmaşık rasyonel cebirsel eğrileri verilsin.  $\mathbf{C}_1$  ve  $\mathbf{C}_2$  eğrileri izometrik ise aşağıdakiler sağlanır:

$$\begin{aligned}\kappa_1(\mathbf{p}) &= \kappa_1(\mathbf{q})(s), \\ \kappa_2(\mathbf{p}) &= \kappa_2(\mathbf{q})(s)\end{aligned}\quad (29)$$

**İspat.**  $\mathcal{C}_1$  ve  $\mathcal{C}_2$  izometrik olsun. Bu takdirde Sonuç 3.1.2. den  $F_{ij}(\mathbf{p}) = F_{ij}(\mathbf{q}(s))$  yazılır.  $\kappa_i$  fonksiyonlarının tanımından ve  $F_{ij}(\mathbf{p}) = F_{ij}(\mathbf{q}(s))$  olduğundan  $\kappa_i(\mathbf{p}) = \kappa_i(\mathbf{q}(s))$  elde edilir. Teorem 3.2.1. den  $\kappa_i(\mathbf{p}) = \kappa_i(\mathbf{q})(s)$  elde edilir. ■

### 3.3. İzometrilere hesaplanması

Bu kısımda önceki kısımlarda elde edilen bulgular hesaplamalı sonuçlara dönüştürülecektir. Öncelikle

$$\begin{aligned}\kappa_1(\mathbf{p}) &= \frac{U_1}{V_1}, & \kappa_1(\mathbf{q}) &= \frac{\tilde{U}_1}{\tilde{V}_1}, \\ \kappa_2(\mathbf{p}) &= \frac{U_2}{V_2}, & \kappa_2(\mathbf{q}) &= \frac{\tilde{U}_2}{\tilde{V}_2}\end{aligned}\quad (30)$$

alalım. Burada  $U_i, V_i$  ve  $\tilde{U}_i, \tilde{V}_i$  ifadeleri,  $\gcd(U_i, V_i) = 1$  ve  $\gcd(\tilde{U}_i, \tilde{V}_i) = 1$  şartını sağlayan,  $t$  parametresine bağlı polinomlardır. Buradan,  $\Phi_1$  ve  $\Phi_2$  polinomları

$$\begin{aligned}\Phi_1(t, s) &:= U_1(t)\tilde{V}_1(s) - V_1(t)\tilde{U}_1(s) \\ \Phi_2(t, s) &:= U_2(t)\tilde{V}_2(s) - V_2(t)\tilde{U}_2(s)\end{aligned}\quad (31)$$

şeklinde tanımlansın. Yine bu polinomların en büyük ortak çarpanı olan polinom

$$\mathcal{G}(t, s) := \text{ebob}(\Phi_1(t, s), \Phi_2(t, s))\quad (32)$$

şeklinde tanımlansın. Diğer yandan, keyfi bir  $s = \varphi(t) = \frac{at+b}{ct+d}$  Möbius dönüşümüne karşılık gelen Möbius-çarpanı polinomu

$$\mathcal{F}(t, s) = (at + b) - s(ct + d)\quad (33)$$

şeklinde tanımlansın. Bu takdirde aşağıdaki sonuç elde edilir.

**3.3.1. Teorem:** Sırasıyla  $\mathbf{p}$  ve  $\mathbf{q}$  düzgün parametrizasyonlarına sahip  $\mathcal{C}_1$  ve  $\mathcal{C}_2$  karmaşık rasyonel cebirsel eğrileri verilsin.  $\mathcal{C}_1$  ve  $\mathcal{C}_2$  eğrilerinin izometrik ise  $\mathcal{F}$  polinomu  $\mathcal{G}$  polinomunun bir çarpanıdır.

**İspat:**  $\mathcal{C}_1$  ve  $\mathcal{C}_2$  eğrileri izometrik olsun. Bu takdirde, Teorem 3.2.2. ve (31) eşitliklerinden,  $\Phi_1(t, s) = 0$  ve  $\Phi_2(t, s) = 0$  olacak şekilde bir  $s = \varphi(t)$  Möbius dönüşümü mevcuttur.  $\varphi$  dönüşümüne karşılık gelen Möbius-çarpanı  $\mathcal{F}(t, s)$  polinomu olsun.  $s = \varphi(t)$ ,  $\Phi_1(t, s)$  ve  $\Phi_2(t, s)$  polinomlarının çözümü olduğundan,  $\mathcal{F}(t, s)$  polinomunun sıfır yerini oluşturan  $(t, s)$  noktaları,  $\mathcal{G}(t, s)$  polinomunun sıfır yerinde içerilir. Diğer yandan,  $\mathcal{F}(t, s) = (at + b) - s(ct + d)$  polinomu indirgenemez olduğundan, Bezout Teoremi'nden (Sendra ve ark., 2007)  $\mathcal{F}$  polinomu  $\mathcal{G}$  polinomunun bir çarpanı olmak zorundadır. Böylece ispat tamamlanır. ■

Yukarıdaki sonuç hesaplamalı olarak önemli bir yöntem sunmaktadır.  $\mathcal{C}_1$  ve  $\mathcal{C}_2$  karmaşık rasyonel cebirsel eğrilerinin arasındaki izometrilere tespit etmek için  $\mathcal{G}(t, s)$  polinomu hesaplanır ve çarpanlarına ayrılır. Bu çarpanlar arasından  $\mathcal{F}(t, s) = (at + b) - s(ct + d)$  formatındaki özel

çarpanlar tespit edilir. Her bir özel çarpanıdan  $s$  izole edilerek, aranan  $s = \frac{at+b}{ct+d}$  Möbius dönüşümü tespit edilmiş olur. Böylece tespit edilen her bir Möbius dönüşümü için (22) ve (23) denklemlerinden  $A$  üniter matrisi ve  $\mathbf{b}$  karmaşık ötelemesi elde edilir.

### 3.4. Algoritma

Önceki kısımlarda sunulan sonuçlar ile *CompIso* adı verilen, aşağıdaki algoritma doğrulanmış olur. Algoritmaya verilen isim Karmaşık İzometrisler kelimesinin İngilizce karşılığı olan Complex Isometries kelimelerinin kısaltmaları birleştirilerek oluşturulmuştur.

#### Algoritma 1. CompIso

**Input:** Sırasıyla  $\mathbf{p}$  ve  $\mathbf{q}$  düzgün parametrisasyonlarına sahip  $\mathcal{C}_1$  ve  $\mathcal{C}_2$  karmaşık rasyonel cebirsel eğrileri.

**Output:**  $\mathcal{C}_1, \mathcal{C}_2$  arasındaki izometrisler ya da “Eğriler izometrik değildir” uyarısı.

**Procedure:** *CompIso*( $\mathbf{p}, \mathbf{q}$ )

1. (32) denklemleriyle verilen  $\mathcal{G}(t, s)$  polinomunu hesapla.
2.  $L := \emptyset$  atamasını yap.
3.  $\mathcal{G}(t, s)$  polinomunu çarpanlara ayırarak  $\mathcal{F}(t, s)$  Möbius çarpanlarını hesapla.
4. Her bir  $\mathcal{F}(t, s)$  Möbius çarpanı için
5.  $A = D(\mathbf{q} \circ \varphi)(D(\mathbf{p}))^{-1}$  matrisinin ve  $\mathbf{b} = \mathbf{q} \circ \varphi - A\mathbf{p}$  vektörünün sabit olduğunu doğrula.
6. Eğer doğrudur,  $\varphi, A$  ve  $\mathbf{b}$  çözümlerini  $L$  listesine ekle.
7. Eğer  $L = \emptyset$  ise “Eğriler izometrik değildir” uyarısını ver aksi halde  $L$  listesini ver.

Algoritmanın basamaklarının açık şekilde görülebilmesi için aşağıdaki örnek sunulmuştur.

**3.4.1. Örnek:** Aşağıdaki parametrisasyonlarla verilen  $\mathcal{C}_1$  ve  $\mathcal{C}_2$  eğrilerini göz önüne alalım:

$$\mathbf{p}(t) = \left( \begin{array}{c} \frac{4t^4 + 2t^3 - 5t^2 - 9t + 1}{t^4 + 1} + \frac{-7t^2 - 5t - 6}{t^4 + 1} \mathbf{i} \\ \frac{6t^4 - 3t^3 - 6t^2 - 9t + 7}{t^4 + 1} + \frac{9t^2 + 8}{t^4 + 1} \mathbf{i} \end{array} \right), \quad (34)$$

$$\mathbf{q}(t) = \left( \begin{array}{c} \frac{1430t^4 - 845t^3 + 325t^2 - 65t + 650}{130(t^4 + 1)} + \frac{-390t^4 - 325t^3 + 195t^2 + 325t - 260}{130(t^4 + 1)} \mathbf{i} \\ \frac{-20t^4 - 115t^3 - 135t^2 - 5t + 60}{10(t^4 + 1)} + \frac{40t^4 - 25t^3 + 5t^2 - 25t + 10}{10(t^4 + 1)} \mathbf{i} \end{array} \right)$$

Buradan gerekli hesaplamalar yapıldıktan sonra  $\mathcal{G}(t, s) = st - 1$  elde edilir. Buradan  $\mathcal{G}(t, s)$  polinomu tek bir özel çarpana sahiptir.  $s$  bu çarpanıdan izole edilirse  $\varphi(t) = \frac{1}{t}$  Möbius dönüşümü elde edilir. Buradan da  $\varphi$  Möbius dönüşümüne karşılık gelen  $f(\mathbf{z}) = A\mathbf{z} + \mathbf{b}$  karmaşık izometrisi için

$$A = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1 - \mathbf{i} & 1 + \mathbf{i} \\ 1 + \mathbf{i} & 1 - \mathbf{i} \end{pmatrix}, \quad \mathbf{b} = \begin{pmatrix} 0 \\ -1 + \mathbf{i} \end{pmatrix} \quad (35)$$

elde edilir.

### 3.5. Testler ve performans

Bölüm 3.4’te verilen algoritma *CompIso*, bilgisayar cebir sistemi [Maple \(2022\)](#) kullanılarak bilgisayar ortamına uyarlanmıştır. Bu uyarılama, 2.4 Ghz Intel Core i5 işlemciye ve 8 GB belleğe sahip

bir bilgisayarda test edilmiştir. Bu çalışmada sunulan örnekler ve tüm testler ikinci yazarın kişisel web sayfasında (Gözütok, 2023) tüm araştırmacılara açık şekilde sunulmuştur. Tüm örnekler ve testlerde, izometrik bir eğri çifti elde edebilmek için, düzgün bir  $q$  parametrizasyonu ile parametrelenmiş  $C_2$  eğrisi alınıp

$$p(t) = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1-i & 1+i \\ 1+i & 1-i \end{pmatrix} q(3t) + \begin{pmatrix} 0 \\ -1+i \end{pmatrix} \quad (36)$$

eşitliği ile  $p$  düzgün parametrizasyonuna sahip bir  $C_1$  eğrisi elde edilmiştir. Burada,  $C_1$  ve  $C_2$  eğrilerinin izometrik olduğunu garantilemek için karmaşık izometri olarak

$$f(z) = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1+i & 1-i \\ 1-i & 1+i \end{pmatrix} z + \begin{pmatrix} -i \\ 1 \end{pmatrix} \quad (37)$$

ve Möbius dönüşümü olarak da  $\varphi(t) = 3t$  alınmıştır.

İlk test grubunda,  $p(t) = (p_1(t) + ip_2(t), p_3(t) + ip_4(t))$  parametrizasyonunda  $p_i$  fonksiyonlarının birer polinom olduğu durum dikkate alınmıştır.  $p_i(t)$  polinomları çeşitli derecelere ve yoğun olacak şekilde rastgele üretilmiştir. Bu polinomların katsayıları ise  $-10$  ile  $10$  arasında olacak şekilde rastgele seçilmiştir. Beklendiği üzere bu şekilde üretilen eğri çiftleri arasında yalnızca bir izometri tespit edilmiştir. Bu eğrilerin izometri tespitinde harcanan süreler Çizelge 1'de sunulmuştur.

Çizelge 1. Polinomsal rastgele eğriler için saniye cinsinden izometri saptama süreleri

Derece	Süre (sn)
4	0.078
6	0.047
8	0.062
10	0.063
12	0.093
14	0.094
16	0.172
18	0.188
20	0.218

İkinci test grubunda,  $p(t) = (p_1(t) + ip_2(t), p_3(t) + ip_4(t))$  parametrizasyonunda  $p_i$  fonksiyonlarının rasyonel olduğu durum dikkate alınmıştır. Bu test grubunda da polinomların katsayıları ise  $-10$  ile  $10$  arasında olacak şekilde rastgele seçilmiştir. Bu eğrilerin izometri tespitinde harcanan süreler Tablo 2'de sunulmuştur.

Tablo 2. Rasyonel rastgele eğriler için saniye cinsinden izometri saptama süreleri

Derece	Süre (sn)
4	0.141
6	0.328
8	0.312
10	0.563
12	0.750
14	1.297
16	1.312
18	1.531
20	2.672

Üçüncü test grubunda ise trivial yani birim simetriden farklı karmaşık simetriler üretmek için  $\mathbf{p}(t) = (p_1(t) + ip_2(t), p_3(t) + ip_4(t))$  parametrizasyonunda  $p_1, p_2$  polinomları rastgele oluşturulmuş ve  $p_3 = p_1(\frac{1}{t})$  ve  $p_4 = p_2(\frac{1}{t})$  olarak alınmıştır. Böylece, oluşan rastgele eğriler  $\varphi(t) = t$  için  $f(\mathbf{z}) = I\mathbf{z}$  trivial simetriye sahip iken,  $\varphi(t) = -t$  için merkezli inversiyon simetrisine sahip olur. Benzer şekilde katsayılar  $-10$  ile  $10$  arasında olacak şekilde rastgele seçilmiş ve karmaşık simetrisinin tespiti için harcanan süreler Tablo 3'te sunulmuştur.

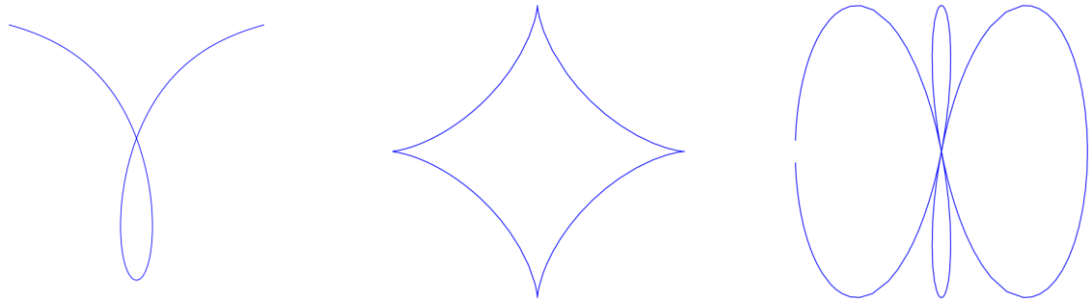
Tablo 3. Rasyonel rastgele eğriler için saniye cinsinden simetri saptama süreleri

Derece	Süre (sn)
4	0.157
6	0.375
8	0.359
10	0.328
12	0.422
14	1.078
16	1.656
18	2.719
20	4.156

Dördüncü ve son test grubunda ise algoritmanın gerçel girdilere sahip eğrilerin simetrisini hesaplayabildiği gösterilmiştir. Bu test için kullanılan eğri parametrizasyonları Tablo 4'te ve bu eğrilerin görselleri de Şekil 1'de sunulmuştur.

Tablo 4. Gerçel girdili eğriler ve simetrisi

Derece	Parametrizasyon	Simetri Sayısı	Süre (sn)
3	$\left(\frac{t(1-t^2)}{1+t^2}, \frac{2t^2}{1+t^2}\right)$	2	0.001
6	$\left(\left(\frac{1-t^2}{1+t^2}\right)^3, \left(\frac{2t}{1+t^2}\right)^3\right)$	8	0.016
6	$\left(\frac{1-t^2}{1+t^2}\left(4\left(\frac{1-t^2}{1+t^2}\right)^2 - 3\right), \frac{2t}{1+t^2}\left(4\left(\frac{1-t^2}{1+t^2}\right)^2 - 3\right)\right)$	4	3.898



Şekil 1. Tablo 4. de parametrizasyonları verilen eğrilerin şekilleri.

#### 4. Tartışma ve Sonuç

Bu çalışmada iki boyutlu karmaşık uzayda rasyonel cebirsel eğrilerin karmaşık izometri ve simetrisinin hesaplanması problemine, etkili ve yeni bir yaklaşım sunulmuştur. Verilen algoritma ile problemin tam çözümü yapılmasının yanında, hesaplamaların etkili ve hızlı olduğu testlerle desteklenmiştir.

Metot, eğrilerin parametrizasyonları ile oluşturulan cebirsel denklem sistemlerini çözmekten sakınmaktadır. Çünkü bu sistemler, Möbius dönüşümünün katsayılarına göre doğrusal olmayan denklemlerden oluşmaktadır ve özellikle yüksek dereceli eğriler için yapılan hesaplamalar ya çok uzun sürecek ya da sonuç vermeyecektir. Bunun yerine, polinomların çarpanlara ayrılması ve ortak çarpanlarının bulunması üzerine bir yaklaşım benimsenmiştir. Bu yaklaşımın en önemli avantajı, bilgisayar cebir sistemlerinin polinomlarla ilgili çarpan bulma işlemlerini gelişmiş bir seviyede yürütebilmesidir. Problemi polinom denklemlerine indirgemek için, temel invaryantlar ve Möbius-invaryantları tanıtılmıştır. Bu invaryantlar sayesinde Möbius dönüşümleri çarpan bulma yöntemiyle kolayca bulunabilmiş, yine izometrilerin üniter matris ve öteleme kısımları da herhangi bir denklem sistemi çözülmesine gerek kalmadan doğrudan elde edilebilmiştir.

Algoritma, Maple bilgisayar cebir sistemi kullanılarak bilgisayar ortamına uyarlanmıştır. Bu uyarılmanın test edilmesi için, geniş çaplı testler uygulanmış ve sonuçları makalede sunulmuştur. İlgili sonuçlar dikkate alındığında, algoritma hem polinom girdili hem de rasyonel girdili eğriler için problemi saniyeler içinde çözebilmektedir. Algoritma, iki girdi eğrisinin özdeş alınmasıyla eğrilerin karmaşık simetrisini hesaplamaktadır. En az bir trivial olmayan simetrisi bulunan eğriler için algoritma sınanmış ve beklendiği üzere saniyeler içinde problemin çözümü elde edilebilmiştir.

Gelecek çalışmalarda, bu çalışmada verilen metodun keyfi boyutlu karmaşık uzaylara genişletilmesi düşünülmektedir. Ayrıca, iki boyutlu karmaşık uzayda kapalı formda temsil edilen eğriler için de aynı problem çözülmeye çalışılacaktır. Sunulan metot ile bu probleme benzer bir yaklaşım sunmak şu anda mümkün değildir, zira burada verilen metot doğrudan parametrizasyonların gücünden faydalanmaktadır.

#### Teşekkür

Yazarlar Prof. Juan Gerardo Alcázar'a, sonsuz desteği, yardımını hiçbir zaman esirgemediği ve tüm süreçlerde yanlarında olduğu için saygı ve teşekkürlerini sunar.

#### Kaynakça

- Alcázar, J. G., Hermoso, C., & Muntingh, G. (2015). Symmetry detection of rational space curves from their curvature and torsion. *Computer Aided Geometric Design*, 33, 51-65. doi:10.1016/j.cagd.2015.01.003
- Alcázar, J. G., Díaz Toca, G. M., & Hermoso, C. (2019a). The problem of detecting when two implicit plane algebraic curves are similar. *International Journal of Algebra and Computation*, 29(5), 775-793. doi:10.1142/S0218196719500279
- Alcázar, J. G., Lávička, M., & Vršek, J. (2019b). Symmetries and similarities of planar algebraic curves using harmonic polynomials. *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 357, 302-318. doi:10.1016/j.cam.2019.02.036
- Alcázar, J. G., & Quintero, E. (2020a). Affine equivalences of trigonometric curves. *Acta Applicandae Mathematicae*, 170, 691-708. doi:10.1007/s10440-020-00354-6
- Alcázar, J. G., & Quintero, E. (2020b). Affine equivalences, isometries and symmetries of ruled rational surfaces. *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 364, 112339. doi:10.1016/j.cam.2019.07.004
- Alcázar, J. G., Gözütok, U., Çoban, H. A., & Hermoso, C. (2022). Detecting affine equivalences between implicit planar algebraic curves. *Acta Applicandae Mathematicae*, 182, 2. doi:10.1007/s10440-022-00539-1
- Alcázar, J. G., Lávička, M., & Vršek, J. (2023). Computing symmetries of implicit algebraic surfaces. *Computer Aided Geometric Design*, 104, 102221. doi:10.1016/j.cagd.2023.102221

- Bizzarri, M., Lávička, M., & Vršek, J. (2020). Computing projective equivalences of special algebraic varieties. *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 367, 112438. doi:10.1016/j.cam.2019.112438
- Gözütok, U. (2023). Testler, örnekler ve kaynak kodları. <https://www.ugurgozutok.com/> Erişim Tarihi: 05.07.2023.
- Gözütok, U., Çoban, H. A., Sağiroğlu, Y., & Alcázar, J. G. (2023). A new method to detect projective equivalences and symmetries of rational 3D curves. *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 419, 114782. doi:10.1016/j.cam.2022.114782
- Hauer, M., Jüttler, B., & Schicho, J. (2018). Projective and affine symmetries and equivalences of rational and polynomial surfaces. *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 349, 424-437. doi:10.1016/j.cam.2018.06.026
- Jüttler, B., Lubbes, N., & Schicho, J. (2022). Projective isomorphisms between rational surfaces. *Journal of Algebra*, 594, 571-596. doi:10.1016/j.jalgebra.2021.11.045
- Maple, (2022). Maplesoft, a division of Waterloo Maple Inc. Waterloo, Ontario.
- Sendra, J. R., Winkler, F., & Perez-Diaz, S. (2007). *Rational Algebraic Curves: A Computer Algebra Approach*, 2008 ed., Algorithms and Computation in Mathematics, V. 22, Springer.



Research Article

## Gegenbauer Parameter Effect on Gegenbauer Wavelet Solutions of Lane-Emden Equations

Demet ÖZDEK

Izmir University of Economics, Faculty of Arts and Science, Department of Mathematics, 35330, Izmir, Turkey  
Demet ÖZDEK, [ORCID No: 0000-0003-3877-6739](https://orcid.org/0000-0003-3877-6739)  
Corresponding author e-mail: demet.ersoy@ieu.edu.tr

### Article Info

Received: 20.07.2023  
Accepted: 22.11.2023  
Online April 2024

DOI:[10.53433/yyufbed.1330540](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1330540)

### Keywords

Boundary value problems,  
Gegenbauer wavelets,  
Initial value problems,  
Lane-Emden equations

**Abstract:** In this study, we aim to solve Lane-Emden equations numerically by the Gegenbauer wavelet method. This method is mainly based on orthonormal Gegenbauer polynomials and takes advantage of orthonormality which reduces the computational cost. As a further advantage, Gegenbauer polynomials are associated with a real parameter allowing them to be defined as Legendre polynomials or Chebyshev polynomials for some values. Although this provides an opportunity to be able to analyze the problem under consideration from a wide point of view, the effect of the Gegenbauer parameter on the solution of Lane-Emden equations has not been studied so far. This study demonstrates the robustness of the Gegenbauer wavelet method on three problems of Lane-Emden equations considering different values of this parameter.

## Lane-Emden Denklemlerinin Gegenbauer Dalgacık Çözümleri Üzerinde Gegenbauer Parametresinin Etkisi

### Makale Bilgileri

Geliş: 20.07.2023  
Kabul: 22.11.2023  
Online Nisan 2024

DOI:[10.53433/yyufbed.1330540](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1330540)

### Anahtar Kelimeler

Başlangıç değer problemleri,  
Gegenbauer dalgacıkları,  
Lane-Emden denklemleri,  
Sınır değer problemleri

**Öz:** Bu çalışmada Lane-Emden denklemlerini Gegenbauer dalgacık yöntemi ile sayısal olarak çözmeyi amaçlıyoruz. Bu yöntem temel olarak ortonormal Gegenbauer polinomlarına dayanır ve hesaplama maliyetini azaltan ortonormallik avantajını kullanır. Diğer bir avantaj olarak, Gegenbauer polinomları, bazı değerleri için Legendre polinomları veya Chebyshev polinomları olarak tanımlanabilmelerini sağlayan reel bir parametre ile ilişkilendirilir. Bu durum, ele alınan problemi geniş bir bakış açısıyla analiz edebilmek için bir fırsat sağlasa da Gegenbauer parametresinin Lane-Emden denklemlerinin çözümü üzerindeki etkisi şimdiye kadar çalışılmamıştır. Bu çalışma, bu parametrenin farklı değerlerini dikkate alarak Gegenbauer dalgacık yönteminin Lane-Emden denklemlerinin üç problemi üzerindeki doğruluğunu göstermektedir.

## 1. Introduction

Lane-Emden equations which have been originated from the studies of the astrophysicists Jonathan Homer Lane and Robert Emden about understanding the structure of the stars, are nonlinear ordinary differential equations arising in interdisciplinary branches of the mathematical physics and the astrophysics such as thermal explosions, stellar structure, radiative cooling, isothermal gas spheres, the thermal behavior of a spherical cloud of gas and thermionic currents (Lane, 1870; Emden, 1907; Chambre, 1952; Davis, 1962; Chandrasekhar, 1967; Shawagfeh, 1993; Lima & Morgado, 2010).



These equations can be modelled as an initial value problem using the second-order differential equation

$$y''(x) + \frac{c}{x} y'(x) + F(x, y(x)) = g(x), \quad x \in (0,1], \quad (1)$$

with the initial conditions

$$y(0) = \alpha_1, \quad y'(0) = \beta_1 \quad (2)$$

or as a boundary value problem if the differential equation Eq.(1) is subject to boundary conditions of different types

$$y(0) = \alpha_2, \quad y(1) = \beta_2, \quad (3)$$

$$y'(0) = \alpha_3, \quad y'(1) = \beta_3, \quad (4)$$

$$y'(0) = \alpha_4, \quad \gamma_1 y(1) + \gamma_2 y'(1) = \beta_4, \quad (5)$$

where  $c, \alpha_j, \beta_j$ , for  $j = 1,2,3,4$ ; and  $\gamma_1, \gamma_2$  are given real numbers, the nonlinear term  $F(x, y(x))$  and  $g(x)$  are given real-valued functions.

The initial value problem of the differential equation Eq.(1) and the initial conditions in Eq.(2) when  $c = 2$ ,  $g(x) = 0$ , and  $F(x, y(x)) = y^n$ , for a physical parameter  $n$  in the range  $0 \leq n \leq 5$ , is one of the very well-known cases studied by many researchers and the analytical solutions for  $n = 0,1,5$  and the numerical solutions for other values of  $n$  are obtained (Chandrasekhar, 1967; Shawagfeh, 1993; Wazwaz, 2001; Parand et al., 2010; Kumar et al., 2011; Pandey & Kumar, 2012; Singh & Kumar, 2014; Gümgüm, 2020). Another most studied problem is a similar initial value problem with a nonlinear term  $F(x, y(x)) = e^y$  which is also known as isothermal gas spheres equation (Davis, 1962) and solved by Adomian decomposition method (Wazwaz, 2001), quasilinearization methods (Mandelzweig & Tabakin, 2001; Krivec & Mandelzweig, 2008), Lagrangian based analytical method (Khalique & Ntsime, 2008), Homotopy Analysis method (Liao, 2003; Van Gorder & Vajravelu, 2008), Variational Iteration method (Yildirim & Öziş, 2009), Bernstein Polynomial operational matrix of integration and differentiation methods (Kumar et al., 2011; Pandey & Kumar, 2012).

It is known that the analytical solutions exist for some types of the Lane-Emden equations. For the other cases, approximate solutions have been obtained by numerical techniques some of which are mentioned above. Especially the collocation methods based on the polynomials such as the very well-known Chebyshev polynomials and the Legendre polynomials are efficiently used to solve these problems, due to their easy implementation and accurate results (Yousefi, 2006; Adibi & Rismani, 2010; Yüzbaşı, 2011; Doha et al., 2013; Yüzbaşı & Sezer, 2013; Gürbüz & Sezer, 2014; Öztürk & Gülsu, 2014; Shiralashetti & Kumbinarasaiah, 2017; Öztürk, 2018; Ahmed, 2023; İdiz et al., 2023). In this sense, the proposed method provides a wider point of view. Since the Gegenbauer wavelet method is based on the Gegenbauer polynomials and these polynomials are associated with a parameter giving the Chebyshev polynomials and the Legendre polynomials for some values. Thus, this method enables to obtain more accurate solutions by investigation of the best value of the Gegenbauer parameter.

In this study, we deal with the implementation of the Gegenbauer wavelets and finding the best value of Gegenbauer parameter to solve the problems of the Lane-Emden equations through the residual error analysis. The paper is organized as follows. In Section 2, we define Gegenbauer polynomials and how to construct Gegenbauer wavelets. In Section 3, the method is implemented to solve the Lane-Emden equations with the given initial conditions. In Section 4, we illustrate the use of Gegenbauer wavelets for finding the solutions of several differential equations modelling different physical phenomena. In order to prove the efficiency of the method we first solved problems with analytical solutions and verify that the method produces either analytical solutions or accurate numerical solutions. Afterwards, we solved problems without analytical solutions and compared our results with the existing ones.

## 2. Gegenbauer Polynomials and Gegenbauer Wavelets

The Gegenbauer polynomials or ultraspherical polynomials,  $G_m^\nu(x)$ , are the eigensolutions of the following Sturm Liouville equation defined on the interval  $[-1,1]$  as follows (Kumar et al., 2019)

$$\frac{d}{dx} \left[ (1-x^2)^{\nu+\frac{1}{2}} \frac{dy}{dx} \right] + m(m+2\nu)(1-x^2)^{\nu-\frac{1}{2}}y = 0,$$

where  $\nu > -\frac{1}{2}$  is the Gegenbauer parameter and  $m \in \mathbb{Z}^+$  is the order of the polynomial. For  $\nu = 0$ ,  $\nu = 1$  and  $\nu = \frac{1}{2}$ , Gegenbauer polynomials generate very well-known Chebyshev polynomials of the first and second kind  $T_m(x)$ ,  $U_m(x)$  and Legendre polynomials  $P_m(x)$ , respectively. That is

$$G_m^{\frac{1}{2}}(x) = P_m(x), \quad G_m^1(x) = U_m(x) \quad \text{and} \quad \lim_{\nu \rightarrow 0} \frac{1}{\nu} G_m^\nu(x) = T_m(x), \quad m \in \mathbb{N}.$$

The Gegenbauer polynomials can be obtained recursively by the relation

$$(m+1)G_{m+1}^\nu(x) = 2x(m+\nu)G_m^\nu(x) - (m+2\nu-1)G_{m-1}^\nu(x),$$

with the first two values  $G_0^\nu(x) = 1$  and  $G_1^\nu(x) = 2\nu x$ . As the basic property, these polynomials are orthogonal on  $[-1,1]$  with respect to the weight function  $w(x) = (1-x^2)^{\nu-\frac{1}{2}}$  that is

$$\int_{-1}^1 (1-x^2)^{\nu-\frac{1}{2}} G_m^\nu(x) G_n^\nu(x) dx = L_m^\nu \delta_{mn},$$

where  $\delta_{mn}$  is Kronecker delta and  $L_m^\nu = \frac{\pi 2^{1-2\nu} \Gamma(m+2\nu)}{m!(m+\nu)[\Gamma(\nu)]^2}$  is the normalization factor and hence they constitute an orthogonal basis in Hilbert space  $L^2[-1,1]$ . Further information about the properties of the Gegenbauer polynomials can be found in (Reimer, 2003; Kim et al., 2012).

Gegenbauer wavelets are a family of functions, constructed from Gegenbauer polynomials  $G_m^\nu(x)$ , together with five arguments  $k, m, n, \nu, x$  as

$$\psi_{nm}(x) = \begin{cases} \frac{1}{L_m^\nu} 2^{k/2} G_m^\nu(2^k x - 2n + 1), & x \in \left[ \frac{n-1}{2^k-1}, \frac{n}{2^{k-1}} \right], \\ 0, & \text{otherwise,} \end{cases} \quad (6)$$

where  $k = 1, 2, 3, \dots$  is the level of resolution,  $n = 1, 2, \dots, 2^{k-1}$  is the translation parameter and  $x \in [0,1]$ .

Any function  $u(x) \in L^2[0,1]$  can be expressed in terms of Gegenbauer wavelet coefficient obtained by the inner product

$$a_{nm} = \langle u(x), \psi_{nm}(x) \rangle_{\omega_n} = \int_0^1 \omega_n(x) u(x) \psi_{nm}(x) dx,$$

for a shifted weight function  $\omega_n(x) = w(2^k x - 2n + 1)$ . For an approximation, we truncate the series above as

$$u(x) \approx \sum_{n=1}^{2^{k-1}} \sum_{m=0}^{M-1} a_{nm} \psi_{nm}(x) = \mathbf{a}^T \boldsymbol{\phi}(x), \quad (7)$$

where  $\mathbf{a}$  and  $\boldsymbol{\phi}(x)$  are  $2^{k-1}M \times 1$  matrices in the form

$$\mathbf{a} = [a_{10}, a_{11}, a_{12}, \dots, a_{1(M-1)}, a_{20}, a_{21}, a_{22}, \dots, a_{2(M-1)}, \dots, a_{2^{k-1}0}, a_{2^{k-1}1}, \dots, a_{2^{k-1}(M-1)}],$$

$$\boldsymbol{\phi}(x) = [\psi_{10}, \psi_{11}, \psi_{12}, \dots, \psi_{1(M-1)}, \psi_{20}, \psi_{21}, \psi_{22}, \dots, \psi_{2(M-1)}, \dots, \psi_{2^{k-1}0}, \psi_{2^{k-1}1}, \dots, \psi_{2^{k-1}(M-1)}].$$

Theorem 1: The Gegenbauer wavelet series expansion  $\sum_{n=1}^{2^{k-1}} \sum_{m=0}^{M-1} a_{nm} \psi_{nm}(x)$  converges to  $u(x)$ , as  $2^{k-1}$  and  $M$  approach to  $\infty$ .

Proof: Let  $L^2[0,1]$  denote the Hilbert space. Since the Gegenbauer wavelets form an orthonormal basis in  $L^2[0,1]$  any function  $u(x)$  can be expanded by the series  $u(x) = \sum_{j=0}^{M-1} a_{\rho j} \psi_{\rho j}(x)$  for a fixed  $n = \rho$ , where  $1 < \rho < 2^{k-1}$  and  $a_{\rho j} = \langle u(x), \psi_{\rho j}(x) \rangle$ .

A partial sum  $S_n$  of the sequence  $\{a_{\rho j} \psi_{\rho j}\}_{j=0}^n$ , for some  $m < n < M - 1$ , is defined in the form  $S_n = \sum_{j=1}^n a_{\rho j} \psi_{\rho j}(x)$ . Here, the main goal for verifying the convergence is to show that  $S_n$  is a Cauchy sequence in Hilbert space. It is clear that  $S_n - S_m = \sum_{j=m+1}^n a_{\rho j} \psi_{\rho j}(x)$  for  $m < n < M - 1$ . With the help of orthogonality of Gegenbauer wavelets and Bessel's inequality (Arfken & Weber, 2005)

$$\begin{aligned} \|S_n - S_m\|^2 &= \left\| \sum_{j=m+1}^n a_{\rho j} \psi_{\rho j}(x) \right\|^2 = \langle \sum_{j=m+1}^n a_{\rho j} \psi_{\rho j}(x), \sum_{i=m+1}^n a_{\rho i} \psi_{\rho i}(x) \rangle \\ &= \sum_{j=m+1}^n \sum_{i=m+1}^n a_{\rho j} a_{\rho i} \langle \psi_{\rho j}(x), \psi_{\rho i}(x) \rangle, \end{aligned}$$

for real  $a_{\rho i}$ , then the inner product in the last equation gives 1 when  $i = j$ . Hence the last summation equals to

$$\sum_{j=m+1}^n |a_{\rho j}|^2 \leq \sum_{j=1}^n |a_{\rho j}|^2 \leq \|u(x)\|^2.$$

This implies that  $\sum_{j=m+1}^n |a_{\rho j}|^2$  is bounded and therefore,  $\|S_n - S_m\|^2 = \sum_{j=m+1}^n |a_{\rho j}|^2$  is convergent as  $m, n \rightarrow \infty$ . Hence,  $S_n$  is a Cauchy sequence in Hilbert space and therefore it converges to a sum  $u(x)$ .

Theorem 2: Let  $\Omega_n = \text{Span}\{\psi_{n0}, \psi_{n1}, \psi_{n2}, \dots, \psi_{n(M-1)}\}$  and  $f(x)$  be a real valued function such that  $f(x) \in C^M[0,1]$ . Assume that  $f(x) = \sum_{n=1}^{2^{k-1}} f_n(x)$  and if  $a_n^T \boldsymbol{\phi}_n(x)$  is the best approximation of  $f_n(x)$  then  $\mathbf{a}^T \boldsymbol{\phi}(x)$  approximates  $f(x)$  with the error bound:

$$\|f(x) - \mathbf{a}^T \boldsymbol{\phi}(x)\| \leq \frac{\varepsilon}{M! 2^{M(k-1)} \sqrt{2M+1}},$$

where  $\varepsilon = \max_{x \in [0,1]} |f^M(x)|$ .

Proof: The proof is based on the Taylor series expansion of  $f_n(x)$  about  $\frac{n-1}{2^{k-1}}$

$$\tilde{f}_n(x) = f_n \left( \frac{n-1}{2^{k-1}} \right) + \dots + \frac{1}{(M-1)!} f_n^{(M-1)} \left( \frac{n-1}{2^{k-1}} \right) \left( x - \frac{n-1}{2^{k-1}} \right)^{M-1},$$

then since  $\frac{n-1}{2^{k-1}} < x < \frac{n}{2^{k-1}}$

$$|f_n(x) - \tilde{f}_n(x)| \leq \frac{1}{M!} f_n^{(M)}(x) \left(x - \frac{n-1}{2^{k-1}}\right)^M.$$

Since  $a_n^T \phi_n(x)$  is the best approximation of  $f_n(x)$ ,

$$\|f_n(x) - a^T \phi(x)\|^2 \leq \sum_{n=1}^{2^{k-1}} \|f_n(x) - a_n^T \phi_n(x)\|^2 \leq \sum_{n=1}^{2^{k-1}} \|f_n(x) - \tilde{f}_n(x)\|^2 \leq \frac{2^{2M} \varepsilon^2}{(M!)^2 2^{2Mk} (2M+1)}$$

gives the desired result. For more details, see Usman et al. (2019).

### 2.1. Operational matrix of derivative

The derivatives of the vector  $\phi(x)$  defined in Eq.(7) can be obtained by means of an operational matrix  $D$  as

$$\frac{d^i}{dx^i} \phi(x) = D^i \phi(x), \tag{8}$$

where  $\phi(x)$  is the vector of Gegenbauer wavelets,  $D^i$  is the  $i$ -th power of the  $2^{k-1}M \times 2^{k-1}M$  operational matrix for differentiation, derived in Usman et al. (2019) as

$$D = \begin{pmatrix} F & 0 & 0 & \dots & 0 \\ 0 & F & 0 & \dots & 0 \\ \vdots & \vdots & \vdots & \dots & \vdots \\ 0 & 0 & 0 & \dots & F \end{pmatrix}. \tag{9}$$

Here  $F$  is a  $M \times M$  submatrix whose  $(r, s)$ -th component

$$F_{rs} = \begin{cases} \frac{2^{k+1}(s+\nu-1)\sqrt{(r-1+\nu)\Gamma(r)\Gamma(s-1+2\nu)}}{\sqrt{(s-1+\nu)\Gamma(s)\Gamma(r-1+2\nu)}}, & r = 2, \dots, M; s = 1, \dots, (r-1) \text{ and } r+s \text{ is odd,} \\ 0, & \text{otherwise,} \end{cases}$$

where  $\Gamma(\cdot)$  is the Gamma function.

### 3. Application of Gegenbauer Wavelets to Lane-Emden Equations

We assume that the solution of the differential equation Eq. (1) has the form

$$y(x) = \sum_{n=1}^{2^{k-1}} \sum_{m=0}^{M-1} a_{nm} \psi_{nm}(x) = a^T \phi(x),$$

where  $a_{nm}$  are the unknown coefficients for  $n = 1, \dots, 2^{k-1}; m = 0, \dots, M-1$ ;  $a$  and  $\phi(x)$  are vectors defined in Eq. (7). Our aim is to find these  $2^{k-1}M$  unknown coefficients to obtain the solution. For this we need the derivatives

$$\begin{aligned} y'(x) &= \sum_{n=1}^{2^{k-1}} \sum_{m=0}^{M-1} a_{nm} \psi'_{nm}(x) = a^T \phi'(x) = a^T D \phi(x), \\ y''(x) &= \sum_{n=1}^{2^{k-1}} \sum_{m=0}^{M-1} a_{nm} \psi''_{nm}(x) = a^T \phi''(x) = a^T D^2 \phi(x), \end{aligned}$$

in order to replace into the differential equation in Eq. (1) as

$$a^T D^2 \phi(x) + \frac{c}{x} a^T D \phi(x) + F(x, a^T \phi(x)) = g(x). \tag{10}$$

This is an algebraic equation in terms of  $x$  involving unknown coefficients. But in order to obtain all of these coefficients explicitly, we need  $2^{k-1}M$  algebraic equations. Two of these equations are provided by the initial or boundary conditions in Eq. (3) as

$$y(0) = \mathbf{a}^T \boldsymbol{\phi}(0) = \alpha_1, \quad y'(0) = \mathbf{a}^T \mathbf{D}\boldsymbol{\phi}(0) = \beta_1,$$

or

$$\begin{aligned} y(0) &= \mathbf{a}^T \boldsymbol{\phi}(0) = \alpha_2, & y(1) &= \mathbf{a}^T \boldsymbol{\phi}(1) = \beta_2, \\ y'(0) &= \mathbf{a}^T \mathbf{D}\boldsymbol{\phi}(0) = \alpha_3, & y'(1) &= \mathbf{a}^T \mathbf{D}\boldsymbol{\phi}(1) = \beta_3, \\ y(0) &= \mathbf{a}^T \mathbf{D}\boldsymbol{\phi}(0) = \alpha_4, & \gamma_1 y(1) + \gamma_2 y'(1) &= \gamma_1 \mathbf{a}^T \boldsymbol{\phi}(1) + \gamma_2 \mathbf{a}^T \mathbf{D}\boldsymbol{\phi}(1) = \beta_4. \end{aligned}$$

The remaining  $2^{k-1}M - 2$  equations are provided by replacing the first  $2^{k-1}M - 2$  roots  $x_i$  of very well-known Chebyshev polynomials as collocation points in Eq. (10)

$$\mathbf{a}^T \mathbf{D}^2 \boldsymbol{\phi}(x_i) + \frac{c}{x_i} \mathbf{a}^T \mathbf{D}\boldsymbol{\phi}(x_i) + F(x_i, \mathbf{a}^T \boldsymbol{\phi}(x_i)) = g(x_i),$$

for  $i = 1, 2, \dots, 2^{k-1}M - 2$ . The obtained equations form a system of  $2^{k-1}M$  algebraic equations to be solved for  $a_{nm}$  by Matlab tools.

#### 4. Numerical Examples

This section illustrates the use of the current method to solve three problems. All of these problems are solved by a code, including *fsolve* function, written in Matlab R2021b and the computations are performed in Lenovo AMD Ryzen 7 3700U 8 GB RAM computer.

In the first example, we consider a problem with analytical solution to examine the effectiveness of the current method. We show that when the exact solution is polynomial, the method produces the solution itself. In the second and third examples, we continue with problems without exact solutions. Compared the results with the ones in the literature and via the residual error analysis, we check the robustness of the method and present the effect of Gegenbauer parameter on the solution.

##### 4.1. Example 1

The first example is a second order linear and nonhomogeneous problem (Mall & Chakraverty, 2015)

$$\begin{aligned} y''(x) + \frac{8}{x} y'(x) + xy(x) &= x^5 - x^4 + 44x^2 - 30x, \quad x \in (0,1], \\ y(0) &= y'(0) = 0. \end{aligned} \tag{11}$$

This problem has an analytical solution of fourth degree polynomial  $y(x) = x^4 - x^3$ , so we used a fourth order polynomial with randomly chosen  $\nu = 2.5$  and approximated the function and its derivatives as follows

$$\begin{aligned} y(x) &= \frac{\sqrt{30}}{4} a_{10} + \frac{3\sqrt{5}}{2} a_{11}(2x - 1) + \sqrt{1155} a_{12} \left( x^2 - x + \frac{3}{14} \right) + \frac{\sqrt{2730}}{4} a_{13} (12x^3 - \\ &18x^2 + 8x - 1) + \sqrt{70} a_{14} \left( \frac{165}{2} x^4 - 165x^3 + \frac{225}{2} x^2 - 30x + \frac{5}{2} \right), \\ y'(x) &= 3\sqrt{5} a_{11} + \sqrt{1155} a_{12} (2x - 1) + \sqrt{2730} a_{13} (9x^2 - 9x + 2) + \\ &\sqrt{70} a_{14} (330x^3 - 495x^2 + 225x - 30), \\ y''(x) &= 2\sqrt{1155} a_{12} + \sqrt{2730} a_{13} (18x - 9) + \sqrt{70} a_{14} (990x^2 - 990x + 225), \end{aligned} \tag{12}$$

where  $a_{10}, a_{11}, a_{12}, a_{13}, a_{14}$  are the unknown coefficients. To determine these coefficients, we firstly substitute Eq. (12) into Eq. (11) and insert the first three roots of the Chebyshev polynomial into the resulting equation. The obtained equations and the initial conditions form a system of five equations. This system is solved by *fsolve* function of Matlab to obtain

$$a_{10} = -0.0435, a_{11} = -0.0248, a_{12} = 0.0040, a_{13} = 0.0064, a_{14} = 0.0014,$$

which results in the analytic solution.

#### 4.2. Example 2

The second problem is used in modelling the oxygen diffusion in a spherical cell (Wazwaz, 2011) as well as heat conduction through a solid (Lima & Morgado, 2010)

$$y''(x) + \frac{2}{x} y'(x) - \frac{ny(x)}{y(x) + k} = 0, \quad x \in (0,1],$$

$$y'(0) = 0, \quad 5y(1) + y'(1) = 5,$$

where  $n = 0.76129$ ,  $k = 0.03119$  and  $f(x, y) = \frac{ny(x)}{y(x)+k}$  is the heat generating function.

This problem does not have an exact solution. In order to check the robustness of the proposed method, we define residual error function  $ER(x_i)$  in the form

$$ER(x_i) = y_M''(x_i) + \frac{2}{x_i} y_M'(x_i) - \frac{ny_M(x_i)}{y_M(x_i) + k} = 0,$$

where  $y_M(x_i)$  is the approximate solution at the collocation points. First, the problem is solved for several values of Gegenbauer parameter  $\nu$  then the best value of this parameter is investigated through the residual errors  $ER(x_i)$  at  $x_i \in (0,1]$ . The parameter giving the smallest value of  $ER(x_i)$  for  $x_i \in (0,1]$  is determined as the best parameter for the problem of the Lane-Emden equation.

Figure 1 and Table 1 show the values of the error  $ER(x_i)$  of the method for different values of  $\nu$ . One can see from this figure and this table that the errors are increasing when the parameter  $\nu$  is increasing and the smallest errors are obtained for  $\nu = -0.49$ .

Table 1. Error  $ER(x_i)$  obtained from different values of  $\nu$  at the points  $x_i$

$x_i$	$ER(x_i)$ with $\nu = -0.49$	$ER(x_i)$ with $\nu = 2.5$	$ER(x_i)$ with $\nu = 5$	$ER(x_i)$ with $\nu = 10$	$ER(x_i)$ with $\nu = 30$
0	1.103257e-06	2.398957e-05	8.779339e-05	4.480180e-04	9.597005e-03
0.1	5.843838e-07	2.156675e-06	1.304410e-06	1.878467e-05	8.856819e-04
0.2	3.446693e-07	1.256834e-06	5.725870e-06	2.927864e-05	5.641982e-04
0.3	7.557322e-07	1.953095e-06	2.625605e-06	2.222495e-07	1.831005e-04
0.4	8.237166e-09	5.505205e-07	1.483441e-06	4.563612e-06	2.464657e-05
0.5	1.019222e-06	2.249278e-06	3.376932e-06	5.843993e-06	1.757727e-05
0.6	1.002441e-06	8.700669e-07	1.599169e-07	4.661690e-06	4.216164e-05
0.7	6.384774e-07	4.731577e-06	8.729478e-06	8.988542e-06	5.150524e-04
0.8	2.424914e-06	1.049723e-06	1.845242e-05	1.708220e-04	4.978212e-03
0.9	6.172315e-07	4.710728e-05	1.816439e-04	9.517936e-04	2.070513e-02
1	1.850748e-05	2.048626e-04	6.627298e-04	3.078282e-03	6.062056e-02

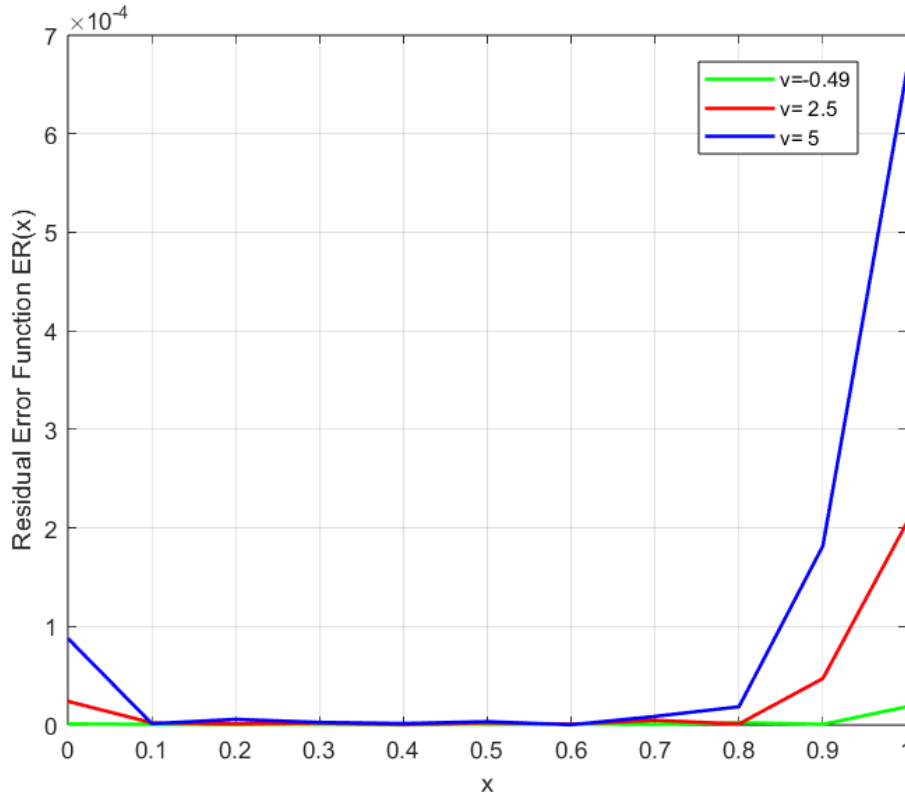


Figure 1. Error  $ER(x_i)$  obtained from different values of  $\nu$  are shown.

Hence, we solved this problem by taking  $\nu = -0.49$  and  $M = 7$  which corresponds to a 6th order polynomial. Table 2 presents the results of the current method and other numerical methods. Here TWM (Gümgüm, 2020) and VIM (Wazwaz, 2011) are respectively Taylor wavelet method and the variational iteration method. Gümgüm (2020) and Wazwaz (2011) used 6th degree polynomials. Çağlar et al. (2009) used B-Spline method (BSM) with  $n = 40$  collocation points and Mohsenyazadeh et al. (2015) used Bernoulli polynomials of 14th degree (BP).

These results show that the first six decimal places in all numerical solutions are compatible. Taking into account of both the polynomial degrees and the amount of the utilized collocation points used, one can observe that the current method is as efficient as TWM and VIM and more powerful than BSM and BP.

Table 2. Comparison of the current method with other numerical methods

$x_i$	GWM, $y_6(x_i)$	TWM, $y_6(x_i)$	VIM, $y_6(x_i)$	BSM, $n = 40$	BP, $y_{14}(x_i)$
0	0.8284832928	0.8284835573	0.8284832761	0.8284832512	0.8284832818
0.1	0.8297060995	0.8297063594	0.8297060781	0.8297060537	0.8297060924
0.2	0.8333747216	0.8333750006	0.8333747193	0.8333746961	0.8333747335
0.3	0.8394899053	0.8394901811	0.8394898996	0.8394898784	0.8394899139
0.4	0.8480527944	0.8480530523	0.8480527701	0.8480527521	0.8480527849
0.5	0.8590649470	0.8590651943	0.8590649108	0.8590648975	0.8590649271
0.6	0.8725283313	0.8725285872	0.8725282997	0.8725282940	0.8725283199
0.7	0.8884452986	0.8884455738	0.8884452781	0.8884452838	0.8884453056
0.8	0.9068185356	0.9068188164	0.9068185095	0.9068185305	0.9068185480
0.9	0.9276509944	0.9276512446	0.9276509392	0.9276509752	0.9276509883
1	0.9509458010	0.9509459977	0.9509457539	0.9509457898	0.9509457984

These results can be analyzed better in Figure 2. One can see that they all coincide.

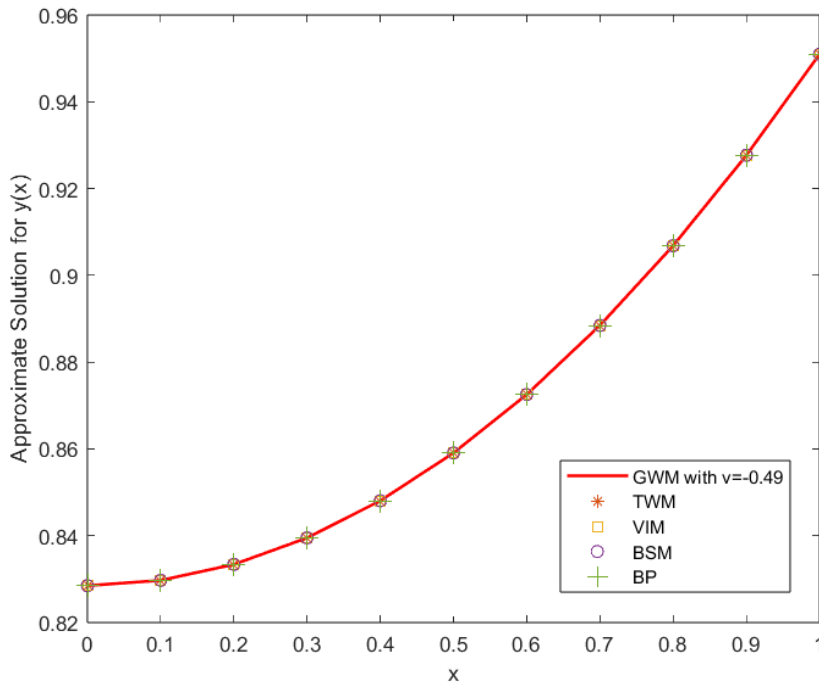


Figure 2. Numerical results of the mentioned methods.

**4.3. Example 3** The final example is defined as in (Wazwaz, 2001)

$$y''(x) + \frac{2}{x} y'(x) + \sinh(y) = 0,$$

$$y(0) = 1, \quad y'(0) = 0, \quad x \geq 0.$$

This problem does not have an exact solution. In order to check the robustness of the current method, we define residual error function in the form

$$ER(x_i) = y_M''(x_i) + \frac{2}{x_i} y_M'(x_i) + \sinh(y_M(x_i)) = 0,$$

where  $y_M(x_i)$  is the approximate solution at the collocation points. We solved the problem for different values of the Gegenbauer parameter  $\nu$  then the best value of this parameter is investigated through the residual errors  $ER(x_i)$  at  $x_i \in (0,1]$ . The parameter giving the smallest value of  $ER(x_i)$  for  $x_i \in (0,1]$  is determined as the best parameter for the problem of the Lane-Emden equation.

Table 3. Error  $ER(x_i)$  obtained from different values of  $\nu$

$x_i$	$ER(x_i)$ with $\nu = -0.49$	$ER(x_i)$ with $\nu = 2.5$	$ER(x_i)$ with $\nu = 6$
0	2.635574e-17	1.481564e-17	2.616733e-17
0.1	5.963773e-11	5.963773e-11	5.963773e-11
0.2	5.585695e-11	5.585731e-11	5.585726e-11
0.3	6.826894e-11	6.826894e-11	6.826889e-11
0.4	7.205352e-11	7.205341e-11	7.205330e-11
0.5	6.091321e-10	6.091326e-10	6.091327e-10
0.6	2.464924e-10	2.464879e-10	2.464878e-10
0.7	1.377397e-09	1.377369e-09	1.377369e-09
0.8	2.255828e-09	2.255956e-09	2.255957e-09
0.9	2.100228e-09	2.099742e-09	2.099742e-09
1	3.012828e-08	3.012983e-08	3.012983e-08



Table 3 shows the values of the error  $ER(x_i)$  of the current method for different values of  $\nu$ . As one can see in Table 3 the errors do not much differ for several values of  $\nu$  in this example. For this reason, we solved the problem with  $\nu = -0.49$ , as we did in the previous example. As earlier studies, Parand et al. (2010) solved this problem by Hermite collocation method (HCM) and Wazwaz (2001) used Adomian Decomposition method (ADM) to obtain a series solution of the form

$$y(x) = 1 - \frac{e^2 - 1}{12e} x^2 + \frac{e^4 - 1}{480e^2} x^4 - \frac{2e^6 + 3e^2 - 3e^4 - 2}{30240e^3} x^6 + \frac{61e^8 - 104e^6 + 104e^2 - 61}{26127360e^4} x^8.$$

The results of the current method for  $M = 9$  which correspond to 8th degree polynomial, ADM in Wazwaz (2001) and HCM with  $M = 10$  in Parand et al. (2010) are given in Table 4. We present the comparison of the values at some points that we can find in (Parand et al., 2010)

Table 4. Comparison of the current method with other numerical methods

$x_i$	GWM	ADM	HCM
0	1.0000000000	1.0000000000	1.0000000000
0.1	0.9980428414	0.9980428414	0.9981138095
0.2	0.9921894348	0.9921894348	0.9922758837
0.5	0.9519610927	0.9519611019	0.9520376245
1	0.8182429284	0.8182516669	0.8183047481

By Table 4, we observe that at least the first two decimal places in all numerical solutions are compatible while the results of the proposed method and Wazwaz (Wazwaz, 2001) match up to at least 4 decimal places. For better comparison, the series solution of Wazwaz (Wazwaz, 2001) can be embedded into the residual error function in the place of  $y_M(x)$ . Figure 3 presents the comparison of the errors obtained by the current method with  $\nu = -0.49$  and by ADM (Wazwaz, 2001).

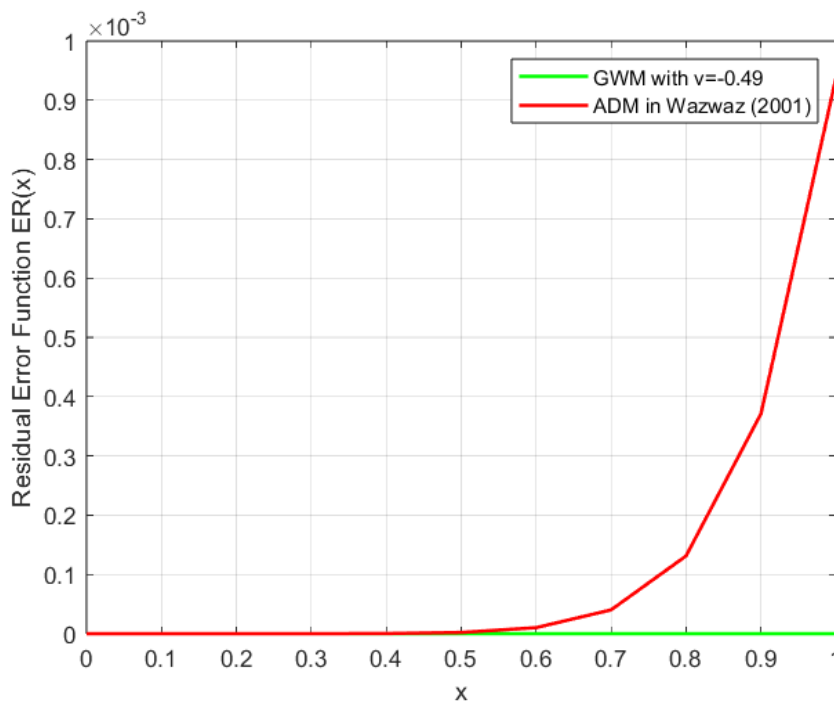


Figure 3. The errors obtained by the proposed method and ADM in Wazwaz (2001) are shown.

As one can observe in the tables and figures the proposed method is more efficient than the other two methods.

## 5. Conclusion

In this study, several singular linear and nonlinear problems are treated by the proposed method. Error and convergence analysis of the method is given. Two main advantages of this method are that, unlike some numerical techniques, there is no need to linearize the nonlinear terms and to discretize the domain. Therefore, the computation cost is less and the method is quite easy to implement. We simply replace the unknown function and its derivatives with the approximating function and its derivatives and reduce the equation to a system of nonlinear algebraic equations. We observe that an analytical solution is possible to attain once the solution is a polynomial. Comparing the results to variants shows that the method is efficient, reliable and highly accurate.

## Acknowledgements

I would like to thank Nilgün Dungan Jr. for proofreading the article. No funding is available for this research.

## References

- Adibi, H., & Rismani, A. M. (2010). On using a modified Legendre-spectral method for solving singular IVPs of Lane–Emden type. *Computers and Mathematics with Applications*, 60, 2126-2130. doi:10.1016/j.camwa.2010.07.056
- Ahmed, H. M. (2023). Numerical solutions for singular Lane-Emden equations using shifted Chebyshev polynomials of first kind. *Contemporary Mathematics*, 4(1), 132-149. doi:10.37256/cm.4120232254
- Arfken, G. B., & Weber, H. J. (2005). *Mathematical Methods for Physicists* (6th Ed.). London: Elsevier Academic Press.
- Chambre, P. L. (1952). On the solution of the Poisson-Boltzmann equation with application to the theory of thermal explosions. *The Journal of Chemical Physics*, 20, 1795-1797. doi:10.1063/1.1700291
- Chandrasekhar, S. (1967). *Introduction to the Study of Stellar Structure*. New York: Dover.
- Çağlar, H., Çağlar, N., & Özer, M. (2009). B-spline solution of non-linear singular boundary value problems arising in physiology. *Chaos, Soliton & Fractals*, 39, 1232-1237. doi:10.1016/j.chaos.2007.06.007
- Davis, H.T. (1962). *Introduction to Nonlinear Differential and Integral Equations*. New York: Dover,
- Doha, E. H, Abd-Elhameed, W. M., & Youssri, Y. H. (2013). Second kind Chebyshev operational matrix algorithm for solving differential equations of Lane-Emden type. *New Astronomy*, 23-24, 113-117. doi:10.1016/j.newast.2013.03.002
- Emden, R. (1907). *Gaskugeln: Anwendungen der Mechanischen Warmetheorie auf Kosmologische und Meteorologische Probleme*. Berlin: Teubner.
- Gümgüm, S. (2020). Taylor wavelet solution of linear and nonlinear Lane-Emden equations. *Applied Numerical Mathematics*, 158, 44-53. doi:10.1016/j.apnum.2020.07.019
- Gürbüz, B., & Sezer, M. (2014). Laguerre polynomial approach for solving Lane-Emden type functional differential equations. *Applied Mathematics and Computation*, 242, 255-264. doi:10.1016/j.amc.2014.05.058
- İdiz, F., Tanoğlu, G., & Aghazadeh, N. (2023). A numerical method based on Legendre wavelet and quasilinearization technique for fractional Lane-Emden type equations. *Numerical Algorithms*, 95, 181-206. doi:10.1007/s11075-023-01568-z
- Khalique, C. M., & Ntsime, P. (2008). Exact solutions of the Lane-Emden-type equations. *New Astronomy*, 13(7), 476-480. doi:10.1016/j.newast.2008.01.002
- Kim, D. S., Kim, T., & Rim, S. H. (2012). Some identities involving Gegenbauer polynomials. *Advances in Difference Equations*, 2012, 219. doi:10.1186/1687-1847-2012-219
- Krivec, R., & Mandelzweig, V. B. (2008). Quasilinearization approach to computations with singular potentials. *Computer Physics Communications*, 179(12), 865-867. doi:10.1016/j.cpc.2008.07.006

- Kumar, N., Pandey, R. K., & Cattani, C. (2011). Solution of the Lane-Emden Equation Using the Bernstein Operational Matrix of Integration. *ISRN Astronomy and Astrophysics*, 2011, 351747. doi:10.5402/2011/351747
- Kumar, S., Pandey, P., & Das, S. (2019). Gegenbauer wavelet operational matrix method for solving variable-order non-linear reaction–diffusion and Galilei invariant advection–diffusion equations. *Computational and Applied Mathematics*, 162, 1-22. doi:10.1007/s40314-019-0952-z
- Lane, J. H. (1870). On the theoretical temperature of the sun, under the hypothesis of a gaseous mass maintaining its internal heat and depending on the laws of gases known to terrestrial experiment. *The American Journal of Science and Arts*, 50, 57-74. doi:10.2475/ajs.s2-50.148.57
- Liao, S. J. (2003). A new analytic algorithm of Lane-Emden type equations. *Applied Mathematics and Computation*, 142(1), 1-16. doi:10.1016/S0096-3003(02)00943-8
- Lima, P. M., & Morgado, L. (2010). Numerical modeling of oxygen diffusion in cells with Michaelis–Menten uptake kinetics. *Journal of Mathematical Chemistry*, 48, 145-158. doi:10.1007/s10910-009-9646-x.
- Mandelzweig, V. B., & Tabakin, F. (2001). Quasilinearization approach to nonlinear problems in physics with application to nonlinear ODEs. *Computer Physics Communications*, 141(2), 268-281. doi:10.1016/S0010-4655(01)00415-5
- Mall, S., & Chakraverty, S. (2015). Numerical solution of nonlinear singular initial value problems of Emden-Fowler type using Chebyshev Neural Network method. *Neurocomputing*, 149, 975-982. doi:10.1016/j.neucom.2014.07.036
- Mohsenyadeh, M., Maleknejad, K., & Ezzati, R. (2015). A numerical approach for the solution of a class of singular boundary value problems arising in physiology. *Advances in Difference Equations*, 231.
- Öztürk, Y. (2018). Solution for the system of Lane–Emden type equations using Chebyshev Polynomials. *Mathematics*, 6, 181. doi:10.3390/math6100181
- Öztürk, Y., & Gülsu, M. (2014). An operational matrix method for solving Lane-Emden equations arising in astrophysics. *Mathematical Methods in the Applied Sciences*, 37(15), 2227-2235. doi:10.1002/mma.2969
- Pandey, R. K., & Kumar, N. (2012). Solution of Lane–Emden type equations using Bernstein operational matrix of differentiation. *New Astronomy*, 17(3), 303-308. doi:10.1016/j.newast.2011.09.005.
- Parand, K., Dehghan, M., Rezaei, A. R., & Ghaderi, S. M. (2010). An approximation algorithm for the solution of the nonlinear Lane-Emden type equations arising in astrophysics using Hermite functions collocation method. *Computer Physics Communications*, 181, 1096-1108. doi:10.1016/j.cpc.2010.02.018
- Reimer, M. (2003). Gegenbauer Polynomials. In *Multivariate Polynomial Approximation*, (pp. 19-38). Birkhäuser Verlag: Springer Basel.
- Shawagfeh, N.T. (1993). Nonperturbative approximate solution for Lane-Emden equation. *Journal of Mathematical Physics*, 34, 4364-4369. doi:10.1063/1.530005
- Shiralashetti, S. C., & Kumbinarasaiah, S. (2017). Theoretical study on continuous polynomial wavelet bases through wavelet series collocation method for nonlinear Lane–Emden type equations. *Applied Mathematics and Computation*, 315, 591-602. doi:10.1016/j.amc.2017.07.071
- Singh, R., & Kumar, J. (2014). An efficient numerical technique for the solution of nonlinear singular boundary value problems. *Computer Physics Communications*, 185, 1282-1289. doi:10.1016/j.cpc.2014.01.002
- Wazwaz, A. M. (2001). A new algorithm for solving differential equations of Lane-Emden type. *Applied Mathematics and Computation*, 118, 287-310. doi:10.1016/S0096-3003(99)00223-4
- Wazwaz, A. M. (2011). The variational iteration method for solving nonlinear singular boundary value problems arising in various physical models. *Communications in Nonlinear Science and Numerical Simulation*, 16, 3881-3886. doi:10.1016/j.cnsns.2011.02.026
- Usman, M., Hamid, M., Zubair, T., Haq, R., & Wang, W. (2019). Operational-matrix-based algorithm for differential equations of fractional order with Dirichlet boundary conditions. *The European Physical Journal Plus*, 134, 279-294. doi:10.1140/epjp/i2019-12653-7

- Van Gorder, R. A., & Vajravelu, K. (2008). Analytic and numerical solutions to the Lane-Emden Equations. *Physics Letters*, 372(39), 6060-6065. doi:10.1016/j.physleta.2008.08.002
- Yildirim, A., & Öziş, T. (2009). Solutions of singular IVPs of Lane-Emden type by the variational iteration method. *Nonlinear Analysis, Theory, Methods & Applications*, 70(6), 2480-2484. doi:10.1016/j.na.2008.03.012
- Yousefi, A.S. (2006). Legendre wavelets method for solving differential equations of Lane-Emden type. *Applied Mathematics and Computation*, 181, 1417-1422. doi:10.1016/j.amc.2006.02.031
- Yüzbaşı, Ş. (2011). A numerical approach for solving a class of the nonlinear Lane-Emden type equations arising in astrophysics. *Mathematical Methods in the Applied Sciences*, 34(18), 2218-2230. doi:10.1002/mma.1519
- Yüzbaşı, Ş., & Sezer, M. (2013). An improved Bessel collocation method with a residual error function to solve a class of Lane-Emden differential equations, *Mathematical Computer Modelling*, 57, 1298-1311. doi:10.1016/j.mcm.2012.10.032



Research Article

**On the Unit Group of the Integral Group Ring  $\mathbb{Z}(S_3 \times C_3)$  #**

**Ömer KÜSMÜŞ\*<sup>1</sup>, İsmail Hakkı DENİZLER<sup>1</sup>, Richard LOW<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Van Yuzuncu Yil University, Faculty of Science, Department of Mathematics, 12345, Van, Türkiye

<sup>2</sup>San Jose State University, Faculty of Science, Department of Mathematics, California, USA

Ömer KÜSMÜŞ, ORCID No: 0000-0001-7397-0735, İsmail Hakkı DENİZLER, ORCID No: 0000-0002-3360-6696, Richard LOW, ORCID No: 0000-0003-2320-8296

\*Corresponding author e-mail: omerkusmus@yyu.edu.tr

**Article Info**

Received: 18.09.2023

Accepted: 18.12.2023

Online April 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1361776](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1361776)

**Keywords**

Complex representation,  
Cyclic group,  
Direct product group,  
Group rings,  
Integral group rings,  
Symmetric group

**Abstract:** Describing the group of units in the integral group ring is a famous and classical open problem. Let  $S_3$  and  $C_3$  be the symmetric group of order 6 and a cyclic group of order 3, respectively. In this paper, a description of the units of the integral group ring  $\mathbb{Z}(S_3 \times C_3)$  of the direct product group  $S_3 \times C_3$  concerning a complex representation of degree two is given. As a result, a part of the conjecture which is introduced in (Low, 2008) and related to group rings over a complex integral domain is resolved using representation theory.

**$\mathbb{Z}(S_3 \times C_3)$  İntegral Grup Halkasındaki Birimsel Elemanlar Grubu Üzerine**

**Makale Bilgileri**

Geliş: 18.09.2023

Kabul: 18.12.2023

Online Nisan 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1361776](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1361776)

**Anahtar Kelimeler**

Devirli grup,  
Direkt çarpım grubu,  
Grup halkaları,  
İntegral grup halkaları,  
Kompleks temsil,  
Simetrik grup

**Öz:** Verilen bir sonlu grubun integral grup halkasındaki birimsel elemanların grubunu belirlemek çoğu grup için meşhur ve klasik bir açık problemdir.  $S_3$  ve  $C_3$  sırasıyla 6 mertebeli simetrik grup ve 3 mertebeli bir devirli grup olsun. Bu makalede, iki dereceli bir kompleks temsile göre  $S_3 \times C_3$  direkt çarpım grubunun  $\mathbb{Z}(S_3 \times C_3)$  integral grup halkasının birimsel elemanlarının yapısı verilmektedir. Sonuç olarak, kompleks bir tamlik bölgesi üzerinde tanımlı grup halkalarına ilişkin (Low, 2008)' de sunulan konjektürün bir kısmı, temsil teorisi kullanılarak çözülmüştür.

**1. Introduction**

We denote the integral group ring of a given finite group  $G$  over the ring of integers by  $\mathbb{Z}G$ . Its elements are all finite sums of the form  $\sum_{g \in G} \alpha_g g$  where  $\alpha_g \in \mathbb{Z}$ . The ring epimorphism defined by

# This paper has been generated from the corresponding author's Ph.D. thesis conducted under the supervision of Assoc. Prof. Dr. İsmail Hakkı DENİZLER.

$\epsilon: \mathbb{Z}G \rightarrow \mathbb{Z}$ ,  $\epsilon(g) = 1$ , is called the *augmentation map*. The kernel of  $\epsilon$  is the *augmentation ideal*  $\Delta_{\mathbb{Z}}(G) = \{g - 1: g \in G\}$ .

The group of units of  $\mathbb{Z}G$  is denoted by  $U(\mathbb{Z}G)$  and the group of units (of augmentation one) is denoted by  $U_1(\mathbb{Z}G)$ . Clearly,  $\pm U_1(\mathbb{Z}G) = U(\mathbb{Z}G)$  and the set  $\pm G$  are the *trivial units* in  $U(\mathbb{Z}G)$ .

Describing units of integral group rings is a difficult and open classical problem. Over the years, it has drawn the attention of those working in the areas of algebra, number theory, and algebraic topology. Most descriptions of  $U(\mathbb{Z}G)$  in the mathematical literature either give an explicit description of unit group, the general structure of  $U(\mathbb{Z}G)$ , or a subgroup of finite index of the unit group  $U(\mathbb{Z}G)$ . Interested readers can read more about group rings in (Jespers & del Rio A, 2016) and (Milies & Sehgal, 2002). Additional information can be found in Sehgal's comprehensive study (Sehgal, 1993) on the unit problem in integral group rings.

Units, as well as other special elements in a group ring such as idempotent, nilpotent, etc., are useful elements to obtain novel results in group ring theory. Küsmüş (2020) introduced some results related to units which are generated from idempotent elements of group rings. Hanoymak & Küsmüş (2023) studied some units which are correlated with nilpotent elements in group rings. Jespers & Parmenter (1993) described  $U(\mathbb{Z}G)$  for groups of order 16. Jespers & Parmenter (1992) described  $U(\mathbb{Z}G)$  where  $G$  is the dihedral group of order twelve and for  $G = D_8 \times C_2$ . Kelebek & Bilgin (2014) gave the structure of  $U(\mathbb{Z}(C_n \times V))$  where  $V$  is a Klein-4 group. Bilgin, Küsmüş & Low (2016) determined the unit group of the integral group ring of

$$T \times C_2 = \langle a, b, x: a^6 = x^2 = 1, a^3 = b^2, bab^{-1} = a^{-1}, ax = xa, bx = xb \rangle$$

as a semidirect product of finitely generated free groups.

In (Low, 1998 and 2008), a general algebraic framework was developed to study  $U(\mathbb{Z}G^*)$ , where  $G^* = G \times C_p$ , where  $p$  is prime and  $G$  is a finite group. Low (2008) asserts that an implicit characterization of  $U(\mathbb{Z}(G \times C_p))$  depends on an understanding of the structure of  $U(RG)$ , where  $R = \mathbb{Z}[\zeta]$  is a complex integral domain, for prime  $p \geq 3$  and  $\zeta$  is a primitive  $p$ th root of unity.

Eisele et al. (2015) have introduced a general (but implicit) characterization of the unit group of  $\mathbb{Z}G$  for some finite groups up to commensurability, using Wedderburn decompositions and idempotent elements from  $\mathbb{Q}Ge$ . Their method is based on exploring an isomorphism between components of Wedderburn decompositions of  $\mathbb{Q}G$  and  $\mathbb{Q}Ge$ , where  $e \in \mathbb{Q}Ge_i$  is a non-central idempotent element (Eisele et al., 2015). In our paper, we do not utilize idempotent elements as in (Eisele et al., 2015). We focus on the open problem which is related to the unit group of integral group ring  $\mathbb{Z}(G \times C_p)$ , using its ideals where  $G$  is a symmetric group of order 6 and  $p = 3$  found in (Low, 2008). In particular, we characterize the unit group of the integral group ring of

$$S_3^* := S_3 \times C_3 = \langle a, b, x: a^3 = b^2 = x^3 = 1, bab^{-1} = a^{-1}, ax = xa, bx = xb \rangle$$

in terms of a decomposition of ideals of  $\mathbb{Z}S_3^*$ . To do this, we utilize linear extensions of a specific complex representation of degree two of the group  $S_3^*$  to some ideals of its integral group ring and correlate units in  $\mathbb{Z}S_3^*$  with the units in some matrix rings.

## 2. Material and Methods

We first recall the theorem found in (Jespers, 1995) and (Jespers & Parmenter, 1992).

**Theorem 2.1.** In  $U_1(\mathbb{Z}S_3)$ ,  $S_3$  has a torsion-free normal complement which is generated by bicyclic units as  $U_1(\mathbb{Z}S_3) = V \rtimes S_3$  such that  $V = \langle u_{b,a}, u_{ba,a}, u_{ba^2,a} \rangle$ , where

$$\begin{aligned} u_{b,a} &= 1 + (1 - b)a(1 + b), \\ u_{ba,a} &= 1 + (1 - ba)a(1 + ba), \\ u_{ba^2,a} &= 1 + (1 - ba^2)a(1 + ba^2). \end{aligned}$$

Since  $S_3^* := S_3 \times C_3 = \langle a, b, x : a^3 = b^2 = x^3 = 1, bab^{-1} = a^{-1}, ax = xa, bx = xb \rangle$ , we have

$$\begin{aligned} \mathbb{Z}S_3^* &\simeq (\mathbb{Z}S_3)C_3 = \{c_0 + c_1x + c_2x^2 : c_i \in \mathbb{Z}S_3\}, \\ \mathbb{Z}S_3^* &\simeq (\mathbb{Z}C_3)S_3 = \{c'_0 + c'_1a + c'_2a^2 + c'_3b + c'_4ba + c'_5ba^2 : c'_i \in \mathbb{Z}C_3\}, \\ \mathbb{Z}S_3^* &\simeq \mathbb{Z}[(C_3 \times C_3) \rtimes C_2] \simeq \{c''_1 + c''_1b : c''_i \in \mathbb{Z}(C_3 \times C_3)\}. \end{aligned}$$

Now, let  $\pi_g$  denote the natural projection defined over  $S_3^*$  with  $\pi(g) = 1$ . We can linearly extend  $\pi_g$  to the integral group ring of  $S_3^*$ . Here, we can define the ring epimorphisms as  $\pi_x : \mathbb{Z}S_3^* \rightarrow \mathbb{Z}S_3$ ,

$$\pi_x(c_0 + c_1x + c_2x^2) = c_0 + c_1 + c_2$$

and

$$\pi_a : \mathbb{Z}S_3^* \simeq (\mathbb{Z}C_3)S_3 \rightarrow \mathbb{Z}\langle b, x \rangle \simeq \mathbb{Z}(C_2 \times C_3) \simeq (\mathbb{Z}C_3)C_2$$

such that

$$\pi_a \left( \sum_{i=0}^2 \alpha_i a^i + \beta_i b a^i \right) = \sum_{i=0}^2 \alpha_i + \beta_i b,$$

where  $c_i \in \mathbb{Z}S_3$  and  $\alpha_i, \beta_i \in \mathbb{Z}\langle x \rangle \simeq \mathbb{Z}C_3$ , respectively. Thus we observe that

$$\text{Ker}(\pi_x) = \mathbb{Z}S_3(1-x) \oplus \mathbb{Z}S_3(1-x^2)$$

and

$$\text{Ker}(\pi_a) = \mathbb{Z}\langle b, x \rangle(1-a) \oplus \mathbb{Z}\langle b, x \rangle(1-a^2).$$

Restricting  $\pi_x$  to  $\text{Ker}(\pi_a)$ , the image of an element of the form

$$\gamma = (\gamma_0 + \gamma_1x + \gamma_2x^2)(1-a) + (\delta_0 + \delta_1x + \delta_2x^2)(1-a^2)$$

is

$$\pi_x(\gamma) = \sum_{i=0}^2 \gamma_i(1-a) + \sum_{i=0}^2 \delta_i(1-a^2),$$

where  $\gamma_i, \delta_i \in \mathbb{Z}\langle b \rangle$ . Thus, kernel of this restriction (denoted by  $K^x$ ) is

$$K^x = \{k_1\alpha_{11} + k_2\alpha_{12} + k_3\alpha_{21} + k_4\alpha_{22} : k_i \in \mathbb{Z}\langle b \rangle\} \subseteq \text{Ker}(\pi_x)$$

where  $\alpha_{ij} = (1-x^i)(1-a^j)$  for  $i, j \in \{1, 2\}$ . Note that this is a direct sum. That is,

$$K^x = \prod_j \prod_i \mathbb{Z}\langle b \rangle \alpha_{ij}.$$

### 3. Results

**Proposition 3.1.** Let  $K^a$  be the kernel of  $\pi_a$ , restricted to  $\text{Ker}(\pi_x)$ . Then,  $K^a = K^x$ .

*Proof.* For an element  $w \in K^a$ , we know that  $w \in \text{Ker}(\pi_x)$  and  $\pi_a(w) = 0$ . This implies that  $\pi_x(w) = 0$  and so  $w \in K^x$ . Therefore,  $K^a \subseteq K^x$ . The converse of this inclusion is similarly shown.

Note that these kernels yield a noncommutative  $\mathbb{Z}\langle b \rangle$ -algebra which we denote by  $J_4 = \langle \alpha_{11}, \alpha_{12}, \alpha_{21}, \alpha_{22} \rangle_{\mathbb{Z}\langle b \rangle}$ . In  $J_4$ , the following hold:

$$\alpha_{11}^2 = 4\alpha_{11} - 2\alpha_{12} - 2\alpha_{21} + \alpha_{22}, \tag{1}$$

$$\alpha_{12}^2 = -2\alpha_{11} + 4\alpha_{12} + \alpha_{21} - 2\alpha_{22}, \tag{2}$$

$$\alpha_{21}^2 = -2\alpha_{11} + \alpha_{12} + 4\alpha_{21} - 2\alpha_{22}, \tag{3}$$

$$\alpha_{22}^2 = \alpha_{11} - 2\alpha_{12} - 2\alpha_{21} + 4\alpha_{22}, \tag{4}$$

$$\alpha_{11}\alpha_{12} = \alpha_{12}\alpha_{11} = 2\alpha_{11} + 2\alpha_{12} - \alpha_{21} - \alpha_{22}, \tag{5}$$

$$\alpha_{11}\alpha_{21} = \alpha_{21}\alpha_{11} = 2\alpha_{11} - \alpha_{12} + 2\alpha_{21} - \alpha_{22}, \tag{6}$$

$$\alpha_{11}\alpha_{22} = \alpha_{22}\alpha_{11} = \alpha_{11} + \alpha_{12} + \alpha_{21} + \alpha_{22}, \tag{7}$$

$$\alpha_{12}\alpha_{21} = \alpha_{21}\alpha_{12} = \alpha_{11} + \alpha_{12} + \alpha_{21} + \alpha_{22}, \tag{8}$$

$$\alpha_{12}\alpha_{22} = \alpha_{22}\alpha_{12} = -\alpha_{11} + 2\alpha_{12} - \alpha_{21} + 2\alpha_{22}, \tag{9}$$

$$\alpha_{21}\alpha_{22} = \alpha_{22}\alpha_{21} = -\alpha_{11} - \alpha_{12} + 2\alpha_{21} + 2\alpha_{22} \tag{10}$$

and

$$b\alpha_{11} = \alpha_{12}b, \quad b\alpha_{12} = \alpha_{11}b, \quad b\alpha_{22} = \alpha_{21}b, \quad b\alpha_{21} = \alpha_{22}b. \tag{11}$$

**Theorem 3.1.** Let  $J_2$  denote  $\mathbb{Z}\langle b \rangle(1 - a) \oplus \mathbb{Z}\langle b \rangle(1 - a^2)$ . Then,

$$U_1(1 + J_2) \rtimes \langle b \rangle \simeq V \rtimes \langle a \rangle \rtimes \langle b \rangle$$

where  $V$  is a torsion-free normal complement of  $S_3$ .

*Proof.* We know that  $J_2 = \mathbb{Z}\langle b \rangle(1 - a) \oplus \mathbb{Z}\langle b \rangle(1 - a^2)$  is the kernel of the map  $\pi_a: \mathbb{Z}S_3 \rightarrow \mathbb{Z}\langle b \rangle$  by  $a \mapsto 1$ . It is known that if  $I$  is an augmentation ideal, then the augmentation of  $I$  is 0. Hence, the unit group which is generated from  $I$  lies in  $1 + I$ , due to the fact that the augmentation of a unit has to be one. Thus,  $U_1(1 + J_2) = (1 + J_2) \cap U_1(\mathbb{Z}S_3)$  is the kernel of  $\pi_a$  (restricted to the unit groups) with the exact sequence

$$1 \rightarrow U_1(1 + J_2) \xrightarrow{i} U_1(\mathbb{Z}S_3) \xrightarrow{\pi_a} U_1(\mathbb{Z}\langle b \rangle) \rightarrow 1.$$

Since  $U_1(\mathbb{Z}\langle b \rangle) \hookrightarrow U_1(\mathbb{Z}S_3)$  is an embedding, the sequence splits as

$$U_1(\mathbb{Z}S_3) = U_1(1 + J_2) \rtimes U_1(\mathbb{Z}\langle b \rangle).$$

As  $U_1(\mathbb{Z}\langle b \rangle) = \langle b \rangle$  and  $U_1(\mathbb{Z}S_3) = V \rtimes S_3$  from Theorem 2.1, we see that

$$U_1(1 + J_2) \rtimes \langle b \rangle \simeq V \rtimes \langle a \rangle \rtimes \langle b \rangle.$$



**Theorem 3.2.** Let  $J_3$  denote  $\mathbb{Z}\langle b \rangle(1 - x) \oplus \mathbb{Z}\langle b \rangle(1 - x^2)$ . Then,

$$U_1(1 + J_3) = \langle x \rangle \simeq C_3.$$

*Proof.* Let  $J_3 = \mathbb{Z}\langle b \rangle(1 - x) \oplus \mathbb{Z}\langle b \rangle(1 - x^2)$ . In particular,

$$J_3 = \{(k_0 + k_1b)(1 - x) + (k_2 + k_3b)(1 - x^2) : k_i \in \mathbb{Z}\}.$$

Notice that  $\langle b, x \rangle \simeq \langle bx : o(bx) = 6 \rangle \simeq C_6$ . Then,  $J_3$  is the kernel of the ring epimorphism  $\pi_x : \mathbb{Z}\langle bx \rangle \rightarrow \mathbb{Z}\langle b \rangle$ , given by

$$\pi_x\left(\sum_{i=0}^5 c_i (bx)^i\right) = (c_1 + c_3 + c_5) + (c_0 + c_2 + c_4)b.$$

Using the linearity of  $\pi_x$ , we have  $\tilde{\pi}_x : U_1(\mathbb{Z}\langle bx \rangle) \rightarrow U_1(\mathbb{Z}\langle b \rangle)$  and

$$\text{Ker}(\tilde{\pi}_x) = U_1(1 + J_3) = (1 + J_3) \cap U_1(\mathbb{Z}C_6).$$

It follows that

$$1 \rightarrow U_1(1 + J_3) \xrightarrow{i} U_1(\mathbb{Z}\langle bx \rangle) \xrightarrow{\tilde{\pi}_x} U_1(\mathbb{Z}\langle b \rangle) \rightarrow 1$$

and

$$U_1(\mathbb{Z}\langle bx \rangle) = U_1(1 + J_3) \times U_1(\mathbb{Z}\langle b \rangle).$$

It is well known that the unit groups of integral group rings of abelian groups of order 2,3,4 and 6 have to be trivial (Sehgal, 1993). Hence,  $U_1(\mathbb{Z}\langle bx \rangle) \simeq U_1(\mathbb{Z}C_6) = \langle bx \rangle$  and

$$U_1(\mathbb{Z}\langle b \rangle) \simeq U_1(\mathbb{Z}C_2) = \langle b \rangle.$$

Thus,  $C_6 \simeq U_1(1 + J_3) \times C_2$  and we conclude that  $U_1(1 + J_3) = \langle x \rangle \simeq C_3$ .

**Theorem 3.3.** Let  $J_4 = \langle \alpha_{11}, \alpha_{12}, \alpha_{21}, \alpha_{22} \rangle_{\mathbb{Z}\langle b \rangle}$  where  $\alpha_{ij} = (1 - x^i)(1 - a^j)$ , as described in equations (1)-(11). Then,

$$U_1(1 + J_4) = \{1 + c_0W_1 + c_1W_2 : c_0, c_1 \in \mathbb{Z}\}$$

where  $W_1 = (1 - b)(1 - x)(a^2 - a)$  and  $W_2 = (1 - b)(1 - x^2)(a^2 - a)$ .

*Proof.* We know that  $U_1(1 + J_4)$  is implicitly composed of units of the form

$$u = 1 + (k_0 + l_0b)\alpha_{11} + (k_1 + l_1b)\alpha_{12} + (k_2 + l_2b)\alpha_{21} + (k_3 + l_3b)\alpha_{22}.$$

By applying a linear extension of the projection operator

$$\pi_b(\alpha) = \begin{cases} 1, & \alpha = b \\ \alpha, & \alpha \neq b \end{cases}$$

to  $J_4$ , it is possible to separate this ideal into two distinct parts. Using the short exact sequence

$$0 \rightarrow \text{Ker}(\pi_b) \xrightarrow{i} J_4 \xrightarrow{\pi_b} \text{Im}(\pi_b) \rightarrow 0,$$

note that

$$Im(\pi_b) = \{c_0\alpha_{11} + c_1\alpha_{12} + c_2\alpha_{21} + c_3\alpha_{22} : c_i \in \mathbb{Z}\}.$$

When we move the above sequence to the subgroup  $U_1(1 + J_4)$  of units, we obtain the sequence

$$1 \rightarrow 1 + Ker(\pi_b) \xrightarrow{i} U_1(1 + J_4) \xrightarrow{\pi_b} 1 + Im(\pi_b) \rightarrow 1.$$

We claim that  $1 + Im(\pi_b)$  has no nontrivial units. To see this, consider  $\rho(1 + Im(\pi_b))$ , where  $\rho: S_3^* \rightarrow GL(2, \langle \omega \rangle)$  is a complex representation of degree two such that

$$\rho(a) = \begin{bmatrix} \omega & 0 \\ 0 & \omega^2 \end{bmatrix}, \rho(b) = \begin{bmatrix} 0 & 1 \\ 1 & 0 \end{bmatrix}, \rho(x) = \begin{bmatrix} \omega & 0 \\ 0 & \omega \end{bmatrix} = \omega I_2$$

and  $\omega$  is the primitive 3rd root of unity. Restriction of  $\rho$  to ideal  $J_4$  gives the following representations:

$$\rho(\alpha_{11}) = \begin{bmatrix} 2(1 - \omega) - (1 - \omega^2) & 0 \\ 0 & (1 - \omega) + (1 - \omega^2) \end{bmatrix},$$

$$\rho(\alpha_{12}) = \begin{bmatrix} (1 - \omega) + (1 - \omega^2) & 0 \\ 0 & 2(1 - \omega) - (1 - \omega^2) \end{bmatrix},$$

$$\rho(\alpha_{21}) = \begin{bmatrix} (1 - \omega) + (1 - \omega^2) & 0 \\ 0 & -(1 - \omega) + 2(1 - \omega^2) \end{bmatrix},$$

$$\rho(\alpha_{21}) = \begin{bmatrix} (1 - \omega) + (1 - \omega^2) & 0 \\ 0 & -(1 - \omega) + 2(1 - \omega^2) \end{bmatrix},$$

$$\rho(\alpha_{22}) = \begin{bmatrix} -(1 - \omega) + 2(1 - \omega^2) & 0 \\ 0 & (1 - \omega) + (1 - \omega^2) \end{bmatrix}.$$

As a linear operator, extending  $\rho$  to integral group ring  $\mathbb{Z}S_3^*$  yields the representation of a unit in  $1 + Im(\pi_b)$  as

$$\rho(u) = \begin{bmatrix} u_1 & 0 \\ 0 & u_2 \end{bmatrix}$$

with inverse

$$\rho(u)^{-1} = \begin{bmatrix} u_1^{-1} & 0 \\ 0 & u_2^{-1} \end{bmatrix}$$

where

$$u_1 = 1 + (2c_0 + c_1 + c_2 - c_3)(1 - \omega) + (-c_0 + c_1 + c_2 + 2c_3)(1 - \omega^2),$$

$$u_2 = 1 + (c_0 + 2c_1 - c_2 + c_3)(1 - \omega) + (c_0 - c_1 + 2c_2 + c_3)(1 - \omega^2).$$

As  $\text{Det}(\rho(u)) = u_1 u_2 \in U_1(\mathbb{Z}\langle\omega\rangle)$  and  $U_1(\mathbb{Z}\langle\omega\rangle) \simeq U_1(\mathbb{Z}C_3) \simeq C_3$ , we see that both  $u_1$  and  $u_2$  must be trivial units. Moreover, notice that  $u_1 = u_2 = 1$ . Thus, we conclude that

$$U_1(1 + J_4) = (1 + \text{Ker}(\pi_b)) \cap U_1(1 + J_4).$$

Recall that

$$\text{Ker}(\pi_b) = \{(1 - b)(d_0\alpha_{11} + d_1\alpha_{12} + d_2\alpha_{21} + d_3\alpha_{22}): d_i \in \mathbb{Z}\}.$$

Since  $v \in (1 + \text{Ker}(\pi_b)) \cap U_1(1 + J_4)$ , the representation  $\rho(v)$  is obtained as

$$\rho(v) = \begin{bmatrix} 1 + v_1 & -v_2 \\ -v_1 & 1 + v_2 \end{bmatrix}$$

where

$$v_1 = (2d_0 + d_1 + d_2 - d_3)(1 - \omega) + (-d_0 + d_1 + d_2 + 2d_3)(1 - \omega^2)$$

and

$$v_2 = (d_0 + 2d_1 - d_2 + d_3)(1 - \omega) + (d_0 - d_1 + 2d_2 + d_3)(1 - \omega^2).$$

Observe that  $\text{Det}(\rho(v)) = 1 + v_1 + v_2$  is invertible if and only if

$$\text{Det}(\rho(u)) = 1 + (1 - \omega)(3d_0 + 3d_1) + (1 - \omega^2)(3d_2 + 3d_3) \in U_1(\mathbb{Z}\langle\omega\rangle) = \langle\omega\rangle.$$

Hence, we deduce that  $d_0 + d_1 = 0$  and  $d_2 + d_3 = 0$ . This shows us that  $v$  can be written in the form  $v = 1 + d_0W_1 + d_2W_2$ .

Since  $W_1$  and  $W_2$  are nilpotent elements of nilpotency index two and  $W_1W_2 = W_2W_1 = 0$ , the subgroup  $U_1(1 + J_4)$  consists of units of form  $v = 1 + d_0W_1 + d_2W_2$  with the inverse  $v^{-1} = 1 - d_0W_1 - d_2W_2$ . It is clear that  $U_1(1 + J_4)$  is torsion-free since

$$u^n = 1 + nc_0W_1 + nc_1W_2$$

for any  $n \in \mathbb{Z}$ . Thus,  $U_1(1 + J_4) = \{1 + c_0W_1 + c_1W_2: c_0, c_1 \in \mathbb{Z}\}$ .

**Corollary 3.1.**  $U(\mathbb{Z}S_3^*) = (U_1(1 + J_4) \times C_3) \rtimes (V \rtimes S_3)$  where  $C_3 = \langle x \rangle$ ,  $V$  is a torsion-free normal complement of  $S_3$  and  $U_1(1 + J_4) = \{1 + c_0W_1 + c_1W_2: c_0, c_1 \in \mathbb{Z}\}$  such that  $W_1$  and  $W_2$  are as obtained in Theorem 3.3.

*Proof.* We construct the following commutative diagram of exact sequences:

$$\begin{array}{ccccc} J_4 & \xrightarrow{i} & \mathbb{Z}\langle b, x \rangle[(1 - a) \oplus (1 - a^2)] & \xrightarrow{\pi_x} & J_2 \\ \downarrow & & \downarrow & & \downarrow \\ \mathbb{Z}S_3[(1 - x) \oplus (1 - x^2)] & \xrightarrow{i} & \mathbb{Z}S_3^* & \xrightarrow{\pi_x} & \mathbb{Z}S_3 \\ \downarrow & & \downarrow & & \downarrow \\ J_3 & \xrightarrow{i} & \mathbb{Z}\langle b, x \rangle & \xrightarrow{\pi_x} & \mathbb{Z}\langle b \rangle \end{array}$$

Since the inverses of the projections  $\pi_a$  and  $\pi_x$  are embeddings, the sequences split in all of the rows and columns. This implies that

$$\mathbb{Z}S_3^* = [\mathbb{Z}S_3(1 - x) \oplus \mathbb{Z}S_3(1 - x^2)] \rtimes \mathbb{Z}S_3,$$

$$\mathbb{Z}S_3^* = [\mathbb{Z}\langle b, x \rangle(1 - a) \oplus \mathbb{Z}\langle b, x \rangle(1 - a^2)] \rtimes \mathbb{Z}\langle b, x \rangle,$$

$$\mathbb{Z}S_3 = J_2 \rtimes \mathbb{Z}\langle b \rangle,$$

$$J_4 \rtimes J_3 = \mathbb{Z}S_3(1-x) \oplus \mathbb{Z}S_3(1-x^2),$$

$$J_4 \rtimes J_2 = \mathbb{Z}\langle b, x \rangle(1-a) \oplus \mathbb{Z}\langle b, x \rangle(1-a^2),$$

$$\mathbb{Z}\langle b, x \rangle = J_3 \times \mathbb{Z}\langle b \rangle.$$

Moving these sequences and split extensions to the unit groups level, we have

$$\begin{array}{ccccc}
 U(1+J_4) & \xrightarrow{i} & U(1+\mathbb{Z}\langle b, x \rangle[(1-a) \oplus (1-a^2)]) & \xrightarrow{\pi_x} & U(1+J_2) \\
 \downarrow & & \downarrow & & \downarrow \\
 U(1+\mathbb{Z}S_3[(1-x) \oplus (1-x^2)]) & \xrightarrow{i} & U(\mathbb{Z}S_3^*) & \xrightarrow{\pi_x} & U(\mathbb{Z}S_3) \\
 \downarrow & & \downarrow & & \downarrow \\
 U(1+J_3) & \xrightarrow{i} & U(\mathbb{Z}\langle b, x \rangle) & \xrightarrow{\pi_x} & U(\mathbb{Z}\langle b \rangle)
 \end{array}$$

We can conclude that

$$U(\mathbb{Z}S_3^*) = U(1+J_4) \rtimes U(1+J_3) \rtimes U(1+J_2) \rtimes U(\mathbb{Z}\langle b \rangle).$$

Using Theorems 3.2. and 3.3., we obtain

$$U(\mathbb{Z}S_3^*) = (U_1(1+J_4) \times C_3) \rtimes (V \rtimes S_3).$$

#### 4. Discussion and Conclusion

Keeping in mind that  $S_3$  has a torsion-free normal complement which is generated by bicyclic units and every  $\mathbb{Z}$ -module has a complex representation of finite degree, we have reduced the problem of describing the unit group of  $\mathbb{Z}S_3^*$  to the problem of detecting units in matrix rings. We have moved a complex representation of  $S_3$  of degree 2 to a matrix ring whose entries are from the complex integral domain  $\mathbb{Z}[\omega]$  where  $\omega^3 = 1$ . It is clear that  $\mathbb{Z}[\zeta] = \mathbb{Z}$  when  $\zeta^2 = 1$  and so we have characterization of the unit group of integral group ring  $\mathbb{Z}(G \times C_2)$  in terms of the unit group in  $\mathbb{Z}G$  for a given finite group  $G$  and a cyclic group  $C_2$  of order 2 as in (Low, 2008). However, giving an explicit description of  $U(\mathbb{Z}(G \times C_p))$  through ideals of  $\mathbb{Z}(G \times C_p)$  and its complex representations over  $\mathbb{Z}[\theta]$  is still an open problem when  $p \geq 3$  and  $\theta$  is primitive  $p$ th root of unity. In this paper, we have given an approach to this problem for  $p = 3$  and proved that  $U(\mathbb{Z}S_3^*)$  consists of trivial units, torsion-free units and torsion-free normal complement of  $S_3$ , using representation theory of finite groups.

The problem of establishing an explicit characterization of the unit group in the integral group ring for a given (as a general form) direct product group still remains an open problem. In this regard, we believe that the topic holds significant interest for researchers working on group rings and the representation theory of finite groups. This serves as a substantial source of motivation for future research endeavors.

#### Acknowledgements

The corresponding author of this paper would like to express gratitude to Dear Mr. DENİZLER for his encouragement regarding this article, as well as (Küsmüş, 2020) and (Hanoymak & Küsmüş, 2023).

#### References

- Bilgin, T., Küsmüş, Ö., & Low, R. M. (2016). A characterization of the unit group in  $\mathbb{Z}[T \times C_2]$ . *Bulletin of the Korean Mathematical Society*, 53(4), 1105-1112. doi:10.4134/BKMS.b150526

- Eisele, F., Kiefer, A., & Gelder, I. V. (2015). Describing units of integral group rings up to commensurability. *Journal of Pure and Applied Algebra*, 219(7), 2901-2916. doi:10.1016/j.jpaa.2014.09.031
- Hanoymak, T., & Küsmüş, Ö. (2023). A generalization of G-nilpotent units in commutative group rings to direct product groups. *Yuzuncu Yil University Journal of the Institute of Natural and Applied Sciences*, 28(1), 8-18. doi:10.53433/yyufbed.1097581
- Jespers, E., & Parmenter, M. M. (1992). Bicyclic units in  $\mathbb{Z}S_3$ . *Bulletin of the Belgium Mathematical Society*, 44, 141-146.
- Jespers, E., & Parmenter, M. M. (1993). Units of group rings of groups of order 16. *Glasgow Mathematical Journal*, 35, 367-379. doi:10.1017/S0017089500009952
- Jespers, E. (1995). Bicyclic units in some integral group rings. *Canadian Mathematics Bulletin*, 38(1), 80-86. doi:10.4153/CMB-1995-010-4
- Jespers, E., & del Rio, A. (2016). *Group Ring Groups*. Vol. 1 and 2. Berlin, Germany: De Gruyter.
- Kelebek, I. G., & Bilgin, T. (2014). Characterization of  $U_1(\mathbb{Z}[C_n \times K_4])$ . *European Journal of Pure and Applied Mathematics*, 7(4), 462-471.
- Küsmüş, Ö. (2020). On idempotent units in commutative group rings. *Sakarya University Journal of Science*, 24(4), 782-790. doi:10.16984/sofenbilder.733935
- Low, R. M. (1998). *Units in integral group rings for direct products*. (PhD), Western Michigan University, Kalamazoo, MI.
- Low, R. M. (2008). On the units of the integral group ring  $\mathbb{Z}[G \times C_p]$ . *Journal of Algebra and its Applications*, 7(3), 393-403. doi:10.1142/S0219498808002898
- Milies, C. P., & Sehgal, S. K. (2002). *An Introduction to Group Rings*. London, UK: Kluwer Academic Publishers.
- Sehgal, S. K. (1993). *Units in Integral Group Rings*. Essex, England: Longman Scientific & Technical.



## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

### Sosyal Ağlarda Merkezilik Ölçütleri Kullanılarak Makine Öğrenmesi ile Etkili Bireylerin Tespiti

Aybike ŞİMŞEK

Milli Savunma Üniversitesi, Kara Harp Okulu, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, 06420, Ankara, Türkiye

Aybike ŞİMŞEK, ORCID No: 0000-0002-1033-1597

Sorumlu yazar eposta: aysimsek@kho.msu.edu.tr

#### Makale Bilgileri

Geliş: 23.08.2023  
Kabul: 30.11.2023  
Online Nisan 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1348472](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1348472)

#### Anahtar Kelimeler

Etkili birey,  
Makine öğrenmesi,  
Merkezilik ölçütleri,  
Sosyal ağlar

**Öz:** Sosyal ağlardaki etkili bireylerin tespiti, kamuoyu şekillendirme, viral pazarlama, dedikodu yayılımını önleme gibi pratikte birçok alan için önemli bir problemdir. Bunun için her bir bireyin ne kadar etkiye sahip olduğunun, bireyin ağ üzerindeki konumuna göre tahmin edilmesi gerekmektedir. Bu amaçla, bireylerin ağ üzerindeki konumları ile ilgili bilgi veren ağ merkezilik ölçütleri literatürde sıklıkla kullanılmaktadır. Mevcut çalışmaların büyük bir kısmı, sosyal ağlardaki bireyleri etkilerine göre sıralamaya ve bu şekilde en etkili kişileri tespit etmeye çalışırlar. Öte yandan, bir sosyal ağ üzerindeki bireylerin çok küçük bir kısmı gerçekten etkili bireydir. Bu bakımdan, bütün bireyleri etkilerine göre bir sraya koymaya çalışmak yerine, etkili olabilecek bireyleri ve diğer bireyleri iki sınıfa ayırmak birçok uygulama için yeterlidir. Biz bu çalışmada, etkili birey tespiti problemini ikili sınıflandırma problemi olarak ele aldık. Bireylerin merkezilik ölçütlerini birer öznelik olarak belirleyip, Karar Ağacı sınıflandırıcı ile bireyleri etkili ve değil şeklinde sınıflandırdık. Deneysel çalışmalar; Karar Ağacı sınıflandırıcının, temel merkezilik ölçütlerine göre daha başarılı sonuçlar verdiğini göstermiştir.

### Identification of Influencers with Machine Learning Using Centrality Measures in Social Networks

#### Article Info

Received: 23.08.2023  
Accepted: 30.11.2023  
Online April 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1348472](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1348472)

#### Keywords

Centrality measures,  
Influencer,  
Machine learning,  
Social networks

**Abstract:** Detection of influencers in social networks is an essential problem for many areas in practice, such as public opinion shaping, viral marketing, and preventing the spread of rumors. For this, it is necessary to estimate how much influence each individual has according to their position on the network. For this purpose, network centrality measures, which provide information about the position of individuals on the network, are frequently used in the literature. Most existing studies try to rank individuals on social networks according to their influence and thus identify the most influential people. On the other hand, a tiny percentage of individuals on a social network are influencers. In this regard, instead of trying to rank all individuals according to their influence, it is sufficient for many applications to divide potential influencers and other individuals into two classes. In this study, we considered the detection problem of influencers as a binary classification problem. We determined the centrality measures of individuals as features and classified the individuals as the influencers and the others with the Decision Tree classifier. Experimental studies have shown that the Decision Tree classifier gives more successful results than the basic centrality measures.

## 1. Giriş

Sosyal ağlardaki etkili bireylerin tespiti birçok uygulama için önemlidir. Bu uygulamalardan biri olan Etki Maksimizasyonu (EM) problemi, bir bilginin ya da etkinin bir ağ üzerindeki en fazla sayıdaki bireye ulaşabilmesi için yayılımın hangi bireylerden başlaması gerektiğinin tespiti olarak tanımlanabilir. Ağ üzerinde maksimum sayıda kullanıcıya bir bilgiyi ulaştırmak ya da bu kullanıcıları etkilemek, viral pazarlama, reklam, kamuoyu oluşturulması gibi uygulamalar için önemlidir. EM için temel 2 yaklaşım vardır. İlk yaklaşım bireylerin tek tek seçilmesidir (Kempe ve ark., 2003). Bu yaklaşım açgözlü bir yaklaşımdır. Ne var ki, düğümlerin etkilerini hesaplama işi ağır Monte-Carlo simülasyonları gerektirir (Zhang ve ark., 2021). Bu nedenle düğümlerin etkilerini işaret eden (tahmin etmemizi sağlayan) merkezilik ölçütleri kullanılır. Bu ölçütlerden bazıları Derece, Yakınlık, Aradalık ve Özvektör ölçütleridir. Bu ölçütleri kullanan yöntemlerin genel yaklaşımı şudur: düğümleri bir ölçüte göre sırala, ilk k adet düğümü etkili birey olarak al. Ancak problem bu şekilde basit olarak çözülemez. Bu amaçla, literatürde IM probleminin Kombinatoriyal Optimizasyon problemi olarak ele alınması ve k adet düğümün eş zamanlı olarak seçilmesi önerilmiştir (Borgatti, 2006). Gerçekten de IM problemi submodular olduğu için, rastgele 2 düğümün tek başlarına oluşturdukları etkiyle, beraber alındıklarında oluşturdukları etki aynı olmayabilir (Kempe ve ark., 2003). Bundan dolayı k adet düğümü eş zamanlı olarak seçmek ve etkisini değerlendirmek gerekir. Buradaki zorluk ise, problemin büyüklüğüdür. n adet düğümün bulunduğu bir ağdan k-adet bireyi seçmek için  $\binom{n}{k}$  kadar farklı olasılık vardır. Problem kaba kuvvet yaklaşım ile makul sürelerde çözülemeyeceği için bazı optimizasyon teknikleri bu probleme uygulanmıştır (Wang ve ark., 2019; Azaouzi ve ark., 2021). Optimizasyon teknikleri genel olarak daha iyi sonuç verirler ancak açgözlü yaklaşımlara göre daha yavaş çalışırlar (Li ve ark., 2017). Optimizasyon algoritmalarının yakınsama hızını artırmak için problemin boyutu küçültülmelidir. Bununla birlikte, bir sosyal ağdaki gerçek etkili bireylerin sayısı toplam düğüm sayısına göre çok azdır (Guo & Wu, 2021).

Bu çalışmada, bu noktadan yola çıkarak bir sosyal ağdaki bireyleri etkili olanlar ve etkili olmayanlar şeklinde sınıflandırarak problem büyüklüğünün azaltılması amaçlanmıştır. İlk olarak, bireylerin merkezilik ölçütleri ve IC (Independent Cascade) (Kempe ve ark., 2003) modeline göre gerçek etkinlikleri hesaplanmıştır. Daha sonra, en yüksek etkiye sahip %1 ve %5 bireyler Etkili Birey olarak etiketlenip iki farklı veri seti elde edilmiştir. Böylece, ilk veri setinde %1 Etkili Birey ve %99 diğer bireyler; ikinci veri setinde ise %5 Etkili Birey ve %95 diğer bireyler olmak üzere iki sınıf elde edilmiştir. Böylece bireylerin merkezilik ölçütleri birer öznelik; Etkili Birey olup olmama durumu ise sınıf olmuştur. Son olarak, Karar Ağacı yöntemi ile bireyler sınıflandırılmıştır. Elde edilen sonuçlar, literatürde sıklıkla kullanılan merkezilik ölçütleri ile kıyaslanmıştır. Sınıflandırma performansı açısından her iki veri setinde de Karar Ağacının daha iyi sonuçlar verdiği görülmüştür.

Literatürde Etkili Bireylerin tespiti ile ilgili merkezilik ölçütlerinin kullanıldığı çalışmalara bakıldığında, iki ana yaklaşım olduğu görülmektedir. Bunlardan birincisi, var olan merkezilik ölçütlerini bir algoritma içinde kullanmak veya yeni merkezilik ölçütleri geliştirmek; ikincisi ise var olan merkezilik ölçütlerinden bileşik merkezilik ölçütleri elde etmektir.

İlk gruba giren çalışmalara (Salavati ve ark., 2019; Sheng ve ark., 2020; Wen ve ark., 2020; Yang ve ark., 2020; Zhao ve ark., 2020a; Zhuang ve ark., 2021) örnek olarak verilebilir. Bu çalışmaların amacı özetle, her bir bireyi diğerinden ayırt edebilecek bir algoritma ya da yeni merkezilik ölçütleri geliştirmektir. Böylece bireyler, kendileri için hesaplanan merkezilik ölçütlerine göre büyükten küçüğe doğru sıralanabilir ve en yüksek değere sahip olan bazı bireyler Etkin Birey olarak kabul edilebilir. İkinci gruba giren çalışmalara (Keng ve ark., 2020; Şimşek, 2021; Şimşek & Meyerhenke, 2020; Sabah & Şimşek, 2023) örnek olarak verilebilir. Bu çalışmaların amacı da ilk gruptaki çalışmalarla aynıdır. Farklı olarak, birden çok merkezilik ölçütünü birleştirmeyi (birlikte kullanmayı) önermektedirler.

Yukarıda bahsedilen çalışmalar Etkin Birey tespiti problemini, her bir bireyi diğerinden ayırt etme, yani bireyleri etkilerine göre sıralama problemi olarak ele almış; probleme, sınıflandırma problemi olarak yaklaşmamışlardır. Bu çalışmalardan farklı olarak makine öğrenmesi tekniklerinin kullanıldığı çalışmalar da yeni yeni yapılmaya başlanmıştır. Rezaei ve ark., Etkin Birey tespiti problemini bir regresyon problemi olarak ele almış; bireylerin derece ve bağlılık gibi merkezilik ölçütleri ile gerçek etkinlik düzeyleri arasında bir ilişki aramışlardır (Rezaei ve ark., 2023).

### Çizelge 1. Literatür taramasının özeti

Yazar, Yıl	Yaklaşım	Amaç
Salavati ve ark., 2019	Var olan merkezilik ölçütlerini bir algoritma içinde kullanmak	Bireylerin ayırt edilebilirliğini arttırmak için düğümleri sıralamak
Sheng ve ark., 2020	Var olan merkezilik ölçütlerini bir algoritma içinde kullanmak	Etkili birey tespiti
Wen ve ark., 2020	Yeni merkezilik ölçütü geliştirmek	Etkili birey tespiti
Yang ve ark., 2020	Yeni merkezilik ölçütü geliştirmek	Etkili birey tespiti
Zhao ve ark., 2020a	Var olan merkezilik ölçütlerini bir algoritma içinde kullanmak	Etkili birey tespiti
Zhuang ve ark., 2021	Yeni merkezilik ölçütü geliştirmek	Etkili birey tespiti
Keng ve ark., 2020	Var olan merkezilik ölçütlerinden bileşik merkezilik ölçütleri elde etmek	Bireylerin ayırt edilebilirliğini arttırmak
Şimşek, 2021	Var olan merkezilik ölçütlerinden bileşik merkezilik ölçütleri elde etmek	Bireylerin ayırt edilebilirliğini arttırmak için düğümleri sıralamak
Şimşek ve Meyerhenke, 2020	Var olan merkezilik ölçütlerinden bileşik merkezilik ölçütleri elde etmek	Bireylerin ayırt edilebilirliğini arttırmak için düğümleri sıralamak
Sabah & Şimşek, 2023	Var olan merkezilik ölçütlerinden bileşik merkezilik ölçütleri elde etmek	Bireylerin ayırt edilebilirliğini arttırmak için düğümleri sıralamak
Rezaei ve ark., 2023	Makine Öğrenmesi, regresyon	Bireylerin ayırt edilebilirliğini arttırmak için düğümleri sıralamak
Zhao ve ark., 2020b	Makine Öğrenmesi, Naive Bayes, Karar Ağacı, Rasgele Orman, Destek Vektör Makinesi sınıflandırıcıları	Bireylerin etkinliklerine göre birçok sınıfa ayrılması

Bireylerin gerçek etkinliklerini belirlemek için bir salgın modeli olan SIR (Susceptible-Infected-Recovered) kullanmışlardır. SIR modeli, virüs gibi ajanların bir topluluk üzerindeki yayılımını modellemede sıklıkla kullanılan bir modeldir. Rezaei ve ark.'nın çalışması da diğer çalışmalar gibi Etkin Birey tespiti problemini, bireyleri etkilerine göre sıralama problemi olarak ele almıştır (Rezaei ve ark., 2023). Diğer bir çalışma Zhao ve ark. tarafından yapılmış olan ve Etkin Birey tespiti problemini bir sınıflandırma problemi olarak ele alan çalışmadır. Bu çalışmada bireylerin gerçek etkinliklerini belirlemek için SIR modelini kullanmışlar; düğümleri gerçek etkinliklerine göre birçok sınıfa ayırmışlar (etiketlemişler) ve Naive Bayes, Karar Ağacı, Rasgele Orman, Destek Vektör Makinesi gibi sınıflandırıcılarla bireyleri sınıflandırmışlardır (Zhao ve ark., 2020b). Literatür özeti Çizelge 1'de verilmiştir.

Literatür taraması sonucunda şunlar söylenebilir:

- Etkili Birey tespiti problemini sınıflandırma problemi olarak ele alan çalışma sayısı çok azdır. Sınıflandırma problemi olarak ele alan çalışmalar da ikili sınıflandırma değil çoklu sınıflandırma problemi olarak ele almışlardır.
- Çalışmaların neredeyse tamamı yayılım modeli olarak SIR yayılım modelini kullanmışlardır. SIR yayılım modeli, virüs gibi bulaşarak yayılan ajanların bir ağ üzerindeki yayılımını modellemek için sıklıkla kullanılır. Ne var ki; viral pazarlama, kamuoyu şekillendirme gibi uygulamalarda reklam/bilgi, bir bireyden diğerine bulaşmamakta, bireyler tarafından benimsenmektedir. Dolayısı ile SIR modeli bu tip uygulamalar için uygun değildir.

Bu çalışmanın literatüre katkılarını şu şekilde sıralayabiliriz:

- Etkili Birey tespiti problemi ikili sınıflandırma problemi şeklinde ele alındı. Giriş kısmında da bahsedildiği gibi, ağdaki kişileri etkili ve etkili olmayan şekilde iki sınıfa ayırmak, etki maksimizasyonu amacıyla kişiler arasından seçim yapan optimizasyon algoritmaları için problem kümesini küçültmek demektir.
- Etkili Birey tespiti problemini sınıflandırma problemi olarak ele alan ve etki modelleme için SIR modelini kullanan mevcut çalışmaların aksine etki modelleme için IC (Independent Cascade) modeli kullanıldı. IC modeli, bir etkinin (bilgi, reklam vb.) ağ üzerinde bir kişiden diğer kişiye geçişini bulaşma değil benimseme şeklinde modellemektedir.



## 2. Materyal ve Yöntem

### 2.1. IC modeli

IC (Independent Cascade) modeli, bir bilginin/etkinin bir ağ üzerinde kişilerden kişilere benimseme yoluyla geçişini ve bu şekilde ağ üzerinde yayılımını modellemek amacı ile üretilmiş bir modeldir. Her bir kişinin komşularından (Twitter veri seti için, takip ettiği kişilerden) etkilenmesi için belirli bir olasılık vardır. Bununla birlikte her bir kişinin, etkileyebilme potansiyeline sahip olduğu kişileri (Twitter veri seti için, takipçilerini) etkilemesi için birer şansı vardır. Etki yayılımı bir kişiden başladığında, olasılığa bağlı olarak, komşulardan bir kısmı etkilenir. Bir sonraki zaman diliminde etki, yeni etkilenen kişilerden yayılmaya devam eder. Böylece, yayılımın herhangi bir aşamasında etkilenen yeni bir kişi olmayana kadar yayılım devam eder. Yayılım bittiğinde, etkilenen kişilerin sayısının, ağdaki toplam kişi sayısına oranı etkinin ne kadar yayıldığını gösterir. IC ile ilgili detaylı bilgi için (Kempe ve ark., 2003) incelenebilir.

### 2.2. Veri seti

Bu çalışmada SNAP (Stanford Network Analysis Platform) veri setlerinden ego-Twitter veri seti kullanılmıştır. ego-Twitter veri seti 81306 düğüm (kişi) ve 1768149 kenara (takip) sahiptir (McAuley & Leskovec, 2012). Yönlü ve ağırlıksız bir graf olan ego-Twitter veri setinde kenar yönleri takip ilişkisini gösterir. Yani kenarlar takip edenden takip edilene doğrudur. Ancak, etki yayılımını modelleyebilmek için takip ilişkisini etkileme ilişkisine dönüştürmek gereklidir. Bunun için kenarların yönlerini ters çevirmek yeterlidir. Bu çalışmada da orijinal veri setindeki kenarların yönleri ters çevrilmiştir.

### 2.3. Merkezilik ölçütleri

Bu çalışmada kullanılan merkezilik ölçütleri aşağıda anlatılmaktadır. Bu ölçütler temel merkezilik ölçütleridir ve sıklıkla kullanılmaktadır. Bu ölçütler iki amaçla kullanılmıştır. Birincisi, her bir düğüm için hesaplanarak düğümlerin öznitelikleri olarak ele alınmışlardır. İkincisi, sınıflandırıcının rakipleri olarak kullanılmıştır.

Derece (çıkış): Yönlü bir ağ üzerindeki bir düğümden çıkan yönlü kenarların sayısı olarak hesaplanır. Kullanılan, kenar yönleri ters çevrilmiş ego-Twitter gibi bir ağ için bir kişinin doğrudan etkileyebildiği takipçi sayısı olarak düşünülebilir.

Aradalık: Ağ üzerindeki bütün düğüm çiftleri arasındaki en kısa yolların kaçta kaçının belirli bir düğüm üzerinden geçtiğidir. Bir etki ağ üzerinde yayılırken kısa yollar üzerinden yayılma olasılığı daha yüksek olduğundan, aradalık değeri yüksek olan düğümlerin etki yayılımında daha aktif oldukları söylenebilir.

Yakınlık: Bir düğümden ağ üzerindeki diğer düğümlere olan en kısa yollarının bir ölçütü olarak tanımlanabilir. Yakınlık değeri yüksek olan bir düğüm, diğer düğümlere daha kısa yollar üzerinden ulaşabilir. Bu da, bir etkiyi daha hızlı yayabilme durumu ile ilişkilendirilmektedir.

Özvektör: Derece merkezilik ölçütünün genişletilmiş hali olarak düşünülebilir. Örnek vermek gerekirse; bir kişinin takipçi sayısı onun derece merkezilik ölçütü ile ifade edilirken, takipçilerini takip edenlerin ve onları da takip edenlerin ve böylece bütün çevresinin sayılarının toplamı üzerinden hesaplanan ölçüt Özvektör merkeziliği ile ifade edilir. Kısaca, bir kişi ne kadar etkili takipçilere sahipse o kadar etkilidir.

Katz: Özvektör merkezilik ölçütü ile benzerdir. Farklı olarak, düğümden uzaklaştıkça düğümün etkisinin de azalacağını ifade eder. Örnek vermek gerekirse; bir kişi takipçilerini büyük oranda etkileyebilir. Ancak, takipçilerinin takipçilerini aynı oranda etkileyemeyecektir. Ve böylece kendi takipçilerinden uzaklaştıkça etkisi de azalacaktır. Özvektör merkeziliği bu durumu hesaba katmazken, Katz merkeziliği katar.

Merkezilik ölçütleri ile ilgili detaylı bilgi için (Saxena & Iyengar, 2020) incelenebilir.

## 2.4. Problemin sınıflandırma problemine dönüştürülmesi, karar ağacı ve merkezilik ölçütlerinin sınıflandırıcı olarak kullanılması

Problemi sınıflandırma problemine dönüştürmek için ilk olarak her bir düğüm (birey) için yukarıda anlatılan merkezilik ölçütleri hesaplandı. Bu ölçütler her bir düğümün özneliği olarak belirlendi. Daha sonra, her bir düğümün gerçek etkisini hesaplamak için düğümler tek tek alınarak IC modelinde etkinin başlatıcısı olan düğüm olarak kullanıldı. Böylece, bir düğüm tek başına etki yayıcısı olarak belirlendiğinde, etkinin ağ üzerinde ne oranda yayıldığı (ağdaki toplam düğümlerin kaçta kaçını etkilediği) hesaplandı. Son olarak, sırası ile en yüksek etkiye sahip %1'lik ve %5'lik düğümler Etkili Düğüm; diğer düğümler ise Diğer olarak etiketlendi ve 2 adet veri seti elde edildi. %1 ve %5 değerleri bu amaçla literatürde sıklıkla kullanılan değerlerdir (Zengin Alp & Gündüz Öğüdücü, 2018). Bu veri setlerine Birinci ve İkinci veri setleri diyeceğiz. Birinci veri setinde 814 Etkili Düğüm, 80492 Diğer Düğüm; ikinci veri setinde ise 4066 Etkili Düğüm, 77240 Diğer Düğüm bulunmaktadır.

Sınıflandırıcı olarak Kullanılan Karar Ağacı, Python ve Scikit-learn (Pedregosa ve ark., 2011) modülü kullanılarak kodlanmıştır. Veri setleri dengesiz oldukları için 10-fold Stratified çapraz doğrulama uygulanmıştır.

Derece, Aradalık, Özvektör ve Katz merkezilik ölçütleri de ayrı ayrı sınıflandırıcı olarak kullanılmış ve sonuçlar elde edilmiştir. Merkezilik ölçütlerinin sınıflandırıcı olarak kullanılması şu şekildedir: bir düğümün merkezilik ölçütü ne kadar büyükse etkinliğin de o kadar büyük olması beklenir. İlk olarak düğümler gerçek etki değerlerine göre sıralanır. Elde edilen sıralamaya karşılık gelen sınıf listesi gerçek (true) liste olarak alınır. Daha sonra düğümler bir merkezilik ölçütüne göre (örneğin Derece) büyükten küçüğe doğru sıralanır ve elde edilen sıralamaya karşılık gelen sınıf listesi tahmin (predicted) liste olarak alınır. Bu iki liste kullanılarak oluşturulan karışma matrisi (confusion matrix) ile performans ölçütleri hesaplanır.

## 3. Bulgular

Kullanılan veri setleri dengesiz oldukları için performans karşılaştırması adına Precision, Recall ve F1 Score değerleri her bir sınıf için (Diğer ve Etkili Birey sınıfları için) ayrı ayrı verilmiştir. Ayrıca, Balanced Accuracy değeri hesaplanmıştır.

Birinci veri seti için elde edilen sonuçlar Çizelge 2'de, İkinci veri seti için elde edilen sonuçlar Çizelge 3'de verilmiştir. Çizelge 2 ve Çizelge 3'de, Etkili Birey sınıfının tespitindeki en başarılı sonuçlar koyu yazılarak belirtilmiştir. Çalışmanın amacı, Etkili Bireyleri diğerlerinden ayırt etmek olduğu için (diğer bir deyişle, hedef sınıf Etkili Birey sınıfı olduğu için) sınıflandırıcıların özellikle Etkili Birey sınıfı üzerindeki başarılarına odaklanılmıştır.

Çizelge 2. Birinci veri seti için elde edilen sınıflandırma sonuçları

	Precision		Recall		F1 Score		Balanced Accuracy
	Diğer	Etkili Birey	Diğer	Etkili Birey	Diğer	Etkili Birey	
Karar Ağacı	0.996	<b>0.713</b>	0.997	<b>0.663</b>	0.996	<b>0.686</b>	<b>0.830</b>
Derece (çıkış)	0.995	0.598	0.995	0.598	0.995	0.598	0.797
Aradalık	0.992	0.292	0.992	0.292	0.992	0.292	0.642
Yakınlık	0.989	0	0.989	0	0.989	0	0.494
Özvektör	0.991	0.143	0.991	0.143	0.991	0.143	0.567
Katz	0.992	0.251	0.992	0.251	0.992	0.251	0.622

Çizelge 3. İkinci veri seti için elde edilen sınıflandırma sonuçları

	Precision		Recall		F1 Score		Balanced Accuracy
	Diğer	Etkili Birey	Diğer	Etkili Birey	Diğer	Etkili Birey	
Karar Ağacı	0.986	<b>0.752</b>	0.987	<b>0.742</b>	0.986	<b>0.746</b>	<b>0.864</b>
Derece (çıkış)	0.982	0.663	0.982	0.663	0.982	0.663	0.823
Aradalık	0.967	0.388	0.967	0.388	0.967	0.388	0.678
Yakınlık	0.965	0.338	0.965	0.338	0.965	0.338	0.651
Özvektör	0.957	0.199	0.957	0.199	0.957	0.199	0.578
Katz	0.967	0.388	0.967	0.388	0.967	0.388	0.678

#### 4. Tartışma ve Sonuç

DeneySEL sonuçlara göre en başarılı sınıflandırmayı Karar Ağacı vermiştir. Karar Ağacına en yakın sonuçları veren merkezilik ölçütü Derece (çıkış) merkezilik ölçütüdür. Diğer merkezilik ölçütlerinin sınıflandırma performansları ise çok daha düşüktür. Giriş bölümünde de bahsedildiği gibi, Etki Maksimizasyonu amacıyla kullanılan optimizasyon algoritmaları ağ üzerindeki bütün bireyler içerisinde toplam etkiyi maksimize edecek bir alt kümeyi seçmeyi amaçlamaktadır. Önerdiğimiz yöntem, etkili bireyleri diğerlerinden ayırarak optimizasyon algoritmalarının seçim yapması gereken kümeyi küçültmektedir. Bu da, optimizasyon algoritmalarının daha kısa sürede optimal çözüme yakınsamasını sağlayacaktır.

Çalışmanın amacı özellikle Etkili Bireyleri tespit etmek olduğu için performans ölçütlerinin ortalama değerleri yerine her iki sınıf için ayrı ayrı değerleri sunulmuştur. Ölçütlerin yalnızca ortalama değerleri verilseydi, örneğin bütün düğümleri “Diğer olarak sınıflandıran (yani hiçbir şey yapmayan) bir sınıflandırıcının sınıflandırma performansı da yüksek görülebilirdi.

Ek olarak; bu çalışmada Karar Ağacının yanı sıra Destek Vektör Makinesi, Çok Katmanlı Yapay Sinir Ağı ve Naive Bayes sınıflandırıcılar da denenmiş; ancak, sınıflandırma başarıları temel merkezilik ölçütlerinden bile kötü olduğu için sonuçlar sunulmamıştır.

Bu çalışmada, Etkili Birey tespiti problemi ikili sınıflandırma problemi olarak ele alınmış; Karar Ağacı sınıflandırıcısı probleme başarı ile uygulanmış ve literatürdeki temel merkezilik ölçütlerine göre daha başarılı sonuçlar elde edilmiştir. Halen problem üzerinde bazı açık zorluklar vardır. İlk olarak, farklı tipteki ağlar üzerinde çalışılabilir. Bu çalışmada, takip eden-takip edilen ilişkisini sunan yönlü bir veri seti olan ego-Twitter veri seti kullanılmıştır. Bundan başka, arkadaşlık ilişkisini, beraber çalışma ilişkisini sunan yönsüz ağlar üzerinde de çalışmalar yapılmalıdır.

Bu çalışmada kullanılan veri seti, bir graf veri seti olduğu için sadece merkezilik ölçütleri birer öznitelik olarak kullanılmıştır. Twitter gibi bir ortamdan toplanacak veriler ile bireylerin kişisel özellikleri de (konumları, meslekleri, yaşları vb.) birer öznitelik olarak değerlendirilebilir.

Son olarak, yüksek boyutlu veriler üzerinde başarılı sınıflandırma performansı sağlayan derin sinir ağlarının bu problem üzerinde kullanımı düşünülebilir.

#### Kaynakça

- Azaouzi, M., Mnasri, W., & Romdhane, B. L. (2021). New trends in influence maximization models. *Computer Science Review*, 40, 100393. doi:10.1016/j.cosrev.2021.100393
- Borgatti, S. P. (2006). Identifying sets of key players in a social network. *Computational and Mathematical Organization Theory*, 12(1), 21-34. doi:10.1007/s10588-006-7084-x
- Guo, J., & Wu, W. (2021). Adaptive influence maximization. *ACM Transactions on Knowledge Discovery from Data*, 15(5), 1-23. doi:10.1145/3447396
- Kempe, D., Kleinberg, J., & Tardos, É. (2003, August). *Maximizing the spread of influence through a social network*. International Conference on Knowledge Discovery and Data Mining, New York, USA.

- Keng, Y. Y., Kwa, K. H., & McClain, C. (2020). Convex combinations of centrality measures. *Journal of Mathematical Sociology*, 45(4), 195-222. doi:10.1080/0022250X.2020.1765776
- Li, D., Wang, C., Zhang, S., Zhou, G., Chu, D., & Wu, C. (2017). Positive influence maximization in signed social networks based on simulated annealing. *Neurocomputing*, 260, 69-78. doi:10.1016/j.neucom.2017.03.003
- McAuley, J., & Leskovec, J. (2012). *Learning to discover social circles in ego networks*. NIPS'12 Proceedings of the 25th International Conference on Neural Information Processing Systems. Lake Tahoe, Nevada, USA.
- Pedregosa, F., Varoquaux, G., Gramfort, A., Michel, V., Thirion, B., Grisel, O., ..., & Duchesnay, E. (2011). Scikit-learn: Machine Learning in {P}ython. *Journal of Machine Learning Research*, 12, 2825–2830.
- Rezaei, A. A., Munoz, J., Jalili, M., & Khayyam, H. (2023). A machine learning-based approach for vital node identification in complex networks. *Expert Systems with Applications*, 214, 119086. doi:10.1016/j.eswa.2022.119086
- Sabah, L., & Şimşek, M. (2023). A new fast entropy-based method to generate composite centrality measures in complex networks. *Concurrency and Computation: Practice and Experience*, 35(10). doi:10.1002/cpe.7657
- Salavati, C., Abdollahpouri, A., & Manbari, Z. (2019). Ranking nodes in complex networks based on local structure and improving closeness centrality. *Neurocomputing*, 336, 36-45. doi:10.1016/j.neucom.2018.04.086
- Saxena, A., & Iyengar, S. (2020). Centrality measures in complex networks: A survey. doi:10.48550/arXiv.2011.07190
- Sheng, J., Dai, J., Wang, B., Duan, G., Long, J., Zhang, J., ..., & Guan, W. (2020). Identifying influential nodes in complex networks based on global and local structure. *Physica A: Statistical Mechanics and its Applications*, 541, 123262. doi:10.1016/j.physa.2019.123262
- Şimşek, M., & Meyerhenke, H. (2020). Combined centrality measures for an improved characterization of influence spread in social networks. *Journal of Complex Networks*, 8(1), cnz048. doi:10.1093/comnet/cnz048
- Şimşek, A. (2021). Lexical sorting centrality to distinguish spreading abilities of nodes in complex networks under the Susceptible-Infectious-Recovered (SIR) model. *Journal of King Saud University - Computer and Information Sciences*, 34(8), 4810-4820. doi:10.1016/j.jksuci.2021.06.010
- Wang, S., Liu, J., & Jin, Y. (2019). Finding influential nodes in multiplex networks using a memetic algorithm. *IEEE Transactions on Cybernetics*, 51(2), 1-13. doi:10.1109/TCYB.2019.2917059
- Wen, T., Pelusi, D., & Deng, Y. (2020). Vital spreaders identification in complex networks with multi-local dimension. *Knowledge-Based Systems*, 195, 105717. doi:10.1016/j.knosys.2020.105717
- Yang, Y., Wang, X., Chen, Y., Hu, M., & Ruan, C. (2020). A novel centrality of influential nodes identification in complex networks. *IEEE Access*, 8, 58742-58751. doi:10.1109/ACCESS.2020.2983053
- Zengin Alp, Z., & Gündüz Ögüdücü, Ş. (2018). Identifying topical influencers on twitter based on user behavior and network topology. *Knowledge-Based Systems*, 141, 211–221. doi:10.1016/j.knosys.2017.11.021
- Zhang, Z., Li, X., & Gan, C. (2021). Identifying influential nodes in social networks via community structure and influence distribution difference. *Digital Communications and Networks*, 7(1), 131-139. doi:10.1016/j.dcan.2020.04.011
- Zhao, J., Wang, Y., & Deng, Y. (2020a). Identifying influential nodes in complex networks from global perspective. *Chaos, Solitons and Fractals*, 133, 109637. doi:10.1016/j.chaos.2020.109637
- Zhao, G., Jia, P., Huang, C., Zhou, A., & Fang, Y. (2020b). A machine learning based framework for identifying influential nodes in complex networks. *IEEE Access*, 8, 65462-65471. doi:10.1109/ACCESS.2020.2984286
- Zhuang, Y.-B., Li, Z.-H., & Zhuang, Y.-J. (2021). Identification of influencers in online social networks: measuring influence considering multidimensional factors exploration. *Heliyon*, 7(4), e06472. doi:10.1016/j.heliyon.2021.e06472



Research Article

**Crop Classification with Attention Based BI-LSTM and Temporal Convolution Neural Network Combination for Remote Sensing Breizhcrop Time Series Data**

**Amer Najmualdeen Ali Akbar BANDAR\***, Ahmet COŞKUNÇAY

Ataturk University, Engineering Faculty, Department of Computer Engineering, 25100, Erzurum, Türkiye

Amer Najmualdeen Ali Akbar BANDAR, [ORCID No: 0000-0001-7699-162X](#),

Ahmet COŞKUNÇAY, [ORCID No: 0000-0002-7411-310X](#)

\*Corresponding author e-mail: [amerngmaldeen1@gmail.com](mailto:amerngmaldeen1@gmail.com)

**Article Info**

Received: 01.08.2023

Accepted: 13.02.2024

Online April 2024

DOI:[10.53433/yyufbed.1335866](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1335866)

**Keywords**

Attention mechanism,  
Crop classification,  
Land use and coverage,  
Remote sensing,  
Time series

**Abstract:** In the modern era, remote sensing data has become increasingly useful for determining land use and coverage requirements. Remote sensing data can be used for a variety of purposes, including the classification of crops. It is possible to aggregate remote sensing data for a specific area over time in order to obtain a more complete picture based on the time series of this data. One example of these types of data is the Breizhcrop dataset, which was collected using satellite images acquired by Sentinel 2 over a period of time. This study aims to investigate a neural network based on attention mechanisms using the BI-LSTM layer in conjunction with Temporal-CNN for the classification of crops. The aim of the research is to find a model for crops classification in image-based time series. In line with this goal, in addition to finding features over time, the presented model also needs to produce high-accuracy features at each time step to increase classification. Utilizing the designed neural network, we seek to find local features with the attention mechanism and general features with a second layer. This neural network was validated on the BreizhCrop dataset and we conclude that it performs better than alternative approaches. The proposed method has been compared with Temporal CNN, Star RNN, and Vanilla LSTM networks and it has obtained better results than the mentioned neural networks. Taking advantage of these local and global features that extract with developed model obtained a high accuracy rate of 82%.

**Uzaktan Algılama Breizhcrop Zaman Serisi Verileri için Dikkat Tabanlı BI-LSTM ve Zamansal Evrişimli Sinir Ağı Kombinasyonu ile Mahsul Sınıflandırması**

**Makale Bilgileri**

Geliş: 01.08.2023

Kabul: 13.01.2024

Online Nisan 2024

DOI:[10.53433/yyufbed.1335866](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1335866)

**Anahtar Kelimeler**

Arazi kullanımı ve kapsamı,  
Dikkat mekanizması,  
Mahsul sınıflandırması,  
Uzaktan algılama,  
Zaman serisi

**Öz:** Modern çağda, uzaktan algılama verileri, arazi kullanımı ve kaplama gereksinimlerini belirlemede giderek daha fazla kullanışlı hale gelmiştir. Uzaktan algılama verileri, aralarında mahsul sınıflandırması da bulunan çeşitli amaçlar için kullanılabilir. Belirli bir alan için uzaktan algılama verilerini zaman içinde toplamak, bu verilerin zaman serisi temelinde daha kapsamlı bir görüntü elde etmeyi mümkün kılar. Bu tür verilere örnek olarak, bir süre boyunca Sentinel 2 tarafından elde edilen uydu görüntüleri kullanılarak toplanan Breizhcrop veri seti gösterilebilir. Bu çalışma, mahsullerin sınıflandırılması için BI-LSTM katmanı ile Zaman-İlişkili CNN'nin birleşiminde dayanan, dikkat mekanizmaları temelinde bir sinir ağı araştırmayı hedeflemektedir. Araştırmanın amacı, görüntü tabanlı zaman serilerinde mahsul sınıflandırması için bir model bulmaktır. Bu hedef doğrultusunda, zaman içinde özellikler bulmanın yanı sıra, sunulan modelin her zaman adımında yüksek doğrulukta özellikler üretmesi gerekmektedir ki bu da sınıflandırmayı artırsın. Tasarlanan sinir ağı ile yerel

özellikleri dikkat mekanizması ile ve genel özellikleri ikinci bir katman ile bulmayı amaçlıyoruz. Bu sinir ağı, BreizhCrop veri seti üzerinde doğrulanmış ve alternatif yaklaşımlara göre daha iyi performans sergilediği sonucuna varılmıştır. Önerilen yöntem, Zaman-İlişkili CNN, Star RNN ve Vanilya LSTM ağları ile karşılaştırılmış ve bahsedilen sinir ağlarından daha iyi sonuçlar elde edilmiştir. Geliştirilen modellerle çıkarılan bu yerel ve küresel özelliklerin avantajını kullanarak, %82 gibi yüksek bir doğruluk oranı elde edilmiştir.

## 1. Introduction

Remote sensing gathers information about the Earth's surface using sensors that do not come in direct contact with the Earth. The process is typically performed using satellites or aircraft equipped with sensors that detect electromagnetic radiation of various wavelengths, including visible light, infrared, and microwave radiation. Agriculturists and farmers are using remote sensing to monitor crop growth and determine changes in vegetation over time using crop classification (Thenkabail et al., 2014).

As a means to monitor crop growth and detect changes in vegetation over time, satellite images have become an important source of information for crop classification. In addition to pixel-based classification (Kussul et al., 2016), object-based classification (Dwivedi et al., 2022), and machine learning-based classification (Huang et al., 2002), various approaches have been proposed for crop classification using satellite images.

Multispectral satellite images are commonly used to derive vegetation indices, such as the Normalized Difference Vegetation Index (NDVI) (Rußwurm & Korner, 2017). Through these indices, it is possible to differentiate among many crops as well as non-crops based on their respective spectral signatures. These spectral features have been used to classify crops using machine learning algorithms, such as Random Forest (Tatsumi et al., 2015) and Support Vector Machines (Huang et al., 2002).

The use of time-series data for crop classification could also include Landsat or Sentinel-2 images, which can be used to analyze vegetation indices, surface temperatures, and other environmental variables. Farmers can make informed decisions regarding crop management and yield optimization by using time-series analysis to understand crop growth and development (Wang et al., 2022).

Breizh is the Breton name for the Brittany region of France, which is located in the northwestern part of the country. The Breizh Crops project was launched in 2014 as a means of supporting sustainable agriculture in the region (BreizhCrops, 2022). Among the variables included are the type of crop, the planting and harvesting dates, irrigation and fertilization schedules, and yield measurements (Rußwurm et al., 2019). A wide range of applications have been developed using this dataset, including crop classification, Land-cover classification (Yan et al., 2022), crop type mapping (Rußwurm et al., 2023) and multimodal deep learning methods for earth observation (Sykas et al., 2021).

In most of the research that has been done on image time series data, mechanisms and models have been used that pay attention to the characteristics of a region over time, and feature extraction in neural network models has been considered over time. This is despite the fact that in each specific time period, some features are exclusively related to that time and can improve the learning of the model, which has received less attention. In this research, an attempt is made to cover this weakness. In this study, a hybrid neural network based on Bidirectional LSTM (BI-LSTM) attention mechanisms and a temporal convolutional layer is proposed for the classification of remote sensing time series data. Using this method, the main objective is to discover the important features of time series data by examining both directions of input, which is the result of using the attention mechanism in conjunction with the bidirectional layer. Meanwhile, temporal convolution layer neural networks have been utilized to examine all the features and extract information from the entire time series data. For this research, the BreizhCrop dataset (BreizhCrops, 2022) was used to test the methodology. As the title of this data set implies, the main feature of this data set is its time series. The main problem with this data set is that it contains an imbalance in the categories of products that make up the data set. Among the most basic problems with the data set is balancing it, which is one of the most basic problems with using this data set. In the next step, due to the time series of the data, an attention-based method has been introduced, that makes it possible to extract the salient features of each data series in order to categorize each data

series using these salient features. We will discuss two concepts in the next sections of the paper, data set balancing and attention-based techniques.

The primary contributions of this paper can be summarized as follows:

1. Combining attention mechanisms with bidirectional methods using Long Short-Term Memory (LSTM) models and creating an attention layer.
2. A hybrid neural network of the attention layer created with a temporal convolutional neural network is presented to increase the accuracy of the classification of remote sensing time series data.
3. Balancing and increasing the classification efficiency of the examined data set to increase the accuracy efficiency of the presented model.

## 2. Related Works

Time series analysis can assist in identifying changes in land cover over time, such as deforestation, urban expansion, or agricultural land conversion. To understand the drivers of land use change and its environmental impacts, this information is crucial (Yan et al., 2019). Analyzing time series data is useful in evaluating the effectiveness of land management practices, such as conservation programs or land restoration efforts (MohanRajan et al., 2020). Identifying areas in which management practices have a positive impact and areas that require improvement can be achieved by monitoring changes in land cover over time.

The use of time series analysis can serve as a means of supporting land use planning in that it provides information on trends in land use and land cover that can assist in making decisions regarding land use. In light of this information, it is possible to determine which areas should be encouraged or restricted for development based on environmental, social, or economic factors. Overall, time series land cover classification is important for understanding and managing land use change, assessing the effectiveness of land management practices, supporting land use planning decisions, and studying the impacts of climate change on ecosystems (Toh et al., 2018).

Satellite image time series classification is a core issue, which is closely related to many land applications, such as mapping and detecting changes in land cover (Yuan et al., 2019) and identifying vegetation species (Immitzer et al., 2016). According to Devadas et al. (2012), they proposed a method for analyzing multi-temporal remote sensing images to identify changes in crop types during summer and winter. To determine the accuracy of SVM models when used for classification, vegetation index time series are most important. Researchers are already using Deep Learning (DL) to solve a variety of problems in the field of remote sensing. To overcome the problem of unknown classes in the open world affecting hyperspectral imagery classification results, Liu et al. (2020) developed a multitask (classification and reconstruction) DL.

A novel time series classification framework based on multi-task learning with graph convolutional networks by Baroud et al. (2021) proposed a new framework for time series land use and land cover classification. As compared to traditional methods, this framework was tested on several remote sensing datasets and achieved improved accuracy. An approach for spatiotemporal classification of remote sensing imagery using recurrent neural networks is proposed in Jia et al. (2020) study. The results of this study demonstrate that the proposed method can effectively capture long-range dependencies and improve the accuracy of land cover classification. This model obtains an overall accuracy (OA) of 90.46% and a mean intersection-over-union (mIoU) of 0.8073 for Vaihingen. The mentioned model focus on the enhancing the image and not cover the local and global features over the time. A study by Lee et al. (2018) used time series of Landsat spectral indices to classify land cover. In this study, spectral indices of time series are used to classify land cover. They use pixel information for each time images and sampling pixels of images to detect land usage, this method works with classic machine learning methods as Support vector machine (SVM), Random Forest and Decision Tree (DT) methods. The main problem in this work is the lack of feature extraction from the regions and not attention to the Region of Interest (ROI) in Images. This work shows good result based on Kappa Coefficient criterion that improve the traditional approaches 77 percent. According to in their publication, a deep learning-based approach was proposed for crop type classification by using Sentinel-2 time series data. An Ethiopian dataset was used to test the method, and the accuracy of the method was higher than that of traditional methods. ensembles of multiple images from different sensors (Planet-

NICFI/Sentinel-2/Landsat-8) with different spatial resolutions. It is demonstrated in these studies that time series approaches are useful for the classification of land uses and land covers and that deep learning and other advanced techniques can be effective in improving the accuracy of the classifications. The mentioned method shows 90 % accuracy with F1-Score.

The improved random forest algorithm is used to integrate Landsat and Moderate Resolution Imaging Spectroradiometer (MODIS) data for mapping land use and land cover. The improved random forest algorithm and Landsat and MODIS data are used in this study to propose a spatiotemporal fusion approach to land use and land cover mapping in 2019 (Li et al., 2021). Tests were conducted on a dataset from China and the method was found to be highly accurate.

An optimal deep learning model for pixel-based Land Cover and Land Use (LC&CC) is presented in (Mazzia et al., 2019) based on multi-temporal Sentinel-2 imagery of Italy's central north. To compare the results obtained, they tested support vector machines (SVMs), random forests (RFs), kernel SVMs, and gradient boosting machines (XGBoosts). The proposed method performs better than the methods previously mentioned. The overall accuracy achieved by Pixel R-CNN method that proposed by researchers of this study was 96.5%, which showed considerable improvements in comparison with existing mainstream methods.

In most of the presented methods, it is clear that the methods based on deep learning have better performance. The reason for this performance is the extraction of features relative to the regions of interest and they can obtain better features from the images of the region under study (Jia et al., 2020). Among the neural networks, the methods that are more capable of extracting features over time and by extracting features over time focusing on specific areas of an image will be more successful. In this regard, models like LSTM will have better classification ability (Rußwurm et al., 2023). The combination of convolution-based methods for time series data is another group of researches that have shown better performance in this field (Navnath et al., 2022).

Navnath et al. (2022) implement several models, including bidirectional gated recurrent units (GRUs), temporal convolutional neural networks (TCNNs), GRUs combined with TCNNs, TCNNs combined with GRUs, and GRUs combined with TCNNs. The purpose of this paper is to propose an integrated architecture for classifying land cover on Reunion Island based on univariate, multivariate, and pixel coordinates. When combining univariate and multivariate with recurrent neural networks, the performance of the class labels improved with higher F1 scores for each class label. The macro-average F1-score for the mentioned method is 83%, and the weighted average F1 score is 91%

There are two basic challenges associated with remote sensing time series data analysis, as demonstrated in recent studies. The first challenge consists of the extraction of important features using attention, which has improved classification in recent studies, and the second challenge is a lack of balance between classes in the collected data. Due to the nature of the data of agricultural products and the low cultivation of some products, there is an imbalanced data class for training the model in the learning model, which makes it perform poorly. In the following sections, we will explore the methods of resolving imbalances and the mechanism of attention.

## 2.1. Imbalanced dataset

Handling imbalanced datasets is a significant challenge in machine learning algorithms. Various methods can be employed to address this challenge, including under-sampling, which reduces instances in the majority class, and oversampling, which increases instances in the minority class. Synthetic sampling techniques can create new instances in the minority class, but careful selection of methods and parameters is necessary for large datasets. Cost-sensitive learning algorithms modify the learning process to prioritize the minority class. Ensemble methods combine multiple classifiers to improve performance, and anomaly detection identifies instances significantly different from the majority class. These approaches offer strategies for effectively handling imbalanced datasets.



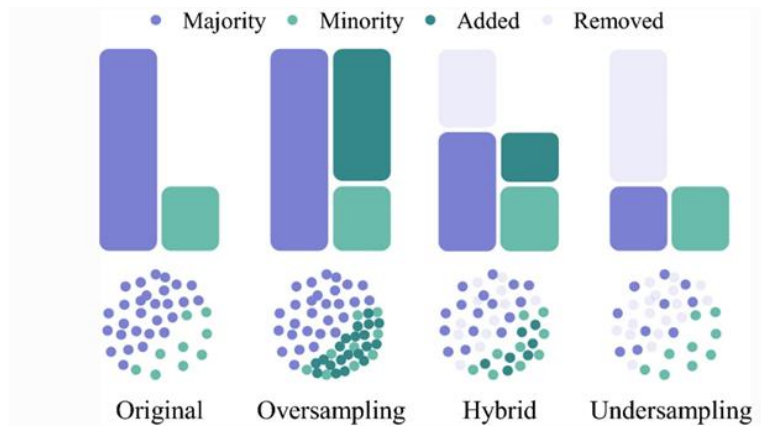


Figure 1. Different methods of handling imbalanced datasets (Werner de Vargas et al., 2023).

It is also important to carefully evaluate the performance of the learning algorithm on a validation set in addition to these approaches. An analysis of performance indicators such as precision, recall, F1-score, and area under the receiver operating characteristic curves (ROCs) can provide insight into the algorithm's performance when dealing with imbalanced datasets. The business context and the costs associated with false positives and false negatives should also be considered when selecting an approach to handle imbalanced datasets.

## 2.2. Attention Mechanism

Deep learning models based on attention have gained a lot of popularity in recent years. In tasks such as machine translation, as well as tasks where input and output sequences vary in length and certain parts of the input sequence are more important in generating particular parts of the output sequence, these methods are particularly useful (Mei et al., 2019). Typical neural networks treat all inputs equally, but attention-based neural networks selectively focus on certain inputs while ignoring others (Zhu et al., 2020). The input and output sequences are aligned by a soft or "learned" alignment. An attention-based neural network generates output elements based on a separate "attention mechanism" that learns to weigh the importance of the different parts of the input sequence. Attention mechanisms work by applying weights to input sequences to compute the weighted sum of the inputs, which is then used to determine the output (Cheng et al., 2020). Attention mechanisms can be categorized in several ways, but "soft" or "content-based" attention is one of the most common. According to this method, attention weights are calculated based on the similarity measure between the current decoder state and each input element. An input element with a higher similarity is given a higher weight. It has been found that attention-based neural networks are effective for a wide range of time series tasks (Li et al., 2019).

Time series tasks, such as forecasting, anomaly detection, and classification, have been shown to benefit from attention mechanisms. Attention mechanisms can be used for time series data by treating a sequence of time steps as the input sequence and focusing on the most relevant time steps at each step of the decoding process. A similar approach is used in natural language processing where the model attends to different parts of the input sequence throughout the decoding process. In time series forecasting, for example, the model can be trained to predict a series' value at a future time step. The attention mechanism can be used to identify the most relevant past time steps to consider during the prediction process at each step of the decoding process. The self-attention mechanism can also be used to capture the temporal dependencies within time series data. Long-term dependencies can be captured using self-attention mechanisms, which allow the model to attend to different parts of the time series at different levels of abstraction.

## 3. Methodology

As shown in Figure 2, a series of data preparation processes were carried out in order to prepare the input data into a form that would fit the neural network. In order to ensure a higher degree of accuracy for the neural network, a series of data preparation processes have first been carried out. A number of

steps are taken in order to normalize the existing data. To improve the performance and convergence of neural networks, data normalization is commonly used as a preprocessing technique. An input data set is normalized by scaling it to have a mean of zero and a standard deviation of one, or by scaling it to a specific range, such as [0, 1], [-1, 1]. The effects of data normalization in neural networks include:

- **Enhanced convergence:** Normalization can make neural networks more stable and faster to converge. Input data that is not normalized can lead to unbalanced network weights, causing slow convergence or divergence. By ensuring that inputs are on the same scale, normalization prevents this.
- **Overfitting can also be reduced through normalization.** Overfitting happens when a neural network learns to fit data too closely, leading to poor performance on new, unseen data. As a result of normalization, outliers are less impactful and the model is less sensitive to input variations.
- **Enhanced generalization:** Normalization can also benefit neural networks. Normalization can help the network learn more robust and generalizable features that apply to a wider range of inputs by reducing the impact of outliers and ensuring the inputs are on a similar scale.

A balance between the classes in the dataset will be applied in the next step of the process. Balancing is important for preventing the bias of the network towards one particular side while also ensuring that the network has the same efficiency to be able to detect all the classes equally.

It is now time to prepare the data for classification, which is the next stage of data preparation, and, because the data of this study are time series, these data must be categorized into time series categories to enter into our network. For this reason, we need to reformat the data to make it suitable for this goal. Following the preparation of the data, it is separated into two different categories - training and testing - where the training data is used as input to the neural network, and the test data is used to determine if the neural network model that has been extracted is effective. Among the neural networks that are used, there is a section devoted to attention, and there is also a section devoted to convolutional neural networks. There are two types of convolutional neural networks: temporal convolutional neural networks, which extract features from the entire time series data set, and attentional convolutional neural networks, which extract the most significant portions of a sequential data set. After concatenating these two sets of features, the fully connected layer of the model will then use the fully connected network to map these two sets of features to labels in the final model. Finally, once the trained neural network has been completely trained, we will use a variety of criteria for evaluation. A few of these criteria include precision, recall, F1 score, and kappa score, which we will use for the evaluation of the neural network.

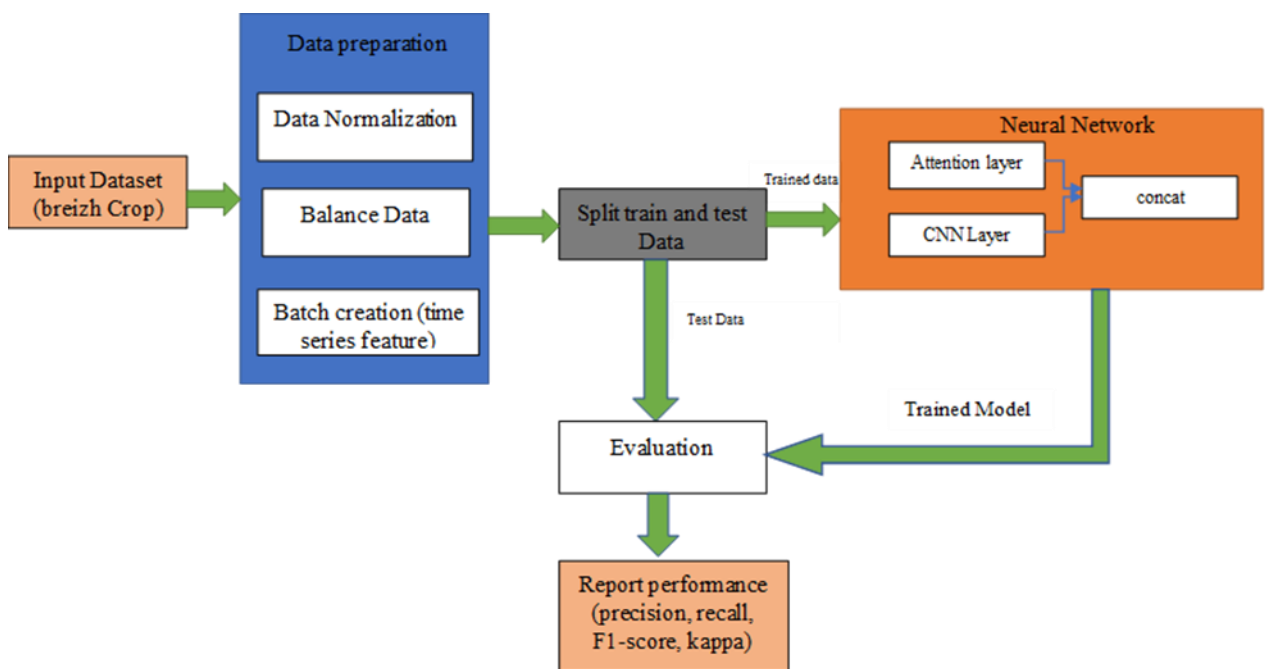


Figure 2. The steps of model training and evaluation methodology.

### 3.1. Solution for imbalanced class labels problem

In most agricultural areas, agriculture is dominated by a few crops such as corn, meadows, and wheat, which are extensively cultivated. However, other types of vegetation should also be classified at a reasonable level of accuracy by the local authorities (Rußwurm & Korner, 2017). Due to the limited amount of agricultural land available for some crops, the dataset is unbalanced. Moreover, some products are cultivated on large areas of agricultural land because they are highly demanded. An Under-sampling approach is used in this study to reduce categories with a large number of classes. Under-sampling methods involve reducing the number of instances in the majority class (i.e., the class with more instances) so that it is closer in size to the minority class (i.e., the class with fewer instances) (Junsomboon & Phienthrakul, 2017). Under-sampling method mechanism is shown in Fig. 3. To balance the dataset, classes with a small number of deleted data are considered. Because the data is a time series, the production of artificial data or oversampling is not suitable for this type of data. The techniques available for this type of data have not worked well and cause the efficiency of the neural network to decrease. For this reason, in this research, to avoid reducing the accuracy of the neural network, the classes with a small number are not considered and will be removed from the dataset.

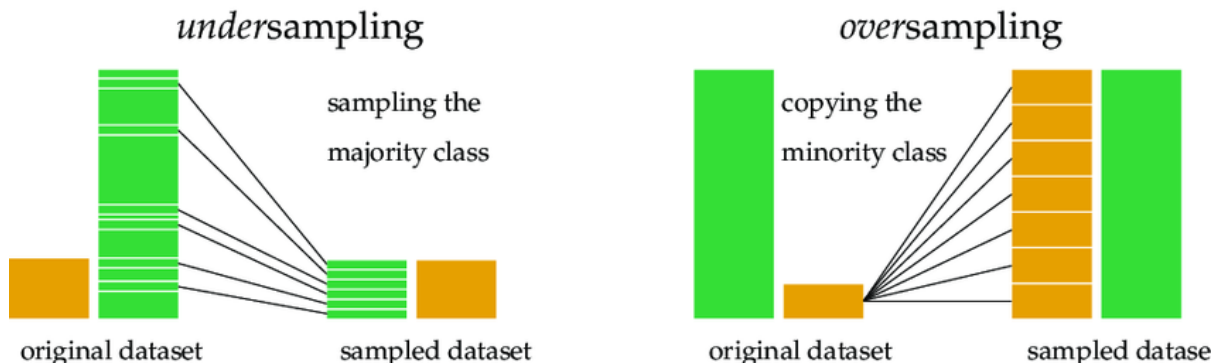


Figure 3. Under-sampling from major class in dataset.

### 3.2. Neural network architecture

A parallel neural network architecture is proposed with two different architectures. The first architecture involves a BI-LSTM layer that implements an attention mechanism. As a result of this structure, we can extract the effective features from time series data and use a dropout layer followed by another LSTM layer to sort and flatten the sequence of these features. The extracted features are entered sequentially and one-dimensionally into the concatenate layer by this layer. Also, the Temporal-CNN layer is applied in parallel on the same batch of input data. As a result of designing this network, we are able to extract the general characteristics of the time series data, thereby providing a more general insight into the order of the time series data in parallel with the characteristics of the attention layer. A flattened and one-dimensional output from this layer is then passed on to the concatenate layer. Each time series data set is mapped to the Softmax activation function based on features extracted from two independent neural networks. Figure 6 shows the general structure of this architecture.

An advantage of the BI-LSTM architecture over a simple LSTM architecture is that the effective features of the time series are obtained from both sides of the time series input, rather than from only one side. Thus, the extracted features are revised in a two-way manner. By using the Temporal-CNN neural network, the more general characteristics of the time series are transferred to the next layer with a more general perspective. It is therefore possible to extract both local and general features from time series data simultaneously. As a result of the features obtained, mapping to the labels becomes possible from both a general and a local perspective. As a general summary, the superiority of the proposed method can be summarized as follows: (a) navigation of effective local features from beginning to end and vice versa (b) extraction of general features (c) the simultaneous use of two categories of features to identify the label.

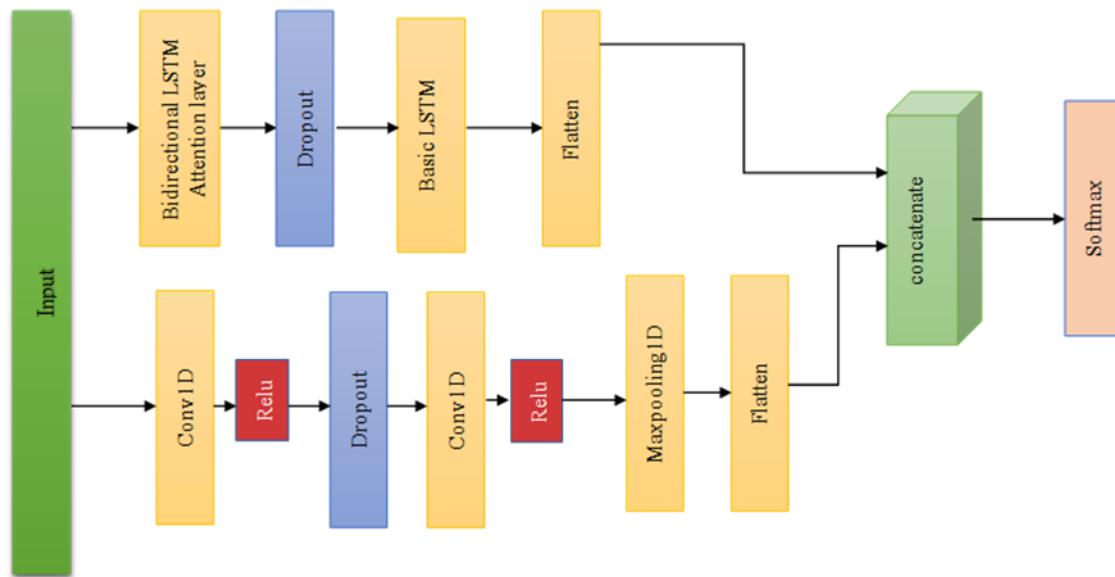


Figure 4. Proposed Bi-LSTM attentional temporal CNN architecture.

#### 4. Experiment

In this section, three temporal models, CNN, vanilla LSTM, and Star Recurrent Neural Network (RNN), are applied to validate the effectiveness of the neural network outlined in the previous section. These methods have been used in a variety of studies to classify crops based on remote sensing data. For the evaluation of the proposed methodology, the Breizhcrop dataset was used. Consequently, different classification metrics will be used to compare the methods. Throughout all runs, classification results have been reported on Cohen's kappa score( $\kappa$ ), f1 score, precision and recall. A brief description of each model is provided below.

1) *Temporal CNN (TCN)* (Lea et al., 2016): The Temporal Convolutional Neural Network (TCN) is a type of neural network that models sequential data, such as time series and natural language processing. To process input sequences, TCNs employ a convolutional neural network (CNN) architecture. As opposed to other recurrent neural networks (RNNs), such as LSTMs or GRUs, TCNs are better at capturing long-term dependencies in sequential data. Compared to RNNs, TCNs are faster and more memory-efficient because they can process input sequences in parallel.

2) *Star RNN* (Tran et al., 2023): Several models for sequence data are based on recurrent neural networks (RNNs). Similar to feedforward networks, recurrent neural networks have also become common in which multiple recurrent layers are stacked to obtain higher-level abstractions of the data. It is important to note, however, that this is only effective for a few layers. There is a risk of model performance degrading when more than a few recurrent units (e.g., LSTM cells) are combined, as vanishing or exploding gradients usually occur during training. Multilayer RNNs are examined and the magnitude of gradients as they propagate is examined. In addition to improving performance, STAR cells enable significantly deeper recurrent architectures. RNNs that use Star cells are referred to as Star RNNs.

3) *Vanilla LSTM* (Ngoc Hai et al., 2020): A vanilla LSTM is the simplest version of the LSTM architecture, consisting of three gates: input, forget, and output. The gates control the information flowing through the network's internal memory, the cell state. Input gates determine how much new information is added to the cell state, forget gates determine how much information is discarded, and output gates determine how much information is output. Vanilla LSTM has the advantage of handling input sequences of varying lengths as well as capturing long-term dependencies in sequential data. Applications of Vanilla LSTM include speech recognition, machine translation, and video analysis. The vanilla LSTM is powerful to model sequential data, but it can be difficult to train and needs a lot of attention when tuning the hyperparameters. In addition to LSTMs, gated recurrent units (GRU) and peephole LSTMs have additional gates and modifications to the formula for updating the cell state.

LSTMs are recurrent neural networks designed to capture long-term dependencies in sequential data and address the vanishing gradient problem.

All tests designed on a system with a core I7 8550 CPU with a 1.8 GHz processing rate and 12 GB of RAM and Debian Linux operating system have been performed. The following subsections will examine the data set and then analyze the classification results using a variety of performance metrics. All implementations and tests are available in the GitHub repository\*.

#### 4.1. Dataset

The proposed method has been evaluated using the Breizhcrop dataset. There are four regions in this set (Frh01, Frh02, Frh03, and Frh04). A series of farms have been tracked through remote sensing data in this dataset. We have selected 50 data series with 13 features each, arranged in sequence order. There are 12 thousand different data items in 13 classes in this data set. Figure 5a shows an example of data related to the data set, which is based on a field where corn was planted in 2017 and can be viewed on a map (Figure 5b)

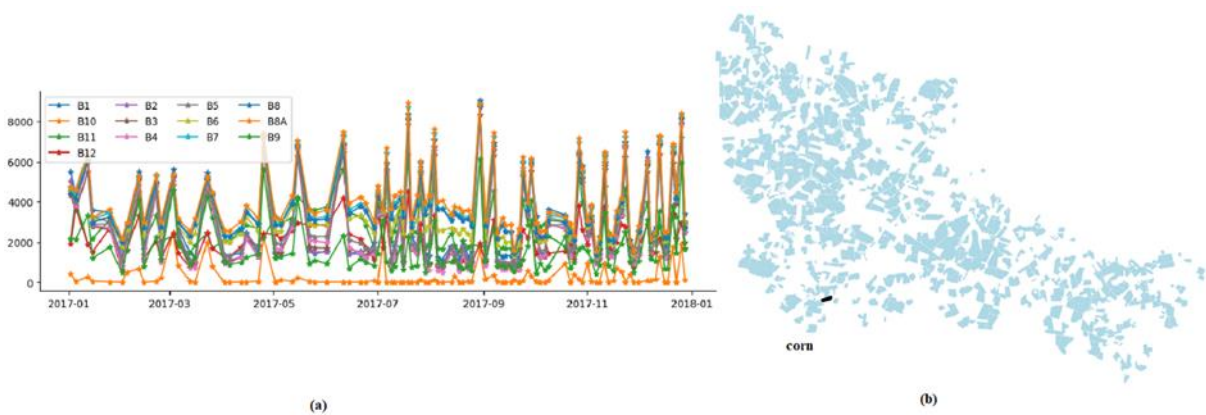


Figure 5. (a) Data of emitted bands in remote sensing images over time (b) The field sample from the dataset where corn is planted.

We have removed six classes with a small number of data and no specific product categories so that the data could be evaluated and balanced. Under-sampling is used for classes with major sizes to sample the remaining 7 classes. Table 1 shows balanced data for evaluation. A total of 37,348 numbers of data will be used for training and evaluating the presented model.

Table 1. Dataset information used for evaluation

Label	Crop Type	Train Set	Test Set	Total
1	Barley	4964	1014	5978
2	Wheat	4560	1005	5565
3	Rapeseed	2656	580	3236
4	Corn	5126	1207	6333
5	Misc.	3864	1069	4933
6	Permanent meadow	4014	1103	5117
7	Temporary meadow	4983	1203	6186
<b>Total</b>		<b>30167</b>	<b>7181</b>	<b>37348</b>

\* <https://github.com/amerNN/Timeseries>

## 4.2. Evaluation metrics

To evaluate the performance of classification models, precision, recall, and F1 scores are commonly used. In addition to revealing the model's capability to classify instances correctly, these metrics also provide insights into the accuracy of the classification. In addition, in cases where the distribution of classes in the dataset appears to be imbalanced, the Kappa score is used as another metric to quantify the level of agreement between predicted and true labels (Lever, 2016).

- Precision is a measure of the proportion of positive instances predicted correctly out of all that are predicted as positive. As a result, it measures the accuracy of the model in identifying true positives while minimizing false positives. Calculation of precision consists of:

$$Precision = \frac{TP}{(TP + FP)} \quad (1)$$

- The recall, also known as sensitivity or true positive rate, is the percentage of predicted positive instances that have been verified as true. A model is evaluated based on its ability to identify all positive instances without missing any. Recall is calculated as:

$$Recall = \frac{TP}{(TP + FN)} \quad (2)$$

- F1 Score is a combined metric that takes both recall and precision into account. In order to calculate the harmonic, mean of precision and recall, we find out the balance of the model's performance. The F1 score is calculated as:

$$F_1 \text{ Score} = \frac{2 * Recall * Precision}{Precision + Recall} \quad (3)$$

F1 scores range from 0 to 1, with 1 representing the best possible performance.

- In statistics, the Kappa score, also called Cohen's kappa coefficient, is used to measure whether predicted and true labels agree, taking into account the possibility of chance agreement. Typically, it is used when datasets are unbalanced, and accuracy alone may be misleading. Values closer to 1 indicate a greater degree of agreement than chance, values closer to 0 indicate agreement by chance, and negative values indicate worse agreement than chance. It is computed based on the observed agreement (the number of events predicted correctly) and the expected agreement (the number of events predicted by chance). The formula for the Kappa score is:

$$Kappa = \frac{Observed \text{ Agreement} - Expected \text{ Agreement}}{1 - Expected \text{ Agreement}} \quad (4)$$

In this calculation, we assume that the predicted labels and the actual labels are randomly distributed.

Different evaluation metrics provide insight into the model's performance, and the choice depends on the specific requirements of the problem. Precision might be more important in scenarios of false positives, while recall might be more important in false negatives. It is useful when assessing agreement beyond chance to use the F1 score, and especially when assessing imbalanced datasets to use the Kappa score.

## 4.3. Classification performance

In this section, using 20% of the data in the dataset, the validation of our method has been done, and on the other hand, the proposed neural network architecture has been compared with other existing

methods. The results of this experiment are shown in Table 2. According to this test, the proposed neural network has performed better in four classification evaluation metrics. As it can be seen, the LSTM network alone does not work properly and when it is used for attention, it has greatly increased the accuracy of the network. On the other hand, the Temporal-CNN network has performed better on its own, but with the addition of the proposed attention layer, the efficiency of this network has also increased. The parameters and base layers of each model shown in Table 2 and Table 3. Performance metrics of classification methods.

Table 2. Parameters for different methods

Model	Parameter and layers	Description
<b>Temporal CNN</b>	Kernel Size	The kernel size refers to the width $\times$ height of the filter mask.
	Conv1D Layer	This layer creates a convolution kernel that is convolved with the layer input over a single spatial (or temporal) dimension to produce a tensor of outputs.
<b>Star RNN</b>	Learning Rate	learning rate is a tuning parameter in an optimization algorithm that determines the step size at each iteration while moving toward a minimum of a loss function.
	Star Layer	stackable recurrent (STAR) cell allows for substantially deeper recurrent architectures.
<b>Vanilla LSTM</b>	Number of sequence	Number of memory Cell for sequence of data that input to model.
	LSTM layer	An LSTM layer is an RNN layer that learns long-term dependencies between time steps in time-series and sequence data.
<b>Bi-LSTM Attentional temporal CNN</b>	Concatator	returns a single tensor that is the concatenation of all inputs features.
	BI-LSTM layer	BI-LSTM layer is an RNN layer that learns bidirectional long-term dependencies between time steps of time-series or sequence data.

Table 3. Classification evaluation reports for different methods

Metric	Temporal CNN	Star RNN	Vanilla LSTM	Bi-LSTM Attentional temporal CNN
Precision	0.8	0.71	0.73	0.82
Recall	0.8	0.72	0.71	0.82
F1-Score	0.8	0.71	0.79	0.82
Kappa	0.73	0.69	0.73	0.76

According to Figure 6, the confusion matrix is specified for all four neural networks tested. This matrix shows the correct detection percentages for each class in its main diameter. It has been shown that the proposed method has the greatest accuracy for all classes (Figure 6d), followed by the LSM and Temporal-CNN methods (Figure 6a, Figure 6b) that perform better for the classes, respectively, and the Star-RNN method (Figure 6c) later has good accuracy for all classes, but its performance is less than the proposed method. The main reason for the accuracy obtained for the proposed architecture is the simultaneous use of local and global features. In the TemporalCNN model, although it focuses more on global features and trains the model based on the features that exist in a specific area over time. On the other hand, the vanilla LSTM model also does not have the attention mechanism, and although it is trained over time, it does not consider the features related to each image independently. This is despite the fact that the Star RNN method, despite focusing on local and global features over time, does not consider those features together due to the architecture that constitutes them, and uses each of them independently in training. Meanwhile, in addition to considering two types of global and local features, the proposed method can correctly use the integration of these features, which is in the form of an

attention layer and B-LSTM together and in the integration. It has increased the efficiency of the proposed model.

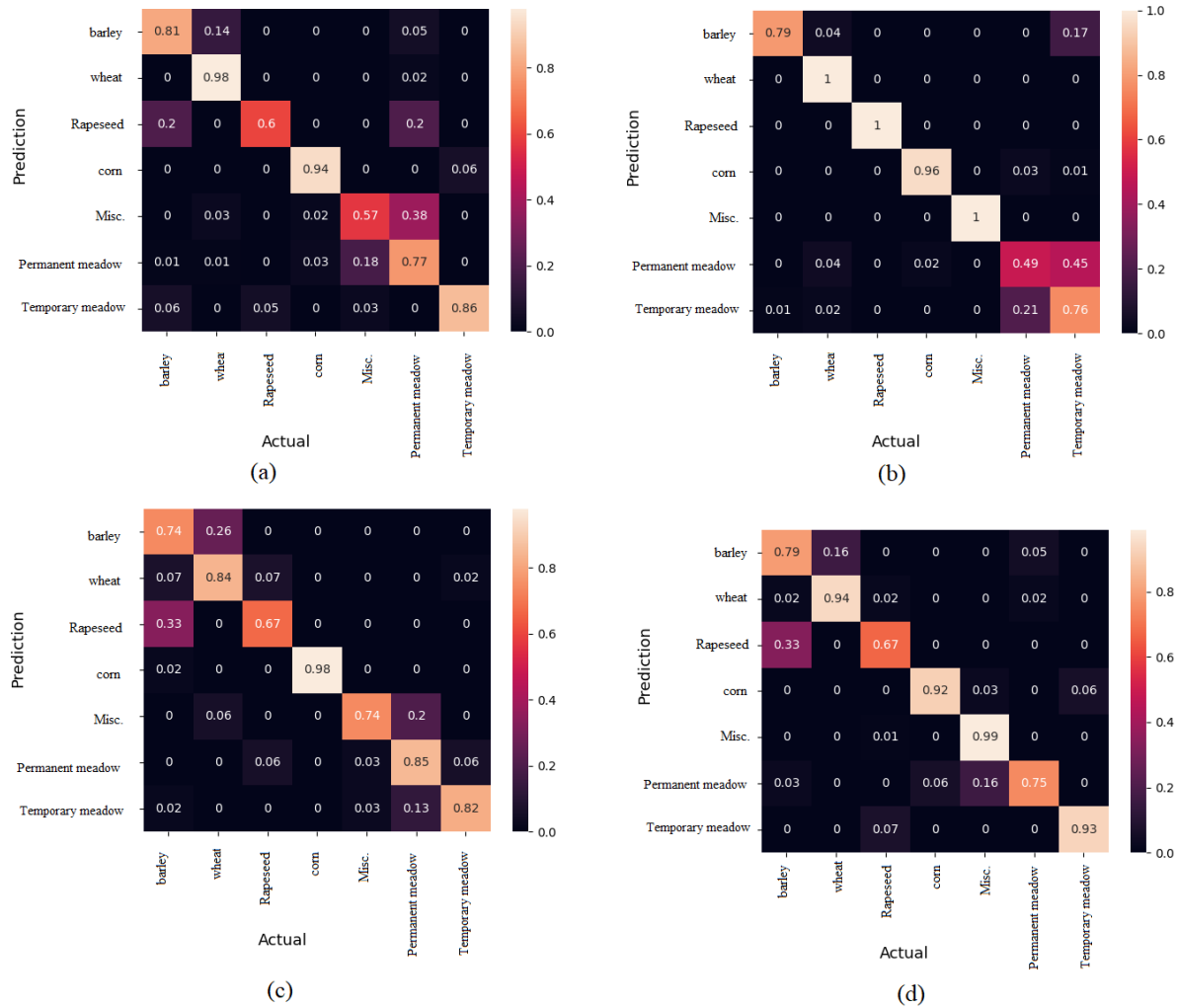


Figure 6. Confusion matrix for (a) Temporal CNN (b) Vanilla LSTM (c) Star RNN (d) BI-LSTM attentional temporal CNN.

In the Figure 7, the predicted products for each field are specified according to its label. 7 different labels have been used to identify each farm product. In Table 4, we have compared the related works that have recently worked and reported on the time series data of images with the proposed method in terms of accuracy and efficiency. The proposed method has performed almost 0.17 better than other existing methods. The Triplet-LSTM method, which uses three consecutive LSTM layers to extract features, or the transformers method, which works with the Encode and Decode mechanism, is another approach that has shown better performance. On the other hand, the Vanilla LSTM method, which was introduced earlier, has been used for this dataset, and the results show that the proposed method performed better than other methods. All the mentioned methods focus on feature extraction and the presented method has performed better in terms of feature extraction approach at any time and also over time.





Figure 7. The classification result after prediction for sample region (a) BI-LSTM attentional temporal CNN (b) Star RNN (c) Vanilla LSTM (d) Temporal CNN.

Table 4. Classification evaluation reports for different methods

Author	Type of Corps	Method	Precision
Vaswani et al. (2017)	Wheat, Barley, Corn, Fodder, Fallow, Misc, Orchards, Cereals, Perm. Meadows, Protein crops, Rapeseed, Temp. Meadows, Vegetables	Transforms	0.69
Bozo et al. (2020)	Barley, Wheat, Rapeseed, Corn, Misc., Permanent meadow, Temporary meadow	TripletLSTM	0.642
Rußwurm et al. (2023)	Wheat, Barley, Corn, Fodder, Fallow, Misc, Orchards, Cereals, Perm. Meadows, Protein crops, Rapeseed, Temp. Meadows, Vegetables.	Vanilla-LSTM	0.63
Proposed Method	Barley, Wheat, Rapeseed, Corn, Misc., Permanent meadow, Temporary meadow	Bi-LSTM Attentional temporal CNN	0.82

#### 4.4. Computational complexity

The training durations of the various tested approaches are presented in Table 5, while the testing durations are displayed in real time (measured in second) for each approach. The training time for all models is almost the same. Only the Star-RNN network had more training time, and the number of neural network parameters compared shows that the proposal has better training speed and accuracy

than other methods, even though it has fewer parameters. There were only two parameters of the Star-RNN neural network that performed worse than the other methods: the time and the parameters.

Table 5. Training real time duration and neural network parameters

Method	Training Duration (second)	Number of Network Parameters
Temporal CNN	46	321,601
Star RNN	130	567,103
Vanilla LSTM	39	125,833
Bi-LSTM Attentional temporal CNN	49	255,965

## 5. Conclusions

In the field of machine learning, it is challenging to classify crop based on time series data derived from remote sensing data. There has been a great deal of effort put into improving neural networks in this regard. The purpose of this research was to train the network on the effective features over time by using an attention mechanism on the LSTM layer. Meanwhile, the features of time series data were extracted using a temporal CNN neural network, which was combined with the previous approach to increase the efficiency of the network. Attention layer construction is made more accurate by using a bidirectional layer, which scrolls the data from the first to the last and from the last to the first, and this increases the accuracy of the neural network. Based on the results of the experiment conducted on the Breizhcrop dataset, the neural network was found to be more efficient based on the metrics of precision, recall, F1 score, and Kappa. Alternatively, the training speed and number of parameters of the network indicate that these two parameters are optimal when compared with the accuracy obtained from validation. One of the biggest limitations of this model is the requirement that each time series have a certain amount of data. A new model can be developed that eliminates this limitation. A second limitation of the proposed method is related to the use of other features, such as indices such as NDVI, which can improve the model's accuracy by adding new indices based on different spectral data. A limitation of this method can be attributed to the fact that it requires data with the same time series. However, there may not be enough data available for some areas. Additionally, another important limitation of this model is that it requires several long-term time series to achieve high accuracy, but there are models that can achieve high accuracy with fewer series. The use of different attention mechanisms could have a greater impact than the type of data in future research. Time series data can also be processed using different deep neural network models. Additionally, it is important to propose the effective dataset balancing methods for this type of data.

## References

- Baroud, S., Chokri, S., Belhaous, S., & Mestari, M. (2021). A brief review of graph convolutional neural network based learning for classifying remote sensing images. *Procedia Computer Science*, 191, 349-354. doi:10.1016/j.procs.2021.07.047
- Bozo, M., Aptoula, E., & Cataltepe, Z. (2020). A discriminative long short term memory network with metric learning applied to multispectral time series classification. *Journal of Imaging*, 6(7), 68. doi:10.3390/jimaging6070068
- BreizhCrops. (2022). BreizhCrops - Smart Agriculture. <https://www.breizhcrops.fr/en/> Access date: 01.01.2024.
- Cheng, D., Xiang, S., Shang, C., Zhang, Y., Yang, F., & Zhang, L. (2020, April). *Spatio-temporal attention-based neural network for credit card fraud detection*. Proceedings of the AAAI Conference on Artificial Intelligence, 34(01), 362-369. doi:10.1609/aaai.v34i01.5371
- Devadas, R., Denham, R. J., & Pringle, M. (2012). Support vector machine classification of object-based data for crop mapping, using multi-temporal Landsat imagery. *The International Archives of the Photogrammetry, Remote Sensing and Spatial Information Sciences*, 39, 185-190. doi:10.5194/isprsarchives-XXXIX-B7-185-2012

- Dwivedi, A. K., Singh, A. K., & Singh, D. (2022, July). *An object based image analysis of multispectral satellite and drone images for precision agriculture monitoring*. IGARSS 2022-2022 IEEE International Geoscience and Remote Sensing Symposium, Kuala Lumpur, Malaysia. doi:10.1109/IGARSS46834.2022.9884674
- Huang, C., Davis, L. S., & Townshend, J. R. G. (2002). An assessment of support vector machines for land cover classification. *International Journal of Remote Sensing*, 23(4), 725-749. doi:10.1080/01431160110040323
- Immitzer, M., Vuolo, F., & Atzberger, C. (2016). First experience with Sentinel-2 data for crop and tree species classifications in central Europe. *Remote Sensing*, 8(3), 166. doi:10.3390/rs8030166
- Jia, D., Cheng, C., Shen, S., & Ning, L. (2022). Multitask deep learning framework for spatiotemporal fusion of NDVI. *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, 60, 1-13. doi:10.1109/TGRS.2021.3140144
- Junsomboon, N., & Pienthrakul, T. (2017, February). *Combining over-sampling and under-sampling techniques for imbalance dataset*. Proceedings of the 9th International Conference on Machine Learning and Computing, Singapore. doi:10.1145/3055635.3056643
- Kussul, N., Lemoine, G., Gallego, F. J., Skakun, S. V., Lavreniuk, M., & Shelestov, A. Y. (2016). Parcel-based crop classification in Ukraine using Landsat-8 data and Sentinel-1A data. *IEEE Journal of Selected Topics in Applied Earth Observations and Remote Sensing*, 9(6), 2500-2508. doi:10.1109/JSTARS.2016.2560141
- Lea, C., Vidal, R., Reiter, A., & Hager, G. D. (2016, October). *Temporal convolutional networks: A unified approach to action segmentation*. Computer Vision–ECCV 2016 Workshops, Amsterdam, Netherlands. Publishing. doi:10.1007/978-3-319-49409-8\_7
- Lee, J. K., Acharya, T. D., & Lee, D. H. (2018). Exploring land cover classification accuracy of landsat 8 image using spectral index layer stacking in hilly region of South Korea. *Sensors & Materials*, 30(12), 2927-2941. doi:10.18494/SAM.2018.1934
- Lever, J. (2016). Classification evaluation: It is important to understand both what a classification metric expresses and what it hides. *Nature Methods*, 13(8), 603-605.
- Li, Y., Zhu, Z., Kong, D., Han, H., & Zhao, Y. (2019). EA-LSTM: Evolutionary attention-based LSTM for time series prediction. *Knowledge-Based Systems*, 181, 104785. doi:10.1016/j.knosys.2019.05.028
- Li, R., Xu, M., Chen, Z., Gao, B., Cai, J., Shen, F., ..., & Chen, D. (2021). Phenology-based classification of crop species and rotation types using fused MODIS and Landsat data: The comparison of a random-forest-based model and a decision-rule-based model. *Soil and Tillage Research*, 206, 104838. doi:10.1016/j.still.2020.104838
- Liu, C., Zeng, D., Wu, H., Wang, Y., Jia, S., & Xin, L. (2020). Urban land cover classification of high-resolution aerial imagery using a relation-enhanced multiscale convolutional network. *Remote Sensing*, 12(2), 311. doi:10.3390/rs12020311
- Mazzia, V., Khaliq, A., & Chiaberge, M. (2019). Improvement in land cover and crop classification based on temporal features learning from Sentinel-2 data using recurrent-convolutional neural network (R-CNN). *Applied Sciences*, 10(1), 238. doi:10.3390/app10010238
- Mei, X., Pan, E., Ma, Y., Dai, X., Huang, J., Fan, F., ..., & Ma, J. (2019). Spectral-spatial attention networks for hyperspectral image classification. *Remote Sensing*, 11(8), 963. doi:10.3390/rs11080963
- MohanRajan, S. N., Loganathan, A., & Manoharan, P. (2020). Survey on Land Use/Land Cover (LU/LC) change analysis in remote sensing and GIS environment: Techniques and Challenges. *Environmental Science and Pollution Research*, 27(24), 29900-29926. doi:10.1007/s11356-020-09091-7
- Navnath, N. N., Chandrasekaran, K., Stateczny, A., Sundaram, V. M., & Panneer, P. (2022). Spatiotemporal assessment of satellite image time series for land cover classification using deep learning techniques: a case study of Reunion Island, France. *Remote Sensing*, 14(20), 5232. doi:10.3390/rs14205232
- Ngoc Hai, P., Manh Tien, N., Trung Hieu, H., Quoc Chung, P., Thanh Son, N., Ngoc Ha, P., & Tung Son, N. (2020, October). *An empirical research on the effectiveness of different LSTM architectures on Vietnamese stock market*. Proceedings of the 2020 1st International Conference on Control, Robotics and Intelligent System, Xiamen, China. doi:10.1145/3437802.3437827

- Rußwurm, M., & Korner, M. (2017, July). *Temporal vegetation modelling using long short-term memory networks for crop identification from medium-resolution multi-spectral satellite images*. Proceedings of the IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition Workshops, Honolulu, HI, USA. doi:10.1109/CVPRW.2017.193
- Rußwurm, M., Pelletier, C., Zollner, M., Lefèvre, S., & Körner, M. (2019). Breizhcrops: A time series dataset for crop type mapping. *arXiv preprint arXiv:1905.11893*. doi:10.48550/arXiv.1905.11893
- Rußwurm, M., Courty, N., Emonet, R., Lefèvre, S., Tuia, D., & Tavenard, R. (2023). End-to-end learned early classification of time series for in-season crop type mapping. *ISPRS Journal of Photogrammetry and Remote Sensing*, 196, 445-456. doi:10.1016/j.isprsjprs.2022.12.016
- Sykas, D., Papoutsis, I., & Zografakis, D. (2021, July). *Sen4AgriNet: A harmonized multi-country, multi-temporal benchmark dataset for agricultural earth observation machine learning applications*. IEEE International Geoscience and Remote Sensing Symposium IGARSS, Brussels, Belgium. doi:10.1109/IGARSS47720.2021.9553603
- Tatsumi, K., Yamashiki, Y., Torres, M. A. C., & Taïpe, C. L. R. (2015). Crop classification of upland fields using Random forest of time-series Landsat 7 ETM+ data. *Computers and Electronics in Agriculture*, 115, 171-179. doi:10.1016/j.compag.2015.05.001
- Thenkabail, P. S., Gumma, M. K., Teluguntla, P., & Irshad, A. M. (2014). Hyperspectral remote sensing of vegetation and agricultural crops. *Photogrammetric Engineering & Remote Sensing (TSI)*, 80(8), 695-723.
- Toh, F. A., Angwafo, T. E., Ndam, L. M., & Antoine, M. Z. (2018). The socio-economic impact of land use and land cover change on the inhabitants of Mount Bambouto Caldera of the Western Highlands of Cameroon. *Advances in Remote Sensing*, 7(1), 25-45. doi:10.4236/ars.2018.71003
- Tran, H. D., Choi, S. W., Yang, X., Yamaguchi, T., Hoxha, B., & Prokhorov, D. (2023, May). *Verification of recurrent neural networks with star reachability*. 26th ACM International Conference on Hybrid Systems: Computation and Control, San Antonio, TX, USA. doi:10.1145/3575870.3587128
- Vaswani, A., Shazeer, N., Parmar, N., Uszkoreit, J., Jones, L., Gomez, ..., & Polosukhin, I. (2017). Attention is all you need. *arXiv preprint arXiv:1706.03762*. doi:10.48550/arXiv.1706.03762
- Wang, X., Zhang, J., Xun, L., Wang, J., Wu, Z., HENCHIRI, M., ..., & Yu, X. (2022). Evaluating the effectiveness of machine learning and deep learning models combined time-series satellite data for multiple crop types classification over a large-scale region. *Remote Sensing*, 14(10), 2341. doi:10.3390/rs14102341
- Werner de Vargas, V., Schneider Aranda, J. A., dos Santos Costa, R., da Silva Pereira, P. R., & Victória Barbosa, J. L. (2023). Imbalanced data preprocessing techniques for machine learning: a systematic mapping study. *Knowledge and Information Systems*, 65(1), 31-57. doi:10.1007/s10115-022-01772-8
- Yan, J., Wang, L., Song, W., Chen, Y., Chen, X., & Deng, Z. (2019). A time-series classification approach based on change detection for rapid land cover mapping. *ISPRS Journal of Photogrammetry and Remote Sensing*, 158, 249-262. doi:10.1016/j.isprsjprs.2019.10.003
- Yan, J., Liu, J., Wang, L., Liang, D., Cao, Q., Zhang, W., & Peng, J. (2022). Land-cover classification with time-series remote sensing images by complete extraction of multiscale timing dependence. *IEEE Journal of Selected Topics in Applied Earth Observations and Remote Sensing*, 15, 1953-1967. doi:10.1109/JSTARS.2022.3150430
- Yuan, Y., Lin, L., Chen, J., Sahli, H., Chen, Y., Wang, C., & Wu, B. (2019). A new framework for modelling and monitoring the conversion of cultivated land to built-up land based on a hierarchical hidden semi-Markov model using satellite image time series. *Remote Sensing*, 11(2), 210. doi:10.3390/rs11020210
- Zhu, T., Luo, W., & Yu, F. (2020). Convolution-and attention-based neural network for automated sleep stage classification. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 17(11), 4152. doi:10.3390/ijerph17114152



Research Article

**Investigation of Complexing Properties with Polyethyleneimine of  
Some Commercial Lipases**

Eda ÖNDÜL KOÇ\*<sup>1</sup>, Mert YILMAZ<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Bolu Abant İzzet Baysal University, Yeniçağa Yaşar Çelik Vocational High School, 14300, Bolu, Türkiye  
<sup>2</sup>Van Yuzuncu Yil University, Faculty of Engineering, Department of Food Engineering, 65080, Van, Türkiye  
Eda ÖNDÜL KOÇ, ORCID No: 0000-0002-1659-0813, Mert YILMAZ, ORCID No: 0009-0000-1973-9153

\*Corresponding author e-mail: edaondulkoc@ibu.edu.tr

**Article Info**

Received: 23.06.2023  
Accepted: 11.11.2023  
Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1319182

**Keywords**

Biocatalyst,  
Lipase,  
PEI-lipase aggregate,  
Polyethyleneimine

**Abstract:** Lipases are enzymes used in various industrial process and are immobilized to increase their applicability as biocatalysts. Ionic polymers such as polyethyleneimine (PEI) make possible the co-precipitation of enzymes. In this study, complexation and aggregation with PEI of enzymes were investigated with commercial enzymes from Novozyme 51032 (*Fusarium solani pisi*), Palatase 20000 L (*Rhizomucor miehei*), Lipolase 100 L (*Thermomyces lanuginosus*), Lipozyme CAL B L (*Candida antarctica* B) and Amano (*Pseudomonas fluorescens*) using PEI as a linker and aggregation agent. The highest percentage of PEI-enzyme aggregate was obtained for Novozyme 51032, Palatase 20000 L and Lipolase 100 L at the PEI/enzyme ratio of a 1/20-1/80 range. This study documented that Lipozyme CAL B L and (Amano) *P. fluorescens* enzyme preparations failed to occur precipitates resulting PEI-enzyme aggregates. The some commercial lipase preparations may contain various impurity components that prevent complexation or aggregation with PEI. Complexing with PEI of lipases is based on of basis electrostatic interaction of enzyme with PEI as a cationic polymer resulting in PEI-lipase aggregates.

**Bazı Ticari Lipazların Polietileniminin ile Kompleks Oluşturma  
Özelliklerinin Araştırılması**

**Makale Bilgileri**

Geliş: 23.06.2023  
Kabul: 11.11.2023  
Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1319182

**Anahtar Kelimeler**

Biyokatalizör,  
Lipaz,  
PEI-lipaz agregatı,  
Polietileniminin

**Öz:** Lipazlar, çok sayıda endüstriyel proseste kullanılan enzimlerdir ve biyokatalizör olarak uygulanabilirliklerini artırmak için immobilize edilmektedirler. Bu çalışmada, Novozyme 51032 (*Fusarium solani pisi*), Palatase 20000 L (*Rhizomucor miehei*), Lipolase 100 L (*Thermomyces lanuginosus*), Lipozyme CAL B L (*Candida antarctica* B) ve Amano (*Pseudomonas fluorescens*) kaynaklı ticari enzimlerin, polietilenimin (PEI) ile kompleks ve agregat oluşturması incelenmiştir. Enzimlerin, polietileniminin ile en iyi kompleks oluşturduğu PEI/enzim oranının; Novozyme 51032, Palatase 20000 L ve Lipolase 100 L için 1/20-80 aralığında olduğu görülmüştür. Lipozyme CAL B L ve (Amano) *P. fluorescens*, PEI ile agregat oluşturamamıştır. Bu çalışma; bazı ticari enzimlerin, PEI ile agregat oluşturmasını engelleyen çeşitli safsızlıklar içerebileceğini göstermiştir. Polietileniminin-enzim kompleksi, katyonik bir polimer olan PEI' nin, enzimlerle elektrostatik etkileşimi esasına dayanmaktadır.

## 1. Introduction

Lipases (triacylglycerol hydrolases E.C. 3.1.1.3) are miscellaneous enzymes that catalyze the hydrolysis or synthesis of wide range of water insoluble esters under natural conditions (Hasan et al., 2009; Widmann et al., 2010; Carvalho & Conte-Junior, 2021; Dash & Banerjee, 2021). Lipases belong to  $\alpha/\beta$  hydrolase fold super-family and have an active site consisting of triad of Ser, Asp (Glu) and His (Javed et al., 2018). Fungal or bacterial origin lipases, such as *Candida rugosa*, *Candida antarctica*, *Rhizopus oryzae*, *Bukholderia cepacia*, *Aspergillus niger*, *Thermomyces lanuginosus*, *Rhizomucor miehei* and *Pseudomonas fluorescens* have a considerable place in industry (Hasan et al., 2006; Wu et al., 2020; Monteiro et al., 2021a). Free or soluble form lipases have some problems related to low operational stability, high cost, difficulties in recovery process and reuse of these biocatalysts (Sharma et al., 2016; Almeida et al., 2021; Zhou et al., 2021). However, when appropriate immobilization techniques used the problems can be solved (Monteiro et al., 2019). Immobilized lipases have been used in a large number of commercial biocatalysis applications as these enzyme protocols have been proved to yield high-quality products at low processing costs and easy recovery of catalyst (Mathesh et al., 2016; Monteiro et al., 2021b; Wang et al., 2021).

Enzyme immobilization technology is used both in industrial processes (food, detergent etc.) and for medical diagnosis, therapy, bioenergy and biomaterial detection (Nguyen & Kim, 2017). Enzyme immobilization can be described as reduction or loss of mobility of free or soluble enzymes. So that the free enzymes have attached to several types of support and prevented their catalytic activities (Nguyen & Kim, 2017; Ismail et al., 2021). A great number of immobilization procedures have been demonstrated in the literature (Soares et al., 2011). Immobilization of enzyme on solid supports among immobilization methods has been extensively investigated (Nguyen & Kim, 2017). Immobilized enzymes present higher resistance to harsh environmental conditions and have commonly used in industrial field (Mittersteiner et al., 2017; Bilal et al., 2021). The enzymatic activity and stability depend on both the choice of the support and the method of immobilization (Tocco et al., 2021). In this way, enzyme immobilization has become a very basis step in the design of an industrial enzyme biocatalysis (Rodrigues et al., 2019). Immobilized enzymes permit their reused and recovery as well as reducing operational costs in industrial processes (Mokhtar et al., 2021; Guimarães et al., 2022).

Polyethylenimine (PEI), is an abundantly branched cationic polymer, has many applications in biochemistry that has been widely used to immobilize nucleotides, cells and enzymes due to its attraction negatively charged species via electrostatic interaction (Albayrak & Yang, 2002; Karimpil et al., 2012). Branched PEI (BPEI), is a highly viscous and has electron-rich nitrogen atoms. It has widely used due to its several unique features such as low toxicity, ease of separation, recycling and odorless in numerous applications (Sun et al., 2015; Virgen-Ortíz et al., 2017). The goal of this study is to investigate PEI-lipase aggregate formation as a result of electrostatic interaction with some commercial lipases in aqueous solution. The aggregation of PEI and lipase has industrially a critical importance as a potential support material-free enzyme preparation. In our previous work, we experienced PEI-enzyme attraction leading to enzyme aggregation and precipitation with other some commercial lipases (Öndül et al., 2012).

## 2. Materials and Methods

### 2.1. Materials

Commercial lipases in liquid forms from Novozyme 51032 (15 KLU/g), Palatase 20000 L (20000 LU/g), Lipolase 100 L (100 KLU/g), Lipozyme CAL B L (5000 LU/g) were kindly donated by Novozymes (Novo Nordisk, Denmark). Commercial lipase in powder form from Amano *Pseudomonas fluorescens* (20000 LU/g) was purchased from Sigma-Aldrich (Darmstadt, Germany). Branched polyethyleneimine (BPEI) as 50 % (w/v) (it has an average molecular weight 750.000) was obtained from Sigma (USA). p-Nitrophenyl palmitate (p-NPP) was used to determine catalytic activity obtained from Sigma Aldrich (USA). p-Nitrophenol (p-NP) for a standard graph was obtained from MP Biomedicals (France). PEI and enzyme solutions were dissolved with distilled water. The protein amount was determined by Bradford method (Bradford, 1976) with bovine serum albumin (BSA) as the reference standard (Sigma, USA).

## 2.2. PEI-lipase complex preparation

PEI-lipase aggregates were prepared by mixing a certain of PEI and lipase solutions prepared with distilled water. In order to form PEI-lipase aggregate in solution, 0.1 mL solutions containing varying portions of PEI (0.125-5 mg in 1 mL of solution) were added to the 900  $\mu$ L of enzyme solutions in microcentrifuge tubes. PEI-lipase mixture after vortexing was highly a cloudy appearance. The cloudy mixture containing PEI and lipase aggregates were centrifuged at 10.000 rpm for 2 min. Finally, initial enzyme activities both in cloudy mixture including the PEI-enzyme and in supernatant after centrifugation were measured to determine effect of PEI concentration on lipase activity and compared with free enzyme activity no including PEI. The microscopic image analysis of PEI-enzyme aggregates in cloudy turbid mixture was assessed with a light microscopy (Seiler SXS 820, USA) (Figure 1). Furthermore, Bradford method was used to evaluate content of protein both in the turbid mixture containing PEI-lipase complex and in supernatant after centrifugation.

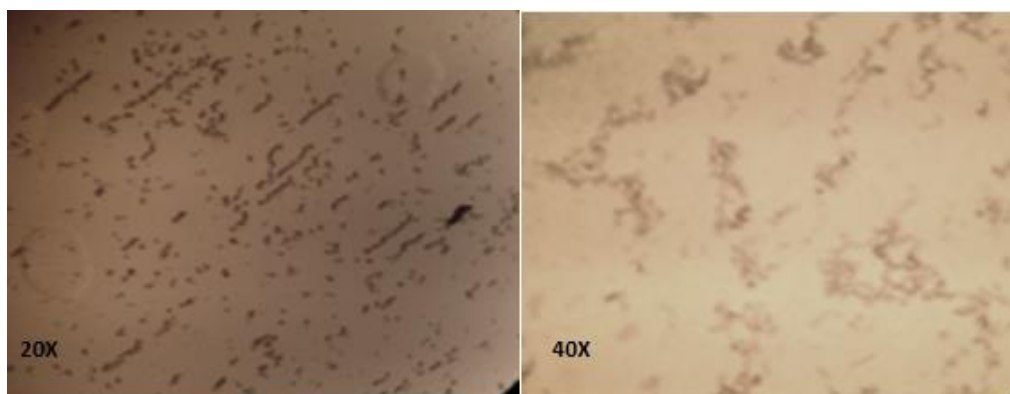


Figure 1. The images of PEI-lipase aggregates in cloudy turbid mixture at 20X and 40X magnifications under light microscopy.

## 2.3. Analytical methods

### 2.3.1. Lipase activity assay

Lipase activity assay was assessed by spectrophotometric method using p-nitrophenyl palmitate (p-NPP) as substrate by modifying method reported by [Costa et al. \(2003\)](#). p-NPP (a sample of 10 mg) was dissolved in 5 mL acetonitrile and was adjusted to 4.1 mM with acetonitrile. Reaction medium was consisted of 30  $\mu$ L of soluble enzyme solution diluted with distilled water or PEI-lipase aggregates resuspended by vortexing, 3 mL of 50 mM potassium phosphate buffer (pH 7.0), and 100  $\mu$ L of p-NPP solution prepared in acetonitrile. The hydrolysis reaction was directly generated inside of the spectrophotometer cuvette at 30 °C in a incubator. Measurements of reaction carried out with the blank prepared with reaction mixture no including enzyme. The absorbance was measured at the end of five minutes incubation time at 404 nm. The yellow coloured p-nitrophenol (pKa 7.15) occurring after hydrolysis reaction has an absorbance at 405 or 410 nm in spectrophotometer ([Hasan et al., 2009](#)). The calibration curve was used to determine lipase activity by linear equation (pNP) ( $y=12.306x-0,0372$ ,  $R^2=0.9985$ ) (Figure 2). One international unit of activity was defined as the amount of enzyme that hydrolyzes 1  $\mu$ mol of p-NPP per minute and liberates 1  $\mu$ mol p-NP in defined conditions.

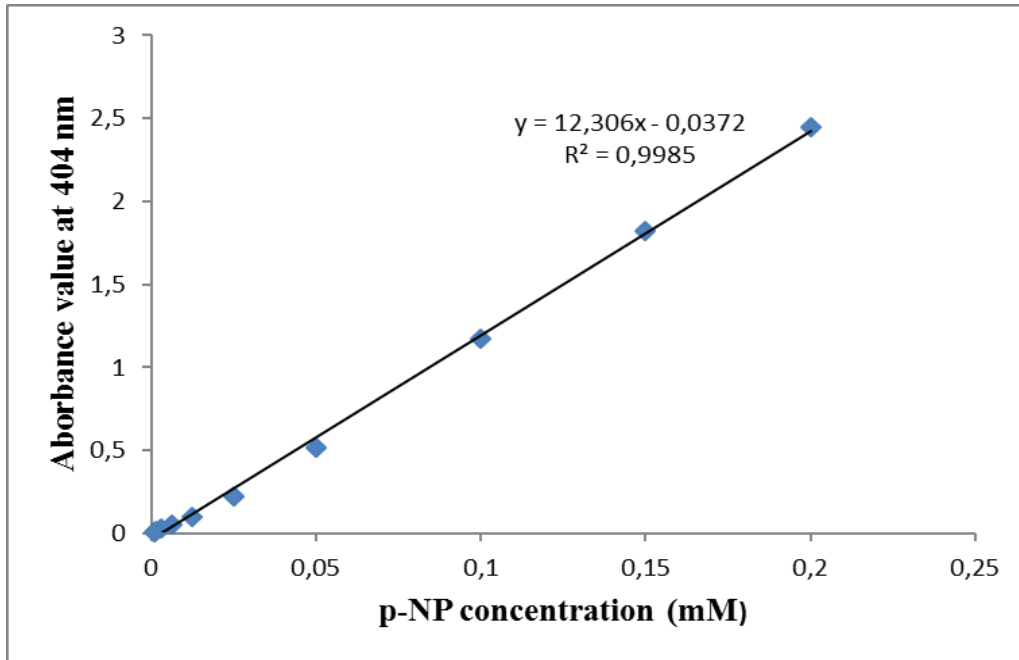


Figure 2. The calibration curve of p-NP standard determined by measured absorbance value at 404 nm.

### 2.3.2. Determination of total protein by Bradford method

Bradford method was used to quantify total proteins of enzyme solutions at 595 nm in a spectrophotometer (UV-Mini 1240 UV-VIS, Shimadzu, Kyoto, Japan) (Bradford, 1976). Figure 3 indicated that calibration curve was prepared by measured the optical density absorbance values at 280 nm against the concentration of bovine serum albumin. The equation obtained from this calibration curve was expressed as  $y = 0,6355x + 0,0015$ . (y and x indicated absorbance value at 280 nm and protein concentration in mg/mL, respectively).

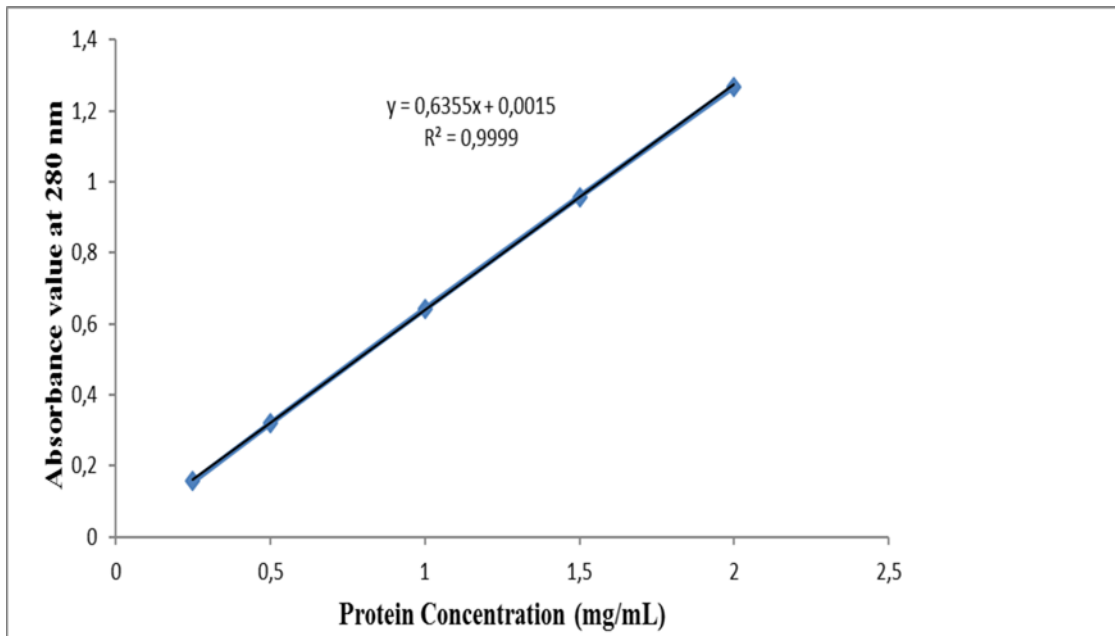


Figure 3. The calibration curve of protein standard as expressed bovine serum albumin.



### 3. Results and Discussion

#### 3.1. PEI/Enzyme aggregate formation

Polyethyleneimine and commercial liquid and powder lipase preparations were mixed to occur aggregates that have exhibited a complexed structure. As seen in Figure 4, when PEI solution (original pH 11.0) and Novozyme 51032 liquid enzyme solution are mixed in microcentrifuge tubes, a milky cloudy structure is formed and precipitated after centrifugation at 10.000 rpm for 2 min. When Palatase 20000 L liquid enzyme preparation solution was mixed with PEI solution in microcentrifuge tubes, PEI-lipase aggregates appeared as highly cloudy mixture at 0.625 mg/mL concentration of PEI before centrifugation. PEI-lipase precipitates occurred in all microcentrifuge tubes after centrifugation at 10.000 rpm for 2 min. PEI-Lipolase 100 L lipase aggregate was prepared by mixing at varying concentrations of PEI and lipase solution. After mixing, PEI-lipase slurry appeared as milky or cloudy solution. The highest turbidity and the goodest precipitate was showed at 2.5 and 5.0 mg/mL concentration of PEI. When Lipozyme CAL B L was mixed with PEI solution, neither a cloudy turbid structure nor PEI-enzyme precipitates were shown after centrifugation. Similarly, *P.fluorescens* lipase and PEI mixture was occurred no cloudy turbid solution and too little precipitation after centrifugation (figure was not given).

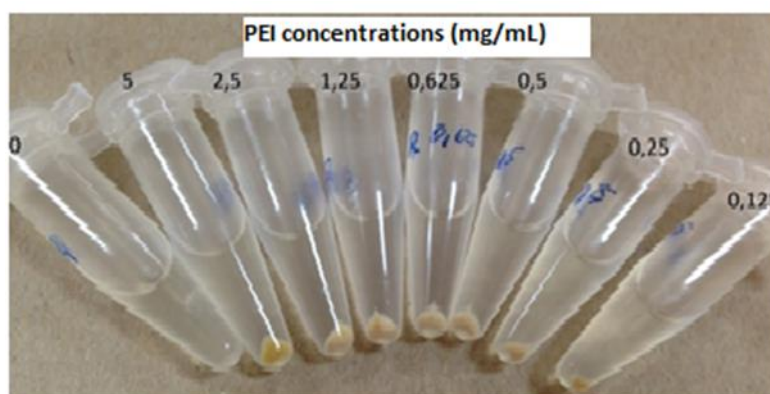


Figure 4. Images of PEI-lipase precipitates at PEI concentrations from 0.125 to 5.0 mg/mL after centrifugation for Novozyme 51032 liquid enzyme preparation at 10.000 rpm for 2 min.

#### 3.2. PEI/Enzyme ratio

PEI-enzyme complex formation with lipase preparation from Novozyme 51032 was investigated at concentrations of PEI from 0.125 to 5.0 mg/mL ratios. As seen Figure 5, at the all PEI concentrations, lipase activity in PEI-lipase slurry have prevented its initial activity before centrifugation. At 5 mg/mL concentrations of PEI have seen the highest precipitation after centrifugation resulting approximately % 71 residual lipase activity in supernatant.

PEI-enzyme complex formation with lipase preparation from Palatase 20000 L was investigated at varying PEI concentrations. As seen Figure 6, the optimum complex formation with Palatase 20000 L was obtained at the 0.625 mg/mL concentration of PEI resulting in complexation yield of 62 %. PEI have abundant primary and secondary amine groups in its structure and have complexed with enzymes via electrostatic interaction (Liu et al., 2020). When the PEI concentration in lipase solutions was increased, PEI-enzyme complex activity in slurry showed a gradual increase. Also, the residual lipase activity in supernatant increased. Figure 6 showed that Palatase 20000 L was significantly improved the stability with increasing PEI concentrations. The physical intermolecular crosslinking with PEI reduces enzyme leakage and it is an important tool in some co-immobilization strategies (Arana-Peña et al., 2019). PEI has an important role in increasing the stability of enzymes as well as the ability to increase the rate of enzyme-catalyzed reactions (Andersson & Hatti-Kaul, 1999). At the same time, the use of PEI as a linker may also cause some problems such as enzyme inactivation due to interaction with inside pocket of the protein (Virgen-Ortiz et al., 2017).

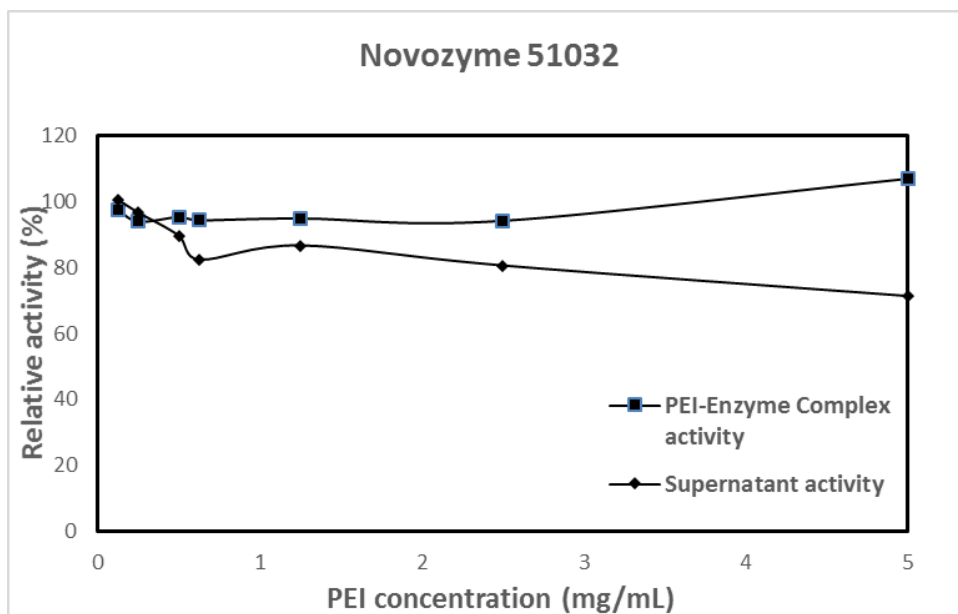


Figure 5. The effect of PEI concentrations on PEI–enzyme aggregate formation and precipitation in cloudy mixture and in supernatant after centrifugation at 10.000 rpm for 2 min.

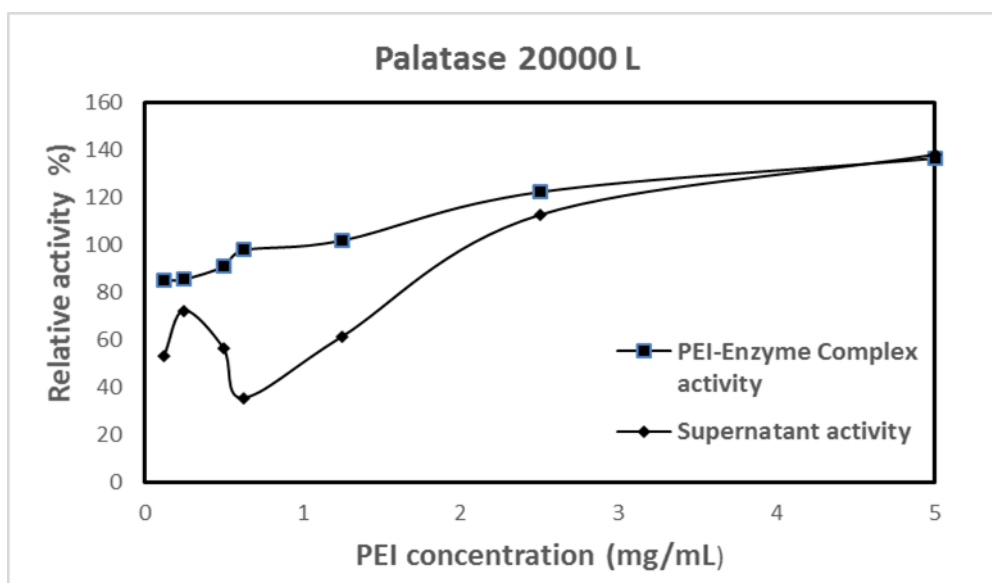


Figure 6. The effect of PEI concentration on enzyme activities of PEI–enzyme aggregates in solution and in supernatant after centrifugation at 10.000 rpm for 2 min.

PEI-enzyme complex formation with lipase preparation from Lipolase 100 L was investigated at varying PEI to lipase ratios. As seen Figure 7, increasing concentrations of PEI in slurry nearly resulted in 100 % lipase activity with Lipolase 100 L compared to the lipase solution with no PEI. Increasing concentrations of PEI did not affect the activity of Lipolase 100 L. Polyethyleneimine is a hydrophilic cationic macromolecule has abundantly amine groups on its (Jiang et al., 2019). This polycations act to bind with negatively charged molecules as powerful adsorbents via strong electrostatic interactions (Chen et al., 2020). It should be consulted that PEI has proved to have many positive effects on enzyme features (Arana-Peña et al., 2020). As the PEI concentration increased up to for 0.625-5.0 mg/mL for Lipolase 100 L, the residual lipase activity in supernatant decreased to 42%. The optimal PEI-enzyme complex formation was obtained at concentration of 5.0 mg/mL PEI resulting in immobilization yield of 61%. PEI, a polymer composed of the amine groups, plays an important role between of the a wide range of polycations used as a versatile polymer in biocatalysts design (Chen et al., 2020; Sampaio et al., 2022; Wu et al., 2023).

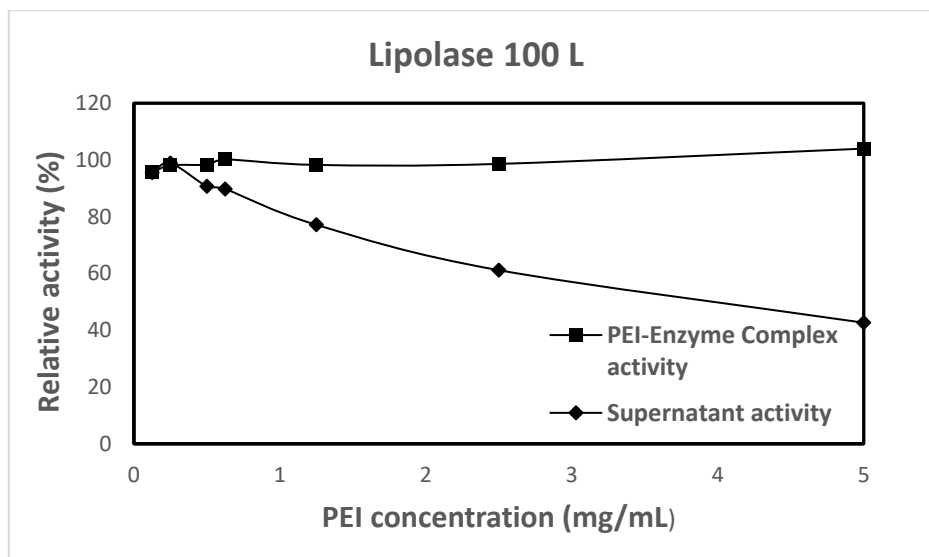


Figure 7. Effect of PEI concentration on activities of PEI–enzyme aggregates in solution before centrifugation and in supernatant after centrifugation at 10.000 rpm for 2 min.

Similar to Lipolase 100 L, increasing concentrations of PEI did not adversely affect the activity of Lipozyme CAL B L as seen Figure 8. Electrostatic interaction of the enzyme with PEI has a more significant effect on the stability of the enzyme. Also, polyethylenimine has been used to keep the activated form of lipases (Peirce et al., 2016). Lipozyme CAL B L preparation with PEI were not complexed by forming aggregate at the varying PEI concentrations. Lipozyme CAL B L commercial preparation contains a high amount of compounds such a glycerol, sorbitol, sodium benzoate and potassium sorbate according to a technical notes provided by Novozymes (Llerena-Suster et al., 2014). This compounds have a negative effect on formation of PEI-lipase aggregation. Because PEI is a polycationic polymer and can bind small negatively ions. According to a research paper related to glycerol-crosslinked PEI, use of glycerol to modify the buffering capacity of PEI is possible to see in the literature (Singh et al., 2015).

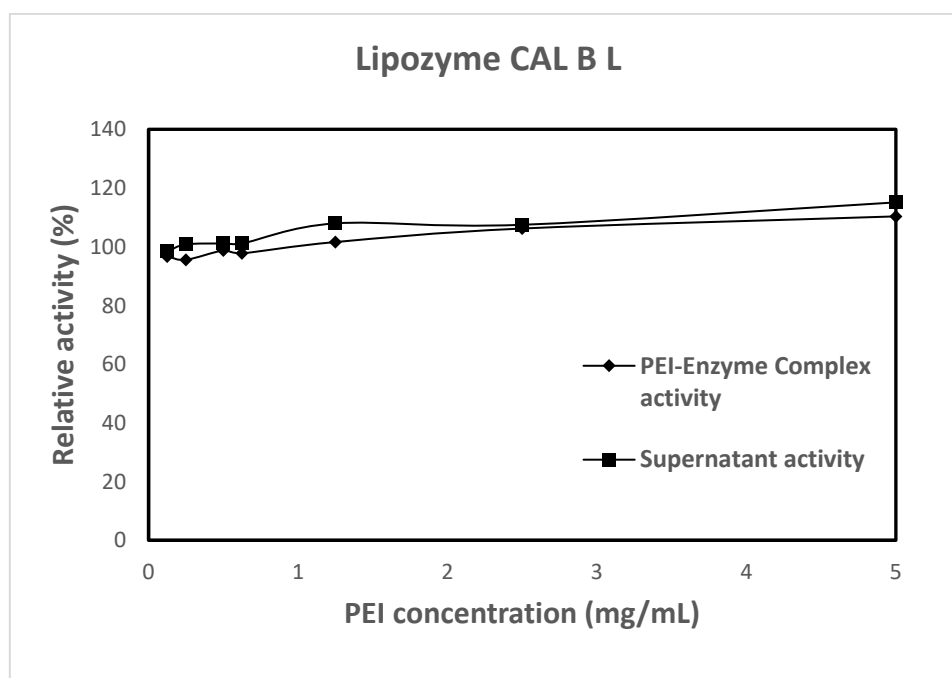


Figure 8. Effect of PEI concentration on activities of PEI–enzyme aggregates in solution before centrifugation and in supernatant after centrifugation at 10.000 rpm for 2 min.

PEI-enzyme aggregate formation with lipase from Amano *P. fluorescens* was investigated at varying PEI concentrations. Similarly, lipase preparation from *P. fluorescens* did not produce aggregates and precipitates at all the concentrations of PEI. PEI-lipase complex activity showed 100 % activity but PEI-enzyme slurry was no turbid and precipitated after centrifugation.

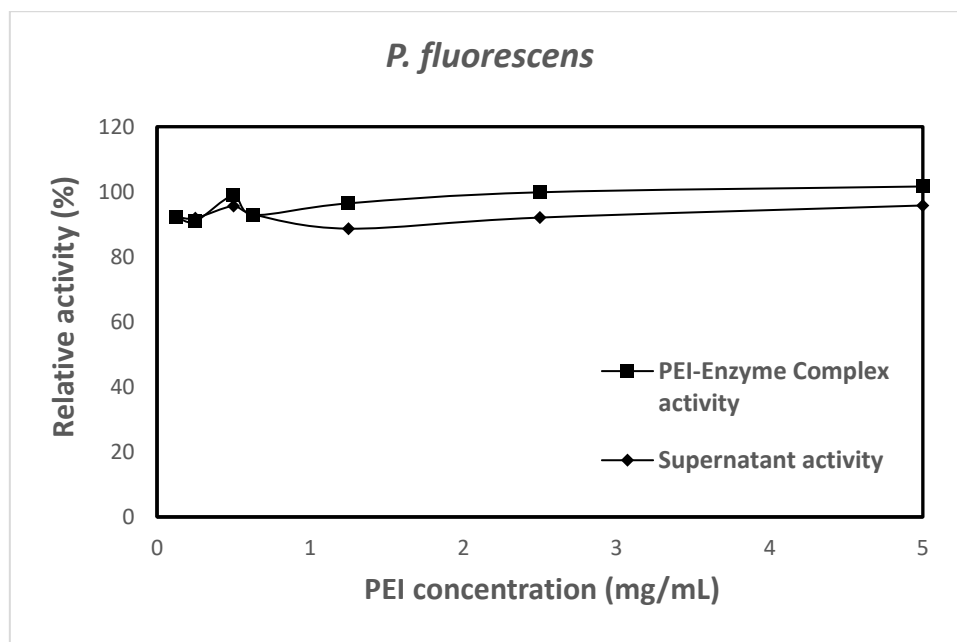


Figure 9. Effect of PEI concentration on activities of PEI–enzyme aggregates in solution before centrifugation and in supernatant after centrifugation at 10.000 rpm for 2 min.

Table 1 indicates the amount of protein of liquid and powder form the commercial enzymes. Lipolase 100 L preparation have the highest protein content compared to those of the other liquid and powder enzymes preparations. High level of protein of Lipolase 100 L could be caused to PEI-lipase precipitation and aggregation. Polyethyleneimine has successfully used to occur multilayers enzyme biocatalysts as a linker agent between lipase layers. This polymer can be adsorbed on enzyme molecules through a strong attraction. In addition, the enzyme adsorbed with PEI can also attach other enzyme molecules via ion exchange. PEI is an important the polycation reported to have a favourable effect on enzyme activity and stability (Peirce et al., 2016). It has also used to keep the activated form of lipases in biocatalyst design (Andersson & Hatti-Kaul, 1999). The protein content of *P. fluorescens* was the lowest. This powder prepare failed to occur aggregate with polyethyleneimine. Lipozyme CAL B L couldn't showed precipitation although it has high level protein amount.

Table 1. Protein contents, specific activities and pH of commercial liquid and powder enzyme preparations

Enzyme Source	Protein Conc. <sup>(1)</sup>	pH <sup>(2)</sup>	PEI/Enzyme (w/w) <sup>(3)</sup>
Novozyme 51032 (liquid)	94.0 % (w/v)	7.66	1/20
Palatase 20000 L (liquid)	50.0 % (w/v)	4.62	1/80
Lipolase 100 L (liquid)	156.0 % (w/v)	6.20	1/33
Lipozyme CALB L (liquid)	74.0 % (w/v)	4.15	-
Amano <i>P. fluorescens</i> (powder)	5.0 % (w/w)	6.39	-

<sup>(1)</sup> Bradford method was used to quantify protein amount of enzyme sources in liquid and powder form.

<sup>(2)</sup> pH was measured by the Hanna pH meter.

<sup>(3)</sup> PEI/enzym mass ratio that the optimum precipitation was obtained (Figure 5,6,7)

#### 4. Conclusion

Among the commercial lipases studied, Novozyme 51032, Palatase 20000 L and Lipolase 100 L aggregated and precipitated with PEI via electrostatic interaction. Lipozyme CAL B L and Amano *P. fluorescens* enzyme preparations failed to occur PEI-enzyme aggregates due to lack of strong ionic interactions. This study shows could make be possible of preparation of support material free PEI-enzyme aggregates with the some commercial lipase preparations. Use of the appropriate concentration of PEI has explained to able be a proper concentration to produce PEI- lipases agregates. Lipozyme CAL B L liquid form enzyme preparation and Amano *P. fluorescens* powder form enzyme preparation failed to occur PEI-enzyme aggregates due to some the impurities including glycerol, sorbitol, sodium benzoate and potassium sorbate. Previous studies have reported that PEI can easily attract with negatively charged metal ions and competes with different substrates compared to enzymes. Some components such as salts, glycerol and other anionic compounds can interact electrostatically with PEI through strong ionic interactions.

#### Acknowledgment

The authors thank the Scientific Research Project Department of Van YYU (2015-MIM-B110) for financial support.

#### References

- Albayrak, N., & Yang, S. T. (2002). Immobilization of  $\beta$ -galactosidase on fibrous matrix by polyethyleneimine for production of galacto-oligosaccharides from lactose. *Biotechnology Progress*, 18(2), 240-251. doi:10.1021/bp010167b
- Almeida, F. L. C., Castro, M. P. J., Travália, B. M., & Forte, M. B. S. (2021). Trends in lipase immobilization: Bibliometric review and patent analysis. *Process Biochemistry*, 110, 37-51. doi:10.1016/J.PROCBIO.2021.07.005
- Andersson, M. M., & Hatti-Kaul, R. (1999). Protein stabilising effect of polyethyleneimine. *Journal of Biotechnology*, 72(1-2), 21-31. doi:10.1016/S0168-1656(99)00050-4
- Arana-Peña, S., Lokha, Y., & Fernández-Lafuente, R. (2019). Immobilization on octyl-agarose beads and some catalytic features of commercial preparations of lipase a from *Candida antarctica* (Novocor ADL): Comparison with immobilized lipase B from *Candida antarctica*. *Biotechnology Progress*, 35(1). doi:10.1002/BTPR.2735
- Arana-Peña, S., Rios, N. S., Mendez-Sanchez, C., Lokha, Y., Gonçalves, L. R. B., & Fernández-Lafuente, R. (2020). Use of polyethylenimine to produce immobilized lipase multilayers biocatalysts with very high volumetric activity using octyl-agarose beads: Avoiding enzyme release during multilayer production. *Enzyme and Microbial Technology*, 137, 109535. doi:10.1016/J.ENZMICTEC.2020.109535
- Bilal, M., Fernandes, C. D., Mehmood, T., Nadeem, F., Tabassam, Q., & Ferreira, L. F. R. (2021). Immobilized lipases-based nano-biocatalytic systems — A versatile platform with incredible biotechnological potential. *International Journal of Biological Macromolecules*, 175, 108-122. doi:10.1016/J.IJBIOMAC.2021.02.010
- Bradford, M. M. (1976). A rapid and sensitive method for the quantitation of micro-gram quantities of protein utilizing the principle of protein–dye binding. *Analytical Biochemistry*, 72(1-2), 248-254. doi:10.1016/0003-2697(76)90527-3
- Carvalho, A. P. A., & Conte-Junior, C. A. (2021). Food-derived biopolymer kefirin composites, nanocomposites and nanofibers: Emerging alternatives to food packaging and potentials in nanomedicine. *Trends in Food Science and Technology*, 116, 370-386. doi:10.1016/j.tifs.2021.07.038
- Chen, Z., Lv, Z., Sun, Y., Chi, Z., & Qing, G. (2020). Recent advancements in polyethyleneimine-based materials and their biomedical, biotechnology, and biomaterial applications. *Journal of Materials Chemistry B*, 8(15), 2951-2973. doi:10.1039/c9tb02271f
- Costa, L. R., Soares, A. M., Franca, S. C., Trevvisan, H. C., & Roberts, T. J. C. (2003). Immobilization of lipases and assay in continuous fixed bed reactor. *Protein & Peptide Letters*, 10(6), 619-628.

- doi:10.2174/0929866033478573
- Dash, A., & Banerjee, R. (2021). Exploring indigenously produced celite-immobilized *Rhizopus oryzae* NRRL 3562-lipase for biodiesel production. *Energy*, 222, 119950. doi:10.1016/J.ENERGY.2021.119950
- Guimarães, J. R., Carballares, D., Tardioli, P. W., Rocha-Martin, J., & Fernandez-Lafuente, R. (2022). Tuning immobilized commercial lipase preparations features by simple treatment with Metallic Phosphate Salts. *Molecules*, 27(14), 1-13. doi:10.3390/molecules27144486
- Hasan, F., Shah, A. A., & Hameed, A. (2006). Industrial applications of microbial lipases. *Enzyme and Microbial Technology*, 39(2), 235-251. doi:10.1016/J.ENZMICTEC.2005.10.016
- Hasan, F., Shah, A. A., & Hameed, A. (2009). Methods for detection and characterization of lipases: A comprehensive review. *Biotechnology Advances*, 27(6), 782-798. doi:10.1016/J.BIOTECHADV.2009.06.001
- Ismail, A. R., Kashtoh, H., & Baek, K. H. (2021). Temperature-resistant and solvent-tolerant lipases as industrial biocatalysts: Biotechnological approaches and applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 187, 127-142. doi:10.1016/J.IJBIOMAC.2021.07.101
- Javed, S., Azeem, F., Hussain, S., Rasul, I., Siddique, M. H., Riaz, M., ..., & Nadeem, H. (2018). Bacterial lipases: A review on purification and characterization. *Progress in Biophysics and Molecular Biology*, 132, 23-34. doi:10.1016/J.PBIOMOLBIO.2017.07.014
- Jiang, F., Zhao, W., Wu, Y., Wu, Y., Liu, G., Dong, J., & Zhou, K. (2019). A polyethyleneimine-grafted graphene oxide hybrid nanomaterial: Synthesis and anti-corrosion applications. *Applied Surface Science*, 479, 963-973. doi:10.1016/j.apsusc.2019.02.193
- Karimpil, J. J., Melo, J. S., & D'Souza, S. F. (2012). Immobilization of lipase on cotton cloth using the layer-by-layer self-assembly technique. *International Journal of Biological Macromolecules*, 50(1), 300-302. doi:10.1016/J.IJBIOMAC.2011.10.019
- Liu, M., Jia, L., Zhao, Z., Han, Y., Li, Y., Peng, Q., & Zhang, Q. (2020). Fast and robust lead (II) removal from water by bioinspired amyloid lysozyme fibrils conjugated with polyethyleneimine (PEI). *Chemical Engineering Journal*, 390, 124667. doi:10.1016/j.ccej.2020.124667
- Llerena-Suster, C. R., Briand, L. E., & Morcelle, S. R. (2014). Analytical characterization and purification of a commercial extract of enzymes: A case study. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 121, 11-20. doi:10.1016/j.colsurfb.2014.05.029
- Mathesh, M., Luan, B., Akanbi, T. O., Weber, J. K., Liu, J., Barrow, C. J., Zhou, R., & Yang, W. (2016). Opening Lids: Modulation of Lipase Immobilization by Graphene Oxides. *ACS Catalysis*, 6(7), 4760-4768. doi:10.1021/acscatal.6b00942
- Mittersteiner, M., Machado, T. M., De Jesus, P. C., Brondani, P. B., Scharf, D. R., & Wendhausen, R. (2017). Easy and simple SiO<sub>2</sub> immobilization of lipozyme CaLB-L: Its use as a catalyst in acylation reactions and comparison with other lipases. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 28(7), 1185-1192. doi:10.21577/0103-5053.20160277
- Mokhtar, N. F., Rahman, R. N. Z., Sani, F., & Ali, M. S. (2021). Extraction and reimmobilization of used commercial lipase from industrial waste. *International Journal of Biological Macromolecules*, 176, 413-423. doi:10.1016/j.ijbiomac.2021.02.001
- Monteiro, R. R. C., Lima, P. J. M., Pinheiro, B. B., Freire, T. M., Dutra, L. M. U., Fechine, P. B. A., ..., & Fernandez-Lafuente, R. (2019). Immobilization of lipase a from *Candida antarctica* onto Chitosan-coated magnetic nanoparticles. *International Journal of Molecular Sciences*, 20(16), 4018. doi:10.3390/ijms20164018
- Monteiro, R. R. C., Arana-Peña, S., da Rocha, T. N., Miranda, L. P., Berenguer-Murcia, Á., Tardioli, P. W., dos Santos, J. C. S., & Fernandez-Lafuente, R. (2021a). Liquid lipase preparations designed for industrial production of biodiesel. Is it really an optimal solution? *Renewable Energy*, 164, 1566-1587. doi:10.1016/J.RENENE.2020.10.071
- Monteiro, R. R. C., Virgen-Ortiz, J. J., Berenguer-Murcia, Á., da Rocha, T. N., dos Santos, J. C. S., Alcántara, A. R., & Fernandez-Lafuente, R. (2021b). Biotechnological relevance of the lipase A from *Candida antarctica*. *Catalysis Today*, 362, 141-154. doi:10.1016/J.CATTOD.2020.03.026
- Nguyen, H. H., & Kim, M. (2017). An Overview of Techniques in Enzyme Immobilization. *Applied Science and Convergence Technology*, 26(6), 157-163. doi:10.5757/asct.2017.26.6.157
- Ondul, E., Dizge, N., & Albayrak, N. (2012). Immobilization of *Candida antarctica* A and *Thermomyces*

- lanuginosus lipases on cotton terry cloth fibrils using polyethyleneimine. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 95, 109-114. doi:10.1016/j.colsurfb.2012.02.020
- Peirce, S., Tacias-Pascacio, V. G., Russo, M. E., Marzocchella, A., Virgen-Ortíz, J. J., & Fernandez-Lafuente, R. (2016). Stabilization of *Candida antarctica* Lipase B (CALB) immobilized on octyl agarose by treatment with polyethyleneimine (PEI). *Molecules*, 21(6), 751. doi:10.3390/molecules21060751
- Rodrigues, R. C., Virgen-Ortíz, J. J., dos Santos, J. C. S., Berenguer-Murcia, Á., Alcantara, A. R., Barbosa, O., Ortiz, C., & Fernandez-Lafuente, R. (2019). Immobilization of lipases on hydrophobic supports: immobilization mechanism, advantages, problems, and solutions. *Biotechnology Advances*, 37(5), 746-770. doi:10.1016/j.BIOTECHADV.2019.04.003
- Sampaio, C. S., Angelotti, J. A. F., Fernandez-Lafuente, R., & Hirata, D. B. (2022). Lipase immobilization via cross-linked enzyme aggregates: Problems and prospects-A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 215, 434-449. doi:10.1016/j.ijbiomac.2022.06.139
- Sharma, S., Kanwar, K., & Kanwar, S. S. (2016). Ascorbyl palmitate synthesis in an organic solvent system using a Celite-immobilized commercial lipase (Lipolase 100L). *3 Biotech*, 6(2), 1-10. doi:10.1007/s13205-016-0486-7
- Singh, B., Maharjan, S., Park, T. E., Jiang, T., Kang, S. K., Choi, Y. J., & Cho, C. S. (2015). Tuning the buffering capacity of polyethylenimine with glycerol molecules for efficient gene delivery: Staying in or out of the endosomes. *Macromolecular Bioscience*, 15(5), 622-635. doi:10.1002/mabi.201400463
- Soares, J. C., Moreira, P. R., Queiroga, A. C., Morgado, J., Malcata, F. X., & Pintado, M. E. (2011). Application of immobilized enzyme technologies for the textile industry: A review. *Biocatalysis and Biotransformation*, 29(6), 223-237. doi:10.3109/10242422.2011.635301
- Sun, B., Hong, W., Thibau, E. S., Aziz, H., Lu, Z. H., & Li, Y. (2015). Polyethylenimine (PEI) As an effective dopant to conveniently convert Ambipolar and p-Type Polymers into Unipolar n-Type Polymers. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 7(33), 18662-18671. doi:10.1021/acsami.5b05097
- Tocco, D., Carucci, C., Todde, D., Shortall, K., Otero, F., Sanjust, E., Magner, E., & Salis, A. (2021). Enzyme immobilization on metal organic frameworks: Laccase from *Aspergillus* sp. is better adapted to ZIF-zni rather than Fe-BTC. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 208, 112147. doi:10.1016/J.COLSURFB.2021.112147
- Virgen-Ortíz, J. J., Dos Santos, J. C. S., Berenguer-Murcia, Á., Barbosa, O., Rodrigues, R. C., & Fernandez-Lafuente, R. (2017). Polyethylenimine: A very useful ionic polymer in the design of immobilized enzyme biocatalysts. *Journal of Materials Chemistry B*, 5(36), 7461-7490. doi:10.1039/c7tb01639e
- Wang, X., He, L., Huang, J., & Zhong, N. (2021). Immobilization of lipases onto the halogen & haloalkanes modified SBA-15: Enzymatic activity and glycerolysis performance study. *International Journal of Biological Macromolecules*, 169, 239-250. doi:10.1016/J.IJBIOMAC.2020.12.111
- Widmann, M., Juhl, B., & Pleiss, J. (2010). Structural classification by the Lipase Engineering Database: a case study of *Candida antarctica* lipase A structures and a set of analysis tools including phylogenetic trees and HMM profiles. *BMC Genomics*, 19(11), 123. doi:10.1186/1471-2164-11-123.
- Wu, P., Zhang, M., Zhang, Y., Wang, Z., & Zheng, J. (2020). A novel lipase from *Aspergillus oryzae* catalyzed resolution of (R,S)-ethyl 2-bromoisovalerate. *Chirality*, 32(2), 231-238. doi:10.1002/CHIR.23160
- Wu, S., Zhang, P., Sun, B., Wu, Y., Huang, M., Luo, Z., Ma, Y., & Tang, K. (2023). Polyethyleneimine-MOF composite as a support for immobilization of lipase with enhanced activity in kinetic resolution. *Applied Catalysis A: General*, 661(April), 119232. doi:10.1016/j.apcata.2023.119232
- Zhou, W., Zhou, X., Zhuang, W., Lin, R., Zhao, Y., Ge, L., ..., & Ying, H. (2021). Toward controlled geometric structure and surface property heterogeneities of TiO<sub>2</sub> for lipase immobilization. *Process Biochemistry*, 110, 118-128. doi:10.1016/J.PROCBIO.2021.08.004



## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

### Farklı Tahıl Çeşitlerinden Endüstriyel Olarak Üretilmiş Bozaların Antioksidan Aktivite Değerleri ve Besin Element İçeriklerinin Belirlenmesi

Songül ATABAY<sup>1</sup>, Yağmur ERİM KÖSE\*<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği ABD, 65080, Van, Türkiye

<sup>2</sup>Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, 65080, Van, Türkiye  
Songül ATABAY, ORCID No: 0000-0002-7233-9754, Yağmur ERİM KÖSE, ORCID No: 0000-0002-8008-0009

\*Corresponding author e-mail: yagmuririm@yyu.edu.tr

#### Makale Bilgileri

Geliş: 02.02.2023  
Kabul: 15.11.2023  
Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1244695

#### Anahtar Kelimeler

Antioksidan aktivite,  
Boza,  
Çimlendirilmiş tahıl,  
Makro-mikro ekement

**Öz:** Bu çalışmada sekiz farklı tahıl tanesi veya tahıl karışımı kullanılarak (buğday, mısır, darı, buğday+mısır, buğday+darı, mısır+darı, buğday+mısır+darı ve çimlendirilmiş tahıl karışımı) endüstriyel olarak üretilmiş ticari boza örneklerinin toplam fenolik madde konsantrasyonu Folin-Ciocalteu yöntemine göre belirlenirken, serbest radikal süpürme etkisi DPPH ve ABTS•+ yöntemleri kullanılarak tespit edilmiştir. Ayrıca boza örneklerinde makro ve mikro element (Na, P, Mg, Ca, K, Fe, Mn, Zn) içerikleri ICP-OES yöntemi ile belirlenmiştir. Örneklerde kullanılan hammadde farklılığının örneklerin antioksidan aktivite ve besin element içeriği üzerine etkisi istatistiksel olarak önemli bulunmuş ( $p<0.05$ ), özellikle çimlendirilmiş tahıl karışımı kullanılarak üretilen boza örneğinin en yüksek toplam fenolik madde (506.25 mg/kg) ve DPPH-ABTS•+ değerlerine (%27.78-2763.83  $\mu\text{mol}$  trolox/g) sahip olduğu saptanmıştır. Buğday ve darı kullanılarak üretilen örnekler ise en düşük fenolik madde değerlerine (252.25, 270.84 mg/kg) sahip olmuştur. Örneklerin makro element içerikleri arasında görülen büyük farklılık, mikro element içeriğinde görülmezken, tüm boza örneklerinde en yüksek oranlar Na ve P'a ait olmuştur. Fe, Mn ve Zn değerleri ise diğer besin elementlerine oranla çok daha düşük oranlarda tespit edilmiştir.

### Determination of Antioxidant Activity and Nutrient Element Contents of Industrially Produced Boza from Different Varieties of Grain

#### Article Info

Recieved: 02.02.2023  
Accepted: 15.11.2023  
Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1244695

#### Keywords

Antioxidant activity,  
Boza,  
Germinated grain,  
Macro-micro element

**Abstract:** In this study, while the total phenolic concentration of eight commercial boza samples produced from different grains and grain mixtures (wheat, maize, millet, wheat+maize, wheat+millet, maize+millet, wheat+maize+millet and germinated grain mixture) was determined according to the Folin-Ciocalteu method, the free radical scavenging activity was determined using DPPH and ABTS•+ methods. In addition, macro and micro element (Na, P, Mg, Ca, K, Fe, Mn, Zn) contents of boza samples were determined by the ICP-OES method. The effects of the difference in raw materials used in the boza samples on the antioxidant activity and nutrient element contents were found to be statistically significant ( $p<0.05$ ) and it was the boza sample produced especially using the germinated grain mixture that had the highest total phenolic substance (506.25 mg/kg) and DPPH-ABTS•+ values (27.78-2763.83  $\mu\text{mol}$  trolox/g). The samples produced using wheat and millet had the lowest phenolic content (252.25, 270.84 mg/kg). While the major difference between the contents of macro element was not observed in the micro element. The highest ratios were found for Na and P in all boza samples. Fe, Mn and Zn values were determined at much lower rates compared to other nutrients.



## 1. Giriş

Latince’de kaynamak anlamına gelen ‘Fevere’ kelimesinden türetilmiş olan fermantasyon (Asgar ve ark., 2017), bilinen en etkili ve aynı zamanda en eski gıda işleme yöntemlerinden biri olup, belirli sıcaklıkta, yüksek moleküllü maddelerin belirli mikroorganizmalar ve enzim aktiviteleri sayesinde parçalanması ile gerçekleşen metabolik bir süreç olarak tanımlanmaktadır (Gotcheva ve ark., 2000; Kabak & Dobson, 2011). Bu metabolik süreç gıdalara sadece uzun raf ömrü veya tat, koku, aroma, kıvam gibi çeşitli organoleptik özellikler kazandırmakla kalmaz, aynı zamanda ürünün besinsel kalitesi ve biyoaktif bileşenleri üzerine de etki gösterir (Dimidi ve ark., 2019). Örneğin tahılların fermantasyon süreci ile birlikte serbest esansiyel amino asit miktarında artış görülerek protein kalitesinin değiştiği (Ciesarová ve ark., 2017), antibesinsel madde içeriğinin (fitik asit, tannin, polifenol) azalmasına paralel olarak mineral madde içeriğinin arttığı (Karovičová & Kohajdova, 2007; Mukhametzhanova ve ark., 2012) ve bazı biyoaktif bileşiklerin miktarında da artış olduğu tespit edilmiştir (Pallin ve ark., 2016; Karademir ve ark., 2018).

Fermente içecekler arasında en yaygın sınıfı tahıl bazlı ürünlerin oluşturduğu bilinmektedir. Çünkü kullanılan tahıl ürünleri polisakkaritler bakımından oldukça zengin olup, mikroorganizmalar tarafından fermantasyon süreci boyunca karbon ve enerji kaynağı olarak kullanılırlar. Ayrıca tahıllar mikroorganizmaların gelişmesi için elzem olan vitamin, mineral ve sterol gibi besin öğelerini de ihtiva ederler (Salovaara, 2004). Bugün dünya üzerinde birbirinden oldukça farklı bölgelerde üretimi ve tüketimi yapılan tahıl bazlı fermente içecekler mevcuttur. Afrika Bölgesinde; Borde, Bushera, Gowe, Kunan-Zaki, Mahewu, Obiolor ve Togwa, Güney Amerika Bölgesinde; Acupe, Agua-agria, Cachiri, Champuz, Fuba, Napu, Pozol, Avrupa ve Asya kıtalarında ise Boza, Ambil ve Kali bunlara örnek olarak verilebilir (Marshall & Mejia, 2011; Altay ve ark., 2013; Aka ve ark., 2014; Kumari ve ark., 2016).

Geleneksel tahıl bazlı en önemli fermente içeceklerden biri olan bozanın Orta Asya Türkleri tarafından üretilip, sevilerek tüketildiği bilinmekte ve geniş anlamda coğrafi yayılımını Türk göçleri sayesinde gerçekleştirdiği tahmin edilmektedir (Öncel, 2015; İgüs, 2016). Sonraki süreçte Selçuklu ve Osmanlı dönemlerinde bozacılığın giderek temel bir zanaat haline gelmesi ile boza bugünkü coğrafi yayılımını tamamlamıştır (Düler, 2002). Başta Türkiye olmak üzere genellikle Avrupa ülkelerinin çoğunda üretilip tüketilen boza, farklı tahıl ürünlerinin kırma veya unlarının, içme suyu ile pişirilerek şeker ilave edilmesi ve daha sonra starter kültür ilavesiyle tekniğine uygun bir şekilde fermantasyona tabi tutulmasıyla elde edilen bir içecek türüdür. TSE 2002’ye göre bozanın tanımı “yabancı maddelerinden temizlenmiş darı, pirinç, buğday, bulgur, mısır vb. hububatın kırma veya unlarından biri veya birkaçının, içme suyu katılarak pişirilmesi ve beyaz şeker ilave edilerek tekniğine uygun olarak alkol ve laktik asit fermantasyonlarına tabi tutulması ile hazırlanan bir mamuldür” şeklinde yapılmıştır (TSE, 2002). Tanımlarda da belirtildiği gibi boza üretiminde tek tip tahıl kırması kullanılmasının zorunlu olmaması, bozaların fiziko kimyasal özelliklerinin de birbirlerinden oldukça farklı olmasına sebep vermektedir.

Literatürde farklı hammadde ve üretim teknikleriyle elde edilen bozaların antioksidan aktivite değerlerinin ve besin element içeriklerinin belirlendiği çalışmalar yok denecek kadar az iken, fizikokimyasal özelliklerinin belirlendiği çeşitli çalışmalar mevcuttur.

İzmir’de farklı hammaddeler kullanılarak üretilen ticari bozaların kimyasal bileşimi üzerine yapılan bir çalışmada, boza örneklerindeki kuru madde miktarlarının %17.77-22.32, toplam şeker miktarını %16.11-22.59, kül miktarını %0.02-0.17, toplam asitliğin tatlı boza için %0.2-0.5, ekşi boza için %0.5-1 aralığında değiştiği rapor edilmiştir (Yücel & Köse, 2002).

Farklı hammaddeler kullanılarak yapılan bir başka çalışmada toplam asitlik değerinin en düşük bulunduğu boza örneği darıdan elde edilene ait iken (%0.32±0.04), en yüksek toplam değer (%0.61±0.07) buğday bozasına ait olmuştur. Ayrıca boza örneklerinin pH değeri 3.43-3.86 arasında tespit edilmiş ve buğdaydan elde edilen örneğin alkol içeriği %0.46 ±0.04 olarak rapor edilmiştir (Akpınar-Bayizit ve ark., 2010).

Meriç (2010), Trakya bölgesinde üretilen 27 adet bozanın kimyasal bileşimini incelemiş ve kuru madde değerlerini ortalama %20.61; pH değerlerini ortalama %3.72; asitlik değerini ortalama %0.28 olarak bildirmiştir.

Çelik ve ark. (2016) tarafından farklı oranlarda mısır, buğday, pirinç unu ve leblebi unu katılarak üretilen boza örneklerinde, leblebi ununun oranının artması ile bozanın protein ve mineral miktarının arttığı ve panelistler tarafından daha yüksek genel kabul edilebilirlik puanı aldığı saptanmıştır. Ayrıca

leblebi unu katkılı örnek ile kontrol örneği karşılaştırıldığında farklı oranlarda leblebi unu içeren örneklerde şeker oranı daha düşükken, alkol ve asitlik oranının daha yüksek olduğu tespit edilmiştir.

**Borcaklı ve ark. (2018)**, yaptığı çalışmada 3 farklı hammadde ile üretilip, dondurularak kurutulan bozaların fizikokimyasal özelliklerini incelemiş, yapılan çalışmada toplam mineral madde içeriği bakımından mısır+buğday bozasının sodyum, potasyum ve manganez açısından zengin ve darı bozasının kalsiyum açısından zengin olduğunu, mısır+buğday+darı bozasının ise diğer örneklerle nazaran yüksek demir ve selenyum içerdiğini tespit etmiştir.

**Berktaş (2011)** tarafından farklı hammaddeler kullanılarak üretilmiş bozaların toplam fenolik madde ve antioksidan kapasitesi ile birlikte fizikokimyasal ve reolojik özellikleri incelenmiştir. Mısır ve bulgur karışımı kullanılarak üretilen boza en yüksek fenolik madde içeriğine sahip iken, en düşük değer bulgur ve beyaz pirinç karışımı içeren bozalarda belirlenmiştir. Ayrıca farklı hammaddeler kullanılarak üretilen bozaların renk değerleri, reolojisi ve duyuşal özelliklerinin de farklılık gösterdiği bildirilmiştir.

Kefir ve bozanın antioksidan aktivite değerlerinin belirlendiği başka bir araştırmada, bu ürünlerin sahip oldukları yüksek antioksidan kapasite nedeni ile doğal antioksidan olarak tüketilebilecekleri ve düşük konsantrasyonlarda dahi yüksek antioksidan etkiye sahip oldukları bildirilmiştir (**Özpinar, 2012**).

Bosna-Hersek'te üretilen tahıl esaslı geleneksel alkolsüz içkiler üzerine yapılan bir araştırmada ise, geleneksel yöntemlerle üretilen bozaların antioksidan aktivite değerleri ticari olarak üretilen bozalardan daha yüksek bulunmuştur (**Marjanović ve ark., 2015**).

Bozanın vitamin içeriklerinin de esas olarak hammaddeden ileri geldiği ancak bazı laktik asit bakterisi suşlarının suda çözünen B grubu (folatlar, riboflavin, tiamin, siyanokobalamin) ve yağda çözünen K<sub>2</sub> (menakinonlar) vitaminleri gibi vitaminleri sentezleme kabiliyetine sahip olduğu, benzer şekilde mayaların zengin vitamin kaynakları olduğu ve tüm mayaların riboflavin ve folik asit sentezleme yeteneğine sahip olduğu bildirilmiştir (**Saulnier ve ark., 2009; Masuda ve ark., 2012; Da Silva ve ark., 2016**).

Boza fermantasyonunda laktik asit bakterisi ve mayalar homofermantatif ve heterofermantatif özellikte olup heterojen boza mikroflorasını oluştururlar (**Gotcheva ve ark., 2000; Altay ve ark., 2013**). Boza fermantasyonu süresince laktik asit bakterisi, laktik asit, ekzopolisakkarit, antimikrobiyal maddeler, fitaz, karbondioksit, asetaldehit, hidrojenperoksit, diasetil ve amino asit gibi bileşenlerin meydana gelmesinde etkili olur (**Akkoç ve ark., 2011; Doğan & Tekiner, 2020**). Bozada en aktif rol gösteren laktik asit bakterisi patojenik bakterilerin büyümesinden kaynaklanan mikrobiyolojik hasarı önlerler ve aroma bileşenlerinin oluşumunda önemli rol oynarlar (**Todorov & Dicks, 2006**).

Literatürde boza ile ilgili yapılan bazı araştırmalarda bozaya farklı ürünler katılarak hem duyuşal özelliklerinin geliştirilmesi hem de besleyicilik değerinin zenginleştirilmesi amaçlanmıştır. **Tamer (2004)** tarafından yapılan bir çalışmada boza elma, kayısı, ahududu ve meyve kokteyli katılarak üretilmiş ve duyuşal özellikler panelistler tarafından oldukça beğenilmiştir. Ayrıca çalışmada meyve kokteyli katılarak üretilen bozanın % kuru madde oranı ve pH değeri diğer tüm bozalardan yüksek bulunurken, en düşük pH değeri kayısılu bozaya ait olmuştur. Ayrıca örnekler arasında en düşük viskozite değeri ahududulu bozaya ait iken, en yüksek viskozite değeri meyve kokteyli katılarak elde edilen bozaya ait olmuştur.

**Balkan (2011)** tarafından yapılan bir başka çalışmada %3, %6 ve %9 oranında keçiyoynuzu unu ilavesi ile üretilen bozaların fizikokimyasal özellikleri bildirilmiştir. Artan keçiyoynuzu unu miktarı ile birlikte laktik asit fermantasyonu da hızlanmış ve dolayısıyla asitlik ve alkol miktarında da artış tespit edilmiştir. %9 oranında keçiyoynuzu unu ilavesiyle üretilen boza örneklerinin 3 gün sonunda %0.822 asitlik ve %2.995 oranında alkol oluşumu ile duyuşal değerlendirmede başarılı olamamıştır.

**Çakır (2011)** tarafından tarçın, adaçayı, limon ve karanfil ilave edilerek üretilen bozalarda fizikokimyasal, mikrobiyolojik ve duyuşal özellikler incelenmiştir. Yapılan fizikokimyasal analiz sonuçlarına göre; en düşük pH limonlu bozada (2.81), en yüksek pH adaçaylı bozada (4.02) belirlenirken, en düşük asitlik oranı sade bozada 1. günde (%0.4), en yüksek asitlik oranı limonlu bozada 5. gününde (%0.73) belirlenmiştir. Alkol oranları açısından en yüksek değer limonlu bozaya ait iken (%2.1), sade ve karanfilli bozada toplam mezofilik aerobik bakteri sayısı en yüksek değerde gözlenmiştir.

**Pala (2012)** tarafından yapılan bir başka araştırmada; boza örneği hava sirkülasyonunda ve vakum altında kurutularak öğütülmüş ve boza tozu elde edilmiştir. Farklı oranda hamura katılan boza

tozunun hamurun fiziksel, mikrobiyolojik ve reolojik özellikleri ve ekmek kalite kriterleri üzerine etkisinin tespit edildiği bu çalışmada, %2 boza tozu kullanılmasının ekmek hacminde pozitif yönlü etki yarattığı ancak %8 boza tozu ikamesinin ise hamur ve ekmek özelliklerinde tüketici beğenisini karşılamadığı vurgulanmıştır.

Günümüzde özellikle soğuk kış mevsiminde popülaritesini korumaya çalışan boza, artık metal güğümler içinde sokak esnafı tarafından satılmak yerine, ticari kapasitesi yüksek modern işletmelerde üretilmekte, depolama ve taşımaya uygun ambalajlarla, frigorifik araçlarla taşımacılığı yapılarak market raflarında taze, temiz ve güvenli bir şekilde satışa sunulmaktadır. Ancak endüstriyel olarak üretilen bozaların yapımında her işletmenin kendi üretim prosesine ve üretim yaptığı yöreye uygun hammadde kullanması (buğday, arpa, darı, mısır vb.), starter bir kültür kullanmak yerine ticari bozanın kültür olarak kullanılması ve üretim şartlarının kontrollü olmaması (Arslan, 2011) gibi sebeplerden dolayı ticari boza üretiminde bir standardizasyondan bahsedilmesi oldukça zordur. Dolayısıyla bozaların besinsel bileşimleri ve kalite özellikleri de birbirlerinden farklılık göstermektedir.

Bu çalışmanın başlıca amacı gıda sektöründe ticari olarak satışa sunulmuş ve özellikle farklı hammaddelerden ve/veya karışımlarından endüstriyel olarak üretilmiş olan bozaların (buğday, mısır, darı, buğday+mısır, buğday+darı, mısır+darı, buğday+mısır+darı, çimlendirilmiş karışık tahıllar) toplam fenolik içeriklerinin ve antioksidan aktivitelerinin belirlenmesidir. Çalışmada ayrıca boza üretiminde farklı hammadde kullanılmasının bozanın besin element içeriği üzerine etkisi de araştırılmıştır. Bu araştırma akademik anlamdaki boza çalışmaları içinde bir ilk olmasının yanı sıra, geleneksel gıdalarımızda kaliteyi korumak ve standartlaştırmak için de ön adım olacaktır.

## 2. Materyal ve Yöntem

### 2.1. Materyal

Endüstriyel olarak 8 farklı firma tarafından farklı hammaddeler kullanılarak üretilmiş bozalar (buğday bozası, mısır bozası, darı bozası, buğday+mısır bozası, buğday+darı bozası, mısır+darı bozası, buğday+mısır+darı bozası, çimlendirilmiş tahıl karışımı bozası) soğuk koşullar altında laboratuvara ulaştırılıp, analiz edilinceye kadar +4°C' de muhafaza edilmiştir. Bozaların son tüketim tarihine kadar belirlenen analizler gerçekleştirilmiştir. Bozalara verilen kodlar Çizelge 1'de gösterilmektedir.

### 2.2. Toplam fenolik madde ve antioksidan aktivite tayini için ekstraktların hazırlanması

2.5 g boza örnekleri 10 mL metanol ile 250 rpm'de 2 saat boyunca karıştırılmıştır. Bu karışım 20 dk. boyunca 8000 rpm'de santrifüjlendikten sonra, kalan pellet üzerine tekrar 10 mL metanol ilave edilmiştir. Elde edilecek olan hacim 25 mL oluncaya kadar aynı işlem basamaklarına devam edilmiştir. Süzülen süpernatanta uygun koşullar altında azot gazı ile muamele edilmiş ve -25 °C'de depolanmıştır.

### 2.3. Toplam fenolik madde tayini

Elde edilmiş olan 150 µL boza ekstraktı ile 3 mL Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (%2) 2 dk. boyunca reaksiyona tabii tutulmuş, daha sonra saf su ve 150 µL seyreltilmiş Folin-Ciocalteu's ayırıcından tüplere eklenmiştir. Elde edilen karışım karanlık bir ortamda bekletilerek 45 dakikanın sonunda spektrofotometrede 765 nm'de (UV Mini-1240, Shimadzu, Japan) okuma yapılmıştır. Gallik asit kurvesinden yararlanılarak sonuçlar belirlenmiştir (Bae & Suh, 2007).

### 2.4. Antioksidan aktivitenin belirlenmesi

#### 2.4.1. DPPH radikali temizleme özelliği

Elde edilmiş olan 100 µL boza ekstraktı üzerine 2.4 mL DPPH çözeltisi (25 mg DPPH/L metanol) ilave edilerek 30 dk. boyunca oda sıcaklığında ve karanlık bir ortamda reaksiyona girmesi sağlanmıştır (Brand-Williams ve ark., 1995). Süre sonunda elde edilen karışımın absorbansı spektrofotometrede (UV Mini-1240, Shimadzu, Japan) 520 nm' de okunmuştur. Örneklerin antioksidan aktivite değerleri % inhibisyon olarak aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmıştır (Dudonne ve ark., 2009).

$$\%İnhibisyon = (\text{Abs kontrol} - \text{Abs örnek}) / \text{Abs kontrol} \times 100 \quad (1)$$

## 2.4.2. Troloks eşdeğeri antioksidan kapasitesinin (TEAK) belirlenmesi

Elde edilmiş olan boza ekstraktından 30 µL deney tüpüne alınarak üzerine %80'lik etanolle seyreltilmiş ABTS•+ radikal çözeltisinden 2970 µL ilave edilmiştir. Kırca & Özkan (2007)'in uyguladığı yönteme göre yapılmıştır. Bu yöntemde öncelikle 2.45 mM potasyum persülfat içeren 7 mM ABTS•+ radikal çözeltisi. Elde edilen bu karışım hızlıca karıştırılarak reaksiyon başlatılmış ve 6 dk. sonunda spektrofotometrede (UV Mini-1240, Shimadzu, Japan) 734 nm'de okuma yapılmıştır. Sonuçların hesaplanmasında hazırlanan Troloks standart kurvesinden yararlanılarak sonuçlar mmol Troloks eş./g KM olarak ifade edilmiştir.

Çizelge 1. Endüstriyel olarak üretilmiş boza örneklerine verilen kodlar

Kodlar	Boza Örnekleri
I	Buğday Bozası
II	Mısır Bozası
III	Darı Bozası
IV	Buğday+Mısır Bozası
V	Buğday+Darı Bozası
VI	Mısır+Darı Bozası
VII	Buğday+Mısır+Darı Bozası
VIII	Çimlendirilmiş Tahıl Karışımı Bozası

## 2.5. Besin element içeriği

Boza örneklerinin makro ve mikro besin element içeriği analizinde kuru yakma yöntemi kullanılmıştır (Anonim, 1995). Etüvde sabit tartıma getirilmiş olan porselen krozelere tartılan örnekler kül fırınında kademeli olarak 500-550 °C'ye kadar yakılarak, kül haline getirilmiştir. Elde edilen küller 1 N nitrik asit çözeltisi ile 100 ml'lik plastik aktarılarak, seyreltmeler yapılmıştır. Örneklerin Na, P, Mg, Ca, K, Fe, Mn ve Zn konsantrasyonları ICP-OES cihazı (Thermo Scientific ICAP 6300 DUO, England) kullanılarak tespit edilmiştir.

## 2.6. İstatistiksel analizler

IBM SPSS Statistic 20 paket programı (SPSS, 2013) kullanılarak yapılan istatistiksel analizde, çalışmada elde edilen analiz sonuçları arasındaki farklılıklar %95 önem seviyesine göre Duncan çoklu karşılaştırma testine tabi tutulmuştur.

## 3. Bulgular ve Tartışma

### 3.1. Toplam fenolik madde ve antioksidan aktiviteye ait değerler

Farklı tahıllardan ve tahıl karışımlarından endüstriyel olarak üretilmiş ticari bozaların toplam fenolik madde (TFM) değerleri ile birlikte DPPH ve ABTS yöntemi ile yapılan antioksidan aktivite tayinine ait değerler Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre Çizelge 2'de verilmiştir.

Çizelge 2. Farklı tahıl çeşitlerinden endüstriyel olarak üretilmiş bozaların TFM (mg/kg), DPPH (%) ve TEAK ( $\mu\text{mol}$  troloks / g) değerleri

	TFM (mg/kg)	DPPH (%inhibisyon)	ABTS ( $\mu\text{mol}$ troloks / g)
I	252.25±0.67A	25.00±1.41D	1208.03±1.36A
II	337.46±0.05B	23.45±0.63C	2482.26±0.38D
III	270.84±0.01A	14.75±0.34A	1295.30±0.63A
IV	438.25±1.06D	19.76±0.33B	1884.12±0.97C
V	327.91±1.01B	23.48±0.68C	1899.34±1.4C
VI	352.29±17.38B	20.85±0.2B	2457.50±1.6D
VII	378.58±0.82C	20.85±0.2B	1459.15±1.19B
VIII	506.25±0.83E	27.78±0.31E	2763.83±1.64E

<sup>A,B,C,D,E</sup> Gruplar arasındaki farkı ( $P<0.05$ ) gösterir.

I: Buğday bozası II: Mısır bozası III: Darı bozası IV: Buğday+Mısır bozası V: Buğday+Darı bozası VI: Mısır+Darı bozası VII: Buğday+Mısır+Darı bozası VIII: Çimlendirilmiş tahıl karışımı bozası

Özellikle en yüksek TFM değeri (506.25 mg/kg) ve antioksidan kapasite değerleri (%27.78-2763.83  $\mu\text{mol}$  troloks / g) VIII. bozaya ait olmuştur. I. ve III. örneklerde en düşük TFM değerleri (252.25, 270.84 mg/kg) tespit edilmiş ve aynı grupta yer almışlardır.

DPPH ve ABTS değerleri arasında görülen farklılıklar bu yöntemlerin farklı mekanizmalara dayanmasından kaynaklanmakta olup, DPPH stabil radikal türlerin antioksidan tarafından yok edilmesini ölçerken, ABTS antioksidanların reaksiyon ortamında oluşan radikalleri yok etme gücünü belirlemektedir (Açıkgozöglü, 2008). Örneğin sadece buğday kırmaması ile üretilen I. örnek %25 inhibisyon değeri ile oldukça yüksek DPPH değerine sahip iken, 1208.03  $\mu\text{mol}$  troloks / g değeri ile en düşük ABTS değerine sahip olmuştur.

Tüm örnekler içerisinde en yüksek TFM ve antioksidan aktivite değerinin VIII. bozaya ait olmasının nedeni, diğer boza örneklerinden farklı olarak kullanılan tahıl kırmalarının boza üretiminden önce çimlendirme prosesine tabii tutulmasıdır. Çimlendirme işlemi ile birlikte tahıl kırmamasındaki ve dolayısıyla bozadaki biyoaktif bileşenlerde artış olduğunu söylemek mümkündür. Tahıllarda çimlenme prosesi esnasında fenolik bileşiklerin biyosentezini arttırmada aktif olarak rol aldığı düşünülen fenilalanin amonyak liyaz (PAL) enzimi artışa geçmektedir. Ayrıca tanede çimlenme süresi boyunca tohumun hücre duvarını yıkıma uğratarak bağlı formda bulunan fenolik bileşiklerin serbest forma geçmesini ve salınmasını sağlayan farklı hücre duvarını indirgeyen enzimler ile birlikte amilolitik ve proteolitik enzimler de üretilmektedir (Domínguez-Arispuero ve ark., 2017). Nitekim literatürde bildirilen çalışmalarda da artan çimlenme süresi ile beraber tahıllardaki toplam fenolik madde miktarının da arttığı rapor edilmektedir (Kılınçer & Demir, 2019). Örneğin, arpanın çimlendirilmesi ile ilgili yapılan bir çalışmada, artan çimlenme süresi ile birlikte antioksidan aktivitenin de arttığı ve bu artışın çimlenme işlemi esnasında hücre duvarı bileşenleriyle beraber fenolik bileşiklerin de salınmasına bağlı olduğunu ifade etmişlerdir (Rico ve ark., 2020). Oda sıcaklığında 96 saat boyunca çimlendirme işlemine tabii tutulan buğday ile ilgili yapılan bir çalışmada, buğdayın çimlendirme süresinin arttıkça antioksidan aktivitesinin de arttığı ve 96 saatin sonunda serbest ve bağlı ORAC değerlerinin sırasıyla, 4.11 ve 1.81 kat arttığı bildirilmiştir (Kim ve ark., 2018).

Literatürde bozanın TFM ve antioksidan aktivitesi üzerine yapılan çalışmalar oldukça kısıtlıdır. Berktaş (2011) tarafından yapılan bir çalışmada bozanın TFM değerlerinin üretimde kullanılan hammaddeye göre 123.9-202.7 mg FAE/100 g arasında değiştiği tespit edilmiştir. Çalışmada en yüksek antioksidan aktivite değeri, 1097.3  $\mu\text{mol}$  TE/100 g ile bulgur+mısır unu karışımından elde edilen bozada bulunurken, en düşük antioksidan aktivite 900  $\mu\text{mol}$  TE/100 g değeri ile darı bozasına ait olmuştur.

Marjanovic ve ark. (2015) tarafından Bosna Hersek'te üretilen ticari boza örneğinin TFM değeri 273.15 mg TAE/L olarak saptanmıştır. Ayrıca DPPH ve FRAP yöntemleri ile elde edilen antioksidan aktivite değerlerinin TFM ile uyum içinde olduğu bildirilmiştir.

Özpinar (2012) tarafından kefir ve boza örneklerinin antioksidan aktiviteleri DPPH• radikali, ABTS•+ radikali, süperoksit radikali, DMPD•+radikali ve NO radikali süpürme aktiviteleri gibi yöntemlerle tespit edilmiştir. Araştırmada bozanın indirgeme gücü kapasitesinin kefirde çok daha

yüksek olduğu, 20 µg/mL konsantrasyondaki indirgeme gücü kapasitesinin (0.27) standart antioksidan olarak baz alınan BHT'den (0.22) yüksek, 100 µg/mL konsantrasyonda (0.44) ise Troloksa (0.44) eşdeğer olduğu bildirilmiştir. Ayrıca bozanın DPPH radikali süpürme etkisi %10.95, ABTS radikali süpürme aktivitesi ise %2.42 olarak tespit edilmiştir.

Tahıl tanelerinde, fenolik maddeler genellikle çözünür konjuge veya çözünmez bağlı formda bulunmaktadır (Randhir ve ark., 2008). Tahıl tanelerinin fenolik içeriği tanenin tipine ve morfolojik fraksiyonuna bağlı olarak farklılık gösterebilmektedir. Dolayısıyla çalışmada incelenen boza örneklerinin farklı hammaddelerden üretilmesinin yanı sıra, kullanılan tahılın cinsine göre öğütme, un haline getirme, kepekten ayırma, kavuzdan ayırma vb. ön işlemlerden geçmesi de örneklerin TFM ve antioksidan aktivitelerin de farklılığa sebep olabilmektedir. Ayrıca literatürde yapılan araştırmalarda ısıl işlemin gıda içeriğindeki TFM ve antioksidan aktivite değerlerini değiştirebileceği üzerinde durulmaktadır (Meral, 2016). Bozanın üretim aşamalarından biri de ürüne katılan tüm hammaddelerin uzun süre kaynatılması aşamasıdır. Ticari olarak temin edilen boza örneklerinde kullanılan hammadde farklılığıyla beraber, standart bir kaynatma süresinin ve sıcaklığının da olmaması ürünlerin antioksidan kapasitelerindeki farklılığa sebep olan bir başka nedendir.

Zielinski ve ark. (2001) tarafından yapılan araştırmada buğday, arpa, çavdar ve yulafta serbest ve bağlı formda bulunan fenolik asitler üzerine pişirme işleminin etkisi incelenmiş ve artan ısıl işlem ile birlikte fenolik bileşenlerin buğday tanelerinde azaldığı, arpa tanelerinde ise arttığı tespit edilmiştir. Gelinas & McKinnon (2006) tarafından tam buğday unu kullanılarak üretilen ekmeklerin fenolik madde içerikleri incelenmiş ve elde edilen ekmeklerin tam buğday ununa kıyasla daha yüksek toplam fenolik madde oranına sahip olduğu tespit edilmiştir.

Mısır, buğday, yulaf ve pirincin antioksidan aktivite değerleri üzerine yapılan bir çalışmada, mısır tanelerinin en yüksek antioksidan kapasiteye sahip olduğu belirlenmiştir (Li ve ark., 2007). Fenolik madde içeriğinin yüksek olduğu tahıllarda antioksidan aktivitenin de doğru orantılı olarak yüksek olması beklenir. Çalışmada elde edilen değerler incelendiğinde, mısır ve mısır bileşimli bozaların buğday bozalarına göre daha yüksek değerlere sahip olduğu görülmektedir.

Literatürde depolamanın tahıl tanelerindeki toplam fenolik içerik konsantrasyonunu etkilediği bildirilmiştir. Örneğin, altı ay boyunca depolanan buğday tanelerinin toplam fenolik içeriğinde yaklaşık %66 azalma olduğu, bununla birlikte hem taze hem de depolanmış numunelerde aynı fenolik asit profili (serbest, konjuge ve bağlı) bulunduğu tespit edilmiştir (Sosulski ve ark., 1982). Bir diğer çalışmada kahverengi ve öğütülmüş pirinçteki toplam ve bağlı fenolik asit içeriği 37°C'de saklandığında 4°C'ye kıyasla daha fazla düştüğü bulunmuş (Zhou ve ark., 2004), çavdar, tritikale, arpa ve yulaftaki serbest, esterleşmiş ve glikozillenmiş fenolik asitlerin, kuru koşullarda altı aylık depolama sırasında azaldığı tespit edilmiştir (Weidner ve ark., 1996).

Boza üretimi yapan firmalar genellikle kışın üretim yapar ve bunun için depolanmış tahıl kullanma ihtimalleri de artar. Yapılan çalışmalarda ise depolamanın toplam fenolik içeriğinde azalmaya neden olduğu ve bu sebepten toplam antioksidan değerlerinde de düşme gözlemlenebileceği düşünülmektedir. Boza örnekleri benzer bileşimli hammaddelerden elde edilse bile firmaların hammadde depolama standartları farklılık gösterebileceğinden örnekler arasında istatistiksel fark gözlemlenebilir.

Etiyopya geleneksel alkollü içeceklerin araştırıldığı bir çalışmada toplam fenolik, flavonoid, tanin ve toplam antioksidan değerleri belirlenmiş, araştırmada antioksidan değerleri belirlenirken DPPH testi kullanılmıştır. Bu çalışmada çimlendirilmiş buğday ve kavrulmuş tahıl maltlarından elde edilen Enkuro, Borde ve Keribo içeceklerinin antioksidan değerleri en yüksek 14.9 µg mL GAE, en düşük 8.56 µg mL GAE olduğu belirlenmiştir (Debebe ve ark., 2016). Boza ile ilgili yapılan çalışmayla karşılaştırıldığında elde edilen değerler yapılan çalışmadan daha yüksek çıkmıştır.

Hindistan'ın Assam bölgesindeki geleneksel pirinç bazlı alkollü içeceklerin antioksidan özellikleri ve toplam fenolik içeriklerinin bildirildiği bir çalışmada analiz edilen pirinç bazlı alkollü içeceklerin DPPH serbest radikalının inhibisyon yüzdesi %10.25 ila %46.47 arasında değiştiği gözlemlenmiştir (Handique ve ark., 2020). Yapımı bozaya benzeyen bu geleneksel içeceğin antioksidan aktivite değerleri bozaya yakındır.

### 3.2. Besin element içeriğine ait değerler

Farklı tahıllardan ve tahıl karışımlarından endüstriyel olarak üretilmiş ticari bozaların makro element içeriği (mg/kg) Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre Çizelge 3'te; mikro element içeriği ise (mg/kg) Çizelge 4'te sunulmuştur.

Boza örnekleri arasında en yüksek makro besin element içeriği oranları sodyum (Na) ve fosfor (P)'a ait olmuştur. Boza üretiminde farklı hammadde kullanımının bu oranlar üzerine etkisi az da olsa istatistiksel olarak etkili bulunmuş ( $p<0.05$ ), en yüksek Na değeri IV. bozaya ait iken, en yüksek P değeri VI. bozada tespit edilmiştir. IV. ve VI. boza örneklerinin her ikisinin de bileşiminde mısır bulunmakta olup, literatürde yapılan çalışmalar mısırın Na ve P içeriğinin diğer tahıllara göre daha yüksek olduğunu bildirmektedir (Ullah ve ark., 2010). Sadece mısırdan üretilen II. bozanın Na ve P değerleri de diğer boza örneklerine kıyasla yüksek olduğu Çizelge 3'te görülmektedir. Ticari olarak temin edilen örneklerde tahılların kullanım oranları % olarak bildirilmediğinden IV. ve VI. boza örneklerinde mısırın, buğday ve darıdan daha yüksek oranda kullanıldığı varsayılmaktadır. Zorba ve ark. (2003) tarafından yapılan bir çalışmada 2:1:1 oranlarında mısır, buğday ve pirinç kullanılarak üretilen bozanın Na (105.4 ppm) ve P (258.3 ppm) oranları çalışmada tespit edilen diğer mineral madde oranlarına kıyasla en yüksek bulunan değerler olmuştur. Çelik ve ark. (2016) tarafından yapılan bir başka çalışmada ise buğday, pirinç ve leblebi unu ile üretilen bozanın P değeri 107.20 mg/kg iken, karışıma mısır unu eklenmesi ile bu değer 169.30 mg/kg'a kadar yükselmiştir. Borcaklı ve ark. (2018) tarafından eşit oranlarda buğday ve mısır unu kullanılarak üretilen boza örneklerinin Na değeri 454 mg/kg ve P değeri 1278 mg/kg değeri ile oldukça yüksek bulunduğu bildirilmiştir.

Kalsiyum (Ca) oranı açısından değerlendirilen örnekler arasındaki fark önemli olup ( $p<0.05$ ), en yüksek değer 220.22 mg/kg değeri ile VIII. bozaya ait iken, en düşük Ca değeri 150.42 mg/kg değeri ile I. bozada tespit edilmiştir. VIII. boza örneğinde tahılların boza yapımında kullanılmadan önce çimlendirilmesi ile fitat konsantrasyonunun azalarak, minerallerin biyoyararlılığının arttığı öngörülmektedir. Nitekim literatürde bazı tahıl ve baklagillerin mineral madde içeriğindeki değişimler çimlendirme öncesinde ve sonrasında incelenmiş ve tanelerin hepsinin ortalama mineral madde içeriklerinin %2.19'dan %2.26'ya çıktığı belirtilmiştir (Kılınçer & Demir, 2019). Dolayısıyla VIII. örneğin Ca miktarı diğer örneklere göre biraz daha yüksek olabilir. VIII. örnek için diğer mineral madde değerleri de incelendiğinde, oranlarının yüksek olduğu görülmektedir.

Potasyum (K) ve Magnezyum (Mg) değerleri arasında da istatistiksel olarak görülen anlamlı fark ( $p<0.05$ ), boza üretiminde farklı hammadde kullanımının ürünün mineral madde kompozisyonunu önemli oranda etkilediğini kanıtlamaktadır. I. ve IV. örnekler en düşük, III. örnek en yüksek K değerine sahip olurken, VII. örnek en düşük, III. ve IV. örnek ise en yüksek Mg değerine sahip olmuştur.

Çizelge 3. Farklı tahıl çeşitlerinin den endüstriyel olarak üretilmiş bozaların makro element içeriği (mg/kg)

	Ca	K	Mg	Na	P
I	150.42±0.6A	115.25±0.35A	150.25±0.35BC	202.50±3.54A	205.00±7.07A
II	188.50±2.12B	180.25±0.35CD	160.25±0.35CD	250.00±0AB	235.00±7.07AB
III	191.25±0.35CD	200.00±0E	165.00±0D	275.00±0AB	242.50±3.54AB
IV	192.50±0.71D	112.60±0.36A	172.75±13.79D	305.50±7.78B	305.75±9.12BC
V	189.00±1.41BC	195.00±7.07CDE	160.25±0.35CD	197.50±3.54A	215.25±8.42A
VI	191.50±0.71D	199.00±14.14DE	161.75±5.3CD	267.50±88.39AB	339.42±62.1C
VII	214.30±0.42E	177.50±16.26C	110.91±3.66A	185.61±18.93A	203.80±62.56A
VIII	220.22±0.31F	144.25±0.35B	138.37±0.52B	258.00±62.23AB	314.12±9.46BC

<sup>A,B,C,D,E</sup> Gruplar arasındaki farkı ( $P<0.05$ ) gösterir.

I: Buğday bozası II: Mısır bozası III: Darı bozası IV: Buğday+Mısır bozası V: Buğday+Darı bozası VI: Mısır+Darı bozası VII: Buğday+Mısır+Darı bozası VIII: Çimlendirilmiş tahıl karışımı bozası

Boza örneklerinde Fe, Mn ve Zn değerleri diğer mineral maddelere göre daha düşük oranda tespit edilmiştir (Çizelge 4). Tahıllarda demir ve çinko gibi minerallerin düşük oranda bulunduğu bilgisi (Barut ve ark., 2017) bu sonucu doğrular niteliktedir. Fe değerleri arasında az da olsa istatistiksel olarak anlamlı bir fark görülürken, özellikle Mn ve Zn örneklerinde bu fark görülmemektedir ( $p>0.05$ ).

Bozanın mineral içeriği doğrudan tahıl kaynağından geldiği için fermantasyon süreçlerinin bozanın mineral madde içeriği üzerine etkili olmadığı bildirilmiştir (Borcaklı ve ark., 2018). Ancak bozadaki mineral varlığı, mikrofloranın büyümesinde ve metabolik aktivitesinde kilit rol oynadığı ve ayrıca enzimatik aktivitenin optimizasyonu ve kontrolünde de yer aldığı düşünülmektedir.

Çizelge 4. Farklı tahıl çeşitlerinden endüstriyel olarak üretilmiş bozaların mikro element içeriği (mg/kg)

	Fe	Mn	Zn
I	4.75±0.35CD	0.50±0A	2.75±0.35A
II	5.25±0.35D	0.63±0.04A	3.75±0.35AB
III	3.25±0.35AB	0.70±0.01A	4.25±0.35AB
IV	3.35±0.49AB	0.96±0.57A	3.83±0.44AB
V	2.50±0.71A	0.71±0.08A	3.77±0.32AB
VI	2.66±0.04AB	0.62±0.04A	3.58±1.02AB
VII	3.50±0.71AB	1.21±0.02A	3.37±1.15A
VIII	3.70±0.42BC	2.96±0.65B	5.02±0.39B

<sup>A,B,C,D,E</sup> Gruplar arasındaki farkı ( $P<0.05$ ) gösterir.

I: Buğday bozası II: Mısır bozası III: Darı bozası IV: Buğday+Mısır bozası V: Buğday+Darı bozası VI: Mısır+Darı bozası VII: Buğday+Mısır+Darı bozası VIII: Çimlendirilmiş tahıl karışımı bozası

#### 4. Sonuç

Geleneksel fermente içeceğimiz olan bozanın üretiminde herhangi bir standart yöntem geliştirilmemiş olması, özellikle endüstriyel olarak üretim yapan firmaların hammadde seçiminde buldukları bölgesel şartları göz önüne alarak farklı tahıl çeşitleri kullanması bozanın standart bir kaliteyi yakalamasını engellemektedir. Bu çalışma, bozada hammadde olarak kullanılan tahılların fenolik bileşenler açısından zengin olması sayesinde bozanın antioksidan aktivitesinin yüksek olduğunu ortaya koymaktadır. Üstelik çimlendirilmiş tahılların boza üretiminde kullanılması ile birlikte antioksidan aktivitenin daha da arttığı ispatlanmıştır. Çalışmada aynı zamanda boza üretiminde farklı hammadde kullanılmasının bozanın besin element içeriği üzerine etkisi de yüksek bulunmuş, özellikle mısır kullanılarak üretilen bozaların diğer bozalara kıyasla daha yüksek makro element içeriğine sahip olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışma literatürde boza ile ilgili yapılan çalışmalara nazaran ürünü laboratuvar ortamında üretmek yerine ticari boyutta ele aldığından geleneksel gıdalarımızda kaliteyi korumak ve standartlaştırmak adına ön adım niteliğindedir.

#### Teşekkür

Bu çalışmada FYL-2022-9895 Nolu tez projesi kapsamında maddi destek veren Van YYÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne teşekkür ederiz.

#### Kaynakça

- Açıkgözoğlu, A. B. (2008). *Antioksidanca zengin nar ve vişne konsantreleri kullanılarak hazırlanan meyveli yoğurtların bazı özelliklerinin belirlenmesi*. (Yüksek lisans tezi), Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, Türkiye.
- Aka, S., Konan, G., Fokou, G., Dje, K. M., & Bonfoh, B. (2014). Review on African traditional cereal beverages. *American Journal of Research Communication*, 2(5), 103-153.



- Akkoç, N., Ghamat, A., & Akçelik, M. (2011). Optimisation of bacteriocin production of *Lactococcus lactis* subsp. *lactis* MA23, a strain isolated from Boza. *International Journal of Dairy Technology*, 64, 425-432. doi:10.1111/j.1471-0307.2011.00671.x
- Akpınar-Bayızıt, A., Ersan-Yılmaz, L., & Özcan, T. (2010). Determination of boza's organic acid composition as it is affected by raw material and fermentation. *International Journal of Food Properties*, 3, 648-656. doi:10.1080/10942911003604194
- Altay, F., Karbancıoğlu-Güler, F., Daskaya-Dikmen, C., & Heperkan, D. (2013). A review on traditional Turkish fermented non-alcoholic beverages: microbiota, fermentation process and quality characteristics. *International Journal of Food Microbiology*, 167, 44-56. doi:10.1016/j.ijfoodmicro.2013.06.016
- Anonim. (1995). TS 3606 "Gıdalarda Metal İyonlarının Tayini". Türk Standartları Enstitüsü Bakanlıklar, Ankara.
- Arslan, S. (2011). *Probiyotik boza üretimi ve bazı özelliklerinin belirlenmesi*. (Yüksek lisans tezi), Akdeniz Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Antalya, Türkiye.
- Asghar, F., Ali, S., Goraya, A., Javaid, I., & Hussain, Z. (2017). A review on the role of fermented foods as health promoters. *International Journal of Scientific Research in Science and Technology*, 3, 141-148.
- Bae, S. H., & Suh, H. J. (2007). Antioxidant activities of five different mulberry cultivars in Korea. *LWT-Food Science and Technology*, 40, 955-962. doi:10.1016/j.lwt.2006.06.007
- Balkan, D. N. (2011). *Keçiboynuzlu bozanın bazı kalitatif özelliklerinin incelenmesi*. (Yüksek lisans tezi), Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Afyonkarahisar, Türkiye.
- Barut, H., Aykanat, S., & Selim, E. (2017). Azot ve kükürt beslenmesinin buğday tanesine çinko ve demir taşınmasındaki rolü. *Türkiye Tarımsal Araştırmalar Dergisi*, 4, 96-102. doi:10.19159/tutad.300725
- Berktaş, İ. (2011). *Bozanın farklı hammaddeler kullanılarak üretilmesinin fenolik içeriğine ve kalitesine etkisi*. (Yüksek lisans tezi), İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.
- Borcaklı, M., Öztürk, T., & Yeşilada, E. (2018). Cereal source and microbial consortia of the starter culture influence the chemical composition and physicochemical characteristics of boza. *Turkish Journal Of Agriculture and Forestry*, 42, 412-422. doi:10.3906/tar-1802-3
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., & Berset, C. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food Science and Technology*, 28, 25-30. doi:10.1016/S0023-6438(95)80008-5
- Ciesarová, Z., Mikušová, L., Magala, M., Kohajdová, Z., & Karovičová, J. (2017). Nonwheat cereal-fermented-derived products. In *Fermented Foods in Health and Disease Prevention*, 417-432. doi:10.1016/B978-0-12-802309-9.00017-0
- Çakır, E. (2011). *Farklı baharat kullanımının depolama süresince bozanın fizikokimyasal mikrobiyolojik ve duyuşal özellikleri Üzerine Etkisi*, (Yüksek lisans tezi), Namık Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ, Türkiye.
- Çelik, İ., Isik, F., & Yılmaz, Y. (2016). Effect of roasted yellow chickpea (leblebi) flour addition on chemical, rheological and sensory properties of boza. *Journal of Food Processing and Preservation*, 40, 1400-1406. doi:10.1111/jfpp.12725
- Da Silva, F. F. P., Biscola, V., LeBlanc, J. G., & de Melo Franco, B. D. G. (2016). Effect of indigenous lactic acid bacteria isolated from goat milk and cheeses on folate and riboflavin content of fermented goat milk. *LWT-Food Science and Technology*, 71, 155-161. doi:10.1016/j.lwt.2016.03.033
- Debebe, A., Chandravanshi, B. S., & Abshiro, M. R. (2016). Total contents of phenolics, flavonoids, tannins and antioxidant capacity of selected traditional Ethiopian alcoholic beverages. *Bulletin of the Chemical Society of Ethiopia*, 30, 27-37. doi:10.4314/bcse.v30i1.3
- Dimidi, E., Cox, S. R., Rossi, M., & Whelan, K. (2019). Fermented foods: definitions and characteristics, impact on the gut microbiota and effects on gastrointestinal health and disease. *Nutrients*, 11, 1806. doi:10.3390/nu11081806
- Doğan, M., & Tekiner, G. H. (2020). Extracellular phytase activities of lactic acid bacteria in sourdough mix prepared from traditionally produced boza as starter culture. *Food and Health*, 6, 117-127. doi:10.3153/FH20013

- Domínguez-Arispuro, D. M., Cuevas-Rodríguez, E. O., Milán-Carrillo, J., León-López, L., Gutiérrez-Dorado, R., & Reyes-Moreno, C. (2017). Optimal germination condition impacts on the antioxidant activity and phenolic acids profile in pigmented desi chickpea (*Cicer arietinum* L.) seeds. *Journal of Food Science and Technology*, 2, 638-647. doi:10.1007/s13197-017-2973-1
- Dudonné, S., Vitrac, X., Coutiere, P., Woillez, M., & Mérillon, J. M. (2009). Comparative study of antioxidant properties and total phenolic content of 30 plant extracts of industrial interest using DPPH, ABTS, FRAP, SOD, and ORAC assays. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57, 1768-1774. doi:10.1021/jf803011r
- Düler, H. B. (2002). Kış gecelerinin hatırlı dostu boza. *Sky life Aylık THY Dergisi*. Şubat: 62-66.
- Gelinas, P., & McKinnon, C. M. (2006). Effects of wheat variety, farming site, and bread-baking on total phenolics. *International Journal of Food Science and Technology*, 41, 329-332. doi:10.1111/j.1365-2621.2005.01057.x
- Gotcheva, V., Pandiella, S. S., Angelov, A., Roshkova, Z. G., & Webb, C. (2000). Microflora identification of the Bulgarian cereal-based fermented beverage boza. *Process Biochemistry*, 36(1-2), 127-130. doi:10.1016/S0032-9592(00)00192-8
- Handique, P., Deka, A. K., & Deka, D. C. (2020). Antioxidant properties and phenolic contents of traditional rice-based alcoholic beverages of Assam, India. *National Academy Science Letters*, 43, 501-503. doi:10.1007/s40009-020-00903-5
- İğüs, E. (2016). Balkanlar'dan Anadolu'ya boza ve türleri ile Türkiye'deki Balkan kökenli bozacılar. *Karabük Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Dergisi*, 6, 101-111.
- Kabak, B., & Dobson, A. D. W. (2011). An introduction to the traditional fermented foods and beverages of Turkey. *Critical Review of Food Science Nutrition*, 51, 248-260. doi:10.1080/10408390903569640
- Karademir, E., Yalçın, S. K., & Yalçın, E. (2018). Effect of fermentation process on nutritional properties and bioactive compounds of cereal and legume-based foods. *Journal of Food*, 43, 63-173. doi:10.15237/gida.335154
- Kılınçer, F. N., & Demir, M. K. (2019). Çimlendirilmiş bazı tahıl ve baklagillerin fiziksel ve kimyasal özellikleri. *Gıda*, 44, 419-429. doi:10.15237/gida.GD19019
- Kırca, A., & Özkan, M. (2007). *Değişik Amaçlı Bazı Test ve Analiz Yöntemleri*. Gıda Teknolojisi Derneği Yayınları, 34.
- Kim, M. J., Kwak, H. S., & Kim, S. S. (2018). Effects of germination on protein,  $\gamma$ -aminobutyric acid, phenolic acids, and antioxidant capacity in wheat. *Molecules*, 9, 2244-2257. doi:10.3390/molecules23092244
- Karovičová, Z. K. J., & Kohajdova, J. (2007). Fermentation of cereals for specific purpose. *Journal of Food and Nutrition Research*, 46(2), 51-57.
- Kumari, A., Pandey, A., Raj, A., Gupta, A., Roy, A., Attri, B., ..., & Joshi, V. (2016). Cereal Based Indigenous Non-alcoholic Beverages. In V.K. Joshi (Ed.), *Indigenous Fermented Foods of South Asia* (pp. 353-429). CRC Press.
- Li, W., Wei, C., White, P. J., & Beta, T. (2007). High-Amylose corn exhibits better antioxidant activity than typical and waxy genotypes. *Journal of Agriculture of Food Chemistry*, 55, 291-298. doi:10.1021/jf0622432
- Marshall, E., & Mejia, D. (2011). Traditional Fermented food and Beverages for Improved Livelihoods. *FAO Diversification Booklet*, (21).
- Marjanović, A., Đedićbegović, J., Brčaninović, M., Omeragić, E., Čaklović, F., Dobrača, A., & Šober, M. (2015). Antioxidant potential of selected traditional plant-based beverages in Bosnia and Herzegovina. *Bulletin of the Chemists and Technologists of Bosnia and Herzegovina*, 45, 2013-2016.
- Masuda, M., Ide, M., Utsumi, H., Niuro, T., Shimamura, Y., & Murata, M. (2012). Production potency of folate, vitamin b12, and thiamine by lactic acid bacteria isolated from Japanese pickles. *Bioscience, Biotechnology and Biochemistry*, 76, 2061-2067. doi:10.1271/bbb.120414
- Meral, R. (2016). Isıl işlemin fenolik bileşenler üzerine etkisi. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 21, 55-67.
- Meriç, A. (2010). *Trakya bölgesinde üretilen bozaların bazı fizikokimyasal ve mikrobiyolojik özellikleri üzerine çalışma*. (Yüksek lisans tezi), Namık Kemal Üniversitesi, Tekirdağ, Türkiye.

- Mukhametzyanova, A. D., Akhmetova, A. I., & Sharipova, M. R. (2012). Microorganisms as phytase producers. *Microbiology*, 81, 267-275. doi:10.1134/S0026261712030095
- Önçel, S. (2015). Türk Mutfağı ve geleceğine ilişkin değerlendirmeler. *Journal of Tourism and Gastronomy Studies*, 3, 33-44.
- Özpinar, A. (2012). *Kefir ve bozanın in vitro antioksidan aktivitelerinin araştırılması*. (Yüksek lisans tezi), Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.
- Pala, A. (2012). *Farklı yöntemlerle kurutulmuş elde edilen boza tozunun hamur reolojik ve ekmek kalitesi üzerine etkisi*. (Yüksek lisans tezi), Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Denizli, Türkiye.
- Pallin, A., Agback, P., Jonsson, H., & Roos, S. (2016). Evaluation of growth, metabolism and production of potentially bioactive components during fermentation of barley with *Lactobacillus reuteri*. *Food Microbiology*, 57, 159-171. doi:10.1016/j.fm.2016.02.011
- Randhir, R., Kwon, Y., & Shetty, K. (2008). Effect of thermal processing on phenolics, antioxidant activity and health-relevant functionality of select grain sprouts and seedlings. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 9, 355-364. doi:10.1016/j.ifset.2007.10.004
- Rico, D., Peñas, E., García, M. D. C., Martínez-Villaluenga, C., Rai, D. K., Birsan, R. I., Frias, J., & Martín-Diana, A. B. (2020). Sprouted barley flour as a nutritious and functional ingredient. *Foods*, 9, 296. doi:10.3390/foods9030296
- Salovaara, H. (2004). Lactic acid bacteria in cereal-based products. *Lactic Acid Bacteria: Microbiology And Functional Aspects*, 3, 431-452.
- Saulnier, D. M., Kolida, S., & Gibson, G. R. (2009). Microbiology of the human intestinal tract and approaches for its dietary modulation. *Current Pharmaceutical Design*, 15, 1403-1414. doi:10.2174/138161209788168128
- Sosulski, F., Krzysztof, K., & Lawrence, H. (1982). Free, esterified, and insoluble-bound phenolic acids. 3. Composition of phenolic acids in cereal and potato flour. *Journal Agriculture of Food Chemistry*, 30, 337-340. doi:10.1021/jf00110a030
- SPSS. (2013). IBM SPSS Statistics 20.0 for Windows. Armonk, NY.
- Tamer, C. E. (2004). *Meyveli ve meyve aromalı boza üretiminin araştırılması*. (Doktora tezi), Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa, Türkiye.
- Todorov, S. D., & Dicks, L. M. T. (2006). Screening for bacteriocin-producing lactic acid bacteria from boza, a traditional cereal beverage from Bulgaria comparison of the bacteriocins. *Process Biochemistry*, 41, 11-19. doi:10.1016/j.procbio.2005.01.026
- TSE (2002). *Boza Standardı*. T.S. 9778. Türk Standartları Enstitüsü, Necatibey Cad.112, Ankara. 6 s.
- Ullah, I., Ali, M., & Farooqi, A. (2010). Chemical and nutritional properties of some maize (*Zea mays* L.) varieties grown in NWFP, Pakistan. *Pakistan Journal of Nutrition*, 9, 1113-1117.
- Weidner, S., Paprocka, J., & Łukaszewicz, D. (1996). Changes in free, esterified and glycosidic phenolic acids in cereal grains during the after-ripening. *Seed Science and Technology*, 24, 107-114.
- Yücel, U., & Köse, E. (2002). İzmir'de üretilen bozaların kimyasal bileşimi üzerine bir araştırma. *Gıda*, 27, 395-398.
- Zhou, Z., Robards, K., Helliwell, S., & Blanchard, C. (2004). The distribution of phenolic acids in rice, *Food Chemistry*, 87, 401-406. doi:10.1016/j.foodchem.2003.12.015
- Zielinski, H., Kozłowska, H., & Lewczuk, B. (2001). Bioactive compounds in the cereal grains before and after hydrothermal processing. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 2, 159-169. doi:10.1016/S1466-8564(01)00040-6
- Zorba, M., Hancioglu, Ö., Genc, M., Karapinar, M., & Ova, G. (2003). The use of starter cultures in the fermentation of boza, a traditional Turkish beverage. *Process Biochemistry*, 38, 1405-1411. doi:10.1016/S0032-9592(03)00033-5



## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

### Horoz Karası (*Vitis vinifera* L.) Çeşidi Kuru Üzüm ve Çekirdeğinin Bazı Kalite Özellikleri ve Antibakteriyel Aktivitesi

Gülcan KOYUNCU<sup>\*1</sup>, Filiz UÇAN TÜRKMEN<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Kilis 7 Aralık Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Gıda İşleme Bölümü, 79000, Kilis, Türkiye

<sup>2</sup>Kilis 7 Aralık Üniversitesi, Fen Fakültesi, Moleküler Biyoloji ve Genetik Bölümü, 79000, Kilis, Türkiye  
Gülcan KOYUNCU, ORCID No: 0000-0001-7406-5331, Filiz Uçan TÜRKMEN, ORCID No: 0000-0002-3653-9433

\*Sorumlu yazar eposta: gulcan.koyuncu@kilis.edu.tr

#### Makale Bilgileri

Geliş: 16.01.2024  
Kabul: 19.03.2024  
Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1420927

#### Anahtar Kelimeler

Antibakteriyel aktivite,  
Kalite,  
Kuru üzüm,  
Tanen,  
Üzüm çekirdeği

**Öz:** Kuru üzüm ve üzüm çekirdeği temel besin öğelerini ve sağlığı koruyucu biyoaktif bileşenleri içeren önemli ürünlerdir. Bu çalışmada, Kilis için önemli bir tarım ürünü olan kurutulmuş Horoz Karası üzüm ve çekirdeğinin fiziksel ve kimyasal özellikleri, tanen miktarları ve ayrıca su ile metanol ekstraktlarının antibakteriyel aktivitelerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Tane eni-boyu, 100 tane ağırlığı, suda çözünür kurumadde miktarı, rehidrasyon oranı, titrasyon asitliği, nem ve karbonhidrat özümürlerde daha yüksek tespit edilirken; renk değerleri ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ , Hue°,  $C^*$ ), su aktivitesi ( $aw$ ), yağ, kül ve protein içeriği ise üzüm çekirdeğinde daha fazla bulunmuştur. Üzüm %7.89 diyet lif içerirken, bu oran çekirdekte oldukça yüksek (%76.14) bulunmuştur. Çekirdekte bulunan tanen miktarı da (0.14 g/L) üzüme (0.05 g/L) kıyasla daha yüksek belirlenmiştir. Enerji miktarı kuru üzümde 328.50 kcal/100g iken çekirdekte 207.50 kcal/100g olarak tespit edilmiştir. Üzüm ve çekirdeğinin ekstraktları *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* ve *Pseudomonas aeruginosa* mikroorganizmalarına karşı antibakteriyel etki göstermemiştir.

### Some Quality Parameters and Antibacterial Activities of Horoz Karası (*Vitis vinifera* L.) Raisin and Grape Seed

#### Article Info

Received: 16.01.2024  
Accepted: 19.03.2024  
Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1420927

#### Keywords

Antibacterial activity,  
Grape seed,  
Quality,  
Raisin,  
Tannin

**Abstract:** Raisins and grape seeds are important products that contain essential nutrients and health-protective bioactive components. This study aimed to determine the physical and chemical properties, tannin amounts, and antibacterial activities of water and methanol extracts of dried Horoz Karası raisin and seed, which are an essential agriculture for Kilis. Grain width-length, 100-grain weight, water-soluble dry matter, rehydration rate, titration acidity, moisture and carbohydrate were determined higher in raisin; color values ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ , Hue°,  $C^*$ ), water activity ( $aw$ ), oil, ash and protein content were found to be higher in grape seed. While raisin contains 7.89% dietary fiber, this ratio was found to be relatively high (76.14%) in the seed. The amount of tannin in the seed (0.14 g/L) was higher than that of raisin (0.05 g/L). The amount of energy was found to be 328.50 kcal/100g in raisin and 207.50 kcal/100g in the seed. Extracts of raisin and seed did not show antibacterial activity against *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* and *Pseudomonas aeruginosa* microorganisms.

## 1. Giriş

Vitaceae familyasının, *Vitis* cinsine ait olan asma Anadolu kökenlidir ve her kıtada yetiştiriciliği yapılmaktadır. Üzüm (*Vitis vinifera* L.) çok fazla çeşidinin olması, geniş bir iklim yelpazesinde yetiştirilebilmesi ve değerlendirme yöntemlerinin çeşitli olması nedenleriyle dünyada en fazla üretilen meyveler arasındadır (Elagamey ve ark., 2013). Üzüm salkımının %3-5'lik kısmını sap ve çöp, %4-10'luk kısmını kabuk ve %3-4'lük kısmını çekirdek oluşturmaktadır. Üzümde bulunan çekirdek sayısı 3-4 adet arasında değişmektedir (Weinsetel, 2006). Türkiye ideal coğrafi konumu ve iklim koşulları nedeniyle bağcılığa en uygun iklim bölgesinde yer almaktadır (Sümbül ve ark., 2023). Türkiye'de bağcılığın ülke tarım alanları içerisindeki payı büyüktür ve ülkemiz önemli üzüm üretici ülkelerden birisidir. Üzüm ve ürünleri Türkiye ekonomisine önemli katkı sağlamaktadır (Akın & Altındışli, 2010). Dünyada üretilen yaş üzümün küçük bir kısmı (%7) kurutmalığa ayrılırken, ülkemizde üretilen yaş üzümün %56.1'i sofralık, %40.7'si kurutmalık ve %3.2'si şaraplık olarak işlenmektedir (OIV, 2019). Üzüm ayrıca sirke, pekmez, üzüm suyu gibi farklı ürünlere de işlenebilmektedir (Aras Aşçı & Gökürk Baydar, 2021). Ülkemizde 1000'den fazla üzüm çeşidi olmasına rağmen bunlardan yaklaşık 50 tanesinin ticari olarak yetiştiriciliği yapılmaktadır (Çakı, 2018). En fazla yetiştiriciliği yapılan kurutmalık çeşitler Kerküş, Horoz Karası, Besni, Dımışkı, Rumi ve Banazı Siyahı'dır. Ülkemizdeki çekirdekli kuru üzüm standardına (TSE 3410) göre çekirdekli kuru üzüm; '*Vitis vinifera* L. türüne ait kurutmaya uygun çekirdekli taze üzümlerin tekniğine uygun biçimde güneşte kurutulmasıyla elde edilen şekli' olarak ifade edilmiştir (TSE, 1979). Güneydoğu Anadolu Bölgesi çekirdekli kuru üzüm üretiminde ilk sırada yer almaktadır. Bu bölgede Gaziantep, Kilis ve Adıyaman'ın yanı sıra Mardin ve Diyarbakır illerinde de önemli ölçüde çekirdekli kuru üzüm üretimi yapılmaktadır. Kilis ekolojik koşullar göz önüne alındığında bağcılık için önemli bir potansiyele sahiptir. Kilis'te birçok üzüm türü yetişmekte olup il ile özdeşleşen üzüm türleri; kurutmalık Horoz Karası (Kilis Karası, Antep Karası) ve şaraplık Rumi çeşitleridir (İKA, 2019).

Üzüm ve üzüm ürünleri; enerji kaynağıdır, yüksek besleyici değere sahiptir, bağışıklık sistemini güçlendirir, kansızlık tedavisinde kullanılır, kalp-damar ve karaciğer hastalıklarının önlenmesinde etkilidir. İçeriğindeki resveratrol sayesinde kansere karşı koruyucudur ve virüslere karşı insanları dirençli hale getirir. Kabuk ve çekirdeği de içerdiği yüksek diyet lifi sayesinde sindirim sisteminin çalışmasını düzenler (Cabaroğlu & Yılmaztekin, 2006). Üzümün bileşimini su, şeker, organik asitler, fenolik bileşikler, vitaminler, mineraller, aroma maddeleri, pektik maddeler, azotlu bileşikler ve enzimler oluşturmaktadır (Jackson, 2000). Üzüm ve üzüm ürünleri sağladıkları ekonomik değerin yanı sıra içermiş oldukları besin elementleriyle de değerlidir. Kuru üzüm bileşiminde; prebiyotik liflerin yanı sıra demir, kalsiyum, potasyum ve magnezyum gibi mineralleri de içermektedir (Williamson & Carughi, 2010). Üzümün kimyasal bileşimi; çeşit, olgunluk durumu, yetiştirildiği yörenin toprak yapısı ve iklim koşullarına bağlı olarak değişiklik göstermektedir (Jackson, 2000).

Mevcut çalışmanın araştırma materyali olan Horoz Karası üzüm meyvesinin taneleri koyu renkli (mor-siyah) ve tanence zengindir. Taneleri iri, tane üzeri beyaz puslu, kalın kabuklu, sert ve telsel yapılı, dolgun, etli ve orta suludur. Üzümlerdeki çekirdek sayısı genellikle 2-3 adettir. Verimlilik, ortalama omca başına 15-40 kg arasında değişmektedir (İKA, 2019).

Horoz Karası çeşidi yaş üzümlerde yapılan çalışmalara rastlansa da, kuru üzüm ve çekirdeği hakkında bir araştırmaya rastlanamamıştır. Bu çalışma kapsamında Kilis ilinde yetiştirilen ve kurutulan Horoz Karası kuru üzüm çeşidinin üzüm ve çekirdeğinin kalite özellikleri (tane en-boy, 100 tane ağırlığı, renk, aw, rehidrasyon oranı, pH, titrasyon asitliği, briks, enerji değeri, karbonhidrat, yağ, protein, kül, diyet lif), tanen miktarları ve bazı mikroorganizmalar üzerine antibakteriyel etkisinin belirlenmesi amaçlanmıştır.

## 2. Materyal ve Yöntem

### 2.1. Materyal

Bu araştırmada Kilis'in Musabeyli ilçesinde bir üreticiden 2021 yılı hasat döneminde temin edilen Horoz Karası çeşidi üzüm ve çekirdeği kullanılmıştır. Kurutma için ülkemizde yaygın olarak tercih edilen potasa kullanılmıştır. Kurutma işleminde, üzüm salkımları %5 potasyum karbonat ve %1 natürel sızma zeytinyağı ile hazırlanan bandırma çözeltilerine 8-10 defa bandırılmış ve ardından 7 gün

boyunca güneş altındaki yer sergilerinde bekletilmiştir. Üzümler her gün kontrol edilmiş, salkımlar arasında yaş tanenin kalmadığı, salkım çöplerinin kahverengi renk aldığı ve baskı uygulandığında tanelerin elastik hal aldığı zaman kurutma işlemi sonlandırılmıştır. Çekirdekler ise üreticiden kurutulmuş olarak temin edilmiştir. Üzüm ve çekirdek analizler yapıncaya kadar oda sıcaklığında, hava almayacak şekilde, cam kaplarda saklanmıştır. Antibakteriyel aktivitenin saptanması amacıyla Kilis 7 Aralık Üniversitesi Fen Fakültesi Moleküler Biyoloji ve Genetik Bölümü kültür koleksiyonundan *Staphylococcus aureus* ATCC 25923, *Escherichia coli* ATCC 25922 ve *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027 kültürleri temin edilmiştir.

## 2.2. Fiziko-kimyasal analizler

Üzüm ve çekirdeğinin en-boy ölçümleri dijital kumpas (Insize 1112 150, Çin), 100 tane ağırlıkları ise hassas terazi (Mettler Toledo, Balance XPR404S, İsviçre) yardımı ile belirlenmiştir (Odabaşoğlu & Gürsöz, 2021). CIE Lab renk sistemi kullanılarak L\* (açıklık- koyuluk), a\* (+a\*, kırmızı; -a\*, yeşil) ve b\* \* (+b\*, sarı; -b\*, mavi) değerleri Konica Minolta Chroma Meter CR-400 (Japonya) renk ölçüm cihazı ile ölçülmüştür (MacDougall, 2002). Bu değerlerden de yararlanılarak Hue° renk tonu ve Chroma (C\*) doygunluk değerleri formüller aracılığıyla hesaplanmıştır (Artes ve ark., 2002). Ton açısı, 0° mavimsi-kırmızı, 90° sarı, 180° yeşil ve 270° mavi olmak üzere 360°'lik bir izgara üzerinde ifade edilir (Şengül ve ark., 2023).

$$\text{Hue}^\circ = \arctg(b^*/a^*) \quad (1)$$

$$C^* = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2} \quad (2)$$

Rehidrasyon oranı gravimetrik olarak (Ceylan ve ark., 2005), aw değeri ise Novasina AG LabTouch-aw, CH-8853 (İsviçre) su aktivitesi ölçüm cihazı ile belirlenmiştir. Suda çözünür kurumadde (briks), pH ve titrasyon asitliği için 10 g örnek 90 mL saf su ile 24 saat rehidre edildikten sonra homojenize edilmiş ve süzümüştür. Elde edilen süzüntü Cemeroğlu (2013)'na göre analiz edilmiştir. Enerji değeri ve karbonhidrat miktarı Atwater yöntemi ile hesaplanmıştır (Merril & Watt, 1973). Nem, kül, protein, yağ AOAC (1990) ve diyet lif miktarı AOAC (2007) Official Methodları kullanılarak belirlenmiştir.

## 2.3. Tanen miktarının belirlenmesi

Tanen analizi için, homojenize 50 g örneğe 15 mL %95'lik EtOH ve 85 mL %0.1'lik HCl eklenmiş, 1 saat karanlıkta bekletilmiş ve filtre edilmiştir. Ekstraktlar 1:50 oranında seyreltilerek, iki tüpe 4'er mL eklenmiştir. Üzerlerine 2 mL saf su ve 6 mL HCl ilave edilmiştir. Tüplerden birisi 30 dakika boyunca oda sıcaklığında bekletilirken diğeri 100°C su banyosunda bekletilmiştir. Süre sonunda ısıtılan tüp soğutulmuş ve her iki tüpe 1 mL %95'lik EtOH eklenerek, spektrofotometrede (Shimadzu UV-1700, Japonya) 550 nm'deki absorbansları ölçülmüştür. Asit ortamda ısıtılan örnek ile ısıtılmayan örnek arasındaki optik yoğunluk farkı 19.33 ile çarpılarak sonuçlar g/L olarak hesaplanmıştır (Ribéreau-Gayon ve ark., 2000).

## 2.4. Antibakteriyel aktivitenin belirlenmesi

Üzüm ve çekirdeği blender ile ayrı ayrı homojen hale getirilmiş, metanol ve distile su ile (1:10 (w/v)) 72 saat oda sıcaklığında çalkalamalı koşullarda ekstrakte edilmiştir. Ekstraksiyon sonrası örnekler filtre kâğıdı (Whatman No:1) ile süzümüş ve özütlerdeki çözücüler kaynama noktalarına göre evaporatörde uzaklaştırılmıştır. Örnekler metanol içerisinde süspanse edilmiştir (Gökçe & Yılmaz, 2018). Antibakteriyel aktivite Kirby-Bauer disk difüzyon yöntemi kullanılarak belirlenmiştir (Bauer ve ark., 1966). 0.5 MacFarland bulanıklığa ayarlanan 24 saatlik kültürler Mueller Hinton Agar besiyerine inoküle edilmiştir. İnokülasyonu takiben 6 mm çaplı steril blank disklerle her bir üzüm ve çekirdek örneklerinin su ve metanol ekstraktlarından 20 µL emdirilip agar yüzeyine yerleştirilmiştir. Test edilen her mikroorganizma türüne spesifik pozitif kontrol kullanılmıştır. *E. coli* için Tetrasiklin (30 mcg/disk); *S. aureus* için Metisilin (5 mcg/disk); *P. aeruginosa* için Polimiksin B (300 unite/disk)

antibiyotikleri kullanılmıştır. Negatif kontrol olarak da 20 µL metanol emdirilmiş steril diskler kullanılmıştır. Diskler, 37 °C'de 12-24 saat inkübe edilmiştir ve süre sonunda disklerin etrafında bakterilerin üremediği şeffaf zonlar ölçülmüştür.

## 2.5. İstatistiksel analiz

Üzüm ve çekirdekte yapılan analizlerim istatistiksel analizinde SPSS 23.0 paket programı kullanılmıştır. Üzüm ve çekirdeği arasındaki farkın önemi bağımsız örneklem T-testi analizi ile belirlenmiştir ( $p < 0.05$ ).

## 3. Bulgular ve Tartışma

### 3.1. Kuru üzüm ve çekirdeğinin fiziko-kimyasal özellikleri

Horoz Karası kuru üzüm ve çekirdeğinin kalite analizleri Çizelge 1'de verilmiştir. Tane en-boy ve 100 tane ağırlığı üzümde çekirdeğe oranla oldukça yüksek bulunmuştur. Açıklık koyuluğun göstergesi olan  $L^*$  değerinin çekirdekte daha yüksek olması üzüme göre daha açık renkli olduğunu göstermektedir. Aynı şekilde renk doygunluğunu ve tonunu ifade eden  $C^*$  ve  $Hue^\circ$  değerleri çekirdekte daha yüksek tespit edilmiştir. Nem, asitlik, rehidrasyon oranı, enerji, briks, karbonhidrat değeri üzümde daha yüksek düzeyde belirlenirken; pH, aw, diyet lif, kül, yağ ve protein miktarı üzüm çekirdeğinde daha yüksek bulunmuştur. Kuru üzümün %73.44'ünü karbonhidratlar oluştururken, çekirdeğin büyük bir bölümünü (%76.14) ise diyet lif meydana getirmiştir. Gıdalarda 0.60'ın altındaki aw değerleri mikrobiyolojik olarak koruma sağlamaktadır. Hem üzüm hem de çekirdeğinde bu değer sağlanmış olup ürünlerin mikrobiyolojik olarak korunduğu belirlenmiştir. Analiz sonucunda  $Hue^\circ$  değerinde ve tanen miktarında üzüm ve çekirdek grupları arasında analizler açısından istatistiksel olarak anlamlı bir fark olmadığı ( $p > 0.05$ ), ancak diğer tüm analizler bakımından istatistiksel olarak anlamlı fark olduğu belirlenmiştir ( $p < 0.05$ ).

Tanenler ikincil metabolit ürünlerden biri olan polifenollerdir ve proantosiyandinin olarak da bilinirler. Tanenler üzümün kabuk, çöp, çekirdek gibi kısımlarında daha yoğun olarak bulunurlar (Gagné ve ark., 2006). Çalışmada çekirdekte tespit edilen yüksek tanen miktarı da bu durumu desteklemektedir. Tanen miktarının çekirdekte daha yoğun bulunması çekirdeklerin yüksek fenolik madde içeriğine sahip olduğunu da düşündürmüştür. Kuru üzümde tespit edilen karbonhidrat miktarı ve briks enerji değerinin yüksek düzeyde bulunmasını açıklamaktadır. Çekirdekte ise yağ miktarı kuru üzüme göre daha fazla düzeyde tespit edilmesine rağmen karbonhidrat miktarının düşüklüğü ve diyet lif oranının yüksekliği düşük kalorige olmasını desteklemektedir. Sonuçlara bakıldığında hem üzümün hem de çekirdeğinin önemli bir besin kaynağı olduğu, ayrıca düşük nem ve aw sayesinde uygun koşullar altında uzun süre depolanabilir olduğu belirlenmiştir.

Balbaba & Bağcı (2022)'nin çalışmalarında Kahramanmaraş'ta yetiştirilen Horoz Karası yaş üzümün briks değeri %16.6-25.35, asitliği % 0.189-0.517, pH düzeyi 3.62-3.94,  $L^*$  değeri 25.64-29.97,  $a^*$  değeri 0.32-1.33,  $b^*$  değeri (-0.91)-(-0.23),  $C^*$  değeri 0.43-1.85,  $Hue^\circ$  açısı (-40.88)-(33.31) arasında bildirilmiştir. Kök & Bal (2017), Horoz Karası yaş üzüm çeşidinde, briksi %16.62, pH değerini 3.43 ve toplam titrasyon asitliğini tartarik asit cinsinden 7.10 g/L olarak tespit etmişlerdir. Kılıç ve ark. (2018), Horoz Karası üzüm çeşidinde tane ağırlığını çalışmanın ilk yılında 6.1 g, 2. yılında 8.7 g, briks oranını %17.1 ve titrasyon asitliğini 4.90-5.30 g/L olarak bildirmişlerdir.

Cangi ve ark. (2011), Tokat yöresinde yetiştirilen 4 farklı yaş üzüm çeşitlerinde kurumadde içeriğini %20.2-22.3, toplam asitliği 5.90-7.43 g/L ve pH değerini 3.27-4.20 aralığında belirlemişlerdir. Özden & Vardin (2009)'in çalışmalarında Merlot, Chardonnay, Cabernet sauvignon ve Şiraz üzüm çeşitlerinin kül miktarı %0.81-0.85, toplam şeker miktarı %21.65- 26.00, toplam asitlik 4.40-6.73 (g tartarik /L) ve pH değeri 3.17- 3.82 arasında tespit edilmiştir. Yıldırım (2018), Barış, Horoz Karası ve Hatun Parmağı üzümünün tane eninin 8.42-21.06 mm, tane boyunun 8.42-21.98 mm, aw değerlerinin 0.37-0.64 ve rehidrasyon oranlarının %62.52-72.22 aralığında değişiklik gösterdiğini tespit etmiştir. Karakuş (2018); Öküzgözü, Boğazkere, Mevji ve Abderi çeşidi kuru üzümün tane enini 15.94-17.98 mm, tane boyunu 19.67-23.96 mm, enerji miktarını 63-289 kalori/100 g üzüm), yağ oranını %0.20-0.28 ve karbonhidrat içeriğini %73.40-77.92 aralığında bildirmiştir.

Çizelge 1. Kuru üzüm ve çekirdeğinin farklı analizlere karşı bağımsız örneklem T-testi sonuçları

Analizler	Örnekler	N	Ortalama	Standart Sapma	t	SD	p*																																																																																																																																																																																																																																													
100 tane ağırlığı (g)	Kuru üzüm	3	195.11	3.67	90.759	2	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	2.50	0.16				Tane eni (mm)	Kuru üzüm	3	14.30	1.28	12.946	4	0.00	Çekirdek	3	4.30	0.40	Tane boyu (mm)	Kuru üzüm	3	25.60	2.05	15.229	4	0.00	Çekirdek	3	6.63	0.66	L*	Kuru üzüm	3	13.46	1.89	-11.804	4	0.00	Çekirdek	3	28.12	1.02	a*	Kuru üzüm	3	0.77	0.37	-33.140	4	0.00	Çekirdek	3	9.14	0.24	b*	Kuru üzüm	3	0.42	0.32	-32.175	4	0.00	Çekirdek	3	10.88	0.46	Hue°	Kuru üzüm	3	25.41	12.23	-3.453	2	0.07	Çekirdek	3	49.95	1.37	C*	Kuru üzüm	3	0.89	0.46	-38.108	4	0.00	Çekirdek	3	14.22	0.40	a <sub>w</sub>	Kuru üzüm	3	0.488	0.00	-9.870	4	0.00	Çekirdek	3	0.518	0.00	Asitlik (g/100g, tartarik asit cinsinden)	Kuru üzüm	3	0.84	0.06	14.234	4	0.00	Çekirdek	3	0.29	0.03	pH	Kuru üzüm	3	4.45	0.02	-27.311	4	0.00	Çekirdek	3	5.55	0.07	Briks	Kuru üzüm	3	13.97	0.12	147.028	4	0.00	Çekirdek	3	1.00	0.10	Rehidrasyon oranı (%)	Kuru üzüm	3	84.96	1.29	35.732	4	0.00	Çekirdek	3	55.44	0.63	Enerji (kcal/100g)	Kuru üzüm	3	328.50	0.50	296.388	4	0.00	Çekirdek	3	207.50	0.50	Diyet lif (g/100g)	Kuru üzüm	3	7.89	0.04	-	1034.80	4	0.00	Çekirdek	3	76.14	0.10	Kül (g/100g)	Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00	Çekirdek	3	3.15	0.01	Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08
Tane eni (mm)	Kuru üzüm	3	14.30	1.28	12.946	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	4.30	0.40				Tane boyu (mm)	Kuru üzüm	3	25.60	2.05	15.229	4	0.00	Çekirdek	3	6.63	0.66	L*	Kuru üzüm	3	13.46	1.89	-11.804	4	0.00	Çekirdek	3	28.12	1.02	a*	Kuru üzüm	3	0.77	0.37	-33.140	4	0.00	Çekirdek	3	9.14	0.24	b*	Kuru üzüm	3	0.42	0.32	-32.175	4	0.00	Çekirdek	3	10.88	0.46	Hue°	Kuru üzüm	3	25.41	12.23	-3.453	2	0.07	Çekirdek	3	49.95	1.37	C*	Kuru üzüm	3	0.89	0.46	-38.108	4	0.00	Çekirdek	3	14.22	0.40	a <sub>w</sub>	Kuru üzüm	3	0.488	0.00	-9.870	4	0.00	Çekirdek	3	0.518	0.00	Asitlik (g/100g, tartarik asit cinsinden)	Kuru üzüm	3	0.84	0.06	14.234	4	0.00	Çekirdek	3	0.29	0.03	pH	Kuru üzüm	3	4.45	0.02	-27.311	4	0.00	Çekirdek	3	5.55	0.07	Briks	Kuru üzüm	3	13.97	0.12	147.028	4	0.00	Çekirdek	3	1.00	0.10	Rehidrasyon oranı (%)	Kuru üzüm	3	84.96	1.29	35.732	4	0.00	Çekirdek	3	55.44	0.63	Enerji (kcal/100g)	Kuru üzüm	3	328.50	0.50	296.388	4	0.00	Çekirdek	3	207.50	0.50	Diyet lif (g/100g)	Kuru üzüm	3	7.89	0.04	-	1034.80	4	0.00	Çekirdek	3	76.14	0.10	Kül (g/100g)	Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00	Çekirdek	3	3.15	0.01	Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04								
Tane boyu (mm)	Kuru üzüm	3	25.60	2.05	15.229	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	6.63	0.66				L*	Kuru üzüm	3	13.46	1.89	-11.804	4	0.00	Çekirdek	3	28.12	1.02	a*	Kuru üzüm	3	0.77	0.37	-33.140	4	0.00	Çekirdek	3	9.14	0.24	b*	Kuru üzüm	3	0.42	0.32	-32.175	4	0.00	Çekirdek	3	10.88	0.46	Hue°	Kuru üzüm	3	25.41	12.23	-3.453	2	0.07	Çekirdek	3	49.95	1.37	C*	Kuru üzüm	3	0.89	0.46	-38.108	4	0.00	Çekirdek	3	14.22	0.40	a <sub>w</sub>	Kuru üzüm	3	0.488	0.00	-9.870	4	0.00	Çekirdek	3	0.518	0.00	Asitlik (g/100g, tartarik asit cinsinden)	Kuru üzüm	3	0.84	0.06	14.234	4	0.00	Çekirdek	3	0.29	0.03	pH	Kuru üzüm	3	4.45	0.02	-27.311	4	0.00	Çekirdek	3	5.55	0.07	Briks	Kuru üzüm	3	13.97	0.12	147.028	4	0.00	Çekirdek	3	1.00	0.10	Rehidrasyon oranı (%)	Kuru üzüm	3	84.96	1.29	35.732	4	0.00	Çekirdek	3	55.44	0.63	Enerji (kcal/100g)	Kuru üzüm	3	328.50	0.50	296.388	4	0.00	Çekirdek	3	207.50	0.50	Diyet lif (g/100g)	Kuru üzüm	3	7.89	0.04	-	1034.80	4	0.00	Çekirdek	3	76.14	0.10	Kül (g/100g)	Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00	Çekirdek	3	3.15	0.01	Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																				
L*	Kuru üzüm	3	13.46	1.89	-11.804	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	28.12	1.02				a*	Kuru üzüm	3	0.77	0.37	-33.140	4	0.00	Çekirdek	3	9.14	0.24	b*	Kuru üzüm	3	0.42	0.32	-32.175	4	0.00	Çekirdek	3	10.88	0.46	Hue°	Kuru üzüm	3	25.41	12.23	-3.453	2	0.07	Çekirdek	3	49.95	1.37	C*	Kuru üzüm	3	0.89	0.46	-38.108	4	0.00	Çekirdek	3	14.22	0.40	a <sub>w</sub>	Kuru üzüm	3	0.488	0.00	-9.870	4	0.00	Çekirdek	3	0.518	0.00	Asitlik (g/100g, tartarik asit cinsinden)	Kuru üzüm	3	0.84	0.06	14.234	4	0.00	Çekirdek	3	0.29	0.03	pH	Kuru üzüm	3	4.45	0.02	-27.311	4	0.00	Çekirdek	3	5.55	0.07	Briks	Kuru üzüm	3	13.97	0.12	147.028	4	0.00	Çekirdek	3	1.00	0.10	Rehidrasyon oranı (%)	Kuru üzüm	3	84.96	1.29	35.732	4	0.00	Çekirdek	3	55.44	0.63	Enerji (kcal/100g)	Kuru üzüm	3	328.50	0.50	296.388	4	0.00	Çekirdek	3	207.50	0.50	Diyet lif (g/100g)	Kuru üzüm	3	7.89	0.04	-	1034.80	4	0.00	Çekirdek	3	76.14	0.10	Kül (g/100g)	Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00	Çekirdek	3	3.15	0.01	Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																
a*	Kuru üzüm	3	0.77	0.37	-33.140	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	9.14	0.24				b*	Kuru üzüm	3	0.42	0.32	-32.175	4	0.00	Çekirdek	3	10.88	0.46	Hue°	Kuru üzüm	3	25.41	12.23	-3.453	2	0.07	Çekirdek	3	49.95	1.37	C*	Kuru üzüm	3	0.89	0.46	-38.108	4	0.00	Çekirdek	3	14.22	0.40	a <sub>w</sub>	Kuru üzüm	3	0.488	0.00	-9.870	4	0.00	Çekirdek	3	0.518	0.00	Asitlik (g/100g, tartarik asit cinsinden)	Kuru üzüm	3	0.84	0.06	14.234	4	0.00	Çekirdek	3	0.29	0.03	pH	Kuru üzüm	3	4.45	0.02	-27.311	4	0.00	Çekirdek	3	5.55	0.07	Briks	Kuru üzüm	3	13.97	0.12	147.028	4	0.00	Çekirdek	3	1.00	0.10	Rehidrasyon oranı (%)	Kuru üzüm	3	84.96	1.29	35.732	4	0.00	Çekirdek	3	55.44	0.63	Enerji (kcal/100g)	Kuru üzüm	3	328.50	0.50	296.388	4	0.00	Çekirdek	3	207.50	0.50	Diyet lif (g/100g)	Kuru üzüm	3	7.89	0.04	-	1034.80	4	0.00	Çekirdek	3	76.14	0.10	Kül (g/100g)	Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00	Çekirdek	3	3.15	0.01	Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																												
b*	Kuru üzüm	3	0.42	0.32	-32.175	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	10.88	0.46				Hue°	Kuru üzüm	3	25.41	12.23	-3.453	2	0.07	Çekirdek	3	49.95	1.37	C*	Kuru üzüm	3	0.89	0.46	-38.108	4	0.00	Çekirdek	3	14.22	0.40	a <sub>w</sub>	Kuru üzüm	3	0.488	0.00	-9.870	4	0.00	Çekirdek	3	0.518	0.00	Asitlik (g/100g, tartarik asit cinsinden)	Kuru üzüm	3	0.84	0.06	14.234	4	0.00	Çekirdek	3	0.29	0.03	pH	Kuru üzüm	3	4.45	0.02	-27.311	4	0.00	Çekirdek	3	5.55	0.07	Briks	Kuru üzüm	3	13.97	0.12	147.028	4	0.00	Çekirdek	3	1.00	0.10	Rehidrasyon oranı (%)	Kuru üzüm	3	84.96	1.29	35.732	4	0.00	Çekirdek	3	55.44	0.63	Enerji (kcal/100g)	Kuru üzüm	3	328.50	0.50	296.388	4	0.00	Çekirdek	3	207.50	0.50	Diyet lif (g/100g)	Kuru üzüm	3	7.89	0.04	-	1034.80	4	0.00	Çekirdek	3	76.14	0.10	Kül (g/100g)	Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00	Çekirdek	3	3.15	0.01	Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																								
Hue°	Kuru üzüm	3	25.41	12.23	-3.453	2	0.07																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	49.95	1.37				C*	Kuru üzüm	3	0.89	0.46	-38.108	4	0.00	Çekirdek	3	14.22	0.40	a <sub>w</sub>	Kuru üzüm	3	0.488	0.00	-9.870	4	0.00	Çekirdek	3	0.518	0.00	Asitlik (g/100g, tartarik asit cinsinden)	Kuru üzüm	3	0.84	0.06	14.234	4	0.00	Çekirdek	3	0.29	0.03	pH	Kuru üzüm	3	4.45	0.02	-27.311	4	0.00	Çekirdek	3	5.55	0.07	Briks	Kuru üzüm	3	13.97	0.12	147.028	4	0.00	Çekirdek	3	1.00	0.10	Rehidrasyon oranı (%)	Kuru üzüm	3	84.96	1.29	35.732	4	0.00	Çekirdek	3	55.44	0.63	Enerji (kcal/100g)	Kuru üzüm	3	328.50	0.50	296.388	4	0.00	Çekirdek	3	207.50	0.50	Diyet lif (g/100g)	Kuru üzüm	3	7.89	0.04	-	1034.80	4	0.00	Çekirdek	3	76.14	0.10	Kül (g/100g)	Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00	Çekirdek	3	3.15	0.01	Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																																				
C*	Kuru üzüm	3	0.89	0.46	-38.108	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	14.22	0.40				a <sub>w</sub>	Kuru üzüm	3	0.488	0.00	-9.870	4	0.00	Çekirdek	3	0.518	0.00	Asitlik (g/100g, tartarik asit cinsinden)	Kuru üzüm	3	0.84	0.06	14.234	4	0.00	Çekirdek	3	0.29	0.03	pH	Kuru üzüm	3	4.45	0.02	-27.311	4	0.00	Çekirdek	3	5.55	0.07	Briks	Kuru üzüm	3	13.97	0.12	147.028	4	0.00	Çekirdek	3	1.00	0.10	Rehidrasyon oranı (%)	Kuru üzüm	3	84.96	1.29	35.732	4	0.00	Çekirdek	3	55.44	0.63	Enerji (kcal/100g)	Kuru üzüm	3	328.50	0.50	296.388	4	0.00	Çekirdek	3	207.50	0.50	Diyet lif (g/100g)	Kuru üzüm	3	7.89	0.04	-	1034.80	4	0.00	Çekirdek	3	76.14	0.10	Kül (g/100g)	Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00	Çekirdek	3	3.15	0.01	Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																																																
a <sub>w</sub>	Kuru üzüm	3	0.488	0.00	-9.870	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	0.518	0.00				Asitlik (g/100g, tartarik asit cinsinden)	Kuru üzüm	3	0.84	0.06	14.234	4	0.00	Çekirdek	3	0.29	0.03	pH	Kuru üzüm	3	4.45	0.02	-27.311	4	0.00	Çekirdek	3	5.55	0.07	Briks	Kuru üzüm	3	13.97	0.12	147.028	4	0.00	Çekirdek	3	1.00	0.10	Rehidrasyon oranı (%)	Kuru üzüm	3	84.96	1.29	35.732	4	0.00	Çekirdek	3	55.44	0.63	Enerji (kcal/100g)	Kuru üzüm	3	328.50	0.50	296.388	4	0.00	Çekirdek	3	207.50	0.50	Diyet lif (g/100g)	Kuru üzüm	3	7.89	0.04	-	1034.80	4	0.00	Çekirdek	3	76.14	0.10	Kül (g/100g)	Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00	Çekirdek	3	3.15	0.01	Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																																																												
Asitlik (g/100g, tartarik asit cinsinden)	Kuru üzüm	3	0.84	0.06	14.234	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	0.29	0.03				pH	Kuru üzüm	3	4.45	0.02	-27.311	4	0.00	Çekirdek	3	5.55	0.07	Briks	Kuru üzüm	3	13.97	0.12	147.028	4	0.00	Çekirdek	3	1.00	0.10	Rehidrasyon oranı (%)	Kuru üzüm	3	84.96	1.29	35.732	4	0.00	Çekirdek	3	55.44	0.63	Enerji (kcal/100g)	Kuru üzüm	3	328.50	0.50	296.388	4	0.00	Çekirdek	3	207.50	0.50	Diyet lif (g/100g)	Kuru üzüm	3	7.89	0.04	-	1034.80	4	0.00	Çekirdek	3	76.14	0.10	Kül (g/100g)	Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00	Çekirdek	3	3.15	0.01	Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																																																																								
pH	Kuru üzüm	3	4.45	0.02	-27.311	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	5.55	0.07				Briks	Kuru üzüm	3	13.97	0.12	147.028	4	0.00	Çekirdek	3	1.00	0.10	Rehidrasyon oranı (%)	Kuru üzüm	3	84.96	1.29	35.732	4	0.00	Çekirdek	3	55.44	0.63	Enerji (kcal/100g)	Kuru üzüm	3	328.50	0.50	296.388	4	0.00	Çekirdek	3	207.50	0.50	Diyet lif (g/100g)	Kuru üzüm	3	7.89	0.04	-	1034.80	4	0.00	Çekirdek	3	76.14	0.10	Kül (g/100g)	Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00	Çekirdek	3	3.15	0.01	Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																																																																																				
Briks	Kuru üzüm	3	13.97	0.12	147.028	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	1.00	0.10				Rehidrasyon oranı (%)	Kuru üzüm	3	84.96	1.29	35.732	4	0.00	Çekirdek	3	55.44	0.63	Enerji (kcal/100g)	Kuru üzüm	3	328.50	0.50	296.388	4	0.00	Çekirdek	3	207.50	0.50	Diyet lif (g/100g)	Kuru üzüm	3	7.89	0.04	-	1034.80	4	0.00	Çekirdek	3	76.14	0.10	Kül (g/100g)	Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00	Çekirdek	3	3.15	0.01	Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																																																																																																
Rehidrasyon oranı (%)	Kuru üzüm	3	84.96	1.29	35.732	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	55.44	0.63				Enerji (kcal/100g)	Kuru üzüm	3	328.50	0.50	296.388	4	0.00	Çekirdek	3	207.50	0.50	Diyet lif (g/100g)	Kuru üzüm	3	7.89	0.04	-	1034.80	4	0.00	Çekirdek	3	76.14	0.10	Kül (g/100g)	Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00	Çekirdek	3	3.15	0.01	Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																																																																																																												
Enerji (kcal/100g)	Kuru üzüm	3	328.50	0.50	296.388	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	207.50	0.50				Diyet lif (g/100g)	Kuru üzüm	3	7.89	0.04	-	1034.80	4	0.00	Çekirdek	3	76.14	0.10	Kül (g/100g)	Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00	Çekirdek	3	3.15	0.01	Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																																																																																																																								
Diyet lif (g/100g)	Kuru üzüm	3	7.89	0.04	-	1034.80	4		0.00																																																																																																																																																																																																																																											
	Çekirdek	3	76.14	0.10				Kül (g/100g)		Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00	Çekirdek	3	3.15	0.01	Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																																																																																																																																				
Kül (g/100g)	Kuru üzüm	3	2.77	0.00	-58.095	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	3.15	0.01				Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00	Çekirdek	3	10.52	0.15	Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																																																																																																																																																	
Nem (g/100g)	Kuru üzüm	3	12.76	0.04	25.648	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	10.52	0.15				Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00	Çekirdek	3	2.87	0.04	Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																																																																																																																																																													
Yağ (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.34	0.03	-68.082	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	2.87	0.04				Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00	Çekirdek	3	4.81	0.00	Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																																																																																																																																																																									
Protein (g/100g)	Kuru üzüm	3	1.82	0.06	-79.808	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	4.81	0.00				Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00	Çekirdek	3	2.52	0.07	Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																																																																																																																																																																																					
Karbonhidrat (g/100g)	Kuru üzüm	3	73.44	0.13	807.714	4	0.00																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	2.52	0.07				Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																																																																																																																																																																																																	
Tanen (g/L)	Kuru üzüm	3	0.05	0.00	3.25	2	0.08																																																																																																																																																																																																																																													
	Çekirdek	3	0.14	0.04																																																																																																																																																																																																																																																

\*p>0.05 olan değerleri içeren gruplar arasındaki sonuçlar istatistiksel olarak önemlidir.

Odabaşoğlu & Gürsöz (2021), farklı iki anaçta Horoz Karası çeşidi çekirdeğinde 100 tane ağırlığını 2.773 g ve 2.895 g, tane enini 4.20 mm ve 4.47 mm, tane boyunu 6.72 mm ve 7.12 mm, nemi %5.61 ve %5.73, yağ oranını %9.92 ve %11.28, proteini %6.96 ve %7.51, kül miktarını ise %2.65 ve %2.97 olarak belirlemişlerdir. Yalçın ve ark. (2013), 5 farklı üzüm çeşidi çekirdeğinde



(Kalecik Karası, Öküzgözü, Cabernet, Gamay ve Senso) nem oranını %5.46-5.82, kül miktarını %2.05-2.15, yağ içeriğini %12.09-17.08 ve protein oranını %9.33-10.22 olarak bildirmişlerdir.

Literatürdeki sonuçlar genellikle yaş üzüm çeşitleri ilgili olduğundan çalışmamız ile farklılıklar göstermektedir. Ancak literatürde rastlanan farklı kuru üzüm çeşitlerinde [Karakuş \(2018\)](#) ve [Yıldırım \(2018\)](#)'ın yaptığı çalışmalar ile sonuçlar uyumlu bulunmuştur. Üzüm çekirdeğinin kalite özellikleri ile ilgili yapılan bir çalışmaya rastlanmadığı için sonuçlar ile karşılaştırma imkânı bulunamamıştır. Üzümlerin ve çekirdeklerinin fiziksel ve kimyasal özelliklerindeki olası farklılıkların üzümün çeşidi, kuruma öncesi üzümün morfolojik özellikleri, kuruma sıcaklığı ve kuruma süresinden kaynaklanabildiği bildirilmiştir ([Ghrai ve ark., 2013](#)).

### 3.2. Kuru üzüm ve çekirdeğinin antibakteriyel aktiviteleri

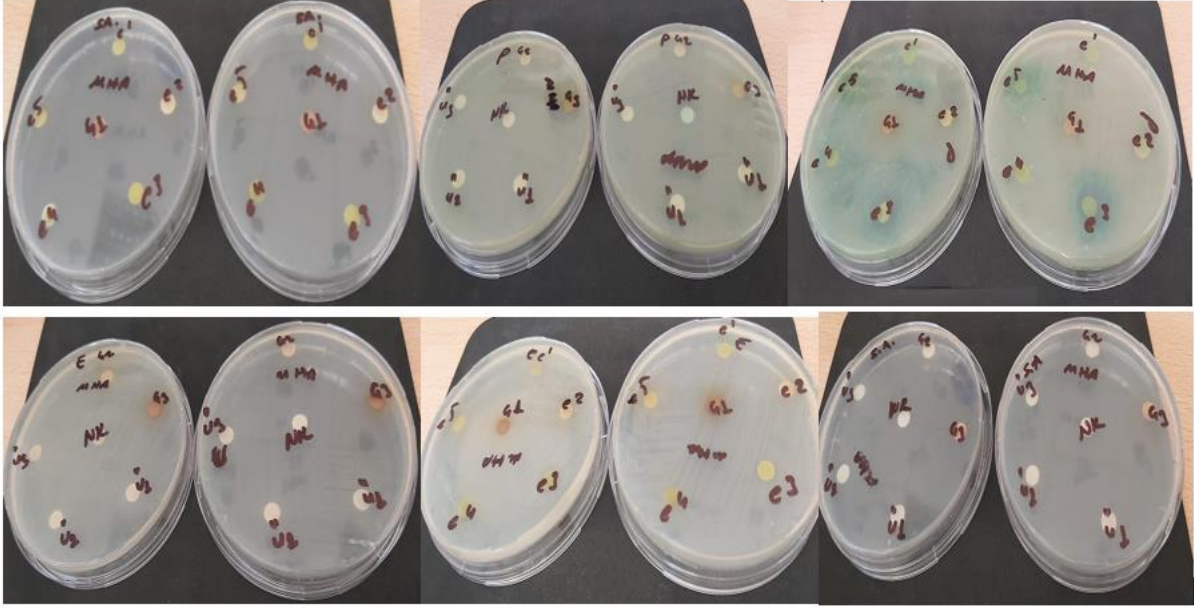
Özütlerin 100 mg/mL konsantrasyonda antibakteriyel aktiviteleri *E. coli*, *S. aureus* ve *P. aeruginosa*'ya karşı test edilmiş ve ekstraktların inhibisyon çapları Çizelge 2'de verilmiştir. 100 mg/mL konsantrasyonda *E. coli*, *S. aureus* ve *P. aeruginosa*'ya karşı özütlerde herhangi bir inhibitör etkiye rastlanmamıştır (Şekil 1). Negatif kontrol olarak derişik metanol kullanılmış ve metanolün izolatlar üzerinde etki göstermediği belirlenmiştir. *E. coli* için pozitif kontrol olarak Tetrasiklin antibiyotigi kullanılmış ve inhibisyon zonu 8 mm olarak ölçülmüştür. *S. aureus*'un pozitif kontrolünde kullanılan Metisilin'in inhibisyon zonu 18 mm olarak tespit edilmiştir. *P. aeruginosa* için pozitif kontrol olarak kullanılan standart antibiyotik Polimiksin B'nin inhibisyon zonu ise 17 mm'dir.

Çizelge 2. Kuru üzüm ve çekirdek ekstraktlarının mikroorganizmalara karşı inhibisyon çapı (mm)

Test Mikroorganizmaları	Üzüm-su	Üzüm-metanol	Çekirdek-su	Çekirdek-metanol	Metanol (NK)	Tetrasiklin (PK)	Metisilin (PK)	Polimiksin B (PK)
<i>E. coli</i>	-	-	-	-	-	8		
<i>S. aureus</i>	-	-	-	-	-		18	
<i>P. aeruginosa</i>	-	-	-	-	-			17

(-) mikroorganizmaya karşı inhibisyon olmayan bir bölgeyi temsil eder. PK: Pozitif kontrol, NK: Negatif kontrol

Üzüm ve ürünlerinin içerdikleri fenolik bileşiklerden (gallik asit, flavanoller, antosiyaninler, tanen gibi) dolayı bazı mikroorganizmalara karşı antibakteriyel etki gösterebileceği düşünülmektedir ([Rhodes ve ark., 2006](#)). [Gadang ve ark. \(2008\)](#), üzüm çekirdeği ekstraktlarının *Listeria monocytogenes* ve *Salmonella typhimurium* gibi patojenlerde etkili olduğunu belirtmişlerdir. Yapılan bir çalışmada Muscat üzüm çekirdeği ve kabuğu ekstraktlarının *E.coli*, *Klebsiella pneumoniae*, *S. aureus*, *P. aeruginosa*, *Enterococcus faecalis* gibi gram negatif ve gram pozitif bakterilere karşı antibakteriyel etkisinin de bulunduğu bildirilmiştir ([Grace Nirmala & Narendhirakannan, 2011](#)). [Sarıçam \(2014\)](#)'ın çalışmasında ise bütün haldeki üzüm çekirdeği *S. aureus* bakterisine karşı antibakteriyel aktivite göstermiş ancak *Salmonella enteritidis*, *S. typhimurium*, *L. monocytogenes*, *E. coli* O157:H7 ve *E. coli* Biyotip 1 bakterilerine karşı antimikrobiyal etki göstermemiştir. [Sarıçam \(2014\)](#)'da *E. coli*'nin farklı suşlarına karşı üzüm çekirdeğinin antimikrobiyal etki göstermediği sonucunu desteklemiştir. Çalışmada bulunan sonuçtan farklı olarak, [Grace Nirmala & Narendhirakannan \(2011\)](#) ve [Sarıçam \(2014\)](#) üzüm çekirdeği ekstraktlarının *S. aureus*'a karşı etkili olduğunu bildirmiştir. [Wen ve ark. \(2003\)](#), mikroorganizmalarda antibakteriyel etkinin fenolik bileşiklere ve test edilen suşlara bağlı olarak değişiklik gösterdiğini bildirmiştir. Bu nedenle çalışma ile literatürdeki farklılıklar olağan karşılanmaktadır.



Şekil 1. Üzüm ve çekirdek ekstraktlarının test edilen mikroorganizmalara karşı antibakteriyel aktiviteleri.

#### 4. Sonuç

Doğal gıda ürünlerine olan talebin artışı kırsal kalkınma açısından oldukça önemli görülmektedir. Bu çalışmada Kilis ili için büyük ekonomik öneme sahip Horoz Karası kuru üzüm ve çekirdeğinin kalite özellikleri, tanen miktarları ve antibakteriyel özellikleri incelenmiştir. Üzümün yüksek karbonhidrat ve enerji; üzüm çekirdeğinin ise önemli bir diyet lifi, mineral madde ve tanen kaynağı olduğu tespit edilerek, sağlıklı beslenme amacıyla günlük beslenmede daha fazla yer verilmesi gerektiği belirlenmiştir. Üzüm ve çekirdeğinin test edilen mikroorganizmalar üzerine antibakteriyel aktivite göstermediği belirlenmiştir. Daha sonra yapılacak çalışmalarda ekstraksiyon çözümlerinin ve test edilen mikroorganizma suşlarının değiştirilerek üzüm ve çekirdeğinin antibakteriyel aktivitesi analizlerinin genişletilebileceği sonucuna varılmıştır. Doğal besin, tanen, diyet lifi kaynağı olan üzüm ve üzüm sanayinin önemli bir yan ürünü olan üzüm çekirdeğinin ülkemizde daha ön plana çıkması ve tüketiminin artırılması büyük önem taşımaktadır.

#### Teşekkür

Bu çalışma Kilis 7 Aralık Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından desteklenmiştir (Proje no: 21-13112).

#### Kaynakça

- Akın, A., & Altındişli, A. (2010). Emir, Gök üzüm ve Kara Dimrit üzüm çeşitlerinin çekirdek yağlarının yağ asidi kompozisyonu ve fenolik madde içeriklerinin belirlenmesi. *Akademik Gıda*, 8(6), 19-23.
- AOAC. (1990). *Official Methods of Analysis* (15th Ed.). Washington DC, USA: The Association of Official Analytical Chemists.
- AOAC. (2007). *Official Methods of Analysis* (18th Ed.). Washington DC, USA: The Association of Official Analytical Chemists.
- Aras Aşçı, Ö., & Göktürk Baydar, N. (2021). Exchange of total carbohydrate, minerals, and phenolics in grape and grape products. *Turkish Journal of Agriculture - Food Science and Technology*, 9(6), 1106-1113. doi:10.24925/turjaf.v9i6.1106-1113.4302

- Artes, F., Minguez, M. I., & Hornero, D. (2002). Analysing changes in fruit pigments. In D. B. MacDougall (Ed.), *Colour in Food: Improving Quality* (pp. 248-282). Boca Raton, USA: CRC Press.
- Balbaba, N., & Bağcı, S. (2022). Horoz Karası üzüm çeşidinde bazı kalite parametrelerinin belirlenmesi. *Food and Health*, 8(4), 290-301. doi:10.3153/FH22027
- Bauer, A. W., Kirby, W. M., Sherris, J. C., & Turck, M. (1966). Antibiotic susceptibility testing by a standardized single disk method. *American Journal of Clinical Pathology*, 45, 493-496.
- Cabaroğlu, T., & Yılmaztekin, M. (2006). *Üzümün bileşimi ve insan sağlığı açısından önemi*. Buldan Sempozyumu, Denizli, Türkiye.
- Cangi, R., Saraçoğlu, O., Uluocak, E., Kılıç, D., & Şen, A. (2011). Kazova (Tokat) yöresinde yetiştirilen bazı şaraplık üzüm çeşitlerinde olgunlaşma sırasında meydana gelen kimyasal değişimler. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 1(3), 9-14.
- Cemeroğlu, B. (2013). Gıda analizlerinde genel yöntemler. In B. Cemeroğlu (Ed.), *Gıda Analizleri* (pp. 1-85). Ankara, Türkiye: Bizim Grup Basımevi.
- Ceylan, İ., Aktaş, M., & Doğan, H. (2005). Isı pompalı kurutma odasında elma kurutulması. *Isı Bilimi ve Tekniği Dergisi*, 25(2), 9-14.
- Çakı, S. (2018). *Kilis Karası (Vitis Vinifera L.) meyvesi, çekirdeği ve posasının antioksidan özellikleri ve toplam fenolik bileşik miktarlarının belirlenmesi*. (Yüksek lisans tezi), Kilis 7 Aralık Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kilis, Türkiye.
- Elagamey, A., Abdel-Wahab, M., Shima, M., & Abdel-Mogib, M. (2013). Comparative study of morphological characteristics and chemical constituents for seeds of some grape table varieties. *Journal of American Science*, 9(1), 447-454.
- Gadang, V., Hettiarachchy, N., Johnson, M., & Owens, C. (2008). Evaluation of antibacterial activity of whey protein isolate coating incorporated with nisin, grape seed extract, malic acid, and EDTA on a Turkey frankfurter system. *Journal of Food Science*, 73(8), M389-M394. doi:10.1111/j.1750-3841.2008.00899.x
- Gagné, S., Saucier, C., & Gény, L. (2006). Composition and cellular localization of tannins in Cabernet Sauvignon skins during growth. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(25), 9465-9471. doi:10.1021/jf061946g
- Ghrai, F., Lahouar, L., Amira, E. A., Brahmi, F., Ferchichi, A., Achour, L., & Said, S. (2013). Physicochemical composition of different varieties of raisins (*Vitis vinifera* L.) from Tunisia. *Industrial Crops and Products*, 43(1), 73-77. doi:10.1016/j.indcrop.2012.07.008
- Gökçe, Z., & Yılmaz, Ö. (2018). The antioxidant effects of *Linum usitatissimum* and *Physalis peruviana* extract in the brain tissues of rats given toluene. *Journal of Current Researches on Engineering, Science and Technology*, 4(1), 19-32.
- Grace Nirmala, J., & Narendhirakannan, R. T. (2011). In vitro antioxidant and antimicrobial activities of grapes (*Vitis vinifera* L.) seed and skin extracts-muscat variety. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Science*, 3(4), 242-249.
- İKA. (2019). *Kilis üzüm raporu*. <https://www.ika.org.tr/assets/upload/dosyalar/kilis-uzum-raporu.pdf> Erişim Tarihi: 01.06.2023.
- Jackson, R. S. (2000). *Wine Science*. USA: Academic Press, Elsevier Science.
- Karakuş, A. (2018). *Diyarbakır ilinde yetiştirilen bazı üzüm çeşitlerinde farklı kurutma yöntemlerinin kuru üzüm kalitesine etkilerinin belirlenmesi*. (MSc), Dicle Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Diyarbakır, Türkiye.
- Kılıç, D., Kaya, Y., Başaran, B., Topal, H., Mutlu, N., Yağcı, A., & Cangi, R. (2018). Bazı sofralık üzüm çeşitlerinin Tokat merkez koşullarına adaptasyonu. *Bahçe*, 47(Özel Sayı 1), 187-194.
- Kök, D., & Bal, E. (2017). Compositional differences in phenolic compounds and anthocyanin contents of some table and wine grape (*V. vinifera* L.) varieties from Turkey. *Oxidation Communications*, 40(2), 648-656.
- MacDougall, D. B. (2002). Colour measurement of food. In D. B. MacDougall (Ed.), *Colour in Food: Improving Quality* (pp. 33-63). Boca Raton, USA: CRC Press.
- Merril, A. L., & Watt, B. K. (1973). *Energy value of foods: Basis and derivation*. Washington DC, USA: Agriculture Handbook.

- Odabaşoğlu, M. İ., & Gürsöz, S. (2021). Farklı anaçlar üzerinde yetiştirilen sofralık üzüm çeşitlerinin Şanlıurfa ekolojik koşullarında etkili sıcaklık toplamı (EST) gereksinimlerinin belirlenmesi. *MKÜ Tarım Bilimleri Dergisi*, 26(3), 746-758. doi:10.37908/mkutbd.963061
- OIV. (2019). *Statistical report on world vitiviniculture*. <http://www.oiv.int/public/medias/6782/oiv-2019-statistical-report-onworld-vitiviniculture.pdf> Erişim Tarihi: 05.06.2023.
- Özden, M., & Vardin, H. (2009). Şanlıurfa koşullarında yetiştirilen bazı şaraplık üzüm çeşitlerinin kalite ve fitokimyasal özellikleri. *Harran Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 13(2), 21-27.
- Rhodes, P., Mitchell, J., Wilson, M., & Melton, L. D. (2006). Antilisterial activity of grape juice and grape extracts derived from *Vitis vinifera* variety Ribier. *International Journal of Food Microbiology*, 107(3), 281-286. doi:10.1016/j.ijfoodmicro.2005.10.022
- Ribéreau-Gayon, P., Glories, Y., Maujean, A., & Dubourdieu, D. (2000). *The Chemistry of Wine and Stabilization and Treatments*. Bordeaux: John Wiley and Sons.
- Sarıçam, A. (2014). *Üzüm çekirdeği ekstraktlarının antioksidan ve antimikrobiyal özelliklerinin belirlenmesi*. (Yüksek lisans tezi), Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, Türkiye.
- Sümbül, A., Yıldız, E., & Nadeem, M. A. (2023). Elucidating the genetic variations among Turkish grape varieties using morphological and molecular markers. *Genetic Resources and Crop Evolution*, 70, 1349-1361. doi:10.1007/s10722-022-01503-6
- Şengül, M., Karakütük, İ. A., Aksoy, S., & Zor, M. (2023). The effect of different cooking methods and addition of different sweeteners on the physicochemical and antioxidant properties of aronia marmalade. *Turkish Journal of Agriculture - Food Science and Technology*, 11(10), 1917-1925. doi:10.24925/turjaf.v11i10.1917-1925.6217
- TSE. (1979). Çekirdekli kuru üzüm standardı. Türk Standartları Enstitüsü. Ics 67.080.10, Nisan 1979, Ankara.
- Weinsetel, N. A. (2006). *Antimicrobial action of selected plant derived compounds against Listeria monocytogenes*. (PhD), Iowa State University, Ames, the USA. doi:10.31274/rtd-180813-12172
- Wen, A., Delaquis, P., Stanich, K., & Toivonen, P. (2003). Antilisterial activity of selected phenolic acids. *Food Microbiology*, 20(3), 305-311. doi:10.1016/S0740-0020(02)00135-1
- Williamson, G., & Carughi, A. (2010). Polyphenol content and health benefits of raisins. *Nutrition Research*, 30(8), 511-519. doi:10.1016/j.nutres.2010.07.005
- Yalçın, H., Sağdıç, O., Ekici, L., & Kavuncuoğlu, H. (2013). *Ülkemizde işlenmiş üzümlerin çekirdek yağlarının yemeklik yağ kalitesinin belirlenmesi ve çekirdek ekstraktı ve yağının bazı yemeklik yağların stabilitesine etkisi*. Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi, Proje No: FBA-10-2960, 37 s.
- Yıldırım, K. (2018). *Bazı üzüm çeşitlerinin kurutulmasında farklı konsantrasyonlardaki potasa çözeltilerinin etkileri*. (Yüksek lisans tezi), Harran Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Şanlıurfa, Türkiye.



## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

### Çelik Liflerin Hibritlenmesinin Betonun Mekanik Davranışına Etkisi

Necim KAYA<sup>1</sup>, Berfin RAMAZANOĞLU\*<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Batman Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, İnşaat Bölümü, 72060, Batman, Türkiye

<sup>2</sup>Batman Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Bölümü, 72060, Batman, Türkiye

Necim KAYA, ORCID No: 0000-0003-1478-761X,

Berfin RAMAZANOĞLU, ORCID No: 0000-0001-5263-1531

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

#### Makale Bilgileri

Geliş: 02.11.2023  
Kabul: 31.01.2024  
Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1385342

#### Anahtar Kelimeler

Beton,  
Çelik lif donatılı beton,  
Hibrit lif,  
Mekanik özellikler

**Öz:** Lif takviyeli betonlar, yapının dayanımını arttırmak için tasarlanmaktadır. Bu çalışmada farklı narinlikteki çelik liflerin hibritlenmesinin betonun mekanik özelliklerine etkisi deneysel olarak incelenmiştir. Bu amaç doğrultusunda geleneksel betonu temsil eden referans numunemizle beraber toplamda 4 farklı karışım içeriğe sahip seriler üretilmiştir. Karışımlarda, CEM I 42.5 N Portland tipi çimento, Mikro lif Dramix OL 6 /.16, Makro lif Dramix 3D 45/35, kalker esaslı 0-4, 4-8, 4-16 mm dane dağılımına sahip agregalar ve yeni nesil süperakışkanlaştırıcı beton katkı malzemesi kullanılmıştır. Üretilen numunelere basınç, eğilmede çekme dayanımı ve yarmada çekme dayanımı testlerine tabi tutulmuştur. Deneysel çalışmanın sonuçlarına göre; tekil ve karma lif kullanımının basınç dayanımı üzerinde sınırlı bir etkiye sahip olduğu, yarmada çekme dayanımı ve eğilmede çekme dayanımı üzerinde ise pozitif etkilerinin olduğu görülmüştür. Eğilmede çekme dayanımında tekil lif kullanımıyla 28 günlük yaşta %15.71, 90 günlük yaşta %16.42 oranında maksimum artış gözlemlenirken, yarmada çekme dayanımında 28 günlük yaşta hibrit lif takviyesiyle %76.4, 90 günlük yaşta tekil lif takviyesiyle %44 oranında artış gözlemlenmiştir. Kullanılan liflerin şeklinin, narinliğinin, dağılımının ve açılarının mekanik özellikler üzerindeki etkisi açıkça görülmüştür.

### Effect of Hybridization of Steel Fibers on the Mechanical Behavior of Concrete

#### Article Info

Received: 02.11.2023  
Accepted: 31.01.2024  
Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1385342

#### Keywords

Concrete,  
Hybrid fiber,  
Mechanical properties,  
Steel fiber reinforced concrete

**Abstract:** Fiber-reinforced concretes are designed to increase the strength of the structure. In this study, the effect of hybridization of steel fibers of different slenderness on the mechanical properties of concrete was examined experimentally. For this purpose, a series with four different mixture contents was produced, together with our reference sample representing traditional concrete. In the mixtures, CEM I 42.5 N Portland type cement, Microfiber Dramix OL 6 /.16, Macro fiber Dramix 3D 45/35, limestone-based aggregates with 0-4, 4-8, 4-16 mm grain distribution and new generation superplasticizer concrete. Additive material was used. The produced samples were subjected to pressure, flexural tensile strength and splitting tensile strength tests. According to the results of the experimental study, It has been observed that the use of single and mixed fibers has a limited effect on compressive strength but has positive effects on, flexural tensile strength and splitting tensile strength. While the maximum increase in bending tensile strength was observed at 15.71% at 28 days of age with the use of single fiber and 16.42% at 90 days of age, a 76.4% increase in splitting tensile strength was observed at 28 days of age with hybrid fiber reinforcement and 44% at 90 days of age with single fiber reinforcement. The effect of the shape, slenderness, distribution, and angle of the fibers used on the mechanical properties was seen.

## 1. Giriş

İnsanoğlunun barınmaya olan ihtiyacının giderek artması ile yapı malzemeleri zaman içinde gelişim göstererek, günümüzde inşaat sektöründe oldukça yaygın kullanılan betonu ortaya çıkarmıştır. Dünya nüfusunun sürekli artması, beraberinde kaynak tüketimini doğrudan etkilediğinden kaynak ve kalkınmaya olan ihtiyacı da artmıştır. Hızla artan nüfusun beslenme barınma, enerji ve suya olan ihtiyacının karşılanması için insanoğlunun ihtiyacı olan hemen hemen her yapı betondan meydana gelmektedir (Kozak, 2013; Açıkgeç, 2015; Arslan & Sarıkaya, 2021). Beton; çimento, agrega, su ile gerekli durumlarda mineral ve kimyasal katkıları kullanılarak hazırlanan kompozit bir yapı malzemesi olup, inşaat sektöründe ise yüksek basınç dayanım ve düşük maliyetinden dolayı en yaygın kullanılan yapı malzemesidir (Tittelboom & De Belie, 2013; Jiao ve ark., 2017; Arslan & Sarıkaya, 2021). Beton, yüksek basınç dayanımlarını karşılayabilmesine rağmen çekme ve eğilme dayanımında düşük dayanım özelliği gösteren gevrek kompozit malzeme kategorisinde yer almaktadır (Tittelboom & De Belie, 2013; Yavuz ve ark., 2016; Badugea ve ark., 2021). Beton, sahip olduğu üstün birçok özelliğinden dolayı sıklıkla tercih edilirken, gevrek özelliğe sahip olması, yapılardan istenilen performansların artmasıyla yapılar için oldukça önemli bir problem haline gelmiştir (Tittelboom & De Belie, 2013; Khalilpour ve ark., 2019; Sidiq ve ark., 2019; Badugea ve ark., 2021). İnşaat sektöründe yaygın olarak kullanılan yapı malzemesi olan betondan beklenen performans günden güne artmaktadır. Yapı inşa hızının arttırılmak istenmesi, narin taşıyıcı elemanların daha büyük açıklıklarda kullanılmak istenmesi ve daha birçok nedenle ortaya çıkan ihtiyaçların geleneksel beton ile karşılanması mümkün olamamaktadır. Ortaya çıkan bu ihtiyaçları karşılayan beton türleri özel betonlar olarak adlandırılmaktadır. Çelik lif donatılı beton (ÇLDB), geleneksel betonun gevreklik probleminin iyileştirildiği özel beton türlerinden biridir. Beton yüksek basınç dayanımına sahip iken çekme dayanımında oldukça sınırlı bir kapasiteye sahip olduğundan, bünyesinde bulundurduğu mikro çatlaklar sebebiyle, yük altında basınç dayanımına ulaşmadan önce gevrek bir şekilde göçmektedir (Neville, 1991; ACI 544.1R-96, 2002; Mehta & Monteiro, 2006; Kızılırmak ve ark., 2019). Çelik lif donatılı betonlarda ise çimento matrisi içerisinde rastgele yayılan lifler, beton bünyesinde bulunan mikro çatlakların yayılmasına engel olmakta ve çatlak genişlemesine direnerek kırılma dayanımını artırarak sünekliği arttırmakta ve gevrek kırılmanın önüne geçmektedir. Çelik liflerin kullanım alanı oldukça geniş olup birçok farklı beton türünde kullanılabilmektedir (Topçu & Boğa, 2005; Yalçın ve ark., 2009)

Liflerin yapı malzemelerinde kullanılması eskilere dayanmaktadır. At kılı, saman ve bazı bitki lifleri kerpiç gibi yapı malzemelerinde tarih boyunca kullanılmıştır (ACI 544.1R-96, 2002; Brandt, 2008). Ülkemizde Mimar Sinan'ın yapmış olduğu eserlerinde, Horasan Harcı içerisinde saman ve hayvan kılı kullanılmıştır (Yardımcı, 2007). Eserlerde bu liflerin kullanılmasının esas amacı taze haldeki harcın kuruma esnasında bünyesinde meydana gelebilecek çatlakların azaltılarak geçirimsiz bir malzeme elde edilmesidir. Böylece yapı elemanlarının sünekliği iyileşmekte ve yapı ömrü uzamaktadır. Çelik liflerin beton bünyesine dahil edilmesinde esas amaç, bünyesinde birçok mikro çatlak bulduran betonun sünekliğini arttırarak gevrek yapısının iyileştirilmesidir. Çelik lifler, sahip oldukları üstün özelliklerden dolayı gerilmeler altında betonda çatlak oluşumunun ve yayılımının önüne geçmektedirler. Çelik liflerin bu etkisi malzemenin gevrek yapısını iyileştirerek süneklik ve çekme dayanımına katkı sağlamaktadır (Mehta & Monteiro, 2006). Çekme dayanımı geleneksel betona göre daha yüksek olan çelik lif donatılı betonun deformasyon yapabilme kapasitesi ve dolayısıyla tokluğu da artmaktadır (Gopalaratnam & Gettu, 1995; Nataraja ve ark., 1999; Banthia & Sappakittipakorn, 2007). Lifli betonlarda liflerin asıl etkisi ilk çatlamlardan sonra olmaktadır. Yapıda meydana gelen ilk çatlak oluşumundan sonra lifler, çatlaklar arası köprüleme görevi görmekte ve çatlak boyunca gerilimi aktarma yeteneğine sahip olduklarından çatlama sonrası betonun davranışını ve betonun tokluğunu iyileştirmektedirler. Dolayısıyla lifler betonun çekme dayanımını arttırır demek yerine, çelik lif donatılı betonun nihai çekme dayanımının geleneksel betona göre daha fazla olduğunu söylemek doğru bir ifade olacaktır (Taşdemir ve ark., 2006).

Uygulamalarda kullanılan geleneksel lif takviyeli beton, genellikle tek tip lif kullanılarak üretilmektedir. Lif takviyeli betonun karakteristikleri, lifin özelliğine bağlıdır ve her bir lif tipi bazı özel işlevsellikler bakımından etkili olabilmektedir. Betonda meydana gelen göçme aşamalı ve çok ölçekli bir süreçtir. Yük etkisi altında olan betonun bünyesinde, önceden var olan mikro çatlaklar büyümekte ve makro çatlak oluşumu için birleşmektedir. Oluşan makro çatlaklar, kararlı bir hızla yayılarak ani göçmeye neden olmaktadır. Betondaki kırılma mekanizması aşamalı ve çok ölçekli olduğundan tek tip

lif sadece bir seviyede ve şekil değiştirmelerin olduğu sınırlı bir bölge içinde etkili olabilmekte ve malzemeden beklenen en uygun performansa ulaşamamaktadır. Bu nedenle, betona daha üstün mekanik özellikler kazandırmak için çimento esaslı kompozitlerde her birinin kendisine has özellikleri olan lif kombinasyonları kullanmaya başlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda iki veya daha fazla lif türünün kombinasyonu üretilen lif takviyeli beton, hibrit lif takviyeli beton olarak adlandırılmıştır (Türk & Kına, 2017; Türk ve ark., 2022). Liflerin hibrit olarak tasarlandığı sistemlerde, lifler arasında pozitif yönde bir etkileşim meydana gelmekte ve her lif türünün kendine has özelliklerinden faydalanarak üstün özellikli ve amaca uygun özel betonlar üretilmektedir. Farklı özellikteki liflerin kombinasyonu ile oluşan bu pozitif etkileşimin neticesi olarak hibrit lif donatılı betonların mekanik performansı daha dengeli olmaktadır. Bu sayede hem mukavemette hem de deformasyon kapasitesinde önemli ölçüde iyileşmeler gözlemlenmektedir (Çivici & Güngör, 2016; Demirhan, 2017; Türk ve ark., 2022).

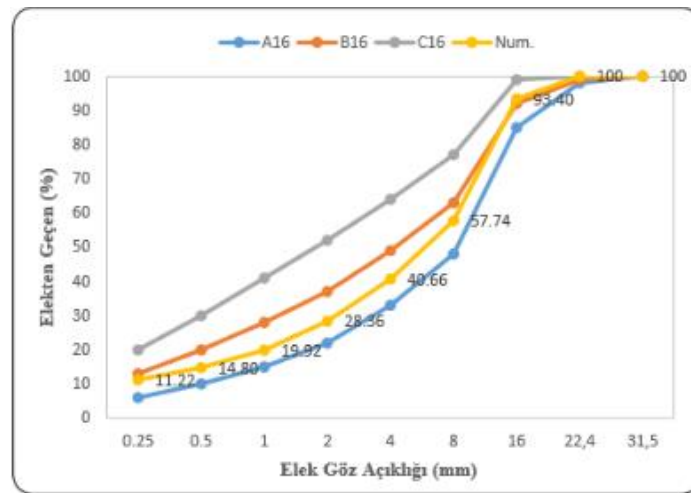
Verilen bu bilgiler doğrultusunda yapılacak çalışma ile farklı boyutsal özelliklerdeki çelik liflerin hibritlenmesinin betonun mekanik özelliklerine etkisinin incelenmesi amaçlanmıştır.

## 2. Materyal ve Yöntem

DeneySEL çalışmada, TS EN 197-1'e uygun CEM I 42.5 N Portland tipi çimento, kalker esaslı 0-4, 4-8, 4-16 mm dane dağılımına sahip agregalar, polikarboksilik eter esaslı, yeni nesil süperakışkanlaştırıcı beton katkı malzemesi, mikro lif olarak ASTM A820, EN 14889-1 standartlarına uygun şekilde üretilen Mikro lif Dramix OL 6/16 (6 mm uzunluk / 0,16 mm çap) parlak, yüksek karbonlu tel, makro lif olarak ASTM A820, EN 14889-1 standartlarına uygun şekilde üretilmiş Makro lif Dramix 3D 45/35 (45 mm narinlik / 35 mm uzunluk) parlak, suda çözünen tutkalla yapıştırılmış tel olarak tanımlanan lif kullanılmıştır. Üretilen betonlarda su/çimento oranı 0.40 alınmış ve çelik lifler hacimce %1 oranında betona katılmıştır.

Çizelge 1. CEM-I 42,5 N tipi portland çimentosu özellikleri

Kimyasal Bileşenler	(%)	Fiziksel özellikler	Mekanik özellikler	N/mm <sup>2</sup>	
SiO <sub>2</sub>	19.96	Özgül ağırlık (g/cm <sup>3</sup> )	3.06	2 Günlük basınç dayanımı	21.6
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.03	Özgül yüzey (cm <sup>2</sup> /g)	3641	7 Günlük basınç dayanımı	42.7
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.88	0.090 mm elek kalıntısı (%)	0.1	28 Günlük basınç dayanımı	61.5
CaO	63.6	0.045 mm elek kalıntısı (%)	4		
MgO	1.17	Standart kıvam su miktarı	29.6		
K <sub>2</sub> O	0.8	Priz başlama süresi (dk)	190		
Na <sub>2</sub> O	0.27	Priz sona erme süresi (dk)	260		
SO <sub>3</sub>	2.79	Genleşme (mm)	1		
Cl	0.005				
TiO <sub>2</sub>					
Mn <sub>2</sub> O <sub>2</sub>					
K <sup>2</sup> O	3.02				



Şekil 1. Agreg granülometri eğrisi.



Şekil 2. Piringç kaplı mikro çelik lif.



Şekil 3. Tutkallı kancalı 3D makro çelik lif.



Şekil 4. Süper akışkanlaştırıcı kimyasal katkı.

Çalışma kapsamında üretilen lifsiz ve lifli betonların 1 m<sup>3</sup> için gerekli olan miktarları Çizelge 2’de verilmiştir. Numune serileri [TS 802 Beton Karışımı Hesap Esasları \(2016\)](#)’na göre Çizelge 2’de verilen karışım oranlarına uygun olarak hazırlanmıştır. R kodu, geleneksel beton karışımını, ÇL1 makro lif türünün kullanıldığı karışımı, ÇL2 mikro lif türünün kullanıldığı karışımı, H kodu ise liflerin hibrit olarak kullanıldığı karışımı temsil etmektedir.

Çizelge 2. Beton serilerine ait 1 m<sup>3</sup> için karışım miktarları (kg)

Malzemeler	R	ÇL <sub>1</sub>	ÇL <sub>2</sub>	H
Çimento	475	475	475	475
Su	190	190	190	190
0-4 Agregası	672.4	661.1	661.1	661.1
4-8 Agregası	419.6	413.2	413.2	413.2
4-16 Agregası	587.5	578.5	578.5	578.5
Akışkanlaştırıcı	2.38	2.38	2.38	2.38
ÇL1		78.5		39.25
ÇL2			71.8	35.9



Numune serileri Çizelge 2’de verilen oranlara uygun olarak Şekil 5’te verilen beton mikserinde hazırlanmıştır. Beton serilerinin hazırlanmasında taze betonun homojen karışması için her seri için üç aşamada beton karışımları hazırlanmıştır.



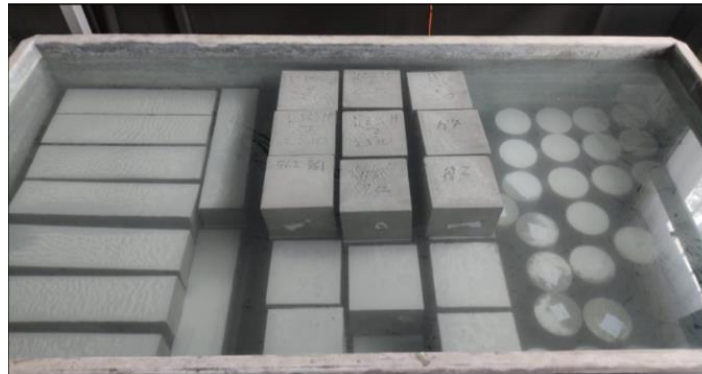
Şekil 5. Beton mikserinde numunelerin hazırlanması.

Hazırlanan taze betonlar, Şekil 6’da görüldüğü gibi önceden hazırlanıp yağlanan ve sarsma tablasına yerleştirilen kalıplara 2 kademede yerleştirilmiştir. Her kademede sarsma tablasında 30 sn sarsma işlemine tabi tutulmuştur.



Şekil 6. Sarsma tablası.

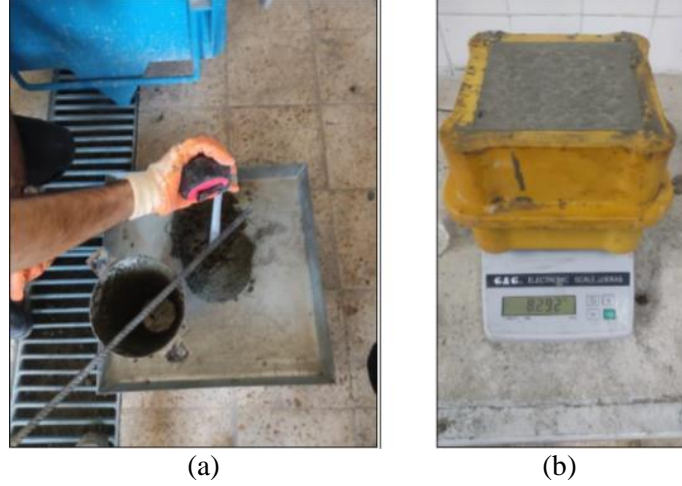
Sarsma tablasından alınan numuneler kalıplarda laboratuvar ortamında 24 saat bekletilmiştir. Prizini alan numuneler kalıplardan çıkarılıp Şekil 7’de verilen standart kür havuzunda istenilen yaşa gelinceye kadar kür işlemine tabi tutulmuşlardır. Daha sonra kür sürelerini tamamlayan numuneler belirlenen beton deneylerine tabi tutulmuştur.



Şekil 7. Su kürüne tabi tutulan numuneler.

## 2.1. Çökme (Slump) ve taze beton birim hacim ağırlık deneyi

Karışımların taze beton kıvamını çökme (Slump) deneyi ile belirlemek amacıyla Şekil 8'de verilen huni ile TS EN 12350-2 (2019)'ye uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Tasarlanan betonlarda betonun çökme değeri  $14 \pm 2$  cm 'de sabit tutulacak şekilde süper akışkanlaştırıcı katkı kullanılmıştır. Ayrıca taze beton birim hacim ağırlıkları belirlenmiştir.



Şekil 8. Taze beton deneyleri (a) çökme (slump) deneyi (b) birim hacim ağırlık deneyi.

## 2.2. Beton basınç dayanımı deneyi

Basınç dayanımları için 150x150x150 mm boyutlarındaki numuneler hazırlanmıştır. İstenilen kür yaşlarına ulaşan numunelerin basınç dayanım değerleri, TS EN 12390-3 (2019)'e uygun olarak Şekil 9'da verilen tek eksenli beton basınç presi yardımıyla belirlenmiştir.



Şekil 9. Beton basınç dayanımı testi.

## 2.3. Kiriş eğilmede çekme dayanımı deneyi

Kiriş eğilmede çekme dayanım değerleri için 100x100x400 mm boyutlara sahip beton numuneleri üretilmiştir. Numunelerin eğilme kapasitesini, süneklilik ve eğilme tokluğunu değerlendirmek amacıyla dört noktalı eğilme testi; Şekil 10'da verilen Shimadzu marka test cihazı kullanılarak iki noktadan yükleme ile TS EN 12390-5 (2019) standardına uygun olarak yapılmıştır.

Cihaz yükleme hızı 165 N/sn olarak seçilmiştir. Deney sırasından yük göstergesinde ulaşılan en büyük yük kaydedilmiştir. Eğilme dayanımı, denklem 1’de verilen eşitlik kullanılarak hesaplanmıştır:

$$f_{cf} = F * L / d_1 * d_2^2 \quad (1)$$

Burada;

$f_{cf}$  : Eğilme dayanımı MPa (N/mm<sup>2</sup>)

$F$  : En büyük yük (N)

$L$  : Mesnet silindir merkezleri arasındaki açıklık (mm)

$d_1, d_2$  : Numunenin en kesit boyutları, mm



Şekil 10. Shimadzu kiriş eğilme cihazı ve eğilme testi.

#### 2.4. Yarmada çekme dayanımı deneyi

Üretilen beton serilerinin 28 ve 90 günlük kür yaşlarında yarmada çekme dayanım değerlerinin belirlenmesi amacıyla 100 mm çapında 200 mm uzunluğuna sahip ve her test yaşı için 2 adet silindir numune üretilmiştir. Numunelerin yarmada çekme dayanımı Şekil 11’de görüldüğü gibi basınç presi içerisine yerleştirilen yarma dayanımı aparatı yardımıyla belirlenmiştir.



Şekil 11. Yarmada çekme dayanım testi.

Basınç presinden okunan en büyük kuvvet değeri tespit edilmiştir. Yarmada çekme dayanım değeri [TS EN 12390-6 \(2024\)](#) standartlarına uygun olarak yapılmıştır. Yarmada çekme dayanım değeri denklem 2’de verilen eşitlik kullanılarak hesaplanır:

$$f_{ct} = 2 * F / (\pi * L * d) \quad (2)$$

Burada;

- $f_{ct}$  : Yarmada çekme dayanım (MPa)  
 $F$  : En büyük yük (N)  
 $L$  : Numunenin yükleme parçasına temas çizgisi uzunluğu (mm)  
 $d$  : Numunenin seçilen en kesit boyutu (mm)

### 3. Bulgular

#### 3.1. Çökme (Slump) ve birim hacim ağırlık deneyi sonuçları

Numunelerin çökme miktarını belirlemek ve çökme miktarına lif etkisini gözlemlemek amacıyla her seriye TS EN 12350-2 standardı baz alınarak çökme deneyi uygulanmıştır. Lifler, yüksek yüzey alanına sahip olduğundan karışımın vizkozitesini arttırmaktadır. Diğer karışım parametrelerine de bağlı olarak tazen betonun işlenebilirliği, genel olarak liflerin eklenmesiyle azalmaktadır ([Demirhan, 2017](#)). Düz liflerle karşılaştırıldığında kancalı çelik lifin ankraj ve yapışma etkisi daha fazla olduğundan akma gerilmesini daha fazla arttırmaktadır fakat daha yüksek çekme dayanımı sağlamaktadır. ([Akeed ve ark., 2022](#)). Çökme değerlerinin verildiği Çizelge 3 incelendiğinde üretilen betonlarda çökme değerlerinin 12 cm ve 18 cm aralığında değiştiği görülmektedir. Çökme deneyi sonuçlarına bakıldığında R serisinde 18 cm, ÇL1 serisinde 12 cm, ÇL2 serisinde 16 cm, H serisinde ise 14 cm çökme değeri ölçülmüştür. Hedeflenmiş çökme değeri olan 14±2 cm değerinin sağlandığı görülmektedir. Lif takviyesinin betonun vizkozitesini arttırdığı bilindiğinden referans serisinden en fazla çökme değerinin elde edilmesi beklenen bir sonuçtur. ÇL1 serisinde kancalı lif türünün kullanılması ÇL2 serisine göre daha az çökme yapmasına sebep olmuştur. H serisinde mikro ve makro lifler hibritlendiğinden H serisinde meydana gelen çökmenin ÇL1 ve ÇL2 serilerinin çökme değerlerinin arasında bir değer olması beklenen bir sonuçtur.

Çizelge 3’te verilen birim hacim ağırlık değerleri incelendiğinde tüm serilerin değerlerinin birbirlerine çok yakın olduğu görülmektedir. Beton içerisine lif eklenmesiyle birim ağırlıkta düşüş meydana geldiği olduğu, bu düşüşün makro lif eklenen seride mikro lif eklenen seriye göre daha fazla olduğu, liflerin hibritlendiği seride ise bu iki seride elde edilen değerlerin arasında bir değer elde edildiği görülmektedir. Beton karışımına makro lif eklenmesiyle yaklaşık olarak %1.30, mikro lif eklenmesiyle %0.65, hibrit liflerin eklenmesiyle %0.85 oranında birim ağırlıkların düştüğü gözlemlenmiştir. Mikro lifli ÇL2 serisinin işlenebilirliği makro ÇL1 den daha yüksek olduğundan ÇL2 serisinin beton doluluk oranı daha fazla olmakta buna bağlı olarak birim hacim ağırlığı daha yüksek olmaktadır. H serisinin birim ağırlık değerinin ÇL1-ÇL2 değerlerinin arasında bir değer olması beklenen bir sonuçtur ve tüm seriler için işlenebilirlik değerleriyle birim ağırlık değerleri birbirini doğrulamaktadır.

Yazıcı, değişik oranlarda kısa ve uzun çelik kullanımının betonun özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Çalışmada bu amaçla s/ç oranı 0.50 olan betonlarda uzunlukları 40 mm ve 60 mm olan 0.75 mm çaplı (l/d oranı 40 ve 60) çelik lifler betonlara hacimce %0, %0.5, %0.75 ve %1 oranlarında katılmıştır. Betona lif eklenmesi ile betonun işlenebilirliğinin azaldığını, bu azalmanın uzun lifli karışımlarda kısa lifli karışımlara kıyasla daha yüksek olduğunu gözlemlemiştir ([Yazıcı, 2017](#)).

Bozkurt ve arkadaşları, uçucu kül ile üretilen lif takviyeli kendiliğinden yerleşen betonun taze beton ve mekanik özellikleri üzerine etkisini incelemiştir. Bir adet kontrol kendiliğinden yerleşen beton ve 10 adet lif takviyeli kendiliğinden yerleşen beton tasarlandı. Tasarımında farklı uzunluk ve boy/çap oranlarında 3 makro ile 1 mikro çelik lif kullanarak tekil ve karma lif takviyeli kendiliğinden yerleşen beton karışımları üretildi. Karma lif takviyeli kendiliğinden yerleşen karışımları her makro lifin mikro lif ile birlikte ağırlıkça 2 farklı oranda (%50 ve %75) kullanımı ile hazırlandı. Deney sonuçlarında makro fiber kullanımının daha düşük taze beton özellikleri verdiği gözlemlendi ([Bozkurt ve ark., 2013](#)).

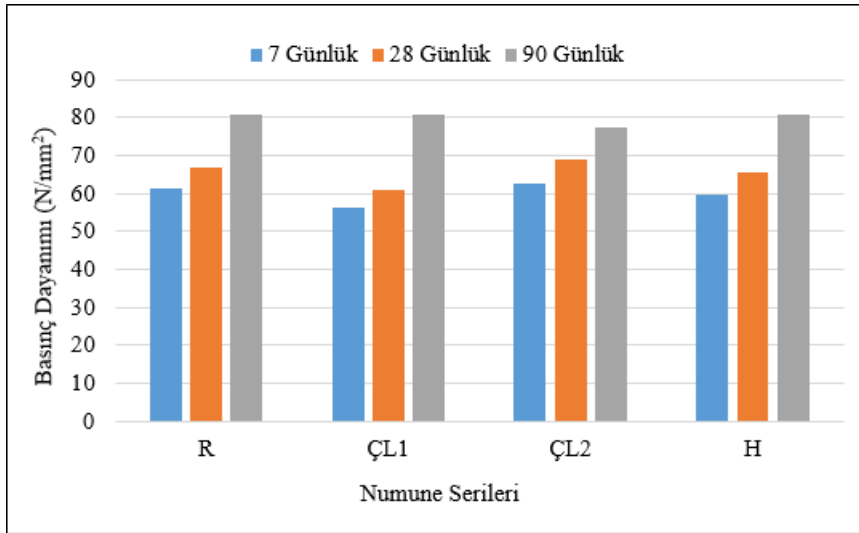
Literatürdeki çalışmalarda lif takviyesi ile taze beton özelliklerinde azalmalar tespit edilmiştir ve bu azalma lif içeriği ve geometrisi ile doğru orantılıdır ([Aral, 2006](#)).

Çizelge 3. Çökme ve birim hacim ağırlık deneyi sonuçları

Numune Serileri	Çökme (cm)	Birim ağırlık (kg/dcm <sup>3</sup> )
R	18	2.465
ÇL1	12	2.433
ÇL2	16	2.449
H	14	2.444

### 3.2. Beton basınç dayanım değerleri

Çelik lifli betonların mekanik özelliklerinden basınç dayanım değerlerine hibritlenmenin etkisinin araştırıldığı bu çalışmada elde edilen 7, 28 ve 90 günlük basınç dayanım ortalama değerleri Şekil 12’de verilmiştir. Grafik incelendiğinde; 7 günlük değerlerde minimum ve maksimum dayanım değerleri sırasıyla 56.16 ve 62.71 MPa olarak ÇL1 ve ÇL2 serilerinden elde edildiği görülmektedir. 28 günlük yaşlardan elde edilen basınç dayanım değerleri ise en düşük dayanım 60.96 MPa olarak ÇL1’den, en yüksek dayanım ise 69.07 MPa ile ÇL2 serisinden 7 günlük yaşlarda olduğu gibi minimum ve maksimum dayanım değerleri ÇL1 ve ÇL2 serilerinden elde edilmiştir. 90 günlük basınç dayanım değerlerine bakıldığında değerlerde artış gözlemlenirken, ÇL2 serisinde bu değer 77.52 MPa, diğer üç seride elde edilen değerler aynı olup 81 MPa olarak elde edilmiştir.



Şekil 12. Çelik lifli betonların basınç dayanım değerleri (MPa).

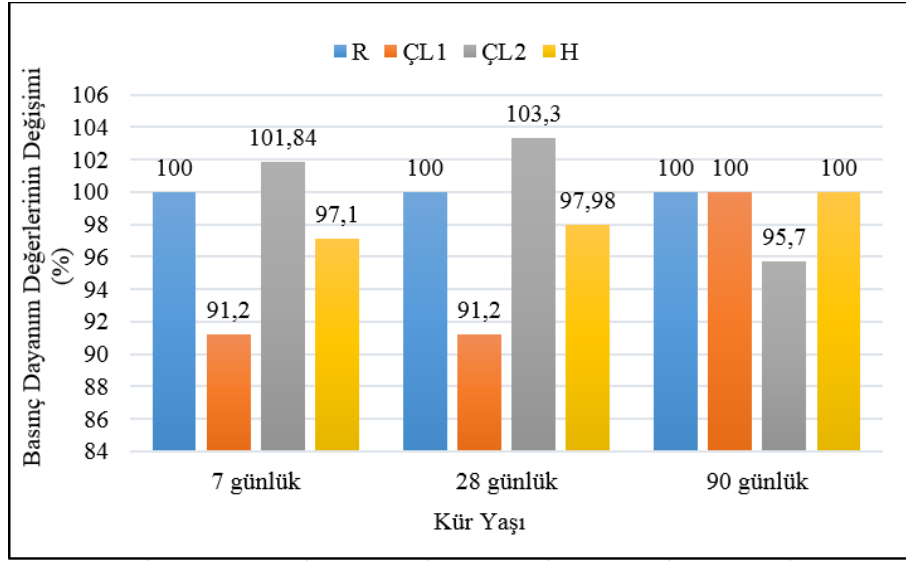
Çelik lifli betonların referansa oranla basınç dayanım değişim değerleri yüzdesel olarak incelendiğinde 7 günlük yaşlarda kontrol numunesine oranla ÇL1 numunesinde yaklaşık %9 dayanımda azalma meydana geldiği ve ÇL2 numunesinde ise %1.8 dayanımda artış olduğu görülmüştür. 28 günlük yaşlarda ise ÇL1 numunesinde 7 günlükte olduğu gibi yaklaşık %9 dayanımda azalma ve ÇL2 numunesinde ise %3.3 oranında dayanımda artış olduğu görülmektedir. 90 günlük yaşlarda kontrol numunesi ve ÇL1 numunesinde aynı değerler elde edildiğinden bu iki seri arasında oransal bir azalma ya da artıştan söz edilememektedir. Diğer yandan ÇL2 serisinde %4 oranında bir azalma gözlemlenmektedir. Hibrit numunelerinin referansa oranla 7 günlük yaşlarda %2.9, 28 günlük yaşlarda %2’lik dayanım kaybı görülürken 90 günlük yaşlarda ise herhangi bir dayanım kaybı ya da artışı görülmemektedir. Bu dayanım farklılıklarının ÇL1 lif türünün 35 mm uzunlukta ve kancalı olması, ÇL2 lif türünün ise 6 mm uzunluğa ve kancasız olması nedenlerinden dolayı karşısında ÇL2 lif türünün daha homojen dağılım gösterdiği ve basınç dayanımına katkı sağladığı düşünülmektedir. Tek tip lif ve karma lif içeren numuneler referans numunesiyle karşılaştırıldığında küçük oranlarda azalma ve artma gösteren değerler bulunmuştur. Genel olarak liflerin tekil veya hibrit olarak kullanımının basınç dayanımı üzerinde sınırlı bir etkiye sahip olduğu görülmüştür.

Türk ve arkadaşlarının benzer işlenebilirliğe sahip farklı boyut (makro ve mikro) ve narinlikteki çelik lif takviyeli kendiliğinden yerleşen beton (KYB) karışımların mühendislik ve işlenebilirlik

özelliklerini araştırdığı çalışmada, karışıma makro ve mikro çelik liflerin ilave edilmesi basınç dayanımında azalmaya neden olduğu gözlemlenmiştir (Türk ve ark., 2022).

Nusret ve arkadaşlarının, makro ve mikro lif kullanarak tekil ve karma lif olarak tasarladığı lif takviyeli kendiliğinden yerleşen betonlar üzerinde yapılan çalışmada, tüm serilerin kendi gruplarında aynı kürlenme yaşlarında benzer basınç dayanımı davranışları gösterdiği gözlemlenmiştir. Hibrit karışımda tekli lif kullanımında lif boyutlarının ve makro lif yoğunluğunun azalması, basınç dayanımı sonuçlarında bir miktar artışa neden olmuştur (Bozkurt ve ark., 2013).

Betona lif katkısı basınç dayanımı üzerinde olumlu veya olumsuz sonuçlar oluşturabilmektedir (Alkayış & Başyigit, 2021). Çelik lif takviyeli betonlar üzerinde yapılmış değişik araştırma sonuçlarına göre, lifler betonun basınç dayanımına her zaman olumlu etkilememekte, belirli seviyede basınç dayanımında bir artış gösterebileceği gibi bazen de dayanım kaybı ortaya çıkmaktadır (Aral, 2006).



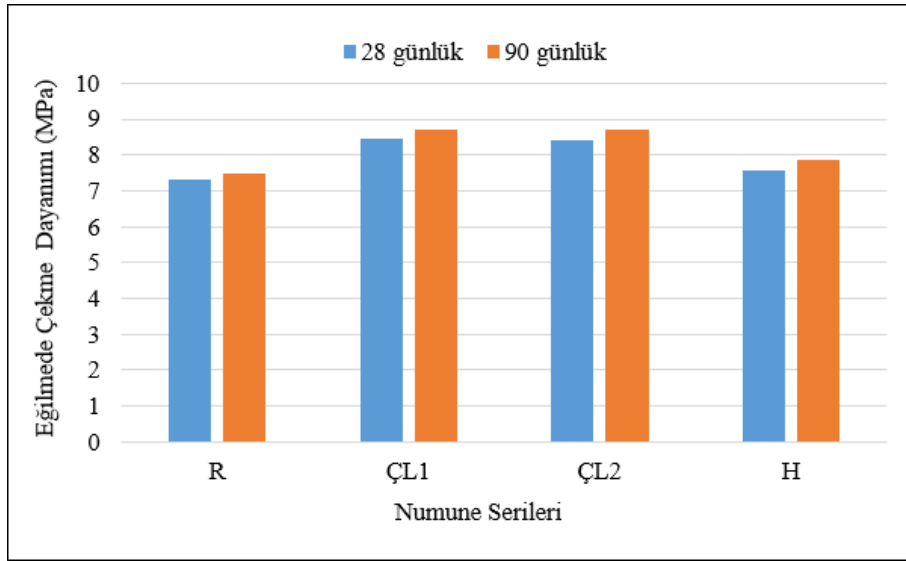
Şekil 13. Çelik lifli betonların basınç dayanım değerlerinin yüzdelik değişimleri (%).

### 3.3. Kiriş eğilmede çekme dayanım değerleri

Çelik lifli betonların eğilme dayanım değerlerine hibritlenmenin etkisinin araştırıldığı bu çalışmada elde edilen 28 günlük ve 90 günlük eğilme dayanım ortalama değerleri Şekil 14'te verilmiştir. Grafik incelendiğinde; 28 günlük değerlerde minimum ve maksimum dayanım değerleri sırasıyla 7.32 ve 8.47 MPa olarak R ve ÇL1 serilerinden elde edilmiştir. 90 günlük değerlerde minimum ve maksimum dayanım değerleri sırasıyla 7.49 ve 8.72 MPa olarak 28 günlük değerlerde de olduğu gibi R ve ÇL1 serilerinden elde edilmiştir. Bunun yanı sıra 28 günlük ve 90 günlük seri sonuçları incelendiğinde tüm serilerde elde edilen değerlerin birbirine yakın olduğu görülmektedir.

Çelik lifli betonların referansa oranla eğilme dayanım değişim değerleri yüzdesel olarak incelendiğinde 28 günlük değerler için en düşük dayanım artışı yaklaşık %3.28 ile H numunesinden, en yüksek dayanım artışı ise %15.71 ile ÇL1 numunelerinden elde edildiği görülmektedir. 90 günlük değerler için en düşük dayanım artışı yaklaşık olarak %5.21 ile H numunesinden, en yüksek dayanım artışı ise %16.42 ile ÇL1 numunelerinden elde edildiği görülmektedir. Genel olarak liflerin tekil ve hibrit kullanımının eğilme dayanımı üzerinde pozitif etkileri olurken, tek tip lif kullanılan serilerde daha yüksek oranda iyileşmeler elde edilmiştir. ÇL1 numunesinin en yüksek dayanıma ulaşmasının nedeni; ÇL1 lifinin kancalı ve daha yüksek narinliğe sahip olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bununla beraber ÇL1 ve ÇL2 serilerinden elde edilen değerler birbirlerine oldukça yakındır. H serisinde tek tip liflerin kullanıldığı serilere kıyasen istenilen düzeyde iyileşmenin elde edilememesinin sebebinin hibrit lif kullanılmasından kaynaklı meydana gelen bir topaklaşma sorunundan ya da liflerin beton içerisindeki yönelimlerinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Bir diğer varsayım ise matris içindeki liflerde

meydana gelen sıyrılmalardan kaynaklı liflerden beklenen performansın elde edilememesidir (Aral, 2006).



Şekil 14. Çelik lifli betonların eğilmede çekme dayanım değerleri (MPa).

Kim ve arkadaşları, çalışmalarında makro ve mikro lifler içeren karma lif takviyeli betonlarda termal gerilmelerle çatlak dayanımını artırmaya çalışmışlardır ve bunun için 6 ve 12 mm'lik mikro lifler ve 30 mm'lik makro lif kullanmışlardır. Aynı lif yüzdesinde karma lifin etkisini açık bir şekilde göstermişlerdir. Mikro lif takviyeli betonun ilk çatlaklara daha fazla direnç gösterdiğini ve bu oluşumun mikro çatlakların mikro lifler tarafından önlenmesiyle açıklanabileceğini belirtmişlerdir. Diğer taraftan, her ne kadar makro lif takviyeli betonun ilk çatlak dayanımı mikro lif takviyeli betonun ilk çatlak dayanımından biraz az olsa da maksimum yükten sonraki kırılma tokluğu daha fazladır. Karma lif takviyeli betonlar içinde ilk çatlak başlamasına karşı direnç ve tokluk mikro ve makro lif takviyeli betonlara göre dikkate değer bir şekilde artmıştır. Sonuç olarak lif tipi ve yüzdesinin uygun bir kombinasyonu ile çatlama karşı yüksek dirence sahip yüksek performanslı betonların üretilebileceğini belirtmişlerdir (Nam-Wook ve ark., 1999).

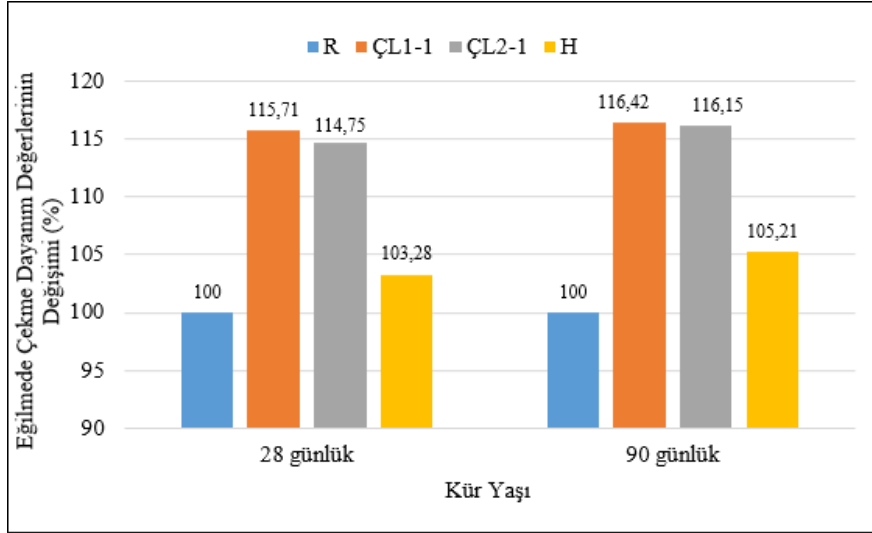
Banthia ve arkadaşları, yaptıkları çalışmada makro ve mikro çelik liflerin aynı karışımda birlikte kullanımını araştırmışlardır. 3 farklı tip makro lifin karışımdaki kullanım oranı 40 kg/m<sup>3</sup> olarak sabit tutulmuş, bu kompozitler daha sonra çelik mikro liflerle hacimce %1 ve %2 oranlarında karma lifli kompozit üretmek üzere takviye edilmiştir. Bunun sonucunda karma lifli kompozitlerin sadece basınçta güçlü olmadığı aynı zamanda eğilme sırasında daha büyük dayanım ve enerji yutma yeteneği gösterdikleri görülmüştür (Banthia ve ark., 2000).

Bozkurt ve arkadaşları, kontrol kendiliğinden yerleşen beton (KYB) ve 10 adet lif takviyeli kendiliğinden yerleşen beton (LTKYB) tasarlamıştır. LTKYB tasarımında farklı uzunluk ve boy/çap oranlarında 3 makro ile 1 mikro çelik lif kullanarak tekil ve karma LTKYB karışımları üretildi. Karma LTKYB karışımları her makro lifin mikro lif ile birlikte ağırlıkça 2 farklı oranda (%50 ve %75) kullanımı ile hazırlandı. LTKYB serisinin eğilme çekme mukavemetleri kontrol KYB serisine göre oldukça yüksek çıkmıştır. Makro lifler en yüksek eğilme ve çekme dayanımı sonuçlarını vermiştir. Ayrıca karışımdaki lif boyutlarının ve makro lif yoğunluğunun azalması, düşük eğilme çekme mukavemeti değerlerinin elde edilmesine neden olmuştur. Makro liflerin mikro liflerle birlikte belirli oranlarda kullanılması daha iyi eğilme-çekme mukavemeti özellikleri sağlamıştır (Bozkurt ve ark., 2013).

Sato ve ark. (2000) uzun ve kısa çelik liflerin bir arada kullanıldığı karma lifli betonların basınç ve çekme dayanımlarının belirlenmesi için çeşitli deneyler yapmışlardır. Kısa lif olarak 6,13 ve 20 mm uzunluğundaki düz lifler, uzun lif olarak ise 30 mm uzunluğunda kancalı lifler kullanılmıştır. Kısa lif yüzdesi %0 ile %6 arasında, uzun lif yüzdesi ise %0 ile %2 arasında değişmektedir. Lif yüzdesinin 27 artmasıyla beraber kompozitlerin basınç ve çekme dayanımlarının arttığı ve bu dayanım değerlerinin lifin narinlik oranı ile hacim yüzdesinin bir fonksiyonu olduğu, yapılan çalışmalardan görülmüştür.

Ayrıca, uzun lif miktarının artmasının süneklik için kısa liflerden daha iyi olduğu ve uzun lif miktarının, çekme gerilmesi-çatlak açılımı eğrisinde yumuşama rejiminin şeklini büyük ölçüde etkilediği sonuçları da bu çalışmadan elde edilmiştir (Sato ve ark., 2000).

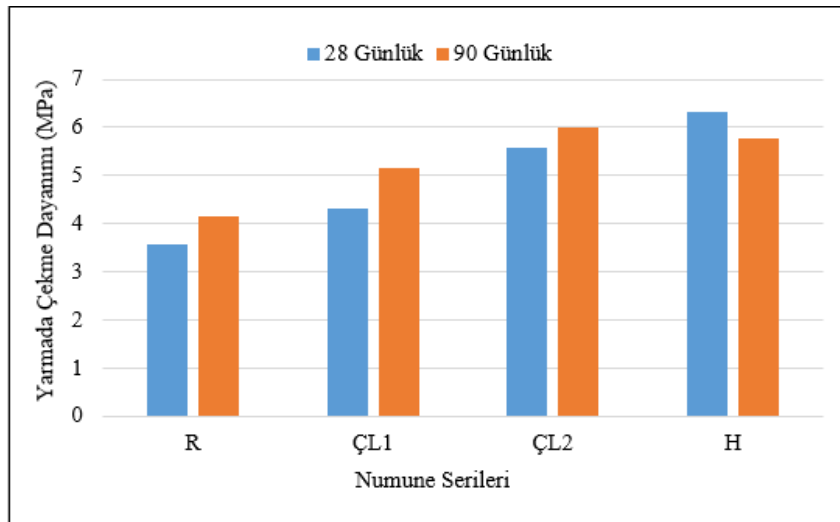
Türk ve arkadaşlarının benzer işlenebilirliğe sahip farklı boyut (makro ve mikro) ve narinlikteki çelik lif takviyeli kendiliğinden yerleşen beton (KYB) karışımların mühendislik ve işlenebilirlik özelliklerini araştırdığı çalışmada, karışıma makro ve mikro çelik liflerin ilave edilmesi basınç dayanımında azalmaya neden olurken, yarmada çekme ve eğilmede çekme dayanımlarında ise artışa neden olduğu tespit edilmiştir. Lifli karışımlar içerisinde yarmada çekme dayanımlarında en fazla artış, karma lifli KYB numunelerinde görülürken eğilmede çekme dayanımında ise en fazla artışın sadece makro lif içeren karışımda olduğu tespit edilmiştir (Türk ve ark., 2022).



Şekil 15. Çelik lifli betonların eğilme dayanım değerlerinin yüzdelik değişimleri (%).

### 3.4. Yarmada çekme dayanım değerleri

Çelik lifli betonların yarmada çekme dayanım değerlerine hibritlenmenin etkisinin araştırıldığı bu çalışmada elde edilen 28 günlük ve 90 yarmada çekme ortalama değerleri Şekil 16’da verilmiştir. Grafik incelendiğinde; 28 günlük değerlerde minimum ve maksimum dayanım değerleri sırasıyla 3.58 ve 6.37 MPa olarak R ve H serilerinden elde edildiği görülmektedir. 90 günlük değerlerde minimum ve maksimum dayanım değerleri sırasıyla 4,15 ve 5,99 MPa olarak R ve ÇL2 serilerinden elde edildiği görülmektedir.



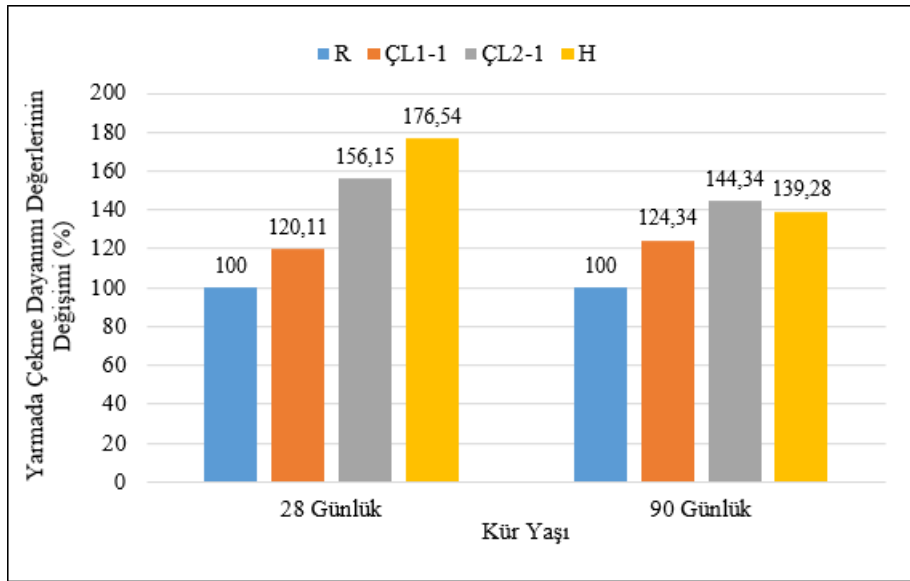
Şekil 16. Çelik lifli betonların yarmada çekme dayanım değerleri (MPa).



Yarmada çekme dayanım değerlerinin referans serisine oranla yüzde değişim değerleri incelendiğinde 28 günlük değerler için minimum yaklaşık %20 artış ile ÇL1 serisinden, maksimum artış ise %76.4 ile H serilerinden elde edildiği görülmektedir. 90 günlük değerler için minimum %24.34 artışla ÇL1 serisinden, maksimum artış ise %44.34 artış ile ÇL2 serilerinden elde edildiği görülmektedir. Bu durumun 28 günlük yarmada çekme değerleri için H serisinde bulunan %0.5 ÇL1 ve %0.5 ÇL2 liflerinin, 90 günlük yarmada çekme değerleri için ÇL2 serisindeki liflerin yarma eksenine dik doğrultuda diğer serilere oranla daha fazla lif olduğu ve yarma dayanım deney numunesinde 200 mm'lik çizgi boyu olmasından kaynaklı çizgi üstün lif yoğunluğunun bulunmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Yalçın, yapmış olduğu çalışmada uçları kancalı tip çelik liflerin tekli ve karma olarak kullanılmasının beton üzerinde etkisi araştırılmıştır. Çalışma sonucunda, tekil ve karma çelik liflerin kullanıldığı karışımlarda, lif narinliğinin ve hacim oranının artmasıyla daha yüksek yarma çekme dayanımları elde edilmiştir. Matris dayanımı yüksek olan tekli ve karma yüksek dayanımlı çelik lifli karışımlarda, yüksek çelik lif hacim oranına sahip numunelerde daha yüksek yarma çekme dayanımları belirlenmiştir. Bunun, yüksek matris dayanımlı betonlarda daha güçlü lif-matris ara yüzey bağının oluşmasından kaynaklandığı belirtilmiştir (Yalçın, 2009).

Türk ve arkadaşlarının benzer işlenebilirliğe sahip farklı boyut (makro ve mikro) ve narinlikteki çelik lif takviyeli kendiliğinden yerleşen beton (KYB) karışımların mühendislik ve işlenebilirlik özelliklerini araştırdığı çalışmada, karışıma makro ve mikro çelik liflerin ilave edilmesi basınç dayanımında azalmaya neden olurken, yarmada çekme ve eğilmede çekme dayanımlarında ise artışa neden olduğu tespit edilmiştir. Lifli karışımlar içerisinde yarmada çekme dayanımlarında en fazla artış, karma lifli KYB numunelerinde görülmüştür (Türk ve ark., 2022).



Şekil 17. Çelik lifli betonların yarmada çekme dayanım değerlerinin yüzdelik değişimleri (%).

#### 4. Tartışma ve Sonuç

Bu çalışmada, lif şekli, lif narinliği, tekil ve hibrit lif kullanımının; çelik lifli betonun mekanik performansı üzerine etkilerinin deneysel araştırması sunulmuştur. Yapılan çalışma ile numunelerin mekanik özellikleri incelendiğinde, lif geometrisinin, narinliğinin yanı sıra lif dağılımının ve lif açısının sonuçlar üzerindeki etkisi açıkça görülmektedir. Farklı mekanik özellikler için en iyi performansın farklı numunelerden elde edildiği görülmüştür.

Lifler, basınç dayanımı üzerinde sınırlı bir etkiye sahip iken, eğilmede çekme ve yarmada çekme dayanımı üzerinde pozitif yönde daha etkili olmuştur.

Basınç dayanımında mikro liflerin pozitif etkisi görülürken, eğilmede çekme dayanımında daha yüksek narinliğe sahip kancalı çelik liflerin pozitif etkileri görülmüştür.

Yarmada çekme dayanımı sonuçları üzerinde en önemli faktörlerin lif yoğunluğu ve lif açısı olduğu sonucuna varılmıştır.

Liflerin homojen dağılımı ve lif açıları performans üzerinde etkili olduğundan literatürdeki konuyla alakalı var olan yöntemler araştırılmalı ya da yenilikçi bir yöntem geliştirilerek bu problemlerin önüne geçilmelidir.

Lif kenetlenme probleminin önüne geçebilmek için farklı narinlikteki liflerin kombinlemesinin performansı incelenmelidir.

## Kaynakça

- ACI 544.1R-96, A. (2002). *State-of-the-art report on fiber reinforced*. USA, American Concrete Institute.
- Açıkgenç, M. (2015). *Çelik lif donatılı betonların tasarımı için grafik tabanlı bir yaklaşım*. (Doktora tezi), Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Elazığ, Türkiye.
- Akeed, M. H., Qaidi, S., Ahmed, H. U., Emad, W., Faraj, R. H., Mohammed, A. S., Tayeh, B. A., & Azevedo, A. R. G. (2022). Ultra-high-performance fiber-reinforced concrete. Part III: fresh and hardened properties. *Case Studies in Construction Materials*, 17, e01289. doi:10.1016/j.cscm.2022.e01289
- Alkayış, M. H., & Başyigit, C. (2021). Lif katkısının beton darbe dayanımına etkisi. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 24, 455-462. doi:10.31590/ejosat.897865
- Aral, M. (2006). *Karma Lif İçeren Çimento Esaslı Kompozitlerin Mekanik Davranışı Bir Optimum Tasarım*. (Yüksek lisans tezi), İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Türkiye.
- Arslan, E., & Sarıkaya, H. (2021). Farklı boyutlardaki poliamid, poliester ve jüt liflerin betonun mekanik davranışa etkisi. *Uşak Üniversitesi Fen ve Doğa Bilimleri Dergisi*, 1, 30-49. doi:10.47137/usufedbid.853757
- Badugea, S. K., Navaratnam, S., Abu-Zidan, Y., McCormack, T., Nguyen, K., Mendis, P., Zhang, G., & Aye, L. (2021). Improving performance of additive manufactured (3D printed) concrete: a review on material mix design, processing, interlayer bonding and reinforcing methods. *Structures*, 29, 1597-1609. doi:10.1016/j.istruc.2020.12.061
- Banthia, N., Yan, C., & Bindiganaville, V. (2000, September). *Development and application of high performance hybrid fiber reinforced concrete*. Fifth RILEM Symposium on Fibre-Reinforced Concretes (FRC), Lyon, France.
- Banthia, N., & Sappakittipakorn, M. (2007). Toughness enhancement in steel fiber reinforced concrete through fiber hybridization. *Cement and Concrete Research*, 37, 1366-1372. doi:10.1016/j.cemconres.2007.05.005
- Bozkurt, N., Yazıcıoğlu, S., & Gönen, T. (2013). The effect of single and hybrid fibres on fibre reinforced self compacting concrete produced with high level of fly ash usage. *SDU International Technologic Science*, 5(2), 11-21.
- Brandt, A. (2008). Fibre reinforced cement-based (FRC) composites after over 40 years of development in building and civil engineering. *Composite Structures*, 86, 3-9. doi:10.1016/j.compstruct.2008.03.006
- Çivici, F., & Güngör, E. (2016). Karma lifli betonların tokluk açısından değerlendirilmesi. *Dicle Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Mühendislik Dergisi*, 7(3), 365-376.
- Demirhan, S. (2017). *Nano malzemeler ile modifiye edilmiş yüksek performanslı hibrid lif donatılı betonlar*. (Doktora tezi), Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye.
- Gopalratnam, V., & Gettu, R. (1995). On the characterization of flexural toughness in fiber reinforced concretes. *Cement and Concrete Composites*, 17, 239-254. doi:10.1016/0958-9465(95)99506-O
- Jiao, D., Shi, C., Yuan, Q., An, X., Liu, Y., & Li, H. (2017). Effect of constituents on rheological properties of fresh concrete-A review. *Cement and Concrete Composites*, 83, 146-159. doi:10.1016/j.cemconcomp.2017.07.016
- Khalilpour, S., BaniAsad, E., & Dehestani, M. (2019). A review on concrete fracture energy and effective parameters. *Cement and Concrete Research*, 120, 294-321. doi:10.1016/j.cemconres.2019.03.013

- Kızılırmak, C., Aydın, S., & Yardımcı, M. Y. (2019). Çelik lif kanca geometrisinin yüksek dayanımlı lifli betonların statik ve darbe yükleri altında eğilme özelliklerine etkisi. *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 34(3), 1609-1627. doi:10.17341/gazimmfd.570893
- Kozak, M. (2013). Çelik lifli betonlar ve kullanım alanlarının araştırılması. *SDU Teknik Bilimler Dergisi*, 3(5), 26-35.
- Mehta, P., & Monteiro, P. (2006). *Concrete: Microstructure, Properties, and Materials*. New York: McGraw-Hill.
- Nam-Wook, K., Saeki, N., & Horiguchi, T. (2000). Crack and strength properties of hybrid fiber reinforced concrete at early ages. *Transactions of The Japan Concrete Institute*, 21, 241-246.
- Nataraja, M., Dhang, N., & Gupta, A. (1999). Stress-strain curves for steel fiber reinforced concrete under compression. *Cement and Concrete Composites*, 21, 383-390. doi:10.1016/S0958-9465(99)00021-9
- Neville, A. (1991). *Properties of Concrete*. London: Pitman.
- Sato, Y., Van Mier, J. G. M., & Walraven, J. C. (2000, September). *Mechanical characteristics of multi-modal fiber reinforced cement based composites*. Fifth RILEM Symposium on Fibre-Reinforced Concretes (FRC), Lyon, France.
- Sidiq, A., Gravina, R., & Giustozzi, F. (2019). Is concrete healing really efficient? a review. *Construction and Building Materials*, 205, 257-273. doi:10.1016/j.conbuildmat.2019.02.002
- Taşdemir, M., Şengül, Ö., Şamhal, E., & Yerlikaya, M. (2006). *Endüstriyel Zemin Betonları*. İstanbul: TMMOB İnşaat Mühendisleri Odası.
- Tittelboom, K. V., & De Belie, N. (2013). Self-Healing in cementitious materials-a review. *Materials*, 6(6), 2182-2217. doi:10.3390/ma6062182
- Topçu, İ. B., & Boğa, A. R. (2005). Uçucu kül ve çelik liflerin beton ve beton borularda kullanımı. *Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 18(2), 1-14.
- TS 802. (2016). *Beton karışım tasarımı hesap esasları*. Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- TS EN 12350-2. (2019). *Beton - taze beton deneyleri - Bölüm 2: çökme (slump) deneyi*. Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- TS EN 12390-3. (2019). *Beton - sertleşmiş beton deneyleri - Bölüm 3: deney numunelerinin basınç dayanımının tayini*. Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- TS EN 12390-5. (2019). *Beton - sertleşmiş beton deneyleri - Bölüm 5: deney numunelerinin eğilme dayanımının tayini*. Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- TS EN 12390-6. (2024). *Beton - sertleşmiş beton deneyleri - Bölüm 6: deney numunelerinin yarmada çekme dayanımının tayini*. Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- Türk, K., & Kına, C. (2017). Çimento esaslı kompozitlerde karma lif kullanımı. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 23(6), 671-678.
- Türk, K., Katlav, M., & Turgut, P. (2022). Karma lif takviyeli KYB karışımlarının işlenebilirlik ve mühendislik özelliklerinin araştırılması. *Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 11(2), 400-410. doi:10.17798/bitlisfen.984473
- Yalçın, M. (2009). *Çelik lif donatılı betonların performans dayalı tasarımı ve optimizasyonu*. (Doktora tezi), İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü. İstanbul, Türkiye.
- Yalçın, M., Taşdemir, C., & Taşdemir, M. A. (2009). Çelik lif donatılı betonların performans sınıflarının belirlenmesi. *İtüdergisi/d*, 8(6), 97-108.
- Yardımcı, M. (2007). Çelik lifli kendiliğinden yerleşen betonların reolojik, mekanik, kırılma parametrelerinin araştırılması ve optimum tasarımı. (Doktora tezi), Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, Türkiye.
- Yavuz, D., Güler, S., Korkut, F., & Türkmenoğlu, Z. F. (2016). Çelik lif katkılı betonların mekanik özelliklerinin incelenmesi. *Engineering Sciences*, 11(4), 93-99. doi:10.12739/NWSA.2016.11.4.1A0366
- Yazıcı, Ş. (2017). *Çelik lif boyu ve kullanım oranının çelik lifli betonun özelliklerine etkisi*. 5th International Symposium on Innovative Technologies in Engineering and Science, Baku, Azerbaycan.



## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

### Kalabak Tepe Kireçtaşlarının Nihai Taşıma Gücünün Farklı Analiz Yöntemleri ile Araştırılması

Tümay KADAKCI KOCA<sup>\*1</sup>, Mehmet KURUOĞLU<sup>2</sup>, Ekin KÖKEN<sup>3</sup>, Cem KINCAL<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Jeoloji Mühendisliği Bölümü, 48000, Muğla, Türkiye

<sup>2</sup>Dokuz Eylül Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, 35390, İzmir, Türkiye

<sup>3</sup>Abdullah Gül Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Nanoteknoloji Mühendisliği Bölümü, 38200, Kayseri, Türkiye

<sup>4</sup>Dokuz Eylül Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Jeoloji Mühendisliği Bölümü, 35390, İzmir, Türkiye  
Tümay KADAKCI KOCA, ORCID No: 0000-0002-6705-9117, Mehmet KURUOĞLU, ORCID No: 0000-0001-6680-5408, Ekin KÖKEN, ORCID No: 0000-0003-0178-329X, Cem KINCAL, ORCID No: 0000-0002-3279-4170

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

#### Makale Bilgileri

Geliş: 01.06.2023  
Kabul: 08.10.2023  
Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1308564

#### Anahtar Kelimeler

Kireçtaşı,  
Limit analiz,  
Sonlu elemanlar yöntemi,  
Taşıma gücü analizi,  
Temel kireç taşı,  
Veri analizi

**Öz:** Farklı kütle özelliklerine sahip kayaç kütlelerinin taşıma gücünü en doğru şekilde tahmin eden yöntemlerin seçiminde karşılaştırmalı çalışmalar önem kazanmaktadır. Hangi yöntemin daha sağlam sonuçlar verdiği dayandıkları parametrelerle ilişkili olmaktadır. Bu çalışmada, Miyosen yaşlı Kalabak Tepe (İzmir) kireçtaşlarının taşıma gücü incelemesi değişik yöntemler uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Kayaç kütle özellikleri Genelleştirilmiş Hoek-Brown yenilme ölçütü dikkate alınarak belirlenmiştir. Taşıma gücü için uygun yöntemlerin belirlenmesinde arazi modeli ve süreksizliklerin konumları dikkate alınmıştır. Kayacın kütle dayanım parametreleriyle birlikte limit analiz veya sonlu elemanlar yöntemlerinin taşıma gücü analizlerinde kullanılması uygun bir yaklaşım olmaktadır. Sonlu elemanlar yöntemiyle kireçtaşlarının nihai taşıma gücü, limit analiz yöntemlerinden elde edilenlerle karşılaştırılmıştır. Sonuç olarak, bazı limit analiz yöntemlerinden elde edilen sonuçlar, sonlu elemanlar ve diğer limit analiz yöntemlerinden elde edilenlerden daha yüksek bulunmuştur. Yöntemler arasındaki bulgu farklılıkları detaylıca tartışılarak yöntemlerin pratik kullanımına ışık tutulmuştur.

### Investigation of the Bearing Capacity of Kalabak Tepe Limestones by the Various Analysis Methods

#### Article Info

Received: 01.06.2023  
Accepted: 08.10.2023  
Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1308564

#### Keywords

Bearing capacity analysis,  
Data analysis,  
Finite elements method,  
Foundation,  
Limestone,  
Limit analysis

**Abstract:** Comparative studies play a crucial role in choosing the most accurate method to estimate the bearing capacity of rock masses with different mass characteristics. The robustness of these methods is closely related to the parameters involved in the method. In this study, bearing capacity analysis of the Miocene aged Kalabak Tepe (Izmir) limestone was performed by using different methods. The Generalized Hoek-Brown failure criterion was used to determine the properties of the rock mass. When selecting the best approach to estimate bearing capacity, we also considered the field model and orientation of the discontinuities. Limit equilibrium or finite element methods incorporating the rock mass strength parameters in bearing capacity analyses becomes a promising approach. We compared the results obtained from finite elements and limit analysis methods. Consequently, some limit analysis methods yielded greater bearing capacity than the other limit analysis and finite element methods. The differences in the findings among the methods were thoroughly discussed to shed light on the practical usage of the methods.

## 1. Giriş

Kayaçlar üzerine inşa edilen temellerin taşıma gücü ile ilgili çalışmalar son zamanlarda sıkça gündeme gelmektedir. Diğer taraftan, yerleşim alanları içinde kullanılabilir arsaların çok kıymetlenmesi ve bu tür alanlar üzerinde çok katlı binaların inşa edilmesi ekonomik yönden önem kazanmıştır. Bu nedenle, temeller vasıtasıyla kayaya aktarılan gerilmelerin göreceli büyüklüğü, sağlam kabul edilen kayaların dahi ayrıntılı olarak incelenmesini gerekli kılmaktadır. Kayaç kütleleri pek çok mühendislik uygulamasında fisürlerin, çatlakların ve gözeneklerin kapanmasından dolayı ilave kalıcı deformasyonlara maruz kalabilmektedir. Açık çatlaklı kayaçlarda, kayacın kendisi sağlam olarak tanımlansa da tasarımın esaslarını belirleyecek olan unsur; çatlakların kapanması veya sıkışmayla oluşan deformasyonlardır. Diğer taraftan, zayıf kayaçlarda ( $\sigma_{ci} < 10$  MPa) çatlama olmaksızın, doğrudan geriye dönüşü olmayan oturmaların meydana geldiği de bilinmektedir (Chaudhary, 2007). Çatlakların yüklenen yüzeye dik ve çeşitli açılar ile eğimlendiği durumları dikkate alan çalışmalarda, çatlaklı kayaçlara oturan temellerin altında bölgesel kırılmaların meydana geldiği ve yüklenen alanın kaya içindeki süreksizlik düzlemlerine bağımlı olduğu gösterilmiştir (Bell, 1975; Sowers, 1979; Kulhawy & Goodman, 1980; Warpinski, 1991; Li & Xia, 2000; Chen ve ark., 2006; Yang & Jing, 2011; Yang ve ark., 2013; Wu ve ark., 2020). Bu nedenle, süreksizlik içeren kayaç ortamlarında yenilme mekanizması incelenirken, meydana gelen kayma hareketleri dikkate alınarak temel için taşıma gücü analizi yapılmaktadır.

Pratik kaya mühendisliği uygulamalarında, nihai ve izin verilebilir taşıma gücünü belirleme yöntemleri doğrudan kayaca oturmuş, temel genişliğinin  $\frac{1}{4}$ 'ü kadar gömülmüş veya yüzeyde ( $D_f=0$ ) olan temeller için kullanılmakta olup, kazıklar ve kesonlar için kullanılmamaktadır (Wyllie, 2003). Ayrıca, kural olarak, temel tasarımı sadece taşıma gücüne göre değil, deformasyon/oturma, kayma duraylılığı gibi diğer etmenler de dikkate alınarak denetlenmektedir.

Terzaghi (1943)'de olduğu gibi geleneksel taşıma gücü hesaplamalarında, kayacın dayanımı doğrusal Mohr-Coulomb yenilme ölçütü tarafından belirlenmektedir. Çoğu deneysel çalışmalarda da vurgulandığı gibi, kayaçlarda çoğunlukla yenilme ölçütünün doğrusal olmadığı bilinmektedir (Hoek & Brown, 1980; Hoek, 1983; Agar ve ark., 1987; Santarelli, 1987; Goodman, 1989; Hoek & Brown, 1997; Baker, 2003; Jiang ve ark., 2003; Baker, 2004; Zhou ve ark., 2009; Yang & Huang, 2011). Literatürde önerilen, doğrusal olmayan yenilme ölçütleri arasında, izotropik kayacın dayanım özelliklerinin iyi modellenmesi açısından Hoek-Brown yenilme ölçütü dikkate alınmaktadır. Çatlaklar için Mohr-Coulomb dayanım koşulları benimsenirken, kütle dayanım özellikleri Hoek-Brown yenilme ölçütü ile modellenmektedir. Yang & Yin (2005) Genelleştirilmiş Hoek-Brown yenilme ölçütünü şerit bir temele uygulayarak nihai taşıma gücü ( $q_u$ ) için üst sınır çözümü geliştirmişlerdir (genelleştirilmiş tanjansiyel teknik). Saada ve ark. (2008), çatlak özellikleri ve yükleme durumlarına bağlı olarak temellerde farklı yenilme modelleri tanımlamışlardır. Daha yakın bir zamanda, Kadakci Koca & Koca (2022), baraj temeli altındaki çok çatlaklı ve farklı jeoteknik katmanlardan oluşan mika şist kaya kütlelerinin taşıma gücünü Genelleştirilmiş Hoek-Brown yenilme ölçütünü temel alan ampirik eşitlikler ve sonlu elemanlar yöntemiyle incelemiştir. Sonlu elemanlar yönteminden elde edilen kritik güvenlik katsayısı ve kritik oturma değerlerinden yola çıkarak izin verilebilir taşıma gücünü tahmin eden bir yöntem yazarlar tarafından ortaya koymuştur.

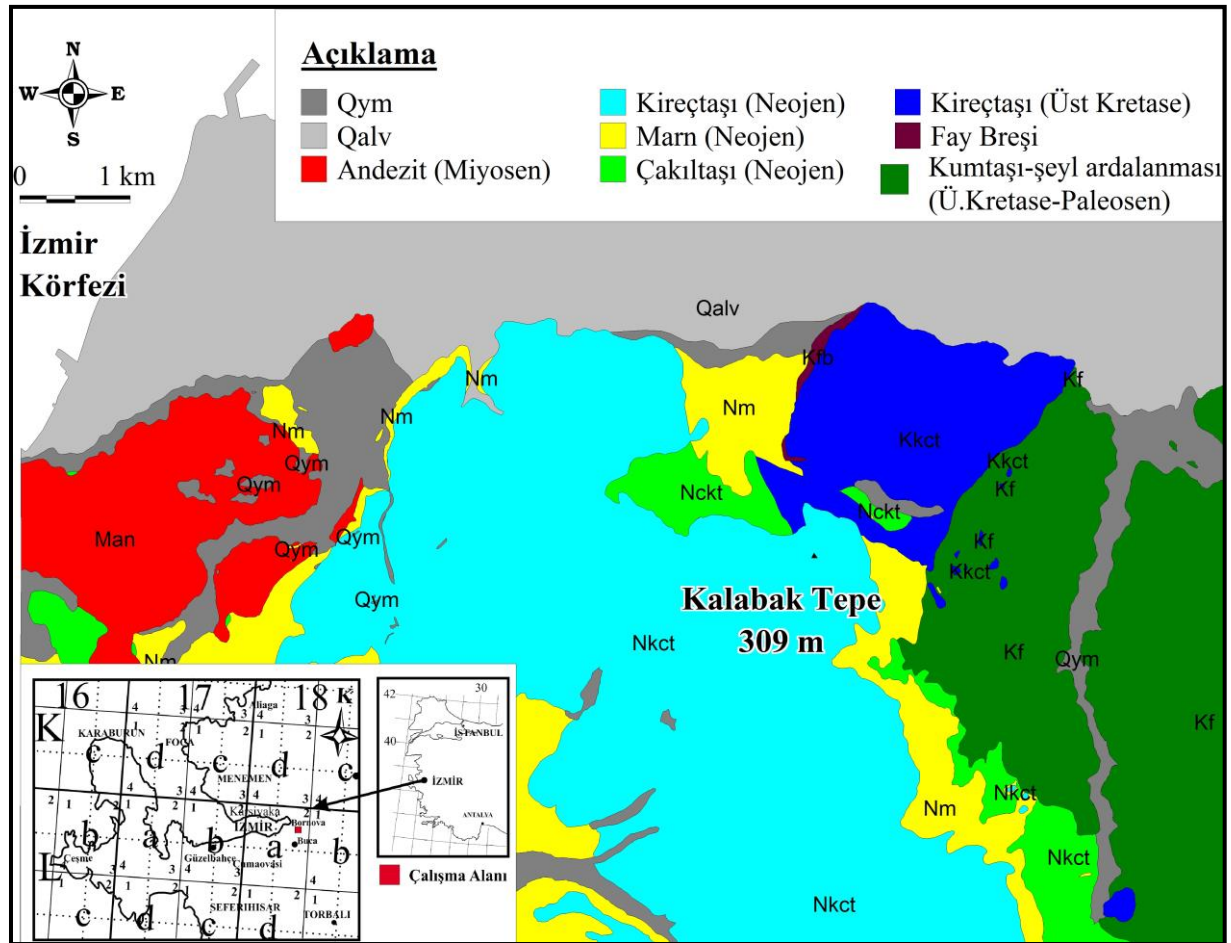
Bu çalışmada ise, çatlaklı kireçtaşı kütlelerinde nihai taşıma gücünün limit denge analiz (LE) ve sonlu elemanlar (FE) yöntemleriyle incelenmesi ve karşılaştırılması amaçlanmıştır. Literatürde farklı modeller için önerilen taşıma gücü eşitlikleri Kalabak Tepe (İzmir/Türkiye) kireçtaşı kütlelerine uygulanmıştır (Bell, 1975; Kulhawy, 1978; Bowles, 1985; Bell, 1992; Wyllie, 1992; Kulhawy & Carter, 1992; Serrano ve ark., 2000; Merifield ve ark., 2006; Saada ve ark., 2008). Daha sonra, sonlu elemanlar yöntemi (FEM) kullanılarak söz konusu çatlaklı kaya kütleleri bilgisayar ortamında modellenmiştir. Kaya kütlelerinin mekanik özellikleri, süreksizliklerin sınıflandırılması, yeraltı suyu durumu, birimlerin yanal ve düşey değişimi, statik ve dinamik koşullar gibi bilgilerin bilgisayar ortamına aktarılması ve çözümlenmesini içeren yöntemin araziye daha iyi temsil ettiği düşünüldüğünden, FEM yönteminden elde edilen sonuçların da daha sağlıklı olduğu ileri sürülebilir. Taşıma gücü analizlerinde arazi modelinin, uygulanacak olan taşıma gücü analiz yöntemleriyle uyum içinde olması önemli bir husus olmaktadır.

## 2. Materyal ve Yöntem

### 2.1. Çalışma alanı

Bu çalışmada, Miyosen yaşlı, çatlaklı kaya özelliğindeki Kalabak Tepe kireçtaşlarının taşıma gücü, üzerindeki çok katlı yapılaşma açısından incelenmiştir. Bu birim, İzmir yöresinde Neojen yaşlı tortul çökellerin en üstünde yer almakta ve geniş yayılım sunmaktadır (Şekil 1).

Birim, Kalabak Tepe (309 m) ve yöresinde yüzlek vermektedir. Kireçtaşları sarımsı gri renkli, yer yer grimsi beyaz, ondülasyonlu tabaka yüzeyleri, silis içermesinden dolayı oldukça sert ve dayanımlı olmaları yönüyle Işıklar kireçtaşı biriminden ayrılmaktadır. Orta-ince katmanlı olup, genellikle yatay ya da 5-10° güneye eğilimlidir. Ayrıca, katmanlara yaklaşık dik gelişmiş çatlaklar içerir. Bu süreksizlikler genelde dolgunsuz, yer yer de silt ve kil boyutu malzemelerle doludur (Poyraz, 1996).



Şekil 1. İzmir Körfezinin güneyinde yer alan inceleme alanının jeoloji haritası (Kıncal, 2004).

### 2.2. Mühendislik jeolojisi

Mühendislik jeolojisi çalışmaları kapsamında detaylı arazi ve laboratuvar çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Arazi çalışmaları kapsamında, süreksizliklerle ilgili ölçümlere dayanan veriler toplanmıştır. Süreksizliklerin yapısal analizi için ölçülen tabaka doğrultu ve eğimleri stereografik projeksiyon ile yorumlanmıştır. Ayrıca, süreksizliklerin yapısal analizi ve süreksizlik yüzeyinin dayanım parametresinin belirlenmesi için veri toplama işlemleri gerçekleştirilmiştir. Laboratuvar deneyleri için, sondajlardan ve kaya bloklarından elde edilen karot örnekleri kullanılmıştır. Kireçtaşlarının tek eksenli basınç dayanımı ( $\sigma_{ci}$ ), birim hacim ağırlık ( $\gamma_n$ ), porozite ( $n$ ) gibi bazı fiziksel ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi için laboratuvar deneyleri yapılmıştır. Kaya malzemesinin elastik özelliklerinin (dinamik elastisite modülü,  $E_i$  ve Poisson oranı,  $\nu$ ) belirlenmesinde  $V_p$  ve  $V_s$  dalga

hızlarından yararlanılmıştır (Eşitlik 1 ve 2). Fiziko-mekanik deneyler TS 699'a göre, elastik özelliklerin belirlenmesine yönelik dalga hızı ölçümleri ise ASTM (2010) standartları dikkate alınarak "Tektronix TDS1012B 100 MHz 2 Channel Digital Storage Oscilloscope" cihazı kullanılmıştır. Poisson oranı Eşitlik-1'den, dinamik elastisite modülü ise Eşitlik-2'den elde edilmiştir. Elastisite modülü değeri, kayaç kütlelerine ait verilerin hesaplanmasında program girdisi olarak kullanılmıştır.

$$v = \frac{1}{2} \times \frac{\left[ \frac{V_p^2}{V_s^2} - 2 \right]}{\left[ \frac{V_p^2}{V_s^2} - 1 \right]} \quad (1)$$

$$E_d = \frac{(1 - 2\nu)(1 + \nu)}{(1 - \nu)} \times \gamma_n \times V_p^2 \quad (2)$$

Arazide çatlak yüzeyinin dayanımını (JCS) ve ayrışma derecesi, ISRM (2007)'de ifade edilen hususlar ışığında gerçekleştirilmiştir. Schmidt çekici deneyleri, L tipi Schmidt çekici kullanılarak, üç farklı lokasyondaki yedi farklı alanda gerçekleştirilmiştir. Her yapısal alandaki yirmi adet okumanın en düşük on değeri silinerek geri kalan on değerlerin ortalaması dikkate alınmıştır. İncelenen kaya kütlelerine ait ayrışma derecesinin niceliksel tayini için Gökçeoğlu (1997) tarafından önerilen sınıflandırılma kullanılmıştır (Eşitlik-3).

$$W_c = \frac{R_f}{R_w} \quad (3)$$

Burada,  $R_f$  ayrışmamış yüzeyde belirlenen ortalama Schmidt çekici geri tepme sayısı,  $R_w$  ise ayrışmış süreksizlik yüzeylerinden elde edilen Schmidt çekici geri tepme sayısıdır.  $W_c$  değerinin karşılık geldiği ayrışma derecesi Gökçeoğlu (1997)'ye göre sınıflandırılmıştır (Çizelge 1).

Çizelge 1. Bozunma derecesine göre eklem yüzeylerinin sınıflaması (Gökçeoğlu, 1997)

Wc	Sınıf	Tanımlama
< 1.1	1	Bozunmamış
1.1-1.5	2	Az bozunmuş
1.5-2	3	Orta derecede bozunmuş
> 2	4	Tamamen bozunmuş

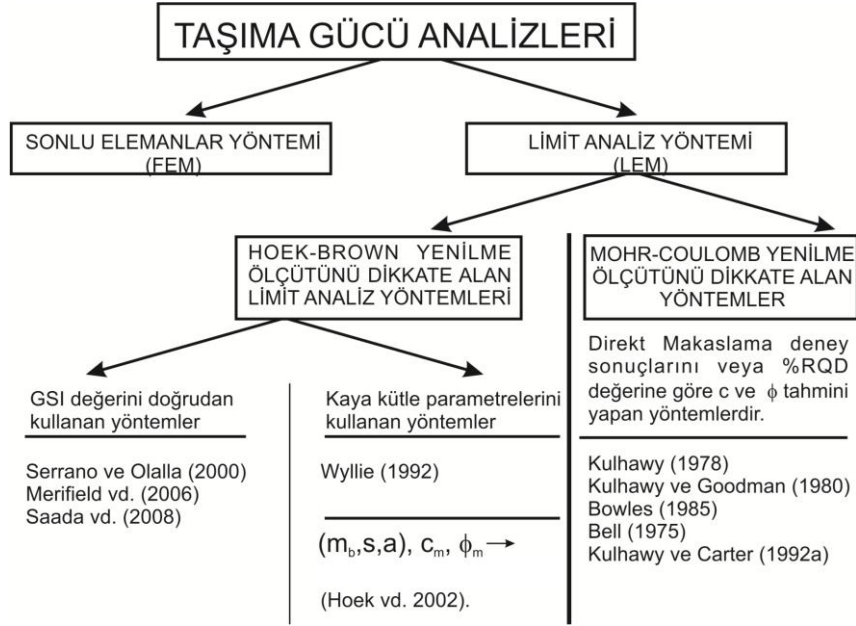
JCS ise Singh & Gahrooe (1989)'ye göre Eşitlik-4 kullanılarak belirlenmiştir.

$$W_c = \frac{\sigma_{ci}}{JCS} \quad (4)$$

Burada,  $\sigma_{ci}$  kaya malzemesinin tek eksenli basınç dayanımı (MPa), JCS ise çatlak yüzeyinin dayanımıdır (MPa). Bu değer, sonlu elemanlar analiz yönteminde süreksizlik girdi parametresi olarak kullanılmıştır. Diğer girdi parametresi olan süreksizlik yüzey pürüzlülük katsayısını (JRC) belirlemek için Koca (1995) tarafından geliştirilen bir profilometre kullanılmıştır. 8-10 cm uzunluğundaki çatlak yüzeylerinden alınan el örneklerinin, çatlak yüzeyi kesitleri çıkartılmıştır. Bu kesitler, ISRM (2007) tarafından önerilen yüzey kesitleriyle karşılaştırılarak puanlandırılmıştır.

Ayrıca, kayaç kütlelerine ilişkin verilerin elde edilmesi için Hoek-Brown yenilme ölçütü kullanılmıştır (Hoek ve ark., 2002). Kaya kütlelerine ait kaya kütle sabitleri ( $m_b$ ,  $s$  ve  $a$  parametreleri), kohezyon ( $c_m$ ) ve içsel sürtünme açısı ( $\phi_m$ ) gibi diğer kütle parametrelerinin belirlenmesi için RocData (Rocscience, 2014a) programı, araziye ait süreksizliklerin yapısal analizi için Dips (Rocscience, 2014b) ve nümerik analizler için ise Phase 2 (RocScience, 2015) bilgisayar programları kullanılmıştır. Bu çalışmada taşıma gücü analizleri sonlu elemanlar yöntemi (FEM) ve limit denge analiz yöntemleri

(LEM) olmak üzere iki farklı yöntemle incelenmiştir (Şekil 2). LEM, Şekil 2’de verildiği gibi alt gruplara ayrılarak değerlendirilmiştir.



Şekil 2. Taşıma gücü analiz yöntemlerini gösteren akış şeması.

Kayaçlarda taşıma gücünü belirleyen en önemli ölçütler süreksizliklerin varlığı ve GSI değeridir. Kayaç kütlesi çalışmalarında süreksizlik analizleri çok büyük önem taşımaktadır. Bu analizlerde süreksizliklerin sayısal olarak ifade edilmesi gerekmektedir. Süreksizliklerin konumları, aralıkları, açık-kapalı, dolgulu-dolgunsuz oluşu kayaç kütesinin yenilme mekanizmasını belirler. GSI ise kayaç kütesinin dayanımıyla doğrudan ilişkilidir. Literatürde kayaç kütlelerinin taşıma kapasitesi ile ilgili pek çok yöntem vardır. Ancak, bu yöntemler gerek farklı parametrelerin kullanılması gerekse de yenilme mekanizmalarının çeşitliliği nedeniyle keyfi olarak kullanılmamaktadır. Farklı araştırmacılar tarafından önerilen LEM taşıma gücü eşitliklerinin uygulanması ve elde edilen sonuçların sonlu elemanlar analiz yönteminden elde edilenlerle karşılaştırılması doğru bir yaklaşım olarak kabul edilmektedir (Kadakci Koca & Koca, 2022). Uygulanan LE ve FE yöntemlerinde temel tipi olarak sürekli temel ( $L/B \geq 10$ ) seçilmiştir (FE yönteminde iki boyutlu program analizi yapıldığından  $L/B = \infty$  olur). Ayrıca, uygulanan farklı analiz yöntemleri için  $D_f = 0$ , temel kısa kenarı ( $B = 3.0$  m) kabul edilmiştir.

## 2.3. Limit denge analiz yöntemleri ile taşıma gücünün belirlenmesi

### 2.3.1. Bell (1975) tarafından önerilen taşıma gücü analiz yöntemi

Literatürde “Bell çözümü” olarak bilinen ve temel şeklini de dikkate alan yöntem, kırıklı ve çatlaklı zayıf kayaçların taşıma gücünün hesaplanması için önerilmiştir (Eşitlik-5).

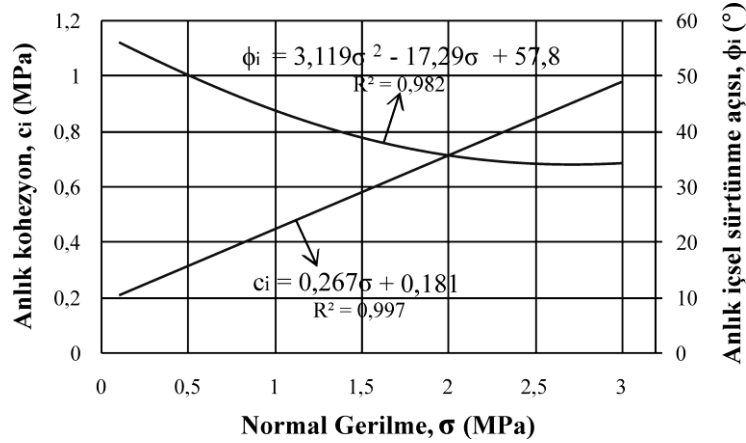
$$q_u = c'_i \times N_c \times C_{f1} + [C_{f2} \left(\frac{B\gamma}{2}\right) N_\gamma + \gamma D_f N_q] \quad (5)$$

Burada,  $N_q = N_\phi^2$ ,  $N_\gamma = N_\phi^{0.5} (N_\phi^2 - 1)$ ,  $N_c = 2N_\phi^{0.5} (N_\phi + 1)$ ,  $N_\phi = \tan^2(45 + \frac{\phi}{2})$  olmaktadır. Ayrıca,  $c_i$  anlık kohezyonu (MPa),  $N_c$ ,  $N_\gamma$ ,  $N_q$  içsel sürtünme açısına bağlı taşıma gücü faktörlerini, B temel genişliğini (m),  $\gamma$  kayanın birim hacim ağırlığını ( $MN/m^3$ ),  $D_f$  temel derinliğini (m) ifade etmektedir. Eşitlik-5’te temelin yüzeyde olduğu ve temel altında meydana gelen kaya kamasının ağırlığı ihmal edilecek olursa ( $\bar{q} = D_f \times \gamma = 0$ ); sadeleştirilmiş Bell çözümü Eşitlik-6’daki gibi elde edilmektedir:



$$q_u = C f_1 \times c_i \times N_c - 7 \quad (6)$$

Sadeleştirilmiş Bell çözümü, arazi yüklemesi ( $\Delta\sigma$ ) ile kayalardaki anlık makaslama dayanım parametrelerini ( $c_i$ ,  $\phi_i$ ) dikkate almaktadır (Eşitlik-6).  $c_i$  ve  $\phi_i$ ; Hoek-Brown yenilme zarfına sürşarj yükünden kaynaklanan gerilme noktasında, eğriye çizilen teğetin (Mohr-Coulomb yenilme zarfının teğeti) anlık kohezyon ve içsel sürtünme açısı değerleridir. Çok katlı yapılarda anlık  $c_i$  ve  $\phi_i$  değerleri, sabit  $c$  ve  $\phi$  değerlerinden daha büyük elde edilmektedir. Kat adedi artıçça, düşey gerilme değerleri ve buna bağılı olarak  $c_i$  değerleri de artmaktadır. İncelenen kireçtaşına ait anlık kohezyon ve içsel sürtünme açısı değerlerinin değışimi Şekil 3'te verilmiştir.



Şekil 3. Normal gerilme ( $\sigma$ ), anlık kohezyon ( $c_i$ ) ve anlık içsel sürtünme açısı ( $\phi_i$ ) ilişkisi.

### 2.3.2. Kulhawy (1978) tarafından önerilen taşıma gücü analiz yöntemi

Kayaç kütlesi sabit bir sürtünme açısı ( $\phi$ ) ve serbest basınç dayanımına ( $\sigma_{ci}$ ) sahipse, Mohr-Coulomb materyalinin taşıma gücü [Kulhawy \(1978\)](#)'e göre Eşitlik-7 gereğince hesaplanır.

$$q_f = \sigma_{ci}(N_\phi + 1) \quad (7)$$

Burada,  $N_\phi = \tan^2(45 + \frac{\phi}{2})$  'dir.  $\sigma_{ci}$ : temel çevresindeki örselenmemiş kayacın tek eksenli basınç dayanımıdır. Eğer kayaç ortamda, süreksizlik aralığı ( $S$ )  $< B$  ve düşey konumlu süreksizlikler açık çatlaklı bir özellik sunuyorsa, Eşitlik-7'nin yerine, Eşitlik-8'in kullanılması önerilmektedir ([Kulhawy & Carter, 1992](#)). Açık çatlaklı, düşey konumlu süreksizlikler içeren bir kayaç kütlesi yüklendiğı zaman yenilme, kaya kolonlarının eksenel yükleme altında ve açılmalar şeklinde oluşabilir. Bu durumda, nihai taşıma gücü Mohr-Coulomb yenilme ölçütü ile Eşitlik 8'deki gibi ifade edilmektedir.

$$q_{ult}=q_u = 2c \tan (45+\frac{\phi}{2}) \quad (8)$$

### 2.3.3. Wyllie (1992) tarafından önerilen taşıma gücü analiz yöntemi

[Hoek & Brown \(1980\)](#) tarafından  $m$  ve  $s$  kayaç kütle sabitleri tanımlanmış durumdadır.  $m$  ve  $s$  sabitlerinin daha pratik bir şekilde tayini amacıyla RMR kayaç kütle puanını ölçüde dahil etmişlerdir ([Hoek & Brown, 1988](#)). [Wyllie \(1992\)](#) tarafından önerilen yöntemde göre kullanılan parametreler sırasıyla, temel şekil düzeltme faktörü ( $C_{f1}$ ),  $m_b$  ve  $s$  parametreleri (önceden Hoek & Brown tarafından tanımlanmış olan) ve  $\sigma_{ci}$ 'dir ve Eşitlik-9 ile ifade edilmektedir.

$$q_u = C f_1 \sigma_{ci} s^{0.5} [1 + (m_b s^{-0.5} + 1)^{0.5}] \quad (9)$$

Burada,  $C_{f1}$  şekil düzeltme faktörüdür ve Çizelge 2'de sunulmuştur.

Çizelge 2. Temel geometrilerine göre düzeltme faktörleri (Sowers, 1979)

Temel Düzeltme Faktörü		
Temel Geometrisi	C <sub>f1</sub>	C <sub>f2</sub>
Dairesel	1.20	0.70
Kare	1.25	0.85
Dikdörtgen		
L/B = 2	1.12	0.90
L/B = 5	1.05	0.95
L/B ≥ 10	1.00	1.00

Dikdörtgen temellerde düzeltme faktörü temelin uzun kenarı (L) ile temelin kısa kenarı (B) arasındaki orana göre belirlenir. Bu tip temellerde L/B oranı Çizelge 2’de verilen değerler arasında yer almıyorsa, Eşitlik 10 ve 11’den düzeltme faktörleri belirlenmektedir.

$$C_{f1} = -0.0145 \frac{L}{B} + 1.1388 \quad (R^2 = 0.944) \quad (10)$$

$$C_{f2} = -0.0128 \frac{L}{B} + 0.88 \quad (R^2 = 0.979) \quad (11)$$

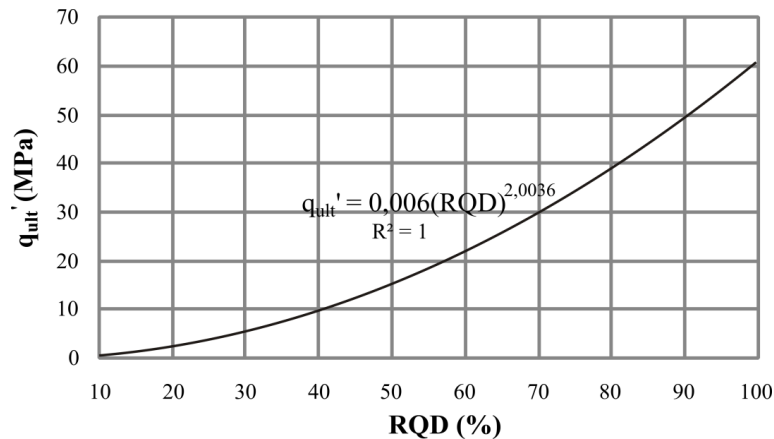
#### 2.3.4. Bowles (1985) tarafından önerilen taşıma gücü analiz yöntemi

Kayaçlarda kayma dayanımı parametreleri (c, φ) RQD% değerlerini dikkate alan yöntem, Terzaghi’nin taşıma gücü eşitliğini (Eşitlik-12) esas almaktadır.

$$q_u = c \times N_c \times s_c + \bar{q} N_q + 0.5 \times \gamma \times B \times N_\gamma \times s_\gamma$$

$$q_{u'} = q_u \times (RQD)^2, N_q = \tan^6 \left( 45 + \frac{\phi}{2} \right), N_c = 5 \times \tan^4 \left( 45 + \frac{\phi}{2} \right), N_\gamma = N_q + 1 \quad (12)$$

Burada, q<sub>u</sub>’ RQD değeri dikkate alınarak hesaplanmış düzeltilmiş nihai taşıma gücü değeridir. S<sub>c</sub> ve S<sub>γ</sub> Terzaghi şekil faktörleridir. Kare temel için RQD (%) değerine bağlı olarak nihai taşıma gücünün değişimi Şekil 4’te sunulmuştur.



Şekil 4. RQD (%) değerlerine bağlı olarak nihai taşıma gücünün değişimi.

### 2.3.5. Kulhawy & Carter (1992) tarafından önerilen taşıma gücü analiz yöntemi

Bu yöntemde kullanılan girdi parametreleri;  $m_b$ ,  $s$ ,  $a$  (kayaç kütle sabitleri) ve  $\sigma_{ci}$  'dir. Taşıma gücü Eşitlik-13 ile ifade edilmektedir.

$$q_u = \sigma_{ci} [s^a + (m_b s^a + s)a] \quad (13)$$

### 2.3.6. Serrano ve ark. (2000) tarafından önerilen taşıma gücü analiz yöntemi

Yöntem, GSI değerinin azalmasına bağlı olarak Hoek-Brown yenilme ölçütündeki üstel ifadenin (a-parametresi) artması ilişkisini esas almaktadır. GSI değerine bağlı olarak a-parametresi 0.5 ile 0.65 arasında değişir (GSI: 100 olması durumunda; a=0.5, GSI: 5 iken a=0.65 gibi). Serrano ve ark. (2000) tarafından önerilen taşıma gücü analiz yöntemi Eşitlik-14 kullanılarak hesaplanmaktadır.

$$q_u = \beta_n (N_\beta - \zeta_n) \quad (14)$$

Burada,  $N_\beta$  taşıma gücü faktörü olup, Şekil 4'ten belirlenebilir.  $\beta_n$  kaya kütlelerinin dayanım katsayısıdır ve  $\beta_n = \sigma_{ci} \times A_n$  ile,  $\zeta_n$  ise; kaya kütleleri sertliği olup  $\zeta_n = s/(m_b \times A_n)$  eşitliğiyle ifade edilmektedir. Burada  $A_n$  ise;  $A_n = \left[ \frac{m_b(1-a)}{2^{\frac{1}{a}}} \right] \frac{a}{1-a}$  eşitliğinden hesaplanır.  $A_n$  kayaca etkiyen dış yüklerin normalleştirilmesi için gerekli olan bir parametredir.  $N_\beta$ ; temel kazısına bağlı olan doğal yüklemeye ( $\sigma_1 = D_f \times \gamma$ ),  $\beta_n$  ve  $\zeta_n$  parametrelerine bağlı bir değişkendir. Serrano ve ark. (2000)'a göre  $N_\beta$ ; a-parametresi ve dış yüklere bağlı olarak bulunabilir. Çizelge 3'de farklı  $\sigma_{01}^*$  ve a değerlerine karşılık gelen  $N_\beta$  taşıma gücü faktörü değerleri verilmiştir. Hoek-Brown sabiti olan a-değeri 0.508 olarak alınmıştır. a'nın bu değerine karşılık gelen  $N_\beta$  ara değerleri Şekil 5'teki eşitlikten elde edilmektedir.

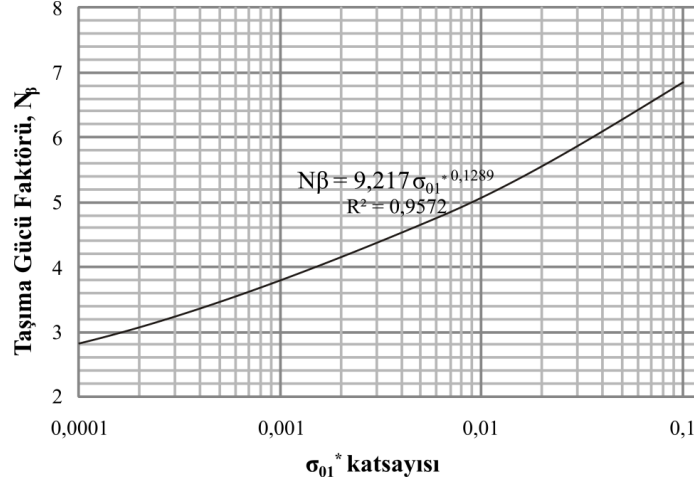
Çizelge 3. Farklı "a" katsayıları için normalleştirilmiş yükler altındaki "N $\beta$ " faktörü değerleri

$\sigma_{01}^*$	a = 0.5	a = 0.55	a = 0.6	a = 0.65
0.000001	2.89	2.16	1.61	1.09
0.00001	3.01	2.24	1.72	1.23
0.0001	3.3	2.44	1.97	1.54
0.0005	3.65	2.76	2.32	1.95
0.001	3.86	2.99	2.56	2.22
0.005	4.56	3.82	3.45	3.26
0.01	5.00	4.37	4.07	3.97
0.02	5.54	5.04	4.89	4.94
0.04	6.26	6.01	6.00	6.28
0.1	7.54	7.70	8.09	8.88

Şekil 5'te yer alan  $\sigma_{01}^*$  ifadesi, sınır koşulundaki temel tabanına gelen gerilmelerin ( $\sigma_1$ ) normalizasyonunu ( $\sigma_{01}^*$ ) anlatan bir parametredir (Eşitlik-15).

$$\sigma_{01}^* = \frac{\sigma_1}{\beta_n} + \zeta_n \quad (15)$$

Burada,  $\sigma_1 = \gamma \times D_f$  'dir ( $\gamma$ : doğal birim hacim ağırlık).

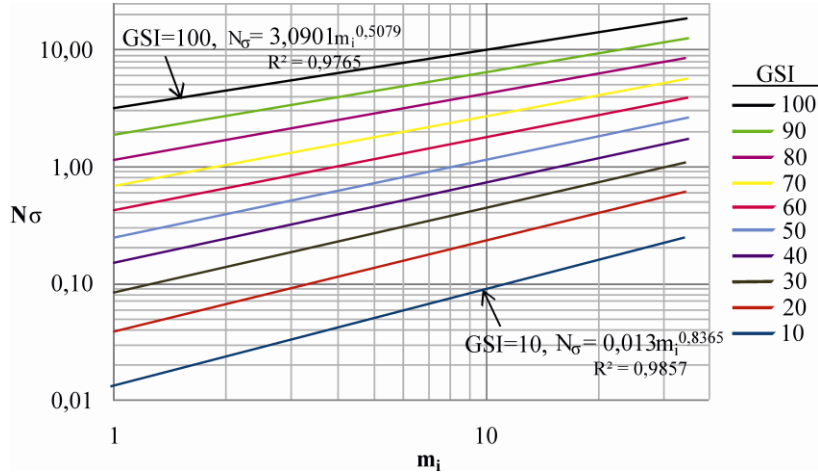


Şekil 5. a=0.508 değerinde  $\sigma_{01}^*$  katsayısı ile taşıma gücü faktörü ( $N_\beta$ ) arasındaki ilişki (Serrano ve ark. (2001)'dan düzenlenerek).

### 2.3.7. Merifield ve ark. (2006) tarafından önerilen taşıma gücü analiz yöntemi

Bu yöntem, Hoek-Brown sabitlerini esas alan bir limit denge analiz yöntemidir. Kaya malzemesi ve kayaç kütlesi sabitlerini, Şekil 6'daki GSI değerlerini de dikkate alarak Serrano ve ark. (2000) ve diğer bir limit denge analiz yöntemi olan Saada ve ark. (2008)'de olduğu gibi bir taşıma gücü faktörü ( $N_\sigma$ ) vermeyi amaçlamaktadır. Yöntemde, taşıma gücü analizi Eşitlik-16 kullanılarak yapılmaktadır. Şekil 6'da belirtilen  $N_\sigma$  grafikleri, Çizelge 3'deki veriler kullanılarak türetilmektedir.

$$q_u = \sigma_{ci} \times N_\sigma \quad (16)$$



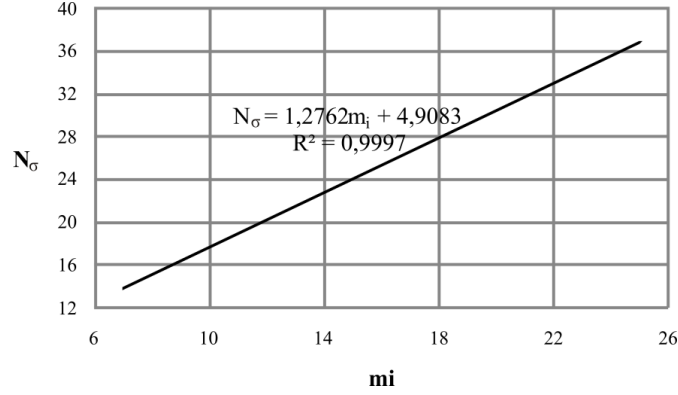
Şekil 6. Farklı GSI ve  $m_i$  değerlerine göre hazırlanmış taşıma gücü faktörü eğrileri (Merifield ve ark. (2006)'dan değiştirilerek).

### 2.3.8. Saada ve ark. (2008) tarafından önerilen taşıma gücü analiz yöntemi

Saada ve ark. (2008) tarafından önerilen yöntemde, sığ temellerde taşıma gücü analizi için Hoek-Brown yenilme ölçütünü esas alan ve Merifield ve ark. (2006) yöntemine benzeyen başka bir limit denge analiz yöntemi önermişlerdir. Bu analizde Eşitlik-17 kullanılmaktadır. Yöntemin Merifield ve ark. (2006) yönteminden farkı; limit denge analiz yöntemine örselenme faktörünün (D) eklenmiş olmasıdır. Eşitlik-16'dan farklı olarak; taşıma gücü eşitliğine  $\sqrt{s}$  parametresi eklenmiştir.

$$q_u = \sqrt{s} \times \sigma_{ci} \times N_\sigma \quad (17)$$

Eşitlikteki  $N_\sigma$  değerleri,  $D=0$  için Şekil 7’de verilen grafikten belirlenebilir.  $N_\sigma$  değeri GSI,  $m_i$  ve  $D$ ’nin bir fonksiyonudur  $N_\sigma = N_\sigma(GSI, D, m_i)$ . s, kayaç kütlelerinin içerdiği daneler arasındaki çekme dayanımına ve danelerin kenetlenme derecesine bağlı kayaç kütle sabitidir (0-1 arasında değişen değerler alır).



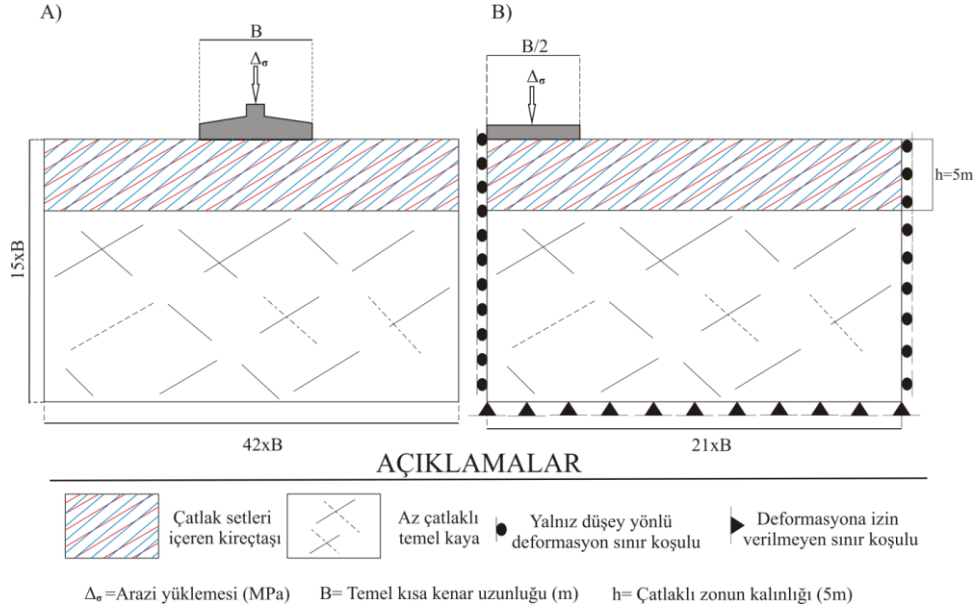
Şekil 7.  $m_i$  değerlerine karşılık gelen  $N_\sigma$  değerleri grafiği (GSI = 45 ve  $D=0$  için).

#### 2.4. Sonlu elemanlar yöntemi (FEM) ile taşıma gücünün belirlenmesi

Arazi modelinin bilgisayar ortamına aynen aktarılmasını ve model içinde belirlenen her düğüm noktası (Şekil 8) için ayrı çözüm yapma olanağını tanıyan sonlu elemanlar analiz programının, limit analiz yöntemlerine göre daha sağlıklı sonuçlar vermesi beklenmektedir. FEM arazi modelini belirli üçgen elemanlara bölerek (Şekil 8), her üçgen elemana ait düğüm noktası üzerindeki normal ( $\sigma$ ), kesme gerilmelerini ( $\tau$ ), ayrıca yatay ve düşey deformasyonları ve toplam yer değiştirme miktarını ( $u$ ) hesaplamaktadır. FEM taşıma gücü analizinde, kaya kütle modeline kademeli yüklemeler yapılarak ( $\Delta\sigma = 1$  MPa artırılarak) her arazi yüklemesine karşılık gelen maksimum yer değiştirme miktarları metre cinsinden ( $u_{max}$ ) belirlenmektedir. Daha sonra,  $\Delta\sigma$  gerilme artışı değerlerine karşılık gelen  $u_{max}$  oturma değerleri bir grafiğe geçirilerek, grafiğin doğrusallıktan sapma gösterdiği nokta nihai taşıma gücü ( $q_u$ ) olarak ifade edilmektedir. Bu yöntem De Beer (1970) yöntemine benzerlik göstermekle birlikte daha tutucu tarafta kalmaktadır. Bu tip analizlerde, kademeli yükleme miktarına ait bir standardın olmayışı nedeniyle, bu çalışmada kademeli yükleme miktarı temel taban basıncı dikkate alınarak seçilmiştir. Bu gerilme değeri  $\Delta\sigma = 0.25$ MPa olarak kabul edilmiştir.

FEM çözümünde kireçtaşları için oluşturulan modele ait geometri Şekil 8’de sunulmuştur. Süreksizlik verileri (egemen süreksizlik konumu ve ortalama aralıkları, devamlılıkları, açıklığı, süreksizlik yüzeylerinin dayanımı (JCS), süreksizlik yüzeyinin pürüzlülük katsayısı (JRC) ve süreksizliğin sıklık parametreleri ( $k_s$ ,  $k_n$ ), Barton & Bandis (1982) yenilme ölçütü dikkate alınarak modele aktarılmıştır. Limit analiz yöntemlerinde temel genişliği  $B=3$  m olarak kabul edildiğinden, arazi geometrisine ilişkin değerlerin  $B$ -cinsinden belirtilmesinde yarar görülmüştür.

Şekil 8’de temel genişliği tam kesit olarak görülmektedir. Temelin sağında ve solunda kayaç kütlelerinin litolojisinin ve mekanik özelliklerinin değişmediği varsayılarak, analizin kolay yapılması ve kısa sürmesi için analiz yarım kesit olarak yapılabilmektedir (Şekil 8b). Temeli iki eşit parçaya böldüğü düşünülen eksen boyunca alınan düzlemde (Şekil 8b), yüklemenin hemen altında yalnızca düşey deformasyonlara izin verilirken, kireçtaşının tabanında ve yanal sınır koşullarında deformasyona izin verilmemiştir.

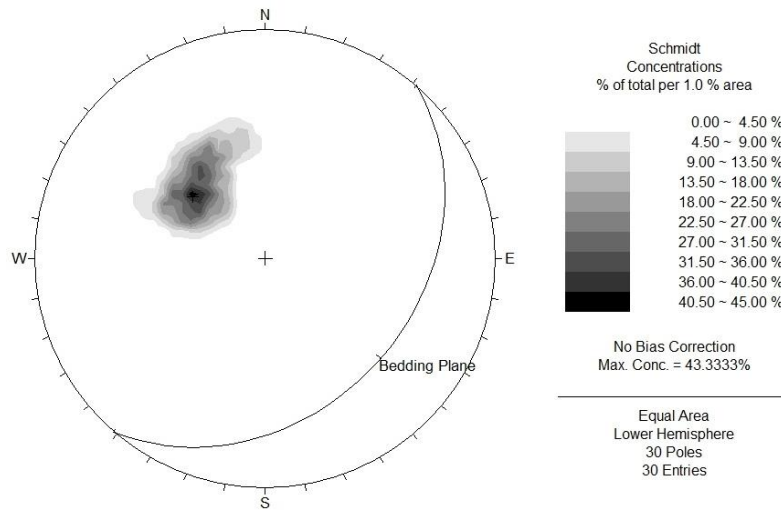


Şekil 8. A) Tam kesit model geometrisi, B) Yarı kesit model geometrisi ve sınır koşulları.

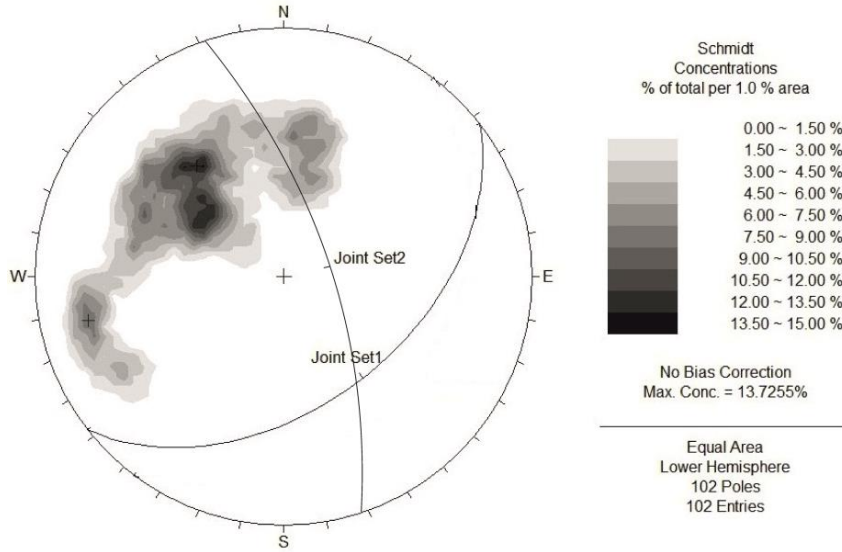
### 3. Bulgular ve Tartışma

#### 3.1. Kaya malzemesi ve kaya kütlesi özellikleri

Süreksizlik ölçümlerinin alt yarım küre projeksiyonları Şekil 9 ve Şekil 10’da verilmiştir. Buna göre, kireçtaşlarına ait egemen tabaka konumu; K39°D / 34°GD (129/34) ve egemen çatlak konumları J<sub>1</sub>: K50°D / 48°GD (140/48) ve J<sub>2</sub>: K18°B / 76°GB (252/76) olarak belirlenmiştir. J<sub>1</sub>-çatlak takımının eğim açısı değerlerine bakıldığında; üst yapıdan gelecek düşey gerilmelerin temel tabanında yer alan çatlaklarda deformasyon oluşumuna uygun konumda oldukları görülmektedir. Düşey gerilmeler altında yenilmeler, en uygun 45°’lik açıda gerçekleşmektedir ( $\tau_n = \frac{\sigma_1}{2} \times \sin 2\theta$ ,  $\theta = 45^\circ$  için  $\sin 2\theta = 1$  elde edilmektedir). Bu durumda, yenilmeyi oluşturan  $\tau_n$  makaslama gerilmesi maksimum değere erişmektedir. Temelde yer alan kayaç kütlesindeki çatlakların konumlarının uygun olmadığı anlaşılmaktadır. Bu nedenle, kayaç kütle sınıflamasında (RMR) J<sub>1</sub> ve J<sub>2</sub> çatlak takımları için süreksizlik yönelimine göre düzeltme yapılırken, temeller için “uygun değil” değerlendirilmesi yapılmıştır.



Şekil 9. Kireçtaşlarından alınan otuz tabaka ölçüsüne ait alt yarım küre projeksiyonu.



Şekil 10. Kireçtaşlarından alınan yüz iki süreksizlik ölçüsüne ait alt yarım küre projeksiyonu.

Kayaç kütlelerini ayırma derecesine göre sınıflandırmak için arazide ayırılmamış ve ayırılmış süreksizlik yüzeyleri üzerinde yapılan Schmidt çekici deney sonuçları Çizelge 4'te toplu olarak verilmiştir. Eşitlik-3'e göre kayacın ayırma derecesi 1.84 olarak hesaplanmıştır. Böylece, kayaç kütlesi Çizelge 1'e göre 3. sınıfa girmekte ve kayaç, "orta derecede bozunmuş" olarak sınıflandırılmaktadır.

Çatlak yüzeylerinin dayanımı (JCS) ise Singh & Gahrooe (1989)'ye göre Eşitlik-4 kullanılarak belirlenmiştir. Buna göre, laboratuvarında 30 MPa olarak hesaplanan kaya malzemesinin tek eksenli basınç dayanımı (Çizelge 5) ve 1.84 olan ayırma derecesi değeri Eşitlik-4'te yerine konulduğunda, JCS değeri 16.3 MPa olarak elde edilmiştir.

Çizelge 4. Bazı Schmidt çekici deney sonuçları

Ölçüm Noktası	L-tipi Schmidt çekici geri tepme sayıları, (R)							Ortalama-R	Standard Sapma
1	22*	15	18	17	21	19	17		
2	17	22*	20	18	14	14	12**	17	3.13
3	17	13	18	21	14	12**	16		

\* R<sub>f</sub>: Ayırılmamış süreksizlik yüzeylerinden elde edilen geri tepme sayısı: 22

\*\* R<sub>w</sub>: Ayırılmış süreksizlik yüzeylerinden elde edilen geri tepme sayısı: 12

Kireçtaşlarının düşük eğime sahip ( $14^\circ < \alpha < 35^\circ$ ) tabaka yüzeyleri düzgün-basamaklı bir morfoloji sunarken, her iki çatlak takımının da hafif pürüzlü-ondüasyonlu bir morfoloji sundukları belirlenmiştir. ISRM (2007) 'de önerilen ikinci derece pürüzlülük sınıflamasında bu yüzeylerin değeri JRC=12-14 olarak verilmiştir. Sonlu elemanlar yöntemi kullanılarak yapılan taşıma gücü analizlerinde girdi parametresi olan JRC değeri 14 olarak alınmıştır.

Kaya malzemesine ait tek eksenli sıkışma dayanımı, birim hacim ağırlığı ve su içeriği deneylerinin yanı sıra kireçtaşı karot örnekleri üzerinde elastik dalga hızları ölçülmüştür ( $V_p$  ve  $V_s$  dalga hızları). Yapılan deneylere göre, kaya malzemesine ait bazı fiziksel ve mekanik özellikler Çizelge 5'te yer almaktadır. Eşitlik-2 dikkate alınarak kireçtaşı için hesaplanan dinamik elastisite modülü değeri IAEG, Anon (1979)'a göre "orta deformabiliteye sahip kayaç" sınıfına girmektedir ( $E_i=15-30$  GPa). Laboratuvarında kireçtaşı karot örneği (NX) üzerinde deformasyon kontrollü tek eksenli basınç deneyi sonucunda, kireçtaşının tanjant elastisite modülü  $E_t = 6.25 \times 10^3$  MPa bulunmuştur. Bu değer elastik dalga hızları ölçülerek elde edilen dinamik elastisite modülü değerinin çok altındadır. Deformabilite deneyinden elde edilen  $E_t = 6.25 \times 10^3$  MPa değeri kaya malzemesinin deformasyon modülü olarak sayısal analizlerde girdi parametresi olarak kullanılmıştır.

Çizelge 5. Laboratuvar deney bulguları

$V_p$ (m/sn)	$V_s$ (m/sn)	$\nu$	$E_i$ (MPa)	$\sigma_{ci}$ (MPa)	$\gamma_n$ (kN/m <sup>3</sup> )	n (%)
3450±220	1910±104	0.28	6250	30±1.86 N = 6	26.0±1.60 N = 6	5.11±0.213 N = 6

N: Örnek sayısı

Çatlaklı kireçtaşı seviyesinin kalınlığı yapılan sondajlardan elde edilen verilere göre ortalama 5.5 m ve RQD değeri %36 olarak belirlenmiştir. Arazi incelemelerinde ise, temel kayanın yapısal özellikleri, süreksizlik yüzeylerinin konumu ve takım sayıları, süreksizlik ara uzaklığı, ayrışma durumu, yer altı su durumu gibi ölçütlerin belirlenmesi sonucu, kayaç kütesinin temel olma açısından RMR sistemine göre kayaç sınıflaması yapılmıştır. RMR-kayaç kütle sınıflama sistemine (RMR<sub>89</sub>) göre kireçtaşları için puanlamalar Çizelge 6'da sunulmuştur. RMR sınıflaması [Bieniawski \(1989\)](#)'a göre yapılmıştır. İki çatlak seti için (J<sub>1</sub> ve J<sub>2</sub> çatlak setleri) RMR değeri ayrı ayrı hesaplanmıştır (Çizelge 6). Jeolojik dayanım indeksi (GSI) değeri de hesaplanan RMR değerlerine göre GSI<sub>1</sub> ve GSI<sub>2</sub> olarak Eşitlik-18 gereğince belirlenmiştir.

$$GSI = RMR_{89} - 5 \quad (18)$$

Çizelge 6. RMR sistemine göre kayaç kütle sınıflaması

Sınıflama Parametresi	Parametrelerin Değerleri		Puan	
Tek Eksenli Basınç Dayanımı (MPa)	30		4	
%RQD	36		8	
Süreksizlik Aralığı (m)	J <sub>1</sub>	J <sub>2</sub>	J <sub>1</sub>	J <sub>2</sub>
	0.65	0.46	15	10
Süreksizlik Durumu	Az kaba yüzeyler, sert eklem yüzeyleri		25	
Yeraltı Su Durumu	Yok		15	
Süreksizlik yönelimine Göre Düzeltme	Var		-15	
RMR (J <sub>1</sub> )			52	
RMR (J <sub>2</sub> )			47	

Kireçtaşı kütesinin üst kesimlerinde olan çatlaklı kireçtaşı zonu için gerekli girdi parametreleri için Şekil 11'deki veriler, çatlaklı zonun stratigrafik olarak altında bulunan sağlam temel kayacı için ise Şekil 12'teki veriler kullanılmıştır. Buna göre; J<sub>1</sub>-süreksizlik takımı dikkate alınarak yapılan tahminde kayaç kütle kalitesi GSI<sub>1</sub> = 52-5= 47 olarak elde edilmektedir. J<sub>2</sub>-süreksizlik takımı dikkate alınarak yapılan tahminde kayaç kütle kalitesi ise GSI<sub>2</sub> = 47-5= 42 olarak elde edilmektedir. Bu değerlendirmeler ışığında, jeolojik dayanım indeksi değeri GSI<sub>1</sub> ve GSI<sub>2</sub> değerlerinin ortalaması olan 45 değeri limit denge analiz yöntemlerinden [Serrano ve ark. \(2000\)](#), [Merifield ve ark. \(2006\)](#), [Saada ve ark. \(2008\)](#) için kullanılmıştır.

Süreksizlik setlerinin ortalama aralıkları, pürüzlülükleri, konumları, devamlılık ve açıklık gibi süreksizliklere ait veriler ve tüm girdi parametreleri Çizelge 7'de sunulmuştur.



Çizelge 7. Süreksizlik girdi parametreleri

Süreksizlik girdi parametreleri	Süreksizlik setlerinin konumları			
	Eklem Seti-1		Eklem Seti-2	
	Eğim yönü (dip direction)	Eğim Miktarı (dip angle)	Eğim Yönü (dip direction)	Eğim Miktarı (dip angle)
	140	48	252	76
Süreksizlik özellikleri				
Ortalama Aralık (m)	0.5		0.8	
Açıklık	Kapalı		Kapalı	
Devamlılık	0.90		0.90	
JRC			14	
JCS (MPa)			16.3	
$\phi_b$ (°)			27.2	
$\phi_r$ (°)			18.1	
ks (MPa/m)	11253		7033.16	
kn (MPa/m)	14404		9002.5	
Kireçtaşı tabaka özellikleri				
Egemen Tabaka Konumu			Ortalama Tabaka Kalınlığı (m)	
Eğim Yönü (Dip direction)	Eğim Miktarı (Dip Angle)		3 m	
129	34			

Burada  $\phi_b$  kayaç kütlelerinin içsel sürtünme açısı (RocData programının çatlaklı kaya modeli için verdiği değer),  $\phi_r$  rezidüel içsel sürtünme açısı,  $k_s$  kesme sıklığı ve  $k_n$  normal sıklık olarak tanımlanmaktadır. Bu değerlerin hesaplanması için gerekli eşitlikler sırasıyla Eşitlik 19, 20, 21’de verilmiştir. Kayaç kütlelerine ait kayma modülü  $G_m$  jeofizik yöntemler kullanılmadığı için Eşitlik-22 kullanılarak bulunmuştur.

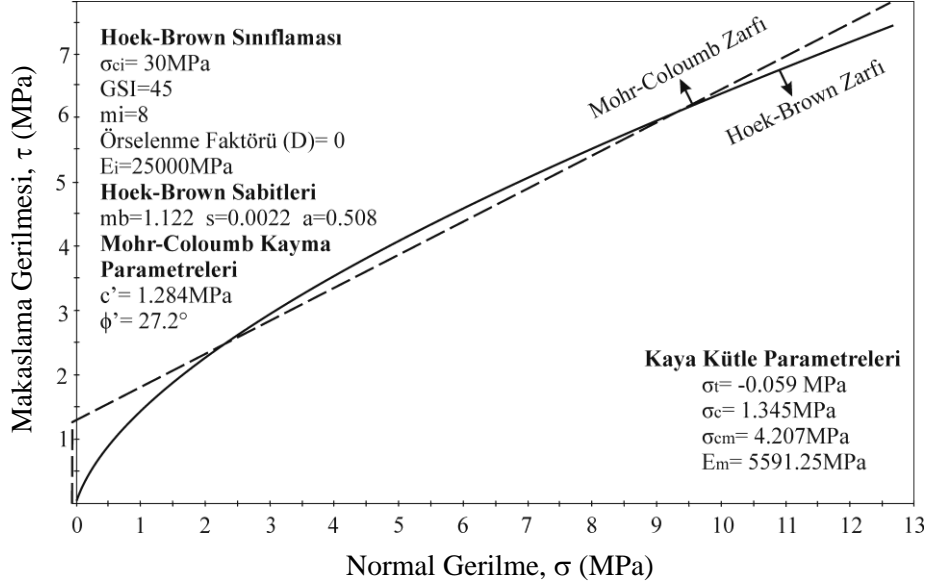
$$k_n = \frac{E_i E_m}{L(E_i - E_m)} \quad (19)$$

$$k_s = \frac{G_i G_m}{L(G_i - G_m)} \quad (20)$$

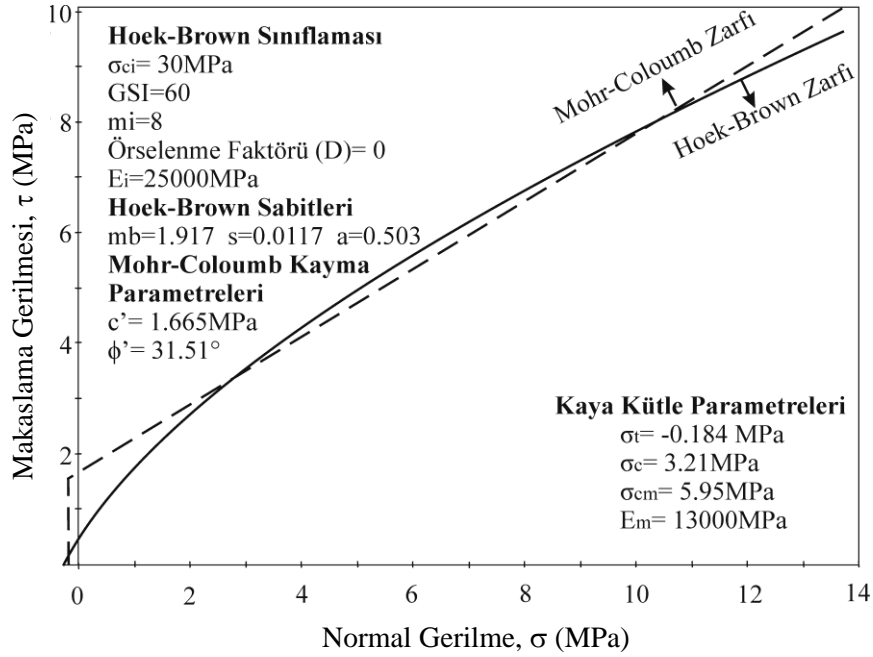
$$\phi_r = (\phi_b - 20) + 20(r/R) \quad (21)$$

$$G_{i,m} = \frac{E_{i,m}}{2(1 + \nu)} \quad (22)$$

Eşitlik [19-22]’de geçen  $E_i$  kaya malzemesinin elastisite modülünü (MPa),  $E_m$  kayaç kütleleri elastisite modülünü (MPa),  $L$  ortalama süreksizlik aralığını (m), “r” ayrılmış koşullardaki Schmidt çekici geri tepme sayısını, “R” ayrılmamış koşullardaki Schmidt çekici geri tepme sayısını,  $G_i$  kaya malzemesinin kayma modülünü (MPa),  $G_m$  Kayaç kütlelerinin kayma modülünü temsil eder (MPa).



Şekil 11. Çatlaklı kireçtaşı için RocData ile elde edilen normal gerilme-makaslama gerilmesi ilişkisi.



Şekil 12. Sağlam kireçtaşı için RocData ile elde edilen normal gerilme-makaslama gerilmesi ilişkisi.

### 3.2. Limit denge analiz yöntemleri ile taşıma gücünün belirlenmesi

Bell (1975) tarafından önerilen taşıma gücü analiz yöntemine göre Eşitlik-5 dikkate alınarak nihai taşıma gücü beklenenden yüksek 15.86 MPa olarak hesaplanmıştır.

$$q_u = 1.284 \times 12.06 \times 1 + \left[ 1 \times \left( \frac{3 \times 0.025}{2} \right) \times 10.162 \right] = 15.86 \text{ MPa}$$

Sadeleştirilmiş Bell çözümünde ise, araziden gelecek gerilme, 15 katlı bir binadan gelecek olan ilave gerilme olarak kabul edildiğinde (1 kata düşen gerilme yaklaşık 0.1MPa için)  $\Delta\sigma = 1.5$  MPa olarak kabul edilmektedir. Bu gerilme altındaki  $c_i$  ve  $\phi_i$  değerleri Şekil 3'te yer alan eşitlikler kullanılarak kolayca belirlenmektedir. Sürekli temeller için  $C_{f1} = 1$ , 1.5 MPa gerilme altında  $c_i = 0.5815$  MPa ve  $\phi_i = 38.88^\circ$  olarak hesaplanmıştır. Nihai taşıma gücü yukarıdaki bilgiler ışığında  $q_u = 13.06$  MPa olarak hesaplanmıştır.

$$N_{\phi} = \tan^2\left(45 + \frac{38,88}{2}\right) = 4.37$$

$$N_c = 2 \times 4,3718^{0.5} \times (4,3718 + 1) = 22.46$$

$$q_u = 1 \times 22,463 \times 0,5815 = 13.06 \text{ MPa}$$

Kulhawey (1978) tarafından önerilen taşıma gücünün analizi Eşitlik-8 gereğince çözülmüştür. Çatlaklı kaya zonu için;  $S < B$  ve süreksizlikler açık çatlaklıdır.

RQD (%) < %70 olduğu durumlar için; Kulhawey & Goodman (1980) tarafından  $\phi = 30^\circ$  ve  $c = 0.1 \times \sigma_{ci}$  alınması önerilmiştir. Bu durumda;  $q_u = 2 \times 3 \tan\left(45 + \frac{30}{2}\right) = 10.39 \text{ MPa}$  elde edilmektedir.

Wyllie (1992) tarafından önerilen yöntem araziye uygulanacak olursa; çatlaklı kayaç modelinde [sürekli temel için ( $L/B \geq 10$ )] nihai taşıma gücü 8,43 MPa olarak elde edilmektedir. Eşitlik-9 dikkate alındığında;  $q_u = 30 \times 0.0022^{0.5} [1 + (1.122 + 0.0022^{-0.5} + 1)^{0.5}]$ ,  $q_u = 8.43 \text{ MPa}$  elde edilmektedir.

Bowles (1985) tarafından önerilen taşıma gücü analiz yöntemine göre Eşitlik-12 dikkate alınarak  $N_q = 19.34$ ,  $N_c = 36.01$ ,  $N_\gamma = 20.34$  değerleri ile nihai taşıma gücü dairesel temel için 7.84 MPa, kare temel için 7.87 MPa olarak belirlenmiştir.

$$q_u = 1.284 \times 36.01 \times 1.3 + 0.5 \times 0.025 \times 3 \times 20.34 \times 0.6 = 60.56 \text{ MPa}$$

$$q_u' = q_u \times (\text{RQD})^2, q_u' = 60.56 \times (0.36)^2 = 7.84 \text{ MPa}$$

Kulhawey & Carter (1992) tarafından önerilen taşıma gücü analiz yöntemine göre Eşitlik-10 dikkate alınarak nihai taşıma gücü 8.04 MPa olarak belirlenmiştir.

$$q_u = 30 \times [0.0022^{0.508} + (1.122 \times 0.0022^{0.508} + 0.0022)^{0.5}] = 8.04 \text{ MPa}$$

Serrano ve ark. (2000) tarafından önerilen taşıma gücü analiz yöntemine göre Eşitlik-14 dikkate alınarak nihai taşıma gücü 21.77 MPa olarak belirlenmiştir.

$$q_u = 3.97 \times (5.50 - 0.0149) = 21.77 \text{ MPa}$$

Taşıma gücünün belirlenebilmesi için gerekli parametrelerin sayısal değerleri Çizelge 8'de verilmiştir.  $N_\beta$  hesaplanırken  $a = 0,508$  ara değeri kullanılmıştır.

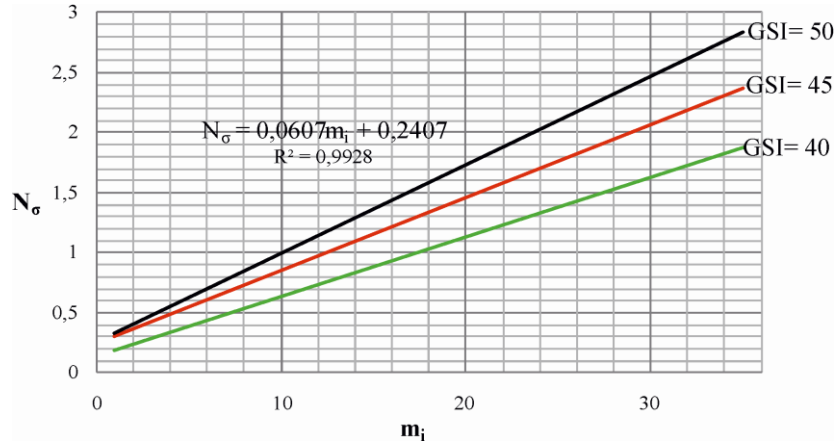
$$\sigma_{01}^* = 0.0149 \text{ için } N_\beta = 9.217 \times 0.0149^{0.1289} = 5.36$$

Çizelge 8. Serrano ve ark. (2000) taşıma gücü analiz yöntemi için girdi parametreleri

$\beta_n(\text{MPa})$	$A_n$	$\zeta_n$	$\sigma_1(\text{MPa})$	$\sigma_{01}^*$	$N_\beta$
3.97	0.132	0.0149	0	0.0149	5.36

Merifield ve ark. (2006)'na göre kireçtaşlarının nihai taşıma gücü Eşitlik-16 dikkate alınarak 21.79 MPa olarak hesaplanmıştır. Şekil 13'te belirtilen  $N_\sigma$  değerlerinin  $m_i$  bağımsız değişkenine bağlı eşitlik, GSI = 45 için kolaylıkla elde edilebilmektedir. Buna göre, GSI=45 ve  $m_i = 8$  için  $N_\sigma = 0.786$  elde edilmiştir.

$$q_u = 30 \times 0.726 = 21.79 \text{ MPa}$$



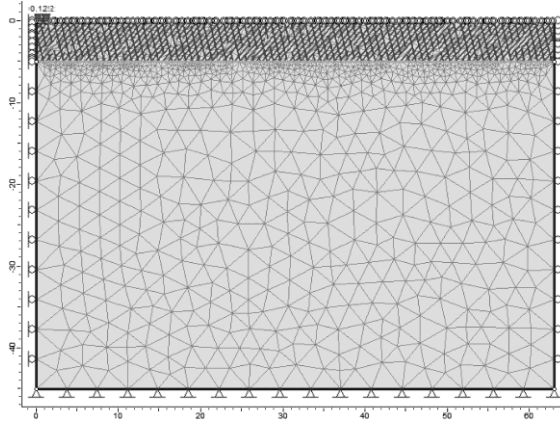
Şekil 13. GSI = 45 için yapılan interpolasyon ve  $N_{\sigma}$  için kullanılan eşitliğin belirlenmesi.

Saada ve ark. (2008) yöntemine göre nihai taşıma gücü değeri Eşitlik-17'den 21.27 MPa olarak hesaplanmıştır. Şekil 7'den GSI=45, D=0 ve  $m_i = 8$  için  $N_{\sigma}$  değeri 15.118 olarak elde edilmiştir.

$$q_u = \sqrt{0.0022} \times 30 \times 15.118 = 21.27 \text{ MPa}$$

### 3.3. FEM kullanılarak gerçekleştirilen taşıma gücü analizi

Sonlu elemanlar yöntemindeki sınır koşullarına ilişkin veriler Şekil 14'te sunulmuştur. Analiz yöntemine göre; temel altındaki normal gerilmelerin toplam yer değiştirme miktarı arasındaki ilişkiden yararlanılarak (doğrusal ilişki modeli) maksimum taşıma gücü belirlenmektedir.

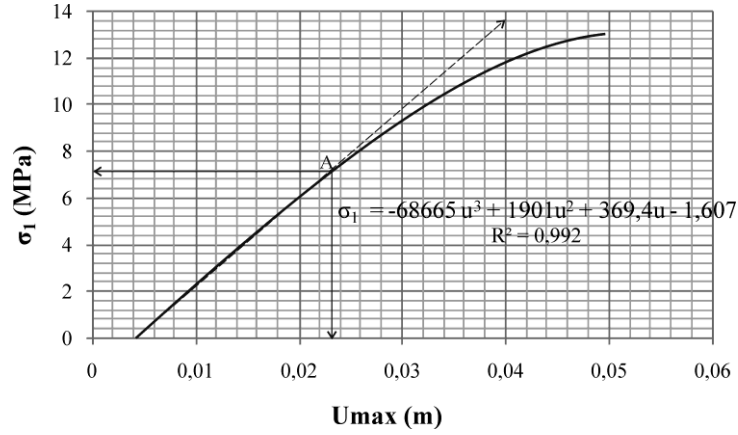


Şekil 14. FEM kullanılarak yapılan analizlerde model geometrisi ve sınır koşulları.

Şekil 15'e göre temel altındaki normal gerilme değeri ve toplam yer değiştirme miktarı arasında parabolik bir ilişki Eşitlik 23 ile ifade edilmektedir.

$$\sigma_1 = -68665u^3 + 1901u^2 + 369,4u - 1,607 \quad (R^2 = 0,992) \quad (23)$$

$\sigma_1$  değerinin artmasıyla artan  $u$  değerleri, düşük gerilmeler altında lineer bir ilişki sunarken, ilave gerilmelerin artırılmasıyla bu ilişki parabolik bir ifadeye dönüşür (Şekil 16). Yönteme göre  $\sigma_1-u$  ilişkisinin doğrusal ilişkisinin dışına çıktığı nokta, nihai taşıma gücü olarak ifade edileceğinden, A noktasına ait  $u_{\max} = 23$  mm değerinin Eşitlik 23'te yazılması ile A-noktasındaki gerilme 7.06 MPa bulunur. Uygulanan yöntemle göre bu gerilme değeri, modelin nihai taşıma gücü olarak kabul edilmektedir.



Şekil 15. Maksimum yer değiştirme ( $u_{max}$ ) ile büyük asal gerilme ( $\sigma_1$ ) arasındaki ilişki.

### 3.4. Taşıma gücü analiz yöntemlerinin karşılaştırılması

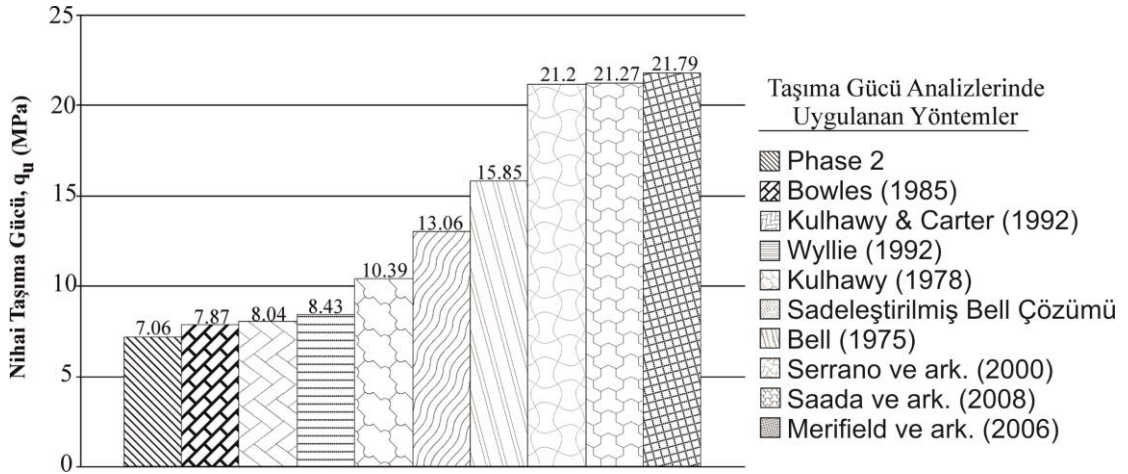
Kullanılan girdi parametrelerinin ve bu parametrelerin sonuca etkisinin araştırılması, yöntemler arasındaki ilişkileri daha açık olarak tanımlayacaktır. Çizelge 9’da limit denge analiz yöntemlerinde kullanılan girdi parametreleri ve belirlenen  $q_u$  değerleri yer almaktadır. Çizelge 9’a göre çatlaklı kireçtaşı modeli için nihai taşıma gücü aralığı; 7.06–21.79 MPa değerleri arasındadır.

Çizelge 9. Limit denge analiz ve nümerik yöntemlerde kullanılan parametreler ve taşıma gücü değerleri

	Yöntem	Kullanılan Parametreler	Dikkate alınan Yenilme Ölçütü	Nihai Taşıma Gücü, $q_u$ (MPa)
Limit denge analiz Yöntemi	Wyllie (1992)	$C_{f1}, \sigma_{ci}, s, m_b, a = 0.5$	Hoek - Brown	8.43
	Kulhawy & Carter (1992)	$\sigma_{ci}, s, m_b, a$	Hoek - Brown	8.04
	Serrano ve ark. (2000)	GSI, $\sigma_{ci}, s, m_b, a, D_f, N_\beta, \sigma_{01}^*$	Hoek - Brown	21.27
	Merifield ve ark.(2006)	GSI, $N_\sigma, m_i, \sigma_{ci}$	Hoek - Brown	21.79
	Saada ve ark. (2008)	GSI, $m_i, s, N_\sigma, \sigma_{ci}$	Hoek - Brown	21.27
	Kulhawy (1978)	$\sigma_{ci}, \phi$ veya $S < B$ ise; $c, \phi$	Mohr-Coulomb	10.39
	Bowles (1985)	$c, \phi, \gamma, B, s_c, s_\gamma, RQD(\%)$	Mohr-Coulomb	7.87
	Bell (1975)	$C_{f1}, C_{f2}, c'_i, B, \gamma, \phi', D_f$	Mohr-Coulomb	15.85
Sadeleştirilmiş Bell çözümü (Wyllie, 1992)	$C_{f1}, c'_i, \phi'$	Mohr-Coulomb	13.06	
Sonlu Elemanlar		$s, m_b, E_m, \nu, \gamma, \sigma_{ci}, JCS, JRC, k_n, k_s, \phi_r$	Hoek-Brown, Barton-Bandis	7.06
	Phase 2			

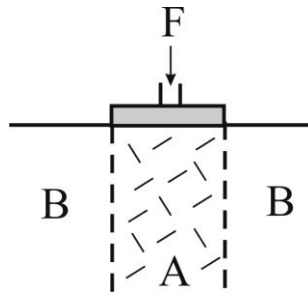
Uygulanan yöntemlerin içinde en yüksek değeri 21.79 MPa ile Merifield ve ark. (2006) yöntemi verirken, en düşük sonuç 7.06 MPa ile sonlu elemanlar analizinden elde edilmiştir (Şekil 16). Limit denge analiz yöntemlerinde göze çarpan husus; bazı yöntemlerin diğerlerine göre, birbirlerine daha yakın sonuçlar vermesidir. Wyllie (1992), Kulhawy & Carter (1992) ve Bowles (1985) yöntemleri

birbirlerine yakın sonuçlar verirken diğer taraftan, Serrano ve ark. (2000), Merifield ve ark. (2006), Saada ve ark. (2008) yöntemleri de kendi aralarında yakın sonuçlar vermiştir (Şekil 16). Buna benzer bir sonuç Kadakci Koca & Koca (2022) tarafından elde edilmiştir. Bell (1975) yönteminden elde edilen sonuç ise; her iki grubun arasında yer almaktadır ( $q_u = 15.86$  MPa).



Şekil 16. Uygulanan yöntemlere göre elde edilen nihai taşıma gücü sonuçları.

Sürşarj yüküne bağlı olarak temel tabanı altında bir gerilme oluşmaktadır (Şekil 17). Bu gerilmenin değeri, kat adedi arttıkça artmaktadır ( $\sigma_{1A}$ ).  $\sigma_{3A}$  (A-zonu üzerindeki küçük asal gerilme) B-zonu içindeki kayacın dayanımı kadardır ve sürşarj yükü sıfır olduğunda, B-kayaç kütlelerinin tek eksenli basınç dayanımına eşittir (Sadeleştirilmiş Bell çözümü). Sürşarj yükünün sıfır olması durumunda, Hoek-Brown çatlaklı kayaç kütlelerinin dayanımını veren aşağıdaki eşitlik;  $\sigma_1 = (m\sigma_{ci}\sigma_3 + s\sigma_{ci})^{\frac{1}{2}} + \sigma_3$ ;  $\sigma_3=0$  olacağından, taşıma gücü, A-zonu içerisindeki büyük ana asal gerilmeye ( $\sigma_{1A}$ ) eşit olur. Üstteki eşitlik,  $\sigma_{1A} = q_u = c f_1 \times c \times N_c'$ ye dönüşür. Sadeleştirilmiş Bell çözümünde, sürşarj yüklerine bağlı olarak kayaç kütlelerinde meydana gelen anlık kohezyon ( $c_i$ ) ve anlık içsel sürtünme açısı ( $\phi_i$ ) değerleri kullanılmıştır. Çok katlı yapılarda anlık  $c_i$  ve  $\phi_i$  değerleri, sabit  $c$  ve  $\phi$  değerlerinden daha büyük elde edilmektedir. Kat adedi arttıkça düşey gerilme değerleri de artmaktadır. Bu durumun doğal sonucu olarak,  $c_i$  ve  $\phi_i$  değerleri de artmaktadır. Eşitlik 12'de Bell (1975) çözümünü veren eşitlik verilmiştir. Bu eşitlik ile sadeleştirilmiş Bell çözümüne ait eşitlik arasındaki fark; sadeleştirilmiş Bell çözümünde, temel yüzeyinde ve temel altında kayma kamasının ağırlığının ihmal edilmiş olmasıdır. Bu durum, iki çözüm arasında  $15.86-13.06 = 2.80$  MPa'lık bir gerilme farkı oluşturmaktadır.



Şekil 17. Sürşarj yüküne bağlı olarak gelişen örselenmiş A-zonu (temel yüzeyde yer almaktadır).

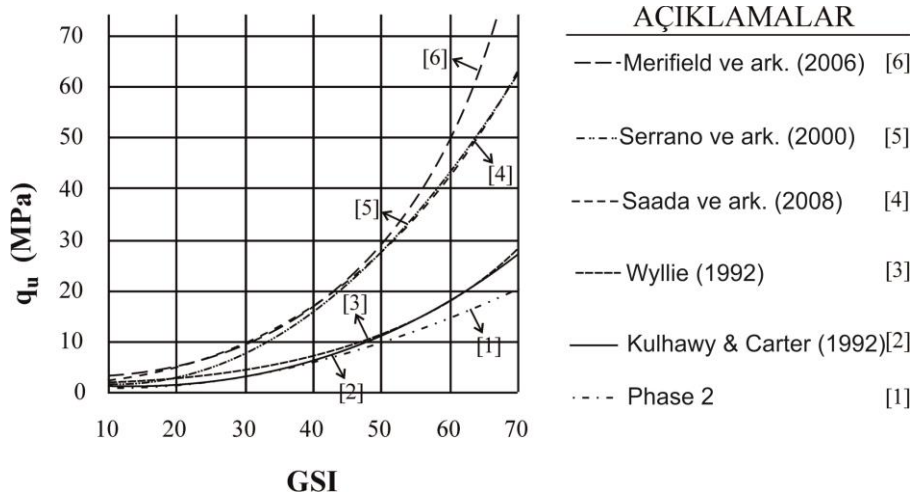
Kulhawy (1978) yönteminden elde edilen  $q_u$  değeri ( $q_u = 10.39$  MPa) ile Bell (1975) ve sadeleştirilmiş Bell çözümlerinden elde edilen  $q_u$  değerleri arasında  $5.46-3.41$  MPa'lık fark bulunmuştur. Farkın nedeni, Kulhawy (1978)'de kayaç kütleleri sabit bir sürtünme açısı ve kohezyon değerine sahiptir ve  $c$ ,  $\phi$  değerleri de Kulhawy & Goodman (1980)'de önerildiği gibi %RQD değerlerine göre seçilmektedir. Bu değerler, üst yapıdan gelen sürşarj yüklerine bağlı olarak değişmektedir. Anlık  $c_i$  ve  $\phi_i$  değerleri, çok katlı yapılarda, RQD (%) değerlerine göre seçilen sabit  $c$  ve  $\phi$ -değerlerinden daha büyük elde edilmektedir.

Mohr-Coulomb yenilme ölçütünü dikkate alan limit denge analiz yöntemleri Bell (1975), sadeleştirilmiş Bell çözümü (Wyllie, 1992), Kulhawy (1978) ve Bowles (1985)'dir. Bu yöntemlerden elde edilen değerler 7.87-15.86 MPa arasında değişmektedir. Kulhawy (1978) ve Bowles (1985) yöntemlerine göre kayaç kütlelerinin nihai taşıma gücü değeri belirlenirken, RQD değeri etkili olmuştur. Bowles (1985)'de ise oldukça muhafazakâr bir yaklaşımla nihai taşıma gücü RQD'nin karesi ile çarpılarak oldukça küçültülmüştür.

FEM ile yapılan taşıma gücü analizlerinde, arazi şartlarını temsil eden pek çok parametre dikkate alınmakta ve işlemler bu verilere göre yürütülmektedir. Bu nedenle, FEM'den elde edilen taşıma gücü analiz sonucu bazı limit denge analiz yöntemlerine göre daha düşük elde edilmektedir. Kadakci Koca & Koca (2022), Hoek-Brown yenilme ölçütünü temel alan ampirik eşitliklerin nümerik analiz sonuçlarıyla daha uyumlu sonuçlar verdiğini savunmuştur. Bu çalışmada ise, nümerik analizlerden elde edilen sonuç, Bowles (1985), Kulhawy & Carter (1992), ve Wyllie (1992)'den elde edilen taşıma gücü analiz sonuçlarına çok yakın elde edilmiştir (Şekil 16).

Diğer taraftan, Serrano ve ark. (2000), Merifield ve ark. (2006) ve Saada ve ark. (2008)'dan elde edilen sonuçların yaklaşık üçte biri kadardır.

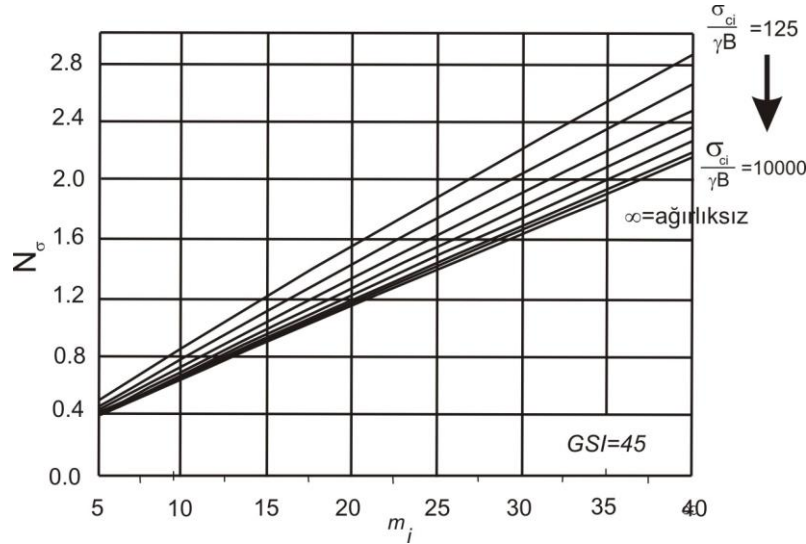
Hoek-Brown yenilme ölçütünü dikkate alan ve taşıma gücü analizlerinde GSI değerlerini doğrudan kullanan Serrano ve ark. (2000), Merifield ve ark. (2006) ve Saada ve ark. (2008) limit denge analiz yöntemlerinden elde edilen nihai taşıma gücü değerleri 21.2 MPa ile 21.79 MPa arasında elde edilmiştir. Maksimum ve minimum nihai taşıma gücü değerlerini veren yaklaşımlar Alemdag ve ark. (2008)'de de benzer bir şekilde bulunmuştur. İncelemeler benzer sonuçlar veren yöntemler arasında kullanılan ortak parametrelerin oldukça fazla olduğunu göstermiştir. Aynı yenilme ölçütünü dikkate alan ve taşıma gücü analizlerinde GSI değerinden yararlanmayan, buna karşın Hoek-Brown parametrelerini kullanan Wyllie (1992) ve Kulhawy & Carter (1992) gibi limit denge analiz yöntemlerinden elde edilen  $q_u$  değerleri sırasıyla 8.43 MPa ile 8.04 MPa'dır (Şekil 18). GSI değerini doğrudan kullanan limit denge analiz yöntemlerinden elde edilen nihai taşıma gücü değerleri, GSI değerini doğrudan kullanmayan (kaya kütle sabitlerini kullanan) diğer limit denge analiz yöntemlerinden elde edilen değerlerin yaklaşık üç katıdır.



Şekil 18. GSI değerini doğrudan kullanan [Serrano ve ark. (2000), Merifield ve ark. (2006) ve Saada ve ark. (2008)] ve dolaylı kullanan [Wyllie (1992), Kulhawy & Carter (1992)] limit denge analiz yöntemlerinden elde edilen nihai taşıma gücü sonuçlarının Phase 2 yönteminden elde edilen sonuçla karşılaştırılması.

Merifield ve ark. (2006)'na göre taşıma gücünün hesaplanması Eşitlik-16'ya uygun yapılmaktadır. Herhangi bir kayaçta (GSI,  $m_i$ ,  $\sigma_{ci}$ ), verilen bir GSI değeri için, beklenildiği gibi  $m_i$  arttıkça kayacın dayanımı ve eşdeğer Mohr-Coulomb parametreleri de ( $c'$  ve  $\phi'$ ) artar. Merifield ve ark. (2006), kaya kütlelerinin ve dayanımının taşıma gücü üzerindeki etkisini  $N_\sigma$  taşıma gücü faktörüne bağlı olarak araştırmışlardır. Araştırmacılar,  $m_i - N_\sigma$  ilişkisini boyutsuz bir faktör olan  $(\frac{\sigma_{ci}}{\gamma \times B})$  oranı ile incelemiştir (Şekil 19). Bu oran 125 ile  $10^4$  aralığında değişmektedir.  $(\frac{\sigma_{ci}}{\gamma \times B})$  oranı azaldıkça  $N_\sigma$  değeri

artmaktadır.  $m_i - N_\sigma$  grafiğinde,  $\frac{\sigma_{ci}}{\gamma \times B} = 125$  ve  $\frac{\sigma_{ci}}{\gamma \times B} = 10^4$  doğruları arasındaki fark; GSI büyüdükçe kapanmakta, küçüldükçe açılmaktadır (Şekil 16).  $\frac{\sigma_{ci}}{\gamma \times B} = 10^4$  doğrusu temelin yüzeyde olduğu (ağırlıksız olduğu) durumu anlatmaktadır. Kayaç ortamlarda  $\left(\frac{\sigma_{ci}}{B}\right)$  oranı sabittir. Bu orana, temelin kendi ağırlığı da ilave edildiğinde; değeri  $\left(\frac{\sigma_{ci}}{\gamma \times B}\right)$  olur. Bu oran küçüldükçe  $N_\sigma$ -değeri artmaktadır. Çünkü,  $q_u$  ile  $N_\sigma$  taşıma gücü faktörü doğru orantılıdır. Kayacın ağırlık etkisi arttıkça taşıma gücü değeri de artmaktadır. Ağırlık azaldıkça (temelin yüzeyde olması durumu) taşıma gücü değeri de azalmaktadır. Yüzeye tesis edilmiş temellerin taşıma gücü değerleri, temelin kendi ağırlığı ve altındaki kaya kamasının ağırlığının ihmal edilmesi nedeniyle düşük değerler almaktadır. Bu durum,  $N_\sigma$  değeri taşıma gücü eşitliğine salt küçük bir değer olarak girildiğinde,  $q_u$  değerini azaltmaktadır. Temel ağırlığı ve kaya kaması ağırlığının ihmal edildiği durum, bir alt sınır çözümünü, her iki ağırlığın da dikkate alındığı durumda elde edilen taşıma gücü değeri ise bir üst sınır çözümünü vermektedir. Merifield ve ark. (2006) tarafından belirtildiği gibi, iki çözüm arasındaki fark; alt sınır çözüm değeri, üst sınır çözümünün %60-%80 azaltılmışı kadardır. Bu çalışmada, Kulhawy & Carter (1992) çözümü bir alt sınır çözümüdür. Kulhawy & Carter (1992) ve Merifield ve ark. (2006) çözümleri arasındaki fark (21.79 - 8.04 = 13.75 MPa) 13.75 MPa mertebesindedir.



Şekil 19. GSI = 45 için hazırlanmış  $m_i - N_\sigma$  grafiğinde  $[\sigma_{ci}/\gamma B]$  değerinin değişimi ( $\frac{\sigma_{ci}}{B}$  değeri sabittir,  $x \rightarrow 0$ 'a giderken  $[\sigma_{ci}/\gamma B]$  değeri sonsuz olur.  $\sigma_{ci}/\gamma B = \infty$  olmazsa, ağırlıksız durumu gösterir.)

Kulhawy & Carter (1992)'den elde edilen nihai taşıma gücü değeri, Merifield ve ark. (2006) çözümünden elde edilenden %63 daha az olduğu belirlenmiştir. Kulhawy & Carter (1992) çözümü Merifield ve ark. (2006)'nın bir alt sınır çözümü olarak değerlendirilmiştir. Alt ve üst sınır çözümlerinde elde edilen  $N_\sigma$ -değerleri GSI  $\geq 20$  olduğu durumlarda önemli farklar oluşturmakta, daha düşük GSI-değerleri için, elde edilen  $N_\sigma$  değerleri birbirlerine daha çok yaklaşmaktadır.

#### 4. Sonuç

Kaya ortamlarda taşıma gücü analizleri özellikle geniş ölçekli mühendislik çalışmalarında oldukça önem kazanmaktadır. Ancak farklı arazi koşulları ve bu koşullara bağlı mekanik parametreleri dikkate alan yöntemlerden hangilerinin çalışma alanı için uygun olduğu konusunda belirli bir standart bulunmamaktadır. Bu nedenle, bu çalışma kapsamında literatürde bulunan LE yöntemlerini dikkate alan kayalarda taşıma gücü eşitlikleri ile FEM ile hesaplanan nihai taşıma gücü değerleri karşılaştırılmıştır. Bu sayede farklı yöntemlerin bir örnek üzerinden zayıf ve güçlü yönleri detaylı olarak ortaya konulmuştur. Sonuç olarak, İncelenen Kalabak Tepe kireçtaşlarının nihai taşıma gücü değerinin 7.06 –



21.79 MPa arasında olduğu belirlenmiştir. Sonlu elemanlar analiz yönteminden elde edilen nihai taşıma gücü değeri ise  $q_u = 7.06$  MPa'dır.

Limit denge analiz ve sonlu elemanlar yönteminden elde edilen taşıma gücü değerlerine ait sonuçlar karşılaştırıldığında; FEM ile Hoek-Brown yenilme ölçütünü dikkate alan [Wyllie \(1992\)](#) ve [Kulhawy & Carter \(1992\)](#), ile Mohr-Coulomb yenilme ölçütünü dikkate alan [Bowles \(1985\)](#) yönteminden elde edilen sonuçların birbirlerine yakın olduğu görülmektedir.

Yüzeye yerleştirilen temellerin taşıma gücü değerleri, temelin kendi ağırlığı ve altındaki kaya kamasının ağırlığının ihmal edilmesi nedeniyle nispeten daha düşük taşıma gücü değerleri elde edilmiştir. Temel ağırlığı ve kaya kaması ağırlığının ihmal edildiği durum, bir alt sınır çözümünü, her iki ağırlığın da dikkate alındığı durumda elde edilen taşıma gücü değeri de bir üst sınır çözümünü vermektedir. İki çözüm arasındaki fark; alt sınır çözüm değeri, üst sınır çözümünün %60-%80 azaltılmış değeri kadar olduğu belirlenmiştir. Bu nedenle, Hoek-Brown yenilme ölçütünü dikkate alan yöntemler arasında dahi taşıma gücü değerlerinde önemli farklar meydana gelmektedir.

Buna karşın limit denge analiz yöntemleri GSI=45 için nispeten daha yüksek taşıma gücü değerleri elde edilmiştir. Bu da limit denge analiz yöntemlerinin düşük dayanımlı kayaç kütlelerinde (GSI<25 gibi) daha mantıklı sonuçlar verebileceği anlamına gelebilir. Bu durumun detaylı çalışmalar ile ortaya konması ileriki çalışmalarda önerilmektedir. Bu nedenle, şeyl, çamurtaşı ve ayrıışmış marn gibi zayıf kayaçlarda GSI değerini dikkate alan limit denge taşıma gücü analiz yöntemlerinin kullanılması daha akılcı bir yaklaşım sağlayacaktır. Kalabak Tepe kireçtaşları için ise, FEM'den elde edilen sonucun kaya kütle özelliklerini daha sağlıklı bir şekilde temsil etmesi nedeniyle, LEM ([Kulhawy & Carter 1992](#), [Wyllie 1992](#)) sonuçlarıyla karşılaştırılarak kullanılması faydalı görünmektedir. Bu bağlamda, kaya kütlelerinde çoğunlukla kullanılmakta olan görgül yöntemlerin uygulanması açısından önem mevcut çalışmanın bir örnek çalışma niteliğinde olduğu ileri sürülebilir. Diğer taraftan, çalışmada uygulanan yöntemlerin farklı kaya kütlelerine uygulanması ve elde edilen sonuçların Monte Carlo analiz yöntemiyle ayrıntılı şekilde araştırılması, söz konusu görgül yöntemlerin görece üstünlüklerini ortaya koymak adına faydalı olacağı düşünülmektedir.

## Kaynakça

- Agar, J. G., Morgenstern, N. R., & Scott, J. (1987). Shear strength and stress-strain behaviour of Athabasca oil sand at elevated temperatures and pressures. *Canadian Geotechnical Journal*, 24(1), 1-10. doi:10.1139/t87-001
- Alemdag, S., Gurocak, Z., Solanki, P., & Zaman, M. (2008). Estimation of bearing capacity of basalts at the Atasu dam site, Turkey. *Bulletin of Engineering Geology and the Environment*, 67, 79-85. doi:10.1007/s10064-007-0112-3
- Anon. (1979). Classification of soils and rocks for engineering geological mapping Part I : Rock and soil materials. *Bulletin of the International Association of Engineering Geology*, 19, 364-371.
- ASTM. (2010). *ASTM D2845-05. Standard Test Method for Laboratory Determination of Pulse Velocities and Ultrasonic Elastic Constants of Rock*. ASTM International, West Conshohocken, PA.
- Baker, R. (2003). Inter-relations between experimental and computational aspects of slope stability analysis. *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, 27, 379-401. doi:10.1002/nag.277
- Baker, R. (2004). Nonlinear Mohr envelopes based on triaxial data. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, 130(5), 498-506. doi:10.1061/(ASCE)1090-0241(2004)130:5(498)
- Barton, N. R., & Bandis, S. C. (1982). *Effects of block size on the shear behaviour of jointed rock*. 23rd U.S. Symp. on Rock Mechanics, Berkeley, USA.
- Bell, A. L. (1975). The lateral pressure and resistance of clay, and the supporting power of clay foundations. *Minutes of the Proceedings of the Institution of Civil Engineers*, 199(1915), 233-272. doi:10.1680/imotp.1915.16217
- Bell, F. G. (1992). *Engineering in rock masses*. Oxford: Butterworth-Heinemann.
- Bieniawski, Z. T. (1989). *Engineering rock mass classifications*. New York, USA: Wiley.
- Bowles, J. E. (1985). *Physical and geotechnical properties of soils*. McGraw Hill.

- Chaudhary, M. T. A. (2007). FEM modelling of a large piled raft for settlement control in weak rock. *Engineering Structures*, 29(11), 2901-2907. doi:10.1016/j.engstruct.2007.02.001
- Chen, H. K., Tang, H. M., & Ye, S. Q. (2006). Damage model of control fissure in perilous rock. *Applied Mathematics and Mechanics*, 27(7), 967-974. doi:10.1007/s10483-006-0713-y
- De Beer, E. (1970). Experimental determination on the shape factors and the bearing capacity factors of sand. *Geotechnics*, 20(4), 387-411.
- Goodman, R. E. (1989). *Introduction to rock mechanics*. 2nd ed. New York, USA: Wiley.
- Gökçeoğlu, C. (1997). *Killi, yoğun süreksizlik içeren ve zayıf kaya kütlelerinin mühendislik sınıflamalarında karşılaşılan güçlüklerin giderilmesine yönelik yaklaşımlar*. (Doktora tezi), Hacettepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Hoek, E., & Brown, E. T. (1980). Empirical strength criterion for rock masses. *Journal of the Geotechnical Engineering Division*, 106(9), 1013-36. doi:10.1061/AJGEB6.000102
- Hoek, E. (1983). Strength of jointed rock masses. *Geotechnique*, 33(3), 187-223. doi:10.1680/geot.1983.33.3.187
- Hoek, E., & Brown, E.T. (1988). *The Hoek-Brown failure criterion - a 1988 update*. Proceedings of the Fifteenth Canadian Rock Mechanics Symposium, University of Toronto, 31-38.
- Hoek, E., & Brown, E. T. (1997). Practical estimates of rock mass strength. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 34(8), 1165-1186.
- Hoek, E., Carina-Torres, C., & Corkum, B. (2002). *Hoek-Brown failure criterion-2002 edition*. Proceedings of the 5th North American Rock Mechanics Symposium, Toronto.
- ISRM. (2007). *The Complete ISRM (International Society for Rock Mechanics) Suggested Methods for Rock Characterization, Testing and Monitoring: 1974-2006*, Editors: R. Ulusay & J.A. Hudson. Ankara, Turkey.
- Jiang, J. C., Baker, R., & Yamagami, T. (2003). The effect of strength envelope nonlinearity on slope stability computations. *Canadian Geotechnical Journal*, 40, 308-325. doi:10.1139/t02-111
- Kadakci Koca, T., & Koca, M. Y. (2022). Finite element and empirical solutions for estimating bearing capacity and settlement of a jointed, multi-layered dam rock foundation. *Journal of Earth System Science*, 131, 231. doi:10.1007/s12040-022-01978-y
- Kıncal, C. (2004). *İzmir iç körfezi çevresinde yer alan birimlerin coğrafi bilgi sistemleri ve uzaktan algılama teknikleri kullanılarak mühendislik jeolojisi açısından değerlendirilmesi*. (Doktora Tezi), Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, Türkiye.
- Koca, M. Y. (1995). *Slope stability assessment of the abandoned andesite quarries in and around the izmir city center*. (PhD Thesis), Dokuz Eylül University, Graduate School of Natural and Applied Science, İzmir, Türkiye.
- Kulhawy, F. H. (1978). Geomechanical model for rock foundation settlements. *ASCE Journal of Geotechnical Engineering Division*, 104, 211-227.
- Kulhawy, F., & Goodman, R. E. (1980). *Design of foundations on discontinuous rock*. International Conference on Structural Foundations on Rock, Sydney, Australia.
- Kulhawy, F., & Carter, J. P. (1992). Settlement and Bearing Capacity of Foundations on Rock Masses. In F. G. Bell (Ed.), *Engineering in Rock Masses*. Oxford: Butterworth-Heinemann. doi:10.1016/B978-0-7506-1965-3.50016-9
- Li, Y., & Xia, C. (2000). Time-dependent tests on intact rocks in uniaxial compression. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 37(3), 467-475. doi:10.1016/S1365-1609(99)00073-8
- Merifield, R. S., Lyamin, A. V., & Sloan, S. W. (2006). Limit analysis solutions for the bearing capacity of rock masses using the generalized Hoek – Brown criterion. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 43, 920-937. doi:10.1016/j.ijrmms.2006.02.001
- Poyraz, F. (1996). *Işıklar ve Kalabak Tepe kireçtaşlarında pürüzlülük ölçümleri*. Dokuz Eylül Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Jeoloji Müh. Bölümü, Bitirme Projesi, İzmir.
- Rocscience. (2014a). RocData Version 5.001; Dokuz Eylül University Academic License.
- Rocscience. (2014b.) Dips Version 6.014; Dokuz Eylül University Academic License.
- Rocscience. (2015). Phase 2 v.8.024; Dokuz Eylül University Academic License.
- Saada, Z., Maghous, S., & Garnier, D. (2008). Bearing capacity of shallow foundation on rocks obeying a modified Hoek – Brown failure criterion. *Computers and Geotechnics*, 35, 144-154. doi:10.1016/j.compgeo.2007.06.003

- Santarelli, F. (1987). *Theoretical and experimental investigation of the stability of the axisymmetric borehole*. (PhD thesis), University of London, Imperial College of Science and Technology.
- Serrano A., Olalla, C., & Gonzalez, J. (2000). Ultimate bearing capacity of rock masses based on the modified Hoek – Brown criterion. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 37, 1013-1018. doi:10.1016/S1365-1609(00)00028-9
- Serrano, A., Olalla, C., & González, J. (2001). Corrigendum to “Ultimate bearing capacity of rock masses based on the modified Hoek–Brown criterion”. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 38, 1217. doi:10.1016/S1365-1609(02)00002-3
- Singh, B., & Gahrooe, D. R. (1989). Application of rock mass weakening coefficient for stability assessment of slopes in heavily jointed rock masses. *International Journal of Surface Mining, Reclamation and Environment*, 3(4), 217-219. doi:10.1080/09208118908944277
- Sowers, G. F. (1979). *Introductory Soil Mechanics and Foundations: Geotechnical Engineering*, 4th ed. New York, USA: MacMillan.
- Terzaghi, K. (1943). *Theoretical Soil Mechanics*. New York, USA: Wiley.
- TS 699. (1987). *Tabii Yapı Taşları Muayene Deney Metodları*. Ankara: TSE.
- Ulusay, R., & Sönmez, H. (2007). *Kaya Kütlelerin Mühendislik Özellikleri*, 2. Baskı. Ankara: Türkiye Jeoloji Mühendisleri Odası Yayınları, Yayın No: 60.
- Warpinski, N. R. (1991). Hydraulic fracturing in tight, fissured media. *Journal of Petroleum Technology*, 43(02), 146-209. doi:10.2118/20154-PA
- Wu, X., Wang, G., Li, G., Han, W., Sun, S., Zhang, S., & Bi, W. (2020). Research on shear behavior and crack evolution of symmetrical discontinuous rock joints based on FEM-CZM. *Symmetry*, 12(8), 1314. doi:10.3390/sym12081314
- Wyllie, D. C. (1992). *Foundations on Rock*. E&FN Spon.
- Wyllie, D. C. (2003). *Foundations on Rock: Engineering Practice*. CRC Press.
- Yang X. L., & Yin, J. H. (2005). Upper bound solution for ultimate bearing capacity with a modified Hoek–Brown failure criterion. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 42(4), 550-560. doi:10.1016/j.ijrmms.2005.03.002
- Yang, S. Q., & Jing, H. W. (2011). Strength failure and crack coalescence behavior of brittle sandstone samples containing a single fissure under uniaxial compression. *International Journal of Fracture*, 168, 227-250. doi:10.1007/s10704-010-9576-4
- Yang, X. L., & Huang, F. (2011). Collapse mechanism of shallow tunnel based on nonlinear Hoek–Brown failure criterion. *Tunnelling and Underground Space Technology*, 26(6), 686-691. doi:10.1016/j.tust.2011.05.008
- Yang, S. Q., Liu, X. R., & Jing, H. W. (2013). Experimental investigation on fracture coalescence behavior of red sandstone containing two unparallel fissures under uniaxial compression. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 63, 82-92. doi:10.1016/j.ijrmms.2013.06.008
- Zhou X. P., Yang, H. Q., Zhang, Y. X., & Yu, M. Y. (2009). The effect of the intermediate principal stress on the ultimate bearing capacity of a foundation on rock masses. *Computers and Geotechnics*, 36(5), 861-870. doi:10.1016/j.compgeo.2009.01.009



## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

### Metal Nanopartikül Temelli Elektrokatalizör Sentezi ve Elektrokimyasal Hidrojen Peroksit Sensörü

Fırat SALMAN<sup>1</sup>, Hilal ÇELİK KAZICI<sup>\*2</sup>, Mehmet Sait İZGİ<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği, 65080, Van, Türkiye

<sup>2</sup>Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, 65080, Van, Türkiye

<sup>3</sup>Siirt Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği, 56100, Siirt, Türkiye

Fırat SALMAN, ORCID No: 0000-0002-8854-9406, Hilal ÇELİK KAZICI, ORCID No: 0000-0003-4603-6917, Mehmet Sait İZGİ, ORCID No: 0000-0003-3685-3219

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

#### Makale Bilgileri

Geliş: 10.11.2022  
Kabul: 04.10.2023  
Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1202386

#### Anahtar Kelimeler

Elektrokimyasal sensör,  
Hidrojen peroksit,  
Metalik elektrokatalizör

**Öz:** Hidrojen peroksit biyolojik süreçlerde aktif bir rol oynar. Bundan dolayı gıda, medikal, ilaç, kimya endüstrileri ve tıp alanlarında hidrojen peroksitin tespiti çok önemlidir. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> insan sağlığı için gereklidir ve çeşitli fizyolojik süreçlerin düzenlenmesinde aktif rol oynar. Parkinson ve alzheimer hastalığı, felç, stres sendromları, damar sertliği, maligniteler ve mitokondriyal anormallikler gibi çeşitli hastalıklar için H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> konsantrasyonlarının önemli bir belirteç olduğu kabul edilmektedir. Bu yüzden hidrojen peroksitin tespiti için hızlı, ucuz, güvenilir uygun yöntemler geliştirmek önemlidir. Hidrojen peroksit tayini için geleneksel yöntemlere karşı elektrokimyasal yöntemler, daha hassas, verimli, düşük maliyetli ve zaman kazandıran yöntemler olduğu söylenebilir. Araştırmacılar, en son araştırmaları güncellemek için mevcut nanoyapılı elektrokatalizörlerin geliştirilmesi, elektrot modifikasyonu ve yeni elektrokimyasal sensörlerin uygulamaları çalışmalarına daha fazla ilgilendiler. Bu çalışmada metal destekli partiküllerin sentezlenmesi, hidrojen peroksitin elektrokimyasal davranışının incelenmesi ve hidrojen peroksit sensörü için katalitik aktivitesi yüksek elektrotlar geliştirilmesi üzerine odaklanıldı. Bu amaçla Cr-Fe-P/CNT, Cr-Fe-P/Eupergit CM, Cr-Fe-P/CNT elektrokatalizörleri kolay ve hızlı bir şekilde hazırlandı. Hazırlanan bu elektrokatalizörler ile geliştirilen elektrotlar, hidrojen peroksitin elektrokimyasal davranışı ve hidrojen peroksit sensör aktiviteleri döngüsel voltametri ile incelenmiştir.

### Metal Nanoparticle Based Electrocatalyst Synthesis and Electrochemical Hydrogen Peroxide Sensor

#### Article Info

Received: 10.11.2022  
Accepted: 04.10.2023  
Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1202386

#### Keywords

Electrochemical sensor,  
Hydrogen peroxide,  
Metallic electrocatalys

**Abstract:** Hydrogen peroxide plays an active role in biological processes. Therefore, the detection of hydrogen peroxide is very important in the food, medical, pharmaceutical, chemical industries, and medical fields. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> is essential for human health and plays an active role in the regulation of various physiological processes. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> concentrations are considered to be an important marker for various diseases such as Parkinson's and Alzheimer's disease, stroke, stress syndromes, atherosclerosis, malignancies, and mitochondrial abnormalities. Therefore, it is important to develop fast, inexpensive, reliable and suitable methods for the detection of hydrogen peroxide. It can be said that electrochemical methods are more sensitive, efficient, low-cost and time-saving methods than traditional methods for the determination of hydrogen peroxide. To update the latest research, the researchers were more interested in the study of the development of existing nanostructured electrocatalysts, electrode modification and the applications of new

electrochemical sensors. This study focused on the synthesis of metal-supported particles, the investigation of the electrochemical behavior of hydrogen peroxide, and the development of electrodes with high catalytic activity for the hydrogen peroxide sensor. For this purpose, the electrocatalysts Cr-Fe-P/CNT, Cr-Fe-P/Eupergit CM, and Cr-Fe-P/CNT were prepared easily and quickly. The electrodes developed with these prepared electrocatalysts, the electrochemical behavior of hydrogen peroxide and the sensor activities of hydrogen peroxide were investigated by cyclic voltammetry.

## 1. Giriş

Hidrojen peroksit ( $H_2O_2$ ) çok basit bir molekül olup, güçlü oksitleyici ve indirgeyici özelliğinden dolayı klinik, çevre, ilaç, gıda üretimi ve tekstil uygulamaları gibi birçok endüstriyel alanda önemli bir kimyasal ve analittir (Karam & Halaoui, 2008; Huang ve ark., 2011; Chen ve ark., 2012; Caglar ve ark., 2019). Hidrojen peroksit toksiktir ve birçok biyolojik reaksiyonunun yan ürünüdür (Chen ve ark., 2012). Buna bağlı olarak  $H_2O_2$ 'nin Parkinson hastalığı, kanser, felç, damar sertliği, Alzheimer gibi ilgili birçok hastalığın bir göstergesi olduğu düşünülmektedir (Amatore ve ark., 2001; Miller ve ark., 2005). Aynı zamanda  $H_2O_2$  sıvı bazlı yakıt hücrelerinde etkin bir oksidan olarak uygulanmıştır ve organik sentezlerde de kullanılmıştır (Raman & Shukla, 2007; Sarathy & Mohseni, 2007).

$H_2O_2$  insan sağlığı üzerinde büyük etkilerinin olmasından dolayı yalnızca akademik araştırmalar için değil aynı zamanda endüstriyel amaç için de doğru bir şekilde tespit edilmesi kritik konulardan biridir. Bu yüzden hidrojen peroksitin tespiti için uygun ve hızlı yöntemler geliştirmek önemlidir. Hidrojen peroksit tayini için elektrokimya, kromatografi, spektrofotometri, titrimetri, floresan gibi çeşitli analitik yöntemler geliştirilmiştir (Chen ve ark., 2013; Sahin ve ark., 2018; Kazici ve ark., 2019). Bununla birlikte, bu yöntemler genellikle karmaşık, zaman alıcı, yüksek maliyetli ve düşük seçicilik gibi dezavantajlara sahiptir (Sahin ve ark., 2018).

Elektrokimyasal teknikler bu eksiklikleri gidermekte ve daha uygun algılama süreçleri sağlamaktadır (Gupta ve ark., 2003 ve 2011; Hai & Zou, 2015). Elektrokimyasal sensörlerin düşük maliyetli, basit, hızlı, hassas, seçiciliği yüksek ve küçük aygıtlar olması, hidrojen peroksit sensörlerinin geliştirilmesi için daha fazla çalışmanın yapılması gerektiğini göstermektedir (Avci ve ark., 2018; Düzenli ve ark., 2018; Celik Kazici & Yayla, 2019; Salman ve ark., 2020).

Elektrokimyasal tepkimelerde reaksiyonun gerçekleştiği çözelti ortamı veya kullanılan eletrot yüzeyi, yüksek gerilimleri düşürmek ve hızı arttırmak için uygun katalizörler ile katalizlenirler. Elektrokatalitik süreçlerin nasıl gerçekleştiğinin araştırılması ve elektrokatalizör sentezi birçok araştırmaya ilham vermiştir. Uygulamada, metal ile elektrolit ara yüzeyinde gerçekleşen bir elektrokimyasal reaksiyonun, ya termodinamik potansiyelinin sistem çevresinde gerçekleşmediği, ya da çok düşük hızda olduğu gözlemlenir. Fakat aktivasyon enerjisini değiştiren katalizörler ile değiştirilmiş yüzeyler ile kullanarak reaksiyon hızı önemli ölçüde artırılabilir (Vielstich ve ark., 2003). Pt, Pd gibi soy metaller genellikle Elektrokimyasal katalizör olarak kullanılmaktadır. Geriye kalan diğer metal oksitler ve benzeri ürünlerin ortaya çıkarılması için oldukça fazla sayıda çalışma bulunmaktadır (Isaacs ve ark., 2005). Bu çalışmalara ek olarak katalizör örneği olabilecek yüzeyine enzim bağlanmış eletrotlar ile biyolojik moleküllerinde kullanımı söz konusudur. Nihayetinde temel araştırmalar tarafından ele alınırsa elektrokatalizör sentezi önem arz eden bir alandır.

Yüzey modifikasyonu yapılmış eletrotlar, iletken bir substratın değiştirilmesi ile bazı spesifik özellikler kazandırılmış, yüzeyi değiştirilmeyen substrattan farklı özellikleri olan eletrotlardır. Bazı farklı türlerin sağlam ve geri dönüşü olmayan bir şekilde eletrot yüzeyine bağlanmasıyla eletrotların elektronik yapısının ve elektrokimyasal davranışları değişir (Lai ve ark., 2001). Bu tür eletrotların modifiye edilmesi ile elektrokatalizlerde kullanılabilmesi, katı eletrotlara olan ilginin artmasına neden olmuştur. Eletrotların elektronik yapısını ve yüzeyde gerçekleşen elektron transfer hızlarını değiştirebilmek için farklı malzemeler ve filmlerle kaplanması gerekmektedir. Malzemelerin korozyona veya fiziksel etkilere karşı korumak için de yüzey modifikasyonu yapılabilir.

Sensör araştırmaları sağlıktan kozmetiğe, gıda sektöründen çevreye birçok farklı alanda yeni çığırar açılmasına imkan sağlamıştır. Bu alanda özellikle nano ölçekte geliştirilen sensörler devrim niteliği taşımaktadır. Elektrokimyasal sensörler taşınabilir, portatif, ekonomik, kısa sürede analiz yapabilmesi gibi avantajlara sahip olması sebebiyle diğer yöntemlere kıyasla daha iyi bir ölçüm cihazı

olma özelliğine sahiptir. İdeal bir biyosensör ekonomik, küçük bir alana sahip ve güvenilir olmalıdır (Stetter ve ark., 2003). Son dönemlerde birden fazla metalden oluşmuş sistemler yapılarak sistemlerin kimyasal, elektronik ve yapısal özelliklerinin incelenmesi için çeşitli çalışmalar yapılmaktadır (Abbaspour & Norouz-Sarvestani, 2013; Lu ve ark., 2013).

Elektrokatalizörler ise heterojen katalizör sistemlerinin bir çeşidi olup tepkime hızını arttıran ve tepkimeden değişmeden çıkan katalizörlerdir. Bir elektrokatalizörün en belirleyici özelliği zamanla değişime uğramaması yani kararlı olmasıdır. Elektrokatalizörlerin orta aşırı gerilimlerde uzun süre aktivite göstermesi, bu katalizörlerden beklenen bir durumdur. Adsorbsiyon enerjisi bu yapıdaki katalizörlerin elektro katalitik etkinliğini ortaya koyan en önemli faktördür. Elektrokatalizörün Adsorpsiyon enerjisi ne kadar düşükse yüzeyin bağlanma kesir de o oranda düşüktür (Mert, 2005). En sık kullanılan, aktifliği en yüksek olan elektrokatalizörler periyodik tablonun 8b grubunda yer alan Paladyum, Platin ve Nikel metallere aittir. Elektrokimyasal çalışmalarda en önemli olan parametre katalizör aktivitesini arttırmaktır. Bu amaçla da elektrokatalizörlerin daha fazla aktif olabilmesi için çalışmalar yapılmaktadır (Okada ve ark., 2009).

Destekli katalizörler, aktif bileşenlerin bir inert gözenekli destek yüzeyinde depolanmasıyla hazırlanan heterojen katalizörlerdir. Destek malzemeler, aktif bileşenlerin stabilitesini artırır ve daha geniş bir yüzey üzerinde düzgün dağılımı sağlar.

Destek malzemeleri aktif karbon, killer, silika jeller ve zeolit gibi gözenekli malzemeler ve geniş yüzey alanına sahip malzemeler kullanılır. Destek malzemenin yüksek katyon değişim kapasitesi, şişme özelliği, genişleyen kafes yapısı gibi özelliklere sahip olması beklenir (Brindley & Simonton, 1984; Ocelli, 1986; Lee ve ark., 2003). Destek maddesinin seçiminde göz önünde bulundurulması gereken fiziksel ve kimyasal parametreler tablo 1'de belirtilmiştir (Okada ve ark., 2009).

İkili ve üçlü metalden oluşan kaplama yüzeyler; kataliz, elektrokimya ve mikro elektronik endüstrilerinde sıkça kullanılmaktadır (Sheela ve ark., 2002; Hu ve ark., 2010). Yukarıda belirtilen detaylı bilgiler ışığında, multi metalik ve farklı destek malzemelerinden sentezlenen Cr-Fe-P/CNT, Cr-Fe-P/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Cr-Fe-P/Eupergit CM destekli elektrokatalizörler kullanılarak hidrojen peroksit elektrokimyasal sensörler geliştirilmiştir. Yapısal karakterizasyon X-Işını Difraksiyonu (XRD), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM/EDX) ile yapılmıştır. Elektrokimyasal karakterizasyon Döngüsel Voltametri (CV) ve Kronoamperometri (CA) ile yapılmıştır.

## 2. Materyal ve Yöntem

### 2.1. Katalizörlerin sentezlenmesi

Farklı destek ve metal kompozisyonunda katalizörler hazırlamak için ilk olarak 50 mL etanol içerisinde toplam metal oranı %10 olacak şekilde (Cr-Fe-P/CNT) eklenerek çözününceye kadar karıştırıldı. Cr-Fe-P/CNT, Cr-Fe-P/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Cr-Fe-P/Eupergit CM (Epoksi polimer) katalizörleri sentezlendi ve sentez yöntemi aşağıda belirtildiği gibidir (Wang ve ark., 2010). Bu çalışmada, Cr-Fe-P katalizöründe Cr'nin molar oranı 0.21 ve 0.30 olarak optimize edildi. Sonrasında farklı destek malzemeleri (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CNT, Eupergit CM) hazırlanan %10 metal etanol çözeltisine %90 oranında eklendi. 24 saat sonunda alkol ortamdaki uçurularak elde edilen çamurumsu karışıma 50 mL saf su ilave edilerek buz banyosuna alındı. Karışımın sıcaklığı 0-5°C dereceye kadar düşürüldü. Daha sonra azot ortamında önceden hazırlanan NaBH<sub>4</sub> çözeltisi yavaş yavaş eklendi. Reaksiyon sonunda elde edilen Cr-Fe-P/CNT, Cr-Fe-P/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Cr-Fe-P/Eupergit CM katalizörleri süzüldü. Etanol ve saf su ile birkaç kez yıkandıktan sonra 80°C'de azot gazı ortamında kurutuldu. Deneylerde kullanılmak üzere kapalı kaptaki muhafazaya alındı.

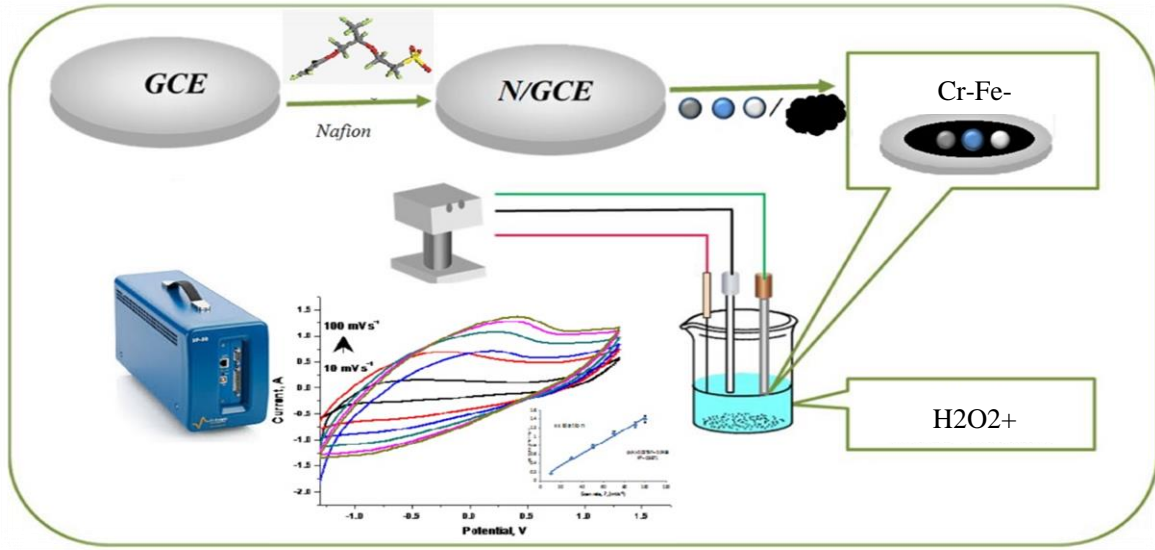
### 2.2. Modifiye elektrotların hazırlanması

Yalın camlı karbon elektrot (GCE) önce 0.3 ve 0.05 µm alümina bulamacı ile parlatıldı ve daha sonra saf su ile durulandı. GCE yüzey modifikasyondan önce elektrot, sırasıyla ultra saf su ve etanol içinde 5 dakika boyunca ultrasonik banyoda tutuldu. Elektrot hazırlama için 1 mL %0.5 Nafion çözeltisine 3 mg katalizör ilave edilerek katalizör karışımı elde edildi. Daha sonra karışımdan 5 µl temizlenen GCE üzerine damlatıldı. Son olarak hazırlanan elektrot, çözücünün uzaklaştırılması için inert gaz altında oda sıcaklığında kurutuldu.

## 2.3. Elektrokimyasal ölçümler

Elektrokimyasal deneyler (döngüsel voltametri ve kronoamperometri), geleneksel bir üç elektrotlu hücrede BioLogic SP 50 elektrokimyasal analiz cihazı kullanılarak yapıldı. Çalışma elektrodu olarak camsı karbon elektrot (GCE) (çap 3 mm.), referans olarak bir Ag/AgCl (3 M KCl) elektrot ve yardımcı elektrot olarak bir Pt tel kullanılmıştır.

Döngüsel voltametri ölçümleri,  $50 \text{ mV s}^{-1}$  tarama hızında Ag/AgCl'ye karşı -1.5 ve 1.5 V arasındaki potansiyel aralığında yapılmıştır. Karıştırılan fosfat tampon ( $\text{PO}_4$ ) çözeltisine önceden belirlenmiş miktarda  $\text{H}_2\text{O}_2$  ilave edildi. Hazırlanan modifiye elektrotlar kararlı durum akım değerine ulaşıldıktan sonra istenilen çalışma potansiyelinde ölçümler yapılmıştır. Her ölçümde taze hazırlanmış  $\text{PO}_4$  ve  $\text{H}_2\text{O}_2$  kullanıldı. Tüm elektrokimyasal deneyler oda sıcaklığında ve azot atmosferi altında gerçekleştirilmiştir (Şekil 1).

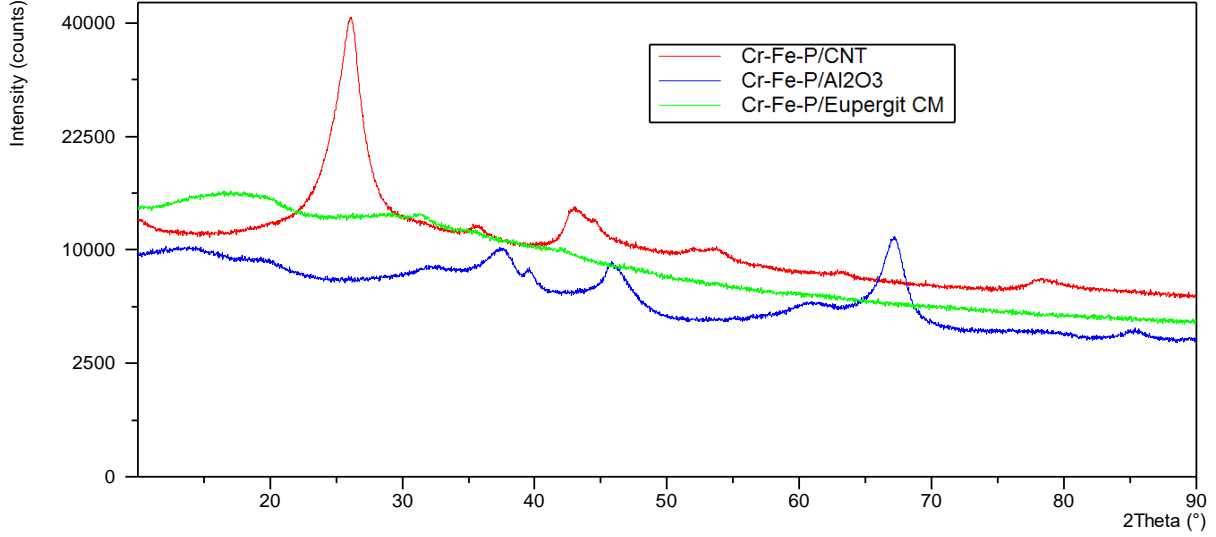


Şekil 1. Deneysel set-up.

## 3. Bulgular

### 3.1. Karakterizasyon

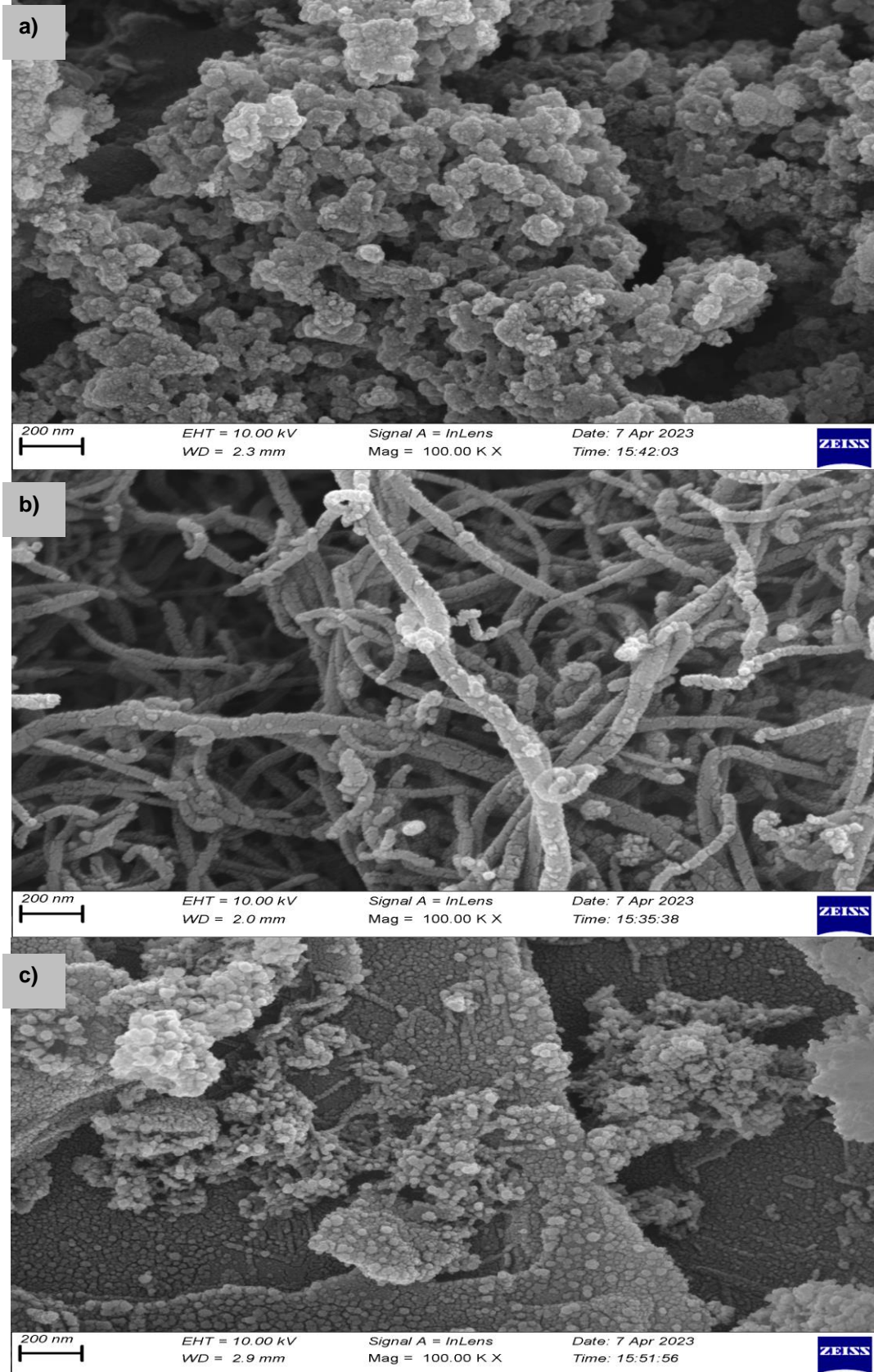
Şekil 2, farklı destek malzemeleri ile sentezlenen Cr-Fe-P nanoparçacıkları için XRD modellerini göstermektedir. XRD desenleri incelendiğinde, Cr, Fe ve P'a ait karakteristik kırınım pikleri görülmektedir. Üç numune için 30-35° civarında bir pik gözlemlendi. Bu pik, Fe metalinin varlığına bağlanabilir. XRD deseninde piklerin genişlemesi ve yaygın bir görünümün oluşması amorf yapıdan kaynaklandığını göstermektedir (Aguilar-Bolados ve ark., 2017).



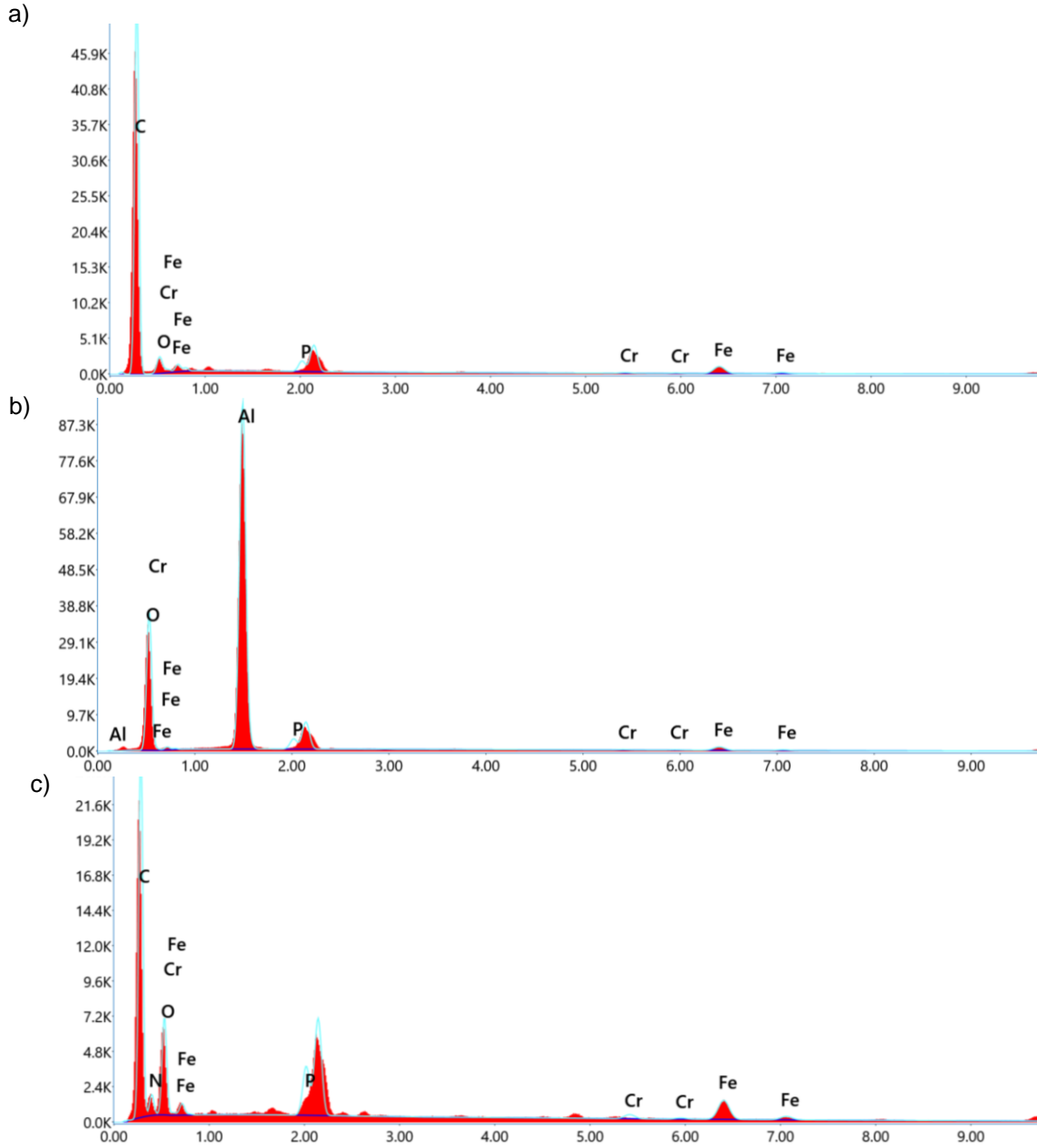
Şekil 2. Cr-Fe-P/CNT, Cr-Fe-P/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Cr-Fe-P/Eupergit CM katalizörüne ait toz XRD desenleri.

Şekil 3’de Cr-Fe-P/CNT, Cr-Fe-P/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Cr-Fe-P/Eupergit CM katalizörüne ait 200nm büyütme oranlarında alınmış olan SEM görüntüleri bulunmaktadır, görüntülerin incelenmesinden Cr-Fe-P nano partiküllerin seçili alanlarda topaklaşma sonucu oluşturdukları morfoloji net olarak görülmektedir. SEM analizleri sırasında toplanan Enerji Dağılımlı X-Işınları Spektrumu (SEM-EDX) bize incelenen bölgelerde nanopartiküllere ait elementlerin sinyalini vermektedir (Şekil 4).





Şekil 3. (a) Cr-Fe-P/Eupergit CM, (b) Cr-Fe-P/CNT ve (c) Cr-Fe-P/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katalizörüne ait SEM görüntüleri.



Şekil 4. (a) Cr-Fe-P/Eupergit CM, (b) Cr-Fe-P/CNT ve (c) Cr-Fe-P/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katalizörüne ait EDX görüntüleri.

### 3.2 Elektrokimyasal karakterizasyon

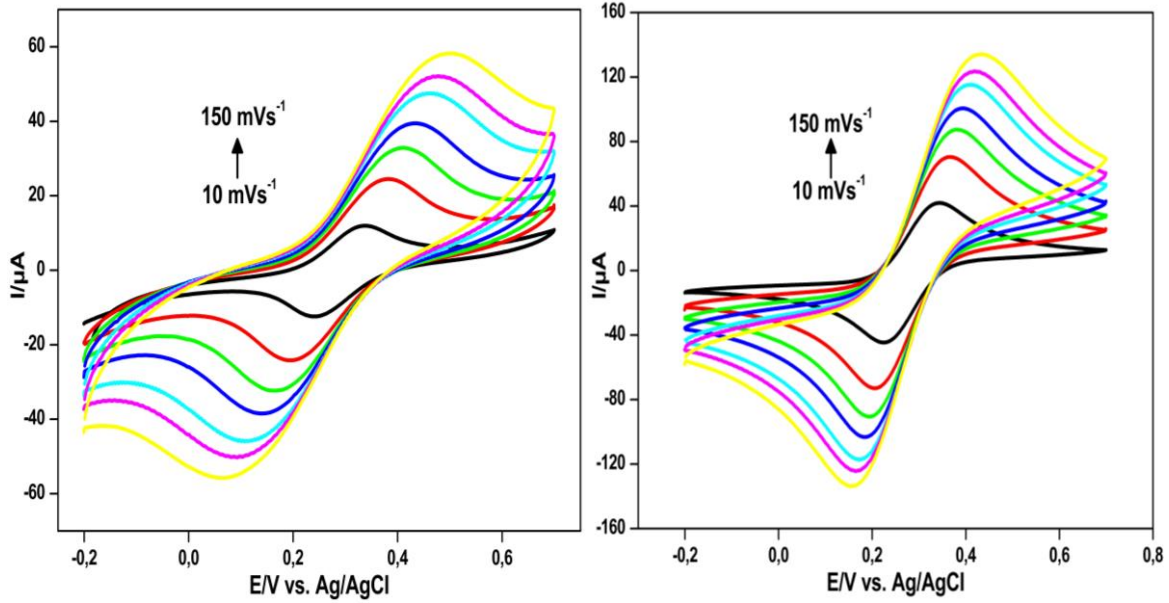
Son dönemlerde oluşturulan destekli trimetalik yapıdaki heterojen katalizörler monometalik ve bimetalik yapıdaki katalizör sistemleri ile kıyaslanmaktadır. Bu kıyaslamalar sonucunda aktifliği ve kullanılabilirliği açısından en çok dikkat çeken ve tercih edilen katalizör sistemi trimetalik yapılar olmuştur. Bunu sebebi ise trimetalik yapının diğer sitemlere göre daha kararlı, daha aktif, daha iyi elektron transferi sağlamasıdır.

Bu kapsamda üç farklı destekli elektrokatalizör sentezlendi. Bu katalizörler Cr-Fe-P/CNT, Cr-Fe-P/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Cr-Fe-P/Eupergit CM şeklindedir. Bu katalizörler ağırlıkça %10 metal içeriği ile ağırlıkça %90 destek malzemesi sentezlenmiş ve aktiviteleri incelenmiştir. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> çözeltisinde destekli Cr-Fe-P katalizörlerinin performansını test edildi.

Modifiye elektrotlar hazırlanmadan önce temel adım elektrotların temizlenmesidir. Çalışma elektrotu iyi bir şekilde temizlenmelidir ki sonuçlar daha doğru ve güvenilir olarak elde edilebilsin. Daha

sonra modifiye elektrotlar hazırlanmaktadır. Kullanılacak olan camısı karbon elektrotlar (GCE) zımpara kâğıtları kullanılarak temizlenir. Buradaki önemli nokta GCE'nin dairesel hareketeler ile zımpara kağıdına temas ettirilmesidir. Hazırlanan katalizörden (Cr-Fe-P/CNT) 5 mg alınarak 1 mL Nafion çözeltisi içinde disperse edildi. Hazırlanan bu homojen süspansiyondan mikropipet vasıtası ile 5 µL alınarak 3 cm çapına sahip olan GCE yüzeyine aktarılması sağlandı. 15-20 dakika boyunca oda sıcaklığında kuruması sağlandı. Yüzeyi temizlenmiş ve modifiye edilmiş elektrot (Cr-Fe-P/CNT/NGCE) elektroanalitik deneyler için hazır hale getirilmiştir.

Hazırlanan elektrotların elektrokimyasal davranışı Cr-Fe-P/CNT katalizörü elektrodun redoks probunda 50 mV s<sup>-1</sup> arama hızında elde edilen dönüşümlü voltamogramları incelenmiştir (Şekil 5).



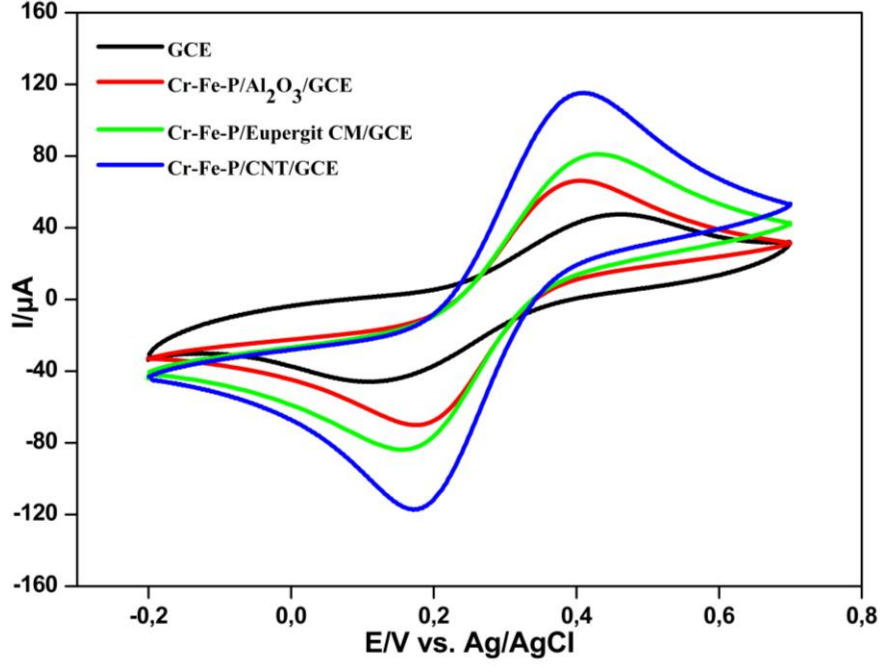
Şekil 5. (a) Yalın elektrot ve (b) Cr-Fe-P/CNT destekli katalizörün damlatıldığı elektrotlar ile (0.1 M KCl içeren 5 mM Fe (CN)<sub>6</sub><sup>3-/4-</sup> redoks probunda 50 mV s<sup>-1</sup> tarama hızında) elde edilen voltamogramlar.

Şekil 5 incelendiğinde, Cr-Fe-P/CNT pik akımının, çıplak GCE'den (Eğri a) daha yüksek olduğu görüldü. Bu durum nanomalzemelerin, elektrokimyasal davranışı iyileştirdiğini düşündürdü ve Şekil 6'da, her bir elektrodun redoks probunda 50 mV s<sup>-1</sup> tarama hızında elde edilen dönüşümlü voltamogramları incelendi.

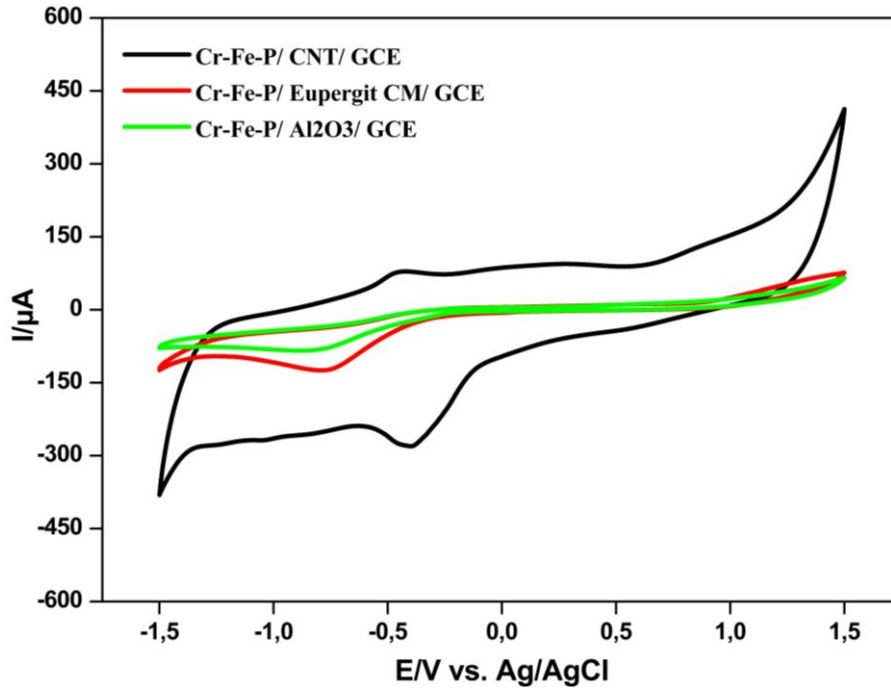
Şekil 6 incelendiğinde, Cr-Fe-P/CNT, Cr-Fe-P/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Cr-Fe-P/Eupergit CM pik akımının, çıplak GCE'den daha yüksek olduğu görüldü. Bu durum nanomalzemelerin, elektrokimyasal davranışı iyileştirdiğini düşündürdü. Cr-Fe-P/CNT'nin pik akımının fark edilir biçimde artmasının ise, Cr, Fe, P nanomalzemelerinin CNT yüzey üzerinde bir arada bulunduğu ortaya çıkan sinerjik etkiden ve bütün nanomalzemelerin bir arada elektrot yüzeyine modifiye edilmesiyle, elektrot yüzey alanını arttırmaları ve elektron aktarım özelliğini iyileştirmeleri sebebiyle olduğu şeklinde yorumlandı. Bu durum, tüm nanomalzemelerin elektrot yüzeyine başarılı bir şekilde modifiye edildiği düşüncesini de kuvvetlendirdi.

Çalışma tamponu olarak seçilen fosfat tamponunda toplam fosfat derişimi 0,1 M olacak şekilde tartılarak saf suda çözüldü ve pH'nın istenen değere ayarlanması için 0,1 M HCl veya 0,1 M NaOH çözeltileri kullanıldı. Her bir katalizör için karşılaştırma deneyleri gerçekleştirilmiştir (Şekil 7).

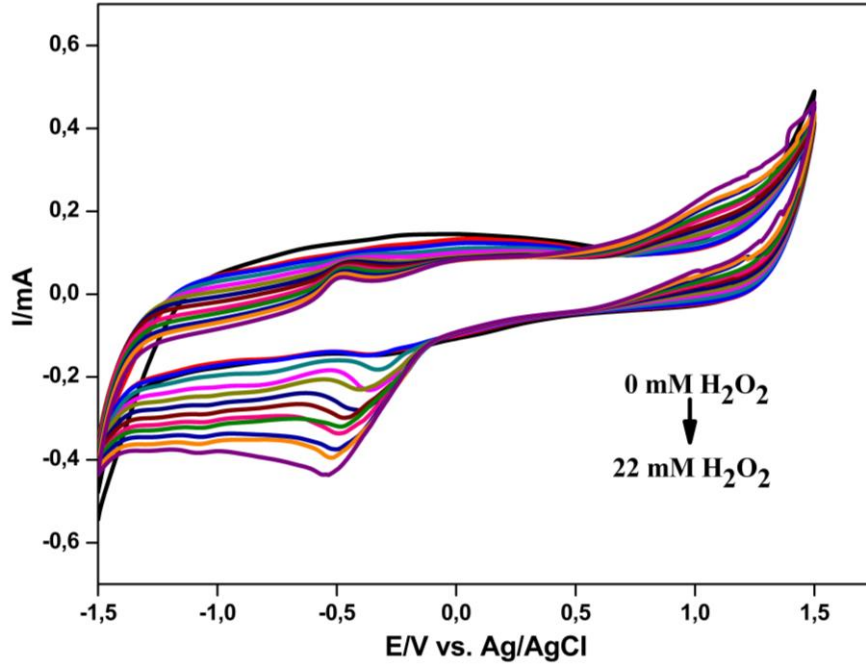
Hazırlanan elektrotların farklı derişim aralığında verdikleri cevapların incelenmesi ve lineer derişim aralığının belirlenmesi için katalizörlerin elektrokimyasal davranışı, döngüsel voltametri (CV) yöntemi kullanılarak incelendi (Şekil 8-9-10.).



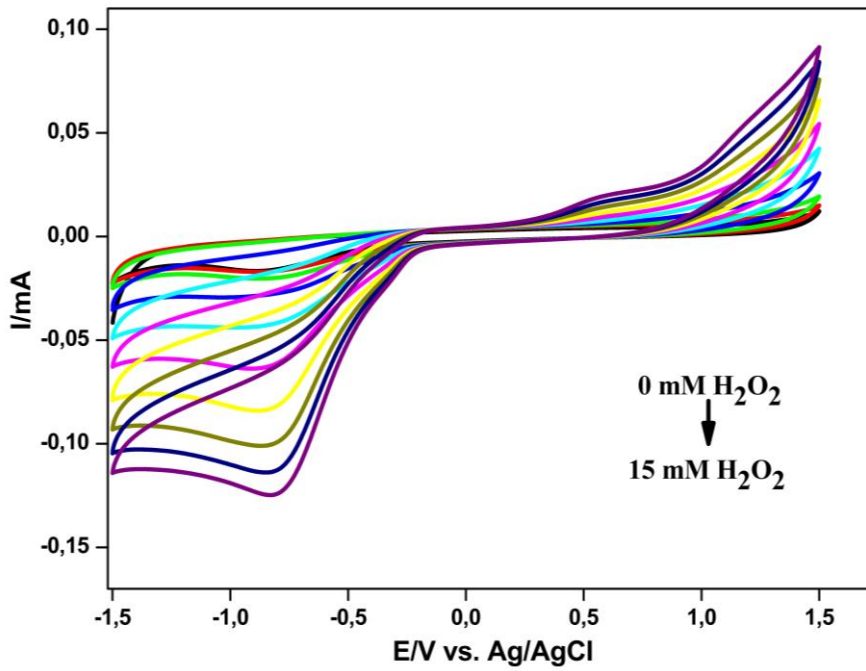
Şekil 6. Dönüşümlü voltamogramlar: GCE, Cr-Fe-P/CNT, Cr-Fe-P/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Cr-Fe-P/Eupergit CM (0.1 M KCl içeren 5 mM Fe (CN)<sub>6</sub><sup>3-/4-</sup> redoks probunda 50 mV s<sup>-1</sup>).



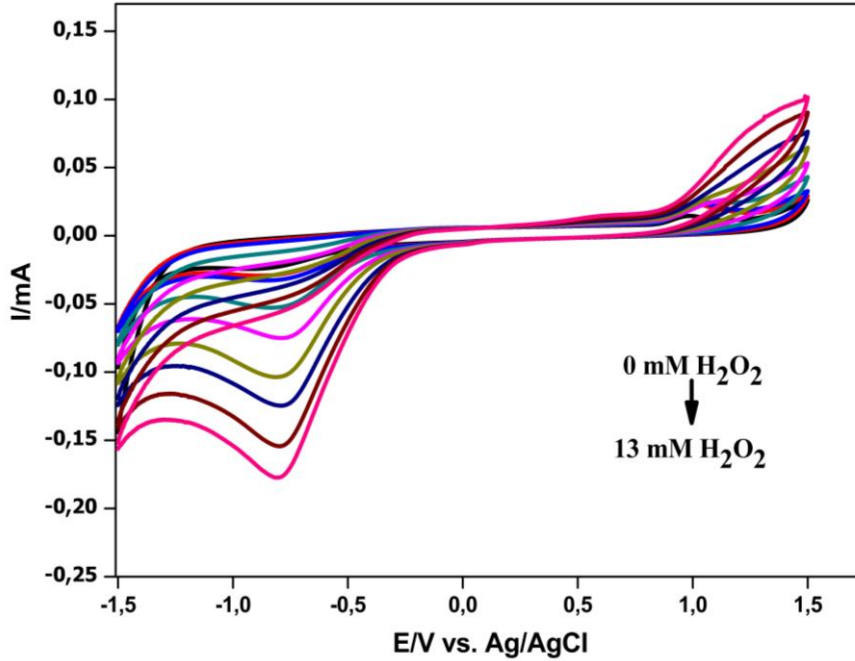
Şekil 7. Dönüşümlü voltamogramlar: Cr-Fe-P/CNT, Cr-Fe-P/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Cr-Fe-P/Eupergit CM (fosfat tampon çözeltisi, pH7.50 mV s<sup>-1</sup>).



Şekil 8. Cr-Fe-P/CNT destekli katalizörün 0.1 M pH 7.0 fosfat tamponunda H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> varlığında 50 mV/s tarama hızında elde edilen voltamogramlar.



Şekil 9. Cr-Fe-P/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> destekli katalizörün 0.1 M pH 7.0 fosfat tamponunda H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> varlığında 50 mV/s tarama hızında elde edilen voltamogramlar.

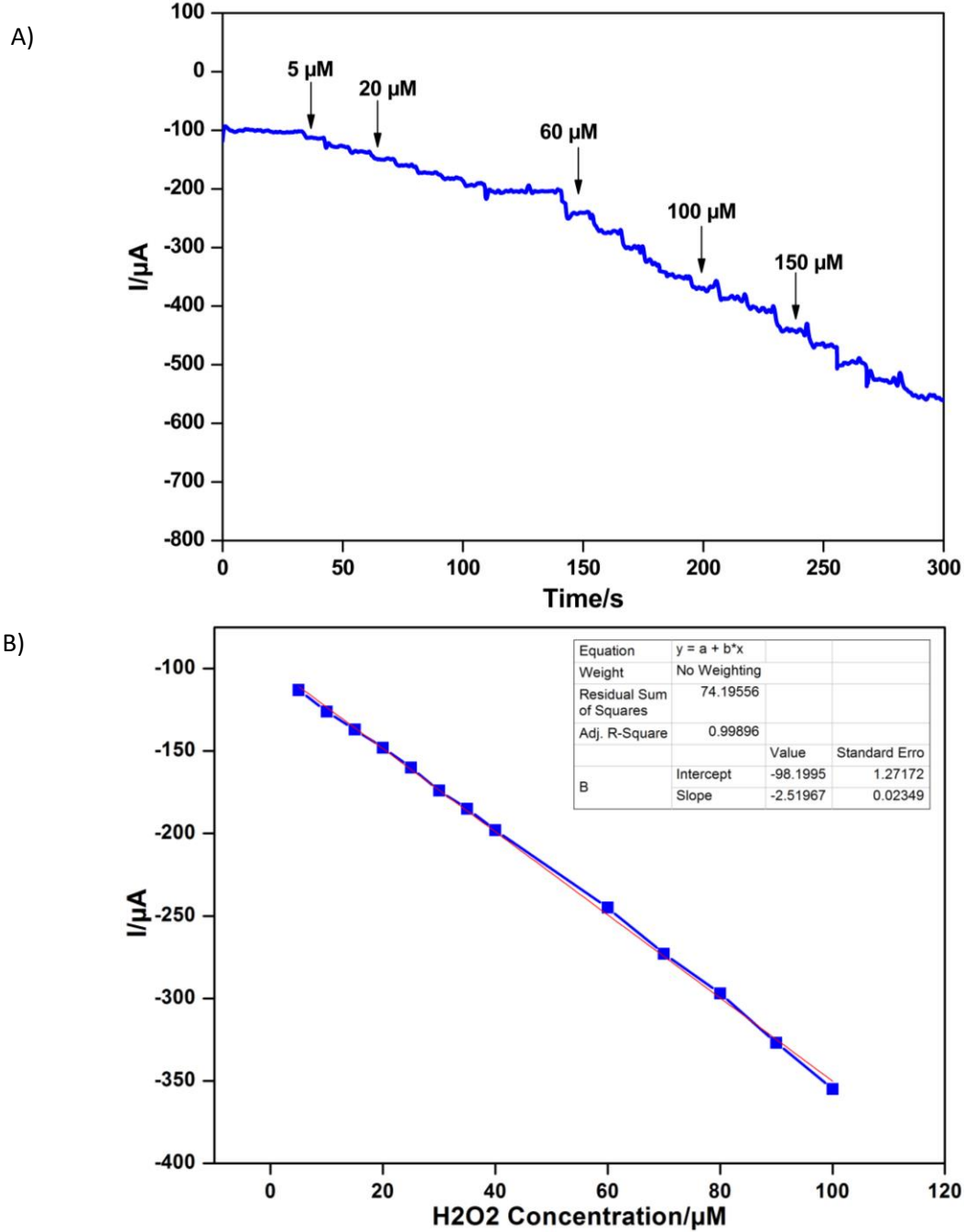


Şekil 10. Cr-Fe-P/Eupergit CM destekli katalizörün 0.1 M pH 7.0 fosfat tamponunda  $H_2O_2$  varlığında 50 mV/s tarama hızında elde edilen voltamogramlar.

Her bir katalizöre ait lineer derişim aralığının CNT destekli Cr-Fe-P katalizör için 22 mM sonrası bozulduğu,  $Al_2O_3$  destekli katalizör için 15 mM sonrası bozulduğu ve Eupergit CM destekli katalizör için lineer derişim çalışma aralığı 13 mM olarak gözlenmiştir. Çalışmada CNT destekli multi metalik katalizörler için bulunan doğrusal çalışma aralığı, literatürde elektrokimyasal sensörlerle  $H_2O_2$  tayini için rapor edilen doğrusal çalışma aralıklarının çoğundan daha geniş olduğu görüldü: 0.0003-0.018 mM, 0.002-10.37 mM (Karupiah ve ark., 2021), 0.25-16.42 mM (Zhang ve ark., 2020). Benzer aralıkta ve daha geniş aralıkta cevap veren  $H_2O_2$  sensörleri ile de karşılaştıldı: Up to 1.70 mM (Duan ve ark., 2020). CNT destekli Cr-Fe-P ile elde edilen doğrusal çalışmanın literatüre göre oldukça geniş olması, modifikasyonda kullanılan nanomalzemelerin bir arada bulunduğu, sinerjik etki ile elektrodun yüzey alanının artması ve elektron aktarım özelliğini geliştirmesinden kaynaklandığı düşünülmüştür.

Optimum yüzey bileşiminde hazırlanan CNT destekli Cr-Fe-P /GCE'nin, pH'sı 7 olan fosfat tampon çözeltisi içinde sabit voltajda art arda  $H_2O_2$  ilavelerinden sonra amperometrik akım cevapları ölçüldü ve zamana karşı grafiğe geçirildi (Şekil 11). Kronoamperometri yöntemi ile 0.7V değerinde elde edilen CA voltamogramı kalibrasyon grafiğinden yararlanılarak, Cr-Fe-P/CNT /GCE'nin gözlenebilirme sınırı ve alt tayin sınırı LOD değeri 1,51  $\mu M$  ve LOQ değeri 5,04  $\mu M$  olarak bulunmuştur.

Literatür incelendiğinde, benzer ve daha yüksek LOD'ler ile karşılaştıldı: 13  $\mu M$  (Nayak ve ark., 2014), 15  $\mu M$  (Liu ve ark., 2019) ve 2.7  $\mu M$  (Bracamonte ve ark., 2017). Daha düşük sonuçların elde edildiği çalışmalar da literatürde mevcuttur: 0.9  $\mu M$  (Lorestani ve ark., 2015), 0.8  $\mu M$  (Zhang ve ark., 2012) ve 0.6  $\mu M$  (Lu ve ark., 2013). Bu durum, CNT destekli multimetalik katalizörümüzün gözlenebilirme sınırının, literatürle karşılaştırılabilir olduğu şeklinde değerlendirildi. Karbon üretiminin ekonomik ve çevre dostu bir süreç olduğu düşünülerek,  $C_2H_2-CO_2$  reaksiyonuyla sentezlenen CNT'lerin pratik uygulamalar için enerji tasarrufu sağlayan, uygun maliyetli ve çevre dostu destek malzemesi adayları olduğu önerilmektedir.



Şekil 11. Cr-Fe-P/CNT/GCE'nin cevabına H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> derişiminin etkisi (A) Akım-zaman grafiđi (B) Kalibrasyon grafiđi (N=5) (0.1 M pH 7 fosfat tamponu, 0.7 V).

#### 4. Tartışma ve Sonuç

• Hazırlanan destekli Cr-Fe-P/CNT, Cr-Fe-P/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Cr-Fe-P/Eupergit CM katalizörlerinin elektrot yüzeyine ayrı ayrı ve bir arada modifiye edilmesi ile hazırlanan modifiye elektrotların elektrokimyasal davranışları redoks probunda CV ile incelendi. Modifikasyon malzemelerinin bir arada olduđu durumda elektron aktarım özelliđini iyileştirdiđi ve elektrokimyasal davranışı geliştirdiđi belirlendi.

• Hazırlanan destekli Cr-Fe-P/CNT, Cr-Fe-P/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Cr-Fe-P/Eupergit CM katalizörleri sırasıyla 0-22 mM, 0-15 mM, 0-13 mM hidrojen peroksit varlıđındaki tepkileri belirlendi.

- Fosfat tampon ortamında -1.5V ile +1.5V sabit potansiyelde ve 50 mV/s tarama hızında döngüsel voltametriyle (CV) gerçekleştirilen ölçümler sonucunda karbonnanotüp (CNT) destekli katalizörün daha geniş çalışma aralığı ve yüksek aktivite sağladığı gözlemlendi.
- Cr-Fe-P/CNT katalizörü 350  $\mu$ A lik bir pik akımı sergiledi. Ek olarak diğer iki destekli katalizör ise yaklaşık 115  $\mu$ A (Cr-Fe-P/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ve 180 $\mu$ A (Cr-Fe-P/Eupergit CM) de pik akımları sergilediği görüldü.
- Cr-Fe-P/CNT katalizörünün gözlenebilme sınırı ve alt tayin sınırı LOD değeri 1,51  $\mu$ M ve LOQ değeri 5,04  $\mu$ M olduğu belirlendi.

## Kaynakça

- Abbaspour, A., & Norouz-Sarvestani, F. (2013). High electrocatalytic effect of Au–Pd alloy nanoparticles electrodeposited on microwave assisted sol–gel-derived carbon ceramic electrode for hydrogen evolution reaction. *International Journal of Hydrogen energy*, 38(4), 1883-1891. doi:10.1016/j.ijhydene.2012.11.096
- Aguilar-Bolados, H., Vargas-Astudillo, D., Yazdani-Pedram, M., Acosta-Villavicencio, G., Fuentealba, P., Contreras-Cid, A., ..., & Lopez-Manchado M. A. (2017). Facile and scalable one-step method for amination of graphene using leuckart reaction. *Chemistry of Materials*, 29, 6698-6705. doi:10.1021/acs.chemmater.7b01438
- Amatore, C., Arbault, S., Bruce, D., de Oliveira, P., Erard, M., & Vuillaume, M. (2001). Characterization of the electrochemical oxidation of peroxyxynitrite: relevance to oxidative stress bursts measured at the single cell level. *Chemistry—A European Journal*, 7(19), 4171-4179. doi:10.1002/1521-3765(20011001)7:19%3C4171::AID-CHEM4171%3E3.0.CO;2-5
- Avci, C., Cicek, F., Celik Kazici, H., Kivrak, A., & Kivrak, H. (2018). A novel study on the stepwise electrodeposition approach for the synthesis of Pd based nanoparticles, characterization, and their enhanced electrooxidation activities. *International Journal of Nano Dimension*, 9(1), 15-23.
- Bracamonte, M. V., Melchionna, M., Giuliani, A., Nasi, L., Tavagnacco, C., Prato, M., & Fornasiero, P. (2017).  $\text{H}_2\text{O}_2$  sensing enhancement by mutual integration of single walled carbon nanohorns with metal oxide catalysts: The  $\text{CeO}_2$  case, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 239, 923-932. doi:10.1016/j.snb.2016.08.112
- Caglar, A., Kazıcı, H. Ç., Alpaslan, D., Yılmaz, Y., Kivrak, H., & Aktas, N. (2019). 3-Acrylamidopropyl-trimethylammoniumchloride cationic hydrogel modified graphite electrode and its superior sensitivity to hydrogen peroxide. *Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures*, 27(9), 736-745. doi:10.1080/1536383X.2019.1634056
- Celik Kazici, H., & Yayla, M. (2019). An electrocatalyst for detection of glucose in human blood: synergy in Pd–AuNPs/GOx/C surfaces. *Chemical Engineering Communications*, 206(12), 1731-1742. doi:10.1080/00986445.2019.1576645
- Chen, W., Cai, S., Ren, Q. Q., Wen, W., & Zhao, Y. D. (2012). Recent advances in electrochemical sensing for hydrogen peroxide: a review. *Analyst*, 137(1), 49-58. doi:10.1039/C1AN15738H
- Chen, S., Yuan, R., Chai, Y., & Hu, F. (2013). Electrochemical sensing of hydrogen peroxide using metal nanoparticles: a review. *Microchimica Acta*, 180(1), 15-32. doi:10.1007/s00604-012-0904-4
- Duan, Z., Huang, C., Yang, X., Hu, A., Lu, X., & Jiang, Q. (2020). Preparation of  $\text{SnS}_2$ /MWCNTs chemically modified electrode and its electrochemical detection of  $\text{H}_2\text{O}_2$ . *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 412, 4403-4412. doi:10.1007/s00216-020-02682-w
- Düzenli, D., Sahin, Ö., Kazıcı, H. Ç., Aktas, N., & Kivrak, H. (2018). Synthesis and characterization of novel Ti doped hexagonal mesoporous silica catalyst for nonenzymatic hydrogen peroxide oxidation. *Microporous and Mesoporous Materials*, 257, 92-98. doi:10.1016/j.micromeso.2017.08.030
- Gupta, V. K., Jain, S., & Chandra, S. (2003). Chemical sensor for lanthanum (III) determination using aza-crown as ionophore in poly (vinyl chloride) matrix. *Analytica Chimica Acta*, 486(2), 199-207. doi:10.1016/S0003-2670(03)00506-3



- Gupta, V. K., Ganjali, M. R., Norouzi, P., Khani, H., Nayak, A., & Agarwal, S. (2011). Electrochemical analysis of some toxic metals by ion-selective electrodes. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 41(4), 282-313. doi:10.1080/10408347.2011.589773
- Hai, B., & Zou, Y. (2015). Carbon cloth supported NiAl-layered double hydroxides for flexible application and highly sensitive electrochemical sensors. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 208, 143-150. doi:10.1016/j.snb.2014.11.022
- Hu, H., Fan, Y., & Liu, H. (2010). Optimization of NiMo catalyst for hydrogen production in microbial electrolysis cells. *International Journal of Hydrogen Energy*, 35(8), 3227-3233. doi:10.1016/j.ijhydene.2010.01.131
- Huang, X., Yin, Z., Wu, S., Qi, X., He, Q., Zhang, Q., ..., & Zhang, H. (2011). Graphene-based materials: synthesis, characterization, properties, and applications. *Small*, 7(14), 1876-1902. doi:10.1002/sml.201002009
- Isaacs, M., Armijo, F., Ramírez, G., Trollund, E., Biaggio, S. R., Costamagna, J., & Aguirre, M. J. (2005). Electrochemical reduction of CO<sub>2</sub> mediated by poly-M-aminophthalocyanines (M= Co, Ni, Fe): poly-Co-tetraaminophthalocyanine, a selective catalyst. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 229(1-2), 249-257. doi:10.1016/j.molcata.2004.11.026
- Karam, P., & Halaoui, L. I. (2008). Sensing of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> at low surface density assemblies of Pt nanoparticles in polyelectrolyte. *Analytical Chemistry*, 80(14), 5441-5448. doi:10.1021/ac702358d
- Karuppiyah, C., Venkatesh, K., Arunachalam, P., Ramaraj, S. K., Al-Mayouf, A. M., & Yang, C-C. (2021). Optimization of S-dopant on N, S co-doped graphene/CNT-Fe<sub>3</sub>C nanocomposite electrode for non-enzymatic H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sensor. *Materials Letters*, 285, 129001. doi:10.1016/j.matlet.2020.129001
- Kazıcı, H. Ç., Yayla, M., Ulaş, B., Aktaş, N., & Kivrak, H. (2019). Development of nonenzymatic benzoic acid detection on PdSn/GCE/Vulcan XC-72R prepared via polyol method. *Electroanalysis*, 31(6), 1118-1124. doi:10.1002/elan.201900088
- Lai, R. Y., Fabrizio, E. F., Lu, L., Jenekhe, S. A., & Bard, A. J. (2001). Synthesis, cyclic voltammetric studies, and electrogenerated chemiluminescence of a new donor acceptor molecule: 3, 7-[Bis [4-phenyl-2-quinolyl]]-10-methylphenothiazine. *Journal of the American Chemical Society*, 123(37), 9112-9118. doi:10.1021/ja0102235
- Lee, S. R., Han, Y. S., Park, M., Park, G. S., & Choy, J. H. (2003). Nanocrystalline sodalite from Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pillared clay by solid-solid transformation. *Chemistry of Materials*, 15(25), 4841-4845. doi:10.1021/cm034614p
- Liu, X., Zhao, Z., Shen, T., & Qin, Y. (2019). Graphene/Gold nanoparticle composite-based paper sensor for electrochemical detection of hydrogen peroxide, *Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures*, 27(1), 23-27 doi:10.1080/1536383X.2018.1479695
- Lorestani, F., Shahnavaaz, Z., Mn, P., Alias, Y., & Manan, N. S. A. (2015). One-step hydrothermal green synthesis of silver nanoparticle-carbon nanotube reduced-graphene oxide composite and its application as hydrogen peroxide sensor, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 208, 389-398. doi:10.1016/j.snb.2014.11.074
- Lu, D., Zhang, Y., Lin, S., Wang, L., & Wang, C. (2013). Synthesis of PtAu bimetallic nanoparticles on graphene-carbon nanotube hybrid nanomaterials for nonenzymatic hydrogen peroxide sensor. *Talanta*, 112, 111-116. doi:10.1016/j.talanta.2013.03.010
- Mert, M. E. (2005). Nikel kaplı gümüş, bakır ve çinko elektrotlarda bazik ortamda hidrojen eldesi. (Yüksek lisans tezi), Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- Miller, E. W., Albers, A. E., Pralle, A., Isacoff, E. Y., & Chang, C. J. (2005). Boronate-based fluorescent probes for imaging cellular hydrogen peroxide. *Journal of the American Chemical Society*, 127(47), 16652-16659. doi:10.1021/ja054474f
- Nayak, P., Santhosh, P. N., & Ramaprabhu, S. (2014). Synthesis of Au-MWCNT-graphene hybrid composite for the rapid detection of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> and glucose. *RSC Advances*, 4(78), 41670-41677.
- Occelli, M. L. (1986). New routes to the preparation of pillared montmorillonite catalysts. *Journal of Molecular Catalysis*, 35(3), 377-389. doi:10.1016/0304-5102(86)87085-7
- Okada, T., Abe, T., & Kaneko, M. (2009). Historical Overview and Fundamental Aspects of Molecular Catalysts for Energy Conversion. In T. Okada & M. Kaneko (Eds.), *Molecular Catalysts for Energy Conversion* (pp. 1-36). Berlin: Springer.

- Raman, R. K., & Shukla, A. K. (2007). A direct borohydride/hydrogen peroxide fuel cell with reduced alkali crossover. *Fuel Cells*, 7(3), 225-231. doi:10.1002/fuce.200600023
- Sahin, O., Kivrak, H., Kivrak, A., Kazıcı, H. Ç., Alal, O., & Atbas, D. (2018). Corrigendum to " Facile and Rapid Synthesis of Microwave Assisted Pd Nanoparticles as Non-Enzymatic Hydrogen Peroxide Sensor"[Int. J. Electrochem. Sci., 12 (2017) 762–769]. *International Journal of Electrochemical Science*, 13(2), 2186-2192. doi:10.20964/2017.01.26
- Salman, F., Kazici, H. C., & Kivrak, H. (2020). Electrochemical sensor investigation of carbon-supported PdCoAg multimetal catalysts using sugar-containing beverages. *Frontiers of Chemical Science and Engineering*, 14(4), 629-638. doi:10.1007/s11705-019-1840-1
- Sarathy, S. R., & Mohseni, M. (2007). The impact of UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> advanced oxidation on molecular size distribution of chromophoric natural organic matter. *Environmental Science & Technology*, 41(24), 8315-8320. doi:10.1021/es071602m
- Sheela, G., Pushpavanam, M., & Pushpavanam, S. (2002). Zinc–nickel alloy electrodeposits for water electrolysis. *International Journal of Hydrogen Energy*, 27(6), 627-633. doi:10.1016/S0360-3199(01)00170-7
- Stetter, J. R., Penrose, W. R., & Yao, S. (2003). Sensors, chemical sensors, electrochemical sensors, and ECS. *Journal of The Electrochemical Society*, 150(2), S11. doi:10.1149/1.1539051
- Wang, W. Y., Yang, Y. Q., Luo, H. A., & Liu, W. Y. (2010). Effect of additive (Co, La) for Ni–Mo–B amorphous catalyst and its hydrodeoxygenation properties. *Catalysis Communications*, 11(9), 803-807. doi:10.1016/j.catcom.2010.02.019
- Vielstich, W., Lamm, A., & Gasteiger, H. A. (2003). *Handbook of Fuel Cells*, Vol.2. John Wiley and Sons.
- Zhang, F., Wang, Z., Zhang, Y., Zheng, Z., Wang, C., Du, Y., & Ye, W. (2012). Microwave-assisted synthesis of Pt/Graphene nanocomposites for nonenzymatic hydrogen peroxide sensor. *International Journal of Electrochemical Science*, 7, 1968-1977.
- Zhang, Y., Cao, Q., Zhu, F., Xu, H., Zhang, Y., Xu, W., & Liao, X. (2020). An amperometric hydrogen peroxide sensor based on reduced graphene Oxide/Carbon nanotubes/Pt NPs modified glassy carbon electrode. *International Journal of Electrochemical Science*, 15(9), 8771-8785. doi:10.20964/2020.09.62



## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

### TiC-C ile Kaplanan AISI 1040 Çelik Yüzeyinin Aşınma Özelliklerinin İncelenmesi

Musa KILIÇ<sup>\*1</sup>, Serkan GÖK<sup>2</sup>, Oktay ADIYAMAN<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Batman Üniversitesi, Beşiri MYO, Makine Bölümü, 72060, Batman, Türkiye

<sup>2</sup> Batman Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Bilimler Enstitüsü, Malzeme ve İmalat Mühendisliği, 72060, Batman, Türkiye

Musa KILIÇ, [ORCID No: 0000-0001-5808-6917](https://orcid.org/0000-0001-5808-6917), Serkan GÖK, [ORCID No: 0000-0002-0957-9181](https://orcid.org/0000-0002-0957-9181),  
Oktay ADIYAMAN, [ORCID No: 0000-0002-2674-3836](https://orcid.org/0000-0002-2674-3836)

\*Sorumlu yazar e-posta: [musa.kilic@batman.edu.tr](mailto:musa.kilic@batman.edu.tr)

#### Makale Bilgileri

Geliş: 28.08.2023  
Kabul: 24.11.2023  
Online Nisan 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1351381](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1351381)

#### Anahtar Kelimeler

Aşınma,  
Kaplama,  
Karbür,  
Mikrosertlik,  
Mikroyapı,  
TiC

**Öz:** Bu çalışmada TIG (Tungsten Inert Gas) yöntemi ile AISI1040 çelik yüzeyi TiC ve farklı oranlarda (%1,2,3,4,5) C takviyeli TiC-C tozu ile kaplanmıştır. Kaplama işlemi sonrası kaplama tabakasında oluşan sert karbür fazlarının mekanik özelliklerine etkisi (sertlik, aşınma) incelenmiştir. TiC-C kaplamanın aşınma özellikleri abrasiv aşınma testi uygulanarak belirlenmiştir. Testler ASTM G99 standardına uygun şekilde yapılmıştır. Aşınma bölgesi SEM-EDX ile mikroyapı görüntüleri çekilmiştir. Tüm kaplamalarda dendrit ve ötektik yoğun bir yapı görülmüştür. Kaplama tabakasında en düşük sertlik değeri N1 (TiC) 1156 HV<sub>0,5</sub> iken en yüksek sertlik değeri ise N6 (TiC-%5C) 1351 HV<sub>0,5</sub> olarak ölçülmüştür. Analiz sonucunda en düşük aşınma direnci N1 numunesinden elde edilirken en yüksek aşınma direnci ise N6 numunesinden elde edilmiştir. Analiz sonuçlarında N1 numunesinde sürtünme katsayısı 0.6 iken N6 numunesinde ise 0.2 olarak elde edilmiştir. Aşınma test analiz sonuçlarında artan C oranı ile mikrosertliğin ve aşınma direncinin arttığı, ağırlık kaybının ise azaldığı belirlenmiştir.

### Investigation of Wear Properties of AISI 1040 Steel Surface Coated with TiC-C

#### Article Info

Received: 28.08.2023  
Accepted: 24.11.2023  
Online April 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1351381](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1351381)

#### Keywords

Carbide,  
Coating,  
Microhardness,  
Microstructure,  
TiC,  
Wear

**Abstract:** In this study, 1040 steel surface was coated with TiC and C-reinforced TiC-C powder at different rates (1,2,3,4,5%) by the TIG (Tungsten Inert Gas) method. The effect of hard carbide phases formed in the coating layer after the coating process on the mechanical properties (hardness, wear) was investigated. The wear properties of the TiC-C coating were determined by applying an abrasive wear test. The tests were carried out in accordance with under ASTM G99 standard. Microstructure images of the wear zone were taken with SEM-EDX. Dendrite and eutectic showed a dense structure in all coatings. The lowest hardness value in the coating layer was N1 (TiC) 1156 HV<sub>0.5</sub>, while the highest hardness value was N6 (TiC-5% C) 1351 HV<sub>0.5</sub>. As a result of the analysis, the lowest wear resistance was obtained from sample N1, while the highest wear resistance was obtained from sample N6. As a result of the analysis, the friction coefficient was 0.6 in the N1 sample and 0.2 in the N6 sample. The wear test analysis results determined that the microhardness and wear resistance increased while the weight loss decreased with the increasing C ratio.

## 1. Giriş

Son yıllarda farklı endüstri dallarında metal yüzeylerin performansını arttırmak amacıyla metal matris kompozitlere takviye malzemesi ekleme yöntemi çözüm yöntemi olarak denenmiştir (Zabihi & Soltani, 2018; Buytoz, 2020). Metal matrisli kompozit (MMK) kaplamalar yüksek sertlik, olağanüstü aşınma direnci (He ve ark., 2020), korozyon direnci ile birlikte iyi elastiklik modülleri ve düşük yoğunluklarına bağlı olarak büyük ilgi görmüştür (Tijo ve ark., 2018).

MMK'ler yüksek erime noktası, yüksek sertlikleri ve iyi aşınma dirençlerinden dolayı TiC, WC, TiB<sub>2</sub>, SiC, NbC ve Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> gibi sert takviye fazlarının Fe, Co veya Ni gibi bir metal matris içinde dağıtıldığı bir kompozit türüdür (Emamian ve ark., 2011; Rachidi ve ark., 2019). Diğer kompozitlerle kıyaslandığında TiC yüksek sertliği, yüksek ısı iletkenliği, yüksek erime sıcaklığı, yüksek yorulma mukavemeti ve üstün aşınma dirençlerinin sonucu olarak iyi tribolojik özellikleri ile sağladığı avantajlardan dolayı yüzey özelliklerini geliştirmek için birçok araştırmacı tarafından kullanılmaktadır (Shahroozi ve ark., 2018; Janicki, 2018; Zhang ve ark., 2022).

Yüksek hızlı hava yakıtı (HVOF) ile TiC-Fe kompozit kaplama üzerine yaptıkları çalışmada TiC ilavesinin TiC-Fe sermet kaplamanın mikroyapısı, mekanik özellikleri ve aşınma davranışı üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Bu çalışmada TiC ilavesinin aşınma direnci ve mikrosertliğini önemli ölçüde arttırdığı görülmüştür (Xiao ve ark., 2021).

Plazma sprej yöntemi ile hazırlanan TiC takviyeli Ni/TiC kaplamanın mikroyapı ve tribolojik özelliklerini incelemişlerdir. TiC takviye oranının % 30 artırılması ile sürtünme katsayısı ve aşınma oranının en düşük değere ulaştığı görülmüştür (Cai ve ark., 2011a).

AISI 303 paslanmaz çelik yüzeyini TiC ile kaplamışlardır. Kaplanmış ve kaplanmamış paslanmaz çeliğin kuru kayma koşullarında aşınma direncini incelemiş ve kaplanmamış paslanmaz çeliğin zayıf aşınma direnci göstermesine karşın TiC kaplanmış alt tabakanın aşınma direncini önemli ölçüde arttırdığı tespit edilmiştir (Rasool & Stack, 2014).

Mekanik alaşımlama yöntemini kullanarak D2 yüzeyinde TiC biriktirilmesi sonrası optimize edilmiş parametrelerle üretilmiş kaplama için en yüksek sertlik ve aşınma direnci sağlandığını tespit etmişlerdir (Saba ve ark., 2016). Hem sert seramik faz (TiC) partikülleri hem de katı yağlama partikülleri (grafit) ile güçlendirilmiş kompozit malzemelerin iyi tribolojik özellikler sergilediği bilinmektedir (Cai ve ark., 2011b). Grafit gibi kendi kendini yağlayan takviye katmanlı yapının mükemmel yağlama özellikleri nedeniyle sürtünme önleyici özellikleri geliştirdiği de tespit edilen bir özelliktir (Rajkumar & Aravindan, 2011).

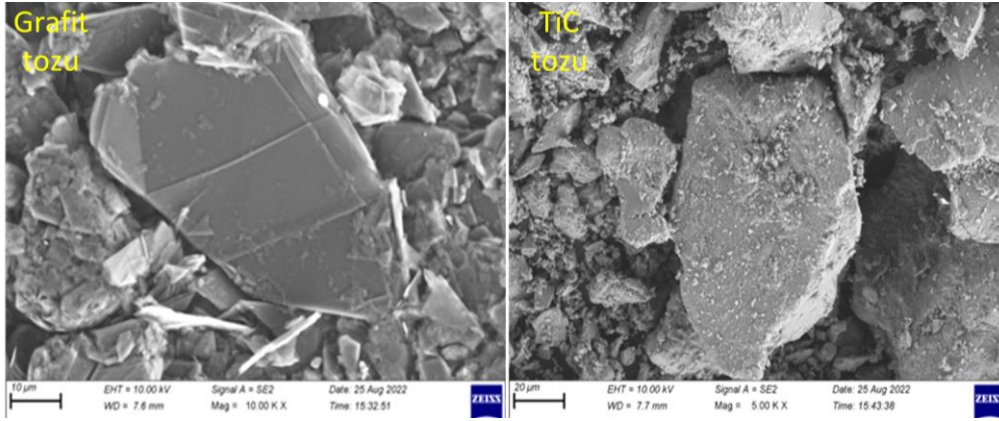
Demir esaslı TiC kaplamalar, plazma püskürtme, HVOF, SHS, TRD, Lazer, PTA, TIG yöntemleri kullanılarak uygulanmaktadır (Buytoz, 2006; Ozel ve ark., 2008; Kurt ve ark., 2014; Oh ve ark., 2015; Kılıç ve ark., 2019; Durmuş ve ark., 2020; Ma ve ark., 2020). Bu yöntemler içinde püskürtme yönteminde kaplama katmanında zayıf yapışma, yetersiz erime ve gözenek problemlerinin olduğu bilinmektedir. Ayrıca tüm bu tekniklerin aynı zamanda pahalı kurulum gerektirmesi ve sistemin hassas kontrolü gerektirmesi nedeniyle kullanımlarını sınırlı hale getirmektedir. Buna karşın TIG kaplama yöntemi ise, düşük maliyetli, atmosfer ortamında kullanım kolaylığı ve kaplama kalınlığındaki kimyasal bileşim ve özelliklerin kontrol edilmesi diğer işlemlere göre daha kolay olan bir kaplama yöntemidir (Lailatul & Maleque, 2017; Rao ve ark., 2018; Chen ve ark., 2019). TIG kaplama/alaşımlama yöntemi, metal altlıkların yüzeyinde çok yüksek erime sıcaklığına sahip seramikleri, altlık yüzeyine önceden yerleştirilmiş toz veya toz karışımlarının eritilmesiyle geliştirilen yüzey katmanı ile kaplamanın alternatif bir yoludur (Kılıç, 2021).

Yapılan literatür araştırmasında TiC ile ilgili birçok çalışma yer almasına rağmen TIG yöntemi kullanılarak TiC-C ile ilgili kaplama çalışmasına rastlanmamış olup bu amaca yönelik yapılan bu çalışmanın literatüre katkı sunacağı düşünülmektedir. Çalışmada TIG kaplama faz bileşenlerinin belirlenmesi için XRD analizi yapılmıştır. Kaplamaların mekanik özellikleri mikrosertlik ve aşınma ile test edilmiş olup, SEM-EDX ile karakterize edilmiştir. Kaplama tabakasından meydana gelen sert fazların aşınma ve mikrosertliğe etkisi incelenmiştir.

## 2. Materyal ve Yöntem

Kaplama işleminde alt tabaka olarak AISI1040 çeliği kullanılmıştır. AISI 1040 deney numuneleri 120x20x10 mm (Boy x Genişlik x Kalınlık) ebatlarında kesildikten sonra dikey freze tezgahı

kullanılarak yüzey temizleme işlemi sonrasında deney lamaları üzerine 8 mm genişliğinde ve 1,25 mm derinliğinde kanal açma işlemi uygulanmıştır. Kanal açma işlemi sonrası parça yüzeylerinde kir ve kalıntıların kalmaması için alkol ile temizlenmiştir. Kaplamada kullanılan 43 mikron boyutuna sahip TiC tozu BC danışmanlık firmasından, -325 mesh boyutuna sahip C tozu ise Alfa Aesar firmasından temin edilmiştir. Tozlara ait resimlere Şekil 1'de yer verilmiştir. AISI 1040 çeliğine ait kimyasal bileşim Çizelge 1'de, TiC tozlarına ait kimyasal içerik ise Çizelge 2'de gösterilmektedir.



Şekil 1. Kaplama işleminde kullanılan Grafit ve TiC tozlarına ait SEM resimleri.

Çizelge 1. AISI 1040 çeliğinin kimyasal bileşimi

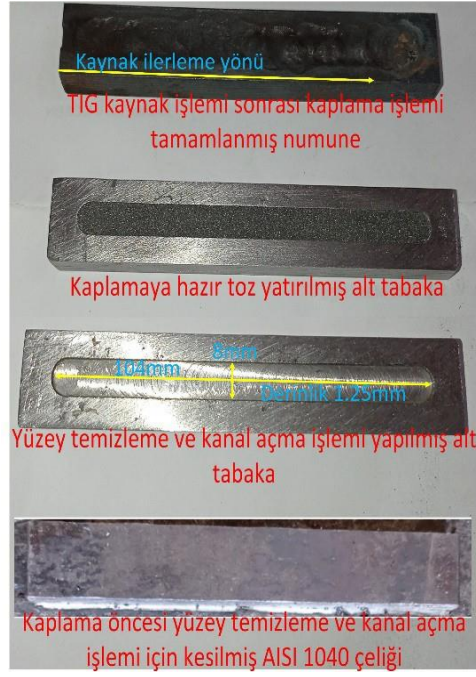
Alaşım	Alaşım elementleri (%)						
	C	Si	Mn	Pmax	Smax	Cr	Fe
AISI 1040	0.40-0.50	0.25-0.35	0.60-0.90	0.04	0.05	-	Kalan

Çizelge 2. Titanyum karbürün kimyasal özellikleri

%Ti	%C	%Al	%Si	%S
70-73	0,5 max	4 max	0,25 max	0,02 max

Hazırlanan tozlar alkol ile bulmaç haline getirildikten sonra alt tabaka üzerine açılan kanala yatırılmıştır. Kurutma işlemi için 40 °C sıcaklıkta 1 saat süre ile fırın içerisinde tutulmuştur. Bu işlemin yapılmasındaki temel amaç TIG kaynak işlemi esnasında argon gaz üfleme sonucu tozların uçmasını engellemektir. Kaplama işlemi için Magmaweld Powered ID300TW AC/DC akımlarında çalışan kaynak makinesinden faydalanılmıştır. Elektrod olarak %2 toryumlu 2.4 mm çapında ergimeyen elektrod ve koruyucu gaz olarak 12 l/dk gaz akışında argon gazı kullanılmıştır. Kaplama işlem aşamalarına ait resime Şekil 2'de yer verilmiştir. Kaplamada kullanılan parametrelere Çizelge 3'te verilmiştir. Kullanılan toz bileşenleri % ağırlıkça olarak belirlenmiştir.

Üretilen kaplama numuneleri, metalografik incelemeler için hassas kesme makinesi ile enine kesit olacak şekilde kesilmiştir. Numuneler kaba parlatma işlemi için 120-1200 mesh arası SiC karbür zımparalar ile aşama aşama parlatılmıştır. Kaba parlatma işlemi sonrası numuneler 1 ve 3 mikronluk elmas pasta sülsiyonu kullanılarak çuhada parlatılmıştır. Parlatma işlemi tamamlanan numuneler %3 Nital çözelti kullanılarak 5 sn süre ile dağlanmış. Mikrosertlik incelemeleri için Future Tech marka ve FM-700 model cihaz kullanılmıştır. Sertlik testi, 50 gf yük altında, 10 sn. süre ile gerçekleştirilmiştir. Aşınma deneyi için 6 mm çapında çelik bilye kullanılmıştır. Deneyler TURKYUS PODWT aşınma cihazında 300 dev/dak hızında ve 6 mm iz çapında, sırasıyla 200 ve 400 m mesafelerde 5N yük altında ASTM G99 standardına uygun olacak şekilde yapılmıştır. Aşınma cihazına ait görsele Şekil 2'de yer verilmiştir.



Şekil 2. Kaplama işlem aşamaları.

Çizelge 3. İlk kaplamanın yapıldığı TIG kaynak parametreleri

Numune Sayısı	Toz oranları	Uygulanan Akım (A)	İlerleme Hızı (mm/s)	Isı girdisi (J/m)
N1	TiC - saf	100	0.45	9.06
N2	TiC -%1 ağı. C		0.39	11.44
N3	TiC -%2 ağı. C		0.39	10.95
N4	TiC -%3 ağı. C		0.47	8.99
N5	TiC -%4 ağı. C		0.43	10.27
N6	TiC -%5 ağı. C		0.42	10.17



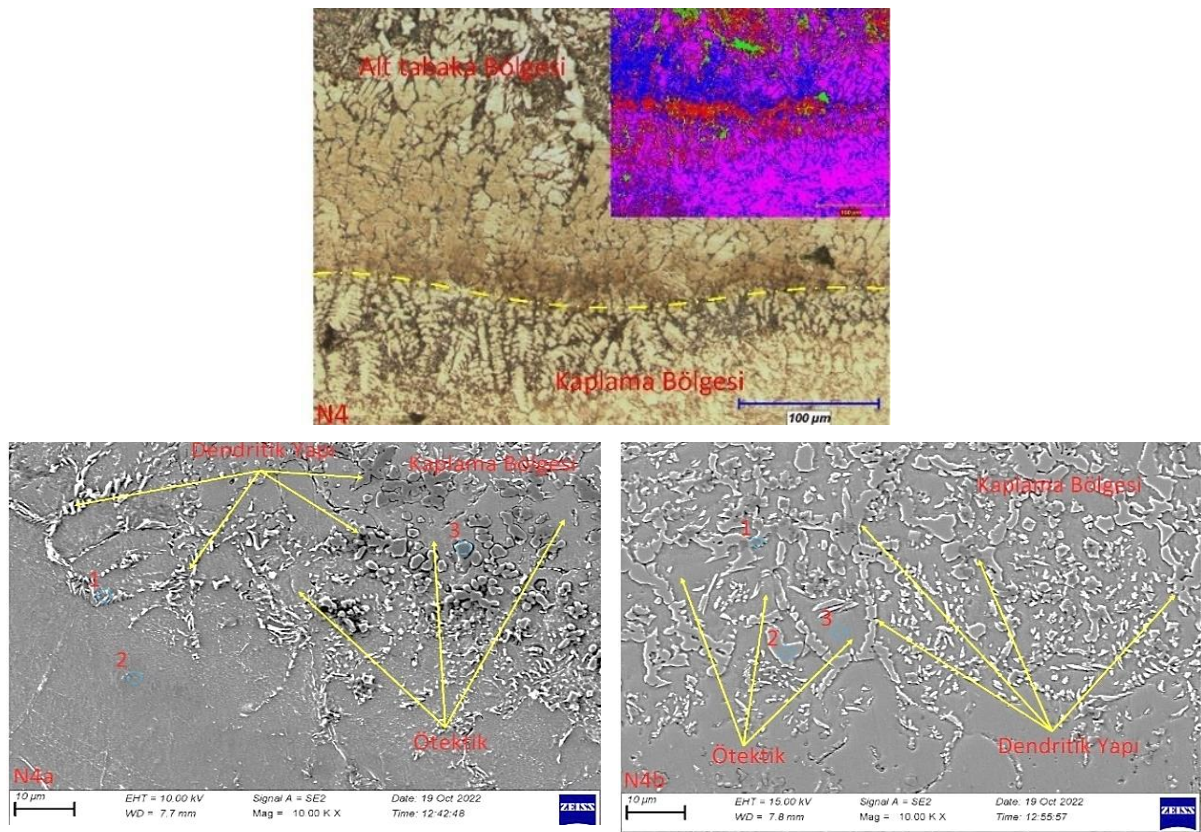
Şekil 3. Aşınma cihazı.

Kaplama tabakasında oluşan çeşitli bileşiklerin değerlendirilmesi için, farklı parametrelerde üretilen tüm kaplama numuneleri için X ışını kırınımı (XRD) tekniği kullanılmıştır. XRD ölçümleri, 20–90° tarama aralığında, 0.02° adım boyutunda ve dakikada 10°'lik bir tarama hızında alınarak cobalt hedef ( $\lambda = 1.79026 \text{ \AA}$ ) kullanılarak Rigaku RadB-DMax II difraktometre yardımı ile gerçekleştirilmiştir.

### 3. Bulgular ve Tartışma

#### 3.1. Mikroyapı incelemeleri

TIG ergitme yöntemiyle üretilen N4 kaplamaya ait yan kesit yüzey mikroyapısı Şekil 4'te verilmektedir. Mikroyapı oluşumunda altlık, geçiş bölgesi ve kaplama tabakası olmak üzere 3 farklı bölge meydana gelmiştir (Şekil 4). Kaplama tabakası sütun şekilli dendritik ve ötektik yapılardan oluşmuştur. N4 SEM-EDS analiz sonucunda kaplama bölgesinin özellikle partikül yapıların Ti ve C yoğunlukta olduğu görülmektedir (Şekil 4 a ve b). Dendritik ve ötektik yapılarda ise Ti ve C elementi ile birlikte Fe elementinin varlığı tespit edilmiştir. Kaplamanın hızlı katılma süreci sırasında, kaplama katmanları tekrar eridiğinde ve TiC partiküllerinin etkisinden dolayı karmaşık büyüme yönlerine sahip dendritler oluşur (Yue ve ark., 2022). Bu durumun TIG kaynak işlemi esnasında ark ısısının başlamasıyla birlikte alt tabakanın kaplama tozlarıyla birlikte ergimesi ve hızlı bir şekilde katılması sonucunda, Fe elementinin kaplama tabaka yüzeyinde hapsolmesi sonucunda yer aldığı düşünülmektedir.

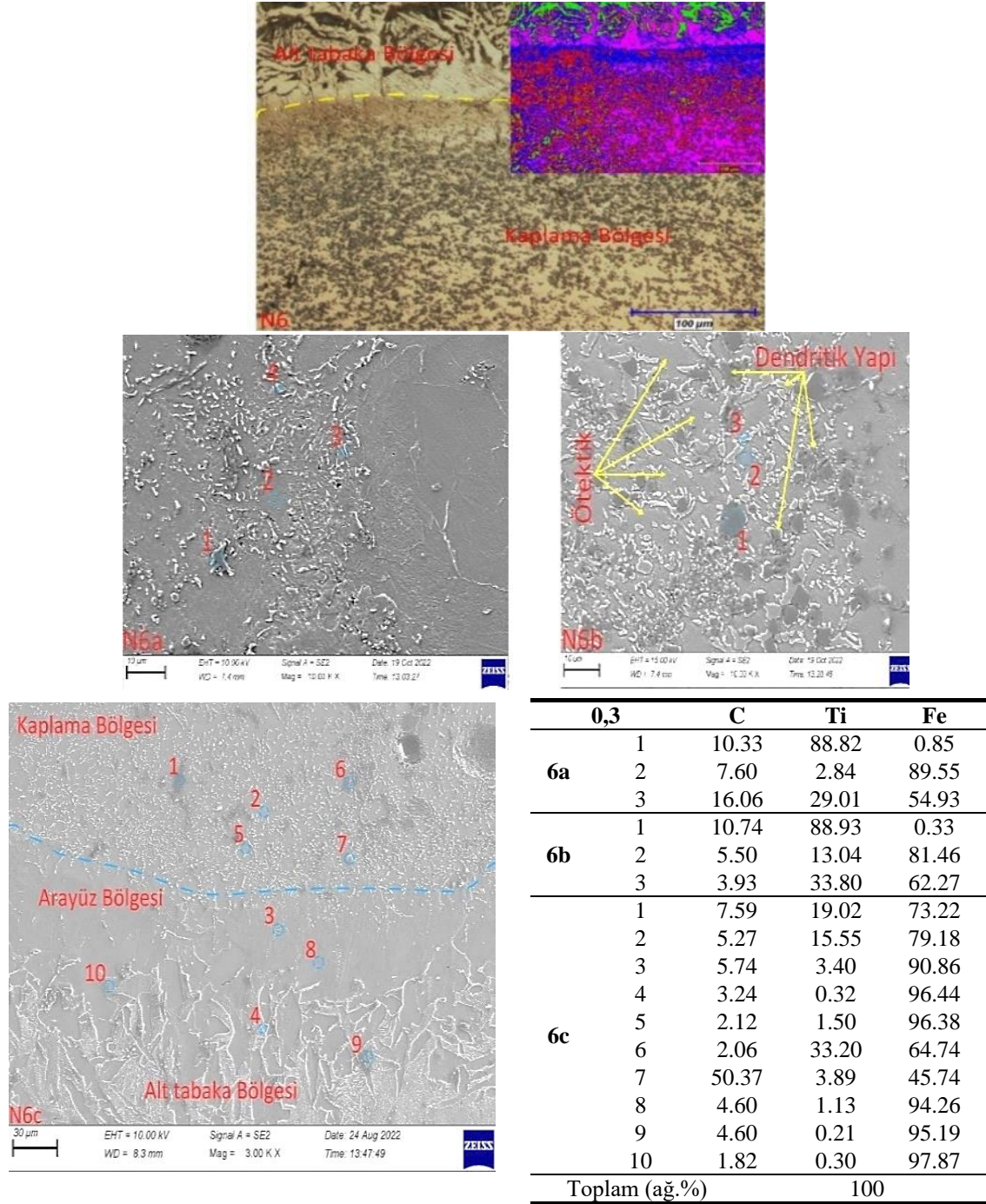


	Spektrum	C	Ti	F
4a	1	14,55	7,39	78,07
	2	19,05	3,93	77,03
	3	6,35	93,07	0,58
4b	1	9,33	83,94	6,73
	2	3,18	51,01	45,81
	3	5,31	15,38	79,31
Toplam (ağ. %)			100	

Şekil 4. N4 nolu numuneye ait optik mikroyapı, SEM-EDS görüntüleri ve EDS sonuç tablosu.

TIG ergitme yöntemiyle üretilen kaplamaların N6 numunelerinin yan kesit yüzey optik mikroyapıları ile SEM, EDS sonuçlarına ait tabloya Şekil 5'te yer verilmiştir. Kaplama bölgesi altlık, geçiş bölgesi ve kaplama tabakası olmak üzere 3 farklı bölge meydana gelmiştir (Şekil 5). Bu durum kaplama ve alt tabaka arasında iyi bir metalurjik bağ oluştuğunu göstermektedir. Mikroyapı daha çok

küçük yaprak ve çiçek şekilli dendritikler ve ötektik yapıdan oluşmuştur. Metal yada alaşım elementlerinde birincil ve ikincil kollar şeklinde meydana gelen dendritler, katılmış metallerde ve diğer malzemelerde en sık gözlenen mikroyapıdır. Hızlı soğutma ince dendritler üretirken, yavaş soğutma büyük ve kaba dendritlerin oluşmasını sağlayarak malzemelerin özelliğini etkilerler (Kılıç ve ark., 2021). N6'ya ait SEM-EDS analiz sonucunda kaplama bölgesinin özellikle partikül yapıların Ti ve C yoğunlukta olduğu görülmektedir. Toz karışımı TIG ark ısıısıyla temas ettiğinde hızla ısınacaktır. Saf Fe, Ti ve C'nin (veya grafitin) erime noktaları sırasıyla 1538, 1668 ve 3400 °C'dir. Saf tozların nispi erime sıcaklıkları göz önüne alındığında, Ti ve grafit tozlarını yayan ve çevreleyen bir sıvı faz oluşturarak önce Fe'nin eridiğini varsaymak mantıklıdır (Emamian ve ark., 2011). Bu partiküllerin sıvı içerisinde çözünmeden hapsolan TiC parçacıklarından oluştuğu düşünülmektedir. Kaplama bölgesinde gözenek ve çatlak oluşmadığı gözlenmiştir.

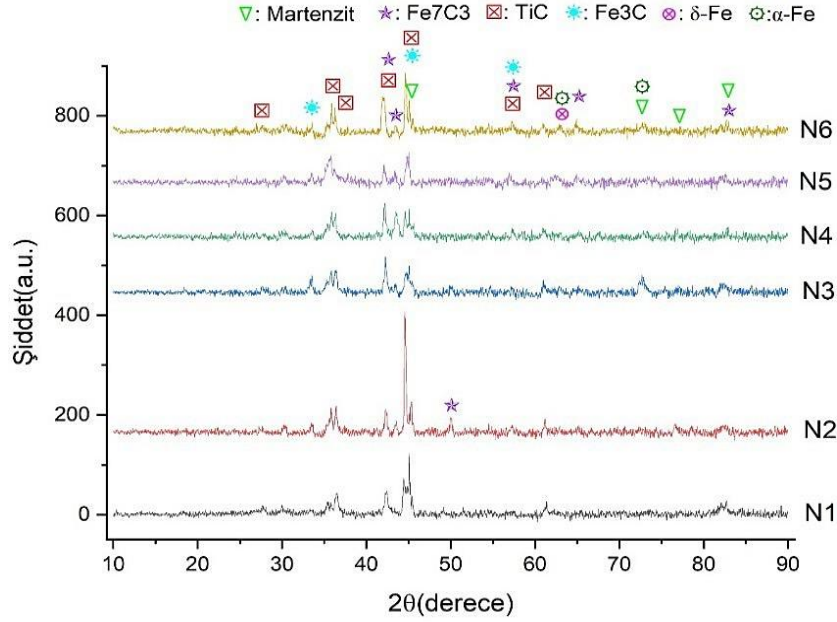


Şekil 5. N6 nolu numuneye ait optik mikroyapı, üçlü faz diyagramı, SEM-EDS görüntüleri ve EDS sonuç tablosu.



### 3.2. XRD sonuçları

Kaplama bileşen fazlarının tespiti amacıyla elde edilen numunelere XRD analizi yapılmıştır. Şekil 6'da AISI 1040 çelik üzerine TIG yöntemi ile üretilmiş olan farklı oranlarındaki C ilave edilmiş TiC-C kaplama tabakasına ait XRD analiz sonuç grafiği gösterilmektedir.



Şekil 6. Numunelere ait XRD grafiği.

Şekil 6 grafiği incelendiğinde tüm numunelerin yüzeyinde oluşan baskın fazın TiC fazı ile birlikte  $Fe_7C_3$ ,  $Fe_3C$  ve martenzit fazlarının olduğu, düşük pik değerlerinde  $\alpha - Fe$  ve  $\delta - Fe$  fazlarının da oluştuğu tespit edilmiştir. EDS sonuçlarına bağlı olarak çizilen üçlü faz diyagramlarında baskın fazların Fe ve TiC esaslı fazlar olduğu gözlenmiştir (Şekil 4 ve 5). Fe bazlı kaplamada aynı anda birden fazla karbür üretildiğinde, karbon için en yüksek afiniteye sahip karbür elementi tercihen oluşturulur. TiC, metal (Fe, Cr) karbürlerden daha yüksek bir erime noktasına sahip olduğundan, Gibbs serbest enerjisi daha düşüktür (130.348 J/mol, 3400 K) ve Ti ile C elementleri arasındaki afinite yüksektir; bu nedenle, TiC taneleri tercihen metal sıvıdan çöktürülür (Yue ve ark., 2022). Numuneye C eklendiğinde XRD modellerinde önemli bir farklılık gözlenmemekte ve TiC içerik yüzdesindeki farklılıktan dolayı yalnızca tepe yoğunluklarında bir fark oluşmaktadır (Zhang ve ark., 2022). Nitekim benzer fazlar farklı araştırmacılar tarafından da tespit edilmiştir (Khalili ve ark., 2019; Moghaddam ve ark., 2019; Buytoz, 2020).

### 3.3. Mikrosertlik analiz sonuçları

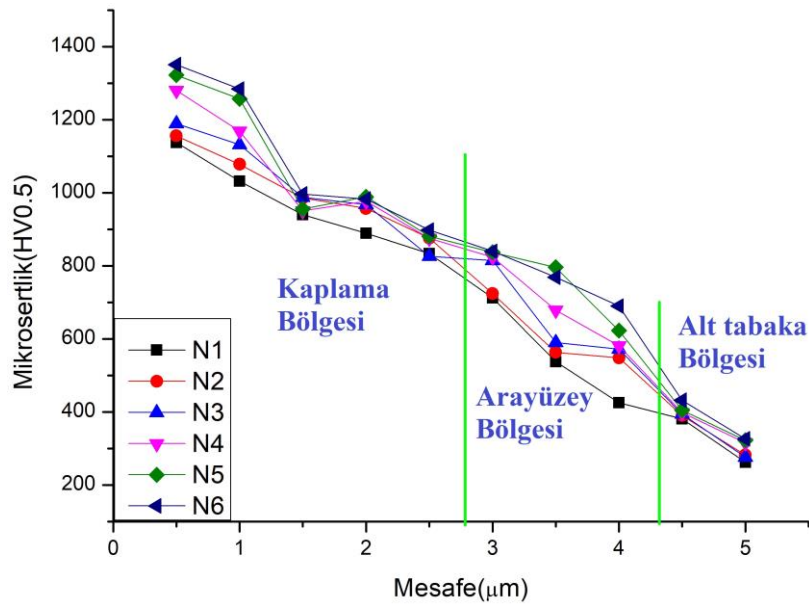
Metal malzemelerde yüzeyi daha dirençli hale getirmek için yapılan yüzey kaplamaların mikroyapı özelliklerinin kaplamaların mekanik özellikleri (mikrosertlik ve aşınma dayanımı) üzerinde önemli bir etkisi vardır. C oranındaki artışa bağlı olarak kaplamaların mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır. Takviye fazının içeriğinin artmasına bağlı olarak kaplamanın mikrosertliğini de iyileştirdiği bilinmektedir (Zhao ve ark., 2020b). Kaplama enine kesit numunesinde kaplama merkezinden başlayarak alt tabakaya doğru olmak üzere; kaplama bölgesi, arayüzey bölgesi ve ana malzeme olmak üzere 3 farklı bölgeden sertlik değerleri ölçülmüştür. Çizelge 4'te mikrosertlik ölçüm sonuçları yer alırken Şekil 7'de ise kaplama merkezinden uzaklığa bağlı olarak sertlik değişimine ait çizgi grafiği yer almaktadır.

Mikrosertlik değerinin kaplama üzerindeki dağılımı öncelikle kaplama profiline ve güçlendirilmiş sert parçacıkların kaplama üzerindeki şekline, konsantrasyonuna ve dağılımına bağlıdır (Tijo & Masanta, 2018). TiC-C matristeki sert TiC parçacıklarının varlığı, metal matrisli kompozitin

daha yüksek sertliğine yol açarken, daha az TiC fraksiyonlu katmanlar ise daha düşük sertlik değeri sergilemiştir (Rezapoov ve ark., 2018).

Çizelge 4. Ölçülen mikrosertlik değerleri

N1	N2	N3	N4	N5	N6
1138	1156	1189	1280	1322	1351
1032	1078	1132	1169	1257	1284
940	986	988	951	956	997
889	957	968	977	989	983
834	876	826	875	881	898
712	724	815	824	837	840
537	563	590	678	796	769
425	548	572	581	623	690
381	390	394	398	405	432
262	282	276	315	322	326



Şekil 7. Kaplama tabakaları için elde edilen mikrosertlik değerleri.

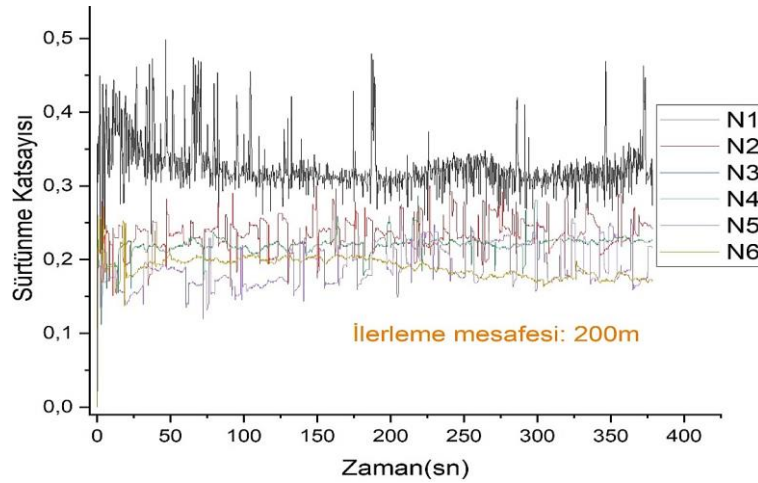
Şekil 7’de kaplama merkezinden uzaklığa bağlı olarak alınan sertlik değeri ölçümlerinin grafiğinde kaplama tabakasının mikro yapısındaki ve kimyasal bileşimdeki farklılıklar nedeniyle, kaplama tabakasında alt tabakaya doğru keskin bir azalış meydana gelmiştir (Shahrooz ve ark., 2018). Bu farkın temel sebebi olarak yazarların ifade ettiği gibi katılma ile birlikte kaplama tabakasında oluşan ve Şekil 6’da yer verilmiş olan XRD grafiğinden de görüldüğü üzere yapıda oluşmuş olan Martenzit,  $Fe_7C_3$ , TiC ve  $Fe_3C$  gibi sert fazların büyük etkisinin olduğu düşünülmektedir. Buna göre en yüksek sertlik ölçümü 1351  $HV_{0.5}$  ile N6 nolu numunede tespit edilmiştir. En düşük değer ise 262  $HV_{0.5}$  ölçüm değeriyle N1 numunesinin alt tabakasından elde edilmiştir. Diğer değerlere bakıldığında C takviyesiz N1 nolu numunede alt tabakada en yüksek 381  $HV_{0.5}$  değer elde edilirken kaplama tabakasında ise yaklaşık 4 katı bir değer ile 1138  $HV_{0.5}$  ile sonuçlandığı görülmüştür. Bununla birlikte C takviyeli N2, N3, N4, N5, N6 numunelerin sertlik değerleri sırasıyla alt tabaka olarak en yüksek 390  $HV_{0.5}$ , 394  $HV_{0.5}$ , 398  $HV_{0.5}$ , 405  $HV_{0.5}$ , 432  $HV_{0.5}$  elde edilirken kaplama tabakasında ise sırasıyla 1156  $HV_{0.5}$ , 1189  $HV_{0.5}$ , 1280  $HV_{0.5}$ , 1322  $HV_{0.5}$ , 1351  $HV_{0.5}$  olarak ölçülmüştür. Ti-Grafit ilavesi ile kompozit kaplamaların sertliği daha yüksek dalgalanmalarla artmaktadır. Artan sertliğin esas olarak TiC sert fazının oluşumundan kaynaklandığı daha önceki çalışmalarda belirtilmiştir (He ve ark., 2020). Daha önce yapılmış olan kaplama çalışmalarında da mikrosertlik değerinin artan TiC oranına bağlı olarak arttığı ifade edilmiştir (Tijo & Masanta, 2018; Zhao ve ark., 2020a). TIG yöntemiyle 1045 üzerine Stellite 6 ve Stellite 6/TiC kaplamamışlardır. İşlem sonunda TiC miktarı arttıkça, kaplamanın sertliğinin

arttığı ve Stellite 6'daki 400 Hv'den ortalama sertlik değerinin, Stellite 6 +% 40 TiC'deki ortalama 700 Hv'ye yükseldiği ifade etmişlerdir (Shahroozi ve ark., 2018). Ara bölgeden alınan sertlik ölçüm değerleri incelendiğinde sonuçların kaplama tabakasına göre düşük, alt tabakaya göre ise yüksek olduğu tespit edilmiştir. N1, N2, N3, N4, N5 ve N6 numunelerinin arayüz bölgesinde elde edilen en yüksek sertlik ölçüm değerleri sırasıyla; 537 HV0.5, 563 HV0.5, 590 HV0.5, 678 HV0.5, 796 HV0.5 ve 769 HV0.5 olarak ölçülmüştür. Fe elementinin alt tabakadan difüzyonu nedeniyle arayüz bölgesindeki sertliğin kaplama tabakasına göre yarı yarıya düşüşüne yol açmıştır (Buytoz ve ark., 2022). Alt tabaka, N1, N2, N3, N4, N5 ve N6 numunelerine ait ortalama sertlik değerleri sırasıyla; 715 HV0.5, 756 HV0.5, 775 HV0.5, 804,8 HV0.5, 838,8 HV0.5, 857 HV0.5 olarak ölçülmüş ve sonuçlara Şekil 4'te grafikteki yer verilmiştir.

### 3.4. Yüzey aşınma

Malzemelerin aşınmasında uygulanan yük, kayma mesafesi, kayma zamanı, yağlama durumu, malzeme çifti ve kaplama yöntemleri gibi yapılan diğer işlemler oldukça önemli parametrelerdir. Bu parametrelerin bazıları malzeme üretilirken ve bazıları üretilen malzemeye kaplama gibi yeni işlem uygulamasında önem kazanmaktadır. Aşınma deneyi esnasında ise bu parametreler bir bütün olarak ele alındığında, sürtünme esnasında açığa çıkan ısı, tribo yüzeyin oluşup oluşmadığı, sürtünme katsayısının değeri, kütle kaybı veya şekil değişiminin önemli olduğu görülmektedir (Rachidi ve ark., 2019).

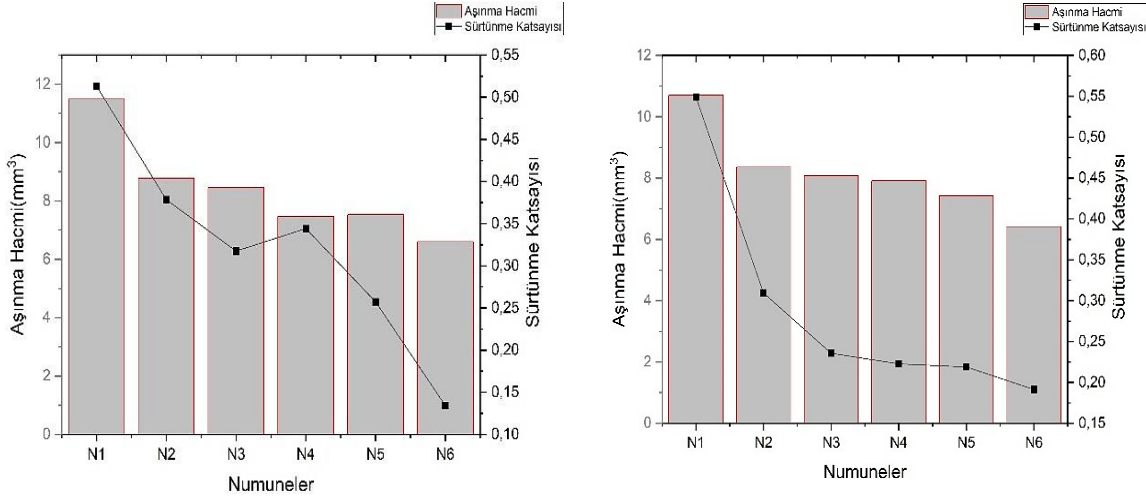
TiC-C kaplamanın aşınma özellikleri pin on disk abrasiv aşınma testi uygulanarak belirlenmiştir (Şekil 8).



Şekil 8. Aşınma sonrası zaman bağımlı sürtünme katsayısı grafiği.

Şekil 8'de görüldüğü üzere kayma süresine bağlı olarak sürtünme katsayısında dalgalanmaların olduğu görülmektedir. Düşük uygulama yüklerinde bu dalgalanmalar daha az olurken, artan yükler dalgalanmaları artırmaktadır. Oluşan bu dalgalanmaların, aşındırıcının kaplama yüzeyindeki sert karbür ile teması ve artan C oranına bağlı olduğu düşünülmüştür (Çelik & Seçilmiş, 2017). Bununla birlikte dalgalanmaların, çelik bilye yüzeyine yapışmış sert karbür fazlarına temasından da kaynaklandığı ihtimali de mevcuttur.

Aşınma hacim miktarları ile ilgili yapılan ölçümlerde Şekil 9'daki grafikler elde edilmiştir. Şekil 9 incelendiğinde, aşınma parametrelerine bağlı olarak aşınma hacim miktarının sürtünme katsayısının aşınma ile doğru orantılı olduğu görülecektir. Bunun nedeni olarak malzeme sertliğinin plastik deformasyonu engellemesinden kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Ancak tüm uygulama yükleri birlikte incelendiğinde takviye oranına bağlı olarak sürtünme katsayısı grafiğinin stabil olmadığı da ayrıca görülecektir.



Şekil 9. Sürtünme katsayısına bağlı olarak meydana gelen aşınma hacmi oranı grafiği (200m-400m mesafede).

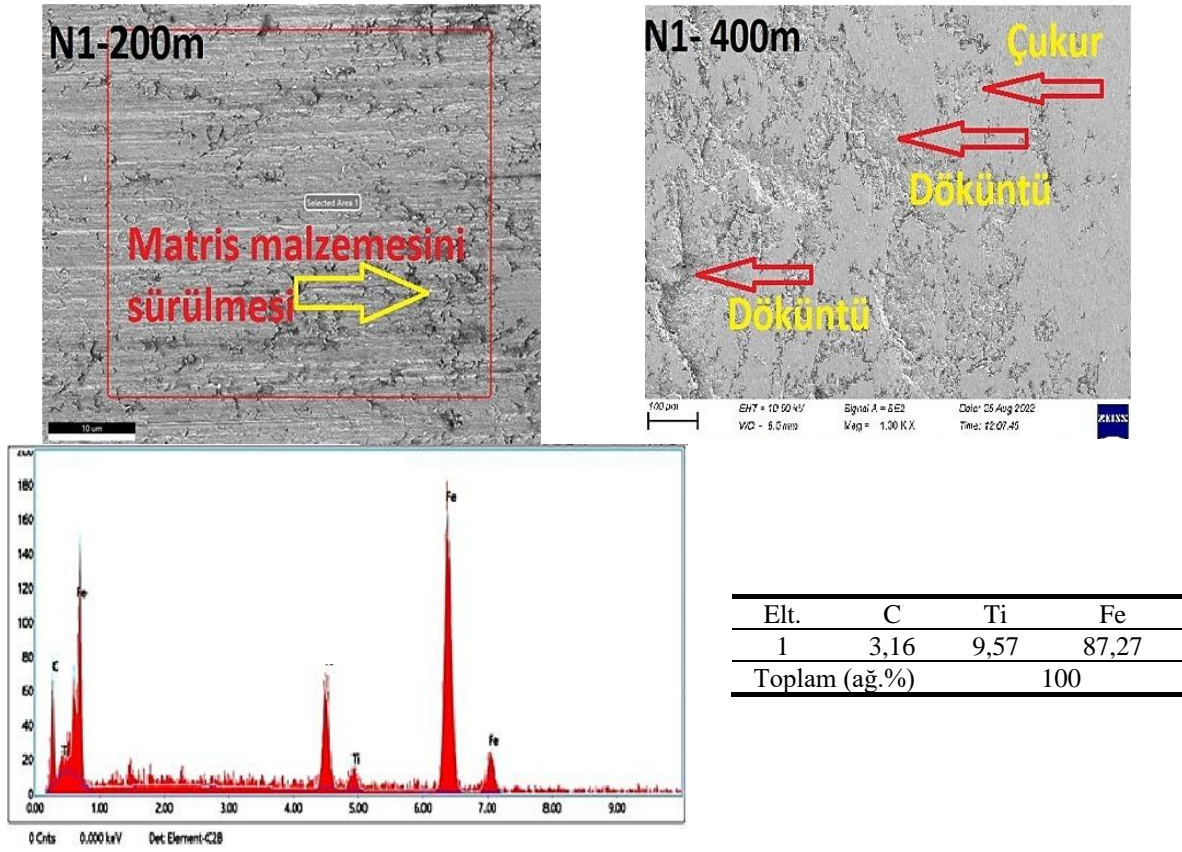
Tüm normal yükler için hibrit kompozitlerin sergilediği aşınma oranı daha düşük değerlerde elde edilmektedir. TiC ve grafitin hacim oranındaki artışla aşınma oranında gözlenen azalma, TiC ve grafit takviyelerin birleşik etkisinin sunduğu aşınma direncinden kaynaklanmaktadır. Hacimce %5 grafit hibrit kompozitler, tüm normal yük aralıkları için hacimce %10 grafit hibrit kompozitle karşılaştırıldığında daha yüksek aşınma oranı sergilemiştir. TiC ve grafit hacim fraksiyonundaki artışla aşınma oranında daha yüksek azalma gerçekleşmektedir (Cai ve ark., 2011b). Bu durumun, aşınmış numunelerin SEM morfolojilerine ait görüntüler incelendiğinde, aşınma bölgesinde meydana gelen oluk, pullanma, kopma ve döküntü gibi etkenlerden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Aşındırıcı parça ile kayma yüzeyi arasında oluşan tribo yüzey, sürtünme katsayısını düşürmektedir. Diğer bir değişle yük arttığında, pim ile karşı yüzey arasındaki nominal temas alanı artmakta, dolayısıyla temas sıcaklığındaki artış yüzeydeki yumuşamaya yol açmakta ve böylece temas yüzeyleri arasında daha fazla kayma hareketi meydana gelmektedir. Bu sonuç sürtünme katsayısında azalmayı da beraberinde getirmektedir (Demir ve ark., 2022a). Aşınma direnci ile mikrosertlik arasında doğru orantı olduğu görülmektedir. Elde edilen veriler ışığında değerlendirildiğinde mikrosertliğin artmasıyla birlikte aşınma direncinin arttığı Şekil 8'de verilmiş olan aşınma hacim kayıplardan tespit edilmiştir.

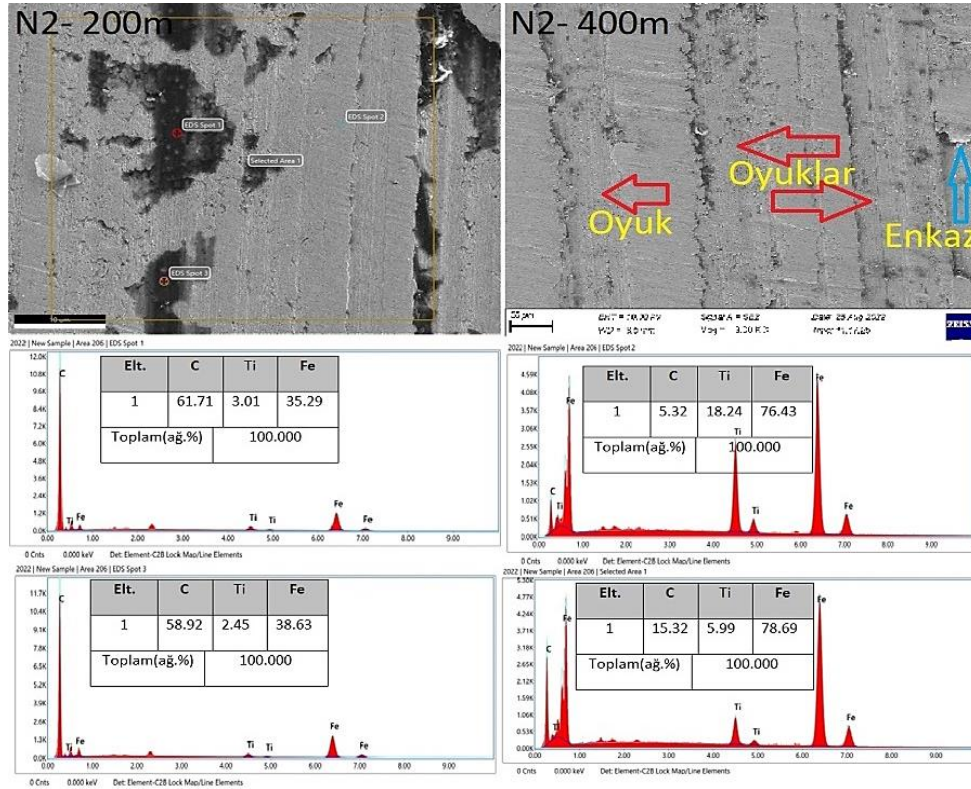
Ancak aşınma direnci ile mikrosertlik arasında doğru orantı olsa da, sürtünme katsayısı ile ters orantıya sahiptir. Sürtünme katsayısı düşük aynı zamanda da sertliği yüksek olan kaplamaların aşınma direnci de yüksek olmaktadır. Bu sonuçla aşınma testinin sürtünme katsayısı ve mikrosertlik değerlerinin aşınma direncinin belirlenmesinde önemli etkenler olduğu düşünülmektedir. Kaplama tabakasının aşınma özellikleri, TiC bileşeninin yüzdesi ve morfolojisinin yanı sıra kaplama tabakasının mikro yapısına ve mikro yapıya bağlı olarak gelişen mikro sertlik değerine de bağlıdır (Buytoz, 2020).

Şekil 10'da N1(TiC) numunesine ait yüzey aşınmasına ait morfoloji görülmektedir. Şekilde 200 m ilerleme mesafesinde, matris malzemenin süpürülmüş gibi bir görüntüye büründüğü, 400 m ilerleme mesafesinde ise döküntü ve çukurların oluştuğu görülmektedir. N1 numunesine ait EDX sonuçları sırasıyla %3.16 C, %9.57 Ti ve geri kalan demir şeklinde tespit edilmiştir.

N2(TiC-C) numunesine ait yüzey morfolojisi Şekil 11'de görülmektedir.



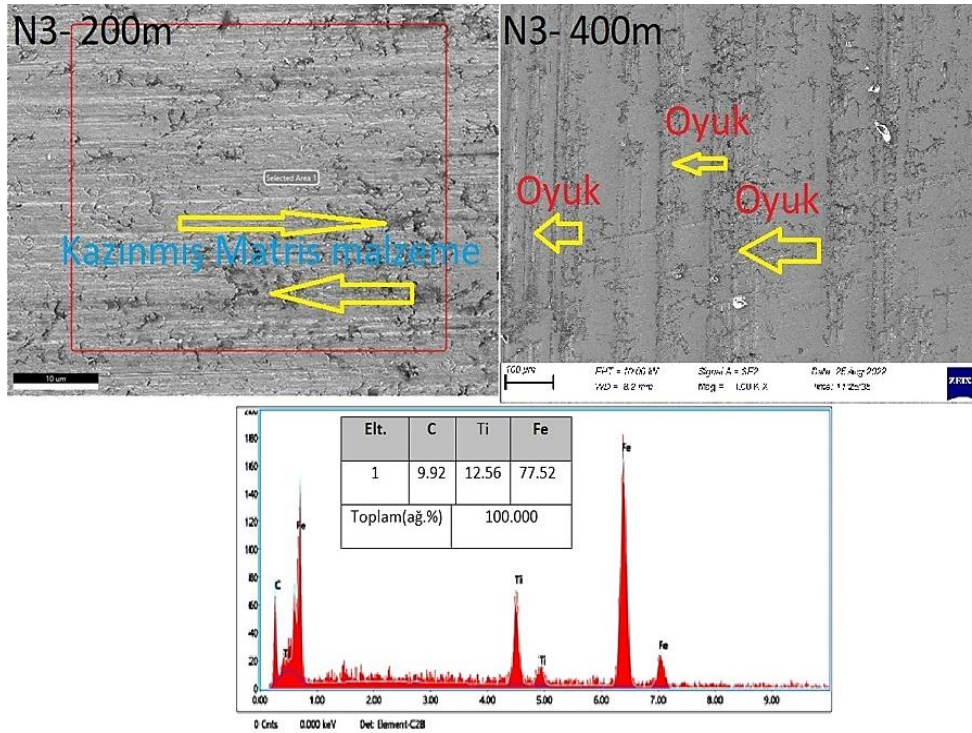
Şekil 10. N1 Aşınma analizi sonrası kaplama yüzey morfolojisinin SEM - EDS sonuçları.



Şekil 11. N2 Aşınma analizi sonrası kaplama yüzey morfolojisinin SEM-EDS sonuçları.

Şekil 11 incelendiğinde, N2 numunesinden meydana gelen aşınma mekanizması N1 göre daha az olmakla birlikte oyuk ve enkazların oluştuğu belirlenmiştir. Düşük oranda ilave edilen güçlendiricinin yüzey morfolojisine çok fazla etkisi olmamakla birlikte COF ve ağırlık kaybı (Şekil 8 ve 9) oranlarına etki etmiştir. N1 numunesine ait EDX sonuçları sırasıyla karşılaştırıldığında özellikle karbon ve Ti oranlarında artış olduğu gözlenmiştir. C oranının diğer numunelere kıyasla yüksek çıkmasının temel nedeni olarak alt tabakadan element transferi veya çözünmemiş C tozlarının varlığından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu artış ile birlikte N1 numunesine göre daha dirençli olmasına katkı sunduğu düşünülmektedir. Karbürlerin yüksek abrasif aşınma performansının aşınma direncini önemli ölçüde arttırdığı, koruyucu triboksit tabakaların etkisinin ise sürtünme katsayısını azalttığı bilinmektedir (Kılıçay & Ulutan, 2017).

N3 numunesi yüzey SEM resiminden görüldüğü üzere Şekil 12’de TiC oranının artması yüzey morfolojisinin N1 ve N2 numunesine göre daha düzgün bir yüzey oluşmasını sağlamıştır.



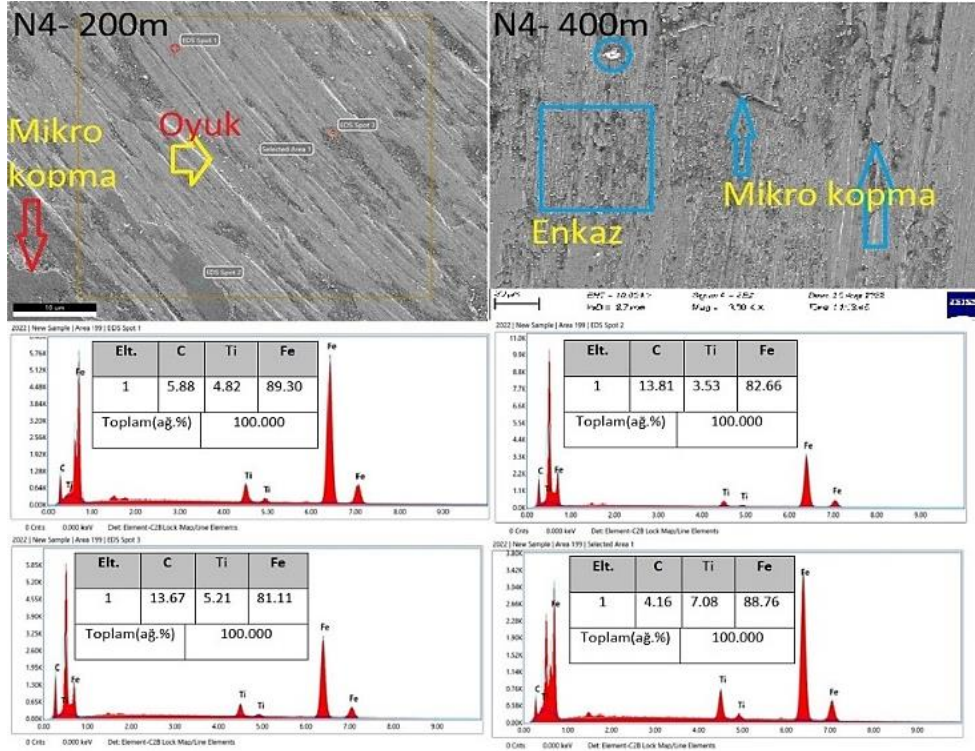
Şekil 12. N3 Aşınma analizi sonrası kaplama yüzey morfolojisinin SEM-EDS sonuçları.

Ayrıca Şekil 12’deki görüntülerde özellikle 400 m ilerleme mesafesinde olukların dar olduğu ve derin olmadığı açıkça görülmektedir. Kayma mesafesinin artması deformasyon bölgesinin daha büyük olmasına neden olacaktır. Ancak aşınma oranı, aşınma hacminin kayma mesafesine oranı olarak formüle edildiğinden, artan kayma mesafesi ile aşınma oranı azalmıştır (Demir ve ark., 2022b). N3 numunesine ait EDX sonuçları sırasıyla %9.96 C, % 12.56 Ti ve geri kalan demir şeklinde tespit edilmiştir.

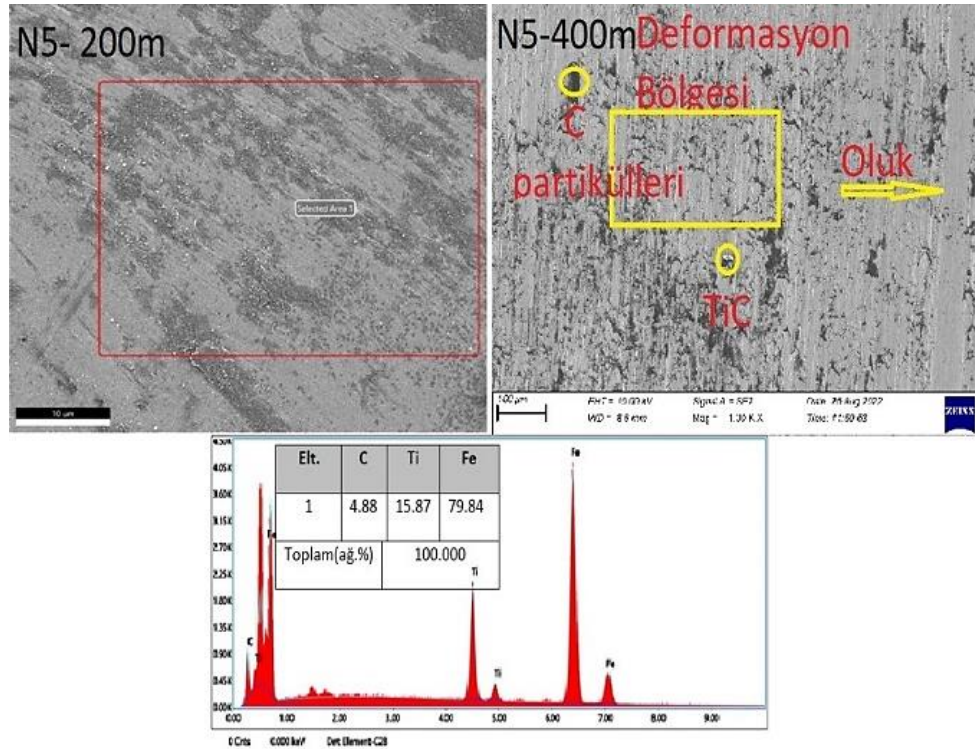
N4 numunesi yüzey SEM resiminden görüldüğü üzere Şekil 13’te TiC oranının artması yüzey morfolojisinin diğer göre daha düzgün bir yüzey oluşmasını sağlamıştır. Ayrıca görüntülerde oyukların dar olduğu ve derin olmadığı, mikro kopmaların meydana geldiği açıkça görülmektedir. N3 numunesine ait EDS sonuçlarında C, Ti ve Fe elementlerinin varlığı sözkonusudur.

N5 numunesi yüzey SEM resiminden görüldüğü üzere Şekil 14’te TiC oranının artması yüzey morfolojisinin diğerlerine göre daha düzgün bir yüzey oluşmasını sağlamıştır. Matristeki donatı oranı arttıkça iz genişliğinin daraldığı, aşınma bölgesindeki boşluk ve çatlakların azaldığı, matristen kopan tanelerin hacminin azaldığı gözlemlenmiştir. B<sub>4</sub>C partiküllerinin aşındırıcı karşı yüzey ile teması sonucunda matris malzemesi ile karşı yüzey arasında bariyer görevi görerek aşınma direncini arttırdığı söylenebilir (He ve ark., 2020). N5 numunesine ait EDS sonuçları sırasıyla %4.88 C, %15.87 Ti (Şekil 14) ve geri kalan kısmın demir olduğu şeklinde tespit edilmiştir. TiC-C içeriğinin artmasıyla çiziklerin

derinliğinin azalması matristeki daha büyük miktarlardaki sert fazlardan kaynaklandığı ve ayrıca düzenli dağılımlarından dolayı sert fazların çıkarılmasını engellediği, böylece bileşenin aşınma direncini arttırdığı görülmektedir. Ti-grafit eklendikten sonra aşınma hacminin azalması, esas olarak kaplama aşınma direncini artıran TiC sert fazının oluşumundan kaynaklanmaktadır (Akkaş & Islak, 2019).

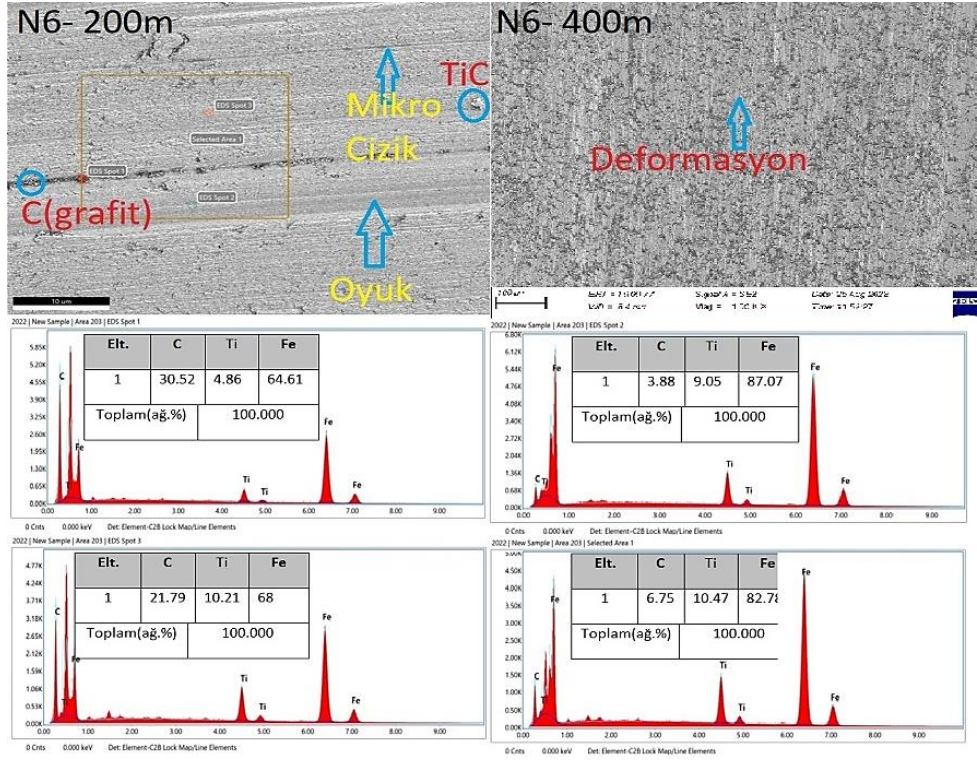


Şekil 13. N4 Aşınma analizi sonrası kaplama yüzey morfolojisinin SEM-EDS sonucu.



Şekil 14. N5 Aşınma analizi sonrası kaplama yüzey morfolojisinin SEM-EDS sonuçları.

N6 numunesinin yüzey SEM görüntüsünden görüldüğü gibi (Şekil 15), artan TiC oranı bağlı olarak diğer numunelerine kıyasla yüzey morfolojisi için daha pürüzsüz bir yüzey oluşmuştur (Şekil 15).



Şekil 15. N6 Aşınma analizi sonrası kaplama yüzey morfolojisinin SEM-EDS sonuçları.

Grafitin hacim oranı arttıkça sürtünme katsayısı azalmaktadır (Rajkumar & Aravindan, 2011). Sürtünme katsayısında gözlenen azalma, kayma sırasında pim yüzeyinden grafit parçacıklarının bulaşmasından kaynaklanmaktadır. %5 TiC ve %5 grafit kompozit için, 12 N'de sürtünme katsayısının 0,35 olduğunu tespit etmişlerdir (Cai ve ark., 2011b). Ayrıca olukların dar ve derin olmadığı, döküntülerin ve malzeme transferinin fazla olmadığı görsellerde net bir şekilde görülmektedir (Şekil 15). Ayrıca artan TiC içeriği ile çizik derinliğinin azaldığı görülmektedir. Ni matrisine ilave edilen bor ve TiC aşınma direncini arttırdığı belirtilmiştir (Akkaş & Islak, 2019). Bunun, matriste daha büyük miktarlarda sert fazların varlığından kaynaklandığı düşünülmektedir. Elde edilen sonuçlara bağlı olarak artan C oranı ile mikrosertliğin ve aşınma direncinin arttığı, ağırlık kaybının ise azaldığı belirlenmiştir. Dış kuvvetlere maruz kaldığında matris elemanı, güçlendirme aşaması için daha iyi bir destek çerçevesi sağlayabilir ve kaplamanın deformasyona karşı direncini iyileştirebilir. Aynı zamanda, takviye fazının içeriğinin artması, kaplamanın mikrosertliğini de iyileştirir (Zhao ve ark., 2020a). Bu sonuçlar ışığında artan C oranının alt tabaka yüzeyinin sertliği ve aşınma direncinin gelişmesinde önemli rol oynadığı söylenebilir.

#### 4. Sonuç

Gerçekleştirilen bu tez çalışmasında, TIG kaynak yöntemi ile AISI 1040 yüzeyi TiC-C ile kaplama işlemi yapılmıştır. Mikroyapısal ve mekanik olmak üzere bazı testlere tabi tutulmuş olup elde edilen sonuçlar doğrultusunda, sektörel ve akademik çalışmalara aşağıda maddeler halinde verilen öneriler paylaşılmaktadır.

1. Kaplama tabakasının düzgün iyi bir metalurjik bağ ile bağlandığı herhangi bir gözenek, boşluk ve süreksizliğin oluşmadığı optik mikroskop ve SEM mikroyapı sonuçlarından gözlenmiştir.
2. Kaplama tabakası mikroyapısı soğuma ile birlikte ötektik, dendritik ve parçacıklı yapılardan



- meydana gelmiştir.
3. EDS sonuçlarına göre özellikle kaplama bölgesinde oluşan dendiritlerin ve parçacıklı yapıların Ti ve C baskın elementlerinden oluştuğu görülürken, ötektik bölgede ise daha çok Fe elementinin baskın olgu tespit edilmiştir.
  4. Kaplama bölgesinde yapılan XRD analiz sonucunda ise; tüm numunelerin yüzeyinde oluşan baskın fazın TiC fazı ile birlikte  $Fe_7C_3$ ,  $Fe_3C$  ve martenzit fazlarının olduğu, düşük pik değerlerinde  $\alpha - Fe$  ve  $\delta Fe$  fazlarının da oluştuğu tespit edilmiştir.
  5. Vickers sertlik analiz sonuçlarına göre C oranındaki artışa bağlı olarak kaplamaların mikrosertlik değerinde artış tespit edilmiştir. Elde edilen sonuçlara bağlı olarak kaplama tabakasında en düşük sertlik değerinin N1 (TiC) 1156 HV<sub>0,5</sub> iken en yüksek sertlik değeri ise N6 (TiC-%5C) 1351 HV<sub>0,5</sub> olarak ölçülmüştür.
  6. Aşınma test analiz sonuçlarına göre, artan C oranı ile mikrosertliğin ve aşınma direncinin arttığı, ağırlık kaybının ise azaldığı elde edilen sonuçlardan belirlenmiştir. En düşük aşınma direnci N1 numunesi iken en yüksek aşınma direnci ise N6 numunesi olarak tespit edilmiştir. Analiz sonuçlarında N1 numunesinde sürtünme katsayısı 0,6 iken N6 numunesinde ise 0,2 olarak elde edilmiştir. Aşınmış numunelerin SEM morfolojilerine ait görüntüleri incelendiğinde, aşınma bölgesinde meydana gelen oluk, pullanma, kopma ve döküntü gibi etkenlerden kaynaklandığı düşünülmektedir.

## Teşekkür

Bu proje, Batman Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (BTÜBAP) tarafından BTÜBAP-2022-YL-04 numaralı münferit proje kapsamında desteklenmiştir. Yapılan çalışmalara desteklerinden dolayı Batman Üniversitesi'ne teşekkür ederiz.

## Kaynakça

- Akkaş, M., & Islak, S. (2019). Microstructure, wear and corrosion properties of NiB-TiC composite materials produced by powder metallurgy method. *Science of Sintering*, 51(3), 327-338. doi:10.2298/SOS1903327A
- Buytoz S. (2006). Microstructural properties of M7C3 eutectic carbides in a Fe-Cr-C alloy. *Materials Letters*, 60, 605-608. doi:10.1016/j.matlet.2005.09.046
- Buytoz, S. (2020). Microstructural changes of Fe-Cr-C/M(Nb,Ti)C composite coating produced by TIG method. *GU J Sci, Part C*, 8(1), 51-63. doi:10.29109/gujsc.637815
- Buytoz, S., Kilic, M., & Carboga, C. (2022). Microstructure and wear behaviour of Ni-based/TiC composite coating. *International Journal of Surface Science and Engineering*, 16(1), 71-90. doi:10.1504/IJSURFSE.2022.10045207
- Cai, B., Ye-fa, T., Tu, Y., Wang, X., & Tan, H. (2011a). Tribological properties of Ni-base alloy composite coating modified by both graphite and TiC particles. *Transactions Nonferrous Metals Society China*, 21, 2426-2432. doi:10.1016/S1003-6326(11)61031-5
- Cai, B., Ye-fa, T., Tu, Y., Wang, X., & Xu, T. (2011b). Effects of graphite content on microstructure and tribological properties of graphite/TiC/Ni-base alloy composite coatings. *Transactions Nonferrous Metals Society China*, 21, 1741-1749. doi:10.1016/S1003-6326(11)60924-2
- Chen, L., Tianxiang, X., Haiyang, W., Peng, S., Sheng, L., Ze-Xin, W., Shujin, C., & Lai-Chang Z. (2019). Phase interaction induced texture in a plasma sprayed-remelted NiCrBSi coating during solidification: An electron backscatter diffraction study. *Surface & Coatings Technology*, 358, 467-480. doi:10.1016/j.surfcoat.2018.11.019
- Çelik, Y. H., & Seçilmiş, K. (2017). Investigation of wear behaviours of Al matrix composites reinforced with different B<sub>4</sub>C rate produced by powder metallurgy method. *Advanced Powder Technology*, 28(9), 2218-2224. doi:10.1016/j.appt.2017.06.002
- Demir, M. E., Çelik, Y. H., & Kalkanlı, A. (2022a). The effect of rolling and aging on mechanical and tribological properties in B<sub>4</sub>C particle reinforced Al7075 matrix composites. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 47(12), 16187-16208. doi:10.1007/s13369-022-06891-6
- Demir, M. E., Çelik, Y. H., Kilickap, E., & Kalkanlı, A. (2022b). The effect of B<sub>4</sub>C reinforcements on the microstructure, mechanical properties, and wear behavior of AA7075 alloy matrix produced

- by squeeze casting. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part E: Journal of Process Mechanical Engineering*, 237(6), 2574-2584. doi:10.1177/09544089221139095
- Durmuş, H., Türkmen, M., & Çalgül, U. (2020). Farklı altlık malzemelerine uygulanan WC kaplamaların tribolojik özelliklerinin incelenmesi. *Technological Applied Sciences*, 15(2), 23-28.
- Emamian, A., Corbin, S. F., & Khajepour, A. (2011). The influence of combined laser parameters on in-situ formed TiC morphology during laser cladding. *Surface & Coatings Technology*, 206, 124-131. doi:10.1016/j.surfcoat.2011.06.062
- He, J., Zheng, G., Guo, F., Fu, G., Li, C., Zhao, H., ..., & Yin, F. (2020). Microstructure and tribological properties of in-situ synthesized TiC reinforced reactive plasma sprayed Co-based coatings. *Materials Chemistry and Physics*, 248, 122913. doi:10.1016/j.matchemphys.2020.122913
- Janicki, D. (2018). Microstructure and sliding wear behaviour of in-situ TiC-reinforced composite surface layers fabricated on ductile cast iron by laser alloying. *Materials*, 11(1), 75. doi:10.3390/ma11010075
- Khalili, A., Mojtahedi, M., Goodarzi, M., & Torkamani, M. J. (2019). Synthesis of Fe-TiC hard coating from ilmenite via laser cladding. *Iranian Journal of Materials Science and Engineering*, 16(3), 75-86. doi:10.22068/ijmse.16.3.75
- Kılıç, M., Beken, M., & Özdemir, N. (2019). SHS işlemi sonrası sinterleme işleminin intermetalik kaplamaya etkisinin incelenmesi. *Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 31(1), 167-176.
- Kılıç, M. (2021). Microstructural characterization of ni-based B<sub>4</sub>C reinforced composite coating produced by tungsten inert gas method. *Arch. Metall. Mater*, 66(3), 917-924. doi:10.24425/amm.2021.136398
- Kılıç, M., Imak, A., & Kirik, I. (2021). Surface modification of AISI 304 stainless steel with NiBSi-SiC composite by TIG method. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 30(2), 1411-1419. doi:10.1007/s11665-020-05378-5
- Kılıçay, K., & Ulutan, M. (2017). Effect of cryogenic treatment on tribological behaviour of TiC composite coatings. *Surface Engineering*, 33(12), 886-894. doi:10.1080/02670844.2017.1317452
- Kurt, B., Küçük, Y., & Sabri Gök, M. (2014). Microabrasion wear behavior of VC and CrC coatings deposited by thermoreactive diffusion technique. *Tribology Transactions*, 57(2), 345-352. doi:10.1080/10402004.2014.880538
- Lailatul, P. H., & Maleque, M. A. (2017). Surface modification of duplex stainless steel with SiC preplacement using TIG torch cladding. *Procedia Engineering*, 184, 737-742. doi:10.1016/j.proeng.2017.04.151
- Ma, Y., Wang, X., Wang, X., Yang, Y., Cui, Y., & Sun, W. (2020). In-situ TiC-Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>-SiC composite coatings prepared by plasma spraying. *Surface & Coatings Technology*, 404, 126484. doi:10.1016/j.surfcoat.2020.126484
- Moghaddam, H. Z., Sharifitabar, M., & Roudini, G. (2019). Microstructure and wear properties of Fe-TiC composite coatings produced by submerged arc cladding process using ferroalloy powder mixtures. *Surface and Coatings Technology*, 361, 91-101. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.01.053
- Oh, M. C., Yeom, H., Jeon, Y., & Ahn, B. (2015). Microstructural characterization of laser heat treated AISI4140 steel with improved fatigue behavior. *Arch. Metall. Mater*, 60(2B), 1331-1334. doi:10.1515/amm-2015-0125
- Ozel, S., Kurt, B., Somunkiran, I., & Orhan, N. (2008). Microstructural characteristic of NiTi coating on stainless steel by plasma transferred arc process. *Surface and Coatings Technology*, 202(15), 3633-3637. doi:10.1016/j.surfcoat.2008.01.006
- Rachidi, R., El Kihel, B., & Delaunois, F. (2019). Microstructure and mechanical characterization of NiCrBSi alloy and NiCrBSi-WC composite coatings produced by flame spraying. *Materials Science & Engineering B*, 241, 13-21. doi:10.1016/j.mseb.2019.02.002
- Rajkumar, K., & Aravindan, S. (2011). Tribological performance of microwave sintered copper-TiC-graphite hybrid composites. *Tribology International*, 44, 347-358. doi:10.1016/j.triboint.2010.11.008

- Rao, K. V. S., Girisha, K. G., Jamuna, K., & Tejaswini, G. C. (2018). Erosion behaviour of HVOF sprayed SiC-WC-Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> multilayer coating on 304 stainless steel. *Materials Today: Proceedings*, 5(11), 24685-24690. doi:10.1016/j.matpr.2018.10.266
- Rasool, G., & Stack, M. M. (2014). Wear maps for TiC composite based coatings deposited on 303 stainless steel. *Tribology International*, 74, 93-102. doi:10.1016/j.triboint.2014.02.002
- Rezapoor, M., Razavi, M., Zakeri, M., Rahimipour, M. R., & Nikzad, L. (2018). Fabrication of functionally graded Fe-TiC wear resistant coating on Ck45 steel substrate by plasma spray and evaluation of mechanical properties. *Ceramics International*, 44(18), 22378-22386. doi:10.1016/j.ceramint.2018.09.001
- Saba, F., Kabiri, E., Khaki, J. V., & Sabzevar, M. H. (2016). Fabrication of nanocrystalline TiC coating on AISI D2 steel substrate via high-energy mechanical alloying of Ti and C. *Powder Technology*, 288, 76-86. doi:10.1016/j.powtec.2015.10.030
- Shahroozi, A., Afsari, A., Khakan, B., & Khalifeh, A.R. (2018). Microstructure and mechanical properties investigation of stellite 6 and Stellite 6/TiC coating on ASTM A105 steel produced by TIG welding process. *Surface & Coatings Technology*, 350, 648-658. doi:10.1016/j.surfcoat.2018.07.044
- Tijo, D., & Masanta, M. (2018). In-situ TiC-TiB<sub>2</sub> coating on Ti-6Al-4V alloy by tungsten inert gas (TIG) cladding method. *Part-II. Mechanical performance, Surface & Coatings Technology*, 344, 579-589. doi:10.1016/j.surfcoat.2018.03.083
- Tijo, D., Waghmare, D. T., Kaladharan, D., & Masanta, M. (2018). Effect of TiC content on sliding wear behavior of TiC-Ti metal matrix composite. *Materials Today: Proceedings*, 5(9), 19848-19853. doi:10.1016/j.matpr.2018.06.349
- Xiao, M., Yuanwei, Z., Yaosha, W., Zhaoguo, Q., Cheng, Z., Shiye, Z., Min, L., & Dechang, Z. (2021). Preparation, mechanical properties and enhanced wear resistance of TiC-Fe composite cermet coating. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 101, 105672. doi:10.1016/j.ijrmhm.2021.105672
- Yue, H., Lv, N., Guo, C., Zhao, L., Li, Q., Zhang, J., & Zhang, Y. (2022). Microstructure and mechanical properties of TiC/FeCrSiB coating by laser additive remanufacturing on shearer spiral blade. *Surface and Coatings Technology*, 431, 128043. doi:10.1016/j.surfcoat.2021.128043
- Zabihi, A., & Soltani, R. (2018). Tribological properties of B<sub>4</sub>C reinforced aluminum composite coating produced by TIG re-melting of flame sprayed Al-Mg-B<sub>4</sub>C powder. *Surface and Coatings Technology*, 349, 707-718. doi:10.1016/j.surfcoat.2018.06.040
- Zhang, H., Lian, G., Cao, Q., Pan, Y., & Zhang, Y. (2022). Microstructure and mechanical properties investigation of Ni<sub>35</sub>A-TiC composite coating deposited on AISI 1045 steel by laser cladding. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 118, 1269-1282. doi:10.1007/s00170-021-08011-4
- Zhao, Y., Yu, T., Chen, L., Chen, Y., Guan, C., & Sun, J. (2020a). Microstructure and wear resistance behavior of Ti-C-B<sub>4</sub>C-reinforced composite coating. *Ceramics International*, 46(16), 25136-25148. doi:10.1016/j.ceramint.2020.06.300
- Zhao, Y., Yu, T., Sun, J., & Jiang, S. (2020b). Microstructure and properties of laser cladded B<sub>4</sub>C/TiC/Ni-based composite coating. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, 86, 105112. doi:10.1016/j.ijrmhm.2019.105112



## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

### Kültürel Mirasın Yeniden Kullanımında Çevresel ve İşlevsel Performansın Kullanıcılar Üzerinden Değerlendirilmesi: Hamamlı Konak Örneği

Fatma Seda ÇARDAK\*, Gökhan UŞMA

Alparslan Türkeş Bilim ve Teknoloji Üniversitesi, Mimarlık ve Tasarım Fakültesi, Mimarlık Bölümü, 01250, Adana, Türkiye

Fatma Seda ÇARDAK, ORCID No: 0000-0002-8232-5137, Gökhan UŞMA, ORCID No: 0000-0002-7293-123X

\*Sorumlu yazar e-posta: fscardak@atu.edu.tr

#### Makale Bilgileri

Geliş: 15.06.2023  
Kabul: 09.10.2023  
Online Nisan 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1315391](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1315391)

#### Anahtar Kelimeler

Çevresel performans,  
İşlevsel performans,  
Koruma,  
Kültürel miras,  
Sürdürülebilirlik,  
Yeniden işlevlendirme

**Öz:** Bu çalışmada, yapım amacı dışında günümüzde yeni işleviyle yaşamını sürdüren bir kültürel mirasın çevresel ve işlevsel performansının belirlenmesi amaçlanmıştır. Özgün işlevini yerine getiremeyen Hamamlı Konak'a verilen yeni işlevin yapı sürdürülebilirliğine etkisinin, yeni kullanıcılarla yapılan anket sonuçlarına dayalı olarak çevresel ve işlevsel performans gibi kullanım süreci kriterleri kapsamında değerlendirilmesi amaçlanmıştır. Araştırmada, günümüzde Büyükşehir Belediyesi KUDEB ofisi olarak kullanılan binanın çevresel ve işlevsel gereksinimlerine, yapının ve mekanların adapte edilebilme düzeyi belirlenerek, yeni işlevin avantaj ve dezavantajlarının ortaya konulması amaçlanmıştır. Yeniden kullanılan binaların işlevsel performanslarının değerlendirilmesi, verilen işlevin sürdürülebilir kılınması için gerekli tedbirlerin alınması anlamında yarar sağlarken, değerlendirme ile yeniden kullanım potansiyeli olan binalarda adaptasyon sürecinde analiz edilmesi gereken bileşenler ve süreç; ulaşım, kentsel odak noktası olması, kentsel mekân oluşumu ve var olan mekânların mevcut işleviyle kullanımının yeterliliği olarak belirlenmiştir.

### Evaluation of Environmental and Functional Performance in Reuse of Cultural Heritage by Users: The Case of Hamamlı Mansion

#### Article Info

Received: 15.06.2023  
Accepted: 09.10.2023  
Online April 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1315391](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1315391)

#### Keywords

Cultural heritage,  
Conservation,  
Environmental performance,  
Functional performance,  
Reuse,  
Sustainability

**Abstract:** The goal of this study is to assess the environmental and functional performance of a cultural heritage site with civil architecture. This site has been repurposed and is currently serving a new function beyond its original construction purpose. The effect of the new function given to Hamamlı Konak, which could not fulfill its original function, on the sustainability of the building was investigated and evaluated within the scope of use process evaluation criteria such as environmental and functional performance, based on the results of the survey made with new users. The research aims to reveal the advantages and disadvantages of the new function by determining the adaptability level of the building and spaces to the environmental and functional requirements of the building, which is used as the Metropolitan Municipality KUDEB office today. . Evaluating the functional performance of reused buildings is beneficial in terms of taking the necessary measures to make the given function sustainable, while the components and processes that need to be analyzed in the adaptation process in buildings with reuse potential, transportation, being an urban focal point, urban space formation and the adequacy of using existing spaces with their current function.

## 1. Giriş

İnsanlığın ortak kültürel mirası olan geleneksel yapılar, taşıdıkları anlam ile sonraki nesillere devredilmelidir. Bu yapılar üretildikleri kültürlerden etkilendikleri kadar sonraki kültürleri de etkileyen ve kent kimliğinin oluşumunda etkisi olan önemli bileşenlerdir. Bu bakımdan geleneksel yapılar, geçmiş kültürlerin nesilden nesile taşınmasında etkili olmasıyla birlikte; günümüz ve gelecekteki yapıların biçimlendirilmesi açısından da önemli bir rol üstlenmektedir.

Tarihi yapıların korunması, bu yapıların geçmişin izlerini taşımaları ve bu izlerin vasıtasıyla toplumların geçmişleriyle bağlarını güçlendirmelerinin yanında buldukları bölgeye kimlik kazandırmaları nedeniyle de önemlidir. Bu durum göz önünde bulundurulduğunda, yapının işlevinin korunmasından öte; kendisinin korunması gerekliliği açık bir şekilde görünmektedir (Ahunbay, 2013). Günümüzde de dondurarak koruma yaklaşımından öte dönemin gerekliliklerini sağlayarak yaşatma fikri öne çıkmaktadır (Pereira, 2007). Aslında, kültürel mirasa, kendisini sürekli olarak yeniden tanımlayan, sürdüren ve yeniden üreten bir unsur olarak bakıldığında, kültürel mirasın yeniden kullanımını sağlamak mümkündür (Spina, 2020). Çağdaş koruma anlayışında da sıklıkla tercih edilen yeniden işlevlendirme kavramı; bir yapının özgün işlevinin dışında farklı bir amaca yönelik kullanımınıdır. Kent kimliğinin oluşumu ve sürdürülebilirliği için yapım yeri, dönemi, tekniği, taşıdığı kültürün izleri vb. nedenlerden biri veya birkaçını barındıran kültürel mirasın korunmasına yönelik çalışmalara, çok yönlü çözüm önerileri getirilmesi amacıyla tercih edilen yöntemlerin başında yeniden işlevlendirme yer almaktadır.

Yeniden işlevlendirme, çevresel kaynakları (toprak, malzeme, enerji vb.), kültürel kaynakları (somut ve somut olmayan miras, bilgi, vb.) ve atıkları; ekonomik, çevresel, kültürel ve sosyal kaynaklara dönüştürme yeteneğine sahiptir (Spina, 2020). Kültür varlıklarını yeniden işlevlendirmede öncelik yapının koruma ilkeleri doğrultusunda özgünlüğünün korunması olmalıdır. Kullanıcı memnuniyeti ikincil amacı oluşturur. Yeni işlevde; yapının koruma ve kullanma dengesinin kurulması ve yapı ile fonksiyon uyumu sağlanması için yapının bulunduğu çevrenin şartlarıyla birlikte değerlendirilmesi önemlidir. Yeni işlev ve özgün mekanlar arasında uyum olmalıdır. Ayrıca her yapıya her işlev verilemeyeceği gibi, verilen yeni işlevin de yapının mekânsal ve çevresel potansiyeli ile bağlantılı olması gerekmektedir. ICOMOS (2013) bu tür yapıların yeniden kullanımında müdahalelerin en aza indirgenerek, uyumlu bir kullanım sağlanmasını önemle vurgulamaktadır (Yaldız & Asatekin, 2016). Özgün işlevini kaybetmiş olan kültür varlığının, belirli bir dönemde yapılan uygulamalarla yapının kullanım performansı büyük oranda yükselebilmektedir (Caterina ve ark., 2004). Bu nedenle, yapıların fiziksel özelliklerinin, yapım amaçlarından daha uzun süreli olduğu varsayılarak, kültür varlığının işlevi geliştirildiği veya değiştirildiğinde; yeni işlevin, yeni kullanıcılara uyumluluğu araştırılmakta ve kullanım süreci değerlendirme araştırmaları yapılmaktadır. Böylece kullanıcıların beklenti, ihtiyaç ve memnuniyetleri sorgulanarak; yeniden işlevin sürdürülebilirliğinin araştırılması mümkün olmaktadır.

Kültürel mirasın çevresel performansının değerlendirilmesi, yeniden işlevlendirilmesindeki başarıyı değerlendirmek için kullanılan bir kavramdır. Yapının kentsel odak olarak kullanımı, ulaşım, kentsel mekân oluşumu, yeniden işlevlendirme sürecindeki önemli faktörler olarak yer almaktadır. Bir kültürel mirasın çevresel performansının değerlendirilmesi için çeşitli araçlar ve metrikler geliştirilmiştir. Bunlar, görsel incelemeler, uzman değerlendirmeleri ve yeniden işlevlendirilen kültürel mirası deneyimleyen kullanıcılardan elde edilen geri bildirimleri içerir. Anketler, mülakatlar ve odak grupları gibi yöntemler kullanılarak kullanıcı memnuniyeti, deneyim ve algılamaları ölçülebilir. Tarihi ve kültürel değerlerin korunması, çevresel performansının temel unsurlarından biridir. Bu değerleri korumak için geliştirilen metrikler arasında tarihi detayların restorasyonu, orijinal özelliklerin korunması ve tarihi dokunun yeniden canlandırılması yer alabilir (Diaz ve ark. 2019).

Kültürel mirasın yeniden işlevlendirilmesinde sürdürülebilirliğin araştırılmasında diğer bir araştırma konusu ise kültürel mirasın işlevsel performansıdır. İşlevsel performans, bir binanın veya alanın kullanıcıların ihtiyaçlarını karşılama kapasitesini ifade eder. Yeniden kullanım sürecinde, mekânsal düzenlemeler, erişilebilirlik, kullanıcı konforu ve işlevsellik gibi faktörler işlevsel performansı etkiler. Örneğin, Diaz ve ark. (2019), kullanıcıların yeniden kullanılan bir tarihi binada konforlu bir ortam sağlama beklentilerini vurgulamıştır.

Kullanıcılar, kültürel mirasın yeniden kullanımında çevresel ve işlevsel performansı değerlendirmek için önemli bir paydaştır. Kullanıcı memnuniyeti, kullanıcı geri bildirimleri, kullanım davranışları ve algılanan çevresel kalite gibi faktörler kullanıcı değerlendirmesinde kullanılabilir. Örneğin, Aydın & Yaldız (2010), bir tarihi konak üzerinde yapılan bir vaka çalışmasında, kullanıcı

memnuniyetini değerlendirmek için anketler ve görüşmeler kullanmışlardır. Çalışma, kullanıcıların yeniden kullanılan bir tarihi yapıdaki deneyimlerini, kullanıcı memnuniyetini ve beklentilerini değerlendirmeyi amaçlamaktadır. Bu tür kullanıcı değerlendirmeleri, yeniden kullanım projelerinin çevresel ve işlevsel performansını anlamak ve geliştirmek için önemli bir araç olabilir.

Çalışmada, günümüzde gerçek işlevini kaybetmiş olup yeniden işlevlendirilen bir geleneksel konut örneği araştırılmıştır. Büyükşehir Belediyesi KUDEB ofisi olarak kullanılan ve günümüzdeki koşulları ile kullanım sonrası değerlendirmeye imkân veren Hamamlı Konak'ın değerlendirilmesinde, yapının yeniden işlevlendirme sonrası çevresel ve işlevsel boyutlarının araştırılması amaçlanmıştır. Böylece yeniden işlevlendirmede, uygun işlev seçiminin önemine dikkat çekmek ve çok boyutlu bir yaklaşımla ele alınması gereken kavramın, seçilen yapı özelinde kullanıcı görüşleri doğrultusunda vurgulanarak çalışmanın literatüre kazandırılması amaçlanmaktadır.

## 2. Materyal ve Yöntem

Çalışmada kullanılacak ölçeğin geliştirme sürecinde öncelikle literatürde\* yer alan kültürel mirasın yeniden işlevlendirilmesi ve çevresel ve işlevsel performans değerlendirilmesi üzerine yapılmış olan çalışmalar araştırılmıştır. Yapılan çalışmaların birçoğu tarihi çevre ölçeğinde olup, çalışma alanı olarak belirlenen Hamamlı Konak üzerine yapılmış detaylı bir çalışmaya ulaşılammıştır. Çalışmanın ölçeğini oluşturan ölçütler, Çizelge 1'de yer alan unsurlar dikkate alınarak belirlenmiştir. Elde edilen göstergelerin ana başlıklar altında sınıflandırılması yapılmış ve performans boyutlarının değerlendirme kriterleri belirlenmiştir.

Hamamlı Konak'ın kullanım sürecinde değerlendirme kriterleri bağlamında alanda yazarların gözlemi ile kullanıcılarla anket çalışması yapılmıştır. Günümüzde yapıyı kullanan 16 kişiye yönelik, 5 bölüm ve toplam 20 sorudan oluşan bir anket hazırlanmıştır. Birinci bölümde, kullanıcıların demografik özellikleri ve genel bina memnuniyetine yönelik sorular mevcutken, ikinci bölümde kullanıcılar, yapı kentsel odak noktası durumunun, yapı ulaşım şeklinin tespiti, yapının kentsel mekân oluşumuna katkısının tespiti olarak üç alt başlıktan oluşan yapı çevresel performansının ölçümüne yönelik soruları yanıtlamıştır. Üçüncü bölüm ise yapının işlevsel performansının tespitine yönelik sorulardan oluşmaktadır. Çizelge 1'de çevresel ve işlevsel denetim ölçeğinin ölçütleri ve değerlendirme önermeleri yer almaktadır.

Sorularda; 1- Kesinlikle Katılmıyorum, 2-Katılmıyorum, 3-Kararsızım, 4-Katılıyorum, 5- Kesinlikle Katılıyorum, şeklinde 5'li kert tipi ölçekler hazırlanmış olup; yanıtlar SPSS 22 programında analiz edilmiştir. Ölçek, alt boyut puanlarının güvenilirliklerini test etmek için Cronbach Alfa içsel tutarlılık testine tabi tutulmuştur. Cronbach (1951)'in geliştirmiş olduğu alfa katsayı yöntemi, anket maddelerinin iç tutarlılıklarının tahmini yöntemidir. Alfa katsayısı, ölçekte yer alan belirli maddelerin toplam varyanslarının genel varyansa oranı ile bulunan ağırlıklı standart değişimin ortalaması olarak tanımlanmaktadır (Ercan & Kan, 2004). Cronbach Alpha katsayısı 0 ile 1 arasında değerler ile ölçülür ve aşağıdaki değerlerde güvenilirlik sağlanmış olur (İslamoğlu & Alınacak, 2014);

$0.01 \leq \alpha < 0.40$  ise ölçek güvenilir değildir.

$0.40 \leq \alpha < 0.60$  ise ölçeğin güvenilirliği düşüktür.

$0.60 \leq \alpha < 0.80$  ise ölçek güvenilirliği kabul edilebilir seviyededir.

$0.80 \leq \alpha < 1.00$  ise ölçek güvenilirliği yüksektir.

\*Payaslı Oğuz & Aksulu, (2007). Adana Tepebağ'daki Tarihi Yerleşim Dokusunun İncelenmesi, Koruma Sorunları ve Öneriler isimli makalelerinde Tepebağ'ın yerleşim dokusu ve alanda bulunan kültürel mirasın tespiti ve tipolojileri üzerine çalışmışlardır.

Reel, (2006). Adana Tepebağ höyüğü ve çevresinin tarihsel süreç içindeki gelişiminin incelenmesi ve bölgenin günümüze yeniden kazandırılması isimli yüksek lisans tez çalışmasında Tepebağ Höyüğü ve çevresinin tarihsel süreci ve geleneksel mimari üzerine çalışmış, bölgede yaşayan kullanıcılarla anket çalışması yaparak bölgenin canlanması için bir öneri geliştirmiştir.

Akgün ve ark., (2018). Adana Tepebağ Mahallesi tarihi isimli makalelerinde Tepebağ'ın MÖ 2000'den günümüze kadarki tarihsel süreci ve yerleşim dokusunu araştırmış, Tepebağ'ın arkeolojik sit alanı olmasından kaynaklı geleneksel konutların koruma altına alınmaması ve bunun turizme etkisi üzerine çalışmışlardır.

Umar, (2011). Adana Tepebağ-Kayalıbağ kentsel ve arkeolojik sit alanı koruma projesi isimli yüksek lisans tezinde alanın tarihsel süreci ve yerleşim dokusunu dikkate alarak bir koruma projesi önerisinde bulunmuştur.

Çizelge 1. Çevresel ve işlevsel denetim ölçeğinin ölçütleri ve değerlendirme önermeleri

Performans Boyutları	Değerlendirme Kriterleri	Kaynaklar
Çevresel Boyut	Ulaşım: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Yaya-taşıtlı olarak kolay erişilebilirlik,</li> <li>• Yeni işlev için otopark ve benzeri imkânların sağlanabiliyor olması</li> </ul>	Ergün & Halaç, (2021) Yaldız & Asatekin, (2016)
	Kentsel Odak Noktası: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Bölgenin kültürel tarihi değerinin vurgulanması (yörenin ve çevrenin kültürel yapısı)</li> <li>• Kent bütünü içerisinde yeni işlevin kabul görebilmesi</li> <li>• Bulunduğu çevre içerisinde bir tarif etme aracı olması</li> </ul>	Aydın & Yaldız, (2010) Preiser & Schramm, (2005) Lützkendorf ve ark., (2005)
	Kentsel Mekân Oluşumu: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Bulunduğu çevre ile bütünleşme</li> <li>• Kent ölçeğinde çevresel karakterlere saygı</li> </ul>	
İşlevsel Boyut	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Mevcut İşleviyle Kullanımı,</li> <li>• Mekânsal Olarak Yeterliliği,</li> <li>• Yenilemede Yapılan Değişikliklerin Yeterliliği,</li> <li>• İç Mekân Erişilebilirliği,</li> </ul>	Ergün & Halaç, (2021) Gürsoy ve ark., (2019) Yaldız & Asatekin, (2016) Aydın & Yaldız, (2010) Preiser & Schramm, (2005)

Çizelge 2. Ölçeğin puanlarına ilişkin güvenilirlik analizi

Cronbach Alpha	N
0.735	16

Elde edilen Cronbach Alpha değeri 0.735 olduğundan, ölçek istatistiksel açıdan güvenilir bulunmuştur (Çizelge 2). Puanlarda ölçekteki değişkenlere göre anlamlı farklılıklar varsa, hangi alt gruplar arasında farklılaştığını belirlemek üzere tek yönlü varyans analizi (ANOVA) ve sonrasında post-hoc Scheffé testi yapılmıştır.

Tek yönlü varyans analizi (One-way ANOVA testi), birbirinden bağımsız olan grupların ortalama değerlerindeki farkın istatistiksel açıdan anlamlı olup olmadığının teste tabi tutulmasında tercih edilen bir analiz aracıdır. “Elde edilen ANOVA istatistiği çıktısında Sig. adlı bölgedeki 0 ile 1 arasında değişen p değerini bulunur ve bu değer 0.05 değeri ile karşılaştırılır:

$p < 0.05$  ise gruplar arası anlamlı bir fark vardır.

$p < 0.05$  ise gruplar arasında anlamlı bir fark yoktur.

Eğer ANOVA analizi sonucunda gruplar arasında anlamlı bir fark çıkmış ise yani Sig. değeri 0.05'ten küçük çıkarsa bu farkın hangi gruplar arasında olduğunu bulmak gerekebilir ve bunun için post-hoc analizi yapılabilir” (SPSS, 2013).

Kayri (2009), Scheffé metodunu şu şekilde açıklamaktadır: “Gruplar arasında mümkün olan bütün doğrusal kombinasyonların karşılaştırması için Scheffé metodu geliştirilmiş olup; bu metod genel itibarıyla, en esnek ve karşılaştırılacak grup sayılarının çok olması durumunda  $\alpha$  hata payını kontrol altında tutabilen (conservative) ve gruplardaki gözlem sayılarının eşit olması varsayımını dikkate almayan bir post hoc türü olarak ele alınmaktadır” (Scheffé, 1953; Scheffé, 1959; Kayri, 2009).

### 3. Bulgular

#### 3.1. Hamamlı Konak'ın konumu, tarihi ve mimari özellikleri

Çalışmada, örnek yapı olarak Adana İli, Seyhan İlçesi, Tepebağ Mahallesi, 278 ada, 117 parselde bulunan 64 No'lu Envanter seçilmiştir. Yapı, tarihi kent merkezinde bulunan bir kültür varlığıdır (Şekil 1). Tapu kayıtlarında 466 m<sup>2</sup>, kagir ev olarak tanımlanan yapı; Adana Kültür Varlıklarını Koruma Bölge Kurulu'nun 01.06.1990 tarih ve 581 no'lu kararı ile tescil altına alınmıştır.

Yapı kentsel arkeolojik sit alanı üzerinde yer alır. Güneyinde Tepebağ Höyüğü bulunur. Kuzey, doğu ve batı yönlerindeki komşu parsellerde yapılaşma yoktur. Tepebağ Bölgesinde bulunan yapıların neredeyse tamamı tescil altındadır. Günümüzde Adana Büyükşehir Belediyesi ve Seyhan Belediyesi'nin alandaki tescilli yapıların koruma altına alınması ve yeniden işlevlendirilmesi üzerine çalışmaları bulunmaktadır. Alanda yeniden işlevlendirilen yapılar müze, sanat evi, kütüphane, atölye amaçlı kullanılmaktadır.

Hamamlı Konak konumu itibarıyla, Tepebağ'ın en yüksek noktasında bulunmaktadır. Güneyde Abidinpaşa ve kuzeyde İnönü ve batıda bulunan Cemal Gürsel Caddelerinde toplu taşıma durakları yer almaktadır. Bu caddelerin yapıya uzaklığı ortalama 300-500 m civarındadır.



Şekil 1. Hamamlı Konak'ın konumu ve çevresi ile ilişkisi.

Geç Osmanlı Dönemi, sivil mimari örneklerinden olan Hamamlı Konak (64 No'lu Envanter), iki katlı yığma-karkas yapım tekniği ile inşa edilmiş ahşap kagir bina olarak tanımlanmaktadır. Çatısı Marsilya kiremit üst örtülü ahşap çatı ile örtülüdür. Yüksek kagir duvarların çevrelediği iç avluda bulunan bir ahşap merdivenle yapının üst katına ulaşılmaktadır. Zemin katın iç avluya bakan cephesinde duvarlar geriye çekilmiş; üst kat döşeme kirişleri konsol çalıştırılarak çardak oluşturulmuştur. Çatı saçağı çardak üzerine devam ettirilerek ahşap kolonlara oturtulmuş, kolon araları kemerlerle birbirine bağlanmıştır. Ahşap hatıllı kagir örgü duvar tekniğinde inşa edilmiş taşıyıcı duvarlarda ahşap pencereler üstünde basık kemer örgüler inşa edilerek ahşap pencereler kemer boşluğunun altına yerleştirilmiştir. Taşınmaz avlusunda yan cephede kemerli, üst örtülü giriş kapısı bulunmaktadır (Şekil 2).





Şekil 2. Hamamlı Konak ve yakın çevresi.

Tescil altına alındığı dönemde, iç sofalı plan şemasına sahip olan yapının konut amaçlı olarak kullanımı devam etmiştir. Ancak yapının harap durumda olduğu ve ön kısmına niteliksiz ek yapıldığı, bahçe duvarı harpuştalarında bozulmalar ortaya çıktığı tespit edilmiştir.



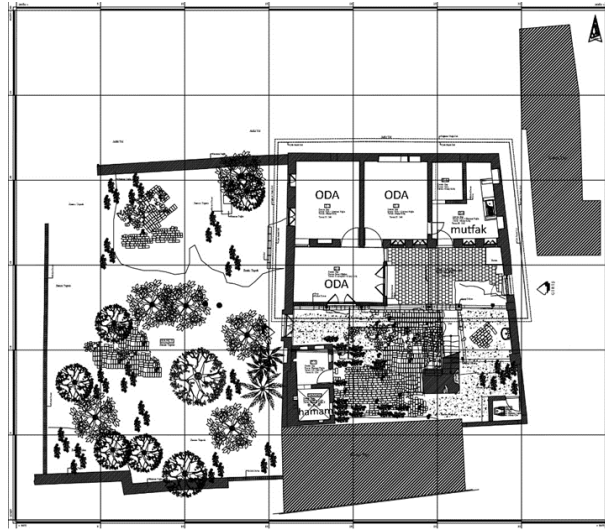
Şekil 3. Yapının batı (giriş) cephesinden ve iç avludan görünüşü.

Çalışma alanı olarak seçilen kültür mirasının konumlandığı bölge; 21.04.1994 tarih, 1807 sayılı Adana Kültür Varlıklarını Koruma Bölge Kurulu kararı ile kentsel arkeolojik sit ilan edilen 80 ha'lık alan içerisinde bulunmaktadır. Kararla birlikte yerel yönetimler başta olmak üzere, ilgili kurumlar alandaki kültür mirasına yönelik çalışmalarda bulunmuştur. Alan; şehir merkezinde yer alması ve sınırları dahilinde 266 adet tescilli yapı bulundurması nedeniyle, bölgede ticaret, kültür ve sanat aktivitelerinin geçmişteki gibi günümüzde de sürdürülebildiği bir merkez haline gelmiştir (Yıldırım, 2010).

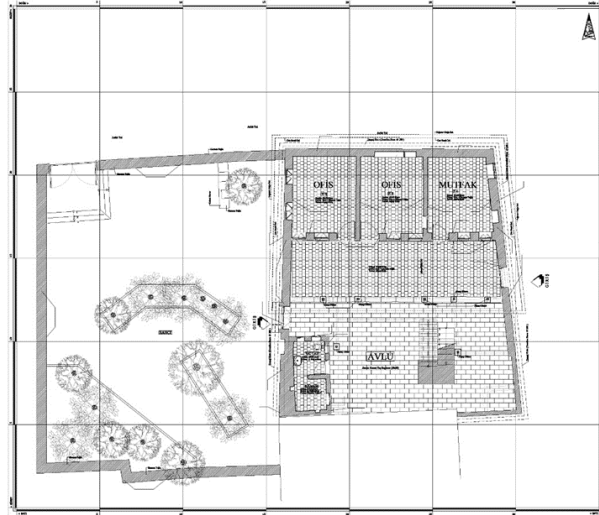
Günümüzde, yeniden işlevlendirilerek Adana Büyükşehir Belediyesi Koruma Uygulama ve Denetim Büroları Müdürlüğü Binası olarak kullanılan Hamamlı Konak'ın restorasyon çalışmaları 2016 yılında tamamlanmıştır. Tepebağ Höyüğü'nün hemen yanında bulunan yapı, konumu itibarıyla de önem taşımaktadır. Tepebağ Höyüğü'nde devam eden kazı çalışmalarında paydaşları arasında Büyükşehir Belediyesi de yer almaktadır.

Önceki işlevinde zemin katta iç avlulu, birinci katta iç sofalı ve eyvanlı geleneksel Anadolu konut mimarisine göre tasarlanan yapının (Şekil 4, Şekil 5), yapıldığı dönemde oda olarak kullanılan mekanları, yeni işlevinde ofis birimlerine çevrilmiştir (Şekil 6). Zemin katta yer alan ıslak hacimler de yine benzer amaçlı kullanım için düzenlenmiştir. Mutfak, yeni işlevde de aynı amaçla kullanılmaktadır. Avluda ana yapıdan ayrı olarak konumlanan hamam ise günümüzde ıslak hacim olarak kullanılmaktadır (Şekil 7.). Birinci katta yer alan iç sofanın bölücü panellerle ikiye ayrıldığı; kuzeye bakan kısmının ofis, güneye bakan kısmının ise karşılama ve sekreteryaya alanı olarak kullanıldığı görülmektedir (Şekil 8).

Mekanalara verilen yeni fonksiyonlar için, yapının iç duvarlarında değişiklik yapılmadan, mekanların mevcut ölçüleriyle değerlendirilmesi amaçlanmıştır.

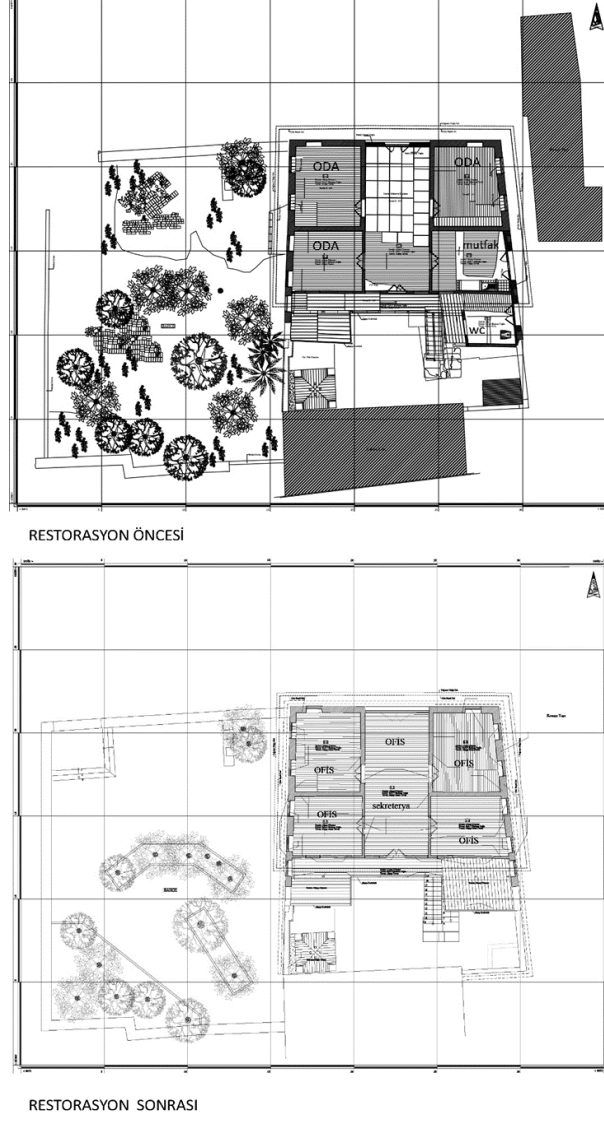


RESTORASYON ÖNCESİ



RESTORASYON SONRASI

Şekil 4. Yapının restorasyon öncesi ve sonrası zemin kat kullanımı.



Şekil 5. Yapının restorasyon öncesi ve sonrası birinci kat kullanımı.



Şekil 6. Yapının zemin katında yer alan ofis birimleri.



Şekil 7. Zemin katta yer alan ıslak hacimler a. Mutfak b. Wc dış ve iç görünüşü.



Şekil 8. a. Müdür odası b. Ofis ve sekretarya olarak kullanılan sofa.

### 3.2. Katılımcıların demografik yapısının tespiti

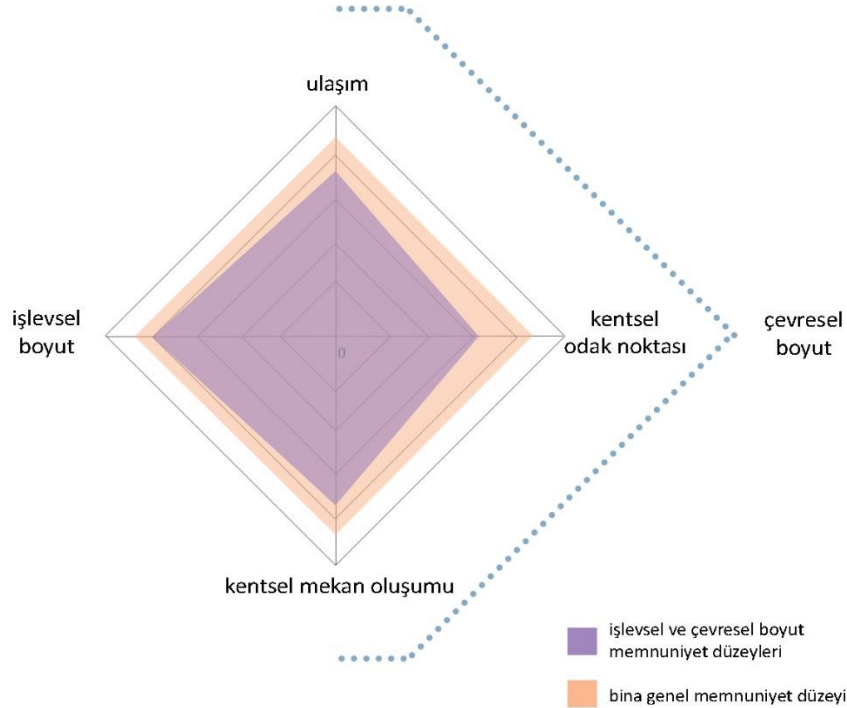
Çalışma kapsamındaki bireylerin sosyo-demografik özelliklerine yönelik bulgular frekans analizi ile değerlendirilerek yüzde frekans olarak nitelendirilmiştir (Çizelge.3).

Çizelge 3. Katılımcıların demografik yapısına ilişkin bulgular

		n	%
Cinsiyet	Kadın	8	50
	Erkek	8	50
Yaş	25-34	1	6,3
	35-44	11	68,8
	45-54	4	25,0
Eğitim Durumu	İlkokul	1	6.3
	Lise	3	18.8
	Lisans	8	50
	Yüksek lisans	4	25

### 3.3. Çevresel performans analizi ve değerlendirmeleri

Yapılan analizlerde, ölçekte yer alan ölçütlerin genel puan ortalamalarına bakıldığında, incelenen yapının; ulaşım ölçütünden 3.81, kentsel odak noktası ölçütünden 3.10, kentsel mekân oluşumu ölçütünden 3.86, işlevsel boyut ölçütünden 4 puan aldığı görülmektedir (Şekil 9). Kullanıcıların yapının işlevsel boyutu başta olmak üzere, çevresel boyutta kentsel mekân ve ulaşım ölçütleri üzerinden memnun olduğu anlaşılmaktadır. Kentsel odak noktası memnuniyeti ise orta-iyi düzeyde kalmıştır. Kentsel odak noktasındaki memnuniyet düzeyinin diğer göstergelerden daha düşük çıkmasının nedeninin, yapının Tepebağ Höyüğü'nün hemen yanında yer alması nedeniyle çevresinden bir miktar izole olması, yakın çevresinde herhangi bir yapılaşma olmayışı, kent içinde bir ulaşım aksı üzerinde yer almaması ve yakın çevresinde farklı işlevlere sahip yapıların bulunmaması nedeniyle kentin uğrak bir noktasında yer almayışı durumları olabileceği değerlendirilmektedir.



Şekil 9. Ölçekte yer alan ölçüt puanlarının özet istatistikleri.

#### 3.3.1. Genel memnuniyet

*Elde edilen genel bina memnuniyeti puanları*, kişilerin cinsiyetine, yaşlarına, eğitim durumlarına göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermemektedir ( $p>0.05$ ). Kullanıcıların binadan genel memnuniyet düzeyi, tüm demografik yapılarda  $x > 4$  olarak belirlenmiştir. Kullanıcılar;

bina genel memnuniyet düzeylerini, katılıyorum-oldukça katılıyorum seviyesinde değerlendirmişlerdir (Çizelge 4). Cinsiyete göre kadın ve erkek kullanıcılar binadan eşit düzeyde memnunken, yaş ortalaması yükseldikçe binadan memnuniyetin arttığı gözlemlenmektedir. Eğitim durumuna göre ise; eğitim seviyesi arttıkça küçük farklılıklarla bina genel memnuniyetinin azaldığı görülmektedir.

Çizelge 4. Genel bina memnuniyetine ilişkin bulgular

Grup	$\bar{X} \pm Ss$	t	P
Kadın	4.37±0.74	0.000	1.000
Erkek	4.37±0.74		
25-34	4±	1.17	0.84
35-44	4.3±0.80		
45-54	4.5±0.57		
İlkokul	5±	0.40	0.70
Lise	4.66±0.57		
Lisans	4.25±0.88		
Yüksek lisans	4.24±0.50		

### 3.3.2. Ulaşım

*Toplu taşıma duraklarının yapıya mesafesinin araştırılması* üzerine hazırlanan soru için memnuniyet düzeyi kadınlarda ( $x= 3.12$ ) kararsızım-katılıyorum; erkeklerde kararsızım-katılıyorum ( $x=3.75$ ) düzeyinde değerlendirilmiştir (Çizelge 5). Erkek kullanıcıların, kadın kullanıcılara göre yapının toplu taşıma duraklarına mesafesinden daha memnun olduğu anlaşılmaktadır.

*Özel araçla ulaşımında park sorunu olup olmadığının anlaşılması* için hazırlanan sorunun memnuniyet düzeyi kadınlarda ( $x= 3.87$ ) kararsızım-katılıyorum; erkeklerde katılmıyorum-kararsızım ( $x=2.87$ ) düzeyinde değerlendirilmiştir (Çizelge 5). Kadın kullanıcılar, erkek kullanıcılara göre yapıya özel araçla ulaşımında daha az park sorunu yaşadığını belirtmiştir.

*Ulaşımında yaya yollarının yeterliliğini ölçme amaçlı* hazırlanan sorunun memnuniyet düzeyi kadınlarda ( $x= 4.37$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum; erkeklerde katılıyorum-oldukça katılıyorum ( $x=4.50$ ) olarak değerlendirilmiştir (Çizelge 5). Kullanıcıların yapıya ulaşımında yaya yollarını yeterli bulduğu anlaşılmaktadır.

*Yapı çevresinde yeterli otopark sayısını öğrenme amaçlı* hazırlanan sorunun memnuniyet düzeyi kadınlarda ( $x= 4.25$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum; erkeklerde kararsızım-katılıyorum ( $x=3.50$ ) olarak değerlendirilmiştir (Çizelge 5). Kadın kullanıcılar, erkek kullanıcılara göre otopark sayısını yeterli bulmaktadır.

*Elde edilen yapıya yakın durak, park sorunu, yaya yolları ve otopark sayısı puanları*, kişilerin cinsiyetine göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermemektedir ( $p>0.05$ ) (Çizelge 5).

Çizelge 5. Cinsiyetlere göre ulaşım durumuna ilişkin bulgular

	Grup	$\bar{X} \pm Ss$	t	P
Yapıya Yakın Durak	Kadın	3.12±1.55	-0.98	0.34
	Erkek	3.75±0.88		
Park Sorunu	Kadın	3.87±1.80	1.106	0.28
	Erkek	2.87±1.80		
Yaya Yolları	Kadın	4.37±0.74	-0.38	0.70
	Erkek	4.50±0.53		
Otopark Sayısı	Kadın	4.25±0.70	1.34	0.20
	Erkek	3.50±1.41		

*Toplu taşıma duraklarının yapıya mesafesinin araştırılması* üzerine hazırlanan sorunun memnuniyet düzeyi 25-34 yaş grubunda ( $x= 4$ ) katılıyorum; 35-44 yaş grubunda ( $x=3.36$ ) kararsızım-

katılıyorum, 45-54 yaş grubunda ( $x=3.50$ ) kararsızım-katılıyorum olarak değerlendirilmiştir (Çizelge 6).

Özel Araçla Ulaşımında park sorunu olup olmadığının anlaşılması için hazırlanan sorunun memnuniyet düzeyi 25-34 yaş grubunda ( $x= 1$ ) kesinlikle katılmıyorum; 35-44 yaş grubunda ( $x=3.27$ ) kararsızım-katılıyorum, 45-54 yaş grubunda ( $x=4.25$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum olarak değerlendirilmiştir (Çizelge 6). Yaş oranlarının artmasıyla birlikte kullanıcıların özel araçla ulaşımında daha az park sorunu yaşadığı belirlenmiştir.

*Ulaşımında yaya yollarının yeterliliğini ölçme amaçlı* hazırlanan sorunun memnuniyet düzeyi 25-34 yaş grubunda ( $x= 5$ ) kesinlikle katılıyorum; 35-44 yaş grubunda ( $x=4.54$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum, 45-54 yaş grubunda ( $x=4$ ) katılıyorum olarak değerlendirilmiştir (Çizelge 6). Genel anlamda tüm yaş grupları yaya yollarının yeterliliğinden memnun olmakla birlikte, yaş oranının artmasıyla birlikte memnuniyet düzeyi istatistiksel olarak küçük farklarla azalmaktadır.

*Yapı çevresinde yeterli otopark sayısını öğrenme amaçlı* hazırlanan sorunun memnuniyet düzeyi 25-34 yaş grubunda ( $x= 4$ ) katılıyorum; 35-44 yaş grubunda ( $x=4.09$ ) katılıyorum, 45-54 yaş grubunda ( $x=3.25$ ) kararsızım-katılıyorum olarak değerlendirilmiştir (Çizelge 6).

*Elde edilen yapıya yakın durak, park sorunu, yaya yolları ve otopark sayısı puanları*, kişilerin yaşına göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermemektedir ( $p>0,05$ ) (Çizelge 6).

Çizelge 6. Yaşa göre ulaşım durumuna ilişkin bulgular

	Grup	$\bar{X} \pm Ss$	F	P
Yapıya Yakın Durak	25-34	4±	0.10	0.89
	35-44	3.36±1.20		
	45-54	3.50±1.73		
Park Sorunu	25-34	1±	1.40	0.28
	35-44	3.27±1.84		
	45-54	4.25±1.50		
Yaya Yolları	25-34	5±	1.66	0.22
	35-44	4.54±0.52		
	45-54	4±0.81		
Otopark Sayısı	25-34	4±	0.77	0.48
	35-44	4.09±0.94		
	45-54	3.25±1.70		

*Toplu taşıma duraklarının yapıya mesafesinin araştırılması üzerine* hazırlanan sorunun memnuniyet düzeyi ilkökul mezunlarında ( $x= 5$ ) oldukça katılıyorum; lise mezunlarında ( $x=2$ ) katılmıyorum, lisans mezunlarında kararsızım-katılıyorum ( $x=3.62$ ), yüksek lisans mezunlarında ( $x=3.75$ ) kararsızım-katılıyorum seviyesinde değerlendirildiği belirlenmiştir (Çizelge 7).

*Özel araçla ulaşımında park sorunu olup olmadığının anlaşılması için* hazırlanan sorunun memnuniyet düzeyi ilkökul mezunlarında ( $x= 2$ ) katılmıyorum; lise mezunlarında ( $x=3.66$ ) kararsızım-katılıyorum, lisans mezunlarında katılıyorum ( $x=4$ ), yüksek lisans mezunlarında ( $x=2.25$ ) kararsızım-katılmıyorum seviyesinde değerlendirildiği belirlenmiştir (Çizelge 7). İlkokul mezunu ve yüksek lisans mezunu kullanıcılar, lise ve lisans mezunu kullanıcılara göre özel araçla ulaşımında daha fazla park sorunu yaşamaktadır.

*Ulaşımında yaya yollarının yeterliliğini ölçme amaçlı* hazırlanan sorunun memnuniyet düzeyi ilkökul mezunlarında ( $x= 4$ ) katılıyorum; lise mezunlarında ( $x=4.66$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum, lisans mezunlarında katılıyorum-oldukça katılıyorum ( $x=4.37$ ), yüksek lisans mezunlarında ( $x=4.50$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum olarak değerlendirildiği belirlenmiştir (Çizelge 7).

*Yapı çevresinde yeterli otopark sayısını öğrenme amaçlı* hazırlanan sorunun memnuniyet düzeyi ilkökul mezunlarında ( $x= 2$ ) katılmıyorum; lise mezunlarında ( $x=3$ ) kararsızım, lisans mezunlarında katılıyorum-oldukça katılıyorum ( $x=4.37$ ), yüksek lisans mezunlarında ( $x=4$ ) katılıyorum seviyesinde değerlendirildiği belirlenmiştir (Çizelge 7).

*Elde edilen yapıya yakın durak, park sorunu, yaya yolları ve otopark sayısı puanları*, kişilerin eğitim durumuna göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermemektedir ( $p>0.05$ ) (Çizelge 7).

Çizelge 7. Eğitime göre ulaşım durumuna ilişkin bulgular

		Grup	$\bar{X} \pm Ss$	F	P
Yapıya Yakın Durak		İlkokul	5±	2.54	0.10
		Lise	2.00±1.73		
		Lisans	3.62±1.06		
		Yüksek lisans	3.75±0.50		
Park Sorunu		İlkokul	2±	1.04	0.40
		Lise	3.66±2.30		
		Lisans	4.00±1.60		
		Yüksek lisans	2.25±1.89		
Yaya Yolları		İlkokul	4±	0.28	0.83
		Lise	4.66±0.57		
		Lisans	4.37±0.74		
		Yüksek lisans	4.50±0.57		
Otopark Sayısı		İlkokul	2±	2.65	0.09
		Lise	3.00±1.73		
		Lisans	4.37±0.74		
		Yüksek lisans	4.00±0.81		

### 3.3.3. Kentsel odak noktası durumu

*Kentsel odak olarak yapıyı yer tarif etme*, memnuniyet düzeyi kadınlarda ( $x= 2.62$ ) katılmıyorum-kararsızım; erkeklerde kararsızım-katılıyorum ( $x=3.37$ ) düzeyinde değerlendirilmiştir (Çizelge 8.). Yapıyı yer olarak tarif etmede erkek kullanıcıların kadın kullanıcılara göre bina performansından daha memnun oldukları görülmektedir.

*Yapıyı buluşma noktası olarak kullanma*, memnuniyet düzeyi kadınlarda ( $x= 2.00$ ) katılmıyorum; erkeklerde kararsızım-katılıyorum ( $x=3.12$ ) düzeyinde değerlendirilmiştir (Çizelge 8.). Erkek kullanıcıların kadın kullanıcılara oranla yapıyı buluşma noktası olarak kullanmayı daha çok tercih ettikleri anlaşılmaktadır.

*Yapıyı kentin tanıtımında kullanma* memnuniyet düzeyi kadınlarda ( $x= 3.87$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum; erkeklerde katılıyorum-oldukça katılıyorum ( $x=3.62$ ) olarak değerlendirilmiştir. Kadın ve erkek kullanıcıların memnuniyet düzeyi birbirine oldukça yakın ve *kentsel odak durumu verilerinin* kişilerin cinsiyetine göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermediği belirlenmiştir ( $p>0.05$ ) (Çizelge 8.).

Çizelge 8. Cinsiyetlere göre kentsel odak noktası durumuna ilişkin bulgular

		Grup	$\bar{X} \pm Ss$	t	P
Kentsel Odak Olarak Yapıyı Yer Tarif Etmede Kullanma	Kadın		2.62±1.50	-1.065	0.305
	Erkek		3.37±1.30		
Yapıyı Buluşma Noktası Olarak Kullanma	Kadın		2.00±1.30	-1.688	0.114
	Erkek		3.12±1.35		
Yapıyı Kentin Tanıtımında Kullanma	Kadın		3.87±1.55	-0.337	0.741
	Erkek		3.62±1.40		

*Kentsel odak olarak yapıyı yer tarif etmede*, memnuniyet düzeyi 25-34 yaş grubunda ( $x= 3$ ) kararsızım; 35-44 yaş grubunda ( $x=2.63$ ) katılmıyorum-kararsızım, 45-54 yaş grubunda ( $x=4$ ) katılıyorum olarak değerlendirilmiştir (Çizelge 9).

*Yapıyı buluşma noktası olarak kullanma*, memnuniyet düzeyi 25-34 yaş grubunda ( $x= 3$ ) kararsızım; 35-44 yaş grubunda ( $x=2.09$ ) katılmıyorum, 45-54 yaş grubunda ( $x=3.75$ ) kararsızım-katılıyorum olarak değerlendirilmiştir (Çizelge 9).



*Yapıyı kentin tanıtımında kullanma*, memnuniyet düzeyi 25-34 yaş grubunda ( $x= 2$ ) katılmıyorum; 35-44 yaş grubunda ( $x=3.54$ ) kararsızım-katılıyorum, 45-54 yaş grubunda ( $x=4.75$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum olarak değerlendirilmiştir (Çizelge 9). Yapının kentin tanıtımında kullanımı, yaş oranlarının artmasıyla birlikte artmaktadır.

Elde edilen veriler neticesinde, *kentsel odak noktası durumuna ilişkin bulguların*, kişilerin yaşlarına göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermediği anlaşılmaktadır ( $p>0.05$ ) (Çizelge.9).

Çizelge 9. Yaşa göre kentsel odak noktası durumuna ilişkin bulgular

	Grup	$\bar{X} \pm Ss$	F	P
Kentsel Odak Olarak Yapıyı Yer Tarif Etmede Kullanma	25-34	3±	1.44	0.27
	35-44	2.63±1.36		
	45-54	4±1.41		
Yapıyı Buluşma Noktası Olarak Kullanma	25-34	3±	2.48	1.22
	35-44	2.09±1.30		
	45-54	3.75±1.25		
Yapıyı Kentin Tanıtımında Kullanma	25-34	2±	2.08	0.16
	35-44	3.54±1.50		
	45-54	4.75±0.50		

*Kentsel odak olarak yapıyı yer tarif etme*, memnuniyet düzeyi ilkökul mezunlarında ( $x= 4$ ) katılıyorum; lise mezunlarında ( $x=3.66$ ) kararsızım-katılıyorum, lisans ve yüksek lisans mezunlarında ( $x=2.75$ ) katılmıyorum-kararsızım seviyesinde kaldığı belirlenmiştir (Çizelge 10). Eğitim seviyesi yükseldikçe yapının kentsel odak olarak yer tarif etmede kullanımı azalmaktadır.

*Yapıyı buluşma noktası olarak kullanma* memnuniyet düzeyi ilkökul mezunlarında ( $x= 2$ ) katılmıyorum; lise mezunlarında ( $x=2.66$ ) katılmıyorum-kararsızım, lisans mezunlarında katılmıyorum-kararsızım ( $x=2.50$ ), yüksek lisans mezunlarında ( $x=3.25$ ) kararsızım-katılıyorum seviyesinde kaldığı belirlenmiştir (Çizelge 10). Eğitim seviyesinin yükselmesiyle, yapının buluşma noktası olarak kullanımı artmaktadır.

*Yapıyı kentin tanıtımında kullanma*, memnuniyet düzeyi ilkökul mezunlarında ( $x= 2$ ) katılmıyorum; lise mezunlarında ( $x=4$ ) katılıyorum, lisans mezunlarında kararsızım-katılıyorum ( $x=3.75$ ), yüksek lisans mezunlarında ( $x=3.25$ ) kararsızım-katılıyorum seviyesinde kaldığı belirlenmiştir (Çizelge 10).

*Kentsel odak olarak yapıyı yer tarif etmede kullanma*, *Yapıyı buluşma noktası olarak kullanma* ve *yapıyı kentin tanıtımında kullanma* puanları, kişilerin eğitim durumlarına göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermemektedir ( $p>0.05$ ) (Çizelge 10).

Çizelge 10. Eğitime göre kentsel odak noktası durumuna ilişkin bulgular

	Grup	$\bar{X} \pm Ss$	F	P
Kentsel Odak Olarak Yapıyı Yer Tarif Etmede Kullanma	İlkökul	4±	0.45	0.71
	Lise	3.66±1.52		
	Lisans	2.75±1.66		
	Yüksek lisans	2.75±0.95		
Yapıyı Buluşma Noktası Olarak Kullanma	İlkökul	2±	0.44	0.72
	Lise	2.66±2.08		
	Lisans	2.50±1.48		
	Yüksek lisans	3.25±0.95		
Yapıyı Kentin Tanıtımında Kullanma	İlkökul	2±	0.50	0.68
	Lise	4±1.73		
	Lisans	3.75±1.48		
	Yüksek lisans	4±1.41		

### 3.3.4. Kentsel mekân oluşumuna katkı

*Yapının konumu yapının kullanımını olumlu etkilemektedir* sorusunun memnuniyet düzeyi kadınlarda ( $x= 4$ ) katılıyorum; erkeklerde katılıyorum-oldukça katılıyorum ( $x=4.50$ ) olarak her iki kullanıcı grubu tarafından birbirine yakın düzeyde değerlendirilmiştir (Çizelge 11).

*Yapının yakın çevresiyle uyumunu ölçme amaçlı yöneltilen* sorunun memnuniyet düzeyi kadınlarda ( $x= 3.62$ ) kararsızım-katılıyorum; erkeklerde katılıyorum-oldukça katılıyorum ( $x=4.25$ ) düzeyinde değerlendirilmiştir (Çizelge 11). Erkek kullanıcılar kadın kullanıcılara göre yapının yakının çevresiyle daha uyumlu olduğu görüşünü belirtmiştir.

*Çevresindeki binaların yapının görünürlüğüne etkisinin anlaşılması amaçlı yöneltilen sorunun* memnuniyet düzeyi kadınlarda ( $x= 4.12$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum; erkeklerde kararsızım-katılıyorum ( $x=2.75$ ) düzeyinde değerlendirilmiştir (Çizelge 11). Kadın kullanıcılar erkek kullanıcılara göre, yapının çevresindeki binaların yapının görünürlüğüne etkisinin daha fazla olduğunu belirtmiştir.

*Restorasyon sonrası yapı ve yakın çevre kullanımının artış düzeyinin anlaşılması amaçlı yöneltilen sorunun memnuniyet* düzeyi kadınlarda ( $x= 4.37$ ) katılmıyorum-kararsızım; erkeklerde kararsızım-katılıyorum ( $x=4.50$ ) olarak birbirlerine oldukça yakın puanlarda değerlendirilmiştir (Çizelge 11). Bu soruyu, her iki kullanıcı grubu da birbirine yakın değerlerde cevaplandırmıştır.

Elde edilen “*Yapının konumu yapının kullanımını olumlu etkilemektedir*”, “*Yapının yakın çevresiyle uyumu vardır ve*” “*Restorasyon sonrası yapı ve yakın çevre kullanımı artmış*” puanları, kişilerin cinsiyetine göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermemektedir ( $p>0.05$ ). “*Çevresindeki binalar yapının görünme açısını düşürmektedir*” puanı kişilerin cinsiyetine göre farklılık göstermektedir ( $p<0.05$ ) (Çizelge 11).

Çizelge 11. Cinsiyete göre kentsel mekân oluşumuna ilişkin bulgular

Grup	$\bar{X} \pm Ss$	t	P
Yapının Konumu Kullanımını Etkilemektedir	Yapının Olumlu Kadın 4.00±1.30 Erkek 4.50±0.50	-1.00	0.33
Yapının Yakın Çevresiyle Uyumu Vardır	Kadın 3.62±1.40 Erkek 4.25±1.03	-1.01	0.32
Çevresindeki Binaların Görünme Açısını Düşürmektedir	Kadın 4.12±1.35 Erkek 2.75±1.48	1.93	0.03*
Restorasyon Sonrası Yapı ve Yakın Çevre Kullanımı Artmış	Kadın 4.37±0.74 Erkek 4.50±0.53	0.386	0.70

*Yapının konumu yapının kullanımını olumlu etkilemektedir* sorusunun memnuniyet düzeyi 25-34 yaş grubunda ( $x= 5$ ) oldukça katılıyorum; 35-44 yaş grubunda ( $x=4.09$ ) katılıyorum, 45-54 yaş grubunda ( $x=4.50$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum olarak değerlendirilmiştir (Çizelge 12).

*Yapının yakın çevresiyle uyumunu ölçme amaçlı yöneltilen sorunun* memnuniyet düzeyi 25-34 yaş grubunda ( $x= 5$ ) oldukça katılıyorum; 35-44 yaş grubunda ( $x=3.63$ ) kararsızım-katılıyorum, 45-54 yaş grubunda ( $x=4.50$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum olarak değerlendirilmiştir (Çizelge 12).

*Çevresindeki binaların yapının görünürlüğüne etkisinin anlaşılması amaçlı yöneltilen sorunun* memnuniyet düzeyi 25-34 yaş grubunda ( $x= 5$ ) oldukça katılıyorum; 35-44 yaş grubunda ( $x=3.54$ ) kararsızım-katılıyorum, 45-54 yaş grubunda ( $x=2.75$ ) katılmıyorum- kararsızım olarak değerlendirilmiştir (Çizelge 12).

*Restorasyon sonrası yapı ve yakın çevre kullanımının artış düzeyinin anlaşılması amaçlı yöneltilen sorunun* yaş grupları memnuniyet düzeyi 25-34 yaş grubunda ( $x= 5$ ) oldukça katılıyorum; 35-44 yaş grubunda ( $x=4.36$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum, 45-54 yaş grubunda ( $x=4.50$ ) katılıyorum- oldukça katılıyorum olarak değerlendirilmiştir (Çizelge 12). Verilen cevaplardan yaş gruplarının tamamında, restorasyon sonrası yapının ve yakın çevresinin hareketliliğinde artış olduğu görüşünün olduğu anlaşılmaktadır.

Elde edilen “*Yapının konumu yapının kullanımını olumlu etkilemektedir*”, “*Yapının yakın çevresiyle uyumu vardır*”, “*Çevresindeki binalar yapının görünme açısını düşürmektedir*”, ve “*Restorasyon sonrası yapı ve yakın çevre kullanımı artmış*” puanları, kişilerin yaşlarına göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermemektedir ( $p>0.05$ ) (Çizelge 12).

Çizelge 12. Yaşa göre kentsel mekân oluşumuna ilişkin bulgular

		Grup	$\bar{X} \pm Ss$	F	P
Yapının Konumu Kullanımını Etkilemektedir	Yapının Olumlu	25-34	5±	0.51	0.61
		35-44	4.09±1.13		
		45-54	4.50±0.57		
Yapının Yakın Çevresiyle Uyumu Vardır	Çevresiyle	25-34	5±	1.28	0.35
		35-44	3.63±1.36		
		45-54	4.50±0.57		
Çevresindeki Binalar Görünme Düşürmektedir	Yapının Açısını	25-34	5±	0.92	0.42
		35-44	3.54±1.57		
		45-54	2.75±1.50		
Restorasyon Sonrası Yapı ve Yakın Çevre Kullanımı Artmış	Yapının	25-34	5±	0.46	0.64
		35-44	4.36±0.67		
		45-54	4.50±0.57		

*Yapının konumu yapının kullanımını olumlu etkilemektedir* sorusuna verilen yanıtların kişilerin eğitim durumlarına göre, memnuniyet düzeyi ilkökul mezunlarında ( $x= 5$ ) oldukça katılıyorum; lise mezunlarında ( $x=4.66$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum, lisans mezunlarında kararsızım-katılıyorum ( $x=3.87$ ), yüksek lisans mezunlarında ( $x=4.50$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum seviyesinde değerlendirildiği belirlenmiştir (Çizelge 13). Bu soruda en düşük puanlama, lisans mezunu kullanıcılar tarafından yapılmıştır. Y. lisans, lise ve ilkökul mezunu kullanıcılar yapının konumunun yapının kullanımını olumlu olarak etkilediği görüşünde bulunmuş ve istatistiksel olarak birbirine yakın derecelerde puanlandırmışlardır.

*Yapının yakın çevresiyle uyumunu ölçme amaçlı yöneltilen* soruya verilen yanıtlar kişilerin eğitim durumlarına göre memnuniyet düzeyi ilkökul mezunlarında ( $x= 2$ ) katılmıyorum; lise mezunlarında ( $x=3.66$ ) kararsızım-katılıyorum, lisans mezunlarında katılıyorum ( $x=4$ ), yüksek lisans mezunlarında ( $x=4.50$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum seviyesinde değerlendirildiği belirlenmiştir (Çizelge 13). İstatistiksel olarak anlamlı bir farklılık olmamasına rağmen; eğitim düzeyi arttıkça, yapının yakın çevresi ile uyumlu olduğu görüşü artmaktadır. Binada lisans-ylisans düzeyindeki kullanıcıların koruma ve tarihi çevre üzerine eğitim almış olmalarının da verilen yanıtlar üzerinde etkili olduğu düşünülmektedir.

*Çevresindeki binaların yapının görünürlüğüne etkisinin anlaşılması amaçlı yöneltilen soruya* verilen yanıtlar kişilerin eğitim durumlarına göre memnuniyet düzeyi ilkökul mezunlarında ( $x= 1$ ) hiç katılmıyorum; lise mezunlarında ( $x=2$ ) katılmıyorum, lisans mezunlarında katılıyorum ( $x=4$ ), yüksek lisans mezunlarında ( $x=4$ ) katılıyorum seviyesinde değerlendirildiği belirlenmiştir (Çizelge 13). Eğitim düzeyinin artmasıyla birlikte, çevredeki binaların yapının görüntüsünü engellemediği görüşü artmaktadır. Binada lisans-ylisans düzeyindeki kullanıcıların koruma ve tarihi çevre üzerine eğitim almış olmalarının da verilen yanıtlar üzerinde etkili olduğu düşünülmektedir.

*Restorasyon sonrası yapı ve yakın çevre kullanımının artış düzeyinin anlaşılması amaçlı yöneltilen soruya verilen yanıtlar* kişilerin eğitim durumlarına göre memnuniyet düzeyi ilkökul mezunlarında ( $x= 4$ ) katılıyorum; lise mezunlarında ( $x=4$ ) katılıyorum, lisans mezunlarında katılıyorum-oldukça katılıyorum ( $x=4.62$ ), yüksek lisans mezunlarında ( $x=4.50$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum seviyesinde değerlendirildiği belirlenmiştir (Çizelge 13).

Elde edilen “*Yapının konumu yapının kullanımını olumlu etkilemektedir*”, “*Yapının yakın çevresiyle uyumu vardır*” ve “*Restorasyon sonrası yapı ve yakın çevre kullanımı artmış*” puanları, kişilerin eğitim durumlarına göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermemektedir ( $p>0.05$ ). “*Çevresindeki binalar yapının görünme açısını düşürmektedir*”, puanı kişilerin eğitim durumlarına göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermektedir ( $p<0.05$ ) (Çizelge 13).

Çizelge 13. Eğitim durumuna göre kentsel mekân oluşumuna ilişkin bulgular

		Grup	$\bar{X} \pm Ss$	F	P
Yapının Konumu Kullanımını Etkilemektedir	Yapının Olumlu	İlkokul	5±	0.78	0.50
		Lise	4.66±0.57		
		Lisans	3.87±1.34		
		Yüksek lisans	4.50±0.57		
Yapının Yakın Çevresiyle Uyumu Vardır	Yapının Olumlu	İlkokul	2±	1.19	0.35
		Lise	3.66±1.52		
		Lisans	4.00±1.30		
Çevresindeki Binaların Görünme Düşürmektedir	Yapının Açısını	İlkokul	1±	3.18	0.04 *
		Lise	2.00±1.73		
		Lisans	4.00±1.06		
		Yüksek lisans	4.00±1.41		
Restorasyon Sonrası Yapı ve Yakın Çevre Kullanımı Artmış	Yapının Olumlu	İlkokul	4±	0.87	0.48
		Lise	4.00±1.00		
		Lisans	4.62±0.51		
		Yüksek lisans	4.50±0.57		

### 3.4. İşlevsel performans analizi ve değerlendirilmesi

*Restorasyon sonrası yapının yeni işlevi ile kullanımının artışı ölçümü amaçlı hazırlanan soruya*, memnuniyet düzeyi kadınlarda ( $x= 4.87$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum; erkeklerde katılıyorum-oldukça katılıyorum ( $x=4.37$ ) olarak birbirine çok yakın düzeyde verilen yanıtlardan, kadın ve erkek kullanıcıların yeni işlevden memnuniyet duyduğu anlaşılmaktadır (Çizelge 14).

*Yapının işlevinde mekânsal olarak bir eksiklik yoktur sorusuna*, memnuniyet düzeyi kadınlarda ( $x= 4.75$ ) oldukça katılıyorum-katılıyorum; erkeklerde kararsızım- katılıyorum ( $x=3.62$ ) olarak değerlendirilmiştir (Çizelge 14). Kullanıcılarda mekânsal olarak eksiklik görüşü yoktur. Ancak erkek kullanıcılar mekânsal düzeyde yapıyı daha az yeterli bulmaktadır.

*Yapının işlevi bölgedeki bir eksikliği tamamlamaktadır sorusuna* kişilerin memnuniyet düzeyi kadınlarda ( $x= 4.25$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum; erkeklerde katılıyorum-oldukça katılıyorum ( $x=4.25$ ) olarak birbirine eşit olarak değerlendirilerek, yapının yeni işlevi ile bölgedeki eksikliği görüşü geliştirilmiştir (Çizelge 14).

*Yapı yenilenirken yapılan değişiklikler yeterlidir sorusuna* kişilerin memnuniyet düzeyi kadınlarda ( $x= 4.37$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum; erkeklerde katılıyorum-oldukça katılıyorum ( $x=4.50$ ) olarak birbirine yakın düzeyde değerlendirilmiştir (Çizelge 14).

*Farklı kullanıcı profilleri için (engelli bireyler, yaşlılar, çocuklar vb.) iç mekânlar erişilebilirdir sorusuna*, kişilerin memnuniyet düzeyi kadınlarda ( $x= 2.25$ ) katılmıyorum-kararsızım; erkeklerde katılmıyorum-kararsızım ( $x=2.62$ ) olarak birbirine yakın düzeyde değerlendirilerek; binanın engelli bireyler, yaşlılar ve çocuklar için yeterli derecede kullanışlı ve erişilebilir olmadığı görüşünde bulunulmuştur (Çizelge 14).

Elde edilen “*Restorasyon sonrası yapı ve yakın çevre kullanımı artmıştır*”, “*Yapının işlevi bölgedeki bir aksikliği tamamlamaktadır*”, “*Yapı yenilenirken yapılan değişiklikler yeterlidir*” ve “*Farklı kullanıcı profilleri için (engelli bireyler, yaşlılar, çocuklar vb.) iç mekânlar erişilebilirdir*” puanları, kişilerin cinsiyetlerine göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermemektedir ( $p>0.05$ ). “*Yapının işlevinde mekânsal olarak bir eksiklik yoktur*” puanı kişilerin cinsiyetlerine göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermektedir ( $p<0.05$ ) (Çizelge 14).

*Restorasyon sonrası yapının yeni işlevi ile kullanımının artışı ölçümü amaçlı hazırlanan sorusunda*, memnuniyet düzeyi 25-34 yaş grubunda ( $x= 5$ ) oldukça katılıyorum; 35-44 yaş grubunda ( $x=4.54$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum, 45-54 yaş grubunda ( $x=4.75$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum olarak birbirine çok yakın derecelerde değerlendirilmiştir (Çizelge 15).

*Yapının İşlevinde Mekânsal Olarak Bir Eksiklik Yoktur sorusunda* memnuniyet düzeyi, 25-34 yaş grubunda ( $x= 5$ ) oldukça katılıyorum; 35-44 yaş grubunda ( $x=4.27$ ) katılıyorum-oldukça

katılıyorum, 45-54 yaş grubunda ( $x=3.75$ ) kararsızım-katılıyorum olarak birbirine yakın sonuçlar elde edilmiştir (Çizelge 15).

*Yapının İşlevi Bölgedeki Bir Eksikliği Tamamlamaktadır* sorusunda memnuniyet düzeyi, 25-34 yaş grubunda ( $x= 5$ ) oldukça katılıyorum; 35-44 yaş grubunda ( $x=4.18$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum, 45-54 yaş grubunda ( $x=4.25$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum olarak memnuniyet düzeyi yüksek, birbirine yakın sonuçlar elde edilmiştir (Çizelge 15).

*Yapı Yenilenirken Yapılan Değişiklikler Yeterlidir* sorusunda kişilerin memnuniyet düzeyi, 25-34 yaş grubunda ( $x= 4$ ) katılıyorum; 35-44 yaş grubunda ( $x=4.54$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum, 45-54 yaş grubunda ( $x=4.25$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum olarak memnuniyet düzeyi yüksek, birbirine yakın sonuçlar elde edilmiştir (Çizelge 15).

*Farklı kullanıcı profilleri için (engelli bireyler, yaşlılar, çocuklar vb.) iç mekânlar erişilebilirdir* sorusunda kişilerin memnuniyet düzeyi, 25-34 yaş grubunda ( $x= 3$ ) kararsızım; 35-44 yaş grubunda ( $x=2.36$ ) kararsızım-katılmıyorum, 45-54 yaş grubunda ( $x=2.50$ ) katılmıyorum-kararsızım olarak birbirine yakın düzeyde değerlendirilerek; binanın engelli bireyler, yaşlılar ve çocuklar için yeterli derecede kullanışlı ve erişilebilir olmadığı görüşünde bulunulmuştur (Çizelge 15).

Elde edilen “Restorasyon sonrası yapı ve yakın çevre kullanımı artmıştır”, “Yapının işlevinde mekânsal olarak bir eksiklik yoktur”, “Yapının işlevi bölgedeki bir eksikliği tamamlamaktadır”, “Yapı yenilenirken yapılan değişiklikler yeterlidir” ve “Farklı kullanıcı profilleri için (engelli bireyler, yaşlılar, çocuklar vb.) iç mekânlar erişilebilirdir” puanları, kişilerin yaşlarına göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermemektedir. ( $p>0.05$ ) (Çizelge 15).

Çizelge 14. Cinsiyete göre işlevsel performans durumuna ilişkin bulgular

z	Grup	$\bar{X} \pm Ss$	t	P
Restorasyon Sonrası Yapı ve Yakın Çevre Kullanımı Artmıştır	Kadın	4.87±0.35	1.71	0.310
	Erkek	4.37±0.74		
Yapının İşlevinde Mekânsal Olarak Bir Eksiklik Yoktur	Kadın	4.75±0.46	2.147	0.03 *
	Erkek	3.62±1.40		
Yapının İşlevi Bölgedeki Bir Eksikliği Tamamlamaktadır	Kadın	4.25±0.88	0.00	1.00
	Erkek	4.25±0.70		
Yapı Yenilenirken Yapılan Değişiklikler Yeterlidir	Kadın	4.37±0.74	-0.38	0.70
	Erkek	4.50±0.53		
Farklı Kullanıcı Profilleri İçin (engelli bireyler. yaşlılar. çocuklar vb.) iç mekânlar erişilebilirdir	Kadın	2.25±0.70	-0.83	0.41
	Erkek	2.62±1.06		

Çizelge 15. Yaşa göre işlevsel performans durumuna ilişkin bulgular

	Grup	$\bar{X} \pm Ss$	F	P
Yapının Konumu Yapının Kullanımını Etkilemektedir	25-34	5±	0.51	0.61
	35-44	4.09±1.13		
	45-54	4.50±0.57		
Yapının Yakın Çevresiyle Uyumu Vardır	25-34	5±	1.28	0.35
	35-44	3.63±1.36		
	45-54	4.50±0.57		
Çevresindeki Binalar Yapının Görünme Açısını Düşürmektedir	25-34	5±	0.92	0.42
	35-44	3.54±1.57		
	45-54	2.75±1.50		
Restorasyon Sonrası Yapı ve Yakın Çevre Kullanımı Artmış	25-34	5±	0.46	0.64
	35-44	4.36±0.67		
	45-54	4.50±0.57		

*Restorasyon sonrası yapının yeni işlevi ile kullanımının artışını ölçümü amaçlı hazırlanan soruya* memnuniyet düzeyi, ilkokul mezunlarında ( $x= 3$ ) kararsızım; lise mezunlarında ( $x=5$ ) oldukça katılıyorum, lisans mezunlarında katılıyorum-oldukça katılıyorum ( $x=4.62$ ), yüksek lisans mezunlarında ( $x=4.75$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum seviyesinde değerlendirildiği belirlenmiştir (Çizelge 16). Eğitim seviyesinin artması ile birlikte kullanıcılar, restorasyon sonrası yeni işlevle birlikte yapının kullanımının artmış olduğuna yönelik görüş belirtmişlerdir.

*Yapının işlevinde mekânsal olarak bir eksiklik yoktur sorusuna* verilen yanıtlarda kişilerin eğitim durumlarına göre memnuniyet düzeyi, ilkokul mezunlarında ( $x= 2$ ) katılmıyorum; lise mezunlarında ( $x=3.66$ ) kararsızım-katılıyorum, lisans mezunlarında katılıyorum-oldukça katılıyorum ( $x=4.37$ ), yüksek lisans mezunlarında ( $x=4.75$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum seviyesinde değerlendirildiği belirlenmiştir (Çizelge 16). Eğitim seviyesinin artması ile birlikte mekânsal eksiklik olmadığı görüşü artmıştır.

*Yapının işlevi bölgedeki bir eksikliği tamamlamaktadır sorusuna* verilen yanıtların memnuniyet düzeyi, ilkokul mezunlarında ( $x= 4$ ) katılıyorum; lise mezunlarında ( $x=4.33$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum, lisans mezunlarında katılıyorum-oldukça katılıyorum ( $x=4.12$ ), yüksek lisans mezunlarında ( $x=4.50$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum olarak birbirine yakın seviyelerde değerlendirildiği belirlenmiştir (Çizelge 16).

*Yapı yenilenirken yapılan değişiklikler yeterlidir sorusuna* kişilerin memnuniyet düzeyi, ilkokul mezunlarında ( $x= 5$ ) oldukça katılıyorum; lise mezunlarında ( $x=4.33$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum, lisans mezunlarında katılıyorum-oldukça katılıyorum ( $x=4.50$ ), yüksek lisans mezunlarında ( $x=4.25$ ) katılıyorum-oldukça katılıyorum olarak birbirine yakın seviyelerde değerlendirildiği belirlenmiştir (Çizelge 16).

Çizelge 16. Eğitim durumuna göre işlevsel performans durumuna ilişkin bulgular

	Grup	$\bar{X} \pm Ss$	F	P
Restorasyon Sonrası Yapı ve Yakın Çevre Kullanımı Artmıştır	İlkokul	3±	4.76	0.02*
	Lise	5.00±0.00		
	Lisans	4.62±0.51		
	Yüksek lisans	4.75±0.50		
Yapının İşlevinde Mekânsal Olarak Bir Eksiklik Yoktur	İlkokul	2±	2.15	0.14
	Lise	3.66±2.30		
	Lisans	4.37±0.51		
	Yüksek lisans	4.75±0.50		
Yapının İşlevi Bölgedeki Bir Eksikliği Tamamlamaktadır	İlkokul	4±	0.21	0.88
	Lise	4.33±0.57		
	Lisans	4.12±0.99		
	Yüksek lisans	4.50±0.67		
Yapı Yenilenirken Yapılan Değişiklikler Yeterlidir	İlkokul	5±	0.38	0.76
	Lise	4.33±0.57		
	Lisans	4.50±0.75		
	Yüksek lisans	4.25±0.50		
Farklı Kullanıcı Profilleri İçin (engelli bireyler, yaşlılar, çocuklar vb.) iç mekânlar erişilebilirdir	İlkokul	3±	1.02	0.41
	Lise	2.00±0.00		
	Lisans	2.25±1.03		
	Yüksek lisans	3.00±0.81		

Farklı kullanıcı profilleri için (engelli bireyler, yaşlılar, çocuklar vb.) iç mekânlar erişilebilirdir sorusunda kişilerin memnuniyet düzeyi, ilkokul mezunlarında ( $x= 3$ ) kararsızım; lise mezunlarında ( $x=2$ ) katılmıyorum, lisans mezunlarında katılmıyorum-kararsızım ( $x=2.25$ ), yüksek lisans mezunlarında ( $x=3$ ) kararsızım seviyesinde değerlendirildiği belirlenmiştir (Çizelge 16). Soruya verilen

birbirine yakın yanıtlar doğrultusunda eğitim gruplarında binanın engelli bireyler, yaşlılar ve çocuklar için yeterli derecede kullanışlı ve erişilebilir olmadığı ortak görüşü olduğu değerlendirilmektedir.

Elde edilen “*Yapının işlevinde mekânsal olarak bir eksiklik yoktur*”, “*Yapının işlevi bölgedeki bir eksikliği tamamlamaktadır*”, “*Yapı yenilenirken yapılan değişiklikler yeterlidir*” ve “*Farklı kullanıcı profilleri için (engelli bireyler, yaşlılar, çocuklar vb.) iç mekânlar erişilebilirdir*” puanları, kişilerin yaşlarına göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık göstermemektedir. ( $p>0.05$ ) “*Restorasyon sonrası yapı ve yakın çevre kullanımı artmıştır.*” ifadesinin puanlarında kişilerin eğitim durumuna göre istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık vardır ( $p<0.05$ ) (Çizelge 16).

#### 4. Tartışma ve Sonuç

Yeniden işlevlendirmeyele kullanım, yalnızca mirasın yaşam döngüsünün artırılması açısından değil, aynı zamanda ekonomik, kültürel ve sosyal değerler üretebilen ve böylece yerel kalkınmanın yenilikçi dinamiklerini destekleyen bir kentsel strateji olarak belirleyici bir rol oynayabilir.

Günümüzde kültür mirasının yeniden kullanımı alanında; bilimsel araştırmalar, yeni işlevlerin mevcut binaların morfolojik ve boyutsal özellikleriyle, kentsel gelişim ve canlandırma hedefleriyle uyumluluğunu değerlendirmek için yöntemler geliştirmiştir. Binanın kullanımı, çevresel, kültürel ve sosyal değeri, binanın kimliğini koruma arzusu, uzmanları en uyumlu çözümü bulmak için her bir işlevin gerektirdiği dönüşümleri planlamaya yönlendirir.

Çalışma konusu olan Hamamlı Konak’a verilen yeni işlevin yapı sürdürülebilirliğine etkisi araştırıldığında, kullanıcılarla yapılan anket sonuçlarına dayalı olarak çevresel ve işlevsel performans gibi kullanım süreci değerlendirme kriterleri kapsamında elde edilen veriler iki başlıkta toparlanmıştır.

##### 4.1. Verilen işlevin yapı sürdürülebilirliğine olumlu etkileri

Anket sonuçlarına göre yapıya verilen yeni işlev ve restorasyon sonrası binanın ve yakın çevresinin kullanımına yönelik artışın yüksek düzeyde olduğu belirtilmiştir. Bölgedeki tescilli kültür mirasların bir kısmına verilen yeni işlevle birlikte restorasyonlarının tamamlanması, kültürel mirasın tarihi çevre ölçeğinde korunmasına ve Tepebağ’ın canlanmasına katkı sağlamaktadır.

Yapının kullanıcılar tarafından kentin tanıtımında kullanıldığı, Adana Büyükşehir Belediyesi KUDEB Müdürlüğü Ofisine dönüştürülen yapıya verilen yeni işlevin, hemen yan parselinde yer alan ve arkeolojik kazıların devam ettiği Tepebağ Höyüğü ile de uyumlu bir işlev edindiği, bu bağlamda; alanda eksik bir işlevin giderildiği ve bütüncül bir koruma planına dahil edildiği anlaşılmaktadır.

Yapı tarihi çevrede, birçok tescilli kültür mirasının olduğu kentsel arkeolojik sit alanı içerisinde yer alır. Verilen yeni işlevle KUDEB Müdürlüğü ofisine dönüşen yapı, KUDEB’in çalışmalarının yoğunlukta olduğu bir bölgede yer almaktadır. Uygulamaların takibi ve kontrolü açısından yapının konumunun kullanıcılar tarafından memnuniyet verici bulunduğu anlaşılmaktadır.

Yapının işlevinde mekânsal olarak önemli bir eksiklik belirtilmemiş, yapı yenilenirken yapılan değişiklikler kullanıcılar tarafından yeterli bulunmuştur.

Ulaşımında yapının bulunduğu alanın toplu taşımanın; yakın mesafe içerisinde birçok durağın yer alması ve sokakların dar- tek yönlü- çıkmaz sokak olması nedeniyle araçla ulaşımın zor olması nedeniyle özel araçla erişime göre daha kolay olduğu anlaşılmaktadır.

##### 4.2. Verilen işlevin yapı sürdürülebilirliğine olumsuz etkileri

Yapının kentsel odak olarak kullanılmadığı anlaşılmaktadır. Bu bağlamda verilen işlevden öte yapı, -bulduğu bölgenin tepe noktasına konumlanmasına rağmen- Tepebağ’da ki organik yapılaşma ve alanda tescil dışı ve tarihi dokuyla uyumsuz gabarideki yeni binaların bulunması, görüş alanını düşürmektedir. Bölgede yer alan ve tescilli olmayan yapıların ıslah edilmesi hem tarihi dokunun korunması hem de yapının mikro ve makro ölçekte kentsel odak olarak algılanması için oldukça önemlidir.

Farklı kullanıcı profilleri için (engelli bireyler, yaşlılar, çocuklar vb.) iç mekânların yeterli olmadığı görüşü ağırlıktadır. Kamusal bir işlev verilen kültür mirasının farklı kullanıcı profillerinin ihtiyaçlarını karşılayabilmesi oldukça önemlidir. Bu bağlamda ihtiyaçlar göz önünde bulundurularak ek tasarım önerileri geliştirilebilir.

Kullanıcıların, özel araçla yapıya ulaşım ve yeterli park alanı görüşünün ölçüldüğü soruya verilen yanıtlar doğrultusunda ulaşımın özel araçla zor olduğu anlaşılmaktadır. Tek yön, çıkmaz ve dar sokakların olması, özellikle acil durumlarda binaya erişimin sağlanmasına engel olabilir. Bu bağlamda yeni işlev verilen yapılarda, kent ölçeğinde konumunun da dikkate alınması gerekliliğinin önemi de anlaşılmaktadır.

Son olarak, elde edilen veriler neticesinde kültür mirasının yeni işlevinin sürdürülebilirliğinde özellikle çevresel performansın, tek yapı ölçeğinden öte bağlamla birlikte değerlendirildiği, bu nedenle tarihi çevre koruma yaklaşımlarıyla planlanmasının önemi anlaşılmaktadır.

## Teşekkür

Adana Büyükşehir Belediyesi KUDEB Müdürlüğüne destek ve katkılarından dolayı teşekkür ederiz.

## Kaynakça

- Ahunbay, Z. (2013). 2013'ün tartışmalı yeniden kullanım ve ihyaları. *TMMOB Mimarlık Dergisi*, 374, 49-53.
- Akgün, A. S., Erdurcan, B., Mert Ç., Pişirgen, E., & Balıkçioğlu, U. (2018). *Adana Tepebağ Mahallesi Tarihi*. Ankara: Bilkent Üniversitesi.
- Aydın, D., & Yıldız, E. (2010). Yeniden kullanıma adaptasyonda bina performansının kullanıcılar üzerinden değerlendirilmesi. *METU JFA*, 27(1), 1-22. doi:10.4305/METU.JFA.2010.1.1
- Caterina, G., Pinto, M. R., Fabbicatti, K., Oppudo, S., Bianchi, A., Medici, S., & Torro, P. (2004). *Reusing and Managing the "Real Albergo De Poveri" of Naples; Evaluation and Re-Design For Improved Efficiency*. Facilities Management Maintenance Human Elements in Facilities Management Understanding Need of Our Customer Proceeding the CIBW70, 129-139, Hong Kong.
- Cronbach, L. J. (1951). Coefficient alpha and the internal structure of tests. *Psychometrika*, 16, 297-334. doi:10.1007/BF02310555
- Diaz, C.& Cornado, C&Vima Grau, S.&Ravetllat, P. J.&Almirall G, P. (2019) Intervenciones de rehabilitación en grandes conjuntos habitacionales construidos durante el periodo 1950-1975 [en línea] Fecha de consulta: dd-mm-aa. En: ACE: Architecture, City and Environment, 14(41), 11-34, 2019. DOI: http://dx.doi.org/10.5821/ace.14.41.6538 ISSN: 1886-4805
- Ercan, İ., & Kan, İ. (2004). Ölçeklerde güvenilirlik ve geçerlik. *Uludağ Üniversitesi Tıp Fakültesi Dergisi*, 30(3), 211-216.
- Ergün, R., & Halaç, H. (2021). Kırkkasıık Bedesteni'nin yapı kullanıcıları bazında kullanım sonrasında değerlendirilmesi. *Online Journal of Art and Design*, 9(3), 150-162.
- Gürsoy, D., Boğan, E., Dedeoğlu, B. B., & Çalışkan, C. (2019). Residents' perceptions of hotels' corporate social responsibility initiatives and its impact on residents' sentiments to community and support for additional tourism development. *Journal of Hospitality and Tourism Management*, 39, 117-128. https://doi.org/10.1016/j.jhtm.2019.03.005
- ICOMOS.(2013). http://www.icomos.org.tr/Dosyalar/ ICOMOSTR\_0997208001496825715.pdf
- İslamoğlu, A. H., & Alnaçık, Ü. (2014). *Sosyal Bilimlerde Araştırma Yöntemleri*, (4. Basım). İstanbul: Beta Basım Yayım Dağıtım A.Ş.
- Kayri, M. (2009). Araştırmalarda gruplar arası farkın belirlenmesine yönelik çoklu karşılaştırma (Post-Hoc) teknikleri. *Fırat University Journal of Social Science*, 19(1), 51-64.
- Lützkendorf, T., Speer, T., Szigetti, F., Davis, G., Roux, P. C., Kato, A., & Tsunekawa, K. (2005). *A comparison of international classifications for performance requirements and building performance categories used in evaluation methods*. CIB 2005 Helsinki Symposium Helsinki, Finland.
- Payaslı Oğuz, G., & Aksulu, I. (2007). Adana Tepebağ'daki tarihi yerleşim dokusunun incelenmesi, koruma sorunları ve öneriler. *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 22(2), 207-216.
- Pereira, H. N. (2007). Contemporary trends in conservation: culturalization, significance and sustainability. *City & Time*, 3(2), 2.



- Preiser, W. F. E., & Schramm, U. (2005). A Conceptual Framework For Building Performance Evaluation. In W. F. E. Preiser & J. C. Vischer (Eds.), *Assessing Building Performance* (15-26). Elsevier.
- Reel, N. B. (2006). *Adana Tepebağ höyüğü ve çevresinin tarihsel süreç içindeki gelişiminin incelenmesi ve bölgenin günümüze yeniden kazandırılması*. (Yüksek lisans tezi), Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.
- Scheffe, H. (1953). A method of judging all contrasts in the analysis of variance. *Biometrika*, 40, 87-104. doi:10.2307/2333100
- Scheffe, H. (1959). *The Analysis of Variance*. New York: John Wiley Press.
- Spina, D. L. (2020). Adaptive sustainable reuse for cultural heritage: A multiple criteria decision aiding approach supporting urban development processes. *Sustainability*, 12(4), 1363. doi:10.3390/su12041363
- SPSS. (2013). IBM SPSS Statistics 22.0 for Windows. Armonk, NY.
- Umar, N. (2011). *Adana Tepebağ-Kayalıbağ kentsel ve arkeolojik sit alanı koruma projesi*. (Yüksek lisans tezi), İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Mimarlık Anabilim Dalı, İstanbul, Türkiye.
- Yaldız, E., & Asatekin, G. (2016). Anıtsal yapıların kullanım sürecinde değerlendirilmesine yönelik bir model önerisi. *METU JFA*, 33(2), 161-182. doi:10.4305/metu.jfa.2016.2.13
- Yıldırım, T. (2010). *Kentsel ve arkeolojik sit alanında Adana/Tepebağ höyüğü ve planlama sürecinde kentsel arkeoloji, kentsel dönüşüm, rehabilitasyon ile arkeopark kavramı*. (Yüksek lisans tezi), Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.



## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

### Hızlandırılmış Makine Öğrenmesi Algoritmaları ile Tarım Parseli Tabanlı Ürün Desen Sınıflandırması

**Fatih Fehmi ŞİMŞEK**

Tarım ve Orman Bakanlığı, 06800, Ankara, Türkiye  
Fatih Fehmi ŞİMŞEK, ORCID No: 0000-0003-4016-4408  
Sorumlu yazar e-posta: f.fehmi.simsek@gmail.com

#### Makale Bilgileri

Geliş: 09.01.2024  
Kabul: 08.03.2024  
Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1416820

#### Anahtar Kelimeler

Makine öğrenmesi,  
Planet scope,  
Sentinel-2,  
Tarım parseli,  
Ürün sınıflandırma

**Öz:** Gelişen teknoloji sayesinde, uydu görüntüleri ve uzaktan algılama çalışmaları, tarım alanında öncü çalışmalar arasında yer almaktadır. Tarımsal ürün desen tespitinde en yaygın kullanılan yöntemlerin başında ise uzaktan algılama teknolojisi gelmektedir. Uydu görüntüleri ve uzaktan algılama teknolojisi ile oluşturulan ürün desen haritaları, Tarım ve Orman Bakanlığı tarafından destekleme ödemelerinde altlık olarak aktif bir şekilde kullanılmaktadır. Bu çalışmada, çalışma alanı olarak Eskişehir İli, Seyitgazi ve Sivrihisar İlçe sınırları içerisinde kalan alan seçilmiş, çok zamanlı Sentinel-2 görüntüleri ve hızlandırılmış makine öğrenme algoritmaları (GBM, XGBoost, LightGBM, CatBoost) kullanılarak obje tabanlı (tarım parseli) sınıflandırma çalışması yapılmış ve sonuçlar karşılaştırılmıştır. Yapılan çalışma sonucunda her bir algoritma ile %90 üzerinde genel doğruluk değerine ulaşılmıştır (GBM-%90.3, XGBoost-%91.1, LightGBM-%93.9, CatBoost-%93.5). Sınıflandırma çalışmasında Tarım ve Orman Bakanlığı tarafından oluşturulan tarım parselleri obje olarak kullanılmıştır. Çalışma sonucunda tarım parsel sınırları ile parsel içerisinde ekim yapılan alan ve sınırların bazı parsellerde farklılık gösterdiği, ayrıca bir tarım parseli içerisinde birden fazla farklı ürüne ait tarımsal üretim yapıldığı gözlemlenmiştir. Bu tarım parsellerinin sınıflandırma çalışmasında obje olarak kullanılması için parsel sınırlarının ekim yapılan alan sınırlarına göre düzenlenmesi/bölünmesi gerektiği sonucuna ulaşılmıştır. Tarım parsellerinin küçük ölçekli ve orta ölçekli alanlarda uygulanan yöntem ile kullanılabilir olduğu, geniş alanlarda ise alternatif bir yöntemin geliştirilmesi gerektiği sonucuna varılmıştır.

### Agricultural Parcel Based Crop Type Classification with Boosting Machine Learning Algorithm

#### Article Info

Received: 09.01.2024  
Accepted: 08.03.2024  
Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1416820

#### Keywords

Agricultural parcel,  
Crop classification,  
Machine learning,  
Sentinel-2,  
Planet scope

**Abstract:** Thanks to the developing technology, satellite images and remote sensing studies are among the pioneering studies in the field of agriculture. Remote sensing technology is one of the most widely used methods in agricultural crop type detection. The Ministry of Agriculture and Forestry actively uses crop-type maps created with satellite images and remote sensing technology as a basis for support payments. The area within the borders of Seyitgazi and Sivrihisar Districts of Eskişehir Province was selected as the study area, object-based (agricultural parcel) classification was performed using multi-temporal Sentinel-2 images and accelerated machine learning algorithms (GBM, XGBoost, LightGBM, CatBoost) and the results were compared. As a result, the study achieved an overall accuracy of over 90% with each algorithm (GBM- 90.3%, XGBoost- 91.1%, LightGBM- 93.9%, CatBoost- 93.5%). Agricultural parcels created by the Ministry of Agriculture and Forestry were used as objects in the

classification study. As a result of the study, it was observed that the boundaries of the agricultural parcel and the cultivated area and boundaries within the parcel differed in some parcels, and it was also observed that agricultural production of more than one different crop was carried out within an agricultural parcel. In order to use these agricultural parcels as objects in the classification study, it was concluded that the parcel boundaries should be organized/divided according to the boundaries of the cultivated area. It was concluded that agricultural parcels could be used with the method applied in small and medium-sized areas, while an alternative method should be developed in large areas.

## 1. Giriş

Tarım alanların incelenmesi, gözlemlenmesi, verimliliğin artırılması ve kaynakların daha etkili bir şekilde kullanılmasında, gelişen teknoloji ile birlikte uzaktan algılama teknolojisi sıklıkla kullanılmaktadır. Ücretsiz temin edilen uydu görüntülerinin (Sentinel, Landsat, Modis) sayısının, uydulara ait mekânsal, zamansal ve spektral çözünürlüğünün artmasıyla tarımsal ürün desenin tespiti ve belirlenmesi, bitki su tüketimi, rekolte tahmini gibi tarımsal uygulamalar uzaktan algılama teknolojisinin en yaygın kullanıldığı alanlardan biri haline gelmiştir. Özellikle Tarım ve Orman Bakanlığı tarafından uydu görüntüleri ve bu görüntülerinden üretilen tarımsal ürün desen haritaları, destekleme ödemelerinde altlık olarak aktif bir şekilde kullanılmaktadır.

Teknolojinin gelişmesiyle sınıflandırma teknikleri, kullanılan metodolojiler, algoritmalar sürekli gelişmekte ve yenileri eklenmektedir. Sınıflandırma çalışmaları önceleri sadece piksel tabanlı çalışmalara dayanırken nesne tabanlı yöntemler de aktif olarak kullanılmaya başlanmış ve literatürde yerini almıştır. Piksel tabanlı sınıflandırma işleminde, girdi veri setini pikseller oluştururken, nesne tabanlı sınıflandırma işleminde benzer spektral özelliklerine sahip piksellerin gruplandırılarak oluşturduğu segmentler (bölütler) girdi veri seti olarak kullanılmaktadır (Tavus, 2019).

Segmentasyon (Bölütleme) yöntemlerinin kullanılması ve her geçen gün gelişmesi ile tarımsal üretim yapılan alanların uydu görüntüleriyle çıkarımını kısmen mümkün hale gelmiştir (Li, 2022). Tarımsal ürün desen belirleme çalışmalarında, kullanılacak uydu görüntüsünün mekânsal, zamansal ve spektral çözünürlüğü hem piksel hem de obje tabanlı sınıflandırma çalışmaları için çok önemlidir. Uydu görüntülerindeki mekânsal çözünürlüğün artması, görüntülerde heterojenliğinin artmasına neden olmakla birlikte, nesnelerin spektral olarak birbirine benzemesine, dolayısıyla sınıflandırma doğruluğunun yüksek seviyede olmamasına sebep olmaktadır (Antunes ve ark., 2003). Yüksek çözünürlüklü uydu görüntüleri kullanılarak oluşturulan segmentlerden (bölütlerden) tarım alanlarının çıkarımı istenilen seviyede olmasına rağmen, yüksek çözünürlüklü görüntüler ticari firmalar tarafından işletilmesi ve çok zamanlı (birden fazla) temin edilmesi gerektiğinden oluşacak yüksek maliyetler sebebiyle bu görüntülerle çalışmak sürdürülebilir değildir. Düşük çözünürlüklü görüntülerin kullanıldığı piksel tabanlı sınıflandırma çalışmalarında, bir piksel birden fazla farklı yansıma yapan tarımsal ürünlerine ait alanları içerebileceği gibi, obje tabanlı çalışmalarda ise oluşturulan segmentler (bölütler) hem farklı ürün çeşidinde olan parselleri gruplayabilmekte hem de yüz ölçümü küçük ve tarım dışı alanlar ile yapıları da segmentlerin (bölütlerin) içine dâhil edebilmektedir (Safarov ve ark., 2022).

Avrupa Uzay Ajansı (ESA) tarafından ücretsiz servis edilen, Sentinel-2 uydu görüntülerinin zamansal ve spektral çözünürlüğü ürün desen sınıflandırması için ideal olmakla beraber, mekânsal çözünürlüğü özellikle küçük alanlarda yapılan tarımsal aktiviteler için yeterli değildir. Ülkemizdeki tarım parseli büyüklüğü ortalama olarak 5 dönüm olup, Sentinel-2 görüntüleri ile obje tabanlı segmentasyon (bölütleme) sonucu oluşturulan parsel sınırlarının 5 dönüm ve altındaki alanlarda, parsel sınırları tam sağlamadığı tespit edilmiştir (Vajsova ve ark., 2020). Bahsi geçen yöntemlerdeki problemler ve sorunlar sebebiyle, sınıflandırma çalışmasında alternatif olarak Tarım ve Orman Bakanlığı bünyesindeki tarım parselleri kullanılabilirliği test edilmiştir.

Bu sınıflandırma çalışması, Sentinel-2 uydu görüntüleri, tarım parselleri ve makine öğrenme algoritmaları ile obje (nesne) tabanlı olarak yapılmıştır. Çalışmanın ana hedeflerinden birincisi tarım parsellerinin sınıflandırma çalışmasında obje olarak kullanılabilirliğinin test edilmesi, ikincisi ise son zamanlarda popüler hale gelen hızlandırılmış makine öğrenme algoritmalarının kullanılması ve performanslarının karşılaştırılmasıdır.

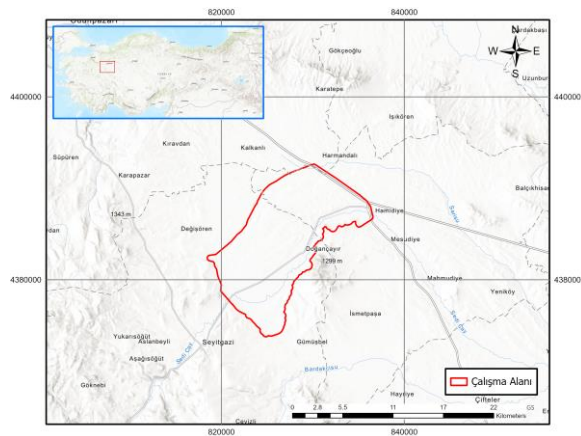
Literatürde obje tabanlı, piksel tabanlı ve her iki yöntemin uygulandığı sınıflandırma çalışmaları

ile hızlandırılmış makine öğrenme algoritmalarının kullanıldığı bir takım çalışmalar bulunmaktadır. Amerika Birleşik Devletlerinin Kaliforniya ve Teksas eyaletlerinde dinamik zaman çarpıtma algoritması ile tek ve çok zamanlı Sentinel-2 görüntülerini kullanarak obje tabanlı tarımsal ürün desen sınıflandırma çalışması yapmışlardır. Buğday, yonca, nadas, şeker pancarı, soğan ürünleri için yapılan sınıflandırma sonucunda tek bir Sentinel görüntüsü ile yapılan sınıflandırma sonucu %79.5 çok bantlı Sentinel-2 görüntüleri ile yapılan sınıflandırma sonucu %89.1 doğruluk sonucuna ulaşmış olup çok bantlı görüntülerle yapılan tarımsal ürün sınıflandırmasının daha yüksek doğruluk değerine ulaştığı sonucuna varmışlardır (Csillik ve ark., 2019). Sentinel-1 ve Sentinel-2 uydularına ait görüntüleri ile farklı makine öğrenme algoritmalarını kullanarak obje tabanlı tarımsal ürün desen sınıflandırma çalışması yapmış olup, çalışmada en yüksek doğruluğu destek vektör makineleri (DVM) %93.57 vermiş olup, en düşük doğruluk değerini karar ağacı (KA) %89.04 algoritması vermiştir. Rastgele orman (RO) algoritması ile %91.75 doğruluk değerine ulaşılmıştır (Dizdaroğlu, 2019). Vietnam’da, hızlandırılmış makine öğrenme algoritmaları ile nesne tabanlı arazi örtüsü sınıflandırma çalışması yapmışlardır. Spot-7 uydu görüntüleri ile yapılan sınıflandırma sonucunda XGBoost (OA = 0.8905), LightGBM (OA = 0.8956) ve CatBoost (OA = 0.8956) doğruluk değerlerine ulaşmışlardır (Bui ve ark., 2021). Sentinel-2 uydusuna ait R,G,B,NIR bantlarını kullanarak, buğday, mısır, pirinç, ayçiçeği, orman ve su sınıflarını içeren obje ve piksel tabanlı sınıflandırma çalışması yapmışlardır. 3 farklı test bölgesinde zaman ağırlıklı dinamik zaman çarpıtma (TWDTW) algoritması ile yapılan sınıflandırma sonucunda, obje tabanlı sınıflandırmanın (%92.62), piksel tabanlı (%90.14) sınıflandırmaya kıyasla daha yüksek doğruluk verdiği sonucuna ulaşılmıştır. Ayrıca Normalize Edilmiş Fark Bitki Örtüsü İndeksi (NDVI) indeksinin sınıflandırma çalışmasında girdi veri olarak kullanıldığında doğruluk değerini arttırdığından bahsetmişlerdir (Belgiu & Csillik, 2018).

## 2. Çalışma Alanı ve Materyaller

### 2.1 Çalışma alanı

Çalışma alanı Eskişehir İli, Seyitgazi ve Sivrihisar İlçe sınırları içerisinde, 1996 yılında kurulmuş Battalgazi Sulama Birliği sınırlarını kapsamaktadır. Yaklaşık 20.000 hektarlık alanı kapsayan alan içerisinde, ayçiçeği, mısır, şekerpancarı, yonca gibi sulu tarım ürünleri yoğun olarak ekilmekte olup, bunlarla birlikte hububat (buğday ve arpa) ekimi ile nadasa bırakma işlemi uygulanmaktadır. Bölgede son yıllarda iklim değişikliği kaynaklı aşırı kuraklık yaşanması sebebiyle birliği besleyen baraj gölündeki seviye gittikçe azalmış, bu nedenle şahsa özel açılan kuyular ile tarımsal sulama yapıldığı bilgisine ulaşılmıştır.



Şekil 1. Çalışma alanı.

### 2.2 Sentinel-2 uydu görüntüleri

Sentinel-2 uyduları, Sentinel2A–Sentinel2B olmak üzere, 5 günlük zamansal çözünürlüğe, farklı bantlara sahip üç farklı konumsal çözünürlüğe (10m, 20m ve 60m) ve 13 spektral banda sahip olup, L1C ve L2A olmak üzere iki farklı formatta üretilmektedir (Sentinel Online, 2022). Bu çalışmada

atmosfer üstü yansıtım değerlerinin atmosfer altı yansıtım değerlerine dönüştürüldüğü, bitki örtüsü izleme, sulama yönetimi, arazi ve ürün desen sınıflandırması gibi uygulamalarda daha sağlıklı sonuçlar veren L2A görüntüleri kullanılmıştır. Sentinel-2 uydusunun 5 günlük çekim sıklığı ve çok sayıdaki spektral bandı, tarımsal ürünlerin izlenmesi, gözlemlenmesi ve ürün çeşidinin belirlenmesinde büyük avantaj sağlamaktadır. Bu çalışmada 2022 yılına ait 18 farklı tarihte çekilen görüntüler ile bu görüntülerden oluşturulan indeksler sınıflandırma çalışmasında kullanılmıştır.

Çizelge 1. Sentinel-2 uydusuna ait spektral bantlar

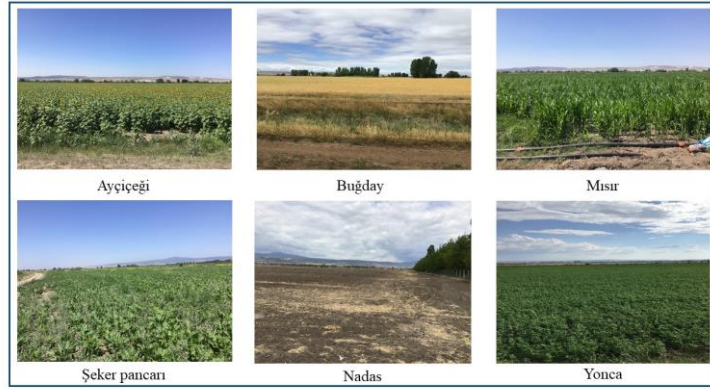
Bant adı	Dalga boyu (nm)	Mekânsal çözünürlük
Aerosol (B1)	458-523	60
Blue (B2)	458-523	10
Green (B3)	543-578	10
Red (B4)	650-680	10
Red-Edge-1 (B5)	698-713	20
Red-Edge-2 (B6)	733-748	20
Red-Edge-3 (B7)	773-793	20
NIR (B8)	785-900	10
NIRn (B9)	885-875	10
Water vapour (B10)	935-955	60
SWIR Cirrus (B11)	1360-1390	60
SWIR-1 (B12)	1565-1655	20
SWIR-2 (B13)	2100-2280	20

Çizelge 2. Sentinel-2 uydu görüntü tarihleri

Edinim tarihi	
20.02.2022	25.07.2022
27.03.2022	04.08.2022
14.04.2022	14.08.2022
29.04.2022	29.08.2022
21.05.2022	29.08.2022
31.05.2022	08.09.2022
20.06.2022	18.09.2022
03.07.2022	07.10.2022
15.07.2022	22.10.2022

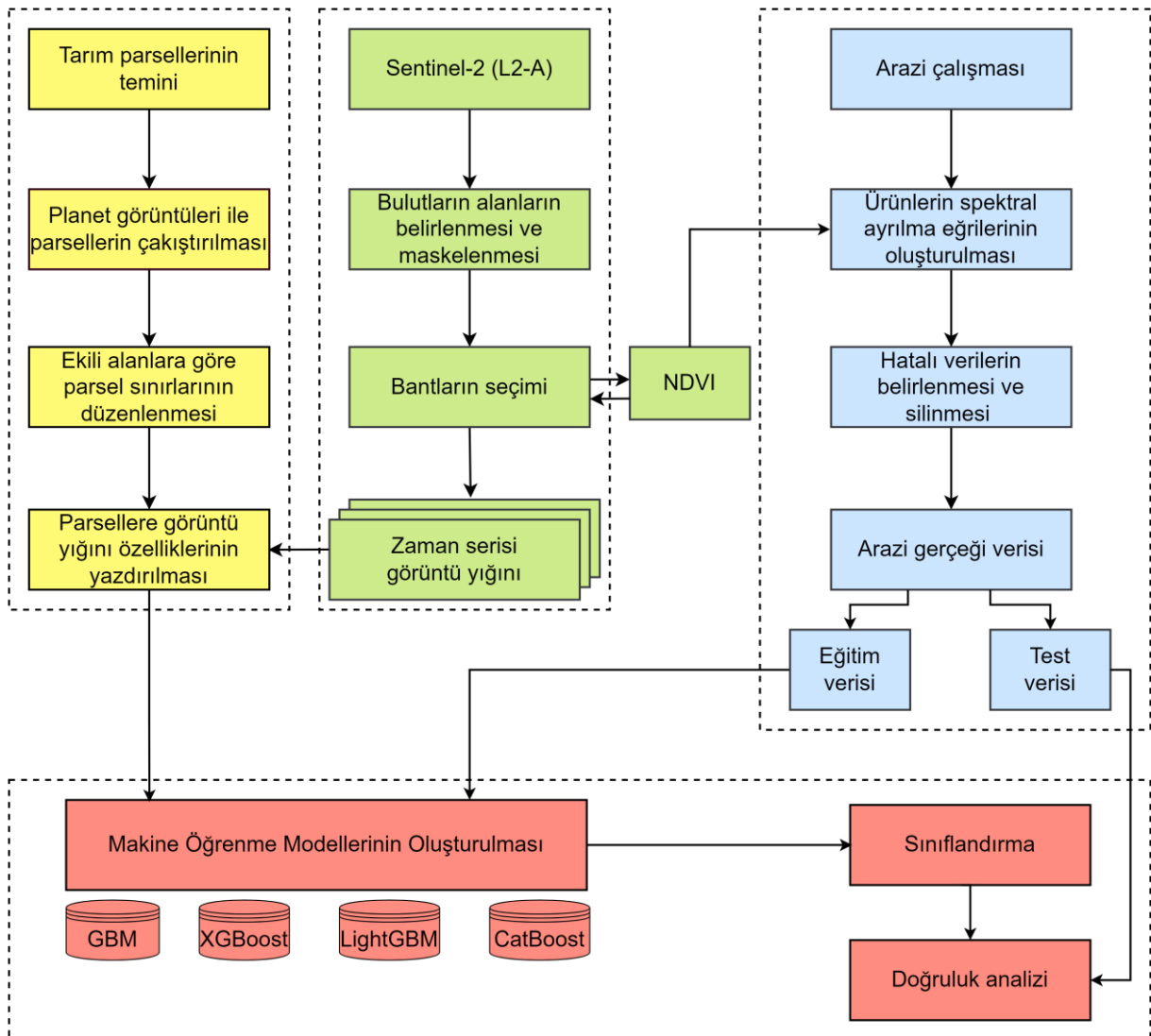
### 2.3 Yer doğruluk verisi (arazi çalışması)

Sulama birliği ile yapılan görüşme neticesinde çalışma alanının %95'ini yonca, mısır, şekerpancarı, ayçiçeği, buğday ve nadasa bırakılmış arazilerin oluşturduğu bilgisi alınmıştır. Çalışma kapsamında birlik personeline eğitim verilmiş ve 2022 yılı temmuz ayının ilk haftasında 384 farklı lokasyondan arazide veri toplanmıştır. Toplanan veriler Tarım ve Orman Bakanlığı bünyesinde bulunan tarım parselleri ile karşılaştırılmış, sahadan toplanan ürün bilgileri sınıflandırma çalışmasında referans (eğitim-test verisi) olarak kullanılacak parsellere aktarılmıştır.



Şekil 2. Arazi çalışmasında toplanan tarımsal ürünlere ait fotoğraflar.

### 3. Yöntem



Şekil 3. Sınıflandırma çalışması iş akış diyagramı.

Çalışmada uygulanan yöntem adımlarını özetleyen iş akışı Şekil 3’de gösterilmiştir. Yöntem uydu görüntüsü işleme, arazi çalışması, tarım parselleri ile eğitim-test verisinin hazırlanması, hızlandırılmış makine öğrenme algoritmaları ile parsel tabanlı sınıflandırma ve doğruluk analizi işlemlerinden oluşmaktadır. İlk olarak Sentinel-2 görüntülerine ait ön işleme adımları uygulanmış,

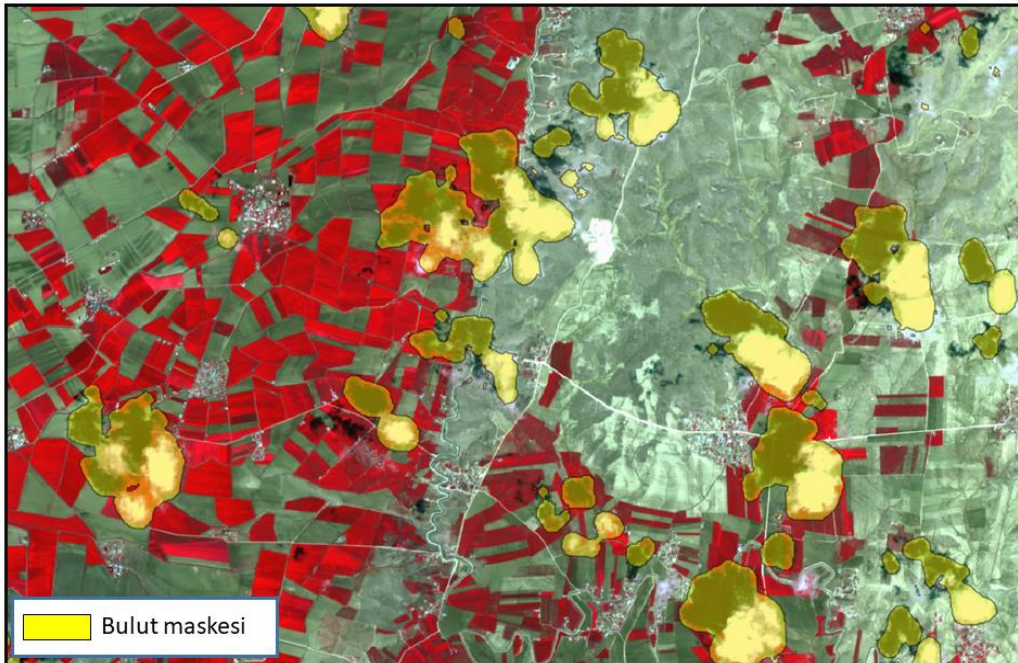
sınıflandırma çalışmasında kullanılan bantlar ve indeksler belirlenmiştir. Araziden toplanan her ürüne ait çok zamanlı NDVI görüntüleri kullanılarak ürünlere ait spektral ayrılma eğrileri oluşturulmuş ve araziden toplanan verilerin doğruluğu kontrol edilmiştir. Çalışmada nesne tabanlı olarak kullanılacak tarım parselleri ise ürün ekim sınırlarına göre kontrol edilmiş ve gereken parsellerde uydu görüntüleri yardımıyla düzenleme/bölme işlemi uygulanmıştır. Bu işlemler sonrasında obje tabanlı makine öğrenme algoritmaları ile sınıflandırma işlemi yapılmış olup, son olarak sonuçların doğruluk analizleri hesaplanmıştır.

### 3.1 Uydu görüntüsü işleme

Sınıflandırma çalışmasında temin edilen görüntüler Level 2A formatında olup atmosfer altı yansıtım değerlerine sahiptir. Atmosferik etkilerden kaynaklanan bulutlar ve bulut kaynaklı gölgeler, görüntü analizlerinde başlıca gürültü kaynaklarıdır. Bulutların ve gölgelerin neden olduğu parlaklık, veri analizini olumsuz etkilemekte ve bu etkiler spektral bantlar ile bantlardan oluşturulan indeks değerlerinde değişikliklere yol açarak çeşitli analiz ve sınıflandırma işlemlerinde doğruluğu düşürmektedir (Zhu & Woodcock, 2012).

Bulutlu alanlar ile bulutların oluşturduğu gölgeler görüntü bantlarında ve bu bantlardan oluşturulan indekslerin piksel değerlerinde anomalilere neden olmakta ve sınıflandırma sonuçlarını olumsuz etkilemektedir (Zhu & Woodcock, 2012) Bu durumu ortadan kaldırmak için Avrupa Uzay Ajansı (ESA) tarafından geliştirilmiş SNAP yazılımının Sen2Core eklentisi kullanılmıştır. Sen2Core eklentisi içerisindeki The Scene Classification (SCL) algoritması kullanılarak bulutlar ve bulutların neden olduğu gölge alanlar tespit edilmiş ve bu alanlar maskelenerek sınıflandırma çalışmasına dahil edilmemiştir.

Sınıflandırma çalışmasında B2 (mavi), B3 (yeşil), B4 (kırmızı) ve B8(yakın kızıl ötesi) bantları kullanılmış ve bu bantlar kullanılarak her bir görüntüye ait NDVI indeksleri oluşturulmuştur. NDVI indeksi bitkilerin fenolojik gelişim ve değişimleri hakkında bilgi vermektedir (Zhang ve ark., 2020). Çok zamanlı görüntülerden oluşturulan NDVI indeksleri ile tarımsal ürünlerin fenolojik dönemleri belirlenip izlenebilmesine rağmen, tek zamanlı NDVI görüntülerle fenolojik dönem tespiti mümkün değildir (Viana ve ark., 2019). Sınıflandırma çalışmasında 18 farklı tarihteki R, G, B, NIR ve NDVI bantları kullanılarak toplamda 90 farklı özellik içeren görüntü yığını tarım parselleri ile karşılaştırılarak obje tabanlı sınıflandırma çalışmasında kullanılmıştır.



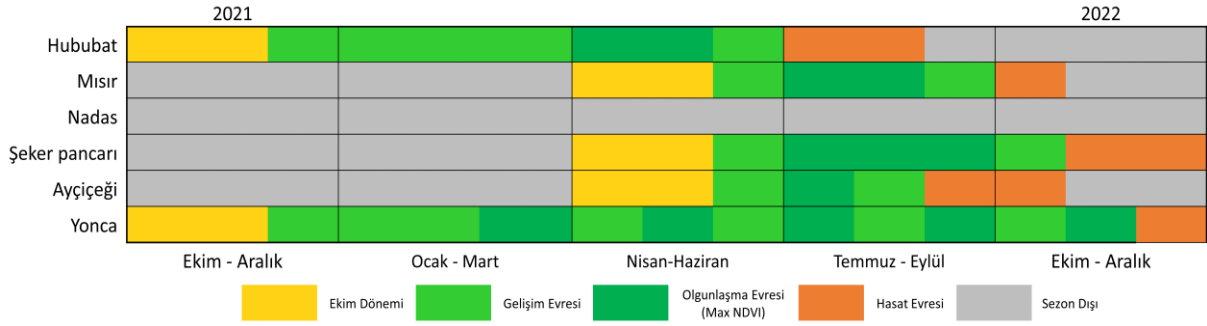
Şekil 4. Bulut ve bulut kaynaklı gölgelerin maskelenmiş görüntüsü.

### 3.2 Yersel referans veriler ve tarım parselleri

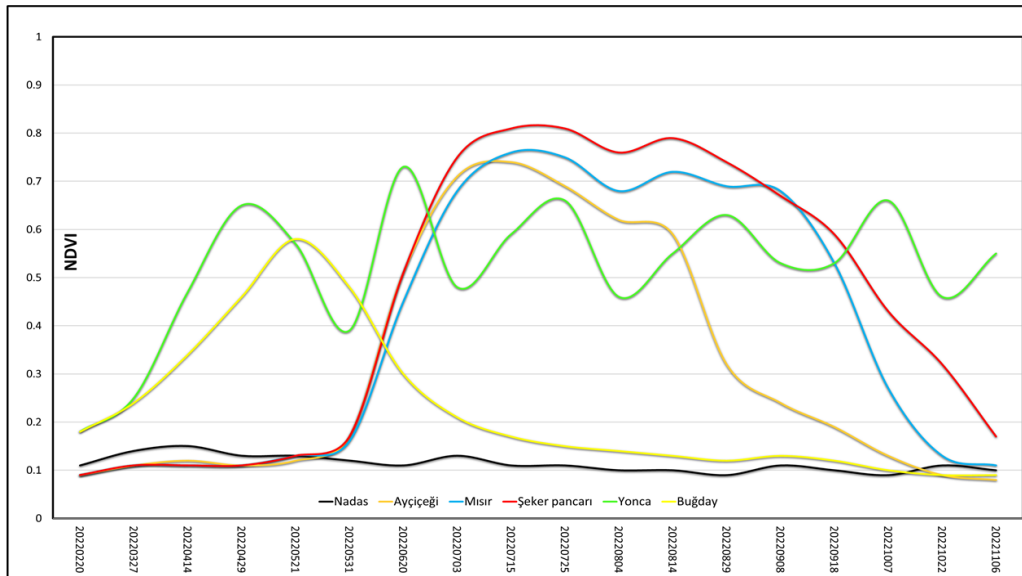
Çalışma alanının % 95'i mısır, ayçiçeği, buğday-arpa, yonca ve şekerpancarı ürünleri ile nadasa bırakılmış alanlardan oluşmaktadır. Çalışmada buğday, arpa ve tritikale ürünleri buğday sınıfı altında toplanmıştır. Sınıflandırılacak ürünlere ait araziden 384 adet nokta toplanmış olup, araziden toplanan noktalar ile tarım parselleri karşılaştırılmış, çakışan parsellere araziden toplanan ürün bilgisi yazdırılmıştır. Her bir ürünün fenolojik dönem değişimlerinin belirlenmesi, spektral ayrılma eğrilerinin oluşturulması ve arazi de toplanan verilerin kontrol edilmesi amacıyla da çok zamanlı NDVI görüntüleri kullanılmıştır.

Arazi örtüsü değişimi/geçisi, komşu parsellerdeki farklı ürün çeşidi, parsel sınırlarını belirleyen ağaçlar ve duvarlar ile parsel kenarında bulunan kadastro yolu ya da asfalt yolları içeren piksellerin, tarım parselleri ile karşılaştırılması sonucu anomaliye sebebiyet vermemesi için referans veri olarak kullanılacak tarım parsellerine negatif buffer (-10m) işlemi uygulanmıştır. Bu işlem sonrasında her bir referans parselin içerisine çok zamanlı NDVI değerleri median olarak yazdırılarak, ürünlerin spektral ayrılma eğrileri oluşturulmuştur. Oluşturulan bu spektral ayrılma eğrileri ile ürünlerin bir tarım takvimi yılında fenolojik değişimleri gözlemlenmiş olup, ayrıca sınıflandırma çalışmasında kullanılacak ve ürünlerin birbirinden ayırt edilmesini sağlayacak spesifik tarihlerin de belirlenmesi amaçlanmıştır.

Araziden toplanan veriler, oluşturulan spektral ayrılma eğrileri kullanılarak kontrol edilmiştir. Hatalı toplanan yada yanlış isimde kaydedilen ürünler spektral olarak arazide bulunduğu tarih aralığında kendi ürün türünün spesifik yansıma değerini vermemiş ise silinmiş ve sınıflandırma çalışmasına dahil edilmemiştir. Toplanan veriler referans yansıma eğrisi ile aynı ve benzer yansıma göstermiş ise çalışma içerisinde tutulmuştur. Ayrıca her bir parsel için oluşturulan spektral ayrılma eğrileri, İlçe Tarım Müdürlüğünden temin edilen ürünlere ait fenolojik takvim bilgisi ile de karşılaştırılmış ve kontrol edilmiştir.



Şekil 5. Ürünlere ait fenolojik takvim.



Şekil 6. Araziden toplanan tarımsal ürünlerin NDVI değerlerine göre zamansal değişimi.

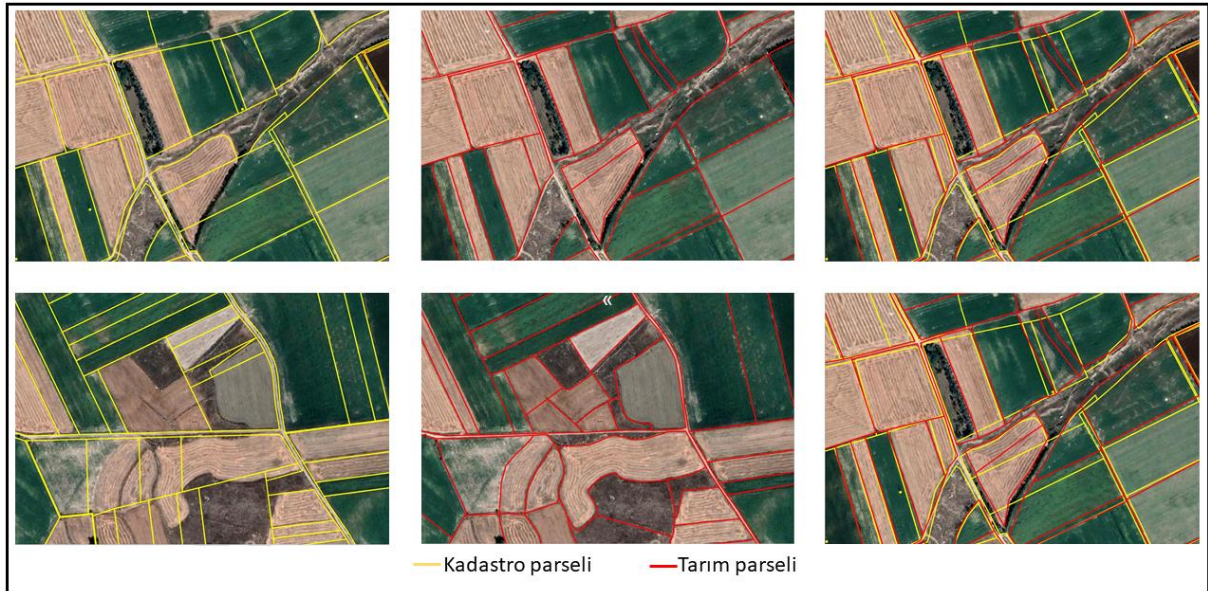


Çok zamanlı NDVI görüntüleri ile oluşturulan ürünlere ait spektral ayrılma eğrileri kullanılarak araziden toplanan veriler kontrol edilmiştir. Araziden toplanan 384 adet veriden, verinin yanlış konumdan alındığı ya da yanlış isimle kaydedildiği düşünülen 36 tanesine kendi ürün türünün referans yansıma eğrisi ile aynı ve benzer yansıma değeri vermediğinden elemine edilmiştir. Sınıflandırma çalışması için çok yüksek sayıda yer doğruluk verisi bulunmadığından ve oluşacak modellerin optimum öğrenme kapasitesine erişmesini sağlamak amacı ile 348 adet verinin %60 eğitim %40'ı ise test verisi olacak şekilde seçilmiştir.

Çizelge 3. Sentinel-2 uydusuna ait spektral bantlar

Ürün	Eğitim Verisi	Test Verisi
Yonca	39	28
Nadas	20	15
Mısır	32	23
Şeker pancarı	36	22
Ayçiçeği	38	23
Buğday	43	29
<b>TOPLAM</b>	<b>208</b>	<b>140</b>

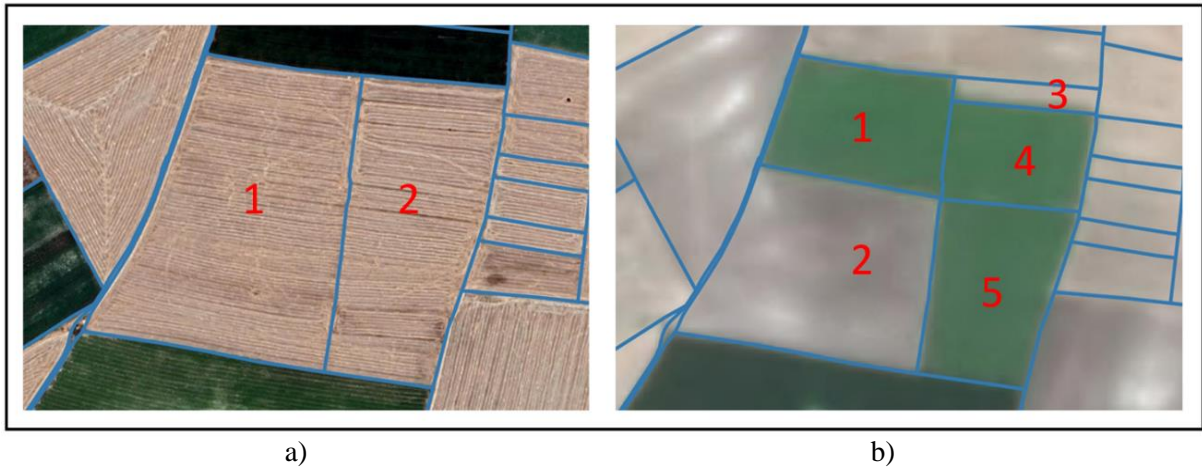
Tarım ve Orman Bakanlığı, Tarım Reformu Genel Müdürlüğü tarafından Tarımsal Üretim Kayıt Sistemi (TÜKAS) projesi kapsamında, ortofoto ve uydu görüntüleri üzerinden kadastro parsel sınırları içerisinde kalan ve tarım amaçlı kullanılan tarım alanları ile tarım alanı olabilecek potansiyeldeki alanlar sayısallaştırılarak tarım parselleri çizilmiş ve tarım parseli kavramını almıştır. Ayrıca parsel içerisinde bulunan ev, ahır, metruk yapı, havuz, taşlık vb. alanlar çıkartılarak salt tarım parselleri oluşturulmuştur. 2013 yılında günümüze tarım parselleri Çiftçi Kayıt Sistemi (ÇKS) başvurularında, kayıtlarında ve tarımsal desteklemelerde kullanılmaktadır. Çalışmada obje (parsel ) tabanlı olarak oluşturulan bu tarım parselleri kullanılmıştır.



Şekil 7. Kadastro parselleri ile tarım parsellerinin uydu görüntüsü üzerinde görünümü.

Tarım parselleri uygu görüntüleri ile çakıştırıldığında, bir tarım parselinin içerisinde birden fazla farklı ürün çeşidi olabildiği gibi, parselin tamamını ya da belirli bir kısmını kapsayan ekimi de yapılmaktadır. Oluşturulan tarım parselleri, salt tarım amaçlı kullanılan alanları temsil etmesine rağmen, dinamik bir yapı olan ve her üretim sezonu değişebilen tarımsal ekim ve üretim yapılan sınırlara karşılık gelmeyebilmektedir.

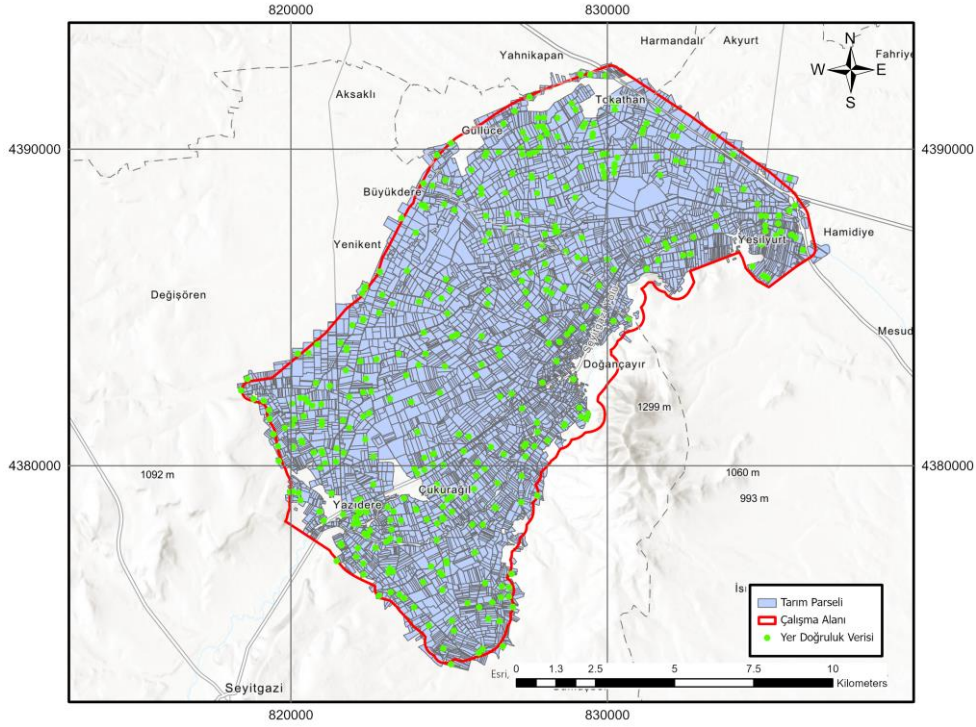
Söz konusu bu durumdan dolayı ekim yapılan sınırların tarım parselleri kullanılarak belirlenmesi amacıyla, güncel ve ideal çözünürlükte uydu görüntüsü temin edilmesi gerekmektedir. Sentinel-2 görüntüleri R-G-B-NIR bantlarında 10 metre mekânsal çözünürlükte olmakla beraber özellikle küçük parsellerde üretim yapılan sınırların belirlenmesinde düşük çözünürlükte kalmakla beraber aynı zamanda parsel sınırlarındaki, ağaçlar, kadastro yolları, binalar, taş duvarlar ve çalılıkları kapsayan farklı arazi örtülerine ait pikselleri de içerebilmektedir. Çok yüksek çözünürlüklü metre altı görüntüler ile tarımsal ekim yapılan alanlar kolaylıkla belirlenebilmesine rağmen, bu görüntüler çok maliyetli olması ve istenilen tarih aralığındaki çekim talebinin karşılanamaması sebebiyle alternatif uydu arayışına gidilmiştir. Çalışmada 3 metre mekânsal çözünürlüğe sahip 4 bantlı (R-G-B-NIR) , günlük çekim yapabilen Planet Scope uydusu kullanılmıştır. Planet eğitim ve araştırma programı ile öğrencilere, araştırmacılara ve akademisyenlere aylık 5000km<sup>2</sup>'lik alana kadar ücretsiz uydu görüntüsü sağlamaktadır (Planet, 2023). Çok zamanlı NDVI görüntülerinden oluşturulan spektral ayrılma eğrileri incelendiğinde, kışlık ürün olan buğdayın en yüksek yansımaya yaptığı tarihin mayıs ayının 3. haftası, yazlık ürünlerin birbirinden farklı yansımaya özelliği gösterdiği tarihin ise ağustosun 3. haftası olduğu gözlemlenmiştir. Bu sebeple 20.05.2022 ve 22.08.2022 tarihlerine ait iki farklı Planet Scope görüntüsü temin edilerek tarım parselleri ile karşılaştırılmış ve ekim yapılan alanlar ile farklı ürün ekiminden ve zamanında kaynaklı, yansımaya farklılıklarından ortaya çıkan sınırlar manuel olarak editlenerek belirlenmiştir. Şekil8a'da 2 adet tarım parseli bulunması rağmen Planet Scope görüntüsü ile tarım parselleri karşılaştırılıp, tarımsal üretim yansımaları olan alanlar bölündüğünde tarım parseli sayısının Şekil 8b'de 5'e çıktığı görülmektedir.



Şekil 8. a) Tarım parsellerinin görünümü b) Tarım parselinin Planet Scope görüntüsü kullanılarak oluşturulmuş görüntüsü.

İki farklı tarihteki Planet Scope görüntüleri kullanılarak, ekim yapılan alanlar ile farklı ürün ekiminden kaynaklı yansımaya farklılıklarından ortaya çıkan sınırların oluşturulması ile tarım parselleri düzenlenerek çizilmiştir. Sınıflandırma çalışmasında, sınıflandırılacak ürünler sadece ekili ürünler olmakla beraber çalışma alanında dikili ürünler de (meyve ağacı, kavak, zeytin ağaçları) bulunmaktadır. Sınıflandırma çalışmasına dâhil olmayan bu ürünleri içeren parsellerin çalışma alanından çıkarılması gerekmekte olup Sentinel-2 ve Planet Scope görüntüleri ile dikili alanlara ait parselleri belirlenmesi mümkün değildir.

Tarım Reformu Genel Müdürlüğü tarafından Arazi Parsel Tanımlama Sistemi (LPIS) projesi kapsamında arazi örtüsü ve kullanım sınıfları oluşturulmuş. 24 farklı sınıf içeren fiziksel bloklar içerisinde, T0-süreklilik alanlar, T1-zeytin ağaçları, sınıflarına ait poligonlar ile tarım parselleri karşılaştırılarak, dikili alanlara ait parseller elemine edilmiştir. Düzenlenme ve silme işlemleri sonucunda çalışma alanı içerisinde 6443 adet tarım parseli oluşturulmuştur. Sentinel-2 görüntüleri ile oluşturulan tarım parselleri karşılaştırılarak parsel sınırında kalan piksellerin anomaliye neden olmaması için, tarım parseli üzerinde -10 metre buffer işlemi uygulanmış olup, her bir poligona 18 farklı tarihteki R-G-B-NIR bantları ile NDVI indeks değerleri aktarılmıştır.



Şekil 9. Çalışma alanı içerisinde bulunan tarım parsellerinin görünümü.

### 3.3 Hızlandırılmış makine öğrenmesi algoritmaları ile sınıflandırma

Çalışmada hızlandırılmış (Boosting) makine öğrenmesi algoritmalarından; gradyan artırma (GBM), aşırı gradyan artırma (XGBoost), kategorik artırma algoritması (CatBoost) ve hafif gradyan artırma (LightGBM) makine öğrenme algoritmaları kullanılmıştır.

#### 3.3.1 Gradyan artırma algoritması (GBM)

GBM, zayıf öğrencileri (weak learner) bir araya getirerek güçlü bir öğrenci (strong learner) oluşturmayı amaçlayan, bir başka deyişle her entegrasyonda önceki iterasyonların hata oranlarını düzelterek çalışan özellikle sınıflandırma ve regresyon problemleri için kullanılan bir makine öğrenme algoritmasıdır (Natekin & Knoll, 2013). Gradient Boosting Machine, karmaşık veri setlerinde ve veri setinde çok sayıda öznelik bulunması durumlarında yüksek tahmin performansı elde elden için oldukça etkili bir algoritmadır (Jafarzadeh ve ark., 2021). GBM, popüler uygulamalardan biri olan XGBoost, LightGBM ve CatBoost gibi çeşitli algoritmalara da ilham kaynağı olmuştur.

#### 3.3.2 Aşırı gradyan artırma algoritması (XGBoost)

XGBoost büyük ölçekli verileri işleyebilen ve hesaplamaları paralelleştirebilen, gradyan artırma makineleri (GBM) algoritmasının daha gelişmiş bir versiyonudur (Chen & Guestrin, 2016). Algoritma ağaç yapısını artırıp, adım adım öğrenerek hata oranını minimize eden ölçeklenebilir bir makine öğrenme algoritmasıdır (Farid ve ark., 2013). XGBoost değişkeni tahmin etmek için bir dizi karar oluşturur ve her ağaç önceki ağaçların tahmin hatalarını azaltmak için tasarlanmıştır (Mitchell & Frank, 2017). Algoritma farklı düzenleme tekniği kullanarak ağaçların karmaşıklığını kontrol ederek daha yüksek ve bir performans sergilemektedir (Patrouts, 2018). XGBoost aşırı öğrenmeyi ve aşırı uyumluluğu önlemek için, ağaçların derinliği sınırlama, ağaç yapısını basitleştirme ve değişkenlerin önemini belirleme gibi teknikler kullanmaktadır.

#### 3.3.3 Hafif gradyan artırma algoritması (LightGBM)

LightGBM, Microsoft DMTK (Distributed Machine Learning Toolkit) projesi kapsamında 2017 yılında geliştirilmiş, karar ağacı algoritmalarına dayanan bir boosting algoritması olup, XGBoost'un

eğitim performansını artırmaya yönelik geliştirilen bir GBM türüdür (VBO, 2023). Verinin eğitilmesi aşamasında LightGBM yapraklar arasında yatay olarak dallanarak genişlemekte, böylelikle daha az hata oranına sahip ve daha hızlı öğrenme gerçekleştirilmektedir (Ke ve ark., 2017; Li ve ark., 2019). LightGBM bünyesinde gradyan tabanlı tek taraflı örnekleme (Gradient-based One-Side Sampling, GOSS) ve ayrıcalıklı öznelik desteleme (Exclusive Feature Bundling, EFB) algoritmasını bulundurmakta olup, bu algoritmalar işlem hızını artırmaktadır (Üstüner ve ark., 2020). Özellikle büyük veri setleri, yüksek boyutlu özellik uzayları ve yüksek hızlı tahminler gerektiren uygulamalarda tercih edilmektedir.

### 3.3.4 Kategorik attırma algoritması (CatBoost)

CatBoost algoritması 2017 yılında Yandex firması tarafından geliştirilen ve gradyan attırma tekniğini kullanan, hızlı eğitim süresine sahip ve yüksek performansı ile bilinen bir GBM algoritmasıdır (Medium, 2023). CatBoost ardışık olarak ağaçları birleştirerek, bir önceki ağacın hatalarını gidermeye çalışır, böylelikle modelin genel hata oranını azaltarak tahmin performansını artırmaktadır (Patrous, 2018). GBM yöntemini kullanan CatBoost nedenle birçok ağaç (decision tree) ve bunları birleştirerek tahminler yapar. Ancak CatBoost, kategorik değişkenleri doğrudan işleyebilir ve bu değişkenlerin etkisini daha iyi yakalayabilmektedir, ayrıca, overfitting (aşırı uydurma) sorunlarına karşı dirençlidir ve daha az hiper parametre ayarı gerektirmekte olup bu nedenle kullanımı kolaydır (İbrahim ve ark., 2020).

Çizelge 4. Algoritmalara ait avantajlar ve dezavantajlar

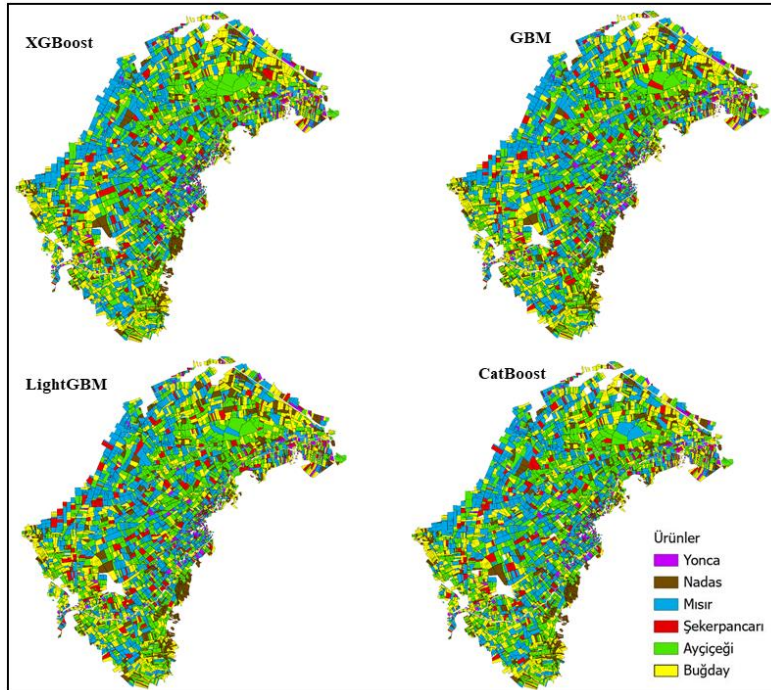
ALGORİTMA	AVANTAJLARI	DEZAVANTAJLARI
<b>GBM</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Model kompleksliği</li><li>• Overfitting direnci</li><li>• Özellik seçimi</li><li>• Veri tipi esnekliği</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Eğitim süresi</li><li>• Aşırı öğrenme</li><li>• Veri ön işleme gereksinimi</li><li>• Veri kümesi sorunsalı</li></ul>
<b>XGBoost</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Paralel ağaç yapısı</li><li>• Ön bellek farkındalığı</li><li>• Çekirdek dışı hesaplama</li><li>• Aşırı uyumdan kaçınma</li><li>• Çapraz doğrulama</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Zaman alıcı hesaplama</li><li>• Aşırı öğrenme riski</li><li>• Hiper parametrelere duyarlılık</li><li>• Yüksek bellek kullanımı</li><li>• Karmaşık algoritma</li></ul>
<b>LightGBM</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Parametre optimizasyonu</li><li>• Paralel öğrenme</li><li>• Yüksek tahmin oranı</li><li>• Parametre optimizasyonu</li><li>• Yüksek işlem hızı</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Karmaşık algoritma</li><li>• Hiper parametrelere duyarlılık</li><li>• Yüksek bellek kullanımı</li><li>• Eksik değer işleme</li><li>• Sınıf dengesizliği</li></ul>
<b>CatBoost</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Kategorik değişken desteği</li><li>• Parametre optimizasyonu</li><li>• Yüksek işlem hızı</li><li>• Aşırı öğrenme direnci</li><li>• Yüksek tahmin oranı</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Bellek ayak izi</li><li>• Hiper parametre ayarı</li><li>• Belirli dil bağılılığı (python)</li><li>• Yorumlanabilirlik</li><li>• Veri ön işleme</li></ul>

Hiper parametre, makine öğrenme algoritmalarında algoritmanın performansını ve başarısı etkileyen, modelin kendisi tarafından öğrenilmeyen kullanıcı tarafından belirlenen modele ait özel parametrelerdir. Makine öğrenme algoritması ile yapılacak bir çalışmada, veri setinin özelliği, verinin büyüklüğü ve diğer değişkenler göz önünde bulundurularak, başarı metriğine göre en uygun parametre kombinasyonunu bulma işlemine hiper parametre optimizasyonu olarak adlandırılmaktadır (Kuş ve ark., 2021). Hiper parametre optimizasyonu, doğru hiper parametre değerlerini seçmek için farklı stratejiler ve yöntemler kullanarak modelin performansını en üst düzeye çıkararak aşırı öğrenme (overfitting) ve eksik öğrenme (underfitting) durumlarının önüne geçmeyi hedefler (Maxwell ve ark., 2018). Makine öğrenme algoritmalarında en iyi sonucu veren hiper parametreleri bulmaya yönelik çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. hiper parametrelerinin ayarlanması için grid search ve random search olmak üzere iki farklı yöntem kullanılmaktadır. Grid search yöntemi, belirli bir parametre aralığını seçerek tüm olası kombinasyonları deneyerek en iyi parametre değerini bulurken, random search yöntemi, belirli bir parametre aralığından rastgele örneklem olarak parametre değerlerini belirlemektedir (Escabias, 2017). Parametreler, boosting algoritmaları arasında farklılık gösterse de, birçok boosting algoritmasının ortak parametreleri bulunmaktadır. Bu çalışmada Grid search yöntemi ile hızlandırılmış makine öğrenmelere algoritmalarına ait parametreler ve modelin en iyi sonucu verdiği parametre değerleri Çizelge 5’de yer almaktadır.

Çizelge 5. Algoritmalara ait hiper parametre değerleri

Hiper parametreler	Algoritma			
	GBM	XGBoost	LightGBM	CatBoost
Number of trees (Ağaç sayısı)	110	175	125	100
Learning rate (Öğrenme oranı)	0.5	0.3	0.1	0.1
Max depth (Ağaçların maksimum derinliği)	8	10	5	12
Min samples leaf (Minimum örnek sayısı)	5	12	20	17
Subsample (Örnekleme sayısı)	0.8	1	0.9	1

Hızlandırılmış makine öğrenme algoritmaları ve arazi gerçeği verileri kullanılarak obje (tarım parseli) tabanlı ürün desen sınıflandırması yapılmış ve elde edilen sonuçlar karşılaştırılmıştır.



Şekil 10. Hızlandırılmış makine öğrenme algoritmaları ile yapılan parsel tabanlı sınıflandırma.

#### 4. Bulgular

Sınıflandırma çalışması sonucunda her bir sınıfa ait precision (hassasiyet), recall (duyarlılık) ve F1 Skor (kesinlik değerleri) ile genel doğruluk, Cohen's Kappa katsayısı değerleri hesaplanmıştır.

**Recall:** Pozitif durumların ne kadar başarılı tahmin edildiğini gösterir.

$$\text{Recall} = \text{TP} / (\text{TP} + \text{FN})$$

**Precision:** Pozitif olarak tahmin edilen bir durumdaki başarıyı gösteren durumdur.

$$\text{Precision} = \text{TP} / (\text{TP} + \text{FP})$$

**F1-Score:** Kesinlik (precision) ve duyarlılık (recall) değerlerinin harmonik ortalamasıdır.

$$\text{F1-Score} = 2 * (\text{Precision} * \text{Recall}) / (\text{Precision} + \text{Recall})$$

**Genel Doğruluk (Accuracy):** Oluşturulan bir modelde doğru olarak yapılan tahminlerin tüm tahminlere oranıdır.

Çizelge 6. Sınıflandırma sonucunda her bir algoritma için doğruluk değerleri

SINIFLAR	GBM			XGBoost		
	F1	Recall(%)	Precision (%)	F1	Recall (%)	Precision (%)
Yonca	95.8	96.4	95.2	95.5	96.2	94.8
Nadas	94.0	94.2	93.9	93.7	93	94.5
Mısır	89.9	90.3	89.6	89.7	89.2	90.2
Şeker pancarı	88.6	88.8	88.5	88.8	88.5	89.1
Ayçiçeği	92.9	93.3	92.5	92.9	92.4	93.5
Buğday	92.2	92.2	92.3	92.2	92.5	91.9
Genel doğruluk	<b>90.30%</b>			<b>%91.1</b>		
Kappa katsayısı	<b>0.90</b>			<b>0.90</b>		

SINIFLAR	LightGBM			CatBoost		
	F1	Recall(%)	Precision (%)	F1	Recall (%)	Precision (%)
Yonca	97.8	98.1	97.5	97.4	98.4	96.5
Nadas	93.9	94.2	93.7	95.2	95.6	94.8
Mısır	90.3	89.4	91.3	88.9	90.5	87.3
Şeker pancarı	89.2	89.2	89.3	89.2	89.2	89.3
Ayçiçeği	93.4	94.3	92.5	92.6	92.8	92.5
Buğday	92.5	91.8	93.2	92.8	92.1	93.6
Genel doğruluk	<b>93.90%</b>			<b>93.50%</b>		
Kappa katsayısı	<b>0.93</b>			<b>0.93</b>		

Çizelge 6'da verilen doğruluk değerlerine göre sınıflandırma sonucunda LightGBM algoritması ile CatBoost algoritmaları birbirlerine çok yakın skorlarla en yüksek değeri vermiş olup, bu algoritmaları XGBoost ile GBM algoritmaları takip etmiştir. 18 farklı tarihteki R,G,B,NIR ve bu bantlarından üretilen NDVI indekslerine ait bantlarla toplamda 90 farklı özelliğin kullanıldığı sınıflandırma çalışmasında en düşük doğruluk değeri veren algoritma ile ( GBM - %90.3) en yüksek doğruluk değerine sahip algoritma

(LightGBM - %93.9) arasında yaklaşık %3.5 fark bulunmaktadır. Hızlandırılmış makine öğrenme algoritmaları ile yapılan sınıflandırma sonucunda tüm sınıfların ve genel doğruluk değerinin neredeyse % 90 üzerinde skor vermesi sınıflandırma çalışmasının başarılı ve istenilen düzeyde olduğunu göstermektedir. Her bir sınıf için doğruluk değerleri incelendiğinde tüm algoritmalarda yonca ve nadas sınıfları en yüksek doğruluk değerini vermektedir. Sınıflandırma çalışmasında mısır ve şeker pancarı sınıfları ise birbirleri ile bir miktarda karışmış olup en düşük sınıflandırma sonucunu veren sınıflardır. Mısır ve şeker pancarı ürünlerinin Şekil 5’de görüldüğü üzere benzer fenolojik evreleri içermesinin yanı sıra çok zamanlı NDVI görüntülerinden oluşturulan spektral ayrılma eğri karakteristiklerinin (Şekil 6) yakın olması, ürünlerin yıl içerisinde benzer yansıma yaptıklarının göstergesidir. Söz konusu bu durumdan dolayı sınıflar birbirleri ile bir miktar karışmış olup doğruluk değerinin düşmesine sebep olmuştur. Ayrıca bazı parsellerde sağlıklı olarak gelişmemiş buğday sınıfı ile nadas sınıfının az da olsa birbirleri ile karıştığı tespit edilmiştir. Her bir sınıf ve algoritma için oluşturulan hata matrislerinde de (Şekil 10) söz konusu bu durumlar gözükmemektedir.

		GBM						XGBoost					
Yonca	0.96	0.00	0.01	0.01	0.02	0.00	Yonca	0.96	0.00	0.01	0.01	0.02	0.00
Nadas	0.01	0.94	0.01	0.00	0.02	0.02	Nadas	0.01	0.94	0.01	0.00	0.02	0.02
Mısır	0.00	0.00	0.90	0.08	0.02	0.00	Mısır	0.00	0.00	0.90	0.08	0.02	0.00
Ş. Pancarı	0.00	0.00	0.09	0.89	0.02	0.00	Ş. Pancarı	0.00	0.00	0.09	0.89	0.02	0.00
Ayçiçeği	0.00	0.00	0.03	0.03	0.94	0.00	Ayçiçeği	0.00	0.00	0.03	0.03	0.94	0.00
Buğday	0.01	0.01	0.02	0.01	0.02	0.93	Buğday	0.01	0.01	0.02	0.01	0.02	0.93
	Yonca	Nadas	Mısır	Ş. Pancarı	Ayçiçeği	Buğday		Yonca	Nadas	Mısır	Ş. Pancarı	Ayçiçeği	Buğday

		LightGBM						CatBoost					
Yonca	0.98	0.00	0.01	0.01	0.00	0.00	Yonca	0.97	0.00	0.02	0.01	0.00	0.00
Nadas	0.02	0.93	0.02	0.00	0.01	0.02	Nadas	0.01	0.95	0.01	0.00	0.01	0.02
Mısır	0.00	0.00	0.90	0.10	0.00	0.00	Mısır	0.01	0.00	0.89	0.80	0.02	0.00
Ş. Pancarı	0.00	0.00	0.10	0.90	0.00	0.00	Ş. Pancarı	0.00	0.00	8.00	0.90	0.02	0.00
Ayçiçeği	0.00	0.00	0.03	0.03	0.94	0.00	Ayçiçeği	0.00	0.00	0.03	0.04	0.93	0.00
Buğday	0.01	0.01	0.02	0.01	0.02	0.93	Buğday	0.01	0.01	0.02	0.01	0.03	0.92
	Yonca	Nadas	Mısır	Ş. Pancarı	Ayçiçeği	Buğday		Yonca	Nadas	Mısır	Ş. Pancarı	Ayçiçeği	Buğday

Şekil 10. Sınıflandırma sonuçlarına ait hata matrisleri.

## 5. Tartışma ve Sonuç

Bu çalışma, Eskişehir İli, Seyitgazi ve Sivrihisar İlçeleri arasında kalan Battalgazi Sulama Birliği sınırları içerisinde bulunan, 2022 yılına ait 18 farklı tarihteki Sentinel-2 uydu görüntüleri ile R yazılımı ortamında hızlandırılmış makine öğrenme algoritmaları kullanılarak obje (tarım parseli) tabanlı sınıflandırma yöntemi ile yapılmıştır. Çalışmada her bir tarihteki Sentinel-2 görüntüsü için 4 band (R-G-B-NIR) ve bu bantlardan üretilen NDVI indeksleri olmak üzere toplamda 80 bant sınıflandırma

çalışmasında kullanılmıştır.

Sınıflandırma çalışmasında sınıflandırılan ürünler için saha çalışması yapılmış olup, araziden ürün bilgisi içeren 384 adet nokta toplanmıştır. Her bir ürünün fenolojik dönem değişimlerinin belirlenmesi, spektral ayrılma eğrilerinin oluşturulması ve arazi de toplanan verilerin kontrol edilmesi amacıyla da çok zamanlı NDVI görüntüleri kullanılmıştır.

Tarım ve Orman Bakanlığı bünyesinde tarımsal alanları temsil eden kadastro parsellerinden tarım dışı alanlar ile yapıların çıkarılması ve kadastro olmayan alanlarda ise tarım alanlarının sayısallaştırılması ile ülke ölçeğinde tarım parselleri oluşturularak tarım parseli kavramını almıştır. Tarım parselleri 2013 yılından günümüze Çiftçi Kayıt Sistemi (ÇKS) başvurularında aktif olarak yer almakta ve kullanılmaktadır. Bu çalışmada farklı çözünürlükteki uydu görüntüleri ile oluşturulan segmentlerin (bölütlerin) avantajları ve dezavantajları göz önüne alındığında, tarım parsellerinin sınıflandırma çalışmasında obje olarak kullanılabilirliği test edilmiştir. Çok zamanlı görüntüler, bu görüntülerden seçilen bantlar ve bantlardan oluşturulan indekslerle yapılan sınıflandırma çalışmalarında, piksel tabanlı sınıflandırmada girdi veri seti ve boyutu, nesne tabanlı sınıflandırmaya kıyasla fazla sayıda olduğundan, sınıflandırma işlemi zaman almakta ve yüksek kapasiteli makinalara ihtiyaç duyulmasına sebep olmakta olup, nesne tabanlı sınıflandırma çalışması bu kapsamda çok daha avantajlıdır.

Tarım parselleri, salt tarım amaçlı kullanılan alanları temsil etmekte olup bu çerçevede oluşturulmasına rağmen, her bir üretim sezonu tarım parsel sınırları (geometrisi) ile tarımsal üretim yapılan bir başka deyişle ekim yapılan sınırlar (geometri) her parsel için birebir uyuşmadığı, bazı parsellerde farklılıklar olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca tarım parsel içerisinde, birden farklı üründe ekim ve tarımsal üretim yapıldığı durumlarda görülmektedir. Objeye tabanlı yapılacak tarımsal ürün desen sınıflandırmasında, ekim alanları ile farklı türde ekim yapılmasından kaynaklı sınırların tespit edilmesi gerekmektedir. Söz konusu bu durumların olduğu parsellerde tarımsal parsellerinin doğrudan obje olarak kullanılmasının mümkün olmadığı tespit edilmiştir. Bu sebeple aktif ekim yapılan alanlar yeniden düzenlenmiştir. Bu düzenleme işleminde küçük parsellerde Sentinel-2 görüntülerine ait en yüksek çözünürlüklü bantları (R-G-B-NIR- 10m) yetersiz kalacağından dolayı, 3 metre mekânsal çözünürlüklü Planet Scope görüntüleri kullanılmıştır. 2000 hektarı kapsayan bir alanda 472 adet ham tarım parselinin bölünmesi sonucu toplamda 6443 adet parsel objeye tabanlı olarak sınıflandırma çalışmasında kullanılmıştır.

Tarım parsellerinin ham olarak kullanılması ve altlık görüntüler ile düzenlenmesiyle oluşturulan bu yöntem, Sentinel-2 görüntüleri ile objeye tabanlı sınıflandırma çalışmalarında oluşturulan segmentler (bölütler) göre çok daha hassas olduğu tespit edilmiştir. Tarım parsellerinin küçük ölçekli ve orta ölçekli alanlarda uygulanan yöntem ile kullanılabilir olduğu, geniş alanlarda ise alternatif bir yöntemin geliştirilmesi gerektiği sonucuna varılmıştır. Bu çalışmanın devamı olarak Sentinel görüntüleri derin öğrenme yöntemleriyle çözünürlüğü iyileştirilerek, çeşitli segmentasyon (bölütleme) algoritmalarıyla parsel sınırları otomatik ve doğru belirlenerek objeye tabanlı sınıflandırma çalışması tekrar yapılacaktır.

Çalışmada 18 farklı tarihteki R,G,B,NIR ve NDVI bantları kullanılarak toplamda 90 farklı özellik içeren görüntü yığını ve tarım parselleri ile hızlandırılmış makine öğrenme algoritmaları kullanılarak sınıflandırma çalışması yapılmıştır. Her bir algoritmaya ait sınıflandırma sonucu %90 üzerinde genel doğruluk vermiş ve sınıflandırma çalışması başarılı olmuştur. Algoritmalara ait genel doğruluk değerleri karşılaştırıldığında, hem genel doğruluk hem sınıf bazında bir algoritmanın diğer algoritmadan çok üstün olmadığı sonuçların birbirine yakın olduğu görülmektedir. Her bir algoritma için çok yakın fenolojik dönemlere sahip sınıflarda (mısır ve şeker pancarı) diğer sınıflara kıyasla sınıflandırma sonucunun bir miktar düşük çıktığı sonucuna varılmıştır. Bir sonraki çalışmada yakın fenolojik dönemlere sahip sınıflar için ek bantlar, indeksler ve doku özellikleri kullanılarak, aynı ve farklı algoritmalarla sınıflandırma çalışması yapılarak sonuçlar karşılaştırılacaktır.

## Kaynakça

- Antunes, A., Lingnau, C., & Centeno, J. (2003, Nisan). *Object oriented analysis and semantic network for high resolution image classification*. Anais XI SBSR, Belo Horizonte, Brazil.
- Belgiu, M., & Csillik, O. (2018). Sentinel-2 cropland mapping using pixel-based and object-based time-weighted dynamic time warping analysis. *Remote Sensing of Environment*, 204, 509-523. doi:10.1016/j.rse.2017.10.005



- Bui, Q. T., Chou, T. Y., Hoang, T. V., Fang, Y. M., Mu, C. Y., Huang, P. H., ..., & Meadows, E. M. (2021). Gradient boosting machine and object-based CNN for land cover classification. *Remote Sensing*, 13(14), 2709. doi:10.3390/rs13142709
- Chen, T. Q., & Guestrin, C. (2016, Ağustos). *XGboost: a scalable tree boosting system*. Proceedings of the 22nd ACM SIGKDD International Conference on Knowledge Discovery and Data Mining, San Francisco. doi:10.1145/2939672.2939785
- Csillik, O., Belgiu, M., Asner, G. P., & Kelly, M. (2019). Object-based timeConstrained dynamic time warping classification of crops using Sentinel-2. *Remote Sensing*, 11(10), 1257. doi:10.3390/rs11101257
- Dizdaroğlu, T. (2019). *Sentinel-1 ve Sentinel-2 verilerinden tarımsal ürün sınıflandırması için makine öğrenme algoritmalarının karşılaştırılması*. (Yüksek lisans tezi), Hacettepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Escabias, C. B. (2017). *Tree boosting data competitions with XGBoost*. (MSc), Universitat Politècnica de Catalunya Facultat de Matemàtiques i Estadística.
- Farid, D. M., Maruf, G. M., & Rahman, C. M. (2013, Ağustos). *A new approach of boosting using decision tree classifier for classifying noisy data*. 2013 International Conference on Informatics, Electronics and Vision (ICIEV), Dhaka, Bangladesh. doi:10.1109/ICIEV.2013.6572718
- Ibrahim, A. A., Ridwan, L. R., Muhammed, M. M., Abdulaziz, R. O., & Saheed, G. A. (2020). Comparison of the catboost classifier with other machine learning methods. *International Journal of Advanced Computer Science and Applications*, 11(11), 738-748. doi:10.14569/IJACSA.2020.0111190
- Jafarzadeh, H., Mahdianpari, M., Gill, E., Mohammadimanesh, F., & Homayouni, S. (2021). Bagging and boosting ensemble classifiers for classification of multispectral, hyperspectral and polsar data: a comparative evaluation. *Remote Sensing*, 13(21), 4405. doi:10.3390/rs13214405
- Ke, G., Meng, Q., Finley, T., Wang, T., Chen, W., Ma, W., Ye, Q., & Liu, T. Y. (2017). *Lightgbm: A highly efficient gradient boosting decision tree*. Advances in Neural Information Processing Systems (NIPS 2017), Long Beach, CA, USA.
- Kuş, İ., Keser, S. B., & Yolaçan N. E. (2021), Saldırı tespit sistemlerinde topluluk öğrenme yöntemlerinin kıyaslanması. *European Journal of Science and Technology*, 31(1), 725-734. doi:10.31590/ejosat.971875
- Li, B. (2022). Farm parcel extraction in high resolution remote sensing image based on hierarchical spectrum and shape features. *Preprint from Research Square*, 1-16. doi:10.21203/rs.3.rs-1218962/v1
- Li, W., Ding, S., Chen, Yi., Wang, H., & Yang, S. (2019). Transfer learning-based default prediction model for consumer credit in China. *The Journal of Supercomputing*, 75, 862-884. doi:10.1007/s11227-018-2619-8
- Maxwell, A. E., Warner, T. A., & Fang, F. (2018), Implementation of machine-learning classification in remote sensing: An applied review. *International Journal of Remote Sensing*, 39(9), 2784-2817. doi:10.1080/01431161.2018.1433343
- Medium. (2023). CatBoostClassifier ne demek ? <https://medium.com/@meltem.aydin1875/catboostclassifier-ne-demek-d5656d5f9fd9> Erişim tarihi: 20.09.2023.
- Mitchell, R., & Frank, E. (2017). Accelerating the XGBoost algorithm using GPU computing. *PeerJ Computer Science*, 3, e127. doi:10.7717/peerj-cs.127
- Natekin, A., & Knoll, A. (2013). Gradient boosting machines, a tutorial. *Front Neurorobot*, 7, 21. doi:10.3389/fnbot.2013.00021
- Patrous, Z. S. (2018). Evaluating XGBoost for user classification by using behavioral features extracted from smartphone sensors. (MSc), KTH Royal Institute of Technology, School of Computer Science and Communication, Sweden.
- Planet. (2023). Education and Research Program. <https://www.planet.com/markets/education-and-research/> Erişim tarihi: 10.08.2023.
- Safarov, F., Temurbek, K., Jamoljon, D., Temur, O., Chedkou, J. C., Abdusalomov, A. B., & Co, Y-I. (2022). Improved agricultural field segmentation in satellite imagery using TL-ResUNet architecture. *Sensor*, 22(24), 9784. doi:10.3390/s22249784

- Sentinel Online. (2022). Sentinel-2 Mission Guide <https://sentinels.copernicus.eu/web/sentinel/missions/sentinel-2> Erişim tarihi: 16.08.2023.
- Tavus, B., Karataş, K., & Türker, M. (2019). Tarımsal alanlarda yüksek çözünürlüklü IKONOS uydu görüntüsünden nesne-tabanlı ürün deseni tespiti. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 25(5), 603-614. doi:10.5505/pajes.2018.25428
- Üstüner, M., Abdikan, S., Bilgin, G., & Balık Şanlı, F. (2020). Hafif gradyan artırma makineleri ile tarımsal ürünlerin sınıflandırılması. *Türk Uzaktan Algılama ve CBS Dergisi*, 1(2), 97-105.
- Vajsová, B., Fasbender, D., Wirnhardt, C., Lemajic, S., & Devos, W. (2020). Assessing spatial limits of Sentinel-2 data on arable crops in the context of checks by monitoring. *Remote Sensing*, 12(14), 2195. doi:10.3390/rs12142195
- VBO. (2023). <https://www.veribilimiokulu.com/lightgbm/> Erişim tarihi: 20.06.2023.
- Viana, C. M., Girão, I., & Rocha, J. (2019). Long-term satellite image time-series for land use/land cover change detection using refined open source data in a rural region. *Remote Sensing*, 11(9), 1104. doi:10.3390/rs11091104
- Zhang, H., Kang, J., Xu, X., & Zhang, L. (2020). Accessing the temporal and spectral features in crop type mapping using multi-temporal Sentinel-2 imagery: A case study of Yi'an County, Heilongjiang Province, China. *Computers and Electronics in Agriculture*, 176(2), 105618. doi:10.1016/j.compag.2020.105618
- Zhu, Z., & Woodcock, C. E. (2012). Object-based cloud and cloud shadow detection in Landsat imagery. *Remote Sensing of Environment*, 118, 83-94. doi:10.1016/j.rse.2011.10.028



## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Araştırma Makalesi

### Hamur (Ağrı) Yöresinde Yetişen Alıç (*Crataegus spp.*) Türlerinin Tespiti ve Ümitvar Genotiplerin Seçimi #

Yasemin TUĞRUL, Ersin GÜLSOY\*

İğdır Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Bahçe Bitkileri Bölümü, 76000, İğdır, Türkiye  
Yasemin TUĞRUL, ORCID No: 0009-0001-6925-6982, Ersin GÜLSOY, ORCID No: 0000-0002-4217-0695

\*Sorumlu yazar e-posta: ersingulsoy@igdir.edu.tr

#### Makale Bilgileri

Geliş: 19.12.2023  
Kabul: 15.03.2024  
Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1406797

#### Anahtar Kelimeler

Alıç,  
*Crataegus spp.*,  
Genotip,  
Pomoloji,  
Seleksiyon

**Öz:** Bu çalışma 2020 ve 2021 yılları arasında Ağrı ilinin Hamur ilçesinde yürütülmüştür. Bu çalışmada yörede doğal olarak yetişen alıç (*Crataegus spp.*) popülasyonu içerisinde bitki ve meyve özellikleri bakımından üstün özelliklere sahip alıç genotiplerinin seçilmesi amaçlanmıştır. Çalışma kapsamında 54 genotipten meyve örneği alınmış, genotiplerin tür teşhisi yapılarak morfolojik ve pomolojik özellikleri incelenmiştir. Çalışma bölgesinde *Crataegus monogyna* var. *lasiocarpa* (Lange) K.I.Chr. (2 genotip) *Crataegus pentagyna* Waldst. & Kit. ex Willd., (22 genotip) *Crataegus azarolus* (13 genotip), *Crataegus azarolus* var. *azarolus* (4 genotip) ve *Crataegus orientalis* subsp. *szovitsii* (Pojark.) K.I.Chr. (13 genotip) olmak üzere toplam 5 alıç türü tespit edilmiştir. İki yıl süreyle incelenen genotipler içerisinde yapılan tartılı derecelendirme sonucunda 11 genotip ümitvar olarak seçilmiştir. Seçilen genotiplerde meyve ağırlığı 2.03-2.59 g, meyve eni 12.19 - 17.15 mm, meyve boyu 11.45 - 15.12 mm, meyve eti kalınlığı 3.53-4.98 mm, meyve eti oranı %68.26 - 79.64, çekirdek ağırlığı 0.46 - 0.67 g, çekirdek sayısı 3 - 4 adet/meyve, suda çözünebilir kuru madde (SÇKM) %11.00 - 17.25, pH 3.70 - 4.02 ve titre edilebilir asitlik %1.01 - 2.39 arasında tespit edilmiştir. Araştırma sonuçları, bölgede farklı türlere ait üstün nitelikli zengin bir alıç popülasyonunun bulunduğunu göstermektedir.

### Identification of Hawthorn (*Crataegus spp.*) Species Growing in the Hamur (Ağrı) Region and Selection of Promising Genotypes

#### Article Info

Received: 19.12.2023  
Accepted: 15.03.2024  
Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1406797

#### Keywords

*Crataegus spp.*,  
Genotype,  
Hawthorn,  
Pomology,  
Selection

**Abstract:** This study was carried out in Hamur district of Ağrı province between 2020 and 2021. In this study, it was aimed to select hawthorn (*Crataegus spp.*) genotypes with superior plant and fruit characteristics among the hawthorn genotypes growing naturally in the region. Within the scope of the study, Fruit samples were picked from 54 genotypes, and their morphological and pomological characteristics of the genotypes were analyzed by species identification. In the study area, a total of 5 hawthorn species were identified, namely *Crataegus monogyna* var. *lasiocarpa* (Lange) K.I.Chr. (2 genotypes), *Crataegus pentagyna* Waldst. & Kit. ex Willd. (22 genotypes), *Crataegus azarolus* (13 genotypes), *Crataegus azarolus* var. *azarolus* (4 genotypes), and *Crataegus orientalis* subsp. *szovitsii* (Pojark.) K.I.Chr. (13 genotypes). As a result of the weighted rating made among the genotypes examined for two years, 11 genotypes were selected as promising. In selected genotypes, fruit weight varied between 2.03 - 2.59 g, fruit width varied between 12.19 - 17.15 mm, fruit length varied between 11.45 - 15.12 mm, fruit flesh thickness varied between 3.53 - 4.98 mm, fruit flesh ratio 68.26 - 79.64%, seed weight 0.46 - 0.67 g, number of seeds varied between 3 - 4 pieces per

# Bu çalışma Doç. Dr. Ersin GÜLSOY'un danışmanlığında Yasemin TUĞRUL'un yüksek lisans tezinden üretilmiştir.

fruit, soluble solid content varied between 11.00 - 17.25%, pH 3.70 - 4.02, and titratable acidity varied between 1.01 - 2.39%. The results of the research show that there is a rich hawthorn population of superior quality belonging to different species in the region.

## 1. Giriş

Anadolu, doğal olarak yetişen alıç türlerinin önemli bir gen merkezidir ve yabani olarak yetişen alıç türleri geniş bir dağılıma sahiptir (Dönmez & Dönmez, 2005). *Crataegus* cinsi, ülkemizin birçok bölgesinde doğal yayılış alanına sahiptir (Gökbunar, 2007). Alıç (*Crataegus* spp.) *Rosaceae* (Gülgiller) familyasının bir cinsi olup, Türkiye’de 4 türü ve 2 varyetesi endemik olmak üzere 24 türü vardır (Browicz, 1972; Güner ve ark., 2012). Kuzey Avrupa, Asya’nın ılıman bölgeleri, Afrika ve Kuzey Amerika’da geniş olarak yayılış gösteren türlerinin anavatanlarından biri de Türkiye’dir (Karadeniz & Kalkışım, 1996). Dünyanın farklı bölgelerinde çeşitli *Crataegus* türleri ve çeşitleri yetiştirilmektedir (Pamay, 1992; Guo & Jiao, 1995). Alıçlar, ilkbaharda salkımlar halinde bol ve dikkat çekici çiçekler açan, yaprak dökken, dikenli ağaç veya çalı formunda gelişen bir yapıdadır. Meyveleri olgunlaştığında kırmızimsı, sarımsı ya da turuncu bir renk alır. Sonbaharda ise loblu bir yapıya sahip olan yaprakları meyvelere benzer renklere dönüşür (Wichtl, 2004; Koşar, 2017). Alıç bitkisi ülkemizin birçok bölgesinde özellikle, kayalık alanlarda derelere bakan yamaçlarda, çalılıklar içinde ve dağlık bölgelerde yetişmektedir (Gültekin, 2005).

Ülkemiz, meyve yetiştiriciliği bakımından dünya genelinde önemli bir konumda bulunmaktadır. Ticari olarak yetiştirilen meyve türlerinin yanı sıra, doğal yaşam alanlarında birçok yabani meyve türü de bulunmaktadır. Tarih boyunca Anadolu’da yaşamış olan milletler, kültür meyvelerinin yanı sıra doğal olarak yetişen yabani meyve türlerinden de çeşitli amaçlar için faydalanmışlardır (Özbek, 1996; Ağaoğlu ve ark., 2001; Demirayak, 2003). Alıç gibi yabani meyve türleri, bilinen faydalarına ve çeşitli kullanım alanlarına rağmen, ıslah ve yetiştiricilik açısından yeterli ilgiyi görmemiş ve ihmal edilmiş durumdadır. Genellikle süs bitkisi olarak kullanılmasına rağmen, ağaç şekli ve güzel çiçekleriyle bilinen alıç, genellikle yabani bir tür olarak kabul edilmektedir. Ülkemizde ve diğer ülkelerde alıçın ticari yetiştiriciliği nadiren yapılmaktadır. Bu nedenle, meyveleri genellikle doğal popülasyonlardan toplanarak değerlendirilmektedir (Nas, 2007).

Alıç meyvesinin yüksek antioksidan içeriği ve antiinflamatuar etkisi nedeniyle insan sağlığına birçok faydası bulunmaktadır. Yapılan çalışmalarla alıçın, kalp hastalıklarına karşı korunmaya yardımcı olduğu (Batu ve ark., 2007), kan basıncını (tansiyon) dengelediği (Schmidt ve ark., 1994), koroner arter kan akışını ve dolaşımını iyileştirdiği (Smolinske, 2005), kalp yetmezliği, damar tıkanıklığı, anjin ve hipertansiyon tedavisinde (Pittler ve ark., 2003) faydalı olduğu ortaya konulmuştur.

Son yıllarda alıç meyvelerinin, pomolojik ve kimyasal özelliklerinin incelendiği birçok çalışma yapılmıştır (Ağlar ve ark., 2020; Akça & Bostan, 2022; Gerçekçioğlu ve ark., 2022; Kaman ve ark., 2023; Yıldız ve ark., 2023). Yine ülkemizin farklı bölgelerinde alıç seleksiyon çalışmaları yürütülmüştür. Bununla birlikte alıç gen kaynakları bakımından zengin bir potansiyele sahip olan ülkemizde alıç ıslah çalışmaları istenilen düzeyde değildir. Önceki seleksiyon çalışmalarının devamı niteliğinde olan bu çalışmada Ağrı’nın Hamur ilçesi merkez ve köylerindeki alıç genetik kaynaklarının incelenmesi ve ıslah çalışmalarına katkı sağlayacak ümitvar genotiplerin selekte edilmesi amaçlanmıştır.

## 2. Materyal ve Yöntem

### 2.1. Materyal

Çalışmanın ana materyalini Ağrı ilinin Hamur ilçesinde tohumdan yetişmiş alıç genotipleri oluşturmuştur. 2020-2021 yılları arasında yürütülen çalışmada nokta seleksiyonu yapılarak Hamur ilçesi ve köyleri taranmıştır. Seleksiyon kriterleri doğrultusunda ve yetiştiricilerden alınan ön bilgiler de dikkate alınarak, verimli, bol ve düzenli meyve veren ağaçlardan meyve örneği alınmış ve örnek alınan her bitki bir genotip olarak kaydedilmiştir.

## 2.2. Yöntem

Değerlendirmeye alınan alıç genotiplerinde her iki yılda da tesadüfî olarak seçilen 20 alıç meyvesinde meyve ağırlığı (g), meyve eni ve boyu (mm), çekirdek ağırlığı (g), çekirdek sayısı (adet/meyve), meyve eti kalınlığı (mm), meyve eti oranı (%), suda çözünebilir kuru madde (%), pH, titre edilebilir asitlik (%) ve olgunluk indisi (SÇKM/Asitlik) özellikleri incelenmiştir. Ayrıca alıç bitkilerinde bitki habitusu, dallanma durumu, diken yoğunluğu ve verimlilik durumu gibi bitkisel özelliklerde gözlemsel olarak belirlenmiştir.

2 yıl süreyle incelenen 54 alıç genotipi içerisinde ümitvar olanların belirlenmesinde Aydemir (2016), tarafından bildirilen tartılı derecelendirme metodu modifiye edilerek meyve ağırlığı, çekirdek ağırlığı/meyve ağırlığı ve suda çözünebilir kuru madde kriterleri gibi sadece meyve özellikleri dikkate alınarak tartılı derecelendirme yapılmıştır. Genotiplerin tartılı derecelendirmeden aldıkları puanlar Çizelge 1’de verilen kriterlere göre önem derecesinin ilgili kriterin değişim aralığına karşılık gelen değer puanı ile çarpılması sonucu elde edilen rakamların toplanmasıyla hesaplanmıştır. Genotipler aldıkları puana göre sıralanmış ve 500 puan ve üzeri alan 11 genotip ümitvar olarak seçilmiştir. Çalışmada incelenen 54 genotip içerisinde tespit edilen 5 farklı alıç türünün 2’sinden (*C. monogyna* var. *lasiocarpa* (Lange) K.I.Chr ve *C. azarolus* var. *azarolus*) ümitvar genotip ya da genotipler seçilmemiştir. Bu yüzden bulgular kısmında 3 türe ait ümitvar seçilen genotiplerin *Crataegus azarolus*, 4 ‘ü *Crataegus pentagyna* Waldst. & Kit. ex Willd ve 1’i *Crataegus orientalis* subsp. *szovitsii* (Pojark.) K.I.Chr ) pomolojik ve kimyasal özellikleri verilmiştir.

Çizelge 1. Tartılı derecelendirmede esas alınan kriterler, bu kriterlerin önem derecesi, değişim aralığı ve değer puanları

Kriterler	Önem Derecesi	Değişim Aralığı	Değer Puanları
Meyve Ağırlığı (g)	70	1.00- 1.50	3
		1.51 - 2.00	5
		2.01 - 2.60	7
Çekirdek Ağırlığı/Meyve Ağırlığı (g)	15	0.34 - 0.40	3
		0.27 - 0.33	5
		0.20 - 0.26	7
Suda Çözünebilir Kuru Madde (%)	15	5.00 - 10.00	3
		10.01 - 15.00	5
		15.01 - 20.00	7

## 3. Bulgular ve Tartışma

### 3.1. Pomolojik özellikler

Ümitvar seçilen *Crataegus pentagyna* Waldst. & Kit. ex Willd türüne ait 4 genotipde meyve ağırlığı 2.08-2.24 g, meyve eni 12.19-15.94 mm, meyve boyu 11.45-14.29 mm, meyve eti kalınlığı 3.53-4.25 mm, meyve eti oranı %68.26-79.64, çekirdek ağırlığı 0.46-0.67 g ve çekirdek sayısı 3-4 adet/meyve olarak belirlenirken, *Crataegus azarolus* türüne ait 6 genotipde meyve ağırlığı 2.03-2.59 g, meyve eni 15.02-17.15 mm, meyve boyu 13.40-15.12 mm, meyve eti kalınlığı 3.72-4.75 mm, meyve eti oranı % 69.68-76.97, çekirdek ağırlığı 0.51-0.63 g ve çekirdek sayısı 3-4 adet/meyve olarak tespit edilmiştir. *Crataegus orientalis* subsp. *szovitsii* (Pojark.) K.I.Chr türünden seçilen 1 genotipte ise meyve ağırlığı, meyve eni, meyve boyu, meyve eti kalınlığı, meyve eti oranı, çekirdek ağırlığı ve çekirdek sayısı sırasıyla 2.03 g, 14.92 mm, 14.23 mm, 4.93 mm, %74.21, 0.52g ve 3 adet/meyve olarak belirlenmiştir (Çizelge 2). Pomolojik özellikleri incelenen 3 türe ait genotiplerde meyve özellikleri birbirine yakın değerlerde bulunmuştur. Ülkemizde doğal olarak yetişen alıçların özelliklerini tespit etmek amacıyla farklı bölgelerde birçok çalışma yapılmıştır (Karadeniz & Kalkışım, 1996; Türkoğlu ve ark., 2005; Aydemir, 2016; Balta ve ark., 2016; Yaviç ve ark., 2016; Bektaş ve ark., 2017; Koşar, 2017; Akça & Bostan, 2022; Gerçekçioğlu ve ark., 2022; Kaman ve ark., 2023). Türkoğlu ve ark. (2005), Van yöresinde yetişen alıçlarda meyve ağırlığının 0.29 - 4.21 g, meyve genişliğinin 7.32 - 21.70 mm, meyve boyunun 7.96 - 19.30 mm, meyve eti oranının % 48.28 - 96.94 arasında değiştiğini bildirmiştir. Balta ve ark. (2015), Çorum’da yetişen alıçlardan seçtikleri genotiplerde meyve ağırlığı, meyve boyu, meyve eni,

çekirdek ağırlığı ve çekirdek sayısının sırasıyla 1.54 - 4.72 g, 5.86 - 24.23 mm, 13.21 - 21.46 mm, 0.32 - 0.90 g ve 3 - 5 adet arasında değiştiğini rapor etmiştir. [Gerçekcioğlu ve ark. \(2022\)](#), Sivas ili Yıldızeli ve Şarkışla yöresi alıç seleksiyon çalışmasında ortalama meyve ağırlığı, meyve boyu, meyve eni ve tohum sayısını sırayla 3.00-6.20 g, 13.10 - 17.70 mm, 14.70 - 20.60 mm ve 2.90 - 5.10 adet/meyve arasında belirlemiştir. [Akca & Bostan \(2022\)](#), Tokat'ın Niksar ilçesinde yürüttükleri ve ümitvar seçtikleri 5 alıç genotipinde meyve ağırlığını 4.10 - 6.30 g, çekirdek ağırlığını 0.1 - 1.0 g; meyve eti oranını %83.20 - 96.60 arasında kaydetmiştir. [Kaman ve ark. \(2023\)](#), Iğdır yöresinden seçtikleri alıç genotiplerinde ortalama meyve ağırlığını 0.69 - 2.44 g, meyve genişliğini 10.07 - 17.28 mm, meyve yüksekliğini 11.27 - 15.65 mm, ve çekirdek ağırlığını 0.21 - 0.49 g arasında bulmuştur.

Çalışma sonucunda elde edilen meyve pomolojik özellikleri önceki çalışmalarla benzer bulunmakla birlikte incelenen özellikler arasında görülen bazı farklılıkların tür, genotip ve iklim koşullarından kaynaklı olabileceği düşünülmektedir.

Çizelge 2. İncelenen alıç genotiplerinin bazı meyve özellikleri

Türler	Genotip No	MA (g)	ME (mm)	MB (mm)	MEK (mm)	MEO (%)	ÇA (g)	ÇS (adet/bitki)
<i>Crataegus pentagyna</i> Waldst. & Kit. ex Willd	04HMR04	2.10	15.94	14.29	3.96	69.43	0.63	4
	04HMR23	2.08	15.33	13.70	4.25	74.12	0.54	4
	04HMR28	2.15	15.07	12.86	3.53	68.26	0.67	3
	04HMR37	2.24	12.19	11.45	3.84	79.64	0.46	4
<i>Crataegus azarolus</i>	04HMR05	2.20	15.52	13.40	3.72	71.11	0.62	3
	04HMR08	2.04	15.36	14.95	4.41	75.05	0.51	4
	04HMR09	2.43	16.65	14.30	4.75	74.33	0.63	4
	04HMR14	2.03	15.02	13.55	3.74	69.68	0.57	4
	04HMR15	2.59	16.57	15.09	4.60	76.97	0.58	4
	04HMR18	2.48	17.15	15.12	3.73	73.90	0.63	3
<i>Crataegus orientalis subsp. szovitsii</i> (Pojark.) K.I.Chr	04HMR40	2.03	14.92	14.23	4.98	74.21	0.52	3

MA: Meyve ağırlığı, ME: Meyve eni, MB: Meyve boyu, MEK: Meyve eti kalınlığı, MEO: Meyve eti oranı ÇA: Çekirdek ağırlığı, ÇS: Çekirdek sayısı

### 3.2. Kimyasal özellikler

Ümitvar seçilen *Crataegus pentagyna* Waldst. & Kit. ex Willd türüne ait 4 genotipde pH değeri 3.70-4.0, SÇKM oranı %12.50-17.00, titre edilebilir asitlik %1.55-2.39 ve olgunluk indisi 3.38-4.39 arasında değişirken, *Crataegus azarolus* türüne ait 6 genotipde pH değeri 3.87-4.02, SÇKM oranı %14.53-17.25, titre edilebilir asitlik %1.01-1.72 ve olgunluk indisi 3.75-4.43 arasında kaydedilmiştir. *Crataegus orientalis subsp. szovitsii* (Pojark.) K.I.Chr türünden seçilen 1 genotipte ise pH, SÇKM, titre edilebilir asit ve olgunluk indisi değerleri sırasıyla 3.72, %11.00, %1.81 ve 2.93 olarak tespit edilmiştir (Çizelge 3). İncelenen kimyasal parametre değerleri 3 türe ait genotiplerde birbirine yakın değerlerde bulunmuştur. [Türkoğlu ve ark. \(2005\)](#), Van yöresinden seçtikleri alıç genotiplerinde pH, SÇKM ve titre edilebilir asitlik değerlerini sırasıyla 3.57 - 4.09, %11.66 - 25.00 ve 0.44 - 0.61 mg/100g arasında kaydetmiştir. [Yaviç ve ark. \(2016\)](#), Hakkâri'nin Şemdinli ilçesinden selekte ettikleri alıç genotiplerinde pH içeriğini 3.04 - 4.06, SÇKM miktarını %16.04 - 25.56 ve titre edilebilir asitlik değerini %0.53 - 2.76 arasında bulmuştur. [Bektaş ve ark. \(2017\)](#), Malatya'nın Akçadağ ve Hekimhan ilçelerinden seçtikleri alıç genotiplerinde SÇKM oranının %8.84 ile %21.01 arasında değiştiğini rapor etmiştir. [Gerçekcioğlu ve ark. \(2022\)](#), Sivas ili Yıldızeli ve Şarkışla yöresinden seçtikleri ümitvar alıç genotiplerinde pH değerini 3.30 - 3.85, SÇKM oranını %16.20 - 26.30 ve titre edilebilir asitlik içeriğini %1.47 - 2.75 arasında bildirmiştir. [Kaman ve ark. \(2023\)](#), Iğdır yöresinden seçtikleri alıç genotiplerinde titre edilebilir asitlik değerinin %0.50 - 1.22, pH'nin 4.15 - 6.26 ve SÇKM oranının %8.61 - 13.10 arasında değiştiğini rapor etmiştir.

Bu çalışmada pH, SÇKM ve titre edilebilir asitlik değerleri sonuçları ile önceki çalışmaların sonuçları arasındaki farklılıkların meyve olgunluğu, meyve tür ve genotipi, genetik faktörler, iklim ve yetiştirme koşulları, hasat tarihi gibi faktörlere bağlı olabileceği düşünülmektedir.

Çizelge 3. İncelenen alıç genotiplerinin bazı kimyasal özellikleri

Türler	Genotip No	pH	SÇKM (%)	Asitlik (%)	SÇKM/Asitlik (Olgunluk indisi)
<i>Crataegus pentagyna</i> Waldst. & Kit. ex Willd	04HMR04	4.01	17.00	1.64	4.24
	04HMR23	3.87	17.00	2.22	4.39
	04HMR28	3.82	15.75	1.55	4.12
	04HMR37	3.70	12.50	2.39	3.38
<i>Crataegus azarolus</i>	04HMR05	3.91	15.75	1.23	4.03
	04HMR08	3.98	16.00	1.01	4.02
	04HMR09	3.95	15.00	1.72	3.80
	04HMR14	3.89	17.25	1.56	4.43
	04HMR15	4.02	17.00	1.10	4.23
	04HMR18	3.87	14.53	1.02	3.75
<i>Crataegus orientalis subsp. szovitsii</i> (Pojark.) K.I.Chr	04HMR40	3.75	11.00	1.81	2.93

### 3.3. Bitkisel özellikler

Bazı bitkisel özellikleri incelenen 54 alıç genotipinin “çalı” formunda habitusa sahip oldukları, dallanma durumu bakımından 6’sının “orta dallı”, 5’inin “çok dallı” gelişme gösterdiği, diken yoğunluğu açısından 8 genotipin “orta dikenli”, 3 genotipin “az dikenli” olduğu ve verimlilik durumu bakımından 4 genotipin “çok verimli”, 7 genotipin ise “orta verimli” olduğu belirlenmiştir. [Bektaş ve ark. \(2017\)](#), Malatya’nın Akçadağ ve Hekimhan ilçelerinden seçtikleri 40 alıç genotipinin habitusunun 6’sında “çalı”, 5’inde “ağaççık” ve geri kalan 29 genotipte “ağaç” formunda olduğunu, yine seçilen genotiplerin diken yoğunluğunun 8’inde “çok dikenli”, 5’inde “dikenli” ve 27’sinde “dikensiz” olduğunu rapor etmiştir. [Gerçekcioğlu ve ark. \(2022\)](#), Sivas ili Yıldızeli ve Şarkışla yöresinden seçtikleri alıç genotiplerinin diken yoğunluğunun tümünde “çok dikenli” bulunduğunu bildirmiştir.

Çizelge 4. İncelenen alıç genotiplerinin bazı morfolojik özellikleri

Türler	Genotip No	Habitusu	Dallanma Durumu	Diken Yoğunluğu	Verimlilik Durumu
<i>Crataegus pentagyna</i> Waldst. & Kit. ex Willd	04HMR04	Çalı	Çok dallı	Orta dikenli	Orta verimli
	04HMR23	Çalı	Orta dallı	Orta dikenli	Orta verimli
	04HMR28	Çalı	Orta dallı	Orta dikenli	Orta verimli
	04HMR37	Çalı	Orta dallı	Orta dikenli	Çok verimli
<i>Crataegus azarolus</i>	04HMR05	Çalı	Orta dallı	Az dikenli	Çok verimli
	04HMR08	Çalı	Orta dallı	Az dikenli	Orta verimli
	04HMR09	Çalı	Çok dallı	Az dikenli	Orta verimli
	04HMR14	Çalı	Çok dallı	Orta dikenli	Orta verimli
	04HMR15	Çalı	Çok dallı	Orta dikenli	Çok verimli
	04HMR18	Çalı	Orta dallı	Orta dikenli	Çok verimli
<i>Crataegus orientalis subsp. szovitsii</i> (Pojark.) K.I.Chr	04HMR40	Çalı	Çok dallı	Orta dikenli	Orta verimli

### 3.4. Tartılı derecelendirme sonuçları

İncelenen genotiplerin iki yıllık ortalama değerlere göre yapılan tartılı derecelendirme sonucunda aldıkları puanlar 500 ile 700 arasında değişmiştir. 6 genotip 600 üzeri, 5 genotip 500 üzeri puan almıştır (Çizelge 5). Ümitvar olarak seçilen 11 alıç genotipine ait meyve resimleri Şekil 1’ de verilmiştir.

Çizelge 5. Ümitvar seçilen 11 alıç genotipinin tartılı derecelendirme puanları

Puana göre sıralama		Genotip numarasına göre sıralama	
Genotip No	Puan	Genotip No	Puan
04 HMR8	700	04 HMR04	640
04 HMR15	670	04 HMR05	610
04 HMR23	670	04 HMR08	700
04 HMR04	640	04 HMR09	610
04 HMR05	610	04 HMR14	560
04 HMR09	610	04 HMR15	670
04 HMR14	560	04 HMR18	530
04 HMR18	530	04 HMR23	670
04 HMR28	530	04 HMR28	530
04 HMR37	500	04 HMR37	500
04 HMR 40	500	04 HMR 40	500



Şekil 1. Ümitvar alıç genotipleri.

#### 4. Sonuç

Bu çalışmada, Ağrı ilinin Hamur ilçesi alıç popülasyonunda yetişen 5 farklı tür (*C. monogyna* var. *lasiocarpa* (Lange) K.I.Chr, *C. azarolus*, *C. pentagyna* Waldst. & Kit. ex Willd, *C. azarolus* var.



*azarolus* ve *C. orientalis subsp. szovitsii* (Pojark.) K.I.Chr.) tespit edilmiştir. Tespit edilen türlere ait genotiplerin fenolojik, pomolojik ve bitkisel özellikleri incelenmiş ve 11 genotip ümitvar seçilmiştir. Ümitvar genotipler 6'sı *Crataegus azarolus*, 4 'ü *Crataegus pentagyna* Waldst. & Kit. ex Willd ve 1'i *Crataegus orientalis subsp. szovitsii* (Pojark.) K.I.Chr türüne ait genotiplerden seçilmiştir. *Crataegus monogyna* var. *lasiocarpa* (Lange) K.I.Chr ve *C. azarolus* var. *azarolus* türlerine ait genotiplerden ümitvar genotip ya da genotipler seçilmemiştir. Çalışma sonuçlarımız Türkiye'nin farklı yörelerinde az sayıda yürütülen benzer çalışmalarla kıyaslandığında elde edilen sonuçların literatür açısından kayda değer özelliklere sahip olduğu ön görülmektedir. Ülkemiz coğrafi konumu, göç yolları üzerinde bulunması ve farklı iklim türlerine sahip olması nedeniyle genetik çeşitlilik yönünden oldukça zengindir. Bununla birlikte son yıllarda artan hızlı sanayileşme, kentleşme, artan nüfus, çevre ve toprak kirliliği gibi sebeplerle değerli genetik kaynaklarımız gün geçtikçe azalmakta ve bazıları yok olma tehlikesiyle karşı karşıya kalmaktadır. Dünyada olduğu gibi Türkiye'de de çok sayıda alıç türü çeşitli bölgelerde dağılım göstermektedir. Bu bölgelerde yetişen alıç genotipleri kendilerine özgü bazı karakteristik özellikleri taşımaktadır. Bu bakımdan alıç türlerinin yayılım gösterdiği bölgelerde daha detaylı çalışmalar yapılması, üstün vasıflı genotiplerin tespit edilmesi ve insitu ya da exsitu şartlar altında korunması önem arz etmektedir.

## Kaynakça

- Ağaoğlu, Y. S., Çelik, H., Çelik, M., Fidan, Y., Gülşen, Y., Günay, A., ..., & Yanmaz, R. (2001). *Genel Bahçe Bitkileri*. Ankara: Ankara Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Eğitim, Araştırma ve Gelir Vakfı Yayınları.
- Ağlar, E., Sümbül, A., Karakaya, O., & Ozturk, B. (2020). Determination of the quality characteristics of naturally growing hawthorn in Suşehri. *Acta Scientiarum Polonorum Hortorum Cultus*, 19(1), 61-70. doi:10.24326/asphc.2020.1.6
- Akca, N., & Bostan, S. Z. (2022). Niksar'da (Tokat) doğal olarak yetişen alıç (*Crataegus* spp.) genotiplerinin seleksiyonu. *Türk Tarım ve Doğa Bilimleri Dergisi*, 9(3), 598-607. doi:10.30910/turkjans.1102463
- Aydemir, M. (2016). *Kahramanmaraş'taki doğal alıç (Crataegus spp.) populasyonlarında seleksiyon çalışması*. (Doktora Tezi), Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş.
- Balta, M., Karakaya, O., & Ekici, G. K. (2016). Çorum'da yetişen alıçların (*Crataegus* spp.) fiziksel özellikleri. *Ordu Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 5(2), 35-41.
- Batu, A., Çağlar, A., Emrem, Ö., & Çeliker, B. (2007). Alıç pekmezi üretimi. *Gıda Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 2, 45-51.
- Bektaş, M., Bükücü, Ş. B., Özcan, A., & Sütyemez, M. (2017). Akçadağ ve Hekimhan ilçelerinde yetişen alıç (*Crataegus* spp.) genotiplerinin bitki ve pomolojik özellikleri. *Türk Tarım ve Doğa Bilimleri Dergisi*, 4(4), 484-490.
- Browicz, K. (1972). *Crataegus* L. In P. H. Davis (Ed.), *Flora of Turkey and the East Aegean Islands* (pp. 133-147). Edinburgh: Edinburgh University Press.
- Demirayak, F. (2003). *Biyolojik çeşitlilik-koruma ve sürdürülebilir kalkınma*, TUBİTAK Vizyon, 30.
- Dönmez, A. A., & Dönmez, E. O. (2005). *Crataegus turcicus* (Rosaceae), a new species from NE Turkey. *Annales Botanici Fennici*, 42(1), 61-65.
- Gerçekcioğlu, R., Türkoğlu, E., & Aydemir, M. (2022). Sivas ili Yıldızeli ve Şarkışla yörelerinde doğal olarak yetişen alıç (*Crataegus* spp.) genotiplerinin seleksiyonu. *Meyve Bilimi*, 9(2), 61-67. doi:10.51532/meyve.1190366
- Gökbunar, L. (2007). *Alıç (Crataegus spp.)'in in vitro mikroçoğaltımı*. (Yüksek lisans tezi), Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş.
- Guo, T. J. & Jiao, P. J. (1995). Hawthorn (*Crataegus*) resources in China. *HortScience*, 30(6), 1132-1134.
- Gültekin, C. H. (2005). *Bozkırın Yalnız Ağaçları: Alıçlar*. Eğirdir Orman Fidanlığı. *Bilim Teknik*, Şubat (2005), 1-3,
- Güner, A., Aslan, S., Ekim, T., Vural, M., & Babaç, M. T. (2012). *Türkiye Bitkileri Listesi (Damarlı Bitkiler)*. İstanbul: Nezahat Gökyiğit Botanik Bahçesi ve Flora Araştırmaları Derneği.

- Kaman, S., Pehlivan, M., & Aslantaş, R. (2023, Temmuz). *Determination of pomological properties of naturally growing hawthornns in Iğdır region*. 1th International İzmir Congress on Life, Engineering, and Applied Sciences, İzmir, Türkiye.
- Karadeniz, T., & Kalkışım, Ö. (1996). Edremit ve Gevaş ilçelerinde yetişen aliç tiplerinin meyve özellikleri ve ümitvar tiplerin seçimi. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 6(1), 27-33.
- Koşar, B. (2017). *Akçadağ (Malatya) ilçesinde yetişen aliç genotiplerinin (Crataegus spp.) karakterizasyonu*. (Yüksek Lisans Tezi), Ordu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ordu.
- Nas, M. N. (2007). Prof. Dr. Mehmet Nuri Nas Kişisel Görüşü.
- Özbek, S. (1996). *Genel Meyvecilik*. Adana: Çukurova Üniversitesi Ziraat Fakültesi Ders Kitabı, No:31.
- Pamay, B. (1992). *Bitki Materyali-I: Ağaç ve Ağaççıklar*. İstanbul: Uycan.
- Pittler, M. H., Schmidt, K., & Ernst, E. (2003). Hawthorn extract for treating chronic heart failure: meta-analysis of randomized trials. *The American Journal of Medicine*, 114(8), 665-674. doi:10.1016/S0002-9343(03)00131-1
- Schmidt, U., Kuhn, U., Ploch, M., & Hübner, W. D. (1994). Efficacy of the Hawthorn (*Crataegus*) preparation LI 132 in 78 patients with chronic congestive heart failure defined as NYHA functional class II. *Phytomedicine*, 1(1), 17-24. doi:10.1016/S0944-7113(11)80018-8
- Smolinske, C. S. (2005). Herbal product contamination and toxicity. *Journal of Pharmacy Practice*, 18(3), 188-208. doi:10.1177/0897190005277217
- Türkoğlu, N., Kazankaya, A., & Şensoy, R. İ. (2005). Pomological characteristics of hawthorns species found in Van region. *Yuzuncu Yil University Journal of Agricultural Sciences*, 15(1), 17-21.
- Wichtl, M. (2004). *Herbal Drugs and Phytopharmaceuticals: A Handbook For Practice On A Scientific Basis*. CRC press.
- Yaviç, A., Taylan, A., Balcı, H., & Encu, T. (2016). Biochemical and pomological characteristics of hawthorn (*Crataegus* spp.) fruits grown in Şemdinli. *Yuzuncu Yil University Journal of Agricultural Sciences*, 26(4), 500-504. doi:10.29133/yyutbd.282735
- Yildiz, E., Sümbül, A., Yaman, M., Nadeem, M. A., Say, A., Baloch, F. S., & Popescu, G. C. (2023). Assessing the genetic diversity in hawthorn (*Crataegus* spp.) genotypes using morphological, phytochemical and molecular markers. *Genetic Resources and Crop Evolution*, 70(1), 135-146. doi:10.1007/s10722-022-01414-6



## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Derleme Makalesi

### Farklı Gıda Gruplarında Pirolizidin Alkaloidlerin Varlığı ve Yasal Regülasyonların İncelenmesi

Hazal GÜL\*, Emine NAKİLCİOĞLU, Semih ÖTLEŞ

Ege Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, 35040, İzmir, Türkiye  
Hazal GÜL, ORCID No: 0000-0001-6833-6668, Emine NAKİLCİOĞLU, ORCID No: 0000-0003-4334-2900,  
Semih ÖTLEŞ, ORCID No: 0000-0003-4571-8764

\*Sorumlu yazar e-posta: hazal.sarali@hotmail.com

#### Makale Bilgileri

Geliş: 09.10.2023  
Kabul: 18.01.2024  
Online Nisan 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1373577](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1373577)

#### Anahtar Kelimeler

Gıda,  
Pirolizidin alkaloid,  
Pirolizidin alkaloid N-oksit,  
Regülasyon

**Öz:** Son yıllarda yapılan çalışmalarda, birçok gıda ürünlerinde yüksek düzeyde pirolizidin alkaloidleri (PA) tespit edilmiş ve bunların gıda güvenliği açısından endişe verici bir sorun olduğu vurgulanmıştır. Bugüne kadar farklı gıda matrislerinde PA'ların oluşumuna ilişkin verilerin toplanmasının yanı sıra bu bileşiklerin düşük konsantrasyon seviyelerinin belirlenmesini sağlayan hassas analitik yöntemler geliştirilmiştir. PA'lar ve bunların N-oksitleri (PANO), ağırlıklı olarak bitkisel çaylarda, ballarda, gıda takviyelerinde ve baharatlarda bulunan toksik ikincil metabolitlerdir. PA'ların ve onların N-oksit türevlerinin gelişimsel toksisite sergilediği ve hepatotoksik, pnömotoksik ve kanserojen olduğu gösterilmiştir. Bu nedenle, bu bileşiklerin doğru bir şekilde tanımlanması ve miktarlarının belirlenmesi için uygun şekilde doğrulanabilen hassas ve seçici analitik yöntemlerin geliştirilmesi yoluyla gıdalardaki oluşumlarının kontrol edilmesi önemlidir. Söz konusu gıda güvenliği sorununu ele almak için bu alkaloidlerle kontamine olması muhtemel gıda ürünleri için maksimum konsantrasyon limitleri düzenlenmiştir. Bununla birlikte, söz konusu alkaloidlerin toplum tarafından tüketim limitlerinin güvenilir biçimde değerlendirilmesi amacıyla gıda işleme ve sezyeltme faktörleri ile ilgili araştırmalar devam etmektedir. Bu derlemede, PA'ların kimyasal yapısı, sınıflandırılması, toksisitesi, farklı gıda gruplarındaki oluşumu, kontaminasyon yolları ve regülasyonların incelenmesi gibi genel hususlara ilişkin bir bakış sunulmaktadır.

### Investigation of the Presence of Pyrrolizidine Alkaloids in Different Food Groups and Legal Regulations

#### Article Info

Received: 09.10.2023  
Accepted: 18.01.2024  
Online April 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1373577](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1373577)

#### Keywords

Food,  
Pyrrolizidinealkaloid,  
Pyrrolizidinealkaloid N-  
oxide,  
Regulation

**Abstract:** Recently, high levels of pyrrolizidine alkaloids (PAs) have been identified in many food products and highlighted as a food safety concern. Nowadays, precision analytical methods have been developed that allow the determination of the low pyrrolizidine alkaloids (PA) and their N-oxides (PANO) derivatives, which are toxic secondary metabolites found in mainly teas/herbal teas, honey, food supplements, and spices. PAs and their N-oxide derivatives have been shown to exhibit developmental toxicity and are hepatotoxic, pneumotoxic, and carcinogenic. Therefore, it is significant to control their formation in foods by improving precise and selective analytical methods, which can be appropriately validated to identify and quantify these compounds accurately. To address this food safety problem, maximum concentration limits have been set for foods likely to be contaminated with these alkaloids. However, research on food processing and dilution factors is ongoing to assess these alkaloids' public consumption limits reliably. The related review

provides an overview of the chemical composition, categorization, toxicity, formation in different food groups, contamination routes, and regulatory aspects of PAs.

## 1. Giriş

Son yıllarda, Gıda ve Yem Güvenliği Uyarıları (RASFF) portalında, farklı gıda gruplarında PA'ların ve bunların oksitlenmiş formlarının yüksek oranda bulunduğu dair bildirilen gıda uyarılarının sayısı önemli ölçüde artmıştır (RASFF, 2020). Bu doğal toksinlerin yüksek seviyelerde bulunması, önemli bir gıda güvenliği sorunu olarak vurgulanmıştır. PA'lar, bitkilerin otçullara ve böceklerle karşı bir savunma mekanizması olarak ürettikleri ikincil metabolitleridir. Bugüne kadar PA'lar (PANO'lar dahil) için 600'den fazla farklı yapı tanımlanmış ve çoğunlukla (yaklaşık %95) Asteraceae, Fabaceae, Boraginaceae, Orchidaceae ve Apocynaceae familyalarına ait olan 6000'den fazla bitki türünde tespit edilmiştir (EFSA, 2011). PA'ların alımı karaciğer hasarı ile ilişkilendirilmiş olup, özellikle karaciğer sirozu ve karaciğer yetmezliğine yol açabilen hepatikveno-oklüzif hastalığının (HVOD) başlıca nedenlerinden biri olarak kabul edilmektedir. Ayrıca, pulmoner hipertansiyon, kardiyak hipertrofi, böbreklerde dejeneratif hasarlar ve hatta ölüme neden olabilmektedir (Dusemund ve ark., 2018; Ma ve ark., 2018). PA ve PANO'lara uzun süreli maruz kalındığında genotoksik ve kanserojen etkiler meydana gelmektedir (Dusemund ve ark., 2018).

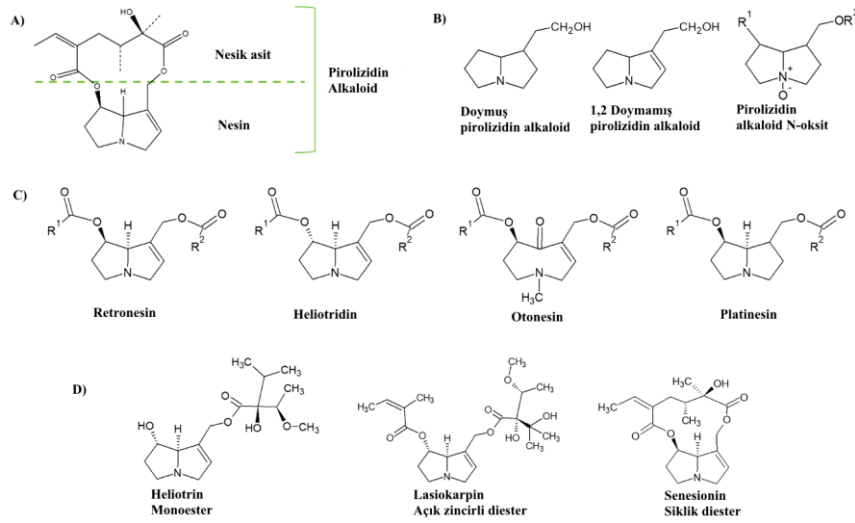
İnsanlarda PA'nın başlıca kaynağı PA üreten bitkilerle kontamine olmuş gıdaların tüketilmesidir. Bal, polen, bitkisel çaylar, gıda takviyeleri, baharatlar ve aromatik bitkiler, son yıllarda bildirilen gıda uyarılarına göre (RASFF, 2020), yüksek düzeyde PA'lar/PANO'larla kontamine olması muhtemel ana gıda maddeleridir. Bitkisel kaynaklı bu ürünlerin ana kontaminasyon kaynağının, PA içeren yabani otların birlikte hasat edilmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir (Kaltner ve ark., 2020; Schrenk ve ark., 2020). Bununla birlikte, son zamanlarda PA'ların/PANO'ların toprak yoluyla doğal transferi (Nowak ve ark., 2017; Selmar ve ark., 2019) veya üreticilerin ekonomik faydalar için taşıması (Picron ve ark., 2018) gibi başka kontaminasyon yolları öne sürülmektedir. Öte yandan, hayvanların PA üreten bitkilerle beslenmesinin sonucu olarak süt, et ve yumurta gibi hayvansal kökenli ürünlerde de PA'larla kontaminasyon tespit edilmiştir (Diaz ve ark., 2014; Huybrechts & Callebaut, 2015; Yoon ve ark., 2015; Chung & Lam, 2018; Mulder ve ark., 2018; Chen ve ark., 2021). Bu nedenle PA'ların/PANO'ların farklı gıda türlerinde yaygın olarak görülmesi ve insan sağlığı için potansiyel risk oluşturması gıda güvenliği sorunu olarak görülmektedir. Bu bileşiklerin çok düşük konsantrasyon seviyelerinde doğru bir şekilde tanımlanmasını ve miktarlarının belirlenmesini sağlayan hassas analitik yöntemler geliştirilmektedir. Ayrıca, oluşumları hakkındaki bilgileri genişletmek ve bu gıda güvenliği sorununu ele almak için çeşitli gıda matrislerindeki varlıkları değerlendirilmektedir (EFSA, 2016; EFSA, 2017).

Bu derlemenin amacı, farklı gıda gruplarındaki PA'ları değerlendiren bilimsel yayınların incelenmesinin yanı sıra, yasal regülasyonlar ve toksisite hakkında kısa veriler de dahil olmak üzere PA'nın kimyasal özellikleri hakkında önemli bilgileri özetlemektir. Bu bilgiler, PA'nın kontaminasyonu ve yüksek oranda tüketiminin en aza indirilmesi konusunda çözümler elde etmeye yönelik uygulamaların geliştirilmesine katkıda bulunabilir.

## 2. Piroлизidin Alkaloidlerinin Kimyası ve Toksisitesi

Tüm PA'lardaki ortak kimyasal yapı, iki yapısal bileşenden oluşan, 4. pozisyonda bir azot heteroatomuna sahip iki kaynaşmış pirol halkası içerir: nesin bazı (pirolizidinden türetilen amino-alkol) ve nesin asit (valin, treonin, lösin veya izolösin gibi dallı zincirli amino asitlerden türetilir) (Şekil 1a). Nesin bazının 1 ve 2 pozisyonları arasında bir çift bağın var olup olmamasına bağlı olarak iki ana PA grubu vardır; 1,2 doymamış PA'lar ve doymuş PA'lar (Şekil 1b). Benzer şekilde, nesin baz yapısına göre, 1,2-doymamış PA'lar retronesin-, heliotridin- ve otonesin-tipleri olarak sınıflandırılabilirken, platinesin-tipi doymuş PA'lara karşılık gelmektedir (Şekil 1c). Retronesin- ve heliotridin tipleri bisiklik halka gösterir ve aralarında 7. pozisyonda farklı oryantasyona sahip diastereomerler bulunurken, otonesin tipleri 8. pozisyonda oksitlenir ve monosiklik bir halka gösterir (Şekil 1c). Bu bileşiklerin hepatotoksik, pnömotoksik, genotoksik, karsinojenik olduğu ve gelişimsel

toksosite sergilediği gösterilmiştir. Bununla birlikte, PA'ların kendileri biyolojik ve toksikolojik olarak inaktifpro-toksinlerdir ve toksisite göstermek için metabolik olarak aktive edilmeleri gerekir. Sonuç olarak, hepsi toksik değildir. Bu anlamda, nesin bazındaki çift bağın varlığı bu bileşiklerin toksisitesini artırır; çünkü vücuda girdikten sonra, diğer sağlık sorunlarının yanı sıra hücresel etkilere yol açabilen ve hepatotoksosite gösterebilen oldukça reaktif pirol ara ürünlerine aktive olurlar. Buna karşılık, doymuş PA'lar, reaktif pirollele metabolik aktivasyona uğramazlar, bu nedenle genotoksik veya kanserojen olarak kabul edilmezler (EFSA, 2011; Dusemund ve ark., 2018). Ayrıca, bir veya her iki hidroksil grubunun esterleşmesine bağlı olarak, 1,2-doymamış PA'lar monoesterler, açık zincirli diesterler veya siklik diesterler olarak ortaya çıkabilir (Şekil 1d). Ayrıca, bu bileşikler N-oksit formunda veya tersiyer bazda (PANO'lar) olduklarında metabolit olarak da görülebilirler (Şekil 1b). Bununla birlikte, sadece retronsin ve heliotridin tipi PA'lar PANO üretebilir; çünkü ontinesin tipi PA'larda azottaki metilasyonları nedeniyle N-oksidasyonu gözlenmez (Moreira ve ark., 2018) (Şekil 1c). Buna göre, yapısal benzerliklerine ve botanik kökenlerine dayanarak, 1,2-doymamış PA'lar dört ana ailede sınıflandırılabilir (Picron ve ark., 2018), bunlar Çizelge 1'de gösterilmiştir.



Şekil 1. (a) Piroлизidin alkaloidlerinin ortak kimyasal yapısı, (b) piroлизidin alkaloidleri için farklı formlar (R1 ve R2 farklı nekik asitlere karşılık gelir), (c) neklin bazına göre piroлизidin alkaloid türleri ve (d) esterleşme türlerine göre farklı 1,2-piroлизidin alkaloidleri (Casado ve ark., 2022).

Çizelge 1. 1,2-doymamış piroлизidin alkaloidlerinin yapısal benzerliklerine ve botanik kökenlerine göre sınıflandırılması (Casado ve ark., 2022)

Familiya	Kimyasal yapısı	Piroлизidin alkaloidleri içeren	Botanik orijin
Heliotridin tipi	Açık zincirli monoesterler ve diesterler	Heliotrin, europin, lasiokarpin ve bunların N-oksitleri	<i>Boraginaceae</i>
Likopsamin tipi	Açık zincirli monoesterler ve diesterler	Eşhimidin, indicin, intermedin, likopsamine ve bunların N-oksitleri	<i>Boraginaceae</i> , <i>Asteraceae</i> ve <i>Apocynaceae</i>
Monokrotalin tipi	Makrosiklik diesterler	Monokrotalin, monokrotalin N-oksit ve trikodesmin	<i>Fabaceae</i>
Senesiyonin tipi	Makrosiklikdiesterler	Erusifoline, jakobin, retronsin, senesionin ve N-oksitleri	<i>Asteraceae</i> , <i>Fabaceae</i> ve <i>Jacobeae</i>

Piroлизidin alkaloidlerinin toksisitesi, metabolizması ve risk değerlendirmesi hakkında daha kapsamlı bir inceleme yapılmıştır (Dusemund ve ark., 2018; Xu ve ark., 2019; Schrenk ve ark., 2020). 1,2-doymamış PA'ların toksiko kinetiği ile ilgili olarak, oral alımlarından sonra gastrointestinal sistemde hızla emilirler. Daha sonra, metabolik olarak dönüştürülürler. Biyoaktivasyonları esas olarak karaciğerde gerçekleşir; bu organın söz konusu bileşiklerin toksisitesinden daha çok etkilenmesinin nedeni budur. Bununla birlikte, akciğerler ve böbrekler de zarar görebilmektedir (Moreira ve ark., 2018). Genel olarak, PA'ların metabolik aktivasyonu için üç ana yol vardır: (i) nesin bazları ve nesik asitlere yol açan hidroliz, (ii) nesin bazlarının karşılık gelen PANO'lara N-oksidasyonu ve (iii) oldukça

reaktif pirollerin (pirolik esterler veya dehidropirolizidin alkaloidler (DHPA)) oluşumuna yol açan oksidasyon. Hidroliz ve N-oksidasyon yolları PA'ların ve PANO'ların oluşumunu teşvik ederken, oksidasyon yolu reaktif pirollere dönüştürerek bu bileşiklerin yüksek toksisitesinden sorumlu olmaktadır (Dusemund ve ark., 2018; Moreira ve ark., 2018; Xu ve ark., 2019).

### 3. Pirolizidin Alkaloidleri Risk Yönetimi ve Bulgular

PA/PANO'nun potansiyel toksisite riskleri nedeniyle çaylarda (BfR, 2013; Bosi ve ark., 2013; Chung & Lam, 2017; Van Wyk ve ark., 2017), süt ve süt ürünlerinde (Hoogenboom ve ark., 2011; Van Wyk ve ark., 2017), yumurta (Mulder ve ark., 2016; Van Wyk ve ark., 2017) ve ballar (Mudge ve ark., 2015; Valese ve ark., 2016; Letsyo ve ark., 2017; Chung & Lam, 2018; Kowalczyk ve ark., 2018; Zhu ve ark., 2018) üzerinde çeşitli çalışmalar yapılmıştır. Bu bağlamda, 2007 yılında Avrupa Komisyonu'nun talebi üzerine Avrupa Gıda Güvenliği Otoritesi (EFSA), PA'yı hayvanların beslenmesinde istenmeyen maddeler olarak kabul eden ilk bilimsel görüşü yayınlamıştır (EFSA, 2007). EFSA, 2011 ve 2017 yıllarında da gıda ve yemlerde PA bulunmasına bağlı olarak insan ve hayvan sağlığına yönelik riskler (EFSA, 2011), bal, çay, bitkisel infüzyonlar ile gıda takviyelerinde PA bulunmasına bağlı olarak insan sağlığına yönelik riskler (EFSA, 2017) hakkında yeni bilimsel görüşler yayınlamıştır. EFSA'nın yanı sıra, Alman Federal Risk Değerlendirme Enstitüsü (BfR, Bundesinstitut für Risikobewertung) de gıdalarda ve gıda takviyelerinde PA varlığına ilişkin bilgilerin derlenmesine aktif olarak katkıda bulunmuştur. Batı ülkelerinde tüketilen kontamine olmuş çay ve balların PA intoksikasyonuna sebebiyet verebileceği gözlemlenmiştir (BfR, 2011 ve 2013).

Afrika, Pakistan, Afganistan ve Hindistan'da PA ile kontamine olmuş gıdaların tüketilmesi sonucu insan zehirlenmesi vakalarına ilişkin çok sayıda kayıt bulunmaktadır (Dusemund ve ark., 2018). İnsanların PA ile akut zehirlenmesi, genellikle PA ile kontamine olmuş tahıl ve unun sık tüketimi ile ilişkilidir (Stegelmeier ve ark., 2016).

EFSA tarafından bildirildiği üzere, Afganistan'da 7200 köy sakini *Heliotropium popovii* tohumlarıyla kontamine olmuş buğday ekmeği tüketiminden zehirlenmiştir. Tohumların yaklaşık 14.9 g/kg PA içerdiği ve bir yetişkinin günde yaklaşık 2 mg PA içeren en az 700 g un tükettiği tahmin edilmektedir. Bu durumda 60 kg'lık bir kişi için günde 0.023 mg PA/kg vücut ağırlığına maruz kaldığı hesaplanmıştır (EFSA, 2011). Hindistan'da *Crotalaria* türlerinin tohumlarıyla kontamine olmuş darının (*Panicummiliare*) tüketilmesiyle ortaya çıkan bir salgında, darıda yaklaşık 19 g/kg PA tespit edilmiştir. Buna istinaden günlük 400 g darı/yetişkin alımına dayanarak, 40 mg/gün'e kadar PA alımı tahmin edilmiştir (EFSA, 2011).

Zhu ve ark. (2017), PA türevi içeren DNA parçasının tekli ve çoklu dozlarını fareler üzerine uygulayarak PA türevi DNA eklenti oluşumu ve uzaklaştırılmasının doza bağlı tepkisi ve kinetiğini incelemiştir. Çalışmanın sonucunda çoklu doz uygulamasına ait tedavinin tekli doza oranla daha uzun sürdüğü görülmüştür. Bu durumda çoklu dozda PA alımlarının vücutta kalıcı olabileceğine dair bir öngörü sağlanmıştır. Dünya çapında iyi kurulmuş bir kayıt sisteminin bulunmaması, spesifik ve doğrulayıcı tanıların mevcut olmaması nedeniyle PA'nın neden olduğu diğer zehirlenme vakaları henüz tam olarak kaydedilememiştir. Bugüne kadar insanlarda PA içeren gıdaların (süt, çay, bal, propolis ve diğerleri) tüketiminden kaynaklanan kanser vakalarına ilişkin herhangi bir kayıt bulunmamaktadır. Potansiyel sağlık tehlikelerinin bir sonucu olarak, düzenleyici kuruluşlar bilim camiasında farklı yaklaşımlar aramakta ve özellikle düşük seviyeli maruziyetlerin kronik risklerine odaklanmaktadır (BfR, 2016; EFSA, 2017).

Tüm bu rapor ve belgelerle, diğer tavsiyelerin yanı sıra, nüfusun PA'lara ve PANO'lara maruz kalma seviyelerinin hala belirsiz olduğu sonucuna varılabilmektedir. Bu nedenle, bu kontaminantlara maruz kalma belirsizliğinin azaltılabilmesi için farklı gıdalarda PA'ların oluşumuna ilişkin verilerin toplanmaya devam edilmesine ihtiyaç bulunmaktadır. Son zamanlarda, 1881/2006 sayılı Tüzüğü (EC) tadil eden 2020/2040 sayılı Komisyon Tüzüğü (EU) ile bazı gıda maddelerindeki bu alkaloidlerin maksimum konsantrasyon seviyeleri yasalastırılmıştır. Bu limitler, 1 ile 1000 µg/kg arasında değişen farklı gıdalarda bulunabilecek maksimum toplam PA/PANO konsantrasyonunu ifade etmektedir (Çizelge 2) (The European Commission, 2023).

Çizelge 2. Farklı gıda ürünlerindeki pürolizidin alkaloidleri için maksimum konsantrasyon seviyeleri  
(The European Commission, 2023)

Gıda ürünleri	Maksimum konsantrasyon limiti (µg/kg)
Bitkisel infüzyonlar (kurutulmuş ürün)- Rooibos, Anason, Melisa, Papatya, Kekik, Nane, Limon mine çiçeđi ve özel karışımlar bu kurutulmuş bitkilerden oluşur.	400
Yukarıda yer almayan diđer bitkisel infüzyonlar (kurutulmuş ürün)	200
Çay ( <i>Camelliasinensis</i> ) ve aromalı çay ( <i>Camellia sinensis</i> ) (kurutulmuş ürün)	150
Çay ( <i>Camelliasinensis</i> ), aromalı çay ( <i>Camellia sinensis</i> ), bebekler ve çocuklar için bitkisel infüzyonlar (kuru)	75
Çay ( <i>Camelliasinensis</i> ), aromalı çay ( <i>Camelliasinensis</i> ) ve bebekler ve çocuklar için bitkisel infüzyonlar (sıvı)	1
Polen bazlı gıda takviyeleri, polen ve polen hariç olmak üzere ekstraktlar dahil bitkisel içerikli gıda takviyeleri ürünler	400
Polen bazlı gıda takviyeleri, polen ve polen ürünler	500
Kurutulmuş şifalı otlar	400
Hodan, selâmotu, mercanköşk ve kekik (kurutulmuş) ve sadece bunlardan oluşan karışımlar kurutulmuş otlar	1000
Hodan yaprakları (taze, dondurulmuş)	750
Kimyon tohumu (tohum baharatı)	400

Şu anda EFSA, intermedin, intermedin N-oksit, likopsamin, likopsamin N-oksit, senesionin, senesionin N-oksit, senesivernin, senesivernin-N-oksit, senesiphylline, senesiphylline-N-oksit, retrorsin, retrorsin-N-oksit, eşhimidin, eşhimidin-N-oksit, lasiokarpın, lasiokarpın-N-oksit ve senkirkin dahil olmak üzere gıda maddelerinde izlenmesi gereken 17 PA/PANO'dan oluşan bir set önermiştir (EFSA, 2017). Bu bileşikler, ilgili toksisiteleri ve gıdalarda sıkça bulunmaları nedeniyle seçilmiştir. Bununla birlikte, bazı gıdalarda bu bileşiklerin kayda değer bir şekilde bulunması nedeniyle, europine, heliotrin ve bunların N-oksitlerini de dahil ederek gıdalarda izlenen PA/PANO sayısı 17'den 21'e çıkarılmıştır (Picron ve ark., 2018; Picron, 2018).

Öte yandan, Avrupa'daki diđer belirli kurumlar da bu kontaminantların varlığını izlemek için kılavuzlar belirlemiştir. Almanya'da PA'lar 1992 yılından beri Federal İlaç Yönetmeliđi (Bundesgesundheitsamt, 1992) ile düzenlenmektedir. Bu yönetmeliđe göre, 1,2-doymamış PA'ların (PANO'lar dahil) toplam oral alım limiti, günde 1 µg PA/PANO'yu geçmemelidir. Ancak alım 6 haftadan uzun sürerse limit günde 0.1 µg PA/PANO'ya düşürülür. 2007 yılında, BfR multidisipliner bir komitesi, riskin hesaplanamadığı, bilimsel veri eksikliği nedeniyle maruziyet sınırlarının türetilmediđi, bileşiklerin kanserojenik veya mutajenik etkiler gösterdiđi durumlarda Avrupa Birliđi

tarafından önerilen "sıfır tolerans ilkesini" uygulamayı düşünmüştür (BfR, 2007). 2011 yılında PA'ların toplam maruziyetinin mümkün olduğunca düşük tutulması, günlük 0.007 µg/kg vücut ağırlığı alımının aşılması tavsiye edilmiştir (BfR, 2011). O zamandan beri BfR, tüketicilerin PA'lara toplam maruziyetini mümkün olduğunca düşük tutmayı ve piyasaya dağıtılmadan önce farklı gıda kaynaklarının (bitki çayları gibi) partilerindeki PA içeriğini kontrol etmeyi önermektedir.

İsviçre'de, fitofarmasötikler için Almanya'dakiyle aynı düzenlemeler uygulanmaktadır ve Avusturya'da bitkisel ilaçlar için yasal durum benzerdir. Avusturya'da sadece birkaç PA üreten bitki ve bunların preparatlarına izin verilmektedir ve bunlar ancak nihai ürünün PA içermediğini kanıtlayan güvenilir bir tespit yöntemi ile analiz edildikten sonra pazarlanabilmektedir (Merz & Schrenk, 2016).

Hollanda'da PA'ların sınırı bitkisel katı preparatlar için 1 µg/kg ve bitkisel sıvı ekstraktlar için 1 µg/L olarak belirlenirken; Hollanda Ulusal Halk Sağlığı ve Çevre Enstitüsü (RIVM) tarafından tolere edilebilir günlük alım miktarı 0.1 µg/kg vücut ağırlığı olarak önerilmiştir (Kräuterbeschluss, 2001; RIVM, 2005). Birleşik Krallık'ta (UK), Tüketici Ürünleri ve Çevredeki Kimyasalların Toksikitesi Komitesi (COT) günde 0.007 µg/kg vücut ağırlığına kadar olan PA dozlarının kanser riskini artırma ihtimalinin düşük olduğunu tespit etmiştir. Bununla birlikte COT, bal için 6.4 µg/kg'lık bir maksimum PAs limiti önermektedir (COT, 2008). Avrupa İlaç Ajansı da günlük maksimum 0.007 µg/kg vücut ağırlığı alımını önermektedir (EMA, 2016).

Avustralya ve Yeni Zelanda gibi Avrupa dışındaki diğer bölgelerde, PA'ların insan tüketimi, yalnızca kronik maruziyet senaryosunda bir risk olarak kabul edilmektedir. Bu ülkelerde tolere edilebilir günlük alım miktarı 1 µg/kg vücut ağırlığı olarak önerilmektedir (ANZFA, 2001).

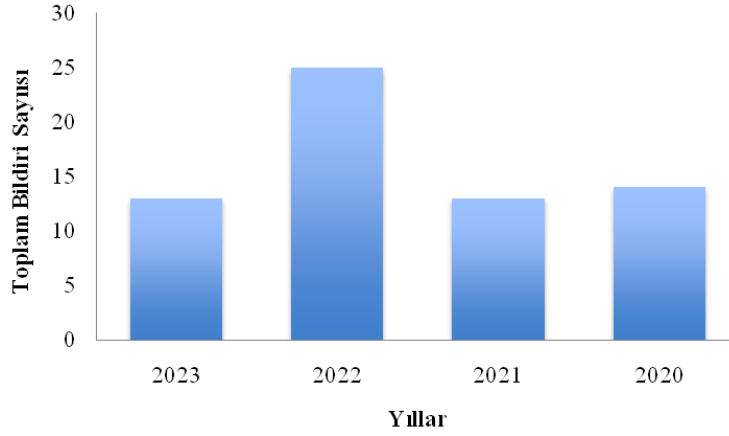
#### 4. Farklı Gıda Gruplarındaki Piroлизidin Alkaloidlerin İncelenmesi

Son yıllarda farklı gıda gruplarında PA/PANO'ların belirlendiği çalışmalar Çizelge 3'te özetlenmiştir. PA/PANO'ların oluşumu bal, tahıllar, unlar, salatalar, çaylar, bitkisel çaylar, baharatlar, aromatik bitkiler, süt ve süt ürünleri, yumurta, et ve et ürünleri ile gıda takviyeleri, içecekler ve atıştırmalıklar dahil olmak üzere hem bitkisel hem de hayvansal kaynaklı ürünlerde değerlendirilmiştir. Hayvansal kaynaklı ürünlerde PA'ların kontaminasyonuna sık rastlanmadığı görülmüştür. Hayvanların beslendiği yem alanlarında veya yemlerde PA içeren bitkiler bulunabilmektedir. Bu kontaminantlar hayvanlar tarafından tüketildiklerinde hayvansal kaynaklı ürünlere de aktarılabilmektedir (EFSA, 2011). PA'ların yumurta ve ette tespit edilmesi ile bu olgu doğrulanmaktadır (Edgar & Smith, 2000; Hoogenboom ve ark., 2011; Diaz ve ark., 2014; Mulder ve ark., 2016; Colegate ve ark., 2018).

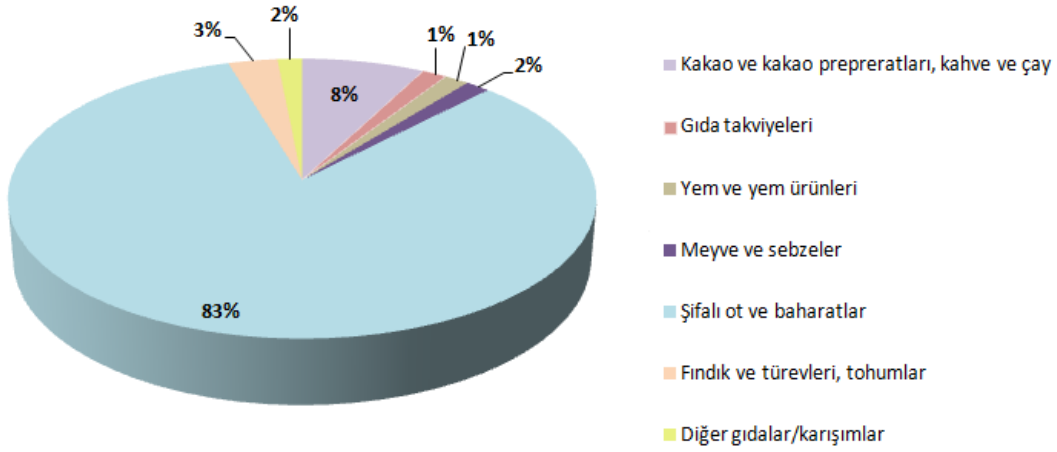
Mulder ve ark. (2018) Avrupa pazarında bir analiz gerçekleştirmiş ve analiz edilen süt örneklerinin %6'sının (182 örnekten 11'i) ve yumurta örneklerinin %1'inin (205 örnekten 2'si) PA'larla kontamine olduğunu ortaya koymuştur. Bununla birlikte, bulunan PA seviyeleri nispeten çok düşük bulunmuş ve analiz edilen et ve et ürünlerinde PA tespit edilememiştir. Öte yandan, Belçika'da yapılan bir piyasa araştırmasında, süt ve süt ürünlerinin yanı sıra et ürünlerinde de PA'ların varlığı tespit edilmiştir. Analiz edilen örnekler arasında karaciğer ve ördek eti bazlı ürünlerin diğer et ürünlerine kıyasla PA kontaminasyonunun daha fazla olduğu tespit edilmiştir (Picron, 2019).

Bitki kaynaklı ürünlerde PA'lar yaygın olarak tespit edilmektedir. Bu doğrultuda EFSA, bal, çay, bitkisel çaylar ve gıda takviyelerini yüksek düzeyde PA/PANO ile kontamine olması muhtemel gıda maddeleri olarak tanımlamıştır (EFSA, 2017). Yapılan bir çalışmada, analiz edilen (bitkisel) çayların %91'inin ve gıda takviyelerinin %60'ının ölçülebilir miktarlarda en az bir bireysel PA içerdiği belirtilmiştir (Mulder ve ark., 2018). 2012 yılından bu yana, RASFF portalında gıda ürünlerinde PA'ların/PANO'ların varlığıyla ilgili olarak bildirilen gıda uyarıları çoğunlukla bitkisel gıda takviyeleri, polen, bal ve (bitkisel) çaylar için yapılmıştır (RASFF, 2023) (Şekil 2b). Bununla birlikte, son dört yılda RASFF bildiri sayısı artarken (Şekil 2a), özellikle 2022-2023 yılları detaylı olarak incelendiğinde bu bildirimlerin baharatlar ve aromatik bitkiler üzerinde yoğunlaştığı görülmüştür (Şekil 2b). Özellikle şifalı ot grubuna giren kekiğin sahip olduğu yüksek PA miktarları için yapılan uyarıların sayısı yıllar içerisinde artış göstermiştir (RASFF, 2023). Bununla birlikte, şu anda, baharatlarda ve aromatik bitkilerde PA/PANO'ların tespitine odaklanan çalışmalar literatürde diğer gıda matrislerine göre daha azdır (Cramer ve ark., 2013; Kapp, 2017; Picron ve ark., 2018; Izgara ve ark. 2020; Kaltner ve ark., 2020). Çizelge 3, 2011 yılından bu yana farklı gıda ürünlerinde PA/PANO'ların ortaya çıkmasıyla ilgili olarak yayımlanan gıda uyarılarının ayrıntılı bir açıklamasını göstermektedir.





Şekil 2a. 2020'den 2023'e pırolizidin alkaloidlerinin ortaya çıkmasıyla ilgili gıda uyarılarının sayısının gelişimi (RASFF, 2023).



Şekil 2b. Gıda uyarılarının kontamine olan gıda maddesine göre dağılımı (RASFF, 2023).

Bitkisel kaynaklı bu ürünlerin PA/PANO'larla kontaminasyonunun, hasat sırasında yabancı otların veya PA üreten bitkilerden gelen yabancı maddelerin dahil edilmesinden kaynaklandığı varsayılmaktadır (Kaltner ve ark., 2020). Bununla birlikte, PA/PANO'ların toprak yoluyla yatay doğal transferini içeren alternatif kontaminasyon yolları da son zamanlarda çeşitli çalışmalarda önerilmektedir (Nowak ve ark., 2016, 2017; Selmar ve ark., 2019). PA'lar ölü ve çürüyen bitki materyallerinden toprağa sızarak alıcı bitkiler (PA üretmeyen bitkiler) tarafından alınabilir (Nowak ve ark., 2017; Selmar ve ark., 2019). PA içermeyen bitkilerin (nane ve papatya) kuru *Senecio* spp. yapraklarıyla (PA üreten bir bitki) elleçlenmesiyle yapılan ön çalışmalar, PA'ların toprak yoluyla alımını doğrulamaktadır (Nowak ve ark., 2017). Bununla birlikte, toprak yoluyla doğal transferin yakınlarda büyüyen canlı bitkiler arasında da gerçekleşebileceği doğrulanmıştır (Selmar ve ark., 2019). Buna göre, Selmar ve ark. (2019), PA üreten bir bitki olan kanarya otu (*Senecio jacobaea*) ile PA içermeyen bir bitki olan maydanozu aynı saksıda birlikte yetiştirmiştir. *Senecio* donör bitkisi tarafından sentezlenen PA'ların maydanoz bitkisine aktarıldığı gözlemlenmiştir. PA transferinin her iki bitkinin yapraklarının doğrudan teması ile gerçekleşip gerçekleşmeyeceğini değerlendirmek amacıyla, yapraklar arasındaki teması önlemek için plastik muhafazalar kullanılarak ek bir deney yapılmıştır. Alıcı bitkiye aktarılan PA miktarının, plastik muhafazalar varken ve yokken benzer olduğu, bu nedenle yapraktan yaprağa doğrudan bir transferin göz ardı edilebileceği saptanmıştır (Selmar ve ark.,

2019). Bu deneylerle, PA'ların donörden alıcı bitkilere aktarımının, doğrudan yapraktan yaprağa veya kökten köke aktarımı göz ardı edilerek, toprak yoluyla bir alımı içerdiği de doğrulanmıştır.

Bal örneklerinde PA/PANO'larla kontaminasyon, genellikle PA üreten bitkilerden polen ve nektar toplayan arıların nektara polen bırakması yoluyla meydana gelmektedir (Kempf ve ark., 2011). Arıların üretim sırasında bala kazara veya kasıtlı olarak polen de katabilirler (Ma ve ark., 2018; Colegate ve ark., 2018). Birçok ülkede arıların bal üretiminde düzenli olarak bazı PA üreten bitkileri kullanmaktadır (Colegate ve ark., 2018; Moreira ve ark., 2018). Bu nedenle, balın PA/PANO'larla kontaminasyonunu azaltmaya yardımcı olabilecek önleyici bir tedbir, arı kovanlarının yerleştirileceği yerlerin dikkatlice seçilmesi ve arıların için çekici olabilecek PA üreten bitkiler hakkında bilgi edinilmesi gibi iyi arıcılık uygulamalarının başlatılması olabilir. Bal örneklerinde bu alkaloidlerin ortaya çıkmasından sorumlu ana bitkilerin *Echium* spp., *Senecios* pp., *Eupatorium* spp. ve *Borago* spp. olduğu belirtilmiştir. Sonuç olarak, senesinin, echimidin ve likopsamin arı kovanı ürünlerinde ve türevlerinde yaygın olarak bulunan PA'lardır (Kempf ve ark., 2011; Moreira ve ark., 2018). Bu alkaloidlerin oluşumu coğrafi köken tarafından da doğrudan etkilenmektedir. Örneğin, Picron ve ark. (2020) tarafından yürütülen Belçika pazar araştırmasında, PA'ların kontaminasyonu hem yabancı hem de Belçika bal örneklerinde değerlendirilmiştir. Analiz edilen yabancı örneklerin %90'nının kontamine olduğu ve bu kontamine örneklerin İspanya, Fransa, Yunanistan ve Türkiye gibi Akdeniz ülkelerine ait olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca Latin Amerika menşeli ballar da çalışmaya dahil edilmiştir. Bu örneklerde, likopsamin, intermedin, eşimidin ve heliotrin oluşumu vurgulanmıştır. Belçika menşeli bal örnekleri daha az kontamine olmuş (analiz edilen örneklerin %67'si) ve yabancı ballardan farklı bir kontaminasyon profili sergilemiştir. Çünkü örneklerde bulunan baskın PA'lar senesinin tipine aittir. Bu kontaminasyon modeli, *Senecio vulgaris* gibi *Senecio* türlerinin bolca bulunduğu Belçika florası ile tutarlıdır (Picron ve ark., 2020). Diğer yazarlar da İspanya, Avustralya, Yeni Zelanda, Kuzey Amerika, İrlanda, İsviçre ve Çin gibi belirli coğrafi bölgelerden gelen balları değerlendirmiştir (Orantes-Bermejo ve ark., 2013; Kast ve ark., 2014; Mudge ve ark., 2015; Griffin ve ark., 2015). Genel olarak, ekimidin ve likopsamin tüm bu örneklerde bulunan ana PA'lardır. Bununla birlikte, diğer bölgelerdeki ballarda hiç tespit edilemeyen bir PA olan monokrotalin (*Crotalaria* spp.'den), Çin'den gelen kontamine ballarda baskın olduğu görülmüştür (He ve ark., 2020).

Bal dışında, gıda takviyesi olarak kullanılan diğer arı kovanı ürünleri (polen, propolis ve arı sütü) ve bal bazlı ürünler (atıştırmalıklar, şekerler ve bebek mamaları), bu alkaloidlerle kontaminasyon derecelerini değerlendirmek için analiz edilmiştir (Kempf ve ark., 2011; Mulder ve ark., 2015; Mulder ve ark., 2018; Picron ve ark., 2020). Yapılan çalışmalarda sonuçlar incelendiğinde, analiz edilen bal bazlı gıda takviyelerinin %66-91'inin PA/PANO'lar ile kontamine olduğu görülmektedir. Polen ürünleri, propolis ve arı sütünde bulunan seviyelere kıyasla en yüksek kontaminasyona sahip ürünlerdir (Kempf ve ark., 2011; Mulder ve ark., 2015; Mulder ve ark., 2018; Picron ve ark., 2020). Polen için tespit edilen konsantrasyon seviyeleri ortalama 555-576 µg/kg değerlerine sahipken, diğer gıda takviyeleri (propolis ve arı sütü) için değerler 0.6-15.5 µg/kg arasındadır. Mulder ve ark. (2018) analiz edilen gıda takviyelerinin %9'unun yüksek değerlerle kontamine olduğunu tespit ederken, Picron ve ark. (2020), analiz ettiği 5 polen örneğinden birinin 1672 µg/kg'a kadar kontamine olduğunu tespit etmiştir. Likopsamin tipi bileşikler, ekimidin, likopsamin, intermedin ve bunların N-oksit formları bu örneklerde bulunan baskın alkaloidlerdir (Mulder ve ark., 2018; Picron ve ark., 2020).

Öte yandan, atıştırmalıklar ve şekerler gibi bal bazlı ürünlerin kontaminasyonu, bal bazlı gıda takviyelerinden daha azdır ve pozitif örnekler, yalnızca düşük seviyelerde PA'larla kontamine olmuştur (Kempf ve ark., 2011; Orantes-Bermejo ve ark., 2013). Kempf ve ark. (2011), diğer bal bazlı gıda maddelerinin yanı sıra 10 şekerleme, 7 güçlendirici bar ve tahıl, 5 meşrubat, 3 bebek maması ve 3 yenilebilir jöle örneğini analiz etmiştir. Bu ürünlerden sadece 2 şekerlemede 10 adet ve 40 ng/g konsantrasyon seviyesinde PA'lar bulunmuştur. Picron ve ark. (2020), 39 bal bazlı atıştırmalık (kahvaltılık tahıllar, tahıl barları ve zencefilli çörekler dahil) ve 13 şekerli değerlendirmiştir. Atıştırmalıkların sadece üçte biri kontamine olmuş ve tahıl barlarından hiçbirinde PA tespit edilmemiştir. Atıştırmalık örneklerinde bulunan maksimum kontaminasyon seviyesi 0,36 ng/g'dır. Likopsamin tipi PA'lar kontamine kahvaltılık gevrek örneklerinde baskınken, heliotrin tipi bileşikler zencefilli çörek örneklerinde yüksek miktarda bulunmuştur. Şekerleme örneklerinin %46'sında PA kontaminasyonu tespit edilmemiştir. Tespit edilen maksimum konsantrasyon Akdeniz balı bazlı bir şekerlemede 7,61 ng/g olup, daha önce Akdeniz balları için tanımlanan kontaminasyon profiline uyan ekimidin (6,47 ng/g) içerdiği vurgulanmaktadır (Picron ve ark., 2020)

Tahıllar ve salatalar gibi diğer bitkisel kaynaklı ürünlerin kontaminasyonu da değerlendirilmiştir. Tahıl ürünlerinde yabancı otların ve yabancı tohumların varlığını önlemek için daha sıkı tarım kontrol uygulamaları olduğundan, tahıllarda PA/PANO'ların oluşumu daha sınırlıdır (Edgar ve ark., 2015). Bu alkaloidler buğday, un ve diğer tahıl bazlı ürünlerde düşük seviyelerde tespit edilmiştir. Bu da değerlendirilmesi ve ele alınması gereken yavaş kronik toksisite etkisine sahip olduğunu göstermektedir (Edgar ve ark., 2015; Colegate ve ark. 2018; Letsyo ve ark., 2021; Azadbakht & Talavaki, 2022). Salatalarla ilgili olarak, salatalar için kullanılan yenilebilir bitkilerin PA ürettiği bilinmemektedir. Bazı PA üreten bitkilerin yaprakları (özellikle *Senecio vulgaris*) diğer salata bitkilerinin yapraklarına benzer bir görünüme sahiptir ve bu da karışıklığa yol açabilir. Picron ve ark. (2018) önceden paketlenmiş 17 salata örneğini analiz etmiştir. Örneklerin %70'i, 0.1 ng/g'den daha az PA/PANO ile kontamine olmuş; ancak 3 örnek 2.59, 5.20 ve 10.47 ng/g seviyelerinde bulunmuştur. Bulunan PA'lar yalnızca senesinin tipindedir. Örneklerin hiçbirinin etiketinde PA içeren bitki yazmamasına rağmen PA tespit edilmesi, bu kontaminasyonun hasat veya çapraz kontaminasyondan kaynaklandığını göstermektedir.

Çizelge 3. Bazı gıda örneklerinde bulunan pirolizidin alkaloidlerinin konsantrasyon seviyeleri

Gıda matriksi	Toplam PA/PANO sayısı	Toplam PA miktarı	Kaynakça
Süt	21	9.71 µg/L	Hoogenboom ve ark. (2011)
Bal	17	1–1087 µg/kg	Dübecke ve ark. (2011)
Bal	16	0–13019 µg/kg	Kempf ve ark. (2011)
Bal, polen ve bal bazlı ürünler (bal likörü, şekerleme, rezene balı, alkolsüz içecekler, enerji barları, tahıllar, jöleli bebek mamaları, meyve sosu)	6	10 µg/kg	Kempf ve ark. (2011)
Bal	2	2.0/6.0 µgretrotronecine eşdeğerleri/kg	Cramer & Beuerle (2012)
Bal ve bal likörü	7	50 ng/g	Griffin ve ark. (2013)
Bal	11	0.0134 - 0.0305/ 0.0446–0.1018 µg/ mL	Orantes-Bermejo ve ark. (2013)
Bal	17	1–3 µg/kg	Diaz ve ark. (2014)
Yumurta	2	2 ng/g	Vaclavik ve ark. (2014)
Bitkisel gıda takviyesi	11	≤10/≤50 - 2500 µg/ kg	Martinello ve ark. (2014)
Bal	9	0.021–1.39/ 0.081–4.35 µg/kg	Griffin ve ark. (2014)
Bitki çayı	14	0.4 - 1.9/1.3–6.3 µg/ kg	Bodi ve ark. (2014)
Bal ve bitki çayı	17	0.06–2.0/0.18–6.4 µg/kg	Izcara ve ark. (2020)
Kekik	21	0.1–7.5/0.5–25.0 µg/ kg	Kaczyński & Łozowicka (2020)
Şifalı otlar	30	<0.1–2.6/- µg/kg	

## 5. Sonuç

Pirolizidin alkaloidleri, çaylar, bitki çayları, bal ve arı ürünlerinde, gıda takviyelerinde, aromatik bitkilerde ve baharatlarda bulunan, son yıllarda toksik özelliği ile bilinen bir kontaminanttır. Ballarda bu durumun diğer gıda ürünlerine göre daha önce tespit edilmesi ile yapılan birçok çalışma mevcuttur. Bildirilen gıda güvenliği uyarıları incelendiğinde, son üç yıl içerisinde özellikle aromatik bitkiler ve baharatlarda söz konusu kontaminant değeri oldukça yüksektir. Birçok ilaç ve gıda takviyesinin bir bileşeni olan bu grup, PA'nın direkt olarak vücuda alınmasında yüksek maruziyet yaratmaktadır. Yapılan çalışmalar incelendiğinde hasat sırasında dikkat edilmesi gereken konular belirlenirken PA'ların degradasyonu hakkındaki veriler sınırlıdır. Kasıtlı olmadan meydana gelen kontaminasyonlar nedeniyle tüm gıda gruplarındaki ürünlerin imhası sürdürülebilirlik açısından olumsuz etki yaratacaktır. Bu nedenle, yeşil çevrenin korunması kapsamında insan ve hayvan sağlığı göz önüne alınarak PA/PANO'ların degradasyon koşulları ve dönüşüm mekanizması hakkında daha fazla çalışmaya ihtiyaç duyulmaktadır.

## Kaynakça

- ANZFA. (2001). Pyrrolizidine alkaloids in food. *A toxicological review and risk assessment*. <https://www.foodstandards.gov.au/sites/default/files/publications/Documents/TR2.pdf> Erişim tarihi: 23.02.2021.
- Azadbakht, M., & Talavaki, M. (2022). Qualitative and quantitative determination of pyrrolizidine alkaloids of wheat and flour contaminated with Senecio in Mazandaran Province farms. *Iranian Journal of Pharmaceutical Research*, 2, 179-183. doi:10.22037/ijpr.2010.50
- BfR. (2007). Nulltoleranzen in lebens- und futtermitteln. Positionspapier des BfR vom 12. [https://mobil.bfr.bund.de/cm/343/nulltoleranzen\\_in\\_lebens\\_und\\_futtermitteln.pdf](https://mobil.bfr.bund.de/cm/343/nulltoleranzen_in_lebens_und_futtermitteln.pdf) Erişim tarihi: 23.02.2021.
- BfR. (2011, Ağustos). Chemical analysis and toxicity of pyrrolizidine alkaloids and assessment of the health risks posed by their occurrence in honey, BfR opinion No. 038/2011.
- BfR. (2013, Temmuz). Pyrrolizidine alkaloids in herbal teas and teas, BfR Opinion No. 018/2013.
- BfR. (2016, Eylül). Pyrrolizidinealkaloids: Levels in foods should continue to be kept as low as possible. BfR Opinion No 030/2016. <https://mobil.bfr.bund.de/cm/349/pyrrolizidine-alkaloids-levels-in-foods-should-continue-to-be-kept-as-low-as-possible.pdf> Erişim tarihi: 23.02.2021.
- Bodi, D., Ronczka, S., Gottschalk, C., Behr, N., Skibba, A., Wagner, M., & These, A. (2014). Determination of pyrrolizidine alkaloids in tea, herbal drugs and honey. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 31, 1886-1895. doi:10.1080/19440049.2014.964337
- Bosi, C. F., Rosa, D. W., Grougnet, R., Lemonakis, N., Halabalaki, M., Skaltsounis, A. L., & Biavatti, M. W. (2013). Pyrrolizidine alkaloids in medicinal tea of *Ageratum conyzoides*. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 23, 425-432. doi:10.1590/S0102-695X2013005000028
- Casado, N., Morante-Zarcelo, S., & Sierra, I. (2022). The concerning food safety issue of pyrrolizidine alkaloids: An overview. *Trends in Food Science & Technology*, 120, 123-139. doi:10.1016/j.tifs.2022.01.007
- Chen, Y., Li, L., Xiong, F., Xie, Y., Xiong, A., Wang, Z., & Yang, L. (2021). Rapid identification and determination of pyrrolizidine alkaloids in herbal and food samples via direct analysis in real-time mass spectrometry. *Food Chemistry*, 334, 127472. doi: 10.1016/j.foodchem.2020.127472
- Chung, S. W., & Lam, A. C. (2017). Investigation of pyrrolizidine alkaloids including their respective N-oxides in selected food products available in Hong Kong by liquid chromatography electrospray ionisation mass spectrometry. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 34, 1184-1192. doi:10.1080/19440049.2017.1319579
- Chung, S. W., & Lam, C. H. (2018). Development of an analytical method for analyzing pyrrolizidine alkaloids in different groups of food by UPLC-MS/MS. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 66, 3009-3018. doi:10.1021/acs.jafc.7b06118
- Colegate, S. M., Upton, R., Gardner, D. R., Panter, K. E., & Betz, J. M. (2018). Potentially toxic pyrrolizidine alkaloids in *Eupatorium perfoliatum* and three related species. Implications for herbal use as boneset. *Phytochemical Analysis*, 29, 613-626. doi:10.1002/pca.2775

- COT. (Committee in Toxicity of Chemicals in Food, Consumer, Products and the Environment). (2008). Statement on pyrrolizidine alkaloids in food. <https://cot.food.gov.uk/sites/default/files/cot/cotstatementpa200806.pdf> Erişim tarihi: 23.02.2021.
- Cramer, L., & Beuerle, T. (2012). Detection and quantification of pyrrolizidine alkaloids in antibacterial medical honeys. *Planta Medica*, 78, 1976-1982. doi:10.1055/s-0032-1327900
- Cramer, L., Schiebel, H. M., Ernst, L., & Beuerle, T. (2013). Pyrrolizidine alkaloids in the food chain: development, validation, and application of a new HPLC-ESI-MS/MS sum parameter method. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61, 11382-11391. doi:10.1021/jf403647u
- Diaz, G. J., Almeida, L. X., & Gardner, D. R. (2014). Effects of dietary *Crotalaria pallida* seeds on the health and performance of laying hens and evaluation of residues in eggs. *Research in Veterinary Science*, 97, 297-303. doi:10.1016/j.rvsc.2014.06.011
- Dusemund, B., Nowak, N., Sommerfeld, C., Lindtner, O., Schäfer, B., & Lampen, A. (2018). Risk assessment of pyrrolizidine alkaloids in food of plant and animal origin. *Food and Chemical Toxicology*, 115, 63-72. doi:10.1016/j.fct.2018.03.005
- Dübecke, A., Beckh, G., & Lüllmann, C. (2011). Pyrrolizidine alkaloids in honey and bee pollen. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 28, 348-358. doi:10.1080/19440049.2010.541594
- Edgar, J. A., & Smith, L. W. (2000). Transfer of pyrrolizidine alkaloids into eggs: Food safety implications. In A. T. Tu, & W. Gaffield (Eds.), *Natural and Selected Synthetic Toxins*, 745, 118-128. doi:10.1021/bk-2000-0745.ch008
- Edgar, J. A., Molyneux, R. J., & Colegate, S. M. (2015). Pyrrolizidine alkaloids: potential role in the etiology of cancers, pulmonary hypertension, congenital anomalies, and liver disease. *Chemical Research in Toxicology*, 28, 4-20. doi:10.1021/tx500403t
- EFSA. (2007). Panel on Contaminants in the Food Chain (CONTAM). Opinion of the scientific panel on contaminants in the food chain on a request from the european commission related to pyrrolizidine alkaloids as undesirable substances in animal feed. *The EFSA Journal*, 447, 1-51. doi:10.2903/j.efsa.2007.447
- EFSA. (2011). Scientific Opinion on Pyrrolizidine alkaloids in food and feed. *EFSA Journal*, 9, 1-134. doi:10.2903/j.efsa.2011.2406
- EFSA. (2016). Dietary exposure assessment to pyrrolizidine alkaloids in the European population. *EFSA Journal*, 14, 4572. doi:10.2903/j.efsa.2016.4572
- EFSA. (2017). Risks for human health related to the presence of pyrrolizidine alkaloids in honey, tea, herbal infusion and food supplements. *EFSA Journal*, 15, 4908. doi:10.2903/j.efsa.2017.4908
- EMA-European Medicines Agency. (2016). Public Statement on Contamination of herbal medicinal products/traditional herbal medicinal products with pyrrolizidine alkaloids – transitional recommendations for risk management and quality control. [https://www.ema.europa.eu/en/documents/public-statement/public-statement-contamination-herbal-medicinal-products/traditional-herbal-medicinal-products-pyrrolizidine-alkaloids\\_en.pdf](https://www.ema.europa.eu/en/documents/public-statement/public-statement-contamination-herbal-medicinal-products/traditional-herbal-medicinal-products-pyrrolizidine-alkaloids_en.pdf) Erişim tarihi: 23.02.2021.
- Griffin, C. T., Danaher, M., Elliott, C. T., Kennedy, D. G., & Furey, A. (2013). Detection of pyrrolizidine alkaloids in commercial honey using liquid chromatography-ion trap mass spectrometry. *Food Chemistry*, 136, 1577-1583. doi:10.1016/j.foodchem.2012.02.112
- Griffin, C. T., Gosetto, F., Danaher, M., Sabatini, S., & Furey, A. (2014). Investigation of targeted pyrrolizidine alkaloids in traditional Chinese medicines and selected herbal teas sourced in Ireland using LC-ESI-MS/MS. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 31, 940-961. doi:10.1080/19440049.2014.900193
- Griffin, C. T., O'Mahony, J., Danaher, M., & Furey, A. (2015). Liquid chromatography tandem mass spectrometry detection of targeted pyrrolizidine alkaloids in honeys purchased within Ireland. *Food Analytical Methods*, 8, 18-31. doi:10.1007/s12161-014-9855-1
- He, Y., Zhu, L., Ma, J., Wong, L., Zhao, Z., Ye, Y., & Lin, G. (2020). Comprehensive investigation and risk study on pyrrolizidine alkaloid contamination in Chinese retail honey. *Environmental Pollution*, 267, 115542. doi:10.1016/j.envpol.2020.115542
- Hoogenboom, L. A. P., Mulder, P. P., Zeilmaker, M. J., Van den Top, H. J., Rimmelink, G. J., Brandon, E. F., & Van Egmond, H. P. (2011). Carry-over of pyrrolizidine alkaloids from feed

- to milk in dairy cows. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 28, 359-372. doi:10.1080/19440049.2010.547521
- Huybrechts, B., & Callebaut, A. (2015). Pyrrolizidine alkaloids in food and feed on the Belgian market. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 32, 1939-1951. doi:10.1080/19440049.2015.1086821
- Izcara, S., Casado, N., Morante-Zarcelo, S., & Sierra, I. (2020). A miniaturized QuEChERS method combined with ultrahigh liquid chromatography coupled to tandem mass spectrometry for the analysis of pyrrolizidine alkaloids in oregano samples. *Foods*, 9, 1319. doi:10.3390/foods9091319
- Kaczyński, P., & Łozowicka, B. (2020). A novel approach for fast and simple determination pyrrolizidine alkaloids in herbs by ultrasound-assisted dispersive solid phase extraction method coupled to liquid chromatography–tandem mass spectrometry. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 187, 113351. doi:10.1016/j.jpba.2020.113351
- Kaltner, F., Rychlik, M., Gareis, M., & Gottschalk, C. (2020). Occurrence and risk assessment of pyrrolizidine alkaloids in spices and culinary herbs from various geographical origins. *Toxins*, 12, 155. doi:10.3390/toxins12030155
- Kapp, T. (2017). Pyrrolizidine Alkaloids in Culinary Herbs Take Caution with Borage-Containing Herbal Mixes. *CVUA Stuttgart*. [https://www.ua-bw.de/pub/beitrag.asp?subid=1&Thema\\_ID=2&ID=2485&lang=EN&Pdf=No](https://www.ua-bw.de/pub/beitrag.asp?subid=1&Thema_ID=2&ID=2485&lang=EN&Pdf=No) Erişim tarihi: 23.06.2023.
- Kast, C., Dübecke, A., Kilchenmann, V., Bieri, K., Böhlen, M., Zoller, O., & Lüllmann, C. (2014). Analysis of Swiss honeys for pyrrolizidine alkaloids. *Journal of Apicultural Research*, 53, 75-83. doi:10.3896/IBRA.1.53.1.07
- Kempf, M., Wittig, M., Schönfeld, K., Cramer, L., Schreier, P., & Beuerle, T. (2011). Pyrrolizidine alkaloids in food: downstream contamination in the food chain caused by honey and pollen. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 28, 325-331. doi:10.1080/19440049.2010.521771
- Kowalczyk, E., Sieradzki, Z., & Kwiatek, K. (2018). Determination of pyrrolizidine alkaloids in honey with sensitive gas chromatography-mass spectrometry method. *Food Analytical Methods*, 11, 1345-1355. doi:10.1007/s12161-017-1115-8
- Kräuterbeschluss. (2001). *Besluit van 19 januari 2001, houdende vaststelling van het Warenwetbesluit Kruidenpreparaten*. Staatsblad van het Koninkrijk der Nederlanden. <https://zoek.officielebekendmakingen.nl/stb-2001-56.html> Erişim tarihi:11.03.2023.
- Letsyo, E., Jerz, G., Winterhalter, P., Dübecke, A., von der Ohe, W., von der Ohe, K., & Beuerle, T. (2017). Pyrrolizidine alkaloids in floral honeys of tropical Ghana: a health risk assessment. *Food Additives & Contaminants: Part B*, 10, 300-310. doi:10.1080/19393210.2017.1354336
- Letsyo, E., Adams, Z. S., Dzikunoo, J., & Asante-Donyinah, D. (2021). Uptake and accumulation of pyrrolizidine alkaloids in the tissues of maize (*Zea mays* L.) plants from the soil of a 4-year-old *Chromolaena odorata* dominated fallow farmland. *Chemosphere*, 270, 128669. doi:10.1016/j.chemosphere.2020.128669
- Ma, C., Liu, Y., Zhu, L., Ji, H., Song, X., Guo, H., & Yi, T. (2018). Determination and regulation of hepatotoxic pyrrolizidine alkaloids in food: A critical review of recent research. *Food and Chemical Toxicology*, 119, 50-60. doi:10.1016/j.fct.2018.05.037
- Martinello, M., Cristofoli, C., Gallina, A., & Mutinelli, F. (2014). Easy and rapid method for the quantitative determination of pyrrolizidine alkaloids in honey by ultra performance liquid chromatography-mass spectrometry: An evaluation in commercial honey. *Food Control*, 37, 146-152. doi:10.1016/j.foodcont.2013.09.037
- Merz, K. H., & Schrenk, D. (2016). Interim relative potency factors for the toxicological risk assessment of pyrrolizidine alkaloids in food and herbal medicines. *Toxicology Letters*, 263, 44-57. doi:10.1016/j.toxlet.2016.05.002
- Moreira, R., Pereira, D. M., Valentão, P., & Andrade, P. B. (2018). Pyrrolizidine alkaloids: chemistry, pharmacology, toxicology and food safety. *International Journal of Molecular Sciences*, 19, 1668. doi:10.3390/ijms19061668

- Mudge, E. M., Jones, A. M. P., & Brown, P. N. (2015). Quantification of pyrrolizidine alkaloids in North American plants and honey by LC-MS: Single laboratory validation. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 32, 2068-2074. doi:10.1080/19440049.2015.1099743
- Mulder, P. P., Sánchez, P. L., These, A., Preiss-Weigert, A., & Castellari, M. (2015). Occurrence of pyrrolizidine alkaloids in food. *EFSA Supporting Publications*, 12, 859E. doi:10.2903/sp.efsa.2015.EN-859
- Mulder, P. P., de Witte, S. L., Stoop, G. M., van der Meulen, J., van Wikselaar, P. G., Gruys, E., & Hoogenboom, R. L. (2016). Transfer of pyrrolizidine alkaloids from various herbs to eggs and meat in laying hens. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 33, 1826-1839. doi:10.1080/19440049.2016.1241430
- Mulder, P. P., López, P., Castellari, M., Bodi, D., Ronczka, S., Preiss-Weigert, A., & These, A. (2018). Occurrence of pyrrolizidine alkaloids in animal-and plant-derived food: results of a survey across Europe. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 35, 118-133. doi:10.1080/19440049.2017.1382726
- Nowak, M., Wittke, C., Lederer, I., Klier, B., Kleinwächter, M., & Selmar, D. (2016). Interspecific transfer of pyrrolizidine alkaloids: An unconsidered source of contaminations of phytopharmaceuticals and plant derived commodities. *Food Chemistry*, 213, 163-168. doi:10.1016/j.foodchem.2016.06.069
- Nowak, M., Yahyazadeh, M., Lewerenz, L., & Selmar, D. (2017). Horizontal Natural Product Transfer: A so Far Unconsidered Source of Contamination of Medicinal Plants. *Medicinal Plants and Environmental Challenges*, 215-225. doi: 10.1007/978-3-319-68717-9\_12
- Orantes-Bermejo, F. J., Serra Bonvehí, J., Gómez-Pajuelo, A., Megías, M., & Torres, C. (2013). Pyrrolizidine alkaloids: their occurrence in Spanish honey collected from purple viper's bugloss (*Echium* spp.). *Food Additives & Contaminants: Part A*, 30, 1799-1806. doi:10.1080/19440049.2013.817686
- RASFF. (2020). Food and Feed Safety Alerts. <https://webgate.ec.europa.eu/rasff-window/screen/search> Erişim tarihi: 08.08.2023.
- RASFF. (2023). Food and Feed Safety Alerts. <https://webgate.ec.europa.eu/rasff-window/screen/search> Erişim tarihi:11.03.2023.
- RIVM. (Rijksinstituut voor Volksgezondheid en Milieu). (2005). Adequate limit value for pyrrolizidine alkaloids in herbal tea and herbal preparations. <https://www.rivm.nl/en/news/adequate-limit-value-for-pyrrolizidine-alkaloids-in-herbal-tea-and-herbal-preparations> Erişim tarihi:11.03.2023.
- Picron, J. F. (2018). Pyrrolizidine alkaloids in herbs and related foodstuffs (PASHERBS). <https://www.sciensano.be/en/biblio/pyrrolizidine-alkaloids-herbs-and-related-foodstuffs-pasherbs> Erişim tarihi: 23.02.2021.
- Picron, J. F., Herman, M., Van Hoeck, E., & Gosciny, S. (2018). Analytical strategies for the determination of pyrrolizidine alkaloids in plant based food and examination of the transfer rate during the infusion process. *Food Chemistry*, 266, 514-523. doi:10.1016/j.foodchem.2018.06.055
- Picron, J. F. (2019). *Pyrrolizidine alkaloids in food... the good, the bad and the ugly !* Labinfo Annual Newsletter-N°18, <https://www.sciensano.be/en/biblio/pyrrolizidine-alkaloids-food-good-bad-and-ugly> Erişim tarihi:11.03.2023.
- Picron, J. F., Herman, M., Van Hoeck, E., & Gosciny, S. (2020). Monitoring of pyrrolizidine alkaloids in beehive products and derivatives on the Belgian market. *Environmental Science and Pollution Research*, 27, 5693-5708. doi:10.1007/s11356-019-04499-2
- Schrenk, D., Gao, L., Lin, G., Mahony, C., Mulder, P. P., Peijnenburg, A., & These, A. (2020). Pyrrolizidine alkaloids in food and phytomedicine: Occurrence, exposure, toxicity, mechanisms, and risk assessment-A review. *Food and Chemical Toxicology*, 136, 111107. doi:10.1016/j.fct.2019.111107
- Selmar, D., Wittke, C., Beck-von Wolfersdorff, I., Klier, B., Lewerenz, L. & Kleinwächter, M. (2019). Transfer of pyrrolizidine alkaloids between living plants: A disregarded source of contaminations. *Environmental Pollution*, 248, 456-461. doi:10.1016/j.envpol.2019.02.026
- Stegelmeier, B. L., Colegate, S. M., & Brown, A. W. (2016). Dehydropyrrolizidine alkaloid toxicity, cytotoxicity, and carcinogenicity. *Toxins*, 8, 356. doi:10.3390/toxins8120356

- The European Commission. (2023). *Commission Regulation (EU) 2023/915 of 25 April 2023 on maximum levels for certain contaminants in food and repealing Regulation (EC) No 1881/2006*. <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/EN/TXT/?uri=celex%3A32023R0915>  
Erişin tarihi: 26.03.2023.
- Vaclavik, L., Krynitsky, A. J., & Rader, J. I. (2014). Targeted analysis of multiple pharmaceuticals, plant toxins and other secondary metabolites in herbal dietary supplements by ultra-high performance liquid chromatography–quadrupole-orbital ion trap mass spectrometry. *Analytica Chimica Acta*, 810, 45-60. doi:10.1016/j.aca.2013.12.006
- Valese, A. C., Molognoni, L., de Sá Ploêncio, L. A., de Lima, F. G., Gonzaga, L. V., Górniak, S. L., & Costa, A. C. O. (2016). A fast and simple LC-ESI-MS/MS method for detecting pyrrolizidine alkaloids in honey with full validation and measurement uncertainty. *Food Control*, 67, 183-191. doi:10.1016/j.foodcont.2016.02.050
- Van Wyk, B. E., Stander, M. A., & Long, H. S. (2017). Senecio angustifolius as the major source of pyrrolizidine alkaloid contamination of rooibos tea (*Aspalathus linearis*). *South African Journal of Botany*, 110, 124-131. doi:10.1016/j.sajb.2017.01.013
- Xu, J., Wang, W., Yang, X., Xiong, A., Yang, L., & Wang, Z. (2019). Pyrrolizidine alkaloids: An update on their metabolism and hepatotoxicity mechanism. *Liver Research*, 3, 176-184. doi:10.1016/j.livres.2019.11.004
- Yoon, S. H., Kim, M. S., Kim, S. H., Park, H. M., Pyo, H., Lee, Y. M., ..., & Hong, J. (2015). Effective application of freezing lipid precipitation and SCX-SPE for determination of pyrrolizidine alkaloids in high lipid foodstuffs by LC-ESI-MS/MS. *Journal of Chromatography B*, 992, 56-66. doi:10.1016/j.jchromb.2015.04.007
- Zhu, L., Xue, J., Xia, Q., Fu, P. P., & Lin, G. (2017). The long persistence of pyrrolizidine alkaloid-derived DNA adducts in vivo: Kinetic study following single and multiple exposures in male ICR mice. *Archives of Toxicology*, 91, 949-965. doi:10.1007/s00204-016-1713-z
- Zhu, L., Wang, Z., Wong, L., He, Y., Zhao, Z., Ye, Y., & Lin, G. (2018). Contamination of hepatotoxic pyrrolizidine alkaloids in retail honey in China. *Food Control*, 85, 484-494. doi:10.1016/j.foodcont.2017.10.026





## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Derleme Makalesi

### Derin Sahte Ses Manipülasyonu Tespit Sistemleri Üzerine Bir Derleme

Gül TAHAOĞLU\*, Muhammed KILIÇ, Beste ÜSTÜBİOĞLU, Güzin ULUTAŞ

Karadeniz Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, 61080, Trabzon, Türkiye

Gül TAHAOĞLU, ORCID No: 0000-0002-8828-5674, Muhammed KILIÇ, ORCID No: 0000-0002-2402-8265, Beste ÜSTÜBİOĞLU, ORCID No: 0000-0001-7451-0634, Güzin ULUTAŞ, ORCID No: 0000-0001-5729-6613

\*Sorumlu yazar e-posta: gultahaoglu@ktu.edu.tr

#### Makale Bilgileri

Geliş: 12.09.2023  
Kabul: 15.02.2024  
Online Nisan 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1358880](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1358880)

#### Anahtar Kelimeler

Derin sahte ses manipülasyonu,  
Derin sahte ses tespiti,  
Ses doğrulama

**Öz:** Gerçek kişilerin konuşmalarını içeren dijital ses dosyalarının kullanılması ile gerçekleştirilen derin sahte ses manipülasyonu, sesi taklit edilecek kişinin sesini klonlayarak kişinin söylemediği bir şeyi söylemiş gibi içerikte ses dosyalarını oluşturan bir sahtecilik türüdür. Konuşmacının kimliğini doğrulamak için güvenlik adımı olarak kabul edilen Otomatik Konuşmacı Doğrulama Sistemlerinin derin sahte ses sahtecilikleri saldırılarına karşı savunmasızlığı söz konusudur. Ayrıca mahkemelerde karar merciini etkileyecek delil olarak sunulan ses dosyalarının orijinal olup olmadığı kontrolü önemli bir ihtiyaç haline gelmiştir. Bu tür sahteciliklerin uzman sistemler tarafından tespit edilebilmesi günümüz çağı için oldukça önem arz etmektedir. Bu sahtecilik türündeki saldırıların tespit edilebilmesi için literatürde çeşitli yöntemler önerilmiştir. Literatürdeki çalışmalarda performans değerlendirmesinde kullanılan ücretsiz erişimli veri setleri de mevcut olup sonuç kıyaslamasında kullanılması mümkündür. Bu çalışmada literatürdeki yöntemler ve veri setleri incelenmiş, yöntemlerin bu veri setleri üzerindeki performans değerlendirmeleri, avantaj ve dezavantajları vurgulanmıştır.

### A Review of Deepfake Audio Manipulation Detection Systems

#### Article Info

Received: 12.09.2023  
Accepted: 15.02.2024  
Online April 2024

DOI: [10.53433/yyufbed.1358880](https://doi.org/10.53433/yyufbed.1358880)

#### Keywords

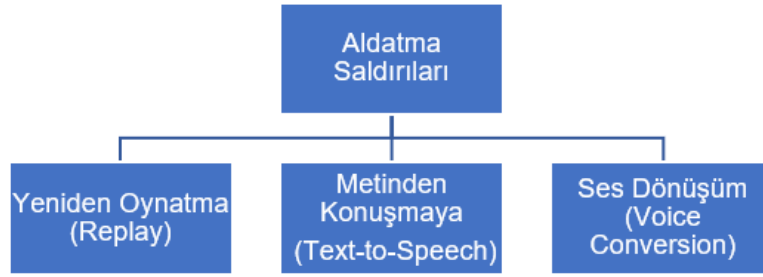
Audio authentication,  
Deep fake audio manipulation,  
Deep fake audio detection

**Abstract:** Besides facilitating access to audio content on the Internet, developments in deep learning methods have made it possible to produce deep fake audio. Automatic Speaker Verification systems considered a security step to authenticate the speaker, are vulnerable to deep spoofing attacks. It is crucial for today's age that expert systems can detect such frauds. Deep fake audio spoofing is carried out to produce audio files in the content by cloning the speaker's voice that is planned to be changed as if he said something he did not say. Various methods are proposed in the literature to detect this type of forgery. There are free-access datasets used in performance evaluation in studies in the literature, and it is possible to use them in result comparison. The planned research aims to reduce or eliminate the noise that may exist in the audio file of the system by passing the preprocessing stage of the audio signal received as input. This paper examines the methods and datasets in the literature, and the advantages and disadvantages of the methods on these datasets are emphasized.

## 1. Giriş

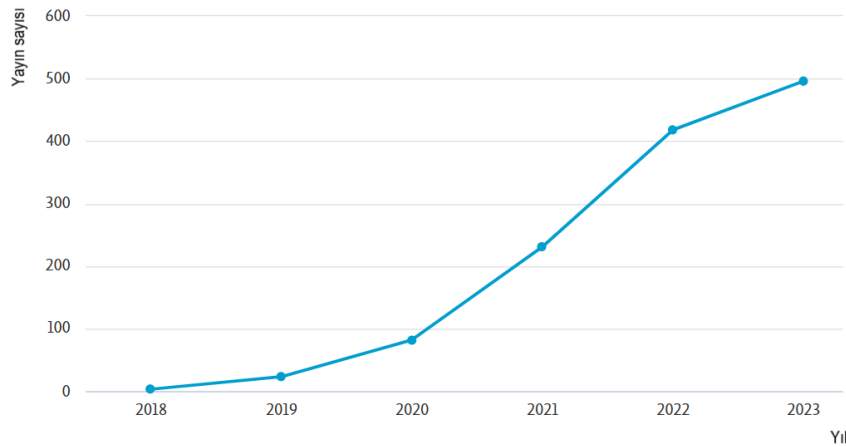
Derin öğrenme tekniklerindeki gelişmeler deepfake olarak isimlendirilen “deep learning” (derin öğrenme) ve “fake” (sahte) kelimelerinden türetilen gerçek bir çoklu ortam verisinin fark edilemeyecek şekilde başarılı bir şekilde sahtesinin üretilmesini mümkün kılmıştır (Patel & Patil, 2015). Bu sahtecilik türünden biri de derin sahte seslerin üretilmesidir. Derin sahte ses sahteciliği, değiştirilmesi planlanan konuşmacının sesinin klonlanarak, söylemediği bir şeyi söylemiş gibi içerikteki ses dosyalarının üretilmesi amacı ile gerçekleştirilmektedir (Patel & Patil, 2015). Yapay zekâ yaklaşımlarını kullanılarak oluşturulan bu sahtecilik yöntemi özellikle konuşmacı doğrulama sistemleri için büyük bir tehdit oluşturmaktadır. Ayrıca askeri ve politik konulara sahip yetkilerin konuşmalarının bu atak türüne maruz kalması da ulusal güvenlik zafiyeti oluşturabilmektedir. Bu tür durumların günümüz çağında meydana gelme olasılığının yüksekliği, derin sahte seslerin tespit edilmesinin önemini ortaya koymaktadır.

Derin sahte ses manipülasyonu saldırıları, sahte ses dosyasının oluşturulmasındaki tekniklere göre gruplandırılabilir. Şekil 1’de verildiği gibi en popülerler saldırı türleri; Yeniden oynatma (replay), Metinden Konuşmaya (Text-to-Speech, TTS) ve Ses Dönüşüm (Voice Conversion, VC) olup Aldatma Saldırıları sınıfında değerlendirilmektedirler. Bunlardan Metinden Konuşmaya ve Ses Dönüşüm saldırıları daha sık karşılaşılan atak türüdür ve biyometrik doğrulama sistemleri için büyük bir tehdit oluşturmaktadır.



Şekil 1. Derin sahte ses manipülasyonu saldırıları.

Konunun önemi gereği literatürde ses dosyaları üzerinde gerçekleştirilen aldatma saldırılarının tespit edilebilmesi üzerine gerçekleştirilen çalışmalar yeniliğini korumasına karşın popülaritesinde artış gözlemlenmektedir (www.scopus.com). Şekil 2’de scopus veritabanında “deepfake audio” anahtar kelimesi ile yapılan yayın sorgusu durumunda yıllara göre yayın sayısının grafiği Şekil 2’de verilmiştir. Grafikte de görüldüğü gibi araştırmacılar tarafından da konuya artan ilgi olduğu söylenebilir.



Şekil 2. “deepfake audio” anahtar kelimesi ile yapılan sorguda yıllara göre yayın sayısı.

Derin sahte seslerin tespiti için ortaya konulan sistemlerin performans değerlendirilmesinin gerçekleştirileceği ASVSpooft meydan okuma serisi oluşturulmuş ve bu kapsamda hem orijinal hem de sahte ses dosyalarını içeren verisetleri oluşturulmuştur (Wu ve ark., 2015 ve 2017; Nautsch ve ark., 2021; Yamagishi ve ark., 2021). Oluşturulan verisetleri literatürdeki çalışmaların performanslarını değerlendirilmek üzere kullanılmaktadır. Ancak aldatma saldırılarına karşı sistemlerini daha güçlü hale getirebilmek için literatürde yeni Aldatma Saldırısı engelleme yöntemlerinin araştırılması ve geliştirilmesi ihtiyacı devam etmektedir. Literatürde yapılan çalışmaları ses manipülasyonunun tespiti amacı ile ses dosyasından elde edilen özelliklerin türü açısından değerlendirildiğinde iki temel sınıfın ortaya çıktığı gözlemlenmiştir. Bunlar geleneksel yöntemler ile elde edilen özelliklerin kullanılmasına dayalı yöntemler ve derin öğrenme yaklaşımlarına dayalı özellikler olarak isimlendirilebilir.

Bu çalışmada derin sahte seslerin tespiti için literatürde önerilen yöntemler 2. Bölümde sınıflandırılmış, öne çıkan bazı yöntemlerin avantaj ve dezavantajlarından bu bölümde bahsedilmiştir. Yöntemlerin geliştirilmesinde faydalanılan verisetleri ve metriklerden 3. Bölümde verilmiştir. 2. Bölümde verilen yöntemlere ek olarak bu alandaki diğer çalışmalar, genel akışlarına ilişkin şekiller ve kullanılan verisetleri üzerindeki performans değerlendirmeleri ile daha detaylı olarak Bölüm 4'te sunulmuştur. Çalışmaların öne çıkan zorluklarına ve genel değerlendirmelerine son bölümde yer verilmiştir.

## 2. Derin Sahte Ses Tespiti

Özellikle ses tabanlı kimlik doğrulama sistemleri, ses üzerinden iletişimde bulunan sistemler veya askeri ve politik durumlarda girdi olarak alınan seslerin derin sahte ses sahteciliği ile oluşturulup oluşturulmadığının ortaya koyan doğrulama adımı ihtiyacı giderek artmaktadır. Derin sahte seslerin üretiminde kullanılan teknolojilerdeki hızlı gelişim sayesinde, sahte bir sesin gerçek insan sesinden ayırt edilebilmesi gittikçe zorlaşmaktadır. Derin sahte seslerin tespiti için en sık başvurulan ve en güvenilir sistemler makine öğrenmesi yaklaşımlarının kullanıldığı otomatik sistemlerdir. Bu sistemler büyük veri kümesi içinde sahte ve gerçek ses örnekleriyle eğitilerek sahte sesleri tespit etmek için kullanılmaktadır. Bu amaçla literatürde önerilen yöntemler ses dosyasına geleneksel yöntemlerle veya derin öğrenme yaklaşımları ile özellikler elde edilerek bu özelliklerin sınıflandırılmasına dayanmaktadır. Buna göre bu alandaki çalışmaları iki sınıfta değerlendirmek mümkündür;

1. *Geleneksel yöntemler ile özellik elde eden çalışmalar*
2. *Derin öğrenmeye dayalı özellikler kullanan çalışmalar*

Literatürde ses ait özelliklerin elde edilmesinde ve bunların sınıflandırılmasında birçok yaklaşımı kapsayan çalışma bulunmaktadır. Bu çalışmalar gözlemlendiğinde, sistemin eğitimi sırasında kullanılmayan bir aldatma saldırısının sisteme girdi olarak verildiği zaman yöntemlerin başarısız kaldığı bilgisi edinilmiştir. Bu durum literatürde genelleştirme problemi olarak isimlendirilmektedir. Ayrıca yapılan çalışmaların birçoğunda ele alınan problem ikili sınıflama problemi olarak değerlendirilmekte ve girişten alınan ses dosyası gerçek veya sahte olarak etiketlenilmektedir. Bunu gerçekleştirebilmek için sistemin eğitimi için kullanılan eğitim ve test verisetlerinde de benzer bir dağılımın varlığı kabul edilmektedir. Literatürdeki yöntemlerde sunulan modellerin geliştirilmesinde verisetleri oldukça önem arz etmektedir. Bir sonraki bölümde bu modellerinin eğitimi ve testinde kullanılan verisetleri ve performans değerlendirme metrikleri verilecek olup dördüncü bölümde yöntemlere ilişkin daha detaylı analizler yapılacaktır. Anlatımda kullanılan bazı terimler ve kısaltmaları Çizelge 1'de verilmiştir.

Çizelge 1. Makale içindeki kısaltmalar ve açıklamaları

Kısaltma	Açıklama	Kısaltma	Açıklama
TTS	Text-to-Speech	STLT	Short Term Long Term
VC	Voice Conversion	LCNN	Light CNN
SS	Speech Synthesis	RNN	Recurrent Neural Network
C1	First Mel-Cepstral Coefficient	LSTM-RNN	Long Short Term Memory- Recurrent Neural Network

Çizelge 1. Makale içindeki kısaltmalar ve açıklamaları (devam)

Kısaltma	Açıklama	Kısaltma	Açıklama
C1	First Mel-Cepstral Coefficient	LSTM-RNN	Long Short Term Memory-Recurrent Neural Network
HTS3	Hidden Markov Model Based Speech Synthesis System	LDA	Linear Discriminant Analysis
GMM	Gaussian Mixture Models	GDF	Gaussian Density Function
LSP	Line Spectrum Pair	HFCC	High-Frequency Cepstral Coefficients
KPLS	Kernel-Based Partial Least Square	SSAD	Self-Supervised Spoofing Audio Detection
MaryTTS	MARY Text-To-Speech	TCN	Temporal Convolutional Network
RC	Replay Configuration	GRU	Gated Recurrent Unit
LA	Logical Access	MSE	Mean Squared Error
PA	Physical access	LCNN-big	Light Convolutional Neural Network-big
VC	Voice Coder	LCNN-small	Light Convolutional Neural Network-small
WC	Waveform Concatenation	A-Softmax	Angular Softmax
VAE	Variational Auto-Encoder	TSSDNet	Time-domain Synthetic Speech Detection Net
MFCCs	Mel-Frequency Cepstral Coefficients	GNA	Gaussian Noise Addition
PSTN	Public Switched Telephone Network	SnrNA	Signal-to-Noise Ratio Noise Addition,
DF	Deep Fake	LPS	Log Power Spectrum
EER	Equal Error Rate	TC	Temporal Convolution
HTER	Half Total Error Rate	SC	Spatial Convolution
FAR	False Acceptance Rate	LSTM	Long Short-Term Memory
FRR	False Rejection Rate	AEXANet	Audio Examiner RawNet
t-DCF	Tandem Detection Cost Function	MFM	Maximum Feature Mapping
CM	countermeasure	GTCC	Gammatone Filter based Cepstrum Coefficient
fa	false alarm	BiLSTM	Bidirectional Long Short-Term Memory Network
MFCCs	Mel-Frequency Cepstral Coefficients	SVM	Support Vector Machine
MGD	Modified Group Delay Cepstral Coefficients	RBF	Radial Basis Function
LMS	Log Magnitude Spectrum	OC-Softmax	One Class-Softmax
GD	Group Delay	GAP	Global Average Pooling
IF	Instantaneous frequency derivative	SFFCC	Single Frequency Filter Cepstral Coefficients

Çizelge 1. Makale içindeki kısaltmalar ve açıklamaları (devam)

<b>Kısaltma</b>	<b>Açıklama</b>	<b>Kısaltma</b>	<b>Açıklama</b>
BPD	Baseband Phase Difference	ZTWCC	Zero Time Windowing Cepstral Coefficients
PSP	Pitch Synchronous Phase	IFCC	Instantaneous Frequency Cepstral Coefficients
MLP	Multi Layer Perceptron	Logspec	Log Power Magnitude Spectra
CFCC	Cochlear Filter Cepstral Coefficients	CRNN	Convolutional Recurrent Neural Network
CFCCIF	Cochlear Filter Cepstral Coefficients Instantaneous Frequency	SDA	Static, Delta and Acceleration,
FBNN	Filter Bank Neural Network	LTAS	Long-Term-Average-Spectrum
DNN-FBCC	Deep Neural Network Filter Bank Cepstral Coefficients	VoIP	Voice Over Internet Protocol
IMFCC	Inverted Mel-Frequency Cepstral Coefficients	LFB	Linear Filter Banks
LPCC <sub>res</sub>	Linear Prediction Cepstral Coefficients Residual	LMCL	Large Margin Cosine Loss
SC	Scattering Coefficients	LT	Long-Term
DCT	Discrete Cosine Transform	ST	Short-Term
SCC	Scattering Cepstral Coefficients	RLMS	Residual log magnitude spectrum
GMM-UBM	Gaussian Mixture Model - Universal Background Model	MSE-CC	MSE Cepstral Coefficient
RFCC <sub>s</sub>	Rectangular Filter Cepstral Coefficients	STCC	Short Term Cepstral Coefficients
LPCC <sub>s</sub>	Linear Prediction Cepstral Coefficients	GMM	Gaussian Mixture Model
SSFC <sub>s</sub>	Subband Spectral Centroid Frequency Coefficients	FMD	Frequency Modulation Deviation
SCMC <sub>s</sub>	Subband Spectral Centroid Magnitude Coefficients	SCD	Spectral Centroid Deviation,
CMN	Cepstral Mean Normalization	SCF	Spectral Centroid Frequency
STSSI	Short-Term Spectral Statistics Information	MelFbanks	Mel scale filter banks
OPI	Octave-Band Principal Information	MGD	Modified Group Delay Function
FPI	Full-band Principal Information	CQTMGD	Modified Group Delay Function based on Constant-Q-Transform
CQSPIC	Constant-Q-Statistics-Plus-Principal Information Coefficient	LPCC <sub>s</sub>	Linear Predictive Cepstral Coefficients
MCF	Modulation Centroid Frequency	CC <sub>s</sub>	Complex Cepstral Coefficients
MCF-CC	MCF cosine coefficients	STFT	Short-Time Fourier Transform
MSE	Modulation Static Energy	GD gram	Group Delay gram

### 3. Verisetleri ve Metrikler

Derin sahte ses tespiti modellerinin başarılı olabilmesi için yüksek oranda sahte ve orijinal veri örneği içeren verisetlerinde eğitilmesi gerekmektedir. Literatürde bu ihtiyacı karşılayacak şekilde oluşturulmuş verisetleri bulunmaktadır. Bu veri setleri ASVSpooft, BTAS ve FoR verisetleridir. Önerilen modellerin başarısı performans metrikleri kullanılarak rapor edilmektedir. Bu bölümde ilk olarak literatürde açık erişimli olarak yayınlanan derin sahte ses tespiti modellerinin eğitimi ve testi için kullanılan verisetlerinden ve sonrasında performans analizinde kullanılan performans metriklerden bahsedilecektir.

#### 3.1. ASVSpooft verisetleri

ASVSpooft verisetleri, 2015 yılında başlayan ASVSpooft meydan okuma serileri sırasında oluşturulmuştur ve verisetlerinin detayları aşağıdaki gibidir.

• **ASVSpooft 2015 veriseti:** ASVSpooft 2015 veriseti orijinal ve sahte ses kayıtlarından oluşmaktadır. Orijinal ses kayıtları, 106 konuşmacının (45 erkek ve 61 kadın) herhangi bir değişiklik yapılmadan ve v arka plan gürültü efektleri olmadan kaydedilir (Wu ve ark., 2015). Sahte ses kayıtları Konuşma Sentezi (Speech Synthesis, SS) ve Ses Dönüştürme (Voice Conversion, VC) algoritmaları aracılığı ile orijinal ses kayıtlarından oluşturulmuştur. Veriseti eğitim, geliştirme ve test setlerine bölünmüş olmakla birlikte hiçbirinde ortak konuşmacı bulunmamaktadır.

Çizelge 2’de bu verisetinde yer alan sahte ve orijinal ses kayıtları ve orijinal ses kayıtlarında kullanılan konuşmacı sayıları yer almaktadır. Çizelgede de görüldüğü gibi eğitim seti, 25 konuşmacıdan (10 erkek, 15 kadın) toplanan 3750 orijinal ve 12625 sahte sesleri içermektedir. Eğitim setinde kullanılan sahte sesler S1-S5 algoritmalarından biri kullanılarak oluşturulmuştur. Geliştirme veriseti, 15 erkek 20 kadın olmak üzere 35 konuşmacıdan alınan orijinal ve bu orijinal seslerden oluşturulmuş sahte sesleri içermektedir. Geliştirme veriseti, eğitim setindeki sahte sesleri oluşturmak için kullanılan sahtecilik algoritmalarıyla oluşturulmuştur. Değerlendirme seti, 20 erkek ve 26 kadın olmak üzere toplam 46 konuşmacıdan toplanan 9404 orijinal, 184000 sahte seslerden oluşmaktadır. Sahte sesler eğitim ve geliştirme setlerinde kullanılan 5 algoritmanın yanında, 5 farklı sahtecilik algoritması(S6-S10) kullanılarak elde edilmiştir.

Çizelge 2. ASVSpooft2015 veri setinin oluşturulmasında faydalanılan konuşmacı ve alt veri gruplarında yer alan ses

		Eğitim	Geliştirme	Test
Sesler	Orijinal	3750	3497	9404
	Sentetik	12625	49875	184000
Konuşmacı		25	35	46

Sahte seslerin oluşturulmasında kullanılan S1-S10 algoritmaları şu şekildedir:

- S1; basitleştirilmiş çerçeve seçimi tabanlı ses dönüştürme (Voice Conversion, VC) algoritmasıdır.
- S2; kaynak spektrumunun eğimini hedefe kaydırmak için yalnızca birinci Mel-Kepstral Katsayısını (First Mel-Cepstral Coefficient, C1) kullanan en basit ses dönüştürme algoritmasıdır.
- S3 ve S4; gizli Markov modeli tabanlı konuşma sentezi sistemi (Hidden Markov Model Based Speech Synthesis System, HTS3) uygulayan konuşma sentezi (Speech Synthesis, SS) algoritmasıdır.
- S5; ses dönüştürme araç seti ve Festvox sistemi uygulanan bir ses dönüştürme algoritmasıdır.
- S6; Gauss Karışım Modellerine (Gaussian Mixture Models, GMM) ve küresel varyansı göz önünde bulundurarak maksimum olasılık (maximum likelihood) parametresi üretimine dayanan ses dönüştürme algoritmasıdır.
- S7; Çizgi Spektrum Çifti (Line Spectrum Pair, LSP) kullanan ses dönüştürme algoritmasıdır.
- S8; Japonca veriseti kullanılarak yapılan tensör tabanlı ses dönüştürme (Voice Conversion, VC) algoritmasıdır.

- S9; doğrusal olmayan bir dönüşüm fonksiyonunu uygulamak için çekirdek tabanlı kısmi en küçük kareleri (Kernel-Based Partial Least Square, KPLS) kullanan ses dönüştürme (Voice Conversion, VC) algoritmasıdır.
- S10; açık kaynaklı MARY Metinden Konuşmaya (MARY Text-To-Speech, MaryTTS) uygulanan Konuşma Sentezi (Speech Synthesis, SS) algoritmasıdır. S1, S2, S3 ve S4ün tümü sentez için aynı STRAIGHT ses kodlayıcı kullanırken S5, bir MLSA ses kodlayıcıyı kullanır.

• **ASVSpooft 2017 veriseti:** ASVSpooft 2017 veriseti, Metne-Bağımlı RedDots veriseti (Text-Dependent RedDots) kullanılarak oluşturulmuştur. Metne-Bağımlı RedDots setinden alınan orijinal sesler ile yeniden oynatılmış sahte ses kayıtları oluşturulmuştur (Wu ve ark., 2017). Sahte sesler çeşitli cihazlar, hoparlörler ve kayıt cihazlarından oluşan çeşitli yeniden oynatma yapılandırmaları ve çeşitli ayarlar altında yeniden oynatılmasıyla oluşturulmuştur. Çizelge 3’de bu veri setinin oluşturulması için ses kayıtlarının alındığı konuşmacı sayıları ve her bir alt veri setlerinde yer alan orijinal/sahte ses sayıları verilmiştir. Çizelgede görüldüğü gibi eğitim setinde 10 erkek konuşmacının gerçek ve sahte konuşmaları yer alır. Sahte konuşma, 6 farklı oturumda 3 farklı tekrar yapılandırmasıyla üretilir. Geliştirme setinde toplam 8 konuşmacının orijinal ve sahte konuşma kayıtları mevcuttur. Sahte ses örnekleri farklı oynatma ve kayıt cihazlarıyla 10 farklı tekrar oynatma oturumundan oluşturulmuştur.

Çizelge 3. ASVSpooft2017 verisetinin oluşturulmasında faydalanılan konuşmacı ve alt veri gruplarında yer alan ses sayıları

		Eğitim	Geliştirme	Test
Sesler	Orijinal	3750	3497	9404
	Sentetik	12625	49875	184000
Konuşmacı		25	35	46

Orijinal seslerin yeniden oynatılması ile sahte seslerin oluşturulması sürecinde akustik etkiler, bir oynatma cihazının ve kayıt cihazının ve sesin yayıldığı bir akustik ortamın etkilerini kapsar. Bunların bir kombinasyonuna Tekrar Oynatma Konfigurasyonu (Replay Configuration, RC) adı verilir. Akustik ortam, orijinal konuşma verilerinin yeniden oynatıldığı ve yeniden kaydedildiği fiziksel alandır. Bu verisetinde sahte sesler 26 farklı ortamda oluşturulmuştur. Sekiz farklı ev koşulu, orta ortam gürültüsü seviyeleri ile karakterize edilen oturma odaları ve yatak odalarında yapılan kayıtları içermektedir. 10 ofis koşulu klima sistemleri tarafından üretilen orta düzeyde ortam gürültüsünü içerirken aynı zamanda yankılanma da sergiler. İki balkon ve bir kantin koşulları, ortam gürültüsünün yüksek olduğu ortamlardır. Dört düşük gürültü koşulu vardır. Yankısız oda kayıtları çok düşük toplam gürültü ve yankılanma sergilerken stüdyo kayıtları da benzer şekilde düşük düzeyde ortam gürültüsü ve aynı zamanda bir dereceye kadar yankılanma içerir. Analog kablo koşulları, fiziksel ses yayılımı olmadan, ancak bir oynatma cihazından doğrudan bir ASV sistemine elektriksel yayılımla yapılan kayıtları simüle eder. 26 oynatma cihazı ve 25 adet kayıt cihazı bulunmaktadır. 26 oynatma cihazı, 25 kayıt cihazı ve 26 ortamın kullanıldığı konfigürasyonlar toplamda 16900 adettir.

• **ASVSpooft 2019 veriseti:** Bu veriseti Mantıksal Erişim (Logical Access, LA) ve Fiziksel Erişim (Physical access, PA) olmak üzere iki farklı senaryoya ayrılmıştır (Nautsch ve ark., 2019). Mantıksal Erişim, anadili İngilizce olan 46 erkek, 61 kadın toplamda 107 kişiden elde edilen orijinal seslerin yanında, 17 farklı yöntemle oluşturulan sentetik seslerden oluşmaktadır. Örnekleme frekansı 16000 Hz. olmakla birlikte veri seti kayıpsız bir ses kodlama formatında oluşturulmuştur. Eğitim seti 8 erkek ve 12 kadın toplam 20 kişinin orijinal konuşma kayıtlarını ve 6 atakla oluşturulmuş sahte sesleri içerir. Geliştirme seti ise 4 erkek ve 6 kadın toplam 10 kişinin orijinal konuşma kayıtlarını ve 6 atakla oluşturulmuş sahte seslerden oluşmaktadır. Eğitim ve geliştirme setlerinde sentetik sesler A01- A06 arasında 6 farklı atak türüyle oluşturulmuştur. Buna karşın test seti ise 21 erkek ve 27 kadın olmak üzere toplam 48 kişinin orijinal konuşma kayıtlarını ve 13 yöntemle (A07- A19 ataklarıyla) elde edilen sentetik konuşmaları içerir. A16 ve A19 aslında sırasıyla A04 ve A06 ile çakışmaktadır. Dolayısıyla eğitim ve test setinde sadece 2 atak türü ortak iken 11 atak türü tamamen farklıdır.

Çizelge 4. ASVSpooft2019 LA veriseti oluşturulmasında faydalanılan konuşmacı ve alt veri gruplarında yer alan ses sayıları

		Eğitim	Geliştirme	Test
Sesler	Orijinal	2580	2548	7355
	Sentetik	22800	22296	63882
Konuşmacı		20	10	48

Atakların oluşturulması birkaç farklı yöntemle dayanmaktadır. Eğitim ve geliştirme setinde yer alan A01 ile test setinde yer alan A07, A08, A10, A11, A12 ve A13 atakları Sinir Ağı kullanılarak oluşturulmuştur. Ses Kodlayıcı (Voice Coder, VC) kullanılarak oluşturulan ataklar eğitim ve geliştirme setinde yer alan A02, A03, A05 ve A06 ataklarıyla birlikte test setindeki A09, A14, A15, A17, A18 ve A19'dur. Eğitim ve geliştirme setindeki A04 ve test setindeki A16 atağı Dalga Biçimi Birleştirme (Waveform Concatenation, WC) yöntemi ile oluşturulmuştur.

A01, WaveNet Sinir Ağı kullanılarak gerçekleştirilen Metinden Konuşmaya sahteciliği ile oluşturulmuştur. A02, WORLD ses kodlayıcının kullanıldığı A01'e benzeyen Metinden Konuşmaya sahteciliği kullanılmıştır. A03, Merlin adı verilen açık kaynaklı TTS araç setini kullanan, A02'ye benzer Metinden Konuşmaya (Text-To-Speech, TTS) sahteciliğidir. A04, MaryTTS platformunu temel alan bir dalga biçimi birleştirme (Waveform Concatenation, WC) uygulanmıştır. A05, dalga biçimi üretimi için değişken bir otomatik kodlayıcı (Variational Auto-Encoder, VAE) ve WORLD ses kodlayıcı kullanan Sinir Ağı tabanlı bir Ses Dönüştürme (Voice Conversion, VC) sahteciliğidir. A06, transfer fonksiyonu (transfer-function) tabanlı bir Ses Dönüştürme (Voice Conversion, VC) sahteciliği ile oluşturulmuştur. Bu yöntem, bir konuşmacının sesini başka bir konuşmacının sesine dönüştürmek için ses kodlayıcı kullanır. A07'de dalga biçimi WORLD ses kodlayıcısı kullanılarak sentezlendikten sonra konuşmayı daha doğal hale getirmek için zaman alanlı sinir filtresi olan WaveCycleGAN2 kullanılır. A07 bir Metinden Konuşmaya sahteciliği ile oluşturulmuştur. A08, A01'e benzer bir Metinden Konuşmaya sahteciliğine uygulanmış sesleri kapsar. WaveNet'ten daha hızlı olan bir sinir kaynağı filtresi dalga biçimi (neural-source-filter waveform model) modelini kullanır. A09, Vocaine ses kodlayıcısı kullanılarak oluşturulan bir Metinden Konuşmaya sahteciliği ile oluşturulmuştur. A10, WaveRNN sinirsel ses kodlayıcı aracılığıyla gerçekleştirilen Metinden Konuşmaya sahteciliğidir. A11, dalga formları oluşturmak için Griffin-Lim algoritmasını kullanması dışında A10 ile aynı olan Metinden Konuşmaya (Text-To-Speech, TTS) sahteciliğidir. A12, WaveNet tabanlı Metinden Konuşmaya (Text-To-Speech, TTS) sahteciliğidir. A13, giriş dalga biçimini doğrudan değiştiren, birleşik Sinir Ağları tabanlı Ses Dönüştürme ve Metinden Konuşmaya sahtecilik sistemidir. A14, STRAIGHT ses kodlayıcısı kullanan birleşik Sinir Ağları tabanlı Ses Dönüştürme ve Metinden Konuşmaya sahtecilik sistemidir. A15, STRAIGHT ses kodlayıcı yerine hoparlöre bağlı WaveNet ses kodlayıcılar yoluyla dalga formları üretir. A16, A04 ile aynı algoritmayı kullanan bir dalga biçimi birleştirme Metinden Konuşmaya (Text-To-Speech, TTS) sahteciliğidir. Ancak A16, A04'ten farklı bir eğitim setinden oluşturulmuştur. A17, A05 ile aynı VAE tabanlı çerçeveyi kullanan Sinir Ağı tabanlı bir Ses Dönüştürme sistemidir. WORLD ses kodlayıcısı kullanmak yerine, A17 genelleştirilmiş doğrudan dalga biçimi modifikasyon yöntemini kullanır. A18, Mel-Frekans Cepstral Katsayıları (Mel-Frequency Cepstral Coefficients, MFCCs)'dan konuşma oluşturmak için bir ses kodlayıcı kullanan bir Ses Dönüştürme (Voice Conversion, VC) sahteciliğidir. A19, A06 ile aynı algoritmayı kullanan transfer fonksiyonu tabanlı bir Ses Dönüştürme sistemidir. Ancak A19, A06'dan farklı bir eğitim setinden başlayarak oluşturulmuştur.

Çizelge 5. ASVSpooft2019 PA veriseti oluşturulmasında faydalanılan konuşmacı ve alt veri gruplarında yer alan ses sayıları

		Eğitim	Geliştirme	Test
Sesler	Orijinal	5400	5400	18090
	Sentetik	48600	24300	119367
Konuşmacı	Orijinal	20	10	48



Fiziksel erişim senaryosu orijinal seslerin gizlice kaydedildikten sonra tekrardan oynatılmasını yani yeniden oynatma saldırılarını içerir. Fiziksel erişim senaryosunda sahte seslerin oluşturulması akustik ortam ile kayıt ve sunum cihazlarındaki farklılıkların kombinasyonu ile oluşur. Oda büyüklükleri 3 farklı aralıkta sınıflandırılmaktadır. 2-5 m<sup>2</sup> odalar a, 5-10 m<sup>2</sup> odalar b, 10-20 m<sup>2</sup> odalar c sınıfıdır. Konuşmacı ile ASV arasındaki mesafe 10-50 cm'lik kısa mesafeler a, 50-100 cm'lik orta mesafeler b ve 100-150 cm'lik uzun mesafeler c sınıfıdır. Duvar, tavan ve zemin emme katsayıları ve odadaki konum gibi alanlar arasındaki farklara göre yankılanma değişkenliği sergilediği varsayılmaktadır. Yankılanma düzeyi R ile gösterilen T60 yankılanma süresi cinsinden belirtilir. T60 değerlerinin üç kategorisi vardır. Kısa 50-200 ms'lik T60 süresiyle a, 200-600 ms T60'a sahip orta b, 600-1000 ms'lik T60 süresiyle yüksek c kategorileri vardır. Kayıtlar 3 farklı bölgede yapılmaktadır. A bölgesinde mesafe 10-50 cm, B bölgesinde 50-100 cm ve C bölgesinde 100 cm'in üzerindedir. A bölgesi konuşmacıya en yakın bölge olmakla birlikte bu bölgede çekilen kayıtların konuşmacıdan daha uzakta B ve C bölgelerinde yapılan kayıtlardan daha yüksek kalitede olması beklenmektedir. Orijinal ve sahte sesler 27 farklı ortamda simüle edilmiştir. Oda boyutu, yankılanma düzeyi ve konuşmacı ile ASV arasındaki mesafenin birleşimine göre ortam tanımlanmıştır. Örneğin 'aaa' ortamı 500-200 ms T60 yankılanmasına ve 10-50 cm konuşmacı mesafesine sahip 2-5 m<sup>2</sup> lik küçük bir odaya karşılık gelir. Her biri üç aralığa kategorize edilen üç parametre, 27 farklı akustik ortamın tam setini verir. Her akustik ortamda, yeniden oynatma dokuz farklı saldırı tipine göre simüle edilir. Her biri üç farklı parametre AA, AB, AC, ... CB, CC gibi dokuz farklı yeniden oynatma yapılandırması sağlar.

•**ASVSpooft 2021 Veriseti:** ASVSpooft 2021 veriseti 3 farklı senaryo altında değerlendirme veriseti olarak yayınlanmıştır. Eğitim ve geliştirme seti olarak ASVSpooft 2019'un kullanılması ifade edilmiştir (Yamagishi ve ark., 2021). Çizelge 5'te değerlendirme setinin farklı senaryolarla oluşturulan sahte ses sayıları verilmiştir.

Çizelge 6. ASVSpooft2021 verisetinde yer alan ses sayıları

ASVSpooft 2021 Senaryolar	Test Ses Sayısı
Mantıksal Erişim	181566
Fiziksel Erişim	943110
Konuşma Derin Sahte	611829

Mantıksal Erişim (Logical Access, LA) veriseti için ASVSpooft 2021'in odak noktası, kodek ve iletim kanalı değişkenliğine karşı dayanıklı sahtecilik karşı önlemlerinin geliştirilmesi amacıyla oluşturulmuştur. Metinden Konuşmaya, Ses Dönüştürme veya hibrit algoritmalar (sentetik konuşmayla beslenen ses dönüştürme sistemleri) ile oluşturulan orijinal ve sahte konuşma verileri, ya genel anahtarlamalı telefon ağı (Public Switched Telephone Network, PSTN) üzerinden iletilir ya da belirli bir kodek bileşeni kullanan bir İnternet Protokolü (VoIP) ağı üzerinden. Veriler, Alaw ve G.722 kodek bileşenlerini kullanan VoIP ağları üzerinden iletilen denemeleri içerirken, diğer codec bileşenleri de kullanılacaktır. Konuşma verileri bu nedenle kodlama ve iletim bozukluklarının yanı sıra bant genişliği ve örnekleme frekanslarındaki farklılıklara ek olarak sahtecilikle ilgili bozulmalar da gösterebilir, ancak ilave gürültü göstermez. Bant genişliği ne olursa olsun tüm veriler, ortak 16 kHz, örnek başına 16 bit FLAC formatında sağlanacaktır.

Fiziksel Erişim (Physical Access, PA) grubunun oluşturulmasındaki amaç, yeniden oynatma saldırılarının tespitidir. ASVSpooft 2019'daki PA verisetinden farklı olarak daha küçük bir oranda simüle edilmiş tekrarlanan konuşmanın yanı sıra, ağırlıklı olarak gerçek tekrarlanan konuşmayı içermektedir. Kayıtların gerçek fiziksel alanlarda (odalarda) toplanması sonucunda tüm veriler düşük düzeyde arka plan gürültüsü içerir. Ses dosyaları LA göreviyle aynı FLAC dosya formatında oluşturulmuştur.

Konuşma Derin Sahte (Speech deepfake, DF) veri grubunda yer alan sesler LA'ya benzer şekilde, DF görevi orijinal konuşmayı, sıkıştırılmış yapay olarak oluşturulmuş veya dönüştürülmüş konuşmadan ayırmayı içerecek şekilde oluşturulmuştur. Ancak LA senaryosunun aksine DF senaryosu telefon yerine genel ses sıkıştırmasını temsil eder ve ASV sistemi yoktur. Herhangi bir kullanım durumu belirtilmese de senaryo potansiyel olarak sosyal medya veya adli tıp uygulamalarıyla ve bir saldırganın amacının ASV sistemi yerine insan dinleyiciyi kandırmak olduğu durumlarla ilgilidir. Bilinen sıkıştırma algoritmaları mp3 ve m4a'yı içerirken ek teknikleri de içerebilir. Burada sıkıştırma, sıkıştırma-açma

anlamına gelir; Ses dosyaları sıkıştırma bilgisi olmadan paylaşılmıştır. Bunun anlamı veriye sıkıştırma uygulanıp uygulanmadığı veya uygulandıysa bunun ayrıntı bilgisinin verilmemesidir. Amaç çoklu ve bilinmeyen koşullarda konuşma derin sahtekarlıklarının tespitine yönelik yöntemlerin geliştirilmesini teşvik etmektedir.

### 3.2. BTAS 2016

BTAS 2016 veri seti orijinal seslerle birlikte konuşma sentezi ve dizüstü bilgisayar gibi cihazlar yardımıyla yeniden oynatılan ses dönüştürme sentetik konuşma saldırılarını içerir. Veri seti eğitim, geliştirme ve test olarak üçe ayrılmıştır (Korshunov ve ark., 2016). Çizelge 7’de de verildiği üzere eğitim setinde 4973 orijinal seslerin yanında 8 farklı ataktan toplam 38580 sahte ses mevcuttur. Geliştirme setinde ise 4995 orijinal sesler ve eğitim setindeki ataklardan oluşan 38580 sahte ses vardır. Test setinde ise 5576 orijinal seslerin yanında eğitim ve geliştirme setinde bulunan ataklarla birlikte 2 farklı atak ile toplam 44920 sahte ses mevcuttur.

Çizelge 7. BTAS 2016 veriseti alt gruplarında yer alan ses sayıları

		Eğitim	Geliştirme	Test
Sesler	Orijinal	4973	4995	5576
	Sahte	38580	38580	44920

Verisetinde SS-LP-LP, SS-LP-HQ\_LP, VC-LP-LP VC-LP-HQ\_LP, RE-PH1-LP, RE-PH2-HQ\_LP şeklinde isimlendirilen ataklara maruz bırakılmış sesler bulunmaktadır. Ayrıca sadece test setinde mevcut olan ataklar RE-PH2-PH3 ve RE-LPPH2-PH3 ataklarla oluşturulan sesler bulunmaktadır. Bu ataklar şu şekilde oluşturulmuştur;

•SS-LP-LP atağı; Konuşma Sentezi (Speech Synthesis, SS) ile oluşturulmuş sesin dizüstü bilgisayar (Laptop, LP) kullanılarak oynatıldığı ve hedef doğrulama sisteminin yine bir dizüstü bilgisayarda çalıştığı ataklardan oluşmuştur.

•SS-LP-HQ\_LP atağı; Konuşma Sentezi ile oluşturulmuş sesin yüksek kaliteli hoparlörün bağlı olduğu dizüstü bilgisayar kullanılarak oynatıldığı ve hedef doğrulama sisteminin bir dizüstü bilgisayarda da çalıştığı ataklardan oluşmuştur.

•VC-LP-LP atağı; Ses Dönüştürme (Voice Conversion, VC) ile oluşturulmuş sesin dizüstü bilgisayar kullanılarak oynatıldığı ve hedef doğrulama sisteminin bir dizüstü bilgisayar da çalıştığı ataklardan oluşmuştur.

•VC-LP-HQ\_LP atağı; Ses Dönüştürme ile oluşturulmuş sesin yüksek kaliteli hoparlörün bağlı olduğu dizüstü bilgisayar kullanılarak oynatıldığı ve hedef doğrulama sisteminin bir dizüstü bilgisayar da çalıştığı ataklardan oluşmuştur.

•RE-LP-LP atağı; Yeniden Oynatma (REplay) ile oluşturulmuş sesin dizüstü bilgisayar kullanılarak oynatıldığı ve hedef doğrulama sisteminin bir dizüstü bilgisayarda çalıştığı ataklardan oluşmuştur.

•RE-PH1-LP atağı; Yeniden Oynatma ile oluşturulmuş sesin Samsung Galaxy S4 telefon kullanılarak oynatıldığı ve hedef doğrulama sisteminin bir dizüstü bilgisayar (Laptop, LP) da çalıştığı ataklardan oluşmuştur.

•RE-PH2-HQ\_LP atağı; Yeniden Oynatma ile oluşturulmuş sesin iPhone 3GS kullanılarak oynatıldığı ve hedef doğrulama sisteminin bir dizüstü bilgisayar da çalıştığı ataklardan oluşmuştur.

•RE-PH2-PH3 atağı; Yeniden Oynatma ile oluşturulmuş sesin iPhone 3GS telefon kullanılarak oynatıldığı ve hedef doğrulama sisteminin iPhone 6S de çalıştığı ataklardan oluşmuştur.

•RE-LPPH2-PH3 atağı; dizüstü bilgisayarla kaydedilen orijinal veriler iPhone 3G kullanılarak (yani saldırgan tarafından çalınmış) iPhone 6S’te yeniden oynatılmasıyla oluşturulmuştur.

### 3.3. FoR (Fake or Real) veriseti

Bu verisetinde yer alan sentetik seslerin oluşturulması birkaç farklı derin öğrenme yöntemlerine dayanmaktadır (Reimao & Tzerpo, 2019). Deep Voice 3, Amazon AWS Polly, Baidu TTS, Google Traditional TTS, Google Cloud TTS, Google Wavenet TTS ve Microsoft Azure TTS kullanılarak

oluşturulan sesler sırasıyla 2645, 21160, 7935, 2645, 5290, 5290 ve 42320 tane olmak üzere toplam 87285 adettir. Orijinal seslerin toplanması ise oldukça karmaşık bir süreçte gerçekleştirilmiştir. Örneğin seslerin çeşitli mikrofonlarla kaydedilmesi gerekir, aksi takdirde makine öğrenmesi algoritması, sentetik bir ifade ile gerçek bir ifade arasındaki farkları öğrenmek yerine, bir kayıt cihazına özgü özelliklere göre sınıflandırmayı öğrenebilir. Her cinsiyetten çok çeşitli seslerin yanı sıra iyi bir aksan çeşitliliğine sahip olunması da önemsenmiştir. Orijinal seslerin toplanması ise Youtube videolarında alınan konuşmalar gibi internet kayıtlarının yanı sıra, Arctic veriseti, LJSpeech veriseti ve VoxForge verisetine dayanmaktadır. Arctic veriseti çok çeşitli aksanları ve tüm cinsiyetleri içeren 7 farklı konuşmacının seslendirdiği 7924 sese sahiptir. LJSpeech veriseti bir kadın konuşmacının 13100 konuşma kaydını içerir. Bu veriseti aynı zamanda Deep Voice 3 modelini eğitmek için kullanılmıştır. VoxForge veriseti herhangi bir kişinin sözlerini kaydedip projeye gönderebileceği açık kaynaklı bir gerçek konuşma verisetidir. Bu çok çeşitli seslere, kayıt cihazlarına ve hatta ses kalitesine sahip bir veriseti oluşturur. Çok çeşitli kayıt cihazlarını kullanan 1200'den fazla kişiden gelen 86000'den fazla ses kaydını içerir. Sosyal medya platformlarından 140 konuşmacının toplam 3720 ses kaydı alınmıştır. Verisetinin 4 farklı versiyonu mevcuttur. Orijinal olarak adlandırılan versiyonda herhangi bir değişiklik veya sınıf/cinsiyet dengelemesi olmaksızın, konuşma kaynaklarından toplanan dosyaları içerir. Bu veriseti versiyonunda toplam 195541 ses mevcuttur.

İkinci versiyon olarak For-norm versiyonu mevcuttur. For-norm olarak adlandırılan normalleştirilmiş veriseti, orijinal verisetiyle aynı dosyaları içerir, ses WAV'a dönüştürülür, 0dBFS'ye normalleştirilir, 16kHz örnekleme hızına alt örneklenir, monoya dönüştürülür ve sesin başında ve sonundaki sessizlikler kaldırılır. Son olarak verisetinde cinsiyet dağılımı da dengelenerek toplamda 69400 se alınmıştır. Üçüncü versiyon olarak For-2seconds adında tüm seslerin 2 saniye ile sınırlandırıldığı yeni bir veriseti oluşturuldu. 2 saniyeden kısa sesler atılırken, 2 saniyeden daha uzun sesler 2 saniyeye kırpıldı. Bu verisetinde toplam 17870 ses mevcuttur. Dördüncü ve son versiyon for-rerecorded sürümüdür. Verisetindeki sesleri normal bir bilgisayar hoparlörü kullanarak 2 saniye boyunca oynatılmış ve bir mikrofon ile kaydetmişlerdir.

### 3.4. Performans değerlendirme metrikleri

Derin sahte ses tespiti için önerilen modellerin başarımının testi için en sık başvurulan metrikler Eşit Hata Oranı (Equal Error Rate, EER), Toplam Hata Oranının Yarıısı (Half Total Error Rate, HTER) ve t-DCF metrikleridir. Bu bölümde bu metriklerden bahsedilecektir.

#### Eşit hata oranı (Equal error rate, EER):

$P_{fa}$  ve  $P_{miss}$   $\emptyset$  eşığı uygulanmış skorların (countermeasure,cm) yanlış alarm ve kaçırma oranlarını gösterir. Yanlış alarm Eşitlik (1)'deki gibi hesaplanır ve yanlış kabul oranını ifade ederken, kaçırma oranı Eşitlik (2)'deki gibi hesaplanır ve yanlış reddetme oranını ifade eder.

$$P_{fa}(\emptyset) = \frac{\#\{\text{sahte seslerin skorları} > \emptyset\}}{\#\{\text{toplam sahte sayısı}\}} \quad (1)$$

$$P_{miss}(\emptyset) = \frac{\#\{\text{orijinal seslerin skorları} \leq \emptyset\}}{\#\{\text{toplam orijinal sayısı}\}} \quad (2)$$

$P_{fa}$  ve  $P_{miss}$  sırasıyla monoton olarak azalan ve artan fonksiyonlardır. EER Eşitlik (1) ve Eşitlik (2)'nin eşit olduğu EER eşığına karşılık gelir ve Eşitlik (3)'deki gibi ifade edilir.

$$EER = P_{fa}(\emptyset_{EER}) = P_{miss}(\emptyset_{EER}) \quad (3)$$

**Toplam hata oranının yarıısı (Half total error rate, HTER):** Otomatik Konuşmacı Doğrulama sistemlerinin başarısı belirli bir eşığa ( $\emptyset$ ) bağlı olan ve Eşitlik (4) ve Eşitlik (5) de sırasıyla verilen Yanlış Kabul Oranı (False Acceptance Rate, FAR) ve Yanlış Ret Oranı (False Rejection Rate, FRR) temel alınarak yapılmıştır (Witkowski ve ark., 2018).

$$FAR(\emptyset) = \frac{|\{h_{atak} | h_{atak} \geq \emptyset\}|}{|\{h_{atak}\}|} \quad (4)$$

$$FRR(\emptyset) = \frac{|\{h_{gercek} | h_{gercek} < \emptyset\}|}{|\{h_{gercek}\}|} \quad (5)$$

Burada  $h_{gercek}$  original verinin skorudur,  $h_{atak}$  sahte verinin skorudur. Değerlendirme setinin EER değerine dayalı eşik sapmasını belirlemek için geliştirme seti kullanılır. Eşik sapması Eşitlik (6)'da verilmiştir. Son aşamada değerlendirme seti performansı Toplam Hata Oranının Yarı (Half Total Error Rate, HTER) Denklem (7)'deki gibi hesaplanır.

$$\emptyset_{dev} = \arg_{\emptyset} \min \frac{FAR_{dev}(\emptyset) + FRR_{dev}(\emptyset)}{2} \quad (6)$$

$$HTER_{eval}(\emptyset_{dev}) = \frac{FAR_{eval}(\emptyset_{dev}) + FRR_{eval}(\emptyset_{dev})}{2} \quad (7)$$

Burada  $dev$  verisetindeki geliştirme setini ifade eder.

### Tandem algılama maliyet fonksiyonu (Tandem detection cost function, t-DCF):

Tandem Algılama Maliyet Fonksiyonu Eşitlik (8)'deki gibi hesaplanır (Kinnunen ve ark., 2020).

$$t - DCF(s) = C_1 P_{miss}^{cm}(s) + C_2 P_{fa}^{cm}(s) \quad (8)$$

Burada  $P_{miss}^{cm}(s)$  s eşliğinde yanlış etiketleme oranını (miss rate),  $P_{fa}^{cm}(s)$  yanlış alarmı (false alarm, fa) ifade eder ve Eşitlik (9) ve Eşitlik (10)'daki gibi hesaplanır. (CM: countermeasure, skor)

$$P_{fa}^{cm}(s) = \frac{\#\{sahte seslerin skorları > \emptyset\}}{\#\{toplaml sahte sayısı\}} \quad (9)$$

$$P_{miss}^{cm}(s) = \frac{\#\{sahte seslerin skorları > \emptyset\}}{\#\{toplaml sahte sayısı\}} \quad (10)$$

$C_1$  ve  $C_2$  sabitleri Denklem (11)'de verilmiştir, t-DCF maliyetleri öncelikler ve ASV sistemi algılama hataları tarafından belirlenir:

$$\begin{aligned} C_1 &= \pi_{tar}(C_{miss}^{cm} - C_{miss}^{asv} P_{miss}^{asv}) - \pi_{non} C_{fa}^{asv} P_{fa}^{asv} \\ C_2 &= C_{fa}^{cm} \pi_{spooof}(1 - P_{miss,spooof}^{asv}) \end{aligned} \quad (11)$$

Burada  $C_{miss}^{asv}$  ve  $C_{fa}^{asv}$  sırasıyla ASV sisteminin orijinal sesi sahte olarak etiketleme ve sahte sesi orijinal olarak etiketleme maliyetleridir. Benzer şekilde CM sistemleri için, orijinal denemesinin reddedilmesi ve bir sahte denemenin kabulü için sırasıyla  $C_{miss}^{cm}$  ve  $C_{fa}^{cm}$  olmak üzere 2 maliyet atanmıştır. Hedef ( $\pi_{tar}$ ), hedef olmayan ( $\pi_{non}$ ) ve sahte ( $\pi_{spooof}$ ) priori olasılıklarını (priori probabilities) ileri sürülmüştür. Olasılıkların toplamı 1'e eşittir. Son olarak  $P_{miss}^{asv}$ ,  $P_{fa}^{asv}$ ,  $P_{miss,spooof}^{asv}$  ASV sisteminin sabit tespit hatası oranlarıdır. Bunlardan ilk ikisi geleneksel yanlış etiketlenen orijinal sesler ve yanlış alarm oranı (doğru işaretlenen sahte sesler)'dir. Sonuncusu ise ASV tarafından reddedilen sahte seslerin oranıdır.

Ham t-DCF değerinin yorumlanması zor olabilir. Bu nedenle t-DCF için Eşitlik (12)'de verilen normalleştirme işlemi yapılır.

$$t - DCF_{norm}(s) = \frac{t - DCF(s)}{t - DCF_{default}} \quad (12)$$

Burada  $t - DCF_{default}$ ,  $t - DCF_{default} = \min \{C_1, C_2\}$  olarak tanımlanan varsayılan bir parametredir.  $C_1$  ve  $C_2$  Eşitlik (11)'den elde edilir.  $P_{miss}^{cm}(s) = 1$  ve  $P_{fa}^{cm}(s) = 0$  (CM eşiği  $s \rightarrow \infty$ ) ve  $P_{miss}^{cm}(s) = 0$  ve  $P_{fa}^{cm}(s) = 1$  (CM eşiği  $s \rightarrow -\infty$ ). İlk durumda normalleştirilmiş t-DCF Eşitlik (13)'deki gibi yazılır.

$$t - DCF_{norm}(s) = P_{miss}^{cm}(s) + \alpha P_{fa}^{cm}(s) \quad (13)$$

Burada  $\alpha = C_2/C_1$ , bu durumda,

$$t - DCF_{norm}(s) = \beta P_{miss}^{cm}(s) + P_{fa}^{cm}(s) \quad (14)$$

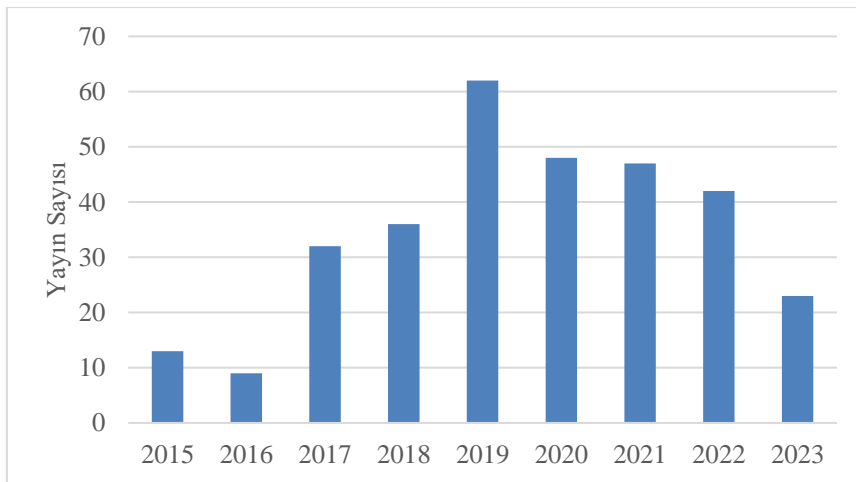
Burada  $\beta = C_1/C_2$ . ASVspooft 2019 için genellikle  $C_1 > C_2$  olur, dolayısıyla Eşitlik (14)'de verilen ikinci durum geçerlidir. Normalleştirilmiş t-DCF, CM eşiğinin ( $s$ ) bir fonksiyonudur. ASVSpooft 2019 eşik ayarına (kalibrasyona) odaklanmaz. Dolayısıyla minimum normalleştirilmiş t-DCF şu şekil Eşitlik (15)'deki gibi tanımlanır.

$$t - DCF_{norm}^{min} = t - DCF_{norm}(s_*) \quad (15)$$

Burada  $s_* = \arg \min_s t - DCF_{norm}(s)$  ground truth kullanılarak belirlenen optimal eşiktir.

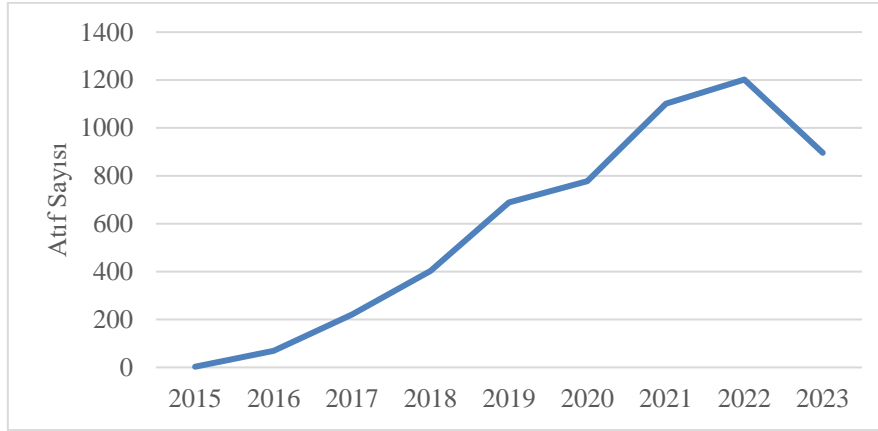
#### 4. Derin Sahte Ses Tespitine Yönelik Literatürde Yapılan Çalışmalar

Bu bölümde derin sahte ses tespiti için literatürde önerilen yöntemlerin Bölüm 2'de yer alan verisetleri ve metrikler bazında detaylı analizleri verilecektir. Çalışmalar önceden de ifade edildiği gibi geleneksel yöntemler ile özellik elde eden çalışmalar ve derin öğrenmeye dayalı özelliklerin elde edildiği çalışmalar olmak üzere iki alt grupta değerlendirilecek şekilde sunulmuştur. Google Scholar platformunda derin öğrenme tabanlı yöntemler ile derin sahte ses manipülasyonu tespiti yapan yayınlar incelenmiştir. Bu amaçla arama işlemi "asvspoof, deep learning" anahtar kelimelerinin birleşimiyle yapılmıştır. Web of Science platformunda yapılan literatür araştırma yöntemi şu şekildedir: Konu kriteri altında "ASVspooft 2019", "ASVspooft 2017" ve "ASVspooft 2015" veriseti isimleri anahtar kelime olarak belirlenip ayrı ayrı taranmış ve yüksek atıf kriterine göre sıralanmıştır. Web of Science kullanılarak belirlenmiş yayınların yıl bazında sayısını gösteren grafik Şekil2'de verilmiştir. Makaleye eklenecek yayınlarda yayınlanma yılı kriterinden daha çok veriseti çeşitliliğine öncelik verilmiştir. Öte yandan derin sahte ses tespiti için kompleks yöntemler kullanan yayınlarda makalede tercih edilmemiştir. WoS indeksi sonucuna göre makalede en çok 2017 yılında ilgili kriterlerde çalışma bulunmaktadır.



Şekil 3. WoS tarafından indekslenen yıl bazında yayın sayısı.

Yıl bazında atıf sayısını gösteren grafik Şekil 2’de verilmiştir. Şekilde de görülen atıf sayısında yıllara göre artış konunun önemini vurgulamaktadır. En yüksek atıflı yayın 183 atıfla [Lavrentyeva ve ark. \(2017\)](#)’a aittir.



Şekil 4. WoS tarafından indekslenen yayınların yıl bazında atıf sayısı.

#### 4.1. Geleneksel yöntemler ile özellik elde eden çalışmaların detaylı analizi

Derin sahte seslerin tespitinde girdi olarak alınan ses dosyasındaki akustik özelliklerden faydalanan ve geleneksel makine öğrenimi yaklaşımları ile sınıflama gerçekleştiren yöntemler bu bölüm kapsamında detaylandırılmıştır.

Ele alınan çalışmalardan ilki [Wang ve ark. \(2015\)](#) tarafından önerilmiştir. Şekil 5’te blok diyagramı verilen çalışmada giriş sesinden Mel-Frekans Kepstral, Değiştirilmiş Grup Gecikmesi Kepstral Katsayıları (Modified Group Delay Cepstral Coefficients, MGD) ve Fourier spektrumundan alınan Bağlı Faz (Relative Phase) Bilgisi özellik vektörü olarak çıkarılmıştır. Elde edilen özelliklerin sınıflandırılmasında Gauss Karışım Modeli kullanılmıştır. Önerilen model ASVSpooof 2015 veriseti ile eğitilmiş ve geliştirme setinde üç özellik vektörünün füzyonu ile en yüksek EER değerinin elde edildiği gösterilmiştir. Değerlendirme setinde yapılan deneylerde ise; Değiştirilmiş Grup Gecikmesi Kepstral Katsayıları ve Bağlı Faz füzyonu sonucunda %3.726 EER sonucunu elde ettiği gözlemlenmektedir. Bilinmeyen saldırılar karşısında yöntemin s10 haricinde başarısının oldukça yüksek olduğu deneysel sonuçlarla gösterilmiştir.



Şekil 5. Üç farklı akustik özelliğın Gauss Karışım Modeli ile sınıflandırılmasına dayalı derin sahte ses tespiti yöntemi ([Wang ve ark., 2015](#)).

[Xiao ve ark. \(2015\)](#) tarafından önerilen bir diğeri çalışmada giriş sesinden iki tip magnitüd-tabanlı ve beş tip faz-tabanlı (Phase-Based) olmak üzere toplam yedi farklı akustik özellik çıkarılmıştır. Magnitüd tabanlı özellikler Log Magnitüd Spektrumu (Log Magnitude Spectrum, LMS) ve Artık Log Magnitüd Spektrumu (Residual log magnitude spectrum, RLMS)'dur. Faz-Tabanlı özellikler ise Grup Gecikmesi (Group Delay, GD), Değiştirilmiş Grup Gecikmesi (Modified Group Delay, MGD), Anlık Frekans Türevi (Instantaneous frequency derivative, IF), Temel Bant Faz Farkı (Baseband Phase

Difference, BPD) ve Pitch Senkron Fazı (Pitch Synchronous Phase, PSP)'dir. Şekil 6'da temel adımları verilen yaklaşım sınıflandırma aşamasında Çok Katmanlı Algılayıcılardan (Multi Layer Perceptron, MLP) faydalanmaktadır. Modelin eğitim ve testi için ASVSpooof 2015 verisetini kullanan çalışmada, tekli özelliklerle elde ettiği sonuçların yanında füzyon sonuçlarını da rapor edilmiştir. Geliştirme setinde Grup Gecikmesi özelliği %0.114 EER ile en yüksek başarıya sahip iken füzyon işlemi sonrasında %0.001 EER değeri elde edilmiştir. Değerlendirme setinde füzyon sonucu %2.62 EER'dir. Önerilen yaklaşımın bilinen ve bilinmeyen ataklardaki başarısı sırası ile %0.29 EER ve %5.23 EER olarak raporlanmıştır.



Şekil 6. Yedi farklı akustik özelliğin çok katmanlı algılayıcı ile sınıflandırılması ile derin sahte ses tespiti yöntemi (Xiao ve ark., 2015).

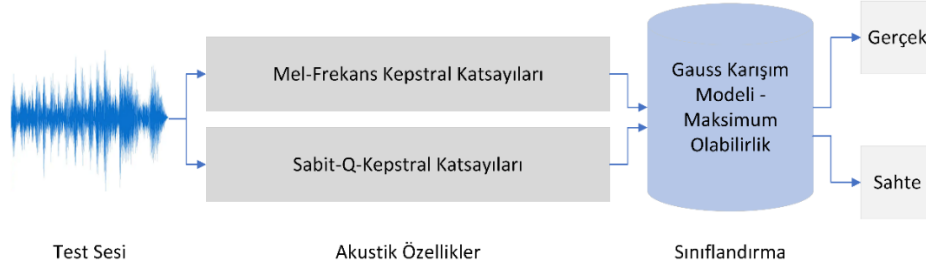
Patel & Patil (2015) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden CFCC ve IF değişiminin kombinasyonuna dayalı CFCCIF ile Mel-Frekans Kepstral Katsayıları akustik özellik olarak çıkarılmıştır. Sınıflandırma Gauss Karışım Modeli-Log Olasılık kullanılarak yapılmıştır. Şekil 7 yöntemin genel akışını vermektedir. Yöntemin eğitim ve testinde ASVSpooof 2015 veriseti kullanılmıştır. Geliştirme setinde MFCC ve CFCCIF füzyonu ile %0.83 EER başarı elde edilirken değerlendirme setinde MFCC ve CFCCIF füzyonu ile ortalama %1.211 EER değerine ulaşılmıştır. Değerlendirme setinde bilinen ataklarda ortalama %0.407899 EER başarısı, bilinmeyen ataklarda ortalama %2.013 EER başarısı rapor edilmiştir.



Şekil 7. Üç farklı akustik özelliğin Gauss Karışım Modellemesi ile sınıflandırılması ile derin sahte ses tespiti yöntemi (Patel & Patil, 2015).

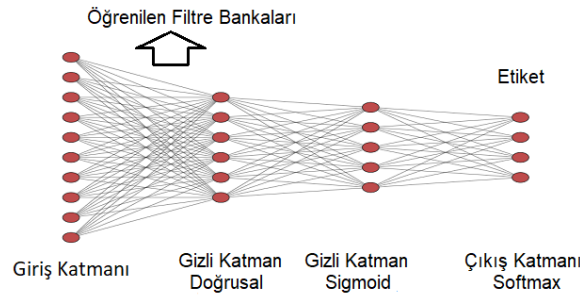
Paul ve ark. (2017) önerilen çalışmada girişten alınan sestten Mel-Frekans Kepstral Katsayıları ve Sabit-Q-Kepstral Katsayılarını özellik olarak elde etmiş ve çıkarılan özelliklerin sınıflandırılmasında Gauss Karışım Modeli-Maksimum Olabilirlik yaklaşımından faydalanmıştır. Şekil 8'de yönteme ilişkin akış sunulmaktadır. Çalışmada sonuçların verilmesi sürecinde ASVSpooof2015 ve BTAS 2016 verisetleri kullanılmış ve BTAS 2016 verisetinde en iyi başarı geliştirme setinde 0 EER ve değerlendirme setinde 0.76 EER ile Sabit-Q-Kepstral Katsayıları kullanılarak elde edilmiştir. Mel-Frekans Kepstral Katsayılarının özellik vektörü olarak seçilmesi durumunda ise geliştirme setinde 0.19 ve değerlendirme setinde 3.67 EER alınmıştır. ASVSpooof 2015 değerlendirme verisetinde MFCC ve CQCC özellikleri tek başlarına düşük performans verse de CQCC özelliğinin 0.44 EER ile tüm genelleme senaryolarında daha iyi performans sağladığı görülmektedir. Yazarlar yöntemin genelleme

problemine sahip olduğunu ve ekstra ataklı seslerin eğitim setinde yer almaması durumunda bu seslerle yapılan testlerdeki başarımın düştüğünü belirtmişlerdir.



Şekil 8. Mel-Frekans Kepstral Katsayıları ve Sabit-Q-Kepstral Katsayıları özelliklerinin Gauss Karışım Modeli ve Maksimum Olabilirlik yaklaşımları ile sınıflandırıldığı derin sahte ses tespiti yöntemi (Paul ve ark., 2017).

Yu ve ark. (2017) tarafından önerilen çalışmada giriş sesi 20ms uzunluğunda ve 10ms adım boyutlu çerçevelere bölünmüştür. Çerçevelerden güç spektrumu hesaplanmış ve ağız girişi olarak kullanılmıştır. Çalışmada Derin Sinir Ağı filtre bankası kepsral katsayıları ile genişletilerek yeni bir filtre bankası tabanlı kepsral özellik yaklaşımı Şekil 9'daki gibi önerilmiştir. DNN filtre bankası, orjinal ve sentetik ses verilerin Filtre Bankası Sinir Ağı'nın eğitilmesi ile oluşturulmuştur. (Filter Bank Neural Network, FBNN). DNN giriş katmanı ile ilk gizli katman arasındaki öğrenilmiş ağırlık matrisi, 'özel öğrenilen filtre bankası' olarak kabul edilmiştir. Bu gizli katman düğümlerinin sayısı, filtre bankası kanallarının sayısına karşılık gelir ve ağırlık matrisinin her sütunu, her filtrenin frekans yanıtı olarak ele alınmıştır. Geleneksel elle tasarlanmış filtre bankalarının aksine, öğrenilen filtre bankasının filtreleri farklı kanallarda farklı şekillere sahiptir. Bu da gerçek ve sentetik konuşma arasındaki ayırt edici özelliğin daha etkin bir şekilde sınıflandırılmasını sağlamıştır. İlk gizli katmandan üretilen DNN özelliği, bir tür filtre bankası özelliği olarak ele alınmıştır. Öğrenilen filtre bankası DNN-FBCC olarak isimlendirilmiştir. Üretilen Katsayıların sınıflandırılması için Gauss Karışım Modeli-Maksimum Olasılık kullanılmıştır. Modelin eğitimi ve performans analizinde ASVSpooof 2015 verisetinden faydalanılmış ve Geliştirme setinde 0.09 EER, değerlendirme setinde ise 0.56 EER değerlerine ulaşıldığı rapor edilmiştir.



Şekil 9. Öğrenilen filtre bankaları kullanımına dayalı derin sahte ses tespiti yöntemi (Yu ve ark., 2017).

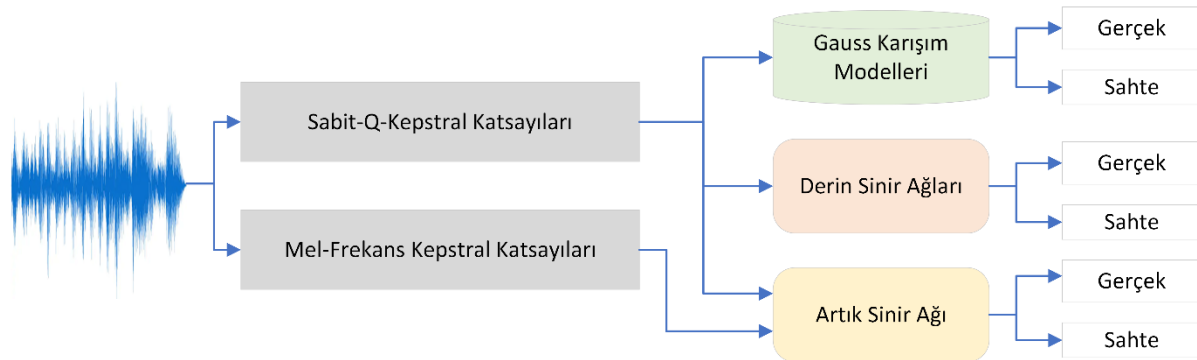
Witkowski ve ark. (2017) tarafından önerilen ve detayları Şekil 10'da verilen çalışmada giriş sesinden Sabit-Q-Kepstral Katsayıları, Kepstrum, Mel-Frekans Kepstral Katsayıları, IMFCC, LPCCres olmak üzere beş farklı akustik özellik üretilmektedir. Çıkarılan özelliklerin sınıflandırılmasında ise Gauss Karışım Modellemesi yaklaşımı kullanılmış ve yapılan deneysel çalışmalarda akustik özelliklerin farklı frekans aralıklarının başarımına etkisi değerlendirilmiştir. ASVSpooof 2017 yeniden oynatma alt verisetinde yer alan geliştirme Setinde Mel-Frekans Kepstral Katsayıları ile en yüksek başarıya 4000-8000 Hz. frekans aralığında 3.16 EER ile ulaşıldığı görülmektedir. Değerlendirme setinde Sabit-Q-Kepstral Katsayıları kullanıldığında 17.31 EER sonucu rapor edilmiştir.





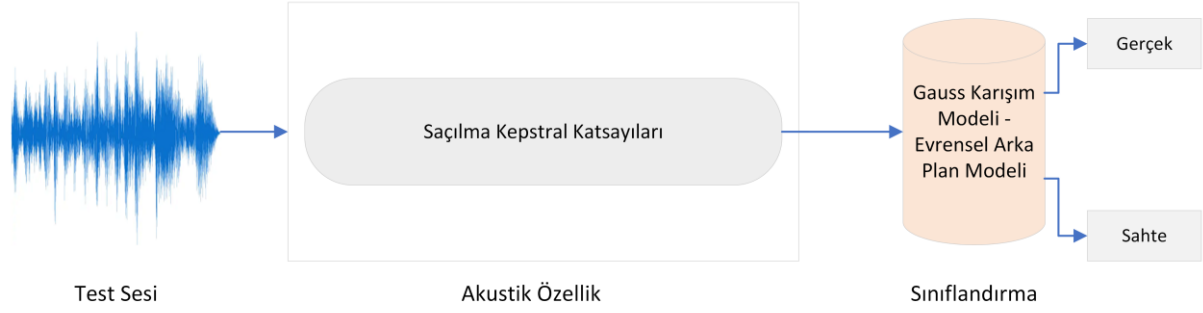
Şekil 10. Beş farklı akustik özelliklerin Gauss Karışım Modellemesi ile sınıflandırılmasına dayalı derin sahte ses tespiti yöntemi (Witkowski ve ark., 2017).

Chen ve ark. (2017) tarafından önerilen bir diğer çalışmada giriş sesinden Sabit-Q-Kepstral Katsayıları ve Mel-Frekans Kepstral Katsayıları olmak üzere iki farklı akustik özellik çıkarılmıştır. Çıkarılan özelliklerin sınıflandırılmasında ise Gauss Karışım Modelleri, Derin Sinir Ağları ve Artık Sinir Ağı (ResNet) modellerinin kullanılması önerilmiştir. Şekil 10'da çalışmayan ilişkin genel gösterim sunulmaktadır. Modelin eğitim ve testinde ASVSpooft 2017 verisetinden faydalanılmıştır. Sabit-Q-Kepstral Katsayılarının Gauss Karışım Modelleri, Artık Sinir Ağı ile ve Mel-Frekans Kepstral Katsayılarının Artık Sinir Ağı ile sınıflandırılmasının üçlü füzyonu sonucunda geliştirme setinde 2.58 EER, değerlendirme setinde ise 13.30 EER elde edilmiştir.



Şekil 11. Sabit-Q-Kepstral Katsayıları ve Mel-Frekans Kepstral Katsayılarının üç farklı yaklaşımla sınıflandırılarak değerlendirilmesine dayalı derin sahte ses tespiti yöntemi (Chen ve ark., 2017).

Sriskandaraja ve ark. (2017) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinin SC katsayılarının logaritmalarından üretilen vektör üzerinde DCT uygulandıktan sonraki ilk altmış katsayı ile özellik vektörü elde edilmiştir. Saçılma Kepstral Katsayıları (SCC) olarak adlandırılan bu özelliklerin sınıflandırılmasında GMM-UBM'den faydalanılmıştır. Çalışmada deneysel sonuçların elde edilmesi aşamasında SAS Corpus ve ASVSpooft 2015 verisetleri kullanılmıştır. SCC özelliği çıkarma aşamasında 256ms pencere boyutu (window size) kullanıldığında SAS Corpus geliştirme setinde 0.31 EER başarıları elde edilmiştir. 1. seviye özellik kullanıldığında ise bilinen ataklarda 0.55, bilinmeyen ataklarda 4.90 EER değeri raporlanmıştır. SCC ikinci seviye özelliğinde ise bilinen ataklarda 0.04, bilinmeyen ataklarda 3.96 ve genel EER durumunda 2.92 EER değerleri elde edilmiştir. ASVSpooft 2015 test setinde ise bilinen ataklarda 0.02, bilinmeyen ataklarda 0.33 EER değerleri alınmış ve genel EER başarıları 0.18 olarak raporlanmıştır.



Şekil 12. Saçılma Kepstral Katsayılarının Gauss Karışım Modeli-Evrensel Arka Plan Modeli yaklaşımıyla sınıflandırılarak değerlendirilmesine dayalı derin sahte ses tespiti yöntemi (Sriskandaraja ve ark., 2017).

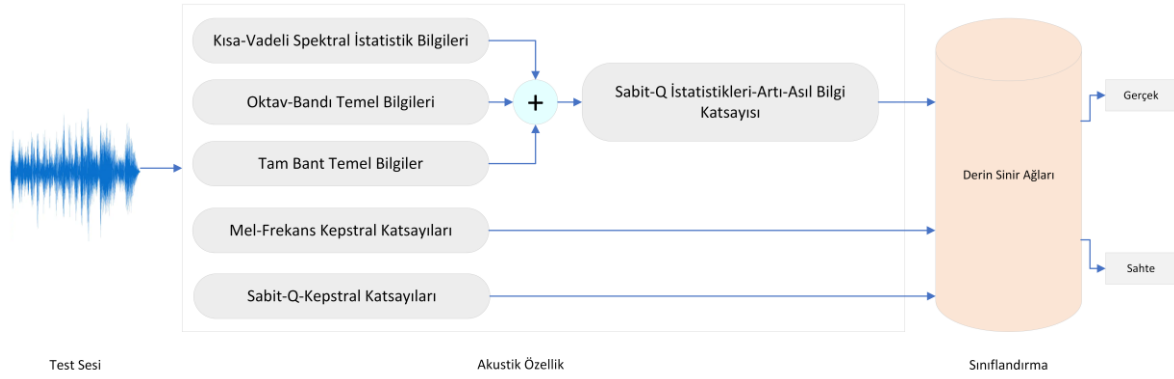
Font ve ark. (2017) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden Sabit-Q-Kepstral Katsayıları, Mel Frekans Kepstral Katsayıları, Doğrusal Frekans Kepstral Katsayıları, IMFCC, RFCC, LPCC, SSFC, SCFC ve SMC akustik özellikleri çıkarılır. Sınıflandırma Gauss Karışım Modelleri kullanılarak yapılmıştır. Sabit-Q-Kepstral Katsayılar CMN ile normalize edilmiştir. Çalışmada ASVSpooft 2017 ve BTAS 2016 verisetlerinden faydalanılmıştır. İki farklı çalışma stratejisi izlenen çalışmada Birinci stratejide mümkün olduğunca düşük geliştirme seti hatası elde etmek amaçlanmışken, ikinci stratejide veritabanları arası deneyler gerçekleştirilerek, tutarlı performans gösteren bir konfigürasyon bulunmaya çalışılmıştır. IMFCC kullanıldığında ASVSpooft 2017 geliştirme setinde 3.85 EER, değerlendirme setinde %30.91 EER başarıları elde edilmiştir. SMC kullanımında geliştirme ve değerlendirme setlerinde sırası ile 9.32 ve 11.49 EER değerleri üretilmiştir. Veritabanları arası (Cross-database) çalışmada yapılmış ve BTAS 2016 ile eğitim yapıp (LPCCs kullanımında) BTAS 2016 geliştirme setinde test yapıldığında 1.09 EER değere ulaşılırken ASVSpooft 2017 geliştirme setinde 22.81 EER skoru üretilmiştir. Aynı özelliklerle ASVSpooft 2017’de eğitim yapıldığında ise BTAS 2016 geliştirme setinde 13.88 EER, ASVSpooft 2017 geliştirme setinde 10.70 EER skoru almıştır.



Şekil 13. Dokuz farklı akustik özelliklerin Gauss Karışım Modellemesi ile sınıflandırılmasına dayalı derin sahte ses tespiti yöntemi (Font ve ark., 2017).

Yang ve ark. (2018) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden STSSI, OPI ve FPI akustik özellikleri çıkarılmıştır. STSSI farklı CQT-spektral kutular üzerinden birinci ve ikinci dereceden istatistiklerin elde edildiği çerçeve düzeyinde istatistik bilgilerini içerirken OPI oktav bölümlere ve

ayrık kosinüs dönüşümünün (DCT) uygulandığı oktav bilgisini taşımaktadır. FPI ise Sabit-Q-Dönüşümü spektrumundan tam bant ilke bilgisini formüle eder. Son olarak, sahtecilik tespiti için bir özellik olarak delta ve hızlanma (acceleration) katsayılarını oluşturmak üzere üç alt özellik birleştirilmiştir. Önerilen özellik Sabit-Q İstatistikleri-Artı-Asıl Bilgi Katsayısı (Constant-Q-Statistics-Plus-Principal Information Coefficient, CQSPIC) olarak adlandırılmıştır. Önerilen özelliğe ek olarak Mel Frekans Kepstral Katsayıları ve Sabit-Q-Kepstral Katsayıları akustik özellikleri de çıkarılmıştır. Bu özelliklerin sınıflandırılması Derin Sinir Ağı kullanılarak yapılmış ve çalışmada ASVSpooof 2015 veriseti kullanılmıştır. ASVSpooof 2015 değerlendirme setinde CQSPIC hızlandırma özelliği ile ortalama 0.038 EER değerleri raporlanmış, ASVSpooof 2017 değerlendirme verisetinde OPI, FPI ve STSSI'nin ortalamasının birleştirilmesiyle 11.09 ortalama EER değeri elde edilmiştir.



Şekil 14. Altı farklı akustik özelliklerin Derin Sinir Ağları ile sınıflandırılmasına dayalı derin sahte ses tespiti yöntemi (Font ve ark., 2018).

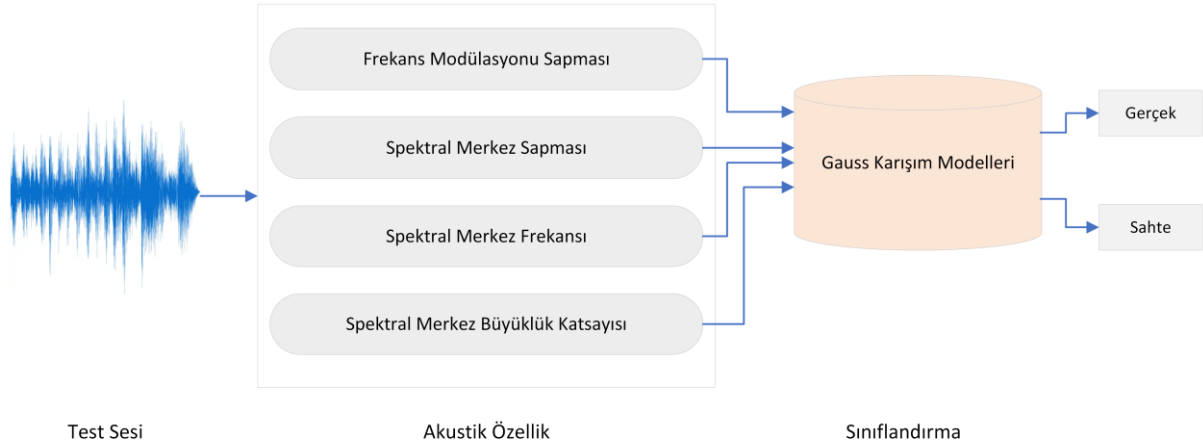
Suthokumar ve ark. (2018) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden MCF özelliği çıkarılır. MCF kosinüs katsayıları (MCF-CC) olarak adlandırılan özelliği oluşturmak için Modülasyon Ağırlık Merkezi Frekansı boyunca DCT uygulanmakta ve Akustik frekanslar boyunca normalleştirilmiş modülasyon spektrumunun (Normalized Modulation Spectrum) sıfıncı modülasyon kutusu enerjileri MSE olarak adlandırılmaktadır. DCT, MSE'nin boyutsallığını azaltmak için gerçekleştirilmiş ve kompakt MSE Kepstral Katsayısı (MSE Cepstral Coefficient, MSE-CC) özellikleri çıkarılmıştır. Bu akustik özelliklere ek olarak STCC özelliği de elde edilmiştir. Bu akustik özelliklerin sınıflandırılması için GMM kullanılmıştır. Çalışmada ASVSpooof 2017 versiyon değerlendirme setinde üç akustik özelliğin füzyonunda 6.54 EER, versiyon iki verisetinde üç özelliğin füzyonunda 6.32 EER elde edildiği görülmüştür.



Şekil 15. Üç farklı akustik özelliklerin Gauss Karışım Modellemesi ile sınıflandırılmasına dayalı derin sahte ses tespiti yöntemi (Suthokumar ve ark., 2018).

Gunendradasan ve ark. (2018) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden FMD, SCD, SCF ve SCMC özellikleri çıkarılmıştır. Bu özelliklerin sınıflandırılmasında yazarlar GMM'den faydalanmış ve önerilen modelin eğitim/testi için ASVSpooof 2017 verisetini kullanmıştır. Değerlendirme setinde

Spektral Merkez Büyüklük Katsayısı, Spektral Merkez Sapması ve Spektral Merkez Frekansı skor düzeyinde füzyon işlemi gerçekleştirilmiş ve 9.20 EER metrik değerinin elde edildiği görülmüştür.



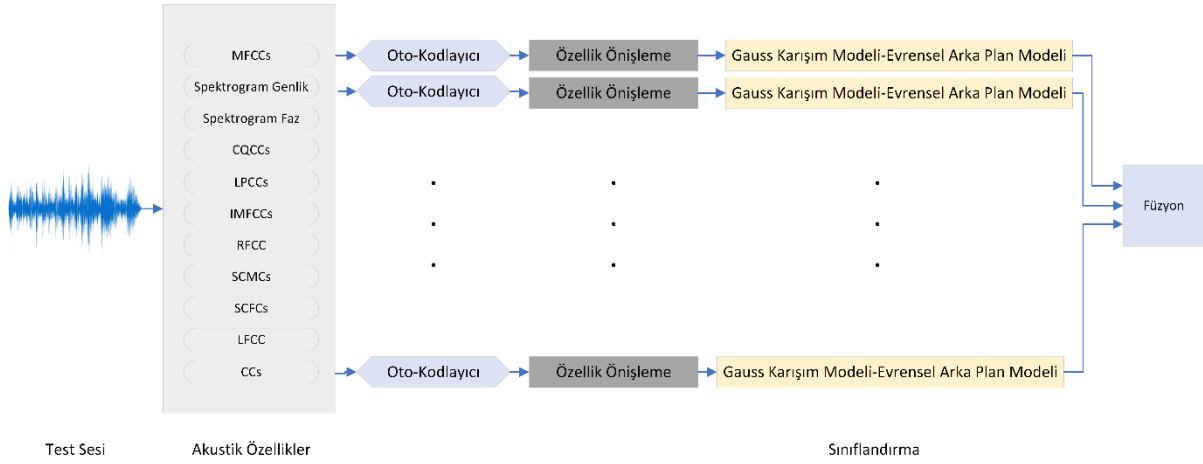
Şekil 16. Dört farklı akustik özelliklerin Gauss Karışım Modellemesi ile sınıflandırılmasına dayalı derin sahte ses tespiti yöntemi (Gunendradasan ve ark., 2018).

Cheng ve ark. (2019) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinin magnitüd tabanlı ve faz tabanlı zaman-frekans temsilleri çıkarılmıştır. Kullanılan magnitüd tabanlı özellikler Spectrogram, Mel-ölçekli filtre bankaları (Mel scale filter banks, MelFbanks), CQT'ye dayalı log güç büyüklüğü spektrogramı'dır. Faz tabanlı özellikler ise MGD ve CQTMGD'dir. Özelliklerin eğitimi için 18-katmanlı ResNet (ResNet18) yapısı referans alınarak 18-katmanlı bir ResNeWt (ResNeWt18) mimarisi oluşturulmuştur. Çalışmada ASVSpooof2019 PA seti üzerinde deneyler yapılmıştır. Büyüklük tabanlı özellikler ve Faz tabanlı özelliklerle alınan sonuçlar füzyon yapılmış ve geliştirme setinde 0.20 EER ve 0.0049 t-DCF, değerlendirme setinde 0.39 EER ve 0.0096 t-DCF elde edilmiştir.



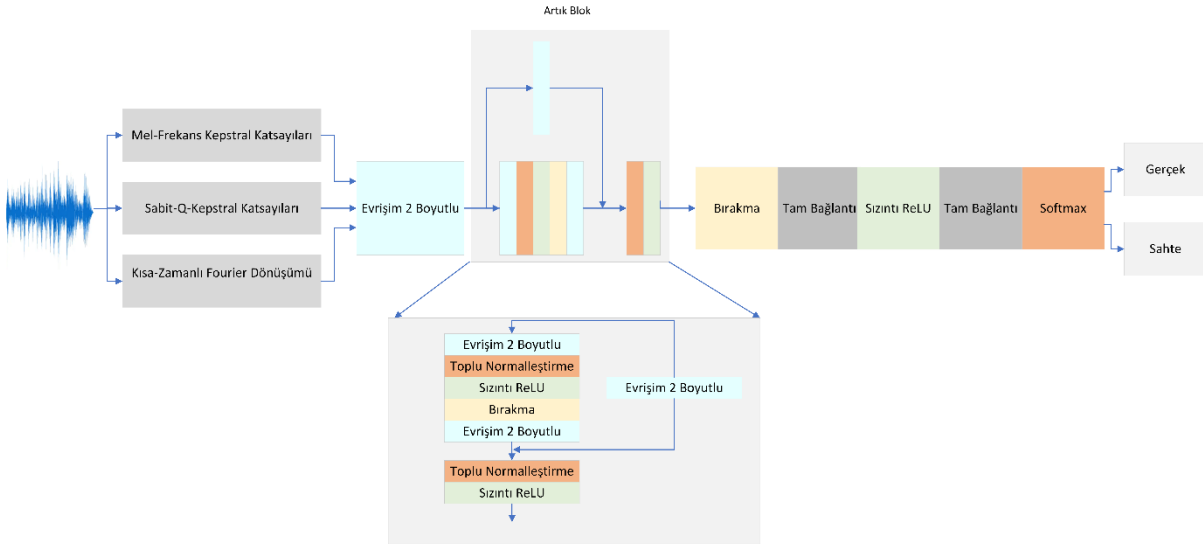
Şekil 17. Büyüklük ve Faz tabanlı özellikler ile 18 katmanlı ResNeWt mimarisi ile derin sahte ses tespiti (Cheng ve ark., 2019).

Balamurali ve ark. (2019) tarafından önerilen çalışmada giriş sesi ön işlem sonrası çerçevelere ayrılmıştır. Çerçeveleme işlemi %50 örtüşen hamming penceresi ile gerçekleştirilmiş ve her çerçeveden 11 farklı özellik çıkarılmıştır. Bu özellikler Mel-Frekans Kepstral Katsayıları, spektrogram genlik, spektrogram faz, Sabit-Q-Kepstral Katsayılar, LPCC, IMFCC, RFCC, LFCC, SCMC ve CC'dir. Özelliklerin sınıflandırması için GMM-UBM kullanılmıştır. Modelin eğitimi ve testinde ASVSpooof2017 verisetindeki yeniden oynatma ataklarının yer aldığı veriseti grubu kullanılmıştır. Deneyler her bir özellik için ayrı ayrı ve tüm özelliklerin füzyonu için yapılmıştır. Yapılan testlerde değerlendirme setinde en iyi başarının, tüm özellikler ve oto-kodlayıcıyla elde edilen özelliklerin füzyon işlemine alınması ile elde edildiği gösterilmiş ve 10.8 EER'ye ulaşılmıştır.



Şekil 18. 11 farklı özelliğin Gauss Karışım modeli ve evrensel arka plan modeli ile sınıflandırıldığı derin sahte ses tespiti yöntemi (Balamurali ve ark., 2019).

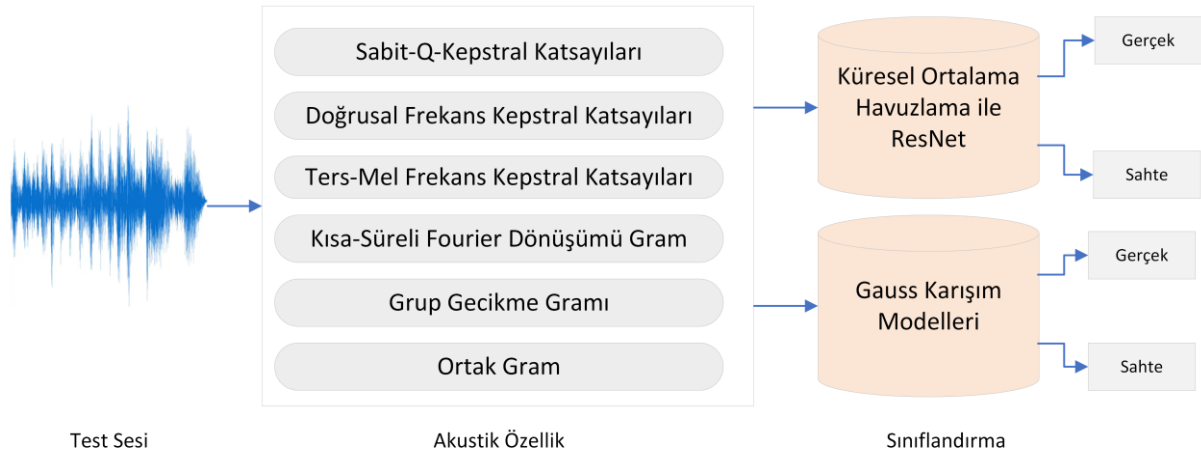
Alzantot ve ark. (2019) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden Mel-Frekans Kepstral Katsayıları, Sabit-Q-Kepstral Katsayıları ve STFT'nin Logaritmik Büyüklüğü akustik özellikleri çıkarılmıştır. Mel-Frekans Kepstral Katsayıları çıkarılırken, Mel-Frekans Kepstral Katsayı türevlerinin kepstral katsayı dinamiklerini yakalaması için MFCC'yi, birinci dereceden MFCC ve MFCC'nin ikinci türeviyle birleştirilmiştir. Artık Konvolüsyonel Sinir Ağı ile elde edilen özellikler sınıflandırılmıştır. Kullanılan mimariye Şekil 19'da yer verilmiştir. Yöntemin eğitim ve testi için ASVSpooof 2019 veriseti kullanılmıştır. Üç akustik özelliğin Artık Konvolüsyonel Sinir Ağı ile sınıflandırılmasının skor seviyesinde füzyon işlemi sonucunda LA geliştirme setinde 0.0 t-DCF ve 0.0 EER, değerlendirme setinde ise 0.1569 t-DCF ve 6.02 EER alınmıştır. PA geliştirme setinde 0.0581 t-DCF ve 2.65 EER, değerlendirme setinde 0.0693 t-DCF ve 2.78 EER değerleri raporlanmıştır.



Şekil 19. Üç farklı akustik özelliklerin önerilen ResNet mimarisi ile sınıflandırılmasına dayanan derin sahte ses tespiti yöntemi (Alzantot ve ark., 2019).

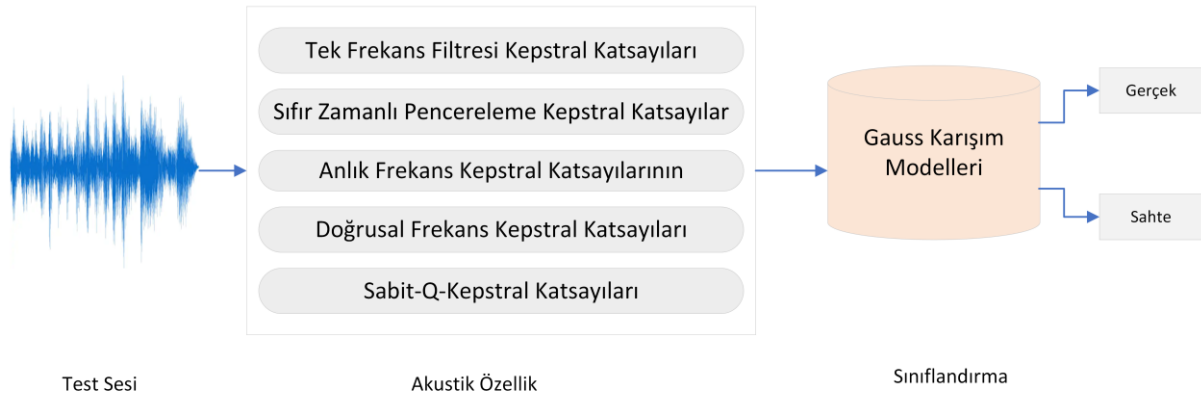
Cai ve ark. (2019) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden Sabit-Q-Kepstral Katsayıları, LFCC, IMFCC, STFT Gram, GD gram ve Ortak Gram akustik özellikleri çıkarılır. Ayrıca, eğitim verilerinin miktarını artırmak için ham dalga formuna hız pertürbasyonunu uygulayarak basit ama etkili bir veri artırma stratejisi uygulanmıştır. Sınıflandırma yapmak amacıyla GAP katmanının da dahil olduğu ResNet ve GMM kullanılmıştır. Çalışmada ASVSpooof 2019 yeniden oynatma verisetinden deneylerde faydalanılmıştır. LFCC'nin, IMFCC'nin, veri artırılmış STFT gramın, GD-gram ve veri

arttırılmış GD-gramın ve veri arttırım uygulanmış Joint Gramın skor seviyesinde füzyonu ile geliştirme setinde 0.24 EER, 0.0064 min t-DCF, değerlendirme setinde ise 0.66 EER, 0.0168 min t-DCF başarısı vardır.



Şekil 20. Altı farklı akustik özelliklerin önerilen ResNet mimarisi ve Gauss Karışım Modelleri yaklaşımlarıyla sınıflandırılmasına dayanan derin sahte ses tespiti yöntemi (Cai ve ark., 2019).

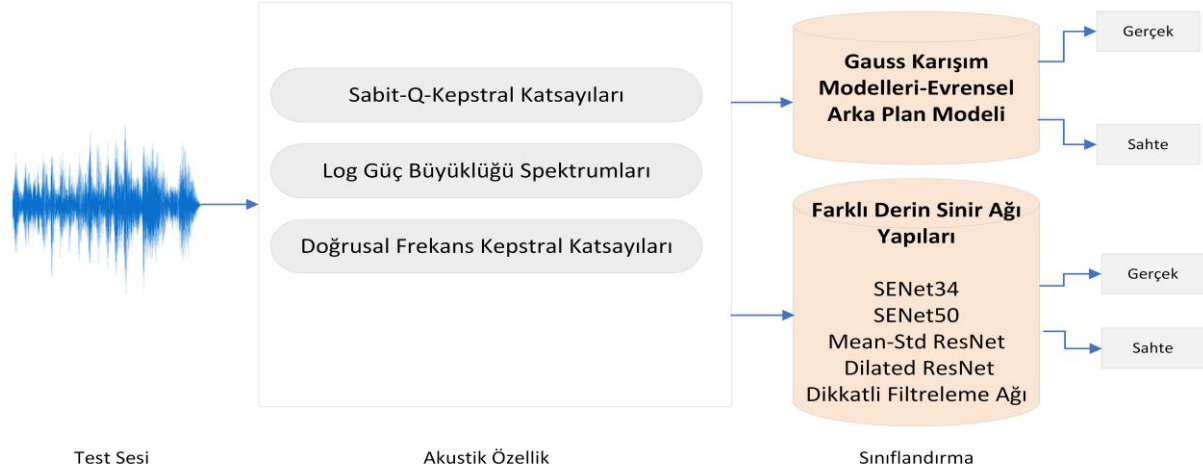
Alluri & Vuppala (2019) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden SFFCC, ZTWCC ve IFCC'den yanı sıra LFCC ve Sabit-Q-Kepstral Katsayıları akustik özellikleri çıkarılmıştır. Elde edilen özelliklerin sınıflandırılması için GMM'nin kullanılması önerilmiştir. Çalışmada ASVSpooof 2019 verisetinden faydalanılmış ve LA geliştirme setinde ZTWCC ve CQCC özelliklerinin birleştirilmesiyle de 0.0 EER, 0.0 t-DCF değerlerinin elde edildiği görülmüştür. Değerlendirme setinde 4.92 EER, 0.1239 t-DCF değerleri elde edilmiştir. PA geliştirme setinde ZTWCC kullanıldığında 10.11 EER, 0.2169 t-DCF başarısı alınmıştır. Değerlendirme setinde ZTWCC kullanıldığında 12.20 EER, 0.2810 t-DCF sonuçları elde edilmiştir. Çalışmada atak bazlı sonuçlar da verilmiştir.



Şekil 21. Beş farklı akustik özelliklerin Gauss Karışım Modellemesi ile sınıflandırılmasına dayalı derin sahte ses tespiti yöntemi (Alluri & Vuppala, 2019).

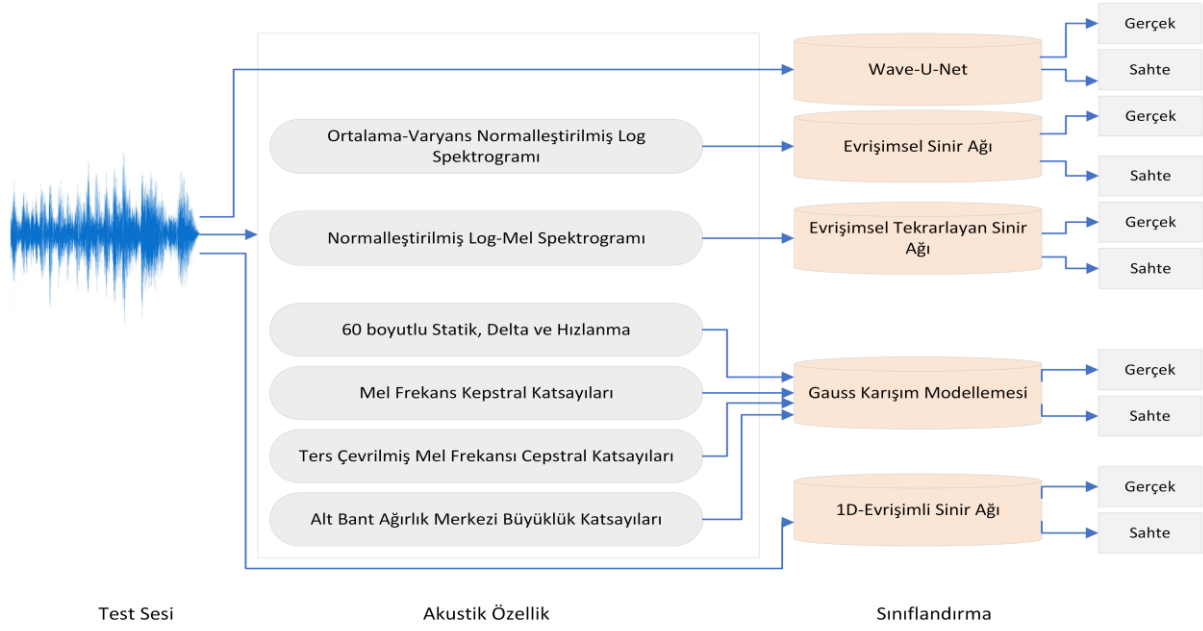
Lai ve ark. (2019) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden Sabit-Q-Kepstral, Log Güç Büyüklüğü Spektrumları (Log Power Magnitude Spectra, Logspec) ve LFCC akustik özellikleri çıkarılmıştır. Sınıflandırma yapmak amacıyla Gauss Karışım Modelleri-Evrensel Arka Plan Modeli (Gaussian Mixture Models-Universal Background Model, GMM), Gauss Karışım Modelleri ve farklı Derin Sinir Ağı yapıları kullanılmıştır. Sıkıştırma-Uyarma Ağlarının çeşidi olan ResNet34 omurgasına sahip SENet34 ve ResNet50 omurgasına sahip SENet50 mimarisi Şekil 22'de görselleştirildiği gibi önerilmiştir. Bunlara ek olarak Mean-Std ResNet, Dilated ResNet ve Dikkatli Filtreleme Ağı (Attentive-

Filtering Network) da çalışmada kullanılmıştır. ASVSpooF 2019 veriseti ile ilgili model eğitilmiş ve test sonuçların elde edilmesi gerçekleştirilmiştir. Log Güç Büyüklüğü Spektrumlarının SENet34, SENet50, Mean-Std ResNet ve Dilated ResNet ile sınıflandırılmasıyla CQCC'nin Mean-Std ResNet ile sınıflandırılması füzyon işlemine alındığında PA geliştirme setinde 0.003 EER ve 0.129 t-DCF başarıları, değerlendirme setinde ise 0.59 EER ve 0.016 t-DCF başarıları mevcuttur. Bununla birlikte LA geliştirme setinde 0.0 EER ve 0.0 t-DCF, değerlendirme setinde 6.70 EER ve 0.155 t-DCF başarıları bulunmaktadır.



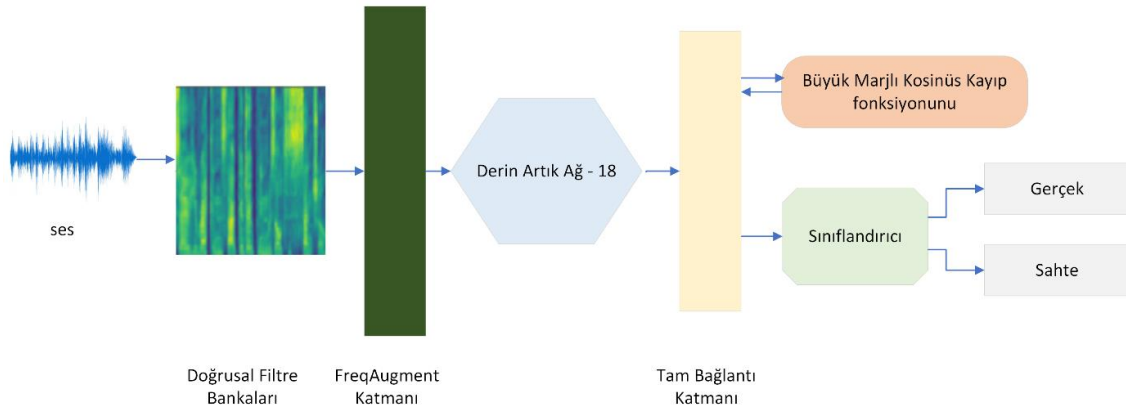
Şekil 22. Üç farklı akustik özelliklerin Gauss Karışım Modelleri-Evrensel Arka Plan Modeli ve Farklı derin sinir ağı yapıları kullanılarak sınıflandırılmasına dayalı derin sahte ses tespiti yöntemi (Lai ve ark., 2019).

Chettri ve ark. (2019) tarafından giriş sesinin ham ve zaman-frekans (time-frequency) temsillerinin kullanıldığı Şekil 23'de verilen mimari önerilmiştir. Yazarlar eğitim ve doğrulama sırasında aynı tür atakları kullanmanın bilinmeyen atakları tespit etmede başarısızlığa sebep olabileceğini göz önünde bulundurularak eğitim ve geliştirme setini alt sete ayırmıştır. Evrişimli Sinir Ağı mimarisinde her ses örneğinin ilk ve son 4 saniyesinden Ortalama-Varyans Normalleştirilmiş Log Spektrogramı (Mean-Variance Normalized Log Spectrogram) çıkarılarak iki farklı modelin eğitimi yapılır. Normalleştirilmiş Log-Mel Spektrogramı CRNN mimarisi ile sınıflandırılmıştır. 1D-Evrişimli Sinir Ağı mimarisi girdi olarak ham ses alır. Wave-U-Net yapısı ses girişlerinin aynı uzunlukta olmasını sağlamak için tüm kayıtları 12.23 saniye olacak şekilde doldurur.60 boyutlu statik, delta ve hızlanma (Static, Delta and Acceleration, SDA), Mel Frekans Kepstral Katsayıları, IMFCC, SCMC akustik özellikleri Gauss Karışım Modellemesi kullanılarak sınıflandırılmıştır. I-Vektörleri ve Uzun Vadeli Ortalama Spektrum (Long-Term-Average-Spectrum, LTAS) Destek Vektör Makinesi ile sınıflandırılmıştır. Çalışmada 10 farklı eğitim yapılmış ve bu yapılan sınıflandırmalar 3 topluluk modelleri (ensemble models) ile birleştirilmiştir. LA senaryosunda sınıflandırma olarak Ortalama-Varyans Normalleştirilmiş Log Spektrogramı özelliği ile Evrişimli Sinir Ağı mimarisi, CRNN mimarisi, Gauss Karışım Modellemesi kullanılarak oluşturulan topluluk modelinde Geliştirme setinde 0.0 t-DCF, 0.0 EER, değerlendirme setinde ise 0.0755 t-DCF, 2.64 EER başarıları vardır. PA senaryosunda girdi olarak ham sesin kullanıldığı 1D-Evrişimli Sinir Ağı mimarisi hariç tutularak oluşturulan topluluk modelinde Geliştirme setinde 0.0354 t-DCF, %1.33 EER başarıları vardır. Değerlendirme setinde ise en yüksek başarı Ortalama-Varyans Normalleştirilmiş Log Spektrogramı özelliği ile Evrişimli Sinir Ağı mimarisi kullanılarak 0.1465 t-DCF, 5.43 EER ile alınmıştır.



Şekil 23. Altı farklı akustik özelliğin ve ham sesin kullanıldığı Gauss Karışım Modelleri ve Farklı derin sinir ağı yapıları kullanılarak sınıflandırılmasına dayalı derin sahte ses tespiti yöntemi (Chettri ve ark., 2019).

Chen ve ark. (2020) tarafından önerilen çalışmada var olan verisetlerine ek olarak daha gerçekçi senaryoları simüle etmek için ücretsiz olarak erişilebilen mevcut filmler, TV şovları, müzik kayıtlarından elde edilen sesler eğitim setine eklenmiştir. Yeniden oynatma saldırılarını simüle etmek için de ASVspooof 2019 verisetinde sesler VoIP kanalı aracılığıyla mantıksal olarak yeniden oynatılarak eğitim setine eklenmiştir. Girdi olarak alınan ses sinyallerinden 10ms çerçeve kaydırmalı (frame shift), 30ms pencereler kullanılarak 60 boyutlu lineer filtre bankaları (LFB) çıkarılmıştır. Sınıflandırma aşamasında ResNet-18 kullanılması önerilmiştir. Yöntemin genelleştirme yeteneğini artırma amacıyla, LMCL kullanılmış ve eğitim sırasında bitişik frekans kanallarını rastgele maskeleyen bir katman olan random frekans maskeleyme (FreqAugment) kullanılması önerilmiştir. Şekil 24 önerilen yöntemin genel akışını vermektedir. Performans değerlendirmeleri ASVSpooof2019 LA veriseti üzerinde yapılmıştır. ASVSpooof2019 LA değerlendirme setinde 1.26 EER elde edilmiştir.

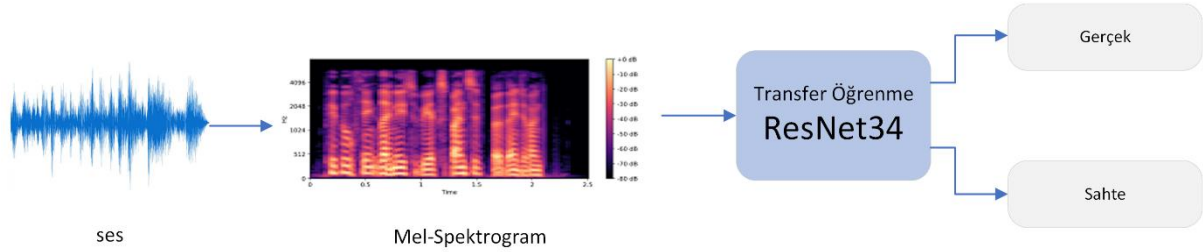


Şekil 24. Doğrusal filtre bankaları ve Derin artık ağ-18 mimarisi kullanılarak derin sahte ses tespiti yöntemi (Chen ve ark., 2020).

Rahul ve ark. (2020) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden Mel-Spektrogram çıkartılarak Şekil 25'deki gibi iki boyutlu uzaya haritalanmıştır. Transfer öğrenmeye dayalı Derin Artık Ağ (ResNet34) mimarisi ile Mel-Spektrogramın sınıflandırılması gerçekleştirilerek Şekil 22'deki gibi

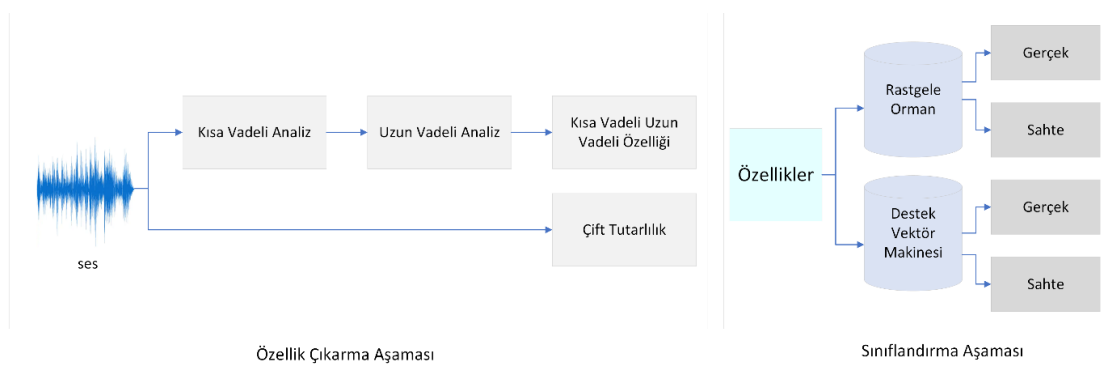


sahte/gerçek etiketlemesi yapılmıştır. Modelin eğitimi ve testi için ASVSpooft 2019 veriseti kullanılmıştır. LA geliştirme setinde 0.9056 EER sonucu rapor edilirken, t-DCF metrik sonucuna dair raporlanma yapılmamıştır. Değerlendirme setinde ise 5.32 EER ve 0.1514 t-DCF değerlerine ulaşıldığı ifade edilmiştir. PA geliştirme setinde %5.57 EER metrik sonucu verilirken, t-DCF başarısı belirtilmemiş ve değerlendirme setinde ise 5.74 EER ile 0.1351 t-DCF sonuçları sunulmuştur.



Şekil 25. Mel-Spektrogram ve Transfer öğrenmeye dayalı ResNet mimarisi kullanılarak derin sahte ses tespiti yöntemi (Rahul ve ark., 2020).

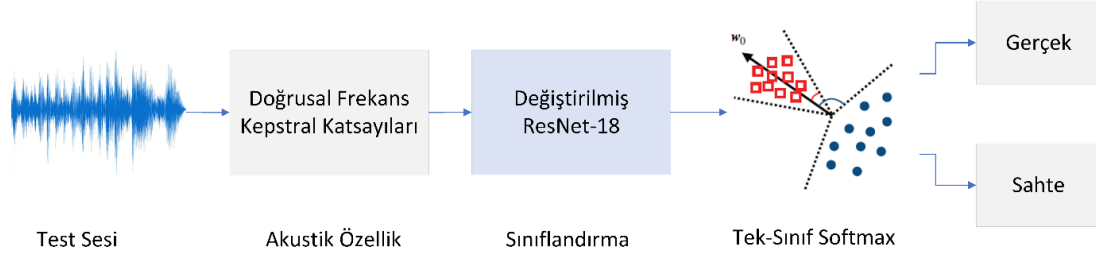
Borrelli ve ark. (2021) tarafından önerilen yöntem giriş sesini tanımlama amacıyla Şekil 26'daki gibi iki farklı öznelik çıkarma yaklaşımına dayanmaktadır. Bunlardan ilkinin elde edilmesinde öncelikle sesin Kısa Vadeli (Short-Term, ST) analizi yapılmış ve ardından Uzun Vadeli (Long-Term, LT) analizi yapılarak Kısa Vadeli Uzun Vadeli (Short Term Long Term, STLT) özneliği çıkarılmıştır. İkinci öznelik vektörlerinin eldesinde ise Çift Tutarlılık (Bicoherence) yaklaşımından faydalanılmıştır. Elde edilen öznelik vektörlerini kullanacak modelin eğitiminde üç farklı senaryo izlenmiştir. Birinci senaryo ikili (binary) senaryodur, sesin gerçek veya sahte olduğunu tespit etmeye odaklanır. İkinci senaryoda kapalı-set (closed-set) senaryosundan faydalanılmıştır. Bu senaryo sesin sadece sahte/orijinal olarak sınıflandırılmasına değil sahte ise hangi atak ile oluşturulduğunu da tespit etmeye odaklanır. Son olarak açık-set (open-set) senaryosuna dayalı yaklaşımdan faydalanılmıştır. Bu yaklaşım da ikinci senaryoya ek olarak, daha önce görmediği atak türlerini de tespit etmeye odaklanır. Çıkarılan özellikler bu senaryoları gerçekleştirecek şekilde Rastgele Orman ve Destek Vektör Makinesi sınıflandırıcı yaklaşımlarıyla eğitilmiştir. Deneyler ASVSpooft2019 LA veriseti üzerinde yapılmıştır. İkili senaryoda en iyi başarı, geliştirme setinde 0.94; değerlendirme setinde 0.74 doğruluk değerini Bicoherence ve STLT füzyonu ile sağlamıştır. Kapalı Set senaryosu ile yapılan eğitimde geliştirme setinde en iyi başarı (0.93 doğruluk) Bicoherence ve STLT füzyonu ile sağlanmıştır. Değerlendirme setinin %80'i eğitimde ve %20'si teste kullanılmıştır. Açık set senaryosunda daha önce görülmeyen atak türlerinin %49'u orijinal olarak algılanmıştır.



Şekil 26. Kısa Vadeli Uzun Vadeli (Short Term Long Term, STLT) ve Çift Tutarlılık özellikleri kullanan sahtecilik tespit yöntemi (Borrelli ve ark., 2021).

Zhang ve ark. (2021a) tarafından önerilen çalışmada girişten alınan sestten 60 boyutlu LFCC çıkarılmıştır. Bu katsayıların sınıflandırılmasında ise Küresel Ortalama Havuzlama Katmanının, Dikkatli Zamansal Havuzlama ile değiştirildiği ResNet-18 mimarisi ile Şekil 23'teki gibi

gerçekleştirilmiştir. Sahte konuşma verilerinin gerçek verilerden belirli bir marjla uzak tutulduğu, gerçek konuşma özelliklerinin kompakt bir sınıra sahip olduğu bir özellik uzayını öğrenmek için Tek Sınıf Softmax (One Class-Softmax) adlı bir kayıp fonksiyonun kullanılması önerilmiştir. Şekil 27 yöntemin genel akışını vermektedir. Çalışmada ASVSpooft2019 LA veriseti kullanılmıştır. Geliştirme setinde 0.20 EER ve 0.006 min t-DCF, değerlendirme setinde ise 2.19 EER ve 0.059 min-t-DCF başarısına ulaşılmıştır.



Şekil 27. Doğrusal frekans kepstral katsayıları ile değiştirilmiş ResNet-18 mimarisi ile derin sahte ses tespiti yöntemi (Zhang ve ark., 2021a).

Kwak ve ark. (2023) tarafından önerilen çalışmada ilk olarak girdi olarak alınan ses sinyallerinin sürelerinin dokuzar saniye şeklinde olacak şekilde sabitlenmesi gerçekleştirilmiştir. Sesin süresinin dokuz saniyeden fazla olması durumunda geri kalan bölümünün kesilmesi, az olması durumunda ise aynı ses dosyasının başına ekleme yapılarak genişletilmesi yapılmıştır. Ses sinyallerinin dönüşüm tabanlı yaklaşımlarından olan CQT yöntemi kullanılarak elde edilen özellik vektörleri iki boyutta haritalanmıştır. İki boyutta temsil edilen özellik vektörleri LCNN'den Maksimum özellik haritası konseptini ve ResNet'den bağlantı atlama konseptini birleştirerek Maksimum Özellik Haritasına sahip Artık Ağ (ResMax) blokları ile oluşturulan derin ağ mimarisi ile sınıflandırma gerçekleştirmiştir. Şekil 28'de önerilen bu yöntemde kullanılan mimari detayları verilmiştir. Derin sahte ses tespiti için kullanılan mimariler genellikle sadece sahteciliği tespit etmeye odaklandığı ve hesaplama maliyetini göz ardı ettiği için gerçek zamanlı kullanıma uygunluğu tartışılabilir bir mevzudur. Yazarlar bu durumu göz önünde bulundurup ResMax mimarisini daha hafif hale getirmek için, evrişim katmanları derinlemesine ayrılabilir evrişim katmanlarına (Depthwise Separable Convolution) dönüştürerek kullanmışlardır. Çalışmada ASVSpooft2019 veriseti üzerinde değerlendirmeler yapılmıştır. ResMax mimarisinin kullanımı durumunda PA'da oluşturulan alt veriseti için, değerlendirme setinde 0.30 EER ve geliştirme setinde 0.16 EER elde ederken LA değerlendirme setinde 2.19 EER ve geliştirme setinde ise 0.56 elde etmiştir. ResMaxSep mimarisi ile elde edilen sonuçlarda ise PA setinde ortalama EER 0.36 ve LA setinde ortalama EER 2.55 dir.

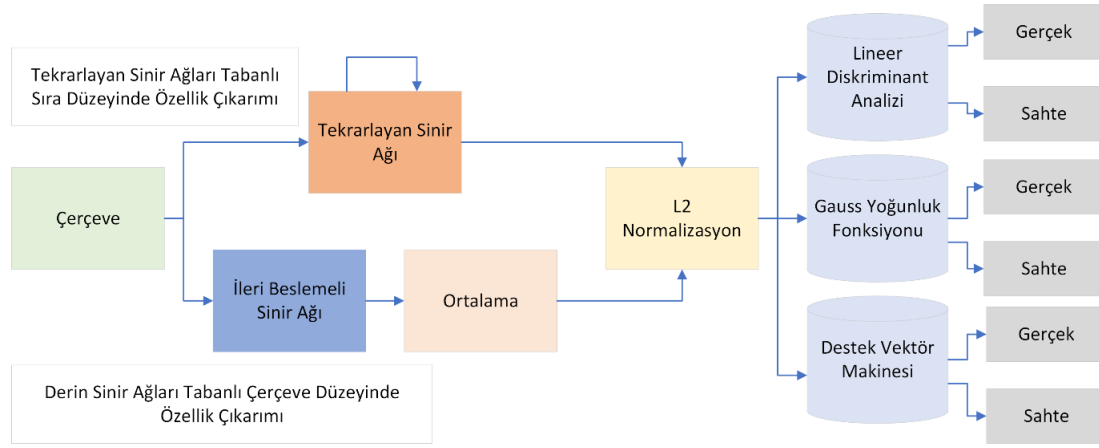


Şekil 28. ResMax ile derin sahte ses tespiti yönteminde kullanılan mimariler (Kwak ve ark., 2023).

## 4.2. Derin öğrenmeye dayalı özellikler kullanan çalışmaların detaylı analizi

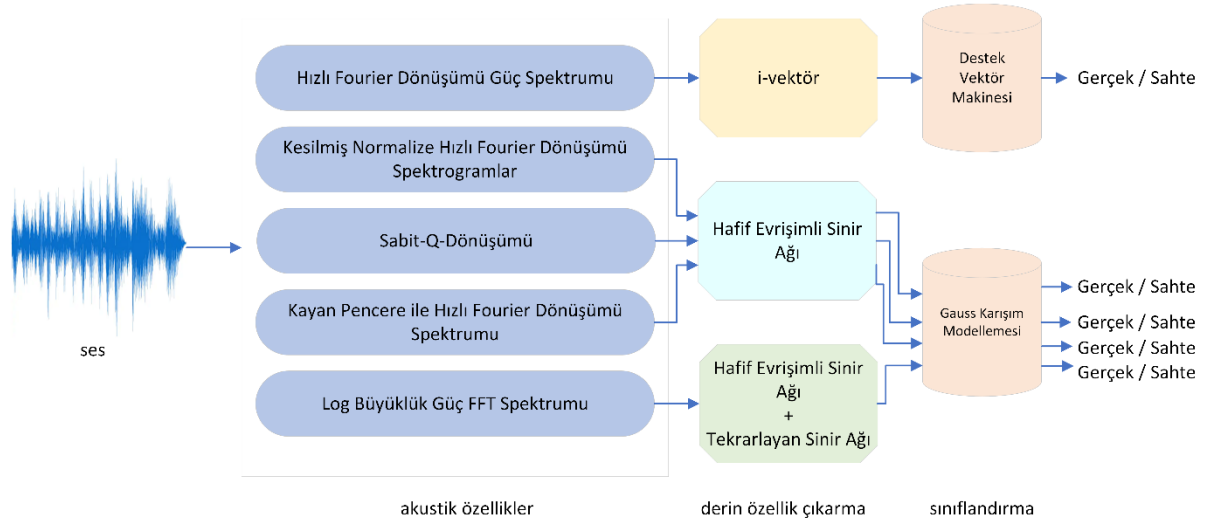
Bu bölümde değerlendirilen çalışmalarda girdi sesinden akustik özellikler çıkarılmadan doğrudan derin öğrenme yaklaşımları ile hem derin özelliklerin çıkarılması hem de sınıflandırılması gerçekleştirilmiştir.

Ele alınan çalışmalardan ilki [Qian ve ark. \(2016\)](#) tarafından önerilmiştir. Bu çalışmada Derin Sinir Ağları Tabanlı Çerçeve Düzeyinde Özellik Çıkarımı ve RNN Tabanlı Sıra Düzeyinde Özellik Çıkarımı yaklaşımları kullanılarak iki farklı derin özellik elde edilmiştir. DNN tabanlı özelliklerin elde edilmesi için, Yığılı Otomatik Kodlayıcılar, Yanıtma-Ayır Edici Derin Sinir Ağları ve Çok Görevli Ortak Öğrenilen Derin Sinir Ağları geliştirilmiştir. RNN sistemi ve LSTM-RNN mimarilerinin kullanılması Şekil 29’de özetlendiği gibi önerilmiştir. Önerilen modellerin eğitimi ve testi için ASVSpoo2015 verisetinden faydalanılmıştır. Derin özelliklerin, derin ağlarla sınıflandırılması durumunda performans değerlendirmesi için Accuracy metriği kullanılmıştır. Yanıtma-Ayır Edici Derin Sinir Ağları kullanıldığında %84.9, Çok Görevli Ortak Öğrenilen Derin Sinir Ağları kullanıldığında %85.4 ve Uzun Kısa Süreli Bellek kullanıldığında %97.02 doğruluk değerine ulaşılmıştır. Çıkarılan derin özellikler ayrıca LDA, GDF ve Destek Vektör Makinesi yaklaşımları kullanılarak ayrı ayrı da gerçekleştirilmiştir. En yüksek başarı DNN ve RNN tabanlı derin özellikler birleştirilmesiyle 1.1 EER olarak raporlanmıştır.



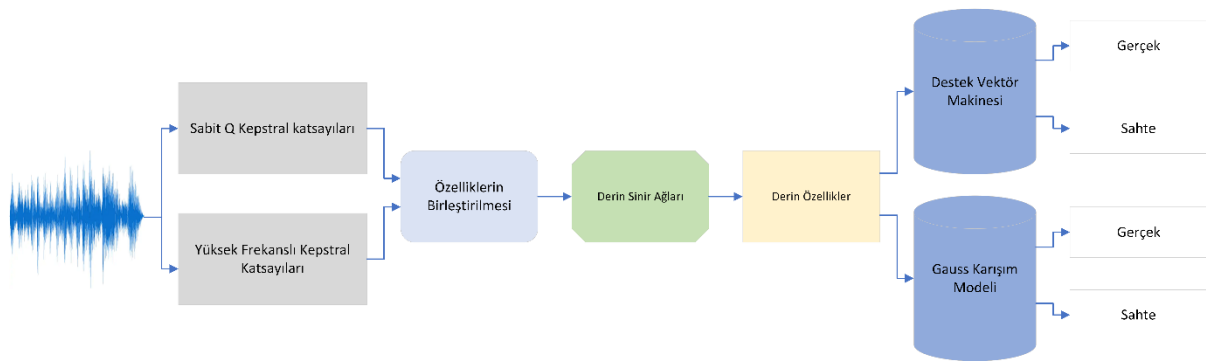
Şekil 29. Derin sahte ses tespiti için [Qian ve ark. \(2016\)](#) tarafından önerilen derin özelliklerin farklı sınıflandırıcılar ile sınıflandırılmasına ilişkin yaklaşım.

[Lavrentyeva ve ark. \(2017\)](#) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden Hızlı Fourier Dönüşümü güç, Kesilmiş Normalize Hızlı Fourier Dönüşümü Spektrogramlar, Sabit-Q-Dönüşümü, zaman eksenini boyunca kayan pencere uygulanarak Hızlı Fourier Dönüşümü spektrumu ve Log Büyüklük Güç FFT Spektrumu yaklaşımları ile ayrı ayrı akustik özellikler elde edilmiştir. Çalışmada akustik özelliklere ek olarak derin özelliklerin de elde edilmesi gerçekleştirilmiştir. Çıkarılan akustik özelliklere Şekil 30’daki gibi farklı yaklaşımların uygulanması ile derin özellikler eklenmiş ve iki farklı sınıflandırıcı kullanılarak performans değerlendirmesi yapılmıştır. Çalışmada ilk olarak Hızlı Fourier Dönüşümü güç spektrumu, i-vektör yapısı kullanılarak Destek Vektör Makinesi ile sınıflandırılmıştır. Kesilmiş Normalize Hızlı Fourier Dönüşümü Spektrogramlar, Sabit Q Dönüşümü ve kayan pencere kullanılarak çıkarılmış Hızlı Fourier Dönüşümü spektrum akustik özelliklerinden Light CNN mimarisi ile özellikler çıkarılmıştır. Bu mimariden üç farklı özellik elde edilerek her birinin sınıflandırılmasında GMM yaklaşımının performansı incelenmiştir. Son olarak Konvolüsyonel Sinir Ağları ve Tekrarlayan Sinir Ağı birleşimi ile Log Büyüklük Güç FFT Spektrumundan özellikler çıkarılmış ve Gauss Karışım Modellemesi ile sınıflandırılmıştır. Çalışmada ASVSpoo2015 yeniden oynatma veriseti kullanılmıştır. En yüksek başarı, kayan pencere kullanılarak çıkarılan FFT dışında 4 tekli sistem skor seviyesinde füzyon yapıldığında geliştirme setinde 3.95 EER, değerlendirme setinde 6.73 EER ile olmuştur.



Şekil 30. Lavrentyeva ve ark. (2017) tarafından önerilen derin sahte ses tespiti için analiz edilen modeller.

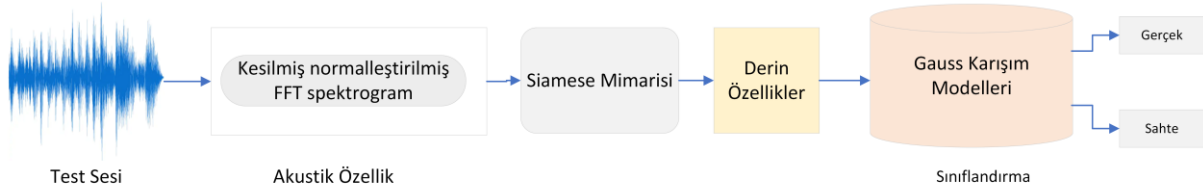
Nagarsheth ve ark. (2017) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden Sabit Q Kepstral katsayıları ve kayıt cihazında kanalı yakalaması için geliştirilen Yüksek Frekanslı Kepstral Katsayıları (High-Frequency Cepstral Coefficients, HFCC) çıkarılmıştır. Şekil 31 önerilen sisteme ait blok diyagramı vermektedir. Birinci ve ikinci türevleriyle birlikte sıfır ortalama ve birim varyans normalleştirilmiş 30 boyutlu CQCC'ler kullanılmıştır. Ortalamalar ve varyanslar eğitim verileri üzerinde hesaplanmıştır. Aynı normalizasyon HFCC özelliklerine de uygulanmıştır. Bu özelliklere ek olarak derin özellikler Derin Sinir Ağları ile elde edilerek Destek Vektör Makinesi ve Gauss Karışım Modeli ile sınıflandırılmıştır. Çalışmada ASVSpooft 2017 yeniden oynatma veriseti kullanılmıştır. Sabit Q Kepstral katsayıları ve Yüksek Frekanslı Kepstral Katsayılarının GMM ile eğitim sonuçları skor seviyesinde (score-level) füzyon işlemine tabi tutulması durumunda, geliştirme setinde 3.2 EER ve değerlendirme setinde 18.1 EER elde edilmiştir. Son olarak Sabit-Q-Kepstral katsayıları ve Yüksek Frekanslı Kepstral Katsayıları özellik düzeyinde füzyon işlemi yapılmış ve Derin Sinir Ağlarıyla derin özellik çıkarılmıştır. Çıkarılan derin özelliklerin Destek Vektör Makinesiyle sınıflandırılması sonucunda geliştirme setinde 7.6 EER ve değerlendirme setinde 11.5 EER alınmıştır.



Şekil 31. Nagarsheth ve ark. (2017) tarafından önerilen yaklaşım ile derin ve akustik özelliklerin kullanıldığı sahte ses tespiti.

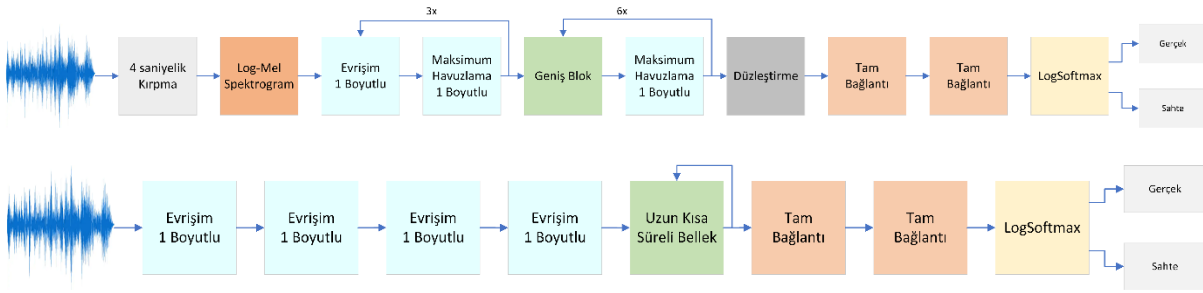
Sriskandaraja ve ark. (2018) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden Kesilmiş normalleştirilmiş FFT spektrogramlar yaklaşımı ile akustik özellikler çıkarılmıştır. Bu özelliklere ek olarak derin özelliklerin öğrenilmesi amacıyla Derin Sinir Ağı mimarilerinin kullanıldığı Siamese yapısının kullanılması önerilmiştir. Sınıflandırma aşamasında Gauss Karışım Modellemesinden faydalanılmıştır. Şekil 32'de genel akışı verilen modelin eğitim ve testi ASVSpooft 2017 veriseti ile gerçekleştirilmiştir. Performans sonuçları yalnızca değerlendirme setinde sunulmuş olup geliştirme

setindeki değerlendirmeye yer verilmemiştir. Değerlendirme setinde 6.40 EER metrik sonucunun raporlandığı görülmektedir.



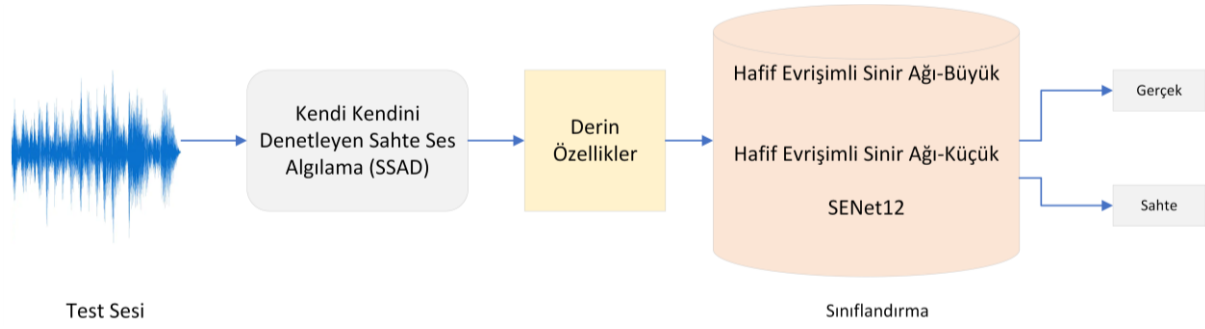
Şekil 32. Sriskandaraja ve ark. (2018) tarafından önerilen yaklaşım ile derin özelliklerin kullanıldığı sahte ses tespiti.

Chintha ve ark. (2020) tarafından önerilen çalışmada CRNNSpoof ve WIRENetSpoof olarak iki farklı mimari Şekil 33'deki gibi kullanılmıştır. CRNNSpoof mimarisinde ağı girişinde spektral özellikler yerine ham ses kullanılarak, ayırt edici özelliklerin mimari tarafından öğrenilmesi sağlanmıştır. WIRENetSpoof mimarisinin kullanıldığı yaklaşımda ise giriş sesi 4 saniyelik seslere kırılmakta ve log-mel spektrogram dört saniyelik seslerden özellik olarak çıkarılmaktadır. Mimariye log-mel spektrogram giriş olarak verilmiştir. Çalışmada ASVSpooF2019 veriseti üzerinde değerlendirmeler yapılmıştır. CRNNSpoof mimarisi tek yönlü LSTM katmanı kullanıldığında değerlendirme setinde 4.02 EER ve 0.134 t-DCF elde edilmiştir.



Şekil 33. CRNNSpoof ve WIRENetSpoof mimarisi olmak üzere iki farklı mimarinin kullanıldığı derin sahte ses tespiti yaklaşımları (Chintha ve ark., 2020).

Jiang ve ark. (2020) tarafından önerilen çalışmada giriş sesi dalga formunda işleme alınmış ve Kendi Kendini Denetleyen Sahte Ses Algılama (Self-Supervised Spoofing Audio Detection, SSAD) olarak isimlendirdikleri mimari önerilmiştir. Şekil 34 bu mimariye ilişkin genel akışı vermektedir. SSAD'de ses sinyaline ilişkin özellik vektörünün elde edilmesi için 8 evrişimli bloğun kullanıldığı kodlayıcıdan faydalanılır. Özelliklerin zamansal niteliğini yakalamak için TCN veya GRU kullanılmıştır. Çalışmada ayrıca hiç zamansal özelliğin çıkarılmadığı yalnızca SSAD mimarisinin performansının da analizi gerçekleştirilmiştir. Üç regresyon çalışanı (regression workers) ve bir ikili çalışan (binary worker) sahte ses algılamada daha iyi performans elde etmek için tasarlanmıştır. Regresyon çalışanları hedef özellikleri tahmin etmeyi amaçlar. Bu hedef özellikler Log Güç Spektrumu, Log-Frekans Kepstral Katsayılar ve Sabit-Q-Kepstral katsayıları olmak üzere üç adettir. Kodlayıcının kullanılmasındaki amaç bu özellikler ile ağ tahminleri arasında Ortalama Karesel Hatayı (Mean Squared Error, MSE) en aza indirmektir. İkili çalışan sahte ses ile orijinal ses arasında ayırım yapmak amacıyla kullanılmıştır. Sınıflandırma aşamasında LCNN-big, LCNN-small ve SENet12 modelleri kullanılmıştır. Hafif Evrişimli Sinir Ağları Açısıl Softmax (Angular Softmax, A-Softmax) kullanırken, SENet12 modeli orijinal softmax kullanır. Çalışmada ASVSpooF 2019 LA veriseti ile önerilen modellerin eğitim ve testi yapılmıştır. Geçitli Tekrarlayan Ünite'nin kullanıldığı SSAD ve SENet12 sınıflandırmasıyla, geliştirme setinde 0.15, değerlendirme setinde 7.24 EER başarıları elde edilmiştir. SSAD ve LCNN-big kullanımında geliştirme setinde 0.78, değerlendirme setinde 5.31 EER başarıları raporlanmıştır.



Şekil 34. Jiang ve ark. (2020) tarafından önerilen yaklaşım ile derin özelliklerin kullanıldığı sahte ses tespiti.

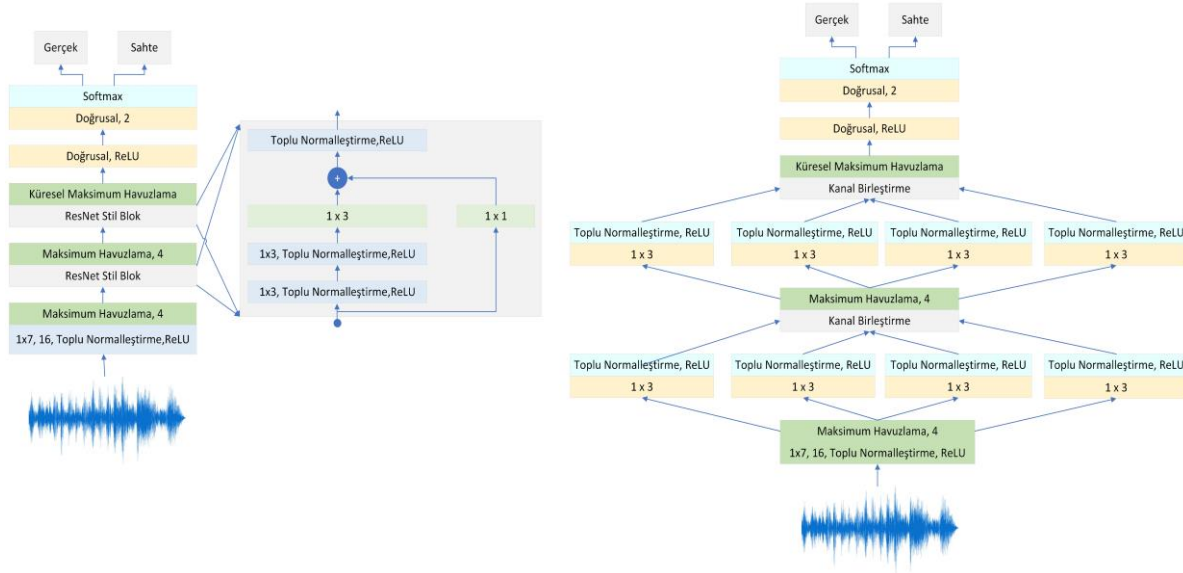
Tak ve ark. (2021) tarafından önerilen çalışma derin sahte ses tespiti alanında RawNet2'yi kullanan ilk çalışmadır. Girişten ham ses alınmış ve RawNet2 üç farklı konfigürasyonla eğitilmiştir. Bu konfigürasyonlar Sabit Mel-Ölçekli Sinc Filtreleri (Fixed Mel-Scaled Sinc Filters), Sabit Ters Mel-ölçekli Sinc Filtreleri (Fixed İverse Mel-Scaled Sinc Filters) ve Sabit Lineer Ölçekli Sinc Filtreleri (Fixed Linear-Scale Sinc Filters) şeklinde belirlenmiştir. Çizelge 8’de kullanılması önerilen derin ağ mimarisine ilişkin katmanlardan ve bunların çıkışlarının boyutlarından bahsedilmiştir. Çalışmada ASVSpooF 2019 LA veriseti kullanılarak model eğitilmiş ve test edilmiştir. Sabit Ters Mel-ölçekli Sinc Filtreleri kullanılarak geliştirme setinde 0.285 t-DCF, 0.86 EER ve değerlendirme setinde 0.1175 t-DCF, 5.13 EER alınmıştır. Çalışmada daha çok ASVSpooF 2019 A17 sahteciliğini tespit etmeye odaklanılmıştır. Füzyon işlemi yapmadan A17 tespit etme konusunda en iyi başarı 0.1810 t-DCF ile Sabit Lineer Ölçekli Sinc Filtreleri kullanılarak alınmıştır. Çalışmada temel sınıflandırıcı olarak LFCC’nin GMM ile sınıflandırıldığı çalışma kullanılmıştır. Füzyon işlemi Destek Vektör Makinesi tabanlı füzyon yaklaşımı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Üç farklı RawNet2 konfigürasyonu ile temel sınıflandırıcı füzyon yapılmış ve değerlendirme setinde 0.0347 t-DCF, 1.14 EER alınmıştır. Füzyon işlemi sonucunda A17 bazında 0.0808 t-DCF başarısına ulaşılmıştır.

Çizelge 8. Tak ve ark. (2021) tarafından önerilen derin ağ mimarisinde kullanılan katmanlar ve boyutları

Katman	Giriş 64000	Çıkış Şekli
Sabit Sinc Filtreleri	Evrişim(129,1,128)	(21290, 128)
	Maksimum Havuzlama (3)	
	Toplu Normalleştirme ve LeakyReLU	
Kalıntı Blok x 2	Toplu Normalleştirme ve LeakyReLU	(2365, 128)
	Evrişim(3,1,128)	
	Toplu Normalleştirme ve LeakyReLU	
	Evrişim(3,1,128)	
	Maksimum Havuzlama (3)	
Kalıntı Blok x 4	Özellik Haritası Ölçeklendirme	(29,512)
	Toplu Normalleştirme ve LeakyReLU	
	Evrişim(3,1,512)	
	Toplu Normalleştirme ve LeakyReLU	
Geçitli tekrarlayan birim	Geçitli tekrarlayan birim (1024)	1024
	Tam Bağlantı	1024
Çıkış	1024	2

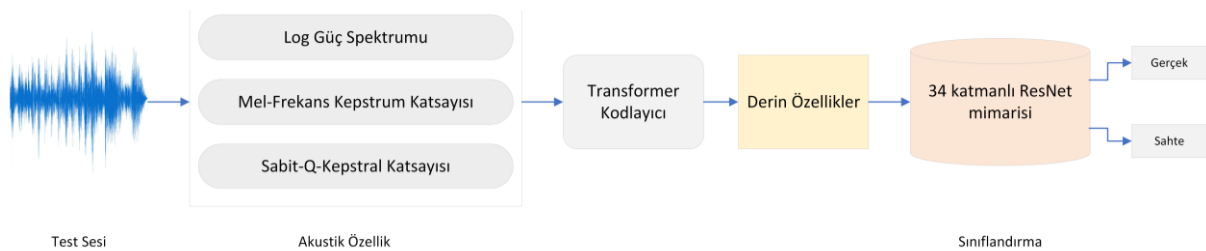
Hua ve ark. (2021) tarafından derin sahte ses tespiti için yapılan çalışmada girişten alınan sesin sahte/orijinal etiketlenmesi amacı 6 saniye ile sınırlandırılarak derin öğrenme modelleri Şekil 35’teki gibi gerçekleştirilmiştir. Önerilen modeller ResNet ve Inception tarzı yapılara sahip olan TSSDNet

mimarilerdir. Res-TSSDNet mimarisinde ResNet tarzı atlama bağlantısı kullanılmıştır. Inc-TSSDNet mimarisinde ise Inception stilinde paralel konvolüsyonlar bulunmaktadır. Çalışmada ASVSpooft 2019 LA ve ASVSpooft2015 verisetleri kullanılmıştır. Res-TSSDNet ile ASVSpooft 2019 LA geliştirme setinde 0.74 EER ve değerlendirme setinde 1.64 EER başarısına ulaşılmıştır. Ayrıca modeller ASVSpooft 2019 eğitim setinde eğitilmiş ve ASVSpooft 2015 geliştirme ve değerlendirme setlerinde test edilmiştir. Res-TSSDNet kullanıldığında ASVSpooft 2015 geliştirme setinde 0.71 EER ve değerlendirme setinde 1.95 EER değerine ulaşılmıştır.



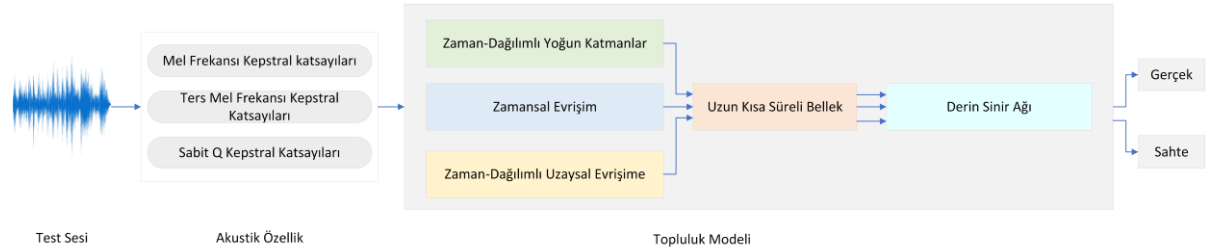
Şekil 35. Hua ve ark. (2021) tarafından derin sahte ses tespiti için önerilen mimariler.

Zhang ve ark. (2021b) tarafından önerilen çalışmada ise ilk olarak eğitim verisi Gauss Gürültü Ekleme (Gaussian Noise Addition, GNA), Sinyal-Gürültü Oranı Gürültü Ekleme (Signal-to-Noise Ratio Noise Addition, SnrNA), zaman değişimi (time shifting), perde değiştirme (pitch shifting) ve zaman uzatması (time stretching) artırım yöntemleri kullanılarak 5 kat artırılmıştır. Sese ait akustik özelliklerin elde edilmesinde otomatik konuşmacı doğrulama sistemlerinde etkinliği ispat edilmiş LPS, MFCC ve Sabit-Q-Kepstral Katsayısı yöntemleri kullanılmıştır. Bu özelliklere ek olarak derin özelliklerin çıkarılması için Transformer Kodlayıcının kullanılması önerilmiş ve çıkarılan derin özelliklerin sınıflandırılması için 34 katmanlı ResNet mimarisi modifiye edilmiştir. Çalışmada ASVSpooft 2019 LA ve FoR-norm verisetleri kullanılmıştır. ASVSpooft 2019 LA verisetinde Log Güç Spektrumu kullanımında geliştirme setinde 0.11 EER, değerlendirme setinde 6.02 EER başarısına ulaşılmıştır. FoR-norm verisetinde Log Güç Spektrumu kullanımında geliştirme setinde 0.03 EER, değerlendirme setinde 4.38 EER başarısına ulaşılmıştır. Önerilen sistemin çapraz veri kümesi(cross-dataset) başarısı da incelenmiştir. FoR-norm ile eğitilmiş sistem ASVSpooft 2019 LA ile test edildiğinde değerlendirme setinde Log Güç Spektrumu kullanımı ile 19.23 EER değerini üretmiştir. ASVSpooft 2019 LA ile eğitilmiş sistem, FoR-norm ile test edildiğinde değerlendirme setinde Log Güç Spektrumu kullanımı ile 18.15 EER rapor etmiştir.



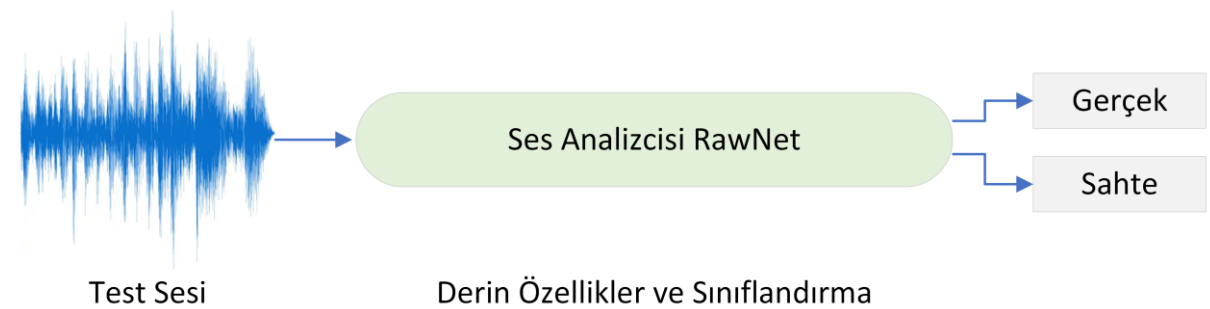
Şekil 36. Zhang ve ark. (2021b) tarafından derin sahte ses tespiti için önerilen üç farklı akustik özellik ve Transformer Kodlayıcının kullanıldığı mimari.

Dua ve ark. (2022) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden MFCC, IMFCC ve CQCC akustik özellikleri çıkarılmıştır. Derin özelliklerin çıkarılması için üç farklı model önerilmiştir. İlk model Zaman-Dağılımlı Yoğun Katmanlar ile LSTM katmanlarının birleşimidir. Diğer iki Derin Sinir Ağı modelleri Zamansal Evrişime ve Uzaysal Evrişime yaklaşımlarına dayanmaktadır. Son aşamada bu üç Derin Sinir Ağı modellerinden oluşan bir topluluk modeli kullanılmıştır. ASVspooftan 2015 veri seti ile eğitilen sistemin performansı ASVspooftan 2019 değerlendirme seti ile düşerken, ASVspooftan 2019 veri seti ile eğitim yapıldığında aynı sistemin performansı artmaktadır. En iyi başarı CQCC akustik özelliği ile topluluk modeli kullanılarak alınmıştır. Eğitim seti olarak ASVspooftan 2015 kullanıldığında ASVspooftan 2019 değerlendirme setinde 24.8 EER elde edilirken, Eğitim ve değerlendirme seti olarak ASVspooftan 2019 kullanıldığında 0.81 EER'ye ulaşılmıştır.



Şekil 37. Dua ve ark. (2022) tarafından derin sahte ses tespiti için önerilen üç farklı akustik özellik ve Topluluk Modelinin kullanıldığı mimari.

Zarish ve ark. (2022) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden derin özellik çıkarılması için Ses Analizcisi RawNet (Audio Examiner RawNet, AEXANet) mimarisi önerilmiştir. Önerilen mimaride MFM, LeakyRelu, SiLU, ve Relu gibi farklı aktivasyon fonksiyonları ile deneysel sonuçlarda bulunulmuştur. Çalışmada ASVspooftan 2019 ve ASVspooftan 2015 verisetleri kullanılmıştır. Deneysel sonuçlar MFM aktivasyon fonksiyonunun en başarılı olduğunu göstermiştir. ASVspooftan 2019 veriseti LA senaryosunda 4.93 EER, 0.17 t-DCF alınırken PA senaryosunda ise 5.29 EER, 0.2061 t-DCF başarısına ulaşılmıştır. ASVspooftan 2019 TTS ataklarında 0.61 EER ve 0.08 t-DCF, VC ataklarında ise 12.10 EER ve 0.40 t-DCF raporlanmıştır. Çalışmada Cross-Dataset ile de sonuç verilmiştir. Eğitim seti olarak ASVspooftan 2015 eğitim ve geliştirme, test seti olarak ASVspooftan 2019 LA değerlendirme seti kullanıldığında 37.60 EER ve 0.91 t-DCF, eğitim seti olarak ASVspooftan 2019 LA eğitim ve geliştirme, test seti olarak ASVspooftan 2015 değerlendirme seti kullanıldığında 19.71 EER ve 0.58 t-DCF raporlanmıştır.

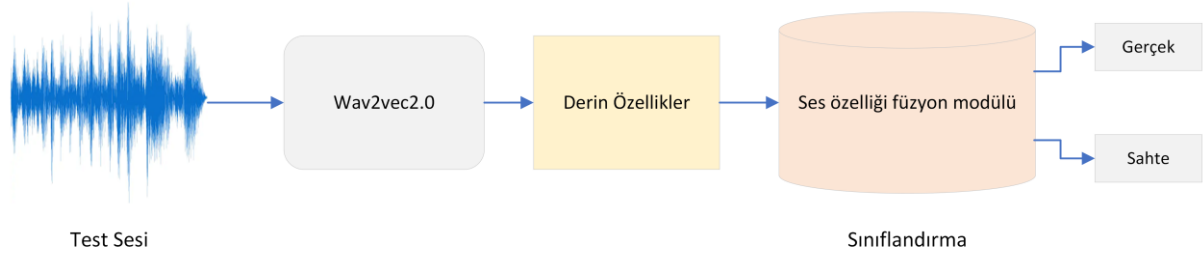


Şekil 38. Zarish ve ark. (2022) tarafından derin sahte ses tespiti için önerilen Ses Analizcisi RawNet'in kullanıldığı mimari.

Zhang ve ark. (2023) tarafından önerilen çalışma ham dalga formlarından özellikler çıkarmak için önceden eğitilmiş bir wav2vec2 modeli ve arka uç sınıflandırma için bir ses özelliği füzyon modülü kullanılmaktadır. Ses özelliği füzyon modülü, ön uçtan çıkarılan ses özelliklerini kullanarak, zaman dilimlerinden ve özellik boyutlarından gelen bilgileri birleştirir. Modelin performansını geliştirmek için veri artırma teknikleri de kullanılmıştır. Model ASVspooftan 2019 LA eğitim ve geliştirme setleri üzerinde eğitilmiş ve ASVspooftan 2021 mantıksal erişim (Logical Access, LA) ve Derin Sahte (Deep Fake, DF)



değerlendirme verisetleri üzerinde test edilmiştir. ASVspooof 2021 LA'da 1.18 EER ve ASVspooof 2021 DF'de 2,62 EER başarısına ulaşılmıştır.



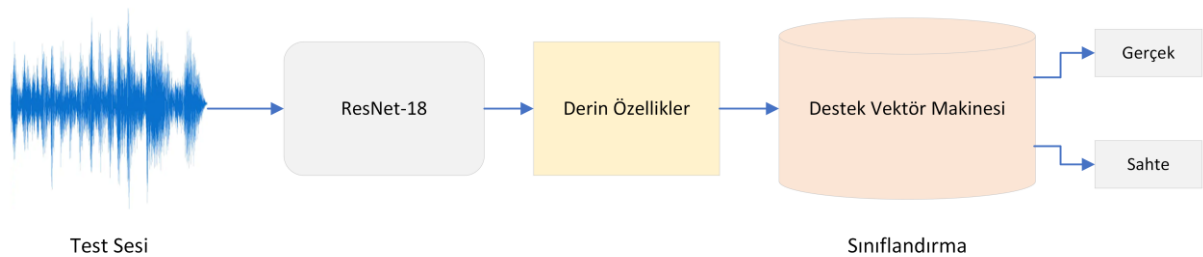
Şekil 39. Zhang ve ark. (2023) tarafından derin sahte ses tespiti için önerilen Wav2vec2.0 ve Ses özelliği füzyon modülünün kullanıldığı mimari.

Mewada ve ark. (2023) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden Gauss Filtresi Tabanlı MFCC, Gamaton Filtresi bazlı GTCC, Spektral Entropi (Spectral Entropy), Spektral Düzlük (Spectral Flatness) ve Pitch Bilgisi (Pitch Information) akustik özellikler olarak çıkarılmıştır. Akustik özelliklerin kombinasyonu Bayes algoritması tarafından optimize edilmiş BiLSTM ile derin özellikler çıkarılmış ve sınıflandırılmıştır. Şekil 40 yöntemin genel akışını vermektedir. Çalışmada ASVSpooof 2017 veriseti kullanılmıştır. Geliştirme setinde 1.02 EER, değerlendirme setinde ise 6.58 EER başarısına ulaşılmıştır.



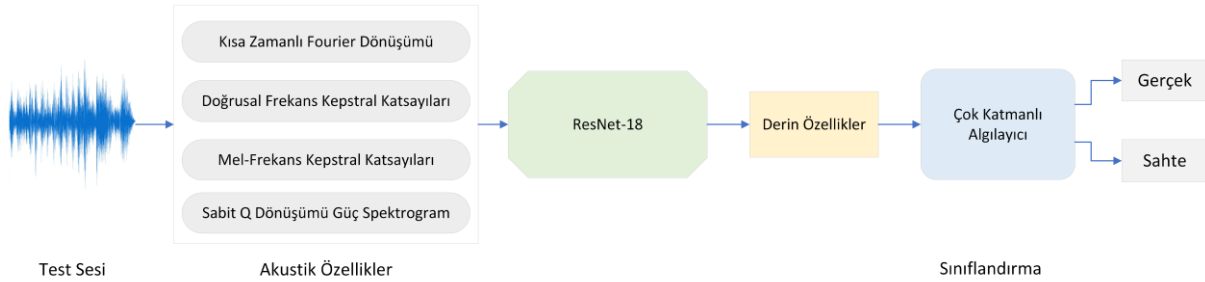
Şekil 40. Mewada ve ark. (2023) tarafından derin sahte ses tespiti için önerilen beş farklı akustik özellik ve Bayes tarafından optimize edilmiş BiLSTM'nin kullanıldığı mimari.

Tan ve ark. (2023) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinden 60 boyutlu LFCC akustik özelliği çıkarılmıştır. Derin özelliğin çıkarılması amacıyla Küresel Ortalama Havuzlama Katmanının yerine Dikkatli Zamansal Havuzlamanın uygulandığı ResNet-18 mimarisi önerilmiştir. Sınıflandırma SVM kullanılarak yapılmıştır. SVM'nin Radyal Tabanlı Fonksiyon, Doğrusal, Polinom ve Sigmoid olmak üzere 4 farklı çekirdek ile etkinliği araştırılmıştır. Çalışmada ASVSpooof 2019 LA veriseti kullanılmıştır. En yüksek başarı Doğrusal çekirdekli SVM ile değerlendirme setinde 0.57 EER ile alınmış olmakla birlikte geliştirme setinde skor sonuçları raporlanmamıştır.



Şekil 41. Tan ve ark. (2023) tarafından derin sahte ses tespiti için önerilen ResNet-18 ve Destek Vektör Makinesinin kullanıldığı mimari.

Abdzadeh & Veisi (2023) tarafından önerilen çalışmada giriş sesinin 4 saniyelik eşit uzunlukta olması için kırpma veya doldurma işlemleri yapılmıştır. Akustik özellikler olarak STFT, LFCC, MFCC, CQT Power Spectrogram çıkarılmıştır. Akustik özelliklerin her biri, Kendine-Dikkat (Self-Attention) katmanına sahip ResNet-18 mimarisine verilmiş ve gömme vektörü çıkarılmıştır. Çıkarılan derin özellikler 3 katmanlı Çok Katmanlı Algılayıcı MLP ve Tek Sınıf-Softmax (One Class-Softmax, OC-Softmax) ile Şekil 41’de özetlendiği gibi sınıflandırılmıştır. Çalışmada ASVspooof 2019 LA veriseti kullanılmıştır. Akustik özellikler arasında en yüksek başarı Sabit-Q-Dönüşümü Güç Spektrogramı kullanılarak değerlendirme setinde 2.33 EER ve 0.120 t-DCF olarak raporlanmıştır.



Şekil 42. Abdzadeh & Veisi (2023) tarafından derin sahte ses tespiti için önerilen dört farklı akustik özellik, ResNet-18 ve Çok Katmanlı Algılayıcı'nın kullanıldığı mimari.

#### 4.3. Yöntemlerin karşılaştırmalı performans değerlendirmesi

Yukarıdaki iki alt bölümde detayları sunulan yöntemlerin karşılaştırmalı performans değerlendirmelerine bu bölümde yer verilecektir. Önceki bölümlerde de bahsedildiği gibi yapılan çalışmalarda önerilen sistemlerin eğitilmesi ve test edilmesinde farklı verisetlerinden faydalanılmıştır. Bu sebeple yapılan değerlendirmeler veriseti bazında gerçekleştirilmiştir. Verisetlerindeki geliştirme ve değerlendirme setlerinde ayrı ayrı raporlanan sonuçlar tablolar halinde sunulularak değerlendirmeleri yapılacaktır. Ele alınan çalışmalarda kullanılan EER ve t-DCF metrik değerleri performans karşılaştırması için irdelenmiştir ancak her çalışmada her iki metriğinde kullanılmadığı da görülmüştür.

Yapılan ilk değerlendirmede ASV2015 verisetinde eğitilen ve test edilen çalışmalara yer verilmiştir. Bu çalışmalara ilişkin metrik değerlendirme sonuçları Çizelge 9’da sunulmuştur. Bu çalışmalarda değerlendirme metriği olarak yalnızca EER metriğinin kullanıldığı için tabloda yöntemlerin geliştirme ve değerlendirme setinde EER sonuçları sunulmuştur. Bu çalışmalardan Wang ve ark. (2015) tarafından yapılan çalışmada geliştirme setinde en yüksek performansın önerilen üç farklı özellik çıkarma yaklaşımı ile sistemin eğilmesinin füzyon durumunda elde edildiği görülmektedir. Ancak yazarların değerlendirme setinde bazı ikili ve üçlü füzyon sonucunu rapor etmemesi çalışmanın eksikliği olarak göze çarpmaktadır. Xiao ve ark. (2015)’nin yaptığı değerlendirmeye göre tekil yaklaşımlara göre tüm özelliklerin ayrı ayrı kullanılıp füzyon edilmesiyle eğitilen sistem ile geliştirme setinde en düşük EER değeri elde edildiği söylenebilir. Yazarlar bu değerlendirmeden sonra değerlendirme setinde yalnızca füzyon EER sonucunu 2.62 olarak rapor etmişler. Geleneksel yöntemler ile özellik elde eden çalışmalar arasından değerlendirme setinde performansı en düşük olan yöntem Wang ve ark. (2015) tarafından yapılan çalışmada Değiştirilmiş Grup Gecikmesi Kepstral Katsayılarının kullanılması durumunda olduğu görülmektedir. Buna karşın değerlendirme setinde en iyi olan modelin Yang ve ark. (2018) tarafından önerilen 0.038 EER (%) değerinin raporlandığı Oktav-Bandı Temel Bilgileri, Tam Bant Temel Bilgileri, Kısa-Vadeli Spektral İstatistik Bilgileri varyansı özelliklerinin kullanılması durumundaki model olduğu söylenebilir. Derin özellikler kullanan ve ASV2015 geliştirme setinde sonuç rapor eden çalışmalar arasında en iyi performans Hua ve ark. (2021) tarafından gerçekleştirilen, ham sesin Res-TSSDNet mimarisi ile doğrudan eğitilmesi durumunda, %0.71 EER değerinin raporlandığı çalışma ile elde edilmiştir. Buna karşın bu yaklaşım değerlendirme setinde %1.95 EER değerine yükselmiştir. Değerlendirme setinde en düşük EER’nin elde edildiği ve dolayısıyla ASV2015 verisetinde en başarılı yöntem olarak yorumlanacak yöntemin Dua ve ark. (2022) tarafından Sabit-Q-Kepstral Katsayılarının Zaman-Dağılımlı Uzaysal Evrişim ve Uzun Kısa Süreli Bellek kullanımı durumundaki yöntem olduğu söylenebilir.

Çizelge 9. ASV2015 veriseti kullanan çalışmaların performans sonuçları

Geleneksel yöntemler ile özellik elde eden çalışmalar				
Referans çalışmalar	Kullanılan özellikler	Sınıflama yöntemi	Geliştirme seti	Değerlendirme seti
Değerlendirme metriği			EER	EER
Wang ve ark. (2015)	Mel-Frekans Kepstral (A)		1.74	-
	Değiştirilmiş Grup Gecikmesi Kepstral Katsayıları (B)	Gauss Karışım Modeli	0.83	3.958
	Fourier spektrumundan alınan Bağlı Faz (C)		0.013	3.925
	A, B Füzyon		0.256	-
	A, C Füzyon		0.004	-
	B, C Füzyon		0.004	3.726
	A, B, C Füzyon		0.002	-
Xiao ve ark. (2015)	Log Magnitüd Spektrumu		0.543	-
	Artık Log Magnitüd Spektrumu		0.486	-
	Grup Gecikmesi		0.114	-
	Değiştirilmiş Grup Gecikmesi	Çok Katmanlı Algılayıcı	1.572	-
	Anlık Frekans Türevi		0.428	-
	Temel Bant Faz Farkı		3.431	-
	Pitch Senkron Fazı		1.345	-
Füzyon		<b>0.001</b>	2.62	
Patel & Patil (2015)	Koklear Filtre Kepstral Katsayıları (A)		1.37	-
	Koklear Filtre Kepstral Katsayıları Anlık Frekans (B)	Gauss Karışım Modeli-Log Olasılık	1.4	-
	Mel-Frekans Kepstral Katsayıları (C)		1.6	-
	A, C Füzyon		0.89	-
	B, C Füzyon		0.83	1.211
Paul ve ark. (2017)	Mel-Frekans Kepstral Katsayıları	Gauss Karışım Modeli-Maksimum Olabilirlik	-	2.17
	Sabit-Q-Kepstral Katsayıları		-	0.44
Yu ve ark. (2017)	Derin Sinir Ağı Filtre Bankası Kepstral Katsayıları	Gauss Karışım Modeli-Maksimum Olasılık	0.09	0.56
Yang ve ark. (2018)	Oktav-Bandı Temel Bilgileri, Tam Bant Temel Bilgiler		-	0.042
	Oktav-Bandı Temel Bilgileri, Tam Bant Temel Bilgiler, Kısa-Vadeli Spektral İstatistik Bilgileri ortalama ve varyansı	Derin Sinir Ağı	-	0.045
	Oktav-Bandı Temel Bilgileri, Tam Bant Temel Bilgiler, Kısa-Vadeli Spektral İstatistik Bilgileri varyansı		-	<b>0.038</b>

Çizelge 9. ASV2015 veriseti kullanan çalışmaların performans sonuçları (devam)

Derin özellikler ile özellik elde eden çalışmalar				
Referans çalışmalar	Kullanılan özellikler	Sınıflama yöntemi	Geliştirme seti	Değerlendirme seti
			EER	EER
Qian ve ark. (2016)	Derin Sinir Ağları Tabanlı Çerçeve Düzeyinde Özellik Çıkarımı (A)	Lineer Diskriminant Analizi	-	2.6
		Gauss Yoğunluk Fonksiyonu	-	22.7
		İkili Destek Vektör Makinesi	-	3.9
		Tek-Sınıf Destek Vektör Makinesi	-	5.9
		Lineer Diskriminant Analizi	-	1.6
	Recurrent Neural Network (RNN) Tabanlı Sıra Düzeyinde Özellik Çıkarımı (B)	Gauss Yoğunluk Fonksiyonu	-	2.2
		İkili Destek Vektör Makinesi	-	1.4
		Tek-Sınıf Destek Vektör Makinesi	-	1.5
		A, B Füzyon	-	1.1
	Lavrentyeva ve ark. (2017)	Hızlı Fourier Dönüşümü güç spektrumu ve i-vektörden (A)	Destek Vektör Makinesi	9.8
Kesilmiş Normalize Hızlı Fourier Dönüşümü Spektrogramları ve Hafif CNN (B)			4.53	7.37
Sabit Q Dönüşümü ve Hafif CNN (C)		Gauss Karışım Modellemesi	4.8	16.64
Hızlı Fourier Dönüşümü ve Hafif CNN			5.25	11.81
Log Büyüklük Güç FFT Spektrumu ve Konvolüsyonel Sinir Ağları, Tekrarlayan Sinir Ağı (D)			7.51	10.69
A, B, C, D Füzyon			3.95	6.73
Hua ve ark. (2021)	Ham ses	Res-TSSDNet	<b>0.71</b>	1.95
		Inc-TSSDNet	1.31	1.96

Çizelge 9. ASV2015 veriseti kullanan çalışmaların performans sonuçları (devam)

Derin özellikler ile özellik elde eden çalışmalar				
Referans çalışmalar	Kullanılan özellikler	Sınıflama yöntemi	Geliştirme seti	Değerlendirme seti
Değerlendirme metriği			EER	EER
Dua ve ark. (2022)	Mel Frekansı Kepstral Katsayıları ve Zaman-Dağılımlı Yoğun Katmanlar, Uzun Kısa Süreli Bellek,	Derin Sinir Ağı	-	9.7
	Ters Mel Frekansı Kepstral Katsayıları ve Zaman-Dağılımlı Yoğun Katmanlar, Uzun Kısa Süreli Bellek		-	9.1
	Sabit Q Kepstral Katsayıları ve Zaman-Dağılımlı Yoğun Katmanlar, Uzun Kısa Süreli Bellek		-	7.1
	Mel Frekansı Kepstral Katsayıları ve Zaman-Dağılımlı Yoğun Katmanlar, Uzun Kısa Süreli Bellek		-	8.4
	Ters Mel Frekansı Kepstral Katsayıları ve Zaman-Dağılımlı Yoğun Katmanlar, Uzun Kısa Süreli Bellek		-	8.4
	Sabit Q Kepstral Katsayıları ve Zaman-Dağılımlı Yoğun Katmanlar, Uzun Kısa Süreli Bellek		-	3.9
	Mel Frekansı Kepstral Katsayıları ve Zaman-Dağılımlı Uzaysal Evrişim, Uzun Kısa Süreli Bellek		-	1.9
	Ters Mel Frekans Kepstral Katsayıları ve Zaman-Dağılımlı Uzaysal Evrişim, Uzun Kısa Süreli Bellek		-	1.3
	Sabit-Q-Kepstral Katsayıları ve Zaman-Dağılımlı Uzaysal Evrişim, Uzun Kısa Süreli Bellek		-	<b>0.7</b>
	Mel Frekansı Kepstral Katsayıları ve Topluluk Modeli		-	1.7
Ters Mel Frekans Kepstral Katsayıları ve Topluluk Modeli	-	0.9		

ASV2015 verisetinde ataklı sesler kullanarak test sonuçları rapor eden çalışmaların S1-S10 atakları için atak bazlı sonuçları Çizelge 10'da toplanmıştır. Atak bazlı en düşük EER sonuçları koyu font ile belirtilmiştir. Tabloda Wang ve ark. (2015) tarafından önerilen çalışmada Değiştirilmiş Grup

Gecikmesi Kepstral Katsayıları özelliği tabloda A, Fourier spektrumundan alınan Bağlı Faz özelliği B olarak temsil edilmiştir. Kullanılan ilk özellik ile sadece bilinen ve bilinmeyen ataklarda ortalama sonuçları rapor edilmiştir. B özeliği ve bu özelliklerinin füzyon durumunda her bir atak durumu için ayrı ayrı sonuçlar sunulmuştur. Bilinen ataklar için ortalama sonuçların B özelliği kullanıldığı durumda tüm çalışmalar arasında en iyi olduğu görülmektedir. Tabloda Paul ve ark. (2017) tarafından önerilen çalışma sonuçları için Mel-Frekans Kepstral Katsayıları özelliği A ile Sabit-Q-Kepstral Katsayıları özelliği için B ile gösterilmiştir. Sriskandaraja ve ark. (2017) tarafından önerilen çalışmada kullanılan Saçılma Kepstral Katsayıları özelliği kullanılarak elde edilen sonuçlar tabloda yer almaktadır. Bu çalışma ile S3 ve S4 ile EER değeri 0 olarak hesaplanmıştır. Patel & Patil (2015) tarafından Koklear Filtre Kepstral Katsayıları Anlık Frekans ve Mel-Frekans Kepstral Katsayıları Füzyonu özelliği (A) kullanılarak elde edilen sonuçlar yine tabloda yer almaktadır. Yang ve ark. (2018) tarafından önerilen çalışmada kullanılan özelliklerden Sabit-Q İstatistikleri-Artı-Asıl Bilgi Katsayısı-Delta özelliği A; Sabit-Q İstatistikleri-Artı-Asıl Bilgi Katsayısı-Delta ve Hızlanma özelliği B; Sabit-Q İstatistikleri-Artı-Asıl Bilgi Katsayısı ve Hızlanma özelliği B olarak temsil edilmiştir. Bu çalışmalar için atak bazlı en düşük EER sonuçları 0 olarak görülürken, ortalama sonuçlar arasında bilinen ataklar için ortalama EER sonuçlarının en düşüğü 0.005 iken bilinmeyen atak durumunda ortalama EER sonucu 0.33 olarak görülmüştür.

Çizelge 10. ASV2015 verisetinde ataklı sesler üzerinde değerlendirme yapan çalışmaların atak bazlı EER (%) sonuçları

Ref	Özellik	Atak türü											
		Bilinen ataklar					Bilinmeyen ataklar						
		S1	S2	S3	S4	S5	Ort	S6	S7	S8	S9	S10	Ort
Wang ve ark. (2015)	A	-	-	-	-	-	1.15	-	-	-	-	-	6.76
	B	0	0.03	0	0	0.015	0.005	0.28	0.01	1.18	0	37.7	7.84
	A, B Füzyon	0	0.09	0	0	0.015	0.05	0.09	0.01	0.08	0	37.1	7.45
Paul ve ark. (2017)	A	0.009	1.46	0	0	0.36	-	0.3	0.02	0.03	0.02	19.5	-
	B	0.02	0.31	0.01	0.03	0.27	-	0.25	0.12	2.29	0.15	0.94	-
Sriskandaraja ve ark. (2017)	A	0.01	0.12	0	0	0.02	0.02	0.01	0.01	0.03	0.01	3.94	0.33
Xiao ve ark. (2015)	Füzyon	0	0	0	0	0.01	-	0.01	0	0	0	26.1	-
Patel ve Patil (2015)	A	0.101	0.863	0	0	1.07	0.4	0.84	0.24	0.14	0.34	8.49	2.01
Yang ve ark. (2018)	A	0	0.004	0	0	0.024	-	0.02	0.004	0.01	0	0.86	-
	B	0	0	0	0	0.009	-	0.01	0	0.01	0	0.82	-
	C	0	0	0	0	0.004	-	0	0	0.01	0	0.36	-

Yapılan ikinci değerlendirmede ASV2017 verisetinde eğitilen ve test edilen çalışmalara yer verilmiştir. Bu çalışmalara ilişkin metrik değerlendirme sonuçları Çizelge 11’de sunulmuştur. Bu çalışmalarda da değerlendirme metriği olarak yalnızca EER metriğinin kullanıldığı görülmüş ve tabloda

bu sonuçlar sunulmuştur. Bu çalışmalardan geliştirme setinde en düşük EER sonucu [Chen ve ark. \(2017\)](#) tarafından üçlü füzyon yaklaşımında 2.58 olarak elde edildiği görülmüştür. Ancak geliştirme setinde bu metrik sonucu 13.3 olarak alınmıştır. Değerlendirme setinde ise en iyi sonucun [Sriskandaraja ve ark. \(2018\)](#) arkadaşlarının Kesilmiş normalleştirilmiş FFT spektrogramlar ve Siamese yapısı ile elde edilen özelliklerin Gauss Karışım Modeli ile sınıflandırılması şeklinde önerildikleri yaklaşım ile elde edildiği görülmüştür.

Çizelge 11. ASVSpooof 2017 veriseti kullanan çalışmaların performans sonuçları

Referanslar	Kullanılan özellikler	Sınıflama yöntemi	Geliştirme seti	Değerlendirme seti
Değerlendirme metrikleri			EER	EER
Witkowski ve ark. (2017)	Sabit-Q-Kepstral Katsayıları	Gauss Karışım Modelleme	5.13	17.31
	Kepstrum		3.38	22.24
	Mel-Frekans Kepstral Katsayıları		3.16	-
	Ters Mel-Frekans Kepstral Katsayıları		16.18	-
	Doğrusal Tahmin Kepstral Katsayıları Artık		6.22	27.61
Chen ve ark. (2017)	Sabit-Q-Kepstral Katsayıları (A)	Gauss Karışım Modelleri	10.83	28.46
	Sabit-Q-Kepstral Katsayıları (B)	Derin Sınır Ağları	5.18	19.41
	Sabit-Q-Kepstral Katsayıları (C)	Artık Sınır Ağı (ResNet)	5.05	18.79
	Mel-Frekans Kepstral Katsayıları (D)		10.95	16.26
	B, C Füzyon		5.05	18.79
	C, D Füzyon		3.45	14.88
	A, C, D Füzyon	<b>2.58</b>	13.3	
	A, B, D Füzyon	2.76	13.44	
Font ve ark. (2017)	Sabit-Q-Kepstral Katsayıları	Gauss Karışım Modeli	8.2	17.41
	Mel Frekans Kepstral Katsayıları		7.76	27.12
	Doğrusal Frekans Kepstral Katsayıları		5.61	26.27
	Ters Mel-Frekans Kepstral Katsayıları		3.85	30.91
	Dikdörtgen Filtre Kepstral Katsayıları		6.91	11.9
	Doğrusal Tahmin Kepstral Katsayıları		5.94	25.2
	Alt Bant Spektral Akı Katsayıları		24.5	24.83
	Alt Bant Spektral Merkezi Frekans Katsayıları		9.32	11.49
	Alt Bant Spektral Merkezi Büyüklük Katsayıları		12.8	22.38

Çizelge 11. ASVSpoofta 2017 veriseti kullanan çalışmaların performans sonuçları (devam)

Referanslar	Kullanılan özellikler	Sınıflama yöntemi	Geliştirme seti	Değerlendirme seti
Değerlendirme metrikleri			EER	EER
Yang ve ark. (2018)	Oktav-Bandı Temel Bilgileri, Tam Bant Temel Bilgiler, Kısa-Vadeli Spektral İstatistik Bilgileri ortalama		-	11.09
	Oktav-Bandı Temel Bilgileri, Tam Bant Temel Bilgiler, Kısa-Vadeli Spektral İstatistik Bilgileri ortalama ve varyansı	Derin Sınır Ağı	-	11.19
	Oktav-Bandı Temel Bilgileri, Sabit-Q-Kepstral Katsayıları, Kısa-Vadeli Spektral İstatistik Bilgileri ortalama ve varyansı		-	11.4
Suthokumar ve ark. (2018)	MCF Kosinüs Katsayıları (A)		-	12.92
	MSE Kepstral Katsayısı (B)	Gauss Karışım Modeli	-	11.97
	Kısa Vadeli Kepstral Katsayılar özelliği (C)		-	11.27
	A, B Füzyon		-	7.2
	A, C Füzyon		-	9.21
	B, C Füzyon		-	8.25
	A, B, C Füzyon		-	6.54
Gunendradasan ve ark. (2018)	Frekans Modülasyonu Sapması		-	13.3
	Spektral Merkez Sapması (A)	Gauss Karışım Modelinin	-	11.45
	Spektral Merkez Frekansı (B)		-	12.34
	Spektral Merkez Büyüklük Katsayısı (C)		-	15.68
	A, B, C Füzyon		-	9.2
	Mel-Frekans Kepstral Katsayıları		-	27.2
	Spektrogram Genlik		-	20.9
	Spektrogram Faz		-	26.8
	Sabit-Q-Kepstral Katsayılar		-	17.5
	Lineer Öngörü Kepstral Katsayıları		-	26.1
Ters Mel-Frekans Kepstral Katsayıları	Gauss Karışım Modeli-	-	18.1	
Dikdörtgen Filtre Kepstral Katsayıları	Evrensel Arka Plan Modeli	-	20.3	
Lineer Filtre Kepstral Katsayıları		-	19	
Alt Bant Merkezi Büyüklük Katsayısı		-	21.1	
Alt Bant Merkezi Frekans Katsayısı		-	24	
Karmaşık Kepstral Katsayıları		-	25.9	



Çizelge 11. ASVSpooof 2017 veriseti kullanan çalışmaların performans sonuçları (devam)

Referanslar	Kullanılan özellikler	Sınıflama yöntemi	Geliştirme seti	Değerlendirme seti
Değerlendirme metrikleri			EER	EER
	GMM'li özelliklerin Lojistik Regresyon Füzyonu (A)		-	12.2
	Mel-Frekans Kepstral Katsayıları	Otokodlayıcı	-	24.2
	Spektrogram Genlik		-	20.2
	Spektrogram Faz		-	26.5
	Sabit-Q-Kepstral Katsayılar		-	21.5
	Lineer Öngörü Kepstral Katsayıları		-	31.2
	Ters Mel-Frekans Kepstral Katsayıları		-	21.6
Gunendradasan ve ark. (2018)	Dikdörtgen Filtre Kepstral Katsayıları		-	27.9
	Lineer Filtre Kepstral Katsayıları		-	24
	Alt Bant Merkezi Büyüklük Katsayısı		-	23
	Alt Bant Merkezi Frekans Katsayısı		-	35.9
	Karmaşık Kepstral Katsayıları		-	32
	Otokodlayıcılı özelliklerin Lojistik Regresyon Füzyonu (B)		-	12.6
	A, B Füzyon		-	10.8
<b>Derin öğrenmeye dayalı özellikler kullanan çalışmalar</b>				
	Sabit Q Kepstral katsayıları (A)		11	24.7
	Normalize edilmiş Sabit Q Kepstral katsayıları (B)	Gauss Karışım Modeliyle	13.7	28.5
	Yüksek Frekanslı Kepstral Katsayıları (C)		5.9	23.9
Nagarsheth ve ark. (2017)	A, C Füzyon		3.2	18.1
	Sabit-Q-Kepstral katsayıları ve Derin Sinir Ağı		6.9	16.5
	Sabit-Q-Kepstral katsayıları ve Yüksek Frekanslı Kepstral Katsayıları özellik düzeyinde füzyon ve Derin Sinir Ağı	Destek Vektör Makinesi	7.6	11.5
Sriskandaraja ve ark. (2018)	Kesilmiş normalleştirilmiş FFT spektrogramlar ve Siamese yapısı	Gauss Karışım Modellemesi	-	6.4

ASV2019 LA verisetinde eğitim ve test işlemini gerçekleştiren yöntemlere ilişkin sonuçlar ise Çizelge 12'de toplanmıştır. Bu çalışmalardan EER metriğinin yanında t-DCF metrik sonuçları da geliştirme ve değerlendirme setleri için ayrı ayrı verilmiştir.

Çizelge 12. ASVSpooF 2019 LA veriseti kullanan çalışmaların performans sonuçları

Geleneksel yöntemler ile özellik elde eden çalışmalar						
Referanslar	Kullanılan özellikler	Sınıflama yöntemi	Geliştirme seti		Değerlendirme seti	
			EER %	t-DCF	EER %	t-DCF
Değerlendirme metrikleri			EER %	t-DCF	EER %	t-DCF
Alzantot ve ark. (2019)	Mel-Frekans Kepstral Katsayıları (A)		3.34	0.10	9.33	0.204
	Sabit-Q-Kepstral Katsayıları (B)	Artık Konvolüsyonel Sinir Ağı	0.01	0.0002	7.69	0.217
	STFT'nin Logaritmik Büyüklüğü (C)		0.11	0.002	9.68	0.274
	A, B, C Füzyon			0	0	6.02
	Tek Frekans Filtresi Kepstral Katsayıları (A)		0.12	0.0034	5.22	0.129
	Sıfır Zamanlı Pencereleme Kepstral Katsayılar (B)	Gauss Karışım Modeli	0.04	0.0005	6.13	0.141
	Anlık Frekans Kepstral Katsayıları		0.01	0.0002	10.21	0.289
	Sabit-Q-Kepstral Katsayıları (C)		0.43	0.012	9.57	0.236
B, C Füzyon			0	0	4.92	0.124
Alluri ve Vuppala (2019)	Sabit-Q-Kepstral	Gauss Karışım Modelleri-Evrensel Arka Plan Modeli	0.43	0.012	-	-
	Sabit-Q-Kepstral	Dilated ResNet	0	0	-	-
	Sabit-Q-Kepstral	Dikkatli Filtreleme Ağı	0	0	-	-
	Log Güç Büyüklüğü Spektrumları (F)	SENet34	0	0	11.75	0.216
	Log Güç Büyüklüğü Spektrumları (G)	SENet50	0	0	-	-
	Log Güç Büyüklüğü Spektrumları (H)	Mean-Std ResNet	0	0	-	-
	Log Güç Büyüklüğü Spektrumları (I)	Dilated ResNet	0	0	-	-
	Log Güç Büyüklüğü Spektrumları	Dikkatli Filtreleme Ağı	0	0	-	-
	Doğrusal Frekans Kepstral Katsayıları		2.71	0.066	-	-
	Sabit-Q-Kepstral	Gauss Karışım Modelleri	4.12	0.121	-	-
Sabit-Q-Kepstral (J)		0.04	0.001	-	-	
F, G, H, I, J Füzyon		Mean-Std ResNet	0	0	6.7	0.155

Çizelge 12. ASVSpoofta 2019 LA veriseti kullanan çalışmaların performans sonuçları (devam)

<b>Geleneksel yöntemler ile özellik elde eden çalışmalar</b>						
Referanslar	Kullanılan özellikler	Sınıflama yöntemi	Geliştirme seti		Değerlendirme seti	
			EER %	t-DCF	EER %	t-DCF
	İlk 4 saniyesinden Ortalama-Varyans Normalleştirilmiş Log Spektrogramı (A)	Evrışimli Sinir Ağı	0.32	0.007	7.66	0.179
	Son 4 saniyesinden Ortalama-Varyans Normalleştirilmiş Log Spektrogramı (B)		0.27	0.004	5.98	0.167
Chettri ve ark. (2019)	Normalleştirilmiş Log-Mel Spektrogramı (C)	Evrışimsel Tekrarlayan Sinir Ağı	5.65	0.17	-	-
	Ters Çevrilmiş Mel Frekans Cepstral Katsayıları (G)	Gauss Karışım Modellemesi	1.73	0.044	-	-
	Alt Bant Ağırlık Merkezi Büyüklük Katsayıları (H)		-	-	-	-
	İ-Vektörleri (I)		0.16	0.005	-	-
	A, B, C, G, H, I Füzyon		0	0	2.64	0.076
Chen ve ark. (2020)	60 boyutlu lineer filtre bankaları	ResNet-18	-	-	1.26	-
Rahul ve ark. (2020)	Mel-Spektrogram	ResNet34	0.91	-	5.32	0.151
Zhang ve ark. (2021a)	60 boyutlu Doğrusal Frekans Cepstral Katsayıları	ResNet-18	0.2	0.006	2.19	0.059
Kwak ve ark. (2023)	Sabit-Q-Dönüşümü	ResMax	0,56	0.018	2,19	0.06
		ResMaxSep	-	-	2.55	-
<b>Derin öğrenmeye dayalı özellikler kullanan çalışmalar</b>						
Chintha ve ark. (2020)	Ham ses	CRNNSpooft	2.94	0.069	4.02	0.13
Jiang ve ark. (2020)	Ham ses ve Geçitli Tekrarlayan Ünite SSAD	SENet12	0.15	-	7.24	-
	Ham ses ve Zamansal Evrişimli Ağın kullanıldığı SSAD	SENet12	0.47	-	6.55	-
	Ham ses ve SSAD	LCNN-small	0.86	-	7.16	-
	Ham ses ve SSAD	LCNN-big	0.78	-	5.31	-
Tak ve ark. (2021)	Sabit Mel-Ölçekli Sinc Filtreleri RawNet2		1.36	0.46	5.64	0.13
	Sabit Ters Mel-ölçekli Sinc Filtreleri RawNet2		0.86	0.285	5.13	0.12
	Sabit Lineer Ölçekli Sinc Filtreleri RawNet2		1.25	0.4	4.66	0.13
	Füzyon		-	-	1.14	0.035

Çizelge 12. ASVSpooftan 2019 LA veriseti kullanan çalışmaların performans sonuçları (devam)

Derin öğrenmeye dayalı özellikler kullanan çalışmalar						
Referanslar	Kullanılan özellikler	Sınıflama yöntemi	Geliştirme seti		Değerlendirme seti	
			EER %	t-DCF	EER %	t-DCF
Hua ve ark. (2021)	Res-TSSDNet		0.74	-	1.64	-
	Inc-TSSDNet		1.09	-	4.04	-
Zhang ve ark. (2021b)	Log Güç Spektrumu ve Transformer Kodlayıcı		0.11	-	6.02	-
	Mel-Frekans Kepstrum Katsayısı ve Transformer Kodlayıcı	34 katmanlı ResNet	0.21	-	6.54	-
	Sabit-Q-Kepstral Katsayısı ve Transformer Kodlayıcı		0.19	-	7.14	-
Zarish ve ark. (2022)	Ses Analizcisi RawNet, Maximum Özellik Haritalaması		-	-	4.93	0.18
	Ses Analizcisi RawNet, LeakyRelu		-	-	6.76	0.21
	Ses Analizcisi RawNet, SiLU		-	-	7.25	0.22
	Ses Analizcisi RawNet, Relu		-	-	9.39	0.32
Tan ve ark. (2023)		Destek Vektör Makinesi, Radyal Tabanlı Fonksiyon	-	-	0.82	-
	60 boyutlu Doğrusal Frekans Kepstral Katsayıları ve ResNet-18	Destek Vektör Makinesi, Doğrusal	-	-	0.57	-
		Destek Vektör Makinesi, Polinom	-	-	23.26	-
		Destek Vektör Makinesi, Sigmoid	-	-	0.94	-
Abdzadeh & Veisi (2023)	Kısa Zamanlı Fourier Dönüşümü ve ResNet-18		-	-	-	-
	Doğrusal Frekans Kepstral Katsayıları ve ResNet-18	Çok Katmanlı Algılayıcı	-	-	-	-
	Mel-Frekans Kepstral Katsayıları ve ResNet-18		-	-	-	-
	Sabit-Q-Dönüşümü Güç Spektrogram ve ResNet-18		-	-	2.33	0.12

ASVSpooftan 2019 PA verisetinde sonuç rapor eden yöntemlere ilişkin sonuçlar ise Çizelge 13’de sunulmuştur. Geliştirme setinde en düşük EER sonucu [Lai ve ark. \(2019\)](#) tarafından önerilen yaklaşımların dörtlü füzyonunda elde edildiği görülmektedir. En düşük t-DCF değeri ise [Kwak ve ark. \(2023\)](#) arkadaşları tarafından önerilen Sabit-Q-Dönüşümü ile elde edilen özelliklerin ResMax ile sınıflandırılması şeklindeki yaklaşım ile elde edildiği söylenebilir. Çalışmalarda raporlanan sonuçlara göre özellik çıkarma aşamasında derin özelliklerin kullanılmasının da performans avantajı sağlamadığı şeklinde yorumlanabilir.

Çizelge 13. ASVSpoofta 2019 PA veriseti kullanan çalışmaların performans sonuçları

Geleneksel yöntemler ile özellik elde eden çalışmalar						
Referanslar	Kullanılan özellikler	Sınıflama yöntemi	Geliştirme seti		Değerlendirme seti	
Değerlendirme metrikleri			EER %	t-DCF	EER %	t-DCF
Cheng ve ark. (2019)	Spectrogram (A)	18-katmanlı bir ResNet	3.15	0.088	-	-
	Mel-ölçekli filtre bankaları (B)		1.7	0.043	-	-
	CQT'ye dayalı log güç büyüklüğü spektrogramı (C)		0.39	0.011	-	-
	Geleneksel Değiştirilmiş Grup Gecikme İşlevi (D)		0.97	0.025	2.15	0.046
	Sabit-Q-Dönüşümü tabanlı CQTMGD (E)		0.54	0.015	0.94	0.025
	B, C Füzyon (F)		0.41	0.009	0.52	0.013
	D, F Füzyon		0.28	0.006	-	-
	E, F Füzyon		0.31	0.007	-	-
	A,B,C,D,E Füzyon		0.2	0.005	0.39	<b>0.009</b>
	Alzantot ve ark. (2019)		Mel-Frekans Kepstral Katsayıları (D)	Artık Konvolüsyonel Sinir Ağı	15.91	0.377
Sabit-Q-Kepstral Katsayıları (E)		4.3	0.103		4.43	0.107
STFT'nin Logaritmik Büyüklüğü (F)		3.85	0.096		3.81	0.099
D, E, F Füzyon		2.65	0.058		2.78	0.069
Cai ve ark. (2019)	Sabit-Q-Kepstral Katsayıları	Gauss Karışım Modelleri	9.87	0.195	11.04	0.245
	Doğrusal Frekans Kepstral Katsayıları		11.96	0.255	13.54	0.302
	Sabit-Q-Kepstral Katsayıları	ResNet	4.77	0.1127	-	-
	Doğrusal Frekans Kepstral Katsayıları (A)		2.62	0.0609	-	-
	Ters-Mel Frekans Kepstral Katsayıları (B)		3.66	0.089	-	-
	Kısa-Sürelili Fourier Dönüşümü Gram		4.11	0.107	-	-
	Grup gecikme gramı (D)		1.81	0.0467	1.08	0.028
	Ortak Gram		1.14	0.0209	1.23	0.032
	Veri arttırma yapılarak STFT gram (C)		3.35	0.0904	-	-
	Veri arttırma yapılarak GD gram (E)		1.03	0.0265	1.79	0.044
	Veri arttırma yapılarak Joint gram (F)		1.14	0.0209	-	-
	A,B,C,D,E,F Füzyon		0.24	0.0064	0.66	0.017

Çizelge 13. ASVSpooof 2019 PA veriseti kullanan çalışmaların performans sonuçları (devam)

Geleneksel yöntemler ile özellik elde eden çalışmalar						
Referanslar	Kullanılan özellikler	Sınıflama yöntemi	Geliştirme seti		Değerlendirme seti	
Değerlendirme metrikleri			EER %	t-DCF	EER %	t-DCF
Alluri ve Vuppala (2019)	Tek Frekans Filtresi Kepstral Katsayıları	Gauss Karışım Modeli	11.09	0.24	13.97	0.323
	Sıfır Zamanlı Pencereleme Kepstral Katsayılar		10.11	0.22	12.2	0.281
	Anlık Frekans Kepstral Katsayıları		13.45	0.293	15.59	0.3573
	Sabit-Q-Kepstral Katsayıları		9.87	0.195	11.04	0.2454
Lai ve ark. (2019)	Sabit-Q-Kepstral	Gauss Karışım Modelleri	9.87	0.195	-	-
	Sabit-Q-Kepstral (E)	Mean-Std ResNet	1.43	0.041	-	-
	Sabit-Q-Kepstral	Dilated ResNet	0.78	0.024	-	-
	Sabit-Q-Kepstral	Dikkatli Filtreleme Ağı	0.74	0.021	-	-
	Log Güç Büyüklüğü Spektrumları (A)	SENet34	0.575	0.015	1.29	0.036
	Log Güç Büyüklüğü Spektrumları (B)	SENet50	0.631	0.017	-	-
	Log Güç Büyüklüğü Spektrumları (C)	Mean-Std ResNet	0.832	0.022	-	-
	Log Güç Büyüklüğü Spektrumları (D)	Dilated ResNet	1.072	0.029	-	-
	Log Güç Büyüklüğü Spektrumları	Dikkatli Filtreleme Ağı	1.057	0.027	-	-
	Doğrusal Frekans Kepstral Katsayıları		11.96	0.255	-	-
	Sabit-Q-Kepstral	Gauss Karışım Modelleri-Evrensel Arka Plan Modeli	12.52	0.322	-	-
	A,B,C,D,E Füzyon		<b>0.003</b>	0.129	0.59	0.016
Chettri ve ark. (2019)	İlk 4 saniyesinden Ortalama-Varyans Normalleştirilmiş Log Spektrogramı (A)	Evrişimli Sinir Ağı	10.77	0.28	-	-
	Son 4 saniyesinden Ortalama-Varyans Normalleştirilmiş Log Spektrogramı (B)		5.98	0.167	5.75	0.158
	A, B Füzyon		4.85	0.13	5.43	0.146
Kwak ve ark. (2023)	Sabit-Q-Dönüşümü	ResMax	0.16	<b>0.0042</b>	<b>0.3</b>	<b>0.009</b>
		ResMaxSep	-	-	0,36	-

Çizelge 13. ASVSpooof 2019 PA veriseti kullanan çalışmaların performans sonuçları (devam)

Derin öğrenmeye dayalı özellikler kullanan çalışmalar						
Referanslar	Kullanılan özellikler	Sınıflama yöntemi	Geliştirme seti		Değerlendirme seti	
Değerlendirme metrikleri			EER %	t-DCF	EER %	t-DCF
Zarish ve ark. (2022)	Ham ses	Ses Analizcisi RawNet, Maximum Özellik Haritalaması	-	-	5.29	0.21

## 5. Sonuç

Yapay zekâ alanındaki gelişmeler, internet ortamında kolaylıkla ulaşılabilen işitsel içeriklerin manipülasyonunu kolaylaştırmış ve derin sahte seslerin ortaya çıkışını hızlandırmıştır. Hem toplumsal hem kişisel ciddi sorunlara sebep olabilecek şekilde bu seslerin kötü niyetli kullanımlara sebebiyet vermesi kaçınılmazdır. Bu tür sahte sesler, insan kulağı ile fark edilmesi mümkün olmayacak şekilde oluşturulmaktadır. Bu nedenle bir sesin bu sahtecilik türü ile oluşturulup oluşturulmadığını otomatik olarak tespit edebilecek algılama araçlarının ihtiyacı açıktır. Araştırmacıların konunun önemini fark ederek gerçekleştirdikleri çalışmalar mevcut olsa da derin sahte ses oluşturma tekniklerinde iyileştirmelerin de bir yandan devam etmesi ve bu seslerin sosyal medya gibi ortamlarda yayılma hızının artması kritik sorunu devam ettirmektedir. Bu çalışmada literatürde derin sahte ses tespiti için önerilen yaklaşımlar iki grup halinde incelenmiş, önerilen modellerin eğitimi için kullanılan verisetleri üzerinde performans analiz sonuçlarından bahsedilmiştir. Çalışmalar incelenirken göze çarpan en önemli durumun yöntemlerin genellikle tek bir saldırı türüne odaklandığı ve çalışmalarda tek bir veriseti üzerinde eğitim ve test yapılmasıdır. Bu da çalışmaların genelleştirme problemine sahip olduğu söylenebilir. Manipülasyonun gerçekleştirilmesinde kullanılan teknik önceden bilinmeyeceğinden, yeniden oynatma, metinden konuşmaya ve ses dönüşüm saldırılarının hepsini elen alan dayanıklı bir sistem ihtiyacının henüz tam olarak karşılanamadığı söylenebilir. Bu sebeple ele alınan problemin çözümüne ilişkin geliştirilen yöntemlerin yüksek performans ile genelleştirilebilir yöntemler olması gerekliliği kaçınılmazdır. Ayrıca derin sahte ses üretiminde yeni algoritmaların kullanılması ve yeni modellerin geliştirilmesinin devam edeceği öngörüsü ile bu sorunun güncelliğini koruması düşünülmektedir.

## Teşekkür

Bu çalışma 1001 projesi kapsamında Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) tarafından desteklenmektedir (Proje No: 122E013).

## Kaynakça

- Abdzadeh, P., & Veisi, H. (2023). A comparison of CQT spectrogram with STFT-based acoustic features in Deep Learning-based synthetic speech detection. *Journal of AI and Data Mining*, 11(1), 119-129. doi:10.22044/jadm.2022.12373.2382
- Alluri, K. N. R. K., & Vuppala, A. K. (2019, September). *IIIT-H spoofing countermeasures for automatic speaker verification spoofing and countermeasures challeng*. Interspeech 2019, Graz, Austria. doi:10.21437/Interspeech.2019-1623
- Alzantot, M., Wang, Z., & Srivastava, M. B. (2019, September). *Deep residual neural networks for audio spoofing detection*. Interspeech 2019, Graz, Austria. doi:10.21437/Interspeech.2019-3174
- Balamurali, B. T., Lin, K. W. E., Lui, S., Chen, J. M., & Herremans, D. (2019). Toward robust audio spoofing detection: a detailed comparison of traditional and learned features. *IEEE Access*, 7, 84229-84241. doi:10.1109/ACCESS.2019.2923806

- Borrelli, C., Bestagini, P., Antonacci, F., Sarti, A., & Tubaro, S. (2021). Synthetic speech detection through short-term and long-term prediction traces. *EURASIP Journal on Information Security*, 2021, 2. doi:10.1186/s13635-021-00116-3
- Cai, W., Wu, H., Cai, D., & Li, M. (2019, September). *The DKU replay detection system for the ASVspoof 2019 challenge: on data augmentation, feature representation, classification, and fusion*. Interspeech 2019, Graz, Austria. doi:10.21437/Interspeech.2019-1230
- Chen, T., Kumar, A., Nagarsheth, P., Sivaraman, G., & Khoury, E. (2020, November). *Generalization of audio deepfake detection*. The Speaker and Language Recognition Workshop (Odyssey 2020), Tokyo, Japan. doi:10.21437/Odyssey.2020-19
- Chen, Z., Xie, Z., Zhang, W., & Xu, X. (2017, August). *ResNet and model fusion for automatic spoofing detection*. Interspeech 2017, Stockholm, Sweden. doi:10.21437/Interspeech.2017-1085
- Cheng, X., Xu, M., & Zheng, T. F. (2019, March). *Replay detection using CQT-based modified group delay feature and ResNeWt network in ASVspoof 2019*. 2019 Asia-Pacific Signal and Information Processing Association Annual Summit and Conference (APSIPA ASC), Lanzhou, China. doi:10.1109/APSIPAASC47483.2019.9023158
- Chettri, B., Stoller, D., Morfi, V., Ramirez, M. A. M., Benetos, E., Sturm, B. L. (2019, September). *Ensemble models for spoofing detection in automatic speaker verification*. Interspeech 2019, Graz, Austria. doi:10.21437/Interspeech.2019-2505
- Chintha, A., Thai, B., Sohrawardi, S. J., Bhatt, K., Hickerson, A., Wright, M., & Ptucha, R. (2020). Recurrent convolutional structures for audio spoof and video deepfake detection. *Journal of Selected Topics in Signal Processing*, 14(5), 1024-1037. doi:10.1109/JSTSP.2020.2999185
- Dua, M., Jain, C., & Kumar, S. (2022). LSTM and CNN based ensemble approach for spoof detection task in automatic speaker verification systems. *Journal of Ambient Intelligence and Humanized Computing*, 13, 1985-2000. doi:10.1007/s12652-021-02960-0
- Font, R., Espín, J. M., & Cano, M. J. (2017, August). *Experimental analysis of features for replay attack detection — results on the ASVspoof 2017 challenge*. Interspeech 2017, Stockholm, Sweden. doi:10.21437/Interspeech.2017-450
- Gunendradasan, T., Wickramasinghe, B., Le, N. P., Ambikairajah, E., & Epps, J. (2018, September). *Detection of replay-spoofing attacks using frequency modulation features*. Interspeech 2018, Hyderabad, India. doi:10.21437/Interspeech.2018-1473
- Hua, G., Teoh, A. B. J., & Zhang, H. (2021). Towards end-to-end synthetic speech detection. *IEEE Signal Processing Letters*, 28, 1265-1269. doi:10.1109/LSP.2021.3089437
- Jiang, Z., Zhu, H., Peng, L., Ding, W., & Ren, Y. (2020, October). Self-supervised spoofing audio detection scheme. Interspeech 2020, Shanghai, China. doi:10.21437/Interspeech.2020-1760
- Kinnunen, T., Delgado, H., Evans, N., Lee, K.A., Vestman, V., Nautsch, A., ..., & Reynolds, D. A. (2020). t-DCF: a detection cost function for the tandem assessment of spoofing countermeasures and automatic speaker verification. *IEEE/ACM Transactions on Audio, Speech, and Language Processing*, 28, 2195-2210. doi:10.1109/TASLP.2020.3009494
- Korshunov, P., Marcel, S., Muckenhirn, H., Gonçalves, A. R., Souza Mello, A. G., Velloso, V. R. P., ..., & Sahidullah, M. (2016, September). *Overview of BTAS 2016 speaker anti-spoofing competition*. 2016 IEEE 8th International Conference on Biometrics Theory, Applications and Systems (BTAS), Niagara Falls, NY, USA. doi:10.1109/BTAS.2016.7791200
- Kwak, Y., Kwag, S., Lee, J., Jeon, Y., Hwang, J., Choi, H.J., ..., & Yoon, J. W. (2023). Voice spoofing detection through residual network, max feature map, and depthwise separable convolution. *IEEE Access*, 11, 49140-49152. doi:10.1109/ACCESS.2023.3275790
- Lai, C.I., Chen, N., Villalba, J., & Dehak, N. (2019, September). *ASSERT: Anti-spoofing with squeeze-excitation and residual networks*. Interspeech 2019, Graz, Austria. doi:10.21437/Interspeech.2019-1794
- Lavrentyeva, G., Novoselov, S., Malykh, E., Kozlov, A., Kudashev, O., & Shchemelinin, V. (2017, August). *Audio replay attack detection with deep learning frameworks*. Interspeech 2017, Stockholm, Sweden. doi:10.21437/Interspeech.2017-360
- Mewada, H., Al-Asad, J. F., Almalki, F. A., Khan, A. H., Almujaally, N. A., El-Nakla, S., & Naith, Q. (2023). Gaussian-filtered high-frequency-feature trained optimized BiLSTM network for spoofed-speech classification. *Sensors*, 23, 6637. doi:10.3390/s23146637



- Nagarsheth, P., Khoury, E., Patil, K., & Garland, M. (2017, August). *Replay attack detection using DNN for channel discrimination*. Interspeech 2017, Stockholm, Sweden. doi:10.21437/Interspeech.2017-1377
- Nautsch, A., Wang, X., Evans, N., Kinnunen, T. H., Vestman, V., Todisco, M., ..., & Lee, K. A. (2021). ASVspooF 2019: Spoofing countermeasures for the detection of synthesized, converted and replayed speech. *IEEE Transactions on Biometrics, Behavior, and Identity Science*, 3(2), 252-265. doi:10.1109/TBIOM.2021.3059479
- Patel, T. B., & Patil, H. A. (2015, September). *Combining evidences from mel cepstral, cochlear filter cepstral and instantaneous frequency features for detection of natural vs. spoofed speech*. Interspeech 2015, Dresden, Germany. doi:10.21437/Interspeech.2015-467
- Paul, D., Sahidullah, M., & Saha, G. (2017, March). *Generalization of spoofing countermeasures: A case study with ASVspooF 2015 and BTAS 2016 corpora*. 2017 IEEE International Conference on Acoustics, Speech and Signal Processing (ICASSP), New Orleans, LA, USA. doi:10.1109/ICASSP.2017.7952516
- Qian, Y., Chen, N., & Yu, K. (2016). Deep features for automatic spoofing detection. *Speech Communication*, 85, 43-52. doi:10.1016/j.specom.2016.10.007
- Rahul, T. P., Aravind, P. R., Ranjith, C., Usamath, N., & Paramparambath, N. (2020). Audio spoofing verification using deep convolutional neural networks by transfer learning. *ArXiv*, abs/2008.03464,2020. doi:10.48550/arXiv.2008.03464
- Reimao, R., & Tzerpos, V. (2019, October). *FoR: A dataset for synthetic speech detection*. 2019 International Conference on Speech Technology and Human-Computer Dialogue (SpED), Timisoara, Romania. doi:10.1109/SPED.2019.8906599
- Suthokumar, G., Sethu, V., Wijenayake, C., & Ambikairajah, E. (2018, September). *Modulation dynamic features for the detection of replay attacks*. Interspeech 2018, Hyderabad, India. doi:10.21437/Interspeech.2018-1846
- Sriskandaraja, K., Sethu, V., Ambikairajah, E., & Li, H. (2017). Front-end for antispoofing countermeasures in speaker verification: Scattering spectral decomposition. *IEEE Journal of Selected Topics in Signal Processing*, 11(4), 632-643. doi:10.1109/JSTSP.2016.2647202
- Sriskandaraja, K., Sethu, V., & Ambikairajah, E. (2018, September). *Deep siamese architecture based replay detection for secure voice biometric*. Interspeech 2018, Hyderabad, India. doi:10.21437/Interspeech.2018-1819
- Tak, H., Patino, J., Todisco, M., Nautsch, A., Evans, N., & Larcher, A. (2021, June). *End-to-End anti-spoofing with RawNet2*. ICASSP 2021- 2021 IEEE International Conference on Acoustics, Speech and Signal Processing (ICASSP), Toronto, ON, Canada. doi:10.1109/ICASSP39728.2021.9414234
- Tan, C. B., Hijazi, M. H. A., & Nohuddin, P. N. E. (2023, September). *A hybrid classification approach for artificial speech detection*. 2023 IEEE International Conference on Artificial Intelligence in Engineering and Technology (IICAIET), Kota Kinabalu, Malaysia. doi:10.1109/IICAIET59451.2023.10291764
- Xiao, X., Tian, X., Du, S., Xu, H., Siong, C. E., & Li, H. (2015, September). *Spoofing speech detection using high dimensional magnitude and phase features: the NTU approach for ASVspooF 2015 challenge*. Interspeech 2015, Dresden, Germany. doi:10.21437/Interspeech.2015-465
- Wu, Z., Kinnunen, T., Evans, N., Yamagishi, J., Hanilçi, C., Sahidullah, M., & Sizov, A. (2015, September). *ASVspooF 2015: the first automatic speaker verification spoofing and countermeasures challenge*. Interspeech 2015, Dresden, Germany. doi:10.21437/Interspeech.2015-462
- Wu, Z., Yamagishi, J., Kinnunen, T., Hanilçi, C., Sahidullah, M., Sizov, ..., & Delgado, H. (2017). ASVspooF: the automatic speaker verification spoofing and countermeasures challenge. *IEEE Journal of Selected Topics in Signal Processing*, 11(4), 588-604. doi:10.1109/JSTSP.2017.2671435
- Witkowski, M., Kacprzak, S., Żelasko, P., Kowalczyk, K., & Gałka, J. (2017, August). *Audio replay attack detection using high-frequency features*. Interspeech 2017, Stockholm, Sweden. doi:10.21437/Interspeech.2017-776

- Wang, L., Yoshida, Y., Kawakami, Y., & Nakagawa, S. (2015, September). *Relative phase information for detecting human speech and spoofed speech*. Interspeech 2015, Dresden, Germany. doi:10.21437/Interspeech.2015-473
- Yamagishi, J., Wang, X., Todisco, M., Sahidullah, M., Patino, J., Nautsch, A., ..., & Delgado H. (2021, September). *ASVspoof 2021: accelerating progress in spoofed and deepfake speech detection*. 2021 Edition of the Automatic Speaker Verification and Spoofing Countermeasures Challenge, France. doi:10.21437/ASVSPPOOF.2021-8
- Yang, J., You, C., & He, Q. (2018, September). *Feature with complementarity of statistics and principal information for spoofing detection*. Interspeech 2018, Hyderabad, India. doi:10.21437/Interspeech.2018-1693
- Yu, H., Tan, Z. H., Zhang, Y., Ma, Z., Guo, J. (2017). DNN filter bank cepstral coefficients for spoofing detection. *IEEE Access*, 5, 4779-4787. doi:10.1109/ACCESS.2017.2687041
- Zarish, A., Javed, A., & Khalid, M. (2022). *AEXANet: An end-to-end deep learning based voice anti-spoofing system*. Workshop on Artificial Intelligence for Multimedia Forensics and Disinformation Detection (AI4MFDD).
- Zhang, Y., Jiang, F., & Duan, Z. (2021). One-class learning towards synthetic voice spoofing detection. *IEEE Signal Processing Letters*, 28, 937-941. <https://doi.org/10.1109/LSP.2021.3076358>
- Zhang, Z., Yi, X., & Zhao, X. (2021, June). *Fake speech detection using residual network with transformer encoder*. Proceedings of the 2021 ACM workshop on information hiding and multimedia security, Belgium. doi:10.1145/3437880.3460408
- Zhang, J., Tu, G., Liu, S., & Cai, Z. (2023). Audio anti-spoofing based on audio feature fusion. *Algorithms*, 16, 317. doi:10.3390/a16070317



## Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

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



Derleme

### Tef (*Eragrostis Tef* [Zucc.] Trotter) Bitkisinin Hayvan Beslemede Kullanımı

Serhat YILDIZ

Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Gevaş Meslek Yüksekokulu, Veterinerlik Bölümü, 65080, Van, Türkiye  
Serhat YILDIZ, ORCID No: 0000-0003-1063-4704  
Sorumlu yazar e-posta: syildiz@yyu.edu.tr

#### Makale Bilgileri

Geliş: 13.01.2024  
Kabul: 28.02.2024  
Online Nisan 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1419294

#### Anahtar Kelimeler

Hayvan besleme,  
Tef,  
Yem bitkisi

**Öz:** Artan nüfusa bağlı olarak gıda üretimine olan talep giderek artmaktadır. Bu talepleri karşılamak için daha fazla bitkisel ve hayvansal ürün üretilmesi gerekmektedir. Kaliteli hayvansal ürün üretiminde ihtiyaç duyulan yem temininde, geleneksel yemler yanında alternatif yem bitkilerinin de üretime katılması gerekmektedir. Kaliteli yem bitkileri içerisinde yer alabilecek ve çok yönlü kullanım alanlarına sahip bitkilerden biri de Tef (*Eragrostis Tef* [Zucc.] Trotter) bitkisidir. Tef, Etiyopya'ya özgü, kurak koşullara iyi adapte olmuş, sıcak mevsimde yetişebilen, tek yıllık bir buğdaygil bitkisidir. Son yıllarda dünyada hem insan, hem de hayvan beslenmesinde kullanım alanı bulunan bu bitki, sağlıklı yaşam için alternatif özelliklere sahiptir. Tarla tarımında münavebe bitkisi olarak ve yeşil gübre olarak değerlendirilebileceği gibi, yüksek kaliteye sahip yem bitkileriyle rekabet edebilecek verim potansiyeli ile üstün bitkisel özellikleri de bulunmaktadır. Tef bitkisi hayvan besleme açısından dikkatleri üzerine çeken, yeşil ve kuru ot, silaj, danesi ve mera bitkisi olarak değerlendirilebilmektedir. Bu çalışmada, ülkemizde ve bölgemizde üreticiler tarafından henüz yaygın bir şekilde tarımı yapılmayan, önemli bir tarımsal bitki olan, insan ve hayvan beslenmesinde geleceğin bitkisi olarak dikkat çeken Tefin, hayvanların beslenmesinde alternatif bir yem kaynağı olma potansiyeli ele alınmıştır.

### Use of Teff (*Eragrostis Tef* [Zucc.] Trotter) in Animal Nutrition

#### Article Info

Received: 13.01.2024  
Accepted: 28.02.2024  
Online April 2024

DOI:10.53433/yyufbed.1419294

#### Keywords

Animal nutrition,  
Forage,  
Teff

**Abstract:** Due to the increasing population, the demand for food production is increasing. To meet these demands, more plant and animal products need to be produced. In order to supply the feed needed for the production of quality animal products, alternative feed must be included in production in addition to traditional feeds. One of the plants that can be included among quality forages and has versatile uses is the Teff (*Eragrostis Tef* [Zucc.] Trotter). It is an annual grassy plant native to Ethiopia, well adapted to arid conditions and able to grow in the hot season. Teff, which has been used in both human and animal nutrition around the world in recent years, has alternative properties for a healthy life. While it can be used as a rotation crop and green manure in field agriculture, it also has superior herbal properties with a yield potential that can compete with high-quality forage crops. Teff attracts attention in terms of animal nutrition and can be evaluated as green and dry grass, silage, grain and pasture. In this study, the potential of Teff, which is an important agricultural plant that has not yet been widely cultivated by producers in our country and region and draws attention as the plant of the future in human and animal nutrition, as an alternative feed source in animal nutrition, was discussed.

## 1. Giriş

Hayvansal ürünler, insanların yeterli ve dengeli beslenmesi açısından büyük öneme sahiptir. İşletmenin karlılığını önemli ölçüde etkileyen yem ve besleme masrafları, yapılan masrafların yaklaşık % 70'lik kısmını oluşturmaktadır. Geviş getiren hayvanların sindirim faaliyetlerini olumlu yönde etkileyen kaliteli ve ucuz kaba yemlerin, bu masrafların düşürülmesinde önemli katkıları bulunmaktadır. Aynı zamanda rasyonlarının ana kısmını oluşturan kaba yemler, hayvanlarda mekanik tokluk sağlaması yönüyle de önemlidir. Son yıllardaki iklim değişikliği, kuraklık, su kaynaklarının azalması, tarıma elverişli toprakların imara açılması, nüfus artışı, şehirleşme gibi olumsuz etkenler kaba yem üretimini azaltmış ve buna paralel olarak da bu ürünlerin birim fiyatlarında artmaya neden olmuştur (Arslan & Erdurmuş, 2012; Özkan & Demirbağ, 2016; Harmanşah, 2018).

Hayvanların kaba yem ihtiyaçlarını karşılamak için, alternatif kaynaklar belirlenmeli, bunların kullanım olanakları ortaya konmalıdır. Hayvancılık işletmelerinin yararlanabileceği birçok alternatif yem kaynakları olmasına rağmen, genellikle alışılmış yemler hayvan tüketiminde kullanılmaktadır. Oysaki tarım ve hayvancılıkta gelişmiş ülkeler alternatif kaba yem kaynaklarını da kullanmaktadırlar. Böylece hayvanların besleme fizyolojisine uygun olan, kaliteli ve ucuz yem kaynakları ile hayvanlar daha rasyonel bir şekilde beslenmekte, insanların tükettikleri daha pahalı olan kesif yemlerin hayvan beslemede kullanımını azalmaktadır. Tarla tarımı içerisinde yetiştirilen yem kaynaklarına alternatif olabilecek yeni bitkilerin tarıma kazandırılması için araştırmalar sürmektedir (Acar & Güncan, 2002). Bu amaçla kuru otu, danesi ve samanı kullanılan, silaj yapımına uygun, potansiyel bitkiler içerisinde yer alan ve hayvan beslemede faydalarından yararlanılabilecek bitkilerden biri de Tef (*Eragrostis Tef* [Zucc.] Trotter) bitkisidir (Sarı & Tiryaki, 2018).

Anavatanı Etiyopya olan, çayırgüzeli bitkisinin bir çeşidi olarak da bilinen Tef bitkisi, “Yaz otu, Aşk otu, Williams sevgi otu, Habeş sevgi otu ve Yıllık salkım otu” isimleriyle de bilinmektedir. Adaptasyon kabiliyeti çok yüksek ve yazlık olarak yetiştirilen bir yem bitkisidir. Farklı çeşitteki toprağa uyum sağlaması ile birlikte, kuraklığa ve aşırı yağışlara da dayanıklıdır. 90-100 günde hasat edilmekte ve bu sayede ikinci ürün olarak da yararlanılmaktadır. Kardeşlenme yeteneği yüksek olan ve sık bir örtü oluşturan bitkiden, yılda 3-4 biçim alınabildiğinden, üretim maliyeti düşmektedir (Kaplan ve ark., 2016). Tef çeşitleri sistematik anlamda bitki fizyolojisine, ticari olarak sadece tane renkleri olan beyaz, kırmızı/kahve ve karışık olmasına göre sınıflandırılmaktadır. Tef, buğdaygiller (Graminea) familyası, *Eragrostis* cinsine ait, yaklaşık 350 tür içinde kültürü yapılan tek tahıl türüdür. Tanesi oval şekilli, buğday veya çavdar gibi kavuzsuz olan Tef, bin tane ağırlığı genellikle 200-400 miligram civarında, tropik bir yem bitkisidir. Çoğunlukla insan beslenmesinde kullanılan bitkinin taneleri, sağlıklı yaşam için alternatif özelliklere sahiptir. Proteininin muazzam özellikleri bulunmakta ve çölyak hastalığının nedeni olan gluten içermeyen bir karbonhidrat kaynağıdır. Tef bitkisinin çevre koşullarına geniş bir uyum yeteneğinin olmasının yanında, böceklere karşı da dayanıklı olduğundan, herhangi bir kimyasala gerek duyulmadan, taneleri yıllarca canlı kalabilmektedir (NRC, 1996; Ketema, 1997; Gebremariam ve ark., 2014; Irge, 2017; Dumanoğlu & Geren, 2020).

Bu çalışmanın amacı, ülke için önemli bir tarımsal potansiyel taşıyan, ülkede ve bölgede çok fazla tanınmayan, daha sonraki zamanlarda yaygınlaşma ihtimali bulunan, ruminantların beslenmesine alternatif olabilecek bir yem kaynağı olarak yararlanılabilecek yeni bir yem bitkisi olan Tef bitkisinin, birçok yönü ile ele alınarak tanıtılması, ot kalitesi ve hayvan beslemede kullanımını üzerine etkileri incelenmiştir. Dünyanın bazı ülkelerinde danesi ve otu yaygın olarak kullanılan, olumsuz çevre şartlarına ve kuraklığa dayanıklı bu bitkinin, yem açığının kapatılmasına katkı sağlayacağı beklenmektedir.

## 2. Tef Otunun Özellikleri ve Yem Değeri

Deniz seviyesinden 2800 m rakımlara kadar yetişebilen bitki, 1800-2100 m rakımlarda çok daha iyi yetişebilmektedir. Toprak sıcaklığı minimum 19 °C olduğunda iyi bir çimlenme ve büyüme gösteren Tef, 10-27 °C sıcaklık değerlerine sahip ve vejetasyon döneminde 450-550 mm yağış alan (yıllık 750-800 mm) bölgelerde en iyi gelişimini göstermektedir. Bu özellikleri açısından İç Anadolu ve Doğu Anadolu Bölgelerimizde kolayca yetiştirilebileceği söylenebilir. Değişik iklim ve toprak şartlarına adapte olabildiği için diğer tahıllardan daha üstün olduğu görülmektedir (Bekele ve ark., 1995; Ketema, 1997; Jackman, 1999; Evert ve ark., 2009).

Yağışlı mevsimin kısa olduğu kuru bölgelerde hem tahıl hem de yem üretimi için değerlendirilen bitki, çift verim yönlü bir tahıldır. Tef tanesi besin maddeleri açısından oldukça zengindir ve özellikle de Etiyopya'da insan beslenmesinde kullanılmaktadır. Yakın zamana kadar fazla bilgiye sahip olunmayan Tef bitkisinin 1990'ların sonlarından bu yana, iyi bir besin değerine sahip olduğu ve glutensiz bir tahıl olarak bilinmesi merakı kendisine çekmesine neden olmuştur. Tahıl hasadının mahsul kalıntısı olan Tef samanı, Etiyopya'da büyükbaş hayvan yemi olarak kullanılmaktadır. Avustralya, Güney Afrika, Amerika Birleşik Devletleri, Mısır, Uganda ve Kanada gibi diğer ülkelerde Tef esas olarak geviş getiren hayvanlar ve atlar için yem bitkisi olarak kullanılmaktadır (Baye, 2015; Heuzé ve ark., 2017b; Irgé, 2017; Sarı & Tiryaki, 2018). Tef bitkisinin otu, samanı ve tanesine ait kimyasal bileşimleri ile besin değerleri Çizelge 1'de verilmiştir.

Çizelge 1. Tef'in ot, saman ve tanesine ait kimyasal bileşimleri ile besin değerleri\*

	Ot	Saman	Tane
KM, %	91.7	91.6	88.3
HP, %	14.6	4.1	13.2
HS, %	33.7	35.8	4.1
NDF, %	56.6	70.9	-
ADF, %	36.0	41.7	-
Lignin, %	3.4	5.8	-
HY, %	2.3	1.9	3.4
HK, %	9.4	7.9	1.6
Toplam enj, MJ/kg KM	18.5	18.1	18.8
KM sindirilebilirliği, %	58.5	-	-
OM sindirilebilirliği, %	61.8	57.0	85.5
ENJ sindirilebilirliği, %	58.4	53.6	83.7
Sindirilebilir enj, MJ/kg KM	10.8	9.7	15.7
Metabolik enj, MJ/kg KM	8.6	7.9	-

\*Heuzé ve ark. (2017a ;2017b; 2017c)'dan özetlenmiştir.

Tef samanının besin madde içeriklerinin bazı yem bitkileri ve tahıl samanları ile karşılaştırılması Çizelge 2'de verilmiştir (Sarı & Tiryaki, 2018).

Çizelge 2. Tef samanının bazı yem bitkileriyle karşılaştırılması

Bileşenler*	Yonca kuru otu	Mısır Koçanı	Yulaf Samanı	Tef Samanı	Buğday Samanı
Kuru Madde (%)	90.1	91.0	91.9	91.1	92.4
Organik madde	89.5	88.2	91.9	90.8	89.5
Ham protein	20.1	5.1	6.2	3.6	2.3
NDF	44.4	75.5	71.2	77.5	76.1
ADF	36.6	51.3	46.6	44.3	51.7
Lignin	4.8	4.8	6.6	5.1	6.4
Hemiselüloz	7.8	24.2	24.6	33.3	24.3
Selüloz	31.8	46.5	40.0	39.2	45.3
ADF-kül	-	5.2	3.6	3.4	6.9
Fosfor	0.30	0.17	0.15	0.25	0.22
Metabolik enerji (MJ/kg)	19.0	16.7	17.9	17.6	18.8

\*kg da<sup>-1</sup>

Tef otu ile bazı kaba yemlere ait besin madde değerlerin karşılaştırmasına ait veriler Çizelge 3'te verilmiştir. Verilen bilgilere göre Tef otu kaliteli kaba yemlerle rekabet edebilecek düzeyde besin maddesi içermektedir.

Çizelge 3. Tef otu ve bazı yem bitkilerinin besin madde kompozisyonu\*

Bileşenler	Tef otu	Mısır Silajı	Yonca otu	Çayır otu
Kuru Madde (%)	92.3	33.6	90.4	93.9
Ham protein	12.9	8.4	19.9	5.1
NDF	56.1	40.9	35.3	63.4
ADF	29.8	24.2	29.2	40.3
NFC	12.2	40.5	21.1	12.8
Ham Yağ	1.9	3.4	1.8	2.2
Ham kül	8.0	5.3	10.1	8.9

\* Saylor ve ark. (2018)'dan özetlenmiştir.

Tef otu besleyici ve hayvanlar tarafından sevilerek tüketilmekte, yaprak/sap oranı oldukça yüksek ve %65 oranında sindirilebilmektedir. Biçim sonrasında hızlı bir şekilde büyüyen bitkinin biçim yüksekliğinin en az 8-12 cm olması gerekmektedir. Ancak, zayıf kök yapısı nedeniyle ilk biçimde bitkinin biçilerek değerlendirilmesi önerilmektedir. Tef, özellikle diğer sıcak iklim yem bitkileri ile karşılaştırıldığında, ince, narin gövde yapısı ve bol yapraklı olması nedenleri ile ön plana çıkmaktadır. Bu özellikleri nedeniyle hayvan beslenmesi açısından öncelikle ot tüketim amaçlı kullanılabilmesi, ancak silaj yemi yapımı amacıyla kullanılabilme potansiyelinin de olduğu bildirilmektedir. Eldeki verilerin yetersizliğine dayanarak bu konuda daha fazla araştırma yapılması gerekliliği ortaya çıkmaktadır. Çok yıllık serin iklim yem bitkilerinin, yağış ve iklim şartlarının normal olması durumunda, yüksek kalitede ürün vermelerine karşın, kuru ve yüksek sıcaklığa sahip iklim koşullarında ve özellikle de yaz aylarının ikinci yarısından sonra önemli miktarda verim ve kalite kayıplarına uğradıkları bildirilmektedir. Bundan dolayı, bu olumsuz iklim şartlarında, kurağa toleranslı olan tek yıllık Tef bitkisi, bu alanlarda yetiştirilebilecek önemli bir alternatif yem bitkisi olarak öne çıkmaktadır (Roseberg ve ark., 2005; Hunter ve ark., 2007; Sarı & Tiryaki, 2018).

ABD'de Tef, bir yem bitkisi olarak yeni yeni değerlendirilmeye başlanmıştır. 2018'de Kansas, New Mexico ve Teksas'ta mısır silajı ve yonca verimi hektar başına sırasıyla ortalama 14.8 ve 11.4 ton kuru madde (KM) olarak gerçekleşmiş, buna karşılık, Tef bitkisinden yeterli sulama ve gübreleme ile hektar başına 12.4 ton KM verim elde edilmiştir. Tef bitkisi, su sıkıntısı çeken bölgelerdeki yem üretiminin ihtiyaçlarını karşılama potansiyeline sahip olsa da, beslenme özellikleri ve süt sığırlarının yüksek düzeyde süt üretimini destekleyip destekleyemeyeceği hakkında şu anda çok az bilgi bilinmektedir. Etiyopya'da, Tef öncelikli olarak tahıl ürünü olarak yetiştirildiğinden, çoğu hayvan besleme denemesi düşük kaliteli Tef samanının besin değerini artırmayı amaçlamıştır. Ek olarak, Tefin tam olgunluğa ulaşmadan önceki kalitesini araştıran çalışmalarda, besin değerleri oldukça farklı olarak bildirilmiştir. Tefin ham protein (HP) değerinin %8.5 ila 21.5 arasında, NDF değerinin %52.5 ila 72.5 arasında değiştiği belirtilmiştir. Tef bitkisi için bildirilen besin değerlerindeki aşırı farklılıkların standartlaştırılarak besin ve sindirilebilirlik değerlerinin oluşturulması gerektiği bildirilmektedir (Saylor ve ark., 2021). Aynı araştırmacıların, yem kaynağı olarak Tef otu içeren rasyonlarla beslenen laktasyondaki süt ineklerinin verimliliğinin araştırıldığı bir çalışmada, Tef bitkisinin yüksek selüloz oranından dolayı rasyonlara daha düşük oranlarda dahil edilebileceği, aradaki açığın ilave konsantre yemlerle kapatılabileceği, çalışmada elde edilen sonuçlara göre Tef otunun laktasyondaki süt inekleri için, verim kaybı olmaksızın alternatif bir yem kaynağı olarak kullanılabilmesi sonucuna varmışlardır (Saylor ve ark., 2018).

Üke (2016), tarafından yapılan bir çalışmada, Tefin dekar başına veriminin oldukça yüksek, üretim maliyetinin düşük olmasından dolayı alternatif bir bitki olduğunu, yem değerlerinin yüksek olması yanında, 35-45 günde biçilebilmesinin çiftçilere büyük avantajlar getirdiği bildirilmektedir. Araştırmacı, yem kalitesi ve verimlerin belirlenmesinde en önemli etkenin bitkinin hasat zamanı olduğunu, yem kalitesi ve veriminin bitkinin olgunlaşma dönemi ilerledikçe azaldığını belirtmiştir. Hasat sırasında yaprakların zarar görmesi, kesilme ve parçalanma şekli, bitkinin solunumu, tarlada hasat edilen otun kurutulma sırasında yağmur tarafından yıkanması gibi olumsuz durumların yem bitkisinin kalitesini ve verimini önemli derecede azalttığı, bu nedenle yetiştirilen bitkilerin zamanında hasat edilmesi, yaprakların yeşil olması ve hasat sırasında kayıpların en aza indirilmesine dikkat edilmesi gerektiğini bildirmiştir.

Yapılan bir çalışmada, üç farklı vejetasyon döneminde hasat edilen Tef otunun potansiyel besleme değeri belirlenmiştir. Çalışmada, vejetasyon döneminin ilerlemesiyle yeşil ve kuru ot

verimleri, NDF ve ADF oranı artmış, ham protein, ham yağ ve ham kül içerikleri düşmüştür. Tefin yeşil ve kuru ot verimleri sırasıyla 576.91-1061.78 ve 198.54-637.03 kg/da arasında belirlenmiştir. Ham protein içeriği % 6.7-20.7, ham yağ içeriği % 1.33-2.72, ham kül içeriği % 6.78-8.70 arasında tespit edilmiştir. Tefin NDF ve ADF içerikleri sırasıyla % 60.36-69.49 ve % 30.79-38.09 arasında belirlenmiştir. Tef otunun metabolik enerji ve organik madde sindirim derecesi sırasıyla 5.74-7.10 MJ/kg kuru madde ve % 37.80-46.24 arasında tespit eden [Kaplan ve ark. \(2016\)](#), sonuçta, Tef bitkisinin besleme değerinin olgunlaşma döneminin ilerlemesiyle birlikte düştüğü, çiçeklenme öncesi ve çiçeklenme döneminde ham protein oranı ve metabolik enerji kapasitesinin yüksek olmasından dolayı bu dönemde hasat edilmesini veya otlatılmasını önerilmektedirler. Yapılan bir araştırmada, farklı sıra aralığında ekilen Tef bitkisine ait ortalama yeşil ot verimi 2561.65 kg/da, kuru ot verimi 906.73 kg/da ve ham protein verimi 152.70 kg/da olarak tespit edilmiştir. Ortalama ADF değeri % 35.16, NDF değeri % 62.83, ham kül oranı % 9.72, ham protein oranı % 16.77, sindirilebilir kuru madde oranı % 61.5, kuru madde tüketimi % 1.918 ve nispi yem değeri ise 91.25 olarak belirleyen [Tanık & Kökten \(2021\)](#), sonuç olarak Bingöl gibi karasal iklime sahip bölgelerde ot amacıyla yetiştirilen Tef bitkisinde en uygun sıra arası mesafenin 30 cm olması gerektiğini bildirmişlerdir.

### 3. Tef Otu, Samanı ve Silajının Hayvan Beslemede Kullanımı

Kuraklık durumlarında ve yaz aylarında su kıtlığı nedeniyle hayvan yemlerinin üretilmesinde ciddi sorunlarla karşılaşmaktadır. Tef, son zamanlarda özellikle yaz mevsiminde yem üretimi için ilgi çeken, kuraklığa dayanıklı, sıcak mevsim tek yıllık bir yem bitkisidir. Önceki çalışmalar, Tefin lezzetli olduğunu ve diğer sıcak mevsim yıllık otlarıyla karşılaştırıldığında benzer yem biyokütlesi ve yem kalitesine sahip olduğunu ve bunun da onu tek yıllık yazlık yem bitkilerine alternatif bir yem haline getirebileceğini göstermiştir. Bununla birlikte, mevcut veriler Tefin yem kaynağı olarak potansiyelini ortaya koymak için yeterli olmadığı, dolayısıyla genotip değişkenliği ve performansı, belirli bir ortamdaki yem üretim sistemi ile uyumluluk sağlayıp sağlayamaması yapılacak çalışmalar ile ortaya konulmalıdır. Etiyopya'da Tef bitkisi bu kadar popüler olmasına rağmen hiçbir Tef çeşidi tescil edilmemiştir. Etiyopya'da yem bitkisi olarak piyasaya sürülen Tefin, yalnızca ABD, Güney Afrika ve Avrupa gibi diğer ülkelere tanıtılması, Tefin geleneksel tahıl üretimine ek olarak yem bitkisi olarak değerlendirilmesinin yolunu açmıştır. Yem kalitesinden ödün vermeden, düşük girdiyle yüksek verim sağlayan yazlık yem bitkisi üretimine yönelik talep giderek artmaktadır. Tefin nispeten kısa bir büyüme mevsiminde mükemmel kalitede yüksek yem üretme yeteneğine sahip olduğu ortaya çıkartılmıştır. Tef, ince saplı, yapraklı ve "yumuşak" bir çim olup, çiftlik hayvanları için oldukça lezzetlidir. Çiftçiler genellikle hayvanlarının diğer geleneksel ot samanlarına göre Tef samanını tercih ettiğini bildirmektedirler. Tefin yem değeri, lezzetinde, yüksek besin değerinde, hızlı büyümesinde ve kuraklığa toleransında yattığı bildirilmektedir ([Ketema, 1997; Miller, 2011; Habte ve ark., 2019](#)).

Tef otu popüler olduğundan, Güney Afrikalı çiftçiler süt sığırlarını, koyunlarını ve atlarını beslemek için, onu diğer tüm samanlara tercih etmektedirler. Güney Afrika'da ve ABD'de Tef otu atlar, süt ve besi sığırları ve ayrıca koyunlar için üstün kaliteli bir saman olarak kabul edilmektedir. Tefin otlatma amacıyla uygun olmadığı yönünde bir anlayış mevcut olsa da, Güney Afrika'daki mandıra çiftçileri, ardışık ryegrass (*Lolium multiflorum*) meraları arasındaki kaba yem boşluğunu doldurmak için Tefi, yaz sonu ve sonbahar başı dönemde otlatma merası olarak kullanmaktadırlar ([Heuzé ve ark., 2017b](#)).

Yapılan bir çalışmada, Tef bitkisi, ABD'deki doğal çayır otu ile karşılaştırılmış, süt inekleri tek diyet olarak Tef otu ile beslendiğinde süt üretiminin arttığı belirlenmiştir. Bu da Tefin laktasyondaki süt inekleri için alternatif bir yem kaynağı olarak kullanılma potansiyeline sahip olduğunu göstermektedir ([Saylor ve ark., 2018](#)). Yapılan bir çalışmada, farklı olgunluk döneminde hasat edilerek hazırlanan Tef samanının sığır besi performansı ve rumen parametrelerine etkisi incelenmiştir. Tef otunun besi sığırları için de mükemmel bir yem niteliği taşıdığı bildirilmiştir. Sonuçta olgunluk dönemi arttıkça Tefin ADF veya NDF içeriğinde herhangi bir değişikliğin ve olgunluğun KM tüketimi üzerinde hiçbir etkisinin olmadığı bildirilmiştir. Olgunluk arttıkça HP miktarında düşme görüldüğü, bunun da daha az HP alımına neden olduğu, in vitro NDF sindirilebilirliğinin günde % 0.95 oranında azaldığı belirlenmiştir. Sığırlarda besi performansına etkilerinin tespitinde başka araştırmalara ihtiyaç duyulduğu bildirilmektedir ([Vinyard ve ark., 2018](#)).

Tef nispeten yeni bir yem olduğundan, hayvan beslenmesinde kullanımıyla ilgili az bilgi bulunmaktadır. Bugüne kadar çoğu Tef otu, Timothy grass'a benzer bir besin profiline sahip olarak atlar için pazarlanmış ve ot piyasası için üretilmiştir. Bilimsel dergilerde Tef hakkında yayınlanan az bilgi bulunmaktadır. Pensilvanya'da üç farklı vejetasyon döneminde hasat edilen Tef otunun incelendiği bir çalışmada, yalnızca Tef otu ile beslemenin, kısırakların beslenme ihtiyaçlarını %90 ile 97'sini karşılamaya yeterli olduğu belirlenmiştir. Ayrıca yapısal olmayan karbonhidratların düşük olması nedeniyle obez atlar ve metabolik sorunları olan atlar için iyi bir yem kaynağı olabileceği bildirilmektedir (Young ve ark., 2014). Aynı araştırmacılar, hayvan yemi olma potansiyeli yüksek olmasından dolayı, Tef kuru otu bazlı diyetlerle beslenen besi danalarının ve sütçü düvelerin büyüme ve rumen fermantasyon performanslarını belirlemek için yaptıkları bir çalışmada, yonca otu içeren rasyonlarla Tef otu içerenler karşılaştırılmıştır. Besi danaları ve sütçü düveler Tef otu içeren rasyonlarla beslendiklerinde kuru madde alımı önemli ölçüde artmıştır. Bu rasyonlar etçi sığırlarının vücut ağırlığı artışını veya ortalama günlük canlı ağırlık kazancını etkilememiştir. Ancak sütçü düvelere Tef otu içeren rasyonların verilmesi canlı ağırlık artışını ve ortalama günlük canlı ağırlık kazancını arttırmıştır. Araştırmacılar, Tef otunun etçi sığır yetiştirme ve sütçü düve rasyonlarında yonca yerine kullanılabileceğini, daha düşük maliyetli ve lezzetli bir alternatif olabileceği sonucuna varmışlardır. Çalışmada, Tef otunun koyun ve keçi gibi diğer geviş getiren hayvanlar için de iyi bir yem kaynağı olabileceğini bildirmektedirler (Young ve ark., 2014).

Hagos & Melaku (2009) tarafından yapılan bir çalışmada, Tef samanı temel kaba yemine farklı oranlarda kesif yem ilavesiyle beslenen Afar koçlarında sırasıyla yem alımı, sindirilebilirlik, canlı ağırlık kazancı ve karkas parametreleri üzerine etkisi incelenmiştir. Deneme sonunda, orta düzeyde (250 gr) kesif yem ve Tef samanı verildiğinde, koyunlar için daha iyi bir net getiri elde edildiğini göstermiştir. Orta düzeyde konsantre yem karışımı ilavesinin kaba yemden yararlanmayı iyileştirdiği ve daha iyi karkas parametreleri ve net getiri sağladığı sonucuna varılmıştır.

Etiyopya'da kültüre alınmış ot samanı ve Tef samanı silajıyla beslemenin laktasyondaki süt ineklerinin süt verimi, azot kullanımı ve metan emisyonuna etkisinin incelendiği bir çalışmada, süt ineklerine temel diyet olarak kültüre alınmış kaba yemler ve işlenmiş Tef samanı silajı içeren toplam hazırlanmış rasyonun (kaba ve yoğun yemin karışımı) verilmesi, besin sindirilebilirliğini, süt verimini ve nitrojen kullanım verimliliğini artırmış, aynı zamanda besin atılımını ve çevreye verilen metan (CH<sub>4</sub>) emisyonunu azaltmış, dolayısıyla süt ineklerinin performansını iyileştirmiştir. Sonuç olarak bu çalışmada, hassas beslemenin sınırlı olduğu Etiyopya gibi ülkelerde, tefin üretimini artırma ve sera gazı emisyonlarını azaltma olasılığının yüksek olduğu bildirilmektedir. Bu çalışmadan elde edilen sonuçlar, Tef samanının, emziren süt sığırlarının diyetlerinde verim kaybı olmaksızın yonca ve mısır silajının yerini alma potansiyeline sahip olduğunu göstermektedir (Mekuriaw ve ark., 2020).

#### 4. Tefin Otlatılarak Değerlendirilmesi

Otlatma zamanlaması ve yoğunluğu Tef bitkisi için çok önemlidir. Tef yüzlek köklü, tek yıllık bir bitkidir. Bu nedenle kök sistemi tam olarak gelişmeden önce, nemli veya kumlu topraklarda otlatılması, bitkilerin kökünden çıkmasına ve mera ya da tarlanın bütünlüğünün bozulmasına neden olmaktadır. Güçlü kök oluşumunu sağlamak için birinci biçim ot üretiminde kullanılmalı ve ardından yeniden büyüyen otlarda otlatma yapılmalıdır. Ayrıca Tef, hızlı ve yeniden büyümesi için 10 cm civarında anız yüksekliği istemektedir. Bu nedenle aşırı otlatmanın sonraki üretimi sınırlayacağı bildirilmektedir (Young ve ark., 2014).

Mera, otlayan hayvanlar için birincil yem kaynağıdır. ABD'nin kuzeyinde yapılan bir çalışmada, bu gereksinim genellikle Mayıs-Eylül otlatma sezonunda karşılandığı ve karlılığın, sezon boyunca yüksek kaliteli yem sağlayan meralara bağlı olduğu bildirilmektedir. Çalışmada, mera sistemlerinde yaz aylarında serin mevsim bitkileri yanında, sıcak mevsim türlerini içerecek şekilde çeşitlendirilmesi önerilmektedir. İlkbahar ve sonbaharda serin iklim bitkileri ve baklagillerin otlatılmasını, yaz aylarında ise Tef ve Sudan otu gibi sıcak mevsim çeşitlerin kullanılması önerilmektedir. Hayvancılık işletmelerinde yazlık otların kullanım nedenlerine bakıldığında; kuraklığa çok dayanıklı, hızlı gelişmeleri ve acil yem ihtiyacını karşılamaları yanında, otlatma, silaj ve balyalamada kullanılmaları sayılmaktadır. Çalışmada, Tef otunun besin madde içerikleri serin mevsim otlarından (çok yıllık çimler, çayır salkım otu, kılçıksız brom, ak üçgül karışımları) daha düşük tespit edilmiş olmasına rağmen, tatminkâr verimler elde edildiği bildirilmiştir (Heins, 2014).



Tef otu, minimum maliyetli, kuraklığa toleransı ve erken gelişme yeteneği nedeniyle otlatma sistemlerine potansiyel olarak fayda sağlayabilecek ve hektar başına 90 hayvan birimi kadar hayvana yetebilecek, verimli bir üründür. Bu nitelikler tek yıllık, sıcak mevsim yemlerinin daha önce uygun görülmediği kurak bölgelerde, artan hayvan sayısına ve yem üretimine doğrudan katkıda bulunmaktadır. Tef, vejetasyon dönemi boyunca sindirilebilirlik seviyesini tutarlı bir şekilde devam ettirmektedir. Sürekli olarak otlatılan Tef bitkisine ek olarak yapılacak yem ilaveleri besi danaları ve düvelerinin büyüme performanslarını arttırmaktadır. Tef otunun, yaz ve sonbahar aylarında otlatılabilecek kaliteli bir yem seçeneği olarak kullanılabilmesi bildirilmektedir (Sugg, 2019).

## 5. Tef Tanesinin Önemi, Hayvan Beslemede Kullanımı

Tef, çok geniş bir ekolojide yetişebilen, kuraklığa dayanıklı, bitki hastalıkları ve tahıl depolama zararlıları sorunlarının az olduğu güvenilir ve düşük riskli bir tahıldır. Tef tanesinin besin bileşimi diğer önemli tahıllarla karşılaştırılabilir düzeyde olduğundan, yiyeceklerde kullanım potansiyeli yüksektir. İnsan ve hayvan beslenmesine çeşitlilik katma potansiyeline sahiptir. Bilinen 30.000 bitki türü arasında yalnızca beş tahıl (buğday, pirinç, sorgum, darı ve mısır), şu anda dünyanın besin ihtiyacının %50'sinden fazlasını karşılamaktadır. Bu türlerin aşırı kullanımı ve genetik kayıpların olmasından dolayı gelecekte insanların tarımsal taleplerinin karşılanmasında zorlukların ortaya çıkabileceği bildirilmektedir. Tef üretimi, hasat öncesi ve sonrası aşamalarda çok sayıda çözülmemiş sorunun olduğu bir sistem içermektedir. Tef hektar başına verimi (17.56 t/ha), bilinen diğer tahıl tanelerinden daha düşüktür. Bu mahsulün verimliliği, uygun aralıkların kullanılması, optimum bitki popülasyonunun korunması ve besin takviyelerinin uygulanması ile artırılabilir. Tef tanesinin geniş getiren hayvanlarda ve domuzlarda kullanımına ilişkin herhangi bir bilimsel çalışma bulunmamaktadır. Kanatlılarda bir miktar çalışma bulunmakla birlikte, insan beslenmesinde yaygın ve güvenli bir şekilde kullanıldığı için, diğer tahıllar gibi tüm hayvanlar için kullanılabilir olma potansiyeli bulunmaktadır. Kükürt içeren amino asitlerdeki nispeten yüksek içerik, geniş getiren hayvanlar için önemli olabileceği bildirilmekte (Heuzé ve ark., 2017c; Barretto ve ark., 2021) ki bu da ruminant hayvanların beslenmesinde Tef'in önemli bir kaba yem kaynağı olduğunu ispatlamaktadır.

Sorgum tanesi yerine Tef tanesinin kullanıldığı bir çalışmada, etlik piliç civcivlerinin performansına etkisi incelenmiştir. Mevcut çalışmanın sonuçlarına dayanarak, Tef tanesinin sorgum tanesinden daha üstün olduğu sonucuna varılmış, bu da daha yüksek yem alımı, canlı ağırlık artışı ve yemden yararlanma oranıyla ilişkilendirilmiştir. Ayrıca karkas et verimi ve iç organ ağırlıkları da Tef tanesinin eklenmesiyle iyileştiği, kan serumu bileşenleri de Tef tanesinin diyetle dahil edilmesiyle olumlu şekilde etkilendiği tespit edilmiştir (Amasaib & Alamin, 2023).

Yapılan bir çalışmada, geleneksel mısır ve soyadan oluşan rasyonlarla beslenen etlik piliç civcivlerinin yemlerine, mısır yerine %10 Tef tanesi ilave edilmiş ve Tef'in civciv performansına etkisi araştırılmıştır. Tef tanesi bütün olarak ve kısmen öğütülmüş şekilde denemede kullanılmıştır. Sonuçta, bütün olarak Tef içeren grupta civcivler daha fazla yem tüketmişler ve daha fazla canlı ağırlık elde etmişlerdir. Bu sonuçlar Tef tanelerinin daha lezzetli oluşundan ve daha az enerji içerdiklerinden dolayı hayvanların daha fazla yem tüketimine sebebiyet verdiğinden kaynaklandığını bildirmişlerdir (Brockotter ve ark., 2017).

Özellikle ABD'de ve diğer bazı ülkelerde, Tef otunun geliştirilmesi ve üretimine yönelik sürekli araştırmalar son yıllarda devam etmektedir. Bu yönelimin ardındaki temel neden, Tef'in sağlam özellikleri ve zengin besin bileşimine sahip olmasıdır. Atlar, süt sığırları, koyun ve sığır besisi de dahil olmak üzere geniş bir hayvan yelpazesi için birinci sınıf alternatif bir yemdir. Tef otunun hayvanlara yem olarak kullanılması için ayrıca bir işleme gerek duyulmamaktadır. Ancak kaliteli yem üretimi için uygun ekim, ürün bakımı ve hasat gibi temel faktörlerin gerekli şekilde yapılması gerekmektedir. Geviş getiren hayvanların Tef kuru otu ile beslenmesine etkisi ile ilgili birçok çalışma mevcutken, tek mideli hayvanların beslenmesine etkisine ilişkin yeterince araştırma yapılmamıştır. Üretimi artırmak için daha verimli tarımsal uygulamalar, artan genetik araştırmalar, hasat sırasında ürün kaybını azaltmak için verimli hasat uygulamaları yapılarak çiftçiler için istikrarlı bir ürün seçeneği olarak Tef'in kullanılabilirliği ortaya çıkarılabilecektir (Barretto ve ark., 2021).

## 6. Sonuç

Dünyada ve ülkemizde nüfus hızla artmakta buna bağlı olarak insanların besin maddesi ihtiyaçları da artmaktadır. Bu ihtiyaçları karşılamak için mevcut tarımsal kaynakların etkin bir şekilde kullanılması ve birim alandan veya birim hayvandan alınan verimlerin artırılması gerekmektedir. Türkiye’de hayvanların yeterli, dengeli ve verime yönelik beslenemediği bilinen bir gerçektir. Üretilen kaliteli yemlerin tamamı, hayvanların ihtiyacını karşılayamadığı ve bu alanda büyük bir açığın olduğu yapılan çalışmalarda bildirilmektedir. Hayvancılık sektörünün ihtiyaç duyduğu kaliteli kaba yemlerin karşılanması için alternatif yem bitkileri ve silaj üretiminin artırılması yanında, Türkiye’nin en önemli kaynaklarından biri olan otlakların ıslah edilerek otlatma kapasitelerinin artırılmasına ihtiyaç duyulmaktadır. Bunun yanında tarım alanlarında ekimi yapılan yem bitkilerinin az olan çeşit sayısı, bölgesel olarak uyum gösteren alternatif yem bitkisi çeşitleri ile artırılmalıdır. Çiftçiler yem bitkileri ve hayvan yetiştiriciliğinin önemi ve bilimsel yetiştirme teknikleri hususunda bilinçlendirilmeli ve eğitilmelidir. Hayvan beslemede kullanılacak düzeyde ve kalitede olan, alternatif yem bitkilerinden biride Tef bitkisidir. Bu bitkinin besinsel faydaları, kaçınılmaz olarak zaman içinde bu tahıla olan talebin artmasına yol açacaktır. Kaba yem olarak bu bitkinin üretimi, işlenmesi ve katma değeri hakkında uygun araçlara ve bilgiye sahip olmak, eski bir tahıl olarak bilinen Tef’in benzersiz özelliklerinden yararlanmak için büyük bir fırsat olacaktır. Hayvan besleme açısından Tef bitkisi hakkındaki elimizde bulunan bilimsel çalışmalar yeterli olmadığından, bu bitki hakkında her açıdan daha fazla araştırmanın yapılması gerekliliği ortaya çıkmaktadır.

## Kaynakça

- Acar, R., & Güncan, A. (2002). Kaba yem olarak değerlendirilebilecek bazı yabancı ot karakterindeki bitkilerin morfolojik özellikleri ve ham protein oranlarının belirlenmesi. *Selçuk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 16(29), 79-83.
- Amasaib, E. O., & Alamin, A. A. (2023). Effect of substitution of sorghum grain by Teff (*Eragrostis Tef*) grain on the performance of broiler chicks. *Asian Journal of Food Research and Nutrition*, 2(2), 85-92.
- Arslan, M., & Erdurmuş, C. (2012). Ülkemizde hayvancılığa ve kaba yem sorununa genel bir bakış. *Ziraat Mühendisliği*, 359, 32-37.
- Barretto, R., Buenavista, R. M., Rivera, J. L., Wang, S., Vara Prasad, P. V., & Siliveru, K. (2021). Teff (*Eragrostis Tef*) processing, utilization and future opportunities: a review. *International Journal of Food Science and Technology*, 56, 3125-3137. doi:10.1111/ijfs.14872
- Baye, K. (2015). Teff: nutrient composition and health benefits. *ESSP Working Paper 67*. Washington, D. C. and Addis Ababa, Ethiopia: International Food Policy Research Institute (IFPRI) and Ethiopian Development Research Institute
- Bekele, E., Fido, R. J., Tatham, A. S., & Shewry, P. R. (1995). Heterogeneity and polymorphism of seed proteins in Teff (*Eragrostis Tef*). *Hereditas*. 122(1), 67-72. doi:10.1111/j.1601-5223.1995.00067.x
- Brockotter, F. (2017). Looking into Teff grain for broiler feed. <https://www.poultryworld.net/health-nutrition/looking-into-Teff-grain-for-broiler-feed/#:~:text=Chicks%20receiving%20the%20Teff%20as,the%2010%25%20Ground%20Teff%20chicks> Erişim tarihi: 01.11.2023.
- Dumanoğlu, Z., & Geren, H. (2020). An investigation on determination of seed characteristics of some gluten-free crops (*Amarantus mantegazzianus*, *Chenopodium quinoa Willd.*, *Eragrostis Tef* [Zucc] Trotter, *Salvia hispanica L.*). *Turkish Journal of Agriculture - Food Science and Technology*, 8(8), 1650-1655. doi:10.24925/turjaf.v8i8.1650-1655.3394
- Evert, S., Staggenborg, S., & Olson, B. L. S. (2009). Soil temperature and planting depth effects on Tef emergence. *Journal of Agronomy and Crop Science*, 195, 232-236. doi:10.1111/j.1439-037X.2008.00343.x
- Gebremariam, M. M., Zarnkow, M., & Becker, T. (2014). Teff (*Eragrostis Tef*) as a raw material for malting, brewing and manufacturing of gluten-free foods and beverages: a review. *Journal of Food Science and Technology*, 51(11), 2881-2895. doi:10.1007/s13197-012-0745-5
- Habte, E., Muktar, M. S., Negawo, A. T., Lee, S. H., Lee, K. W., & Jones, C. S. (2019). An overview of Teff (*Eragrostis Tef* (Zuccagni) Trotter) as a potential summer forage crop in temperate

- systems. *Journal of the Korean Society of Grassland and Forage Science*, 39(3), 185-188. doi:10.5333/KGFS.2019.39.3.185
- Hagos, T., & Melaku, S. (2009). Feed intake, digestibility, body weight and carcass parameters of Afar rams fed Tef (*Eragrostis Tef*) straw supplemented with graded levels of concentrate mix. *Tropical Animal Health and Production*, 41, 599-606. doi:10.1007/s11250-008-9230-6
- Harmanşah, F. (2018). Türkiye’de kaliteli kaba yem üretimi, sorunlar ve öneriler. *Türktob Dergisi*, 25, 9-13
- Heins, B. (2014, Ekim). *Bridging the summer slump with warm season grasses and seasonal changes in forage quality of pastures*. 75th Minnesota Nutrition Conference, Prior Lake, Minnesota.
- Heuzé, V., Thiollet, H., Tran, G., & Lebas, F. (2017a). Tef (*Eragrostis Tef*) straw. *Feedipedia*, a programme by INRAE, CIRAD, AFZ and FAO. <https://feedipedia.org/node/22033> Erişim tarihi: 01.11.2023.
- Heuzé, V., Thiollet, H., Tran, G., & Lebas, F. (2017b). Tef (*Eragrostis Tef*) hay. *Feedipedia*, a programme by INRAE, CIRAD, AFZ and FAO. <https://www.feedipedia.org/node/22768> Erişim tarihi: 01.11.2023.
- Heuzé, V., Thiollet, H., Tran, G., Bastianelli, D., & Lebas, F. (2017c). Tef (*Eragrostis Tef*) grain. *Feedipedia*, a programme by INRAE, CIRAD, AFZ and FAO. <https://www.feedipedia.org/node/439> Erişim tarihi: 01.11.2023.
- Hunter, M., Barney, P., Kilcer, T., Cherney, J., Lawrence, J., & Ketterings, Q. (2007). *Teff as Emergency Forage*. Cornell University Cooperative Extension, Agronomy Fact Sheet, 24.
- Iрге, D. D. (2017). Chemical composition and nutritional quality of wheat, Teff (*Eragrostis Tef* (Zucc) Trotter), Barley (*Hordeum vulgare* L.) and Rice (*Oryza sativa*) -A Review. *Food Science and Quality Management*, 59, 6-12
- Jackman, N. D. (1999). *Tef and finger millet, archaeobotanical studies of two indigenous East African cereals*. (Doctoral dissertation), Simon Fraser University, Department of Archaeology, Canada.
- Kaplan, M., Üke, Ö., Kale, H., Yavuz, S., Kurt, Ö., & Atalay, A. İ. (2016). Olgunlaşma döneminin Teff otunun potansiyel besleme değeri, gaz ve metan üretimine etkisi. *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 6, 181-186.
- Ketema, S. (1997). Tef. (*Eragrostis Tef* (Zucc.) Trotter). *Promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops*. 12. Institute of Plant Genetics and Crop Plant Research, Gatersleben/International Plant Genetic Resources Institute, Rome, Italy
- Mekuriaw, S., Tsunekawa, A., Ichinohe, T., Tegegne, F., Haregeweyn, N., Kobayashi, N., ..., & Fievez, V. (2020). Effect of feeding improved grass hays and eragrostis Tef straw silage on milk yield, nitrogen utilization, and methane emission of lactating Fogera Dairy Cows in Ethiopia. *Animals*, 10(6), 1021. doi:10.3390/ani10061021
- Miller, D. (2011). Teff grass: Crop overview and forage production guide. [https://www.north40ag.com/wp-content/uploads/2021/04/Teff\\_Crop-and-Forage-Production.pdf](https://www.north40ag.com/wp-content/uploads/2021/04/Teff_Crop-and-Forage-Production.pdf) Erişim Tarihi: 30.10.2023.
- NRC. (1996). *Lost Crops of Africa*. National Academies Press.
- Özkan, U., & Demirbağ, N. Ş. (2016). Türkiye’de kaliteli kaba yem kaynaklarını mevcut durumu. *Türk Bilimsel Derlemeler Dergisi*, 9(1), 23-27.
- Roseberg, R. J., Norberg, S., Smith, J., Charlton, B., Rykbost, K., & Shock, C. (2005). Yield and quality of Teff forage as a function of varying rates of applied irrigation and nitrogen. *Klamath Experiment Station*, 1069, 119-136.
- Sarı, U., & Tiryaki, İ. (2018). Alternatif tahıl: Eskinin unutulmuş yeni bitkisi Tef (*Eragrostis Tef* [Zucc.] Trotter). *KSÜ Tarım ve Doğa Dergisi*, 21(3), 447-456.
- Saylor, B. A., Min, D. H., & Bradford, B. J. (2018). Productivity of lactating dairy cows fed diets with Teff hay as the sole forage. *Journal of Dairy Science*. 101(7), 5984-5990. doi:10.3168/jds.2017-14118
- Saylor, B. A., Min, D. H., & Bradford, B. J. (2021). Effects of cultivar and harvest days after planting on dry matter yield and nutritive value of Teff. *Journal of Animal Science and Technology*, 63(3), 510-519. doi:10.5187/jast.2021.e56
- Sugg, J. D. (2019). *Evaluation of Eragrostis Tef as a forage option for grazing beef cattle on the southern high plains*. (Ph.D), Texas Tech University, Graduate Faculty, Texas, USA.

- Tanık, Y., & Kökten, K. (2021). Bingöl ekolojik koşullarında Tef (*Eragrostis Tef* [Zucc.] Trotter) bitkisinde farklı sıra arası mesafelerinin ot verimi ve kalitesi üzerine etkisi. *Isparta Uygulamalı Bilimler Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 16(1), 74-78
- Üke, Ö. (2016). *Kinoa ve Teff bitkilerinde hasat zamanının ot verim ve kalitesi üzerine etkisi*. (Yüksek lisans tezi), Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tarla Bitkileri Anabilim Dalı, Kayseri.
- Vinyard, J. R., Hall, J. B., Sprinkle, J. E. & Chibisa, G. E. (2018). Effects of maturity at harvest on the nutritive value and ruminal digestion of Eragrostis Tef (*cv. Moxie*) when fed to beef cattle. *Journal of Animal Science*, 96(8), 3420-3432. [doi:10.1093/jas/sky202](https://doi.org/10.1093/jas/sky202)
- Young, A., Creech, E., ZoBell, D., Israelsen, C., & Eun, J. (2014). *Integrating Teff into Livestock Operations*. Utah State University, Agriculture Extension Reports, AG/Forages/2014-01pr.

