

# FBED / JIST

**IĞDIR ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ**  
**ENSTİTÜSÜ DERGİSİ**

***Journal of the Institute***  
***of Science and Technology***

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



**Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi**

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

**Journal of the Institute of Science and Technology**

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

**Uluslararası Hakemli Dergi / International Peer Reviewed Journal**

**Basılı ISSN: 2146-0574**

**Elektronik ISSN: 2536-4618**

**Veri Tabanı / Indexed by**

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

**Sahibi / Owner**

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

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü / Graduate Education Institute Director

**Baş Editör / Editor in Chief**

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

**Yardımcı Editörler / Associate Editors**

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

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

Doç. Dr. Mehmet Harbi ÇALIMLI / Assoc. Prof. Dr. Mehmet Harbi ÇALIMLI

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

**Danışma Kurulu/ Advisory Board**

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

Prof. Dr. Kağan KÖKTEN / *Field Crop*, Bingöl Üniversitesi, Agricultural, Bingöl, Türkiye

Prof. Dr. Abdulmecit TÜRÜT/ *Physics*, İstanbul Medeniyet Üniversitesi, İstanbul, Türkiye

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

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

Prof. Dr. Şükrü BEYDEMİR, *Biochemistry*, Anadolu Üniversitesi, Eskisehir, Türkiye

Prof. Dr. Özkan AKSAKAL, *Botanical*, Atatürk Üniversitesi, Erzurum, Türkiye

Prof. Dr. Salih DOĞAN, *Zoology*, Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi, Erzincan, Türkiye

Doç. Dr. Üyesi Mehmet POLAT, *Horticulture*, Isparta Üniversitesi, Isparta, Türkiye

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

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

**Yayın ve Mizanpaj Editörleri / Editorial Reviews and Layouts**

Dr. Öğr. Üyesi Ayşe KARACALI TUNÇ

Öğr. Gör. Dr. Adem AKDAĞ

Öğr. Gör. Rabia ACEMİOĞLU

Öğr. Gör. Evin BAYAR

Öğr. Gör. Binnaz BOZKURT

**Tasarım / Design**

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

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

**Mail address:** fbed@igdir.edu.tr

ULUSAL EDITÖRLER KURULU  
NATIONAL EDITORIAL BOARD

|   |   |
|---|---|
| Prof. Dr. Ferhad MURADOĞLU, <i>Horticulture</i><br>Abant İzzet Baysal University, Bolu, Türkiye             | Doç. Dr. Sinan KUL, <i>Environmental Engineering</i><br>Bayburt University, Bayburt, Türkiye  |
| Doç. Dr. Ersin GÜLSOY, <i>Horticulture</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye                              | Dr. Öğr. Üyesi Sevtap TIRINK, <i>Environmental Engineering</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye                                  |
| Doç. Dr. Mete YAĞANOĞLU, <i>Computer Engineering</i><br>Atatürk University, Erzurum, Türkiye                | Doç. Dr. Adem KOÇYİĞİT, <i>Electrical Electronic Engineering</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye                                |
| Doç. Dr. Gültekin IŞIK, <i>Computer Engineering</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye                     | Doç. Dr. Kenan ÇİÇEK, <i>Electrical Electronic Engineering</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye                                  |
| Doç. Dr. Ferhat BOZKURT, <i>Computer Engineering</i><br>Atatürk University, Erzurum, Türkiye                | Dr. Öğr. Üyesi Agah Oktay ERTAY, <i>Electrical Electronic Engineering</i><br>Erzincan Binali Yıldırım University, Erzincan, Türkiye |
| Dr. Öğr. Üyesi Fatma Özge ÖZKÖK, <i>Computer Engineering</i><br>Erciyes University, Kayseri, Türkiye        | Doç. Dr. Muhammed Said BOYBAY, <i>Electrical Electronic Engineering</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye                         |
| Dr. Öğr. Üyesi İshak PACAL, <i>Computer Engineering</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye                 | Dr. Öğr. Üyesi Murat KARAKILIÇ, <i>Electrical Electronic Engineering</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye                        |
| Prof. Dr. Ahmet ULUDAĞ, <i>Plant Protection</i><br>Çanakkale Onsekiz Mart University, Çanakkale, Türkiye    | Doç. Dr. Seda AKTÜRK, <i>Industrial Engineering</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye   |
| Prof. Dr. Celalettin GÖZÜAÇIK, <i>Plant Protection</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye                  | Doç. Dr. Hamid YILMAZ, <i>Industrial Engineering</i><br>Bursa Technical University, Bayburt, Türkiye                                |
| Prof. Dr. Fatih DADAŞOĞLU, <i>Plant Protection</i><br>Atatürk University, Erzurum, Türkiye                  | Doç. Dr. İkram ORAK, <i>Physics</i><br>Bingöl University, Bingöl, Türkiye   |
| Doç. Dr. Alime BAYINDIR EROL, <i>Plant Protection</i><br>Pamukkale University, Denizli, Türkiye             | Dr. Öğr. Üyesi Osman AĞAR, <i>Physics</i><br>Karamanoğlu Mehmetbey University, Karaman, Türkiye                                     |
| Dr. Öğr. Üyesi Tuba GENÇ KESİMCİ, <i>Plant Protection</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye               | Doç. Dr. Abdulkemal KARABULUT, <i>Physics</i><br>Erzurum Technical University, Erzurum, Türkiye                                     |
| Doç. Dr. Ramazan GÜRBÜZ, <i>Plant Protection</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye                        | Doç. Dr. Harun GÜNEY, <i>Physics</i><br>Atatürk University, Erzurum, Türkiye  |
| Prof. Dr. Ümit İNCEKARA, <i>Biology</i><br>Atatürk University, Erzurum, Türkiye                             | Prof. Dr. İhsan Güngör ŞAT, <i>Food Engineering</i><br>Atatürk University, Erzurum, Türkiye   |
| Prof. Dr. Hasan AKAN, <i>Biology</i><br>Harran University, Şanlıurfa, Türkiye                               | Prof. Dr. Ahmet ERDOĞAN, <i>Food Engineering</i><br>Atatürk University, Erzurum, Türkiye  |
| Doç. Dr. Tülin GÜVEN GÖKMEN, <i>Biology</i><br>Çukurova University, Adana, Türkiye                          | Dr. Öğr. Üyesi Yasemin ÇELEBİ, <i>Food Engineering</i><br>Uşak University, Uşak, Türkiye  |
| Prof. Dr. Medeni AYKUT, <i>Biology</i><br>Dicle University, Diyarbakır, Türkiye                             | Doç. Dr. Mubin KOYUNCU, <i>Food Engineering</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye   |
| Prof. Dr. Erhan ZEYTUN, <i>Biology</i><br>Erzincan Binali Yıldırım University, Erzincan, Türkiye            | Dr. Öğr. Üyesi Melek ZOR, <i>Food Engineering</i><br>Ağrı İbrahim Çeçen University, Ağrı, Türkiye                                   |
| Doç. Dr. Arzu ÜNAL, <i>Biology</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye                                      | Dr. Öğr. Üyesi Hacer AKPOLAT, <i>Food Engineering</i><br>Bayburt University, Bayburt, Türkiye                                       |
| Doç. Dr. Emel DIRAZ YILDIRIM, <i>Biology</i><br>Kahramanmaraş Sütçü İmam University, Kahramanmaraş, Türkiye | Doç. Dr. Menekşe BULUT, <i>Food Engineering</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye   |
| Dr. Öğr. Üyesi Ahmet POLAT, <i>Biology</i><br>Atatürk University, Erzurum, Türkiye                          | Doç. Dr. Muhammed Yasin ÇODUR, <i>Civil Engineering</i><br>Erzurum Technical University, Erzurum, Türkiye                           |
| Prof. Dr. Hakan KİBAR, <i>Biosystem Engineering</i><br>Bolu Abant İzzet Baysal University, Bolu, Türkiye    | Prof. Dr. Rıza POLAT, <i>Civil Engineering</i><br>Atatürk University, Erzurum, Türkiye  |
| Prof. Dr. Sefa ALTİKAT, <i>Biosystem Engineering</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye                    | Dr. Öğr. Üyesi Muhammed Alperen ÖZDEMİR, <i>Civil Engineering</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye                               |
| Prof. Dr. Bahtiyar ÖZTÜRK, <i>Environmental Engineering</i><br>Ondokuz Mayıs University, Samsun, Türkiye    | Prof. Dr. Mehmet GÜLCAN, <i>Chemistry</i><br>Van Yüzüncü Yıl University, Van, Türkiye   |
| Prof. Dr. Alper NUHOĞLU, <i>Environmental Engineering</i><br>Atatürk University, Erzurum, Türkiye           | Prof. Dr. İlhami GÜLÇİN, <i>Chemistry</i><br>Atatürk University, Erzurum, Türkiye   |
| Prof. Dr. Hülya ÖZKOÇ, <i>Environmental Engineering</i><br>Ondokuz Mayıs University, Samsun, Türkiye        | Prof. Dr. Fatma Zerrin SALTAN, <i>Chemistry</i><br>Anadolu University, Eskişehir, Türkiye   |
| Doç. Dr. Züleyha REÇBER, <i>Environmental Engineering</i><br>Iğdır University, Iğdır, Türkiye               | Prof. Dr. Ercan BURSAL, <i>Chemistry</i><br>Muş Alparslan University, Muş, Türkiye  |

|   |   |
|---|---|
| Prof. Dr. Mehmet Salih AĞIRTAŞ, <i>Chemistry</i><br>Van Yüzüncü Yıl University, Van, Türkiye                            | Prof. Dr. Hasan KOTAN, <i>Materials and Metallurgical Engineering</i><br>Bursa Technical University, Bursa, Türkiye |
| Doç. Dr. Fikret TÜRKAN, <i>Chemistry</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye  | Prof. Dr. Mehmet Hakkı ALMA, <i>Forestry Engineering</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                        |
| Doç. Dr. Mesut IŞIK, <i>Chemistry</i><br>Bilecik Şeyh Edebali University, Bilecik, Türkiye                              | Prof. Dr. Ahmet ADIGÜZEL, <i>Molecular Biology and Genetic</i><br>Atatürk University, Erzurum, Türkiye              |
| Doç. Dr. Haydar KILIÇ, <i>Chemistry</i><br>Atatürk University, Erzurum, Türkiye   | Doç. Dr. Can Ali AĞCA, <i>Molecular Biology and Genetic</i><br>Bingöl University, Bingöl, Türkiye                   |
| Doç. Dr. Adnan ÇETİN, <i>Chemistry</i><br>Van Yüzüncü Yıl University, Van, Türkiye                                      | Dr. Öğr. Üyesi Kaan HÜRKAN, <i>Molecular Biology and Genetic</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                |
| Doç. Dr. Hasan SAYGILI, <i>Chemistry</i><br>Mus Alparslan University, Mus, Türkiye                                      | Dr. Öğr. Üyesi Barış EREN, <i>Molecular Biology and Genetic</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                 |
| Doç. Dr. Cüneyt ÇAĞLAYAN, <i>Chemistry</i><br>Bingöl University, Bingöl, Türkiye  | Dr. Öğr. Üyesi Ahmet TÜLEK, <i>Molecular Biology and Genetic</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                |
| Doç. Dr. Velid UNSAL, <i>Chemistry</i><br>Mardin Artuklu University, Mardin, Türkiye                                    | Prof. Dr. Mehmet Akif IRMAK, <i>Landscape Architecture</i><br>Atatürk University, Erzurum, Türkiye                  |
| Dr. Öğr. Üyesi Neslihan BALCI, <i>Chemistry</i><br>Gümüşhane University, Gümüşhane, Türkiye                             | Dr. Öğr. Üyesi Meryem Bihter BİNGÜL BULUT, <i>Landscape Architecture</i><br>Kırkkale University, Kırkkale, Türkiye  |
| Dr. Öğr. Üyesi Servet AŞKIN, <i>Chemistry</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                                       | Doç. Dr. İlknur MERİÇ TURGUT, <i>Fisheries</i><br>Ankara University, Ankara, Türkiye                                |
| Doç. Dr. Uğur GÜLLER, <i>Chemistry</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye  | Doç. Dr. Alihsan ŞEKERTEKİN, <i>Map Engineering</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                             |
| Doç. Dr. Zeynep Şilan TURHAN, <i>Chemistry</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                                      | Doç. Dr. Yakup Erdal ERTÜRK, <i>Agricultural Economy</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                        |
| Doç. Dr. Mustafa Zahrıtın KAZANCIOĞLU, <i>Chemistry</i><br>Kilis 7 Aralık University, Kilis, Türkiye                    | Doç. Dr. Bengü EVEREST, <i>Agricultural Economy</i><br>Çanakkale Onsekiz Mart University, Çanakkale, Türkiye        |
| Dr. Öğr. Üyesi Adem RÜZGAR, <i>Chemistry</i><br>Van Yüzüncü Yıl University, Van, Türkiye                                | Dr. Öğr. Üyesi Tuba ALBAYRAK, <i>Agricultural Economy</i><br>Bozok University, Yozgat, Türkiye                      |
| Doç. Dr. Gülşah SAYDAN KANBEROĞLU, <i>Chemistry</i><br>Van Yüzüncü Yıl University, Van, Türkiye                         | Dr. Öğr. Üyesi Selime CANAN, <i>Agricultural Economy</i><br>Ondokuz Mayıs University, Samsun, Türkiye               |
| Doç. Dr. Mehmet Harbi ÇALIMLI, <i>Chemistry</i><br>İstanbul University, İstanbul, Türkiye                               | Dr. Öğr. Üyesi Kasım ŞAHİN, <i>Farming Economy</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                              |
| Doç. Dr. Selcan KARAKUŞ, <i>Chemistry</i><br>İstanbul University, İstanbul, Türkiye                                     | Prof. Dr. Bilal KESKİN, <i>Field Crops</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                                      |
| Prof. Dr. Alime ÇITAK, <i>Chemistry Engineering</i><br>Eskişehir Osmangazi University, Eskişehir, Türkiye               | Prof. Dr. Süleyman TEMEL, <i>Field Crops</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                                    |
| Doç. Dr. Selçuk EKİCİ, <i>Mechanical Engineering</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                                | Prof. Dr. Tamer ERYİĞİT, <i>Field Crops</i><br>Van Yüzüncü Yıl University, Van, Türkiye                             |
| Prof. Dr. Mahir UZUN, <i>Mechanical Engineering</i><br>İnönü University, Malatya, Türkiye                               | Dr. Öğr. Üyesi Esin DADAŞOĞLU, <i>Field Crops</i><br>Atatürk University, Erzurum, Türkiye                           |
| Dr. Öğr. Üyesi Mustafa HAMAMCI, <i>Mechanical Engineering</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                       | Prof. Dr. Ali Rıza DEMİRKIRAN, <i>Soil Science and Plant Nutrition</i><br>Bingöl University, Bingöl, Türkiye        |
| Dr. Öğr. Üyesi Muhammet Raci AYDIN, <i>Mechanical Engineering</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                   | Prof. Dr. Adem GÜNEŞ, <i>Soil Science and Plant Nutrition</i><br>Erciyes University, Kayseri, Türkiye               |
| Prof. Dr. Serpil HALICI, <i>Mathematics</i><br>Sakarya University, Sakarya, Türkiye                                     | Doç. Dr. Serdar SARI, <i>Soil Science and Plant Nutrition</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                   |
| Prof. Dr. Engin ÖZKAN, <i>Mathematics</i><br>Marmara University, İstanbul, Türkiye                                      | Doç. Dr. Mücahit KARAOĞLU, <i>Soil Science and Plant Nutrition</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye              |
| Doç. Dr. Aynur ŞAHİN, <i>Mathematics</i><br>Sakarya University, Sakarya, Türkiye  | Doç. Dr. Ali İhsan ATALAY, <i>Animal Science</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                                |
| Doç. Dr. Alkan ÖZKAN, <i>Mathematics</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye  | Doç. Dr. İsa YILMAZ, <i>Animal Science</i><br>Muş Alparslan University, Muş, Türkiye                                |
| Doç. Dr. Lokman BİLEN, <i>Mathematics</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye   | Doç. Dr. Ali Vaiz GARİPOĞLU, <i>Animal Science</i><br>Ondokuz Mayıs University, Samsun, Türkiye                     |
| Dr. Öğr. Üyesi Mehmet KURU, <i>Materials and Metallurgical Engineering</i><br>Ondokuz Mayıs University, Samsun, Türkiye | Doç. Dr. Cem TIRINK, <i>Animal Science</i><br>İğdır University, İğdır, Türkiye                                      |

Dr. Ahmet Burçin BATIBAY, *Materials and Metallurgical Engineering*  
Necmettin Erbakan University, Konya, Türkiye

**ULUSLARARASI EDİTÖRLER KURULU**  
**INTERNATIONAL EDITORIAL BOARD**

|  |   |
|--|---|
| Prof. Dr. Muhammad HANIF, <i>Mathematic</i><br>Lahore University, Lahore, Pakistan                               | Prof. Dr. Lenka KOURIMSKA, <i>Food and Nutrition</i><br>Czech Uni. of Life Sciences Prague, Suchdol, Czech Republic       |
| Prof. Dr. Çetin Kaya KOÇ, <i>Computer Engineering</i><br>University of California, Santa Barbara                 | Prof. Dr. Tan YANWEN, <i>Economics</i><br>South China Agricultural University, Guangzhou, China                           |
| Prof. Dr. Muhammad SARWAR KHAN, <i>Agri. Biotechnology</i><br>University of Agriculture, Faisalabad, Pakistan    | Prof. Dr. Zafar IQBAL, <i>Veterinary Science</i><br>University of Agriculture, Faisalabad, Pakistan                       |
| Prof. Dr. Abdul WAHID, <i>Department of Botany</i><br>University of Agriculture, Faisalabad, Pakistan            | Assist. Prof. Dr. Christina BENEKI, <i>Dep. of Bus. Admin.</i><br>Tech. Educ. Inst. of Ionian Islands, Cephalonia, Greece |
| Prof. Dr. Khalid JAVED, <i>Dep. of Livestock Prod.</i><br>University of Vet. & Animal Sciences, Lahore, Pakistan | Dr. Reza ABDİ, <i>Physics</i><br>University of Bonab, İran  |
| Prof. Dr. Guang Jie ZHAO, <i>Forestry</i><br>Beijing Forestry University, China                                  | Dr. Mahdi HOSSEINI, <i>Civil Engineering</i><br>Nanjing Forestry University, China  |
| Prof. Dr. Vaqif ABBASOV, <i>Chemistry</i><br>Neft Kimya Prosesleri Institutu, Azerbaijan                         | Dr. Snezana ANDJELKOVIC, <i>Forage Crops</i><br>Institute for Forage Crops (IFC), Krusevac, Republic of Serbia            |
| Prof. Dr. Afsun SUJAYEV, <i>Chemistry</i><br>Institute of Additive Chemistry of the ANAS, Azerbaijan             | Dr. Abdul WAHEED, <i>Animal Science</i><br>Bahauddin Zakariya University, Multan, Pakistan                                |
| Prof. Dr. Emanuele BOSELLI, <i>Food Science and Technology</i><br>Free University of Bozen, Bolzano, Italy       | Dr. Ferhat ABBAS, <i>Vet- Animal Science, CASVAB</i><br>University of Balochistan, Balochistan, Pakistan                  |
| Dr. Naveen KUMAR, <i>Horticulture</i><br>University of Florida, Florida, USA                                     | Dr. Öğr. Üyesi Asim FARAZ, <i>Zootekni</i><br>Bahauddin Zakariya University Multan, Pakistan                              |
| Dr. Mohamad Mazen HAMOUD-AGHA, <i>Microbiology</i><br>Institut Polytechnique UniLaSalle, Beauvais, France        | Assoc. Prof. Dr. Lilong XIONG, <i>Chemistry</i><br>Xi'an Jiaotong University, Beilin, Xi'an, Shaanxi, China               |
| Dr. Neciah DORH, <i>Electrical Engineering</i><br>University of Bristol, Bristol, United Kingdom                 |   |

**DİL EDİTÖRLERİ**  
**LANGUAGE CONSULTANTS**

**İSTATİSTİK EDİTÖRLERİ**  
**STATISTICS CONSULTANTS**

|  |   |
|--|---|
| Dr. Öğr. Üyesi Didem ERDEL<br>İğdır University, İğdır, Türkiye | Doç. Dr. Cem TIRINK<br>İğdır University İğdır, Türkiye                  |
| Öğr. Gör. Barış YILDIZ<br>İğdır University, İğdır, Türkiye     | Doç. Dr. Samet Hasan ABACI<br>Ondokuz Mayıs University, Samsun, Türkiye |
| Öğr. Gör. Gökhan YIDIRIM<br>İğdır University, İğdır, Türkiye   |   |

Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi (FBED)  
YAYIN İLKELERİ

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

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

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

## İÇİNDEKİLER / CONTENTS

### Bahçe Bitkileri/ Horticulture

#### Araştırma Makalesi / Research Article

Impact of Sewage Sludge and Boron Applications on the Levels of Heavy Metals and Micro Elements in Beans (*Phaseolus vulgaris* L.)

Bor ve Aritma Çamur Uygulamalarının Fasulyenin (*Phaseolus vulgaris* L.) Ağır Metal ve Mikro Element İçeriğine Etkisi  
Berrin ATSAK, Mustafa ÇİRKA

944

### Bilgisayar Mühendisliği / Computer Engineering

#### Araştırma Makalesi / Research Article

Artificial Intelligence-Based Fertilizer and Crop Forecasting in Smart Agriculture with the Help of the Internet of Things  
Nesnelerin İnterneti Yardımıyla Akıllı Tarımda Yapay Zekâ Tabanlı Gübre ve Mahsul Tahmini

Zülküf GÜMAN, Faruk Baturalp GÜNAY

958

#### Araştırma Makalesi / Research Article

Effect of Data Augmentation on Performance in Classifying Speakers as Female, Male, and Child  
Konuşmacıları Kadın, Erkek ve Çocuk Olarak Sınıflandırmada Veri Artırmanın Performansa Etkisi

Ergün YÜCESOY

974

#### Araştırma Makalesi / Research Article

Classification of Gastrointestinal Diseases in Endoscopic Images: Comparative Analysis of Convolutional Neural Networks and Vision Transformers

Enes AYAN

988

#### Araştırma Makalesi / Research Article

Investigation of Work Accidents Occurring in the Oil Industry using Artificial Neural Network  
Yapay Sinir Ağı Kullanılarak Petrol Sektöründe Yaşanan İş Kazalarının İncelenmesi

Önder KÜNTEŞ, Özlem BEZEK GÜRE

1000

### Biyoloji / Biology

#### Araştırma Makalesi / Research Article

Isolation and In-Vitro Probiotic Characterization of Fructophilic Lactic Acid Bacteria from Different Plants and The Digestive System of Bees

Farklı Bitkilerden ve Arıların Sindirim Sisteminden Fruktofilik Laktik Asit Bakterilerinin İzolasyonu ve İn-Vitro Probiyotik Karakterizasyonu

Mehmet BAL, Harun ÖNLÜ, Özlem OSMANAĞAOĞLU

1013

### Biyosistem Mühendisliği / Biosystem Engineering

#### Araştırma Makalesi / Research Article

Comprehensive Analysis of Physico-mechanical, Color, and FT-IR Properties in Diverse Wheat Varieties  
Farklı Buğday Çeşitlerinde Fiziko-mekanik, Renk ve FT-IR Özelliklerinin Kapsamlı Analizi

Alperay ALTIKAT, Mehmet Hakkı ALMA

1031

### Çevre Mühendisliği / Environmental Engineering

#### Araştırma Makalesi / Research Article

Biometry and Phylogeny of Early - Middle Eocene *Nummulites* from Yenisolöz and Fındıcak (Gemlik, Türkiye)  
Yenisolöz ve Fındıcak (Gemlik, Türkiye) Erken – Orta Eosen Yaşlı *Nummulites*'lerin Biyometrisi ve Filojenisi

Esin ÜNAL, Sefer ÖRÇEN

1050

#### Araştırma Makalesi / Research Article

Environmental Risk Assessment of Erzurum Airport Using L-Type Matrix and Fine-Kinney Methods  
L Tipi Matris ve Fine-Kinney Metodları Kullanılarak Erzurum Havalimanı'nın Çevresel Risk Değerlendirmesi

Ferdin BEDİR, Sinan KUL, Mustafa ÖZDEMİR, Şahset İRDEMEZ

1063

#### Derleme / Review Article

A Review of Global Warming and Climate Change Problems in the Context of Energy Balance Model: Concepts of World Energy Budget and Radiative Forcing

Enerji Denge Modeli Bağlamında Küresel Isınma ve İklim Değişikliği Sorunlarının İncelenmesi: Dünya Enerji Bütçesi ve Radyatif Zorlama Kavramları

Burhan BARAN, Cemal KELEŞ, Barış Baykant ALAĞÖZ

1093

**Elektrik Elektronik Mühendisliği / Electrical Electronic Engineering**

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Ultra-thin Polarization Converter Using Single Layer Metasurface for X-, Ku-, and K-Band Applications  
Seher Şeyma ARSLAN MADAK, Ahmet TEBER, Ramazan TOPKAYA

1094

**Araştırma Makalesi / Research Article**

A Study on the Transition to Electric Vehicles in Urban Passenger Transport from Technical, Economic, and Environmental Perspectives: The Case of Diyarbakır  
Şehir İçi Yolcu Taşımacılığında Elektrikli Araçlara Geçiş Sürecinin Teknik, Ekonomik ve Çevresel Yönlerden İncelenmesi: Diyarbakır Örneği  
Ferhat AYDIN, Dursun ÖZTÜRK

1111

**Gıda Mühendisliği / Food Engineering**

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Effect of Infusion Temperature and Particle Size on Some Physical Properties and Antioxidant Activity of Infused Olive Leaf Tea  
İnfüze Zeytin Yaprığı Çayının Bazı Fiziksel Özellikleri ve Antioksidan Aktivitesi Üzerine İnfüzyon Sıcaklığı ve Partikül Büyüklüğünün Etkisi  
Memnune ŞENGÜL, Sefa AKSOY, İsa Arslan KARAKÜTÜK

1128

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Rheological and Textural Characteristics of Functional Breads Fortified with Different Eggshell Powders  
Samiye ADAL, Nazlı SAVLAK

1144

**İnşaat Mühendisliği / Civil Engineering**

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Detection of Double Parking Situation with Object Detection Algorithm YOLOv8  
Çift Sıra Parklanma Durumunun Nesne Tespit Algoritması YOLOv8 ile Tespit Edilmesi  
Kadir Diler ALEMDAR

1164

**Kimya/ Chemistry**

**Araştırma Makalesi / Research Article**

GC-MS Analysis and Determination of Antioxidant Activity *Alyssum sibiricum* Willd. Plant  
*Alyssum sibiricum* Willd. Bitkisinin GC-MS Analizi ve Antioksidan Aktivitesinin Tayini  
Merve ARGON, Hilmiçan ÇALIŞKAN, Cansel ÇAKIR, Mehmet ÖZTÜRK, Temine ŞABUDAK

1177

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Melanoma Cancer Evaluation with ADME and Molecular Docking Analysis, DFT Calculations of (E)-methyl 3-(1-(4-methoxybenzyl)-2,3-dioxindolin-5-yl)-acrylate Molecule  
Kenan GÖREN, Mehmet BAĞLAN, Ümit YILDIKO

1186

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Determination of Antioxidant Capacities of Extracts of *Sorbus subfusca* (ledeb. ex. nordm.) boiss  
Selahattin KOCABAŞ, Fevzi TOPAL

1200

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Chemical and Combustion Characteristics of Hydrochars Obtained from Various Biomasses by Hydrothermal Carbonization  
Tuğrul YUMAK, Ali SINAĞ

1209

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Effectively Removing Methyl Orange From Aqueous Solutions Using Sulphuric Acid Modified Midyat Stone  
Mutlu CANPOLAT

1218

**Makina Mühendisliği / Mechanical Engineering**

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Determination of Machinability Properties of Nimonic-60 Superalloy Under Sustainable Conditions  
Nimonic-60 Süper Alaşımının Sürdürülebilir Koşullar Altında İşlenebilirlik Özelliklerinin Belirlenmesi  
Ünal DEĞİRMENCİ

1228



**Araştırma Makalesi / Research Article**

Investigation of Wear and Friction Behavior of Carbon Nanotube Reinforced Al6061 Matrix Composites  
Karbon Nanotüp Takviyeli Al6061 Matrisli Kompozitlerin Aşınma ve Sürtünme Davranışının Araştırılması  
Mahmut Can ŞENEL, Tülin ŞENBAŞ

1240

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Experimental Investigation of the Effects of Phthalocyanine on Gasoline Engine Performance and Emissions  
Ftalosiyanın Benzinli Motor Performansı ve Emisyonlar Üzerine Etkilerinin Deneysel Olarak Araştırılması  
Ahmet YAKIN, İrfan UÇKAN, Beyza CABİR

1253

**Matematik / Mathematics**

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Ranking The Performance Of Real Estate Companies Listed On Borsa Istanbul Using Neutrosophic AHP And TOPSIS Methods  
Borsa İstanbul'da İşlem Gören Gayrimenkul Şirketlerinin Nötrosifik AHP ve TOPSIS Yöntemiyle Performanslarının Sıralanması  
Alkan ÖZKAN, Nurettin OCAK

1265

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Estimation in  $\alpha$ -Series Processes with Exponential Inter-Arrival Times under Censored Data  
Ömer ALTINDAĞ, Mahmut KARA, Halil AYDOĞDU

1280

**Araştırma Makalesi / Research Article**

On Oresme Numbers and Their Geometric Interpretations  
Serpil HALICI, Elifcan SAYIN

1291

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Singüler Pertürbe Özellikli Fredholm İntegro Diferansiyel Denkleminin Katman Davranışının İncelenmesi  
Survey of the Layer Behaviour of the Singularly Perturbed Fredholm Integro-Differential Equation  
Muhammet Enes DURMAZ

1301

**Moleküler Biyoloji ve Genetik/Moleculer Biology and Genetic**

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Investigation of the Effects of Banana and Rice Husk Powders on the Mechanical Properties of Polypropylene  
Polipropilenin Mekanik Özelliklerine Muz ve Pirinç Kabuğu Tozlarının Etkilerinin İncelenmesi  
Elif ULUTAŞ, Münir TAŞDEMİR

1310

**Su Ürünleri / Fisheries**

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Some Population Parameters of Stargazer (*Uranoscopus scaber*) Caught from the Central Black Sea  
Orta Karadeniz'den Yakalanan Kurbağa Balığının (*Uranoscopus scaber*) Bazı Popülasyon Parametreleri  
Serdar YEDİER, Seda KONTAŞ YALÇINKAYA, Derya BOSTANCI

1320

**Tarla Bitkileri / Field Crops**

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Determination of the Polyphenolic Contents in Some Cereals and Legume Microgreens by Dualex Measurements  
Fevzi ALTUNER, Ruveyde TUNCTURK, Erol ORAL, Murat TUNCTURK

1331

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Effect of Phosphorus and Molybdenum Applications on Macro and Micro Nutrient Content of Bean (*Phaseolus vulgaris*) Straw and Grain  
Fosfor ve Molibden Uygulamalarının Fasulye (*Phaseolus vulgaris*) Saman ve Tanesinin Makro ve Mikro Besin Element İçeriklerine Etkisi  
Murat ERMAN, Fatih ÇİĞ, Ferit SÖNMEZ, Mustafa CERİTOĞLU

1342

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Effects of Crushed Corn and Wheat Bran Added in Different Rates on Silage Quality of Quinoa  
Farklı Oranlarda Mısır kırması ve Buğday Kepeği İlavesinin Kinoanın Silaj Kalitesine Etkileri  
Bilal KESKİN, Kemal AKSOY

1353

**Araştırma Makalesi / Research Article**

Effect of Gibberellic Acid Doses on Yield and Quality in Bread Wheat (*Triticum aestivum* L.)  
Giberellik Asit Dozlarının Ekmeklik Buğdayda (*Triticum aestivum* L.) Verim ve Kalite Üzerine Etkisi  
Mehmet Zahit YEKEN

1366

Zootekni / Animal Science

Araştırma Makalesi / Research Article

Determination of Gossypol Levels of Cottonseed Meal Produced in the Southeastern Anatolia Region  
Mehmet Reşit KARAGEÇİLİ, Filiz KARADAŞ

1375

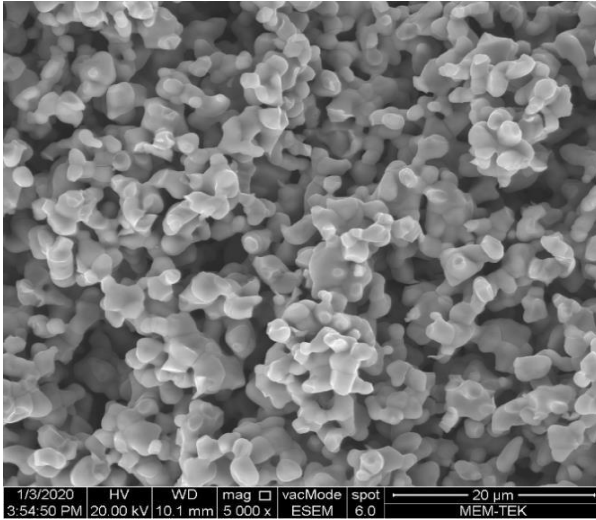
Araştırma Makalesi / Research Article

A Comparison of Parameter Estimation Methods for the Inverted Modified Lindley Distribution  
Inverted Modified Lindley Dağılımı için Parametre Tahmin Yöntemlerinin Karşılaştırılması  
Kübra BAĞCI GENEL

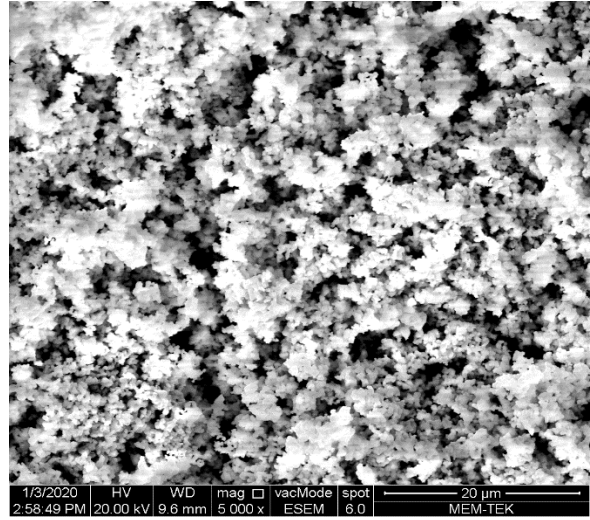
1388

Düzeltilme Notu

Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi'nin 2023 yılı 13. Cilt 3. sayısında yer alan "Şahin, E. İ. ve Emek, M. (2023). Elektromanyetik Ekranlama Uygulamaları İçin  $GdMnO_3/PANI/Ba(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$  Kompozitlerin Özellikleri. Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 13(3), 2143-2154. DOI:10.21597/jist.1268835" referanslı makalede Şekil 2 (b) sehven yüklenmiştir, söz konusu şeklin doğrusu aşağıda verilmiş olup bu durum makalenin içeriğini ve sonucunu herhangi bir şekilde etkilememektedir. Yapılan bu hatadan dolayı yazarlar okuyuculardan özür dilemektedir. Makalede yer alan hataların giderilmesi amacı ile şekil 2 başlığı ve şekil 2 (b) aşağıdaki gibi düzeltilmiştir.



(a)



(b)

Şekil 2. Tek fazlı  $GdMnO_3$  ve BZN'nin SEM resimleri a) x 5000 büyütmede  $GdMnO_3$  b) x 5000 büyütmede BZN (Şahin, 2023)

**Atf İçin:** Atsak, B. ve Çirka, M., (2024). Bor ve Arıtma Çamur Uygulamalarının Fasulyenin (*Phaseolus vulgaris* L.) Ağır Metal ve Mikro Element İçeriğine Etkisi. İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 14(3), 944-957.

**To Cite:** Atsak, B. & Çirka, M., (2024). Effect of Boron and Sewage Sludge Applications on Heavy Metal and Micro Element Content of Beans (*Phaseolus vulgaris* L.). Journal of the Institute of Science and Technology, 14(3), 944-957.

## Aritma Çamuru ve Bor Uygulamalarının Fasulyedeki (*Phaseolus vulgaris* L.) Ağır Metal ve Mikro Element Düzeyleri Üzerine Etkisi

Berrin ATSAK<sup>2</sup>, Mustafa ÇİRKA<sup>1\*</sup>

### Öne Çıkanlar:

- Stres
- Toksik etki

### Anahtar Kelimeler:

- Bor
- Ağır metaller
- Fasulye
- Arıtma çamuru
- Mikro element

### ÖZET:

Bu çalışma, artan dozlarda bor ve arıtma çamuru uygulamalarının fasulye (*Phaseolus vulgaris* L.) bitkisinde ağır metal ve mikro element içeriğindeki değişimlerinin belirlenmesi amacıyla yapılmıştır. İklim odasında tam şansa bağlı tesadüf parselleri deneme desenine göre hazırlanan araştırma, 3 tekerrürlü olacak şekilde yürütülmüştür. Standart bodur fasulye çeşidi olan Mina'nın kullanıldığı araştırmada, dört farklı bor dozu (B<sub>0</sub>:0 mg/kg, B<sub>10</sub>:10 mg/kg, B<sub>20</sub>:20 mg/kg, B<sub>40</sub>:40 mg/kg) ve dört farklı arıtma çamuru dozu (AÇ<sub>0</sub>:%0, AÇ<sub>5</sub>:%5, AÇ<sub>10</sub>:%10, AÇ<sub>20</sub>:%20) deneme faktörleri olarak kullanılmıştır.

Araştırmada atık çamuru uygulamalarının kontrole kıyasla fasulyedeki mikro elementlerden alüminyum (Al), bakır (Cu), mangan (Mn) ve çinko (Zn), demir (Fe), krom (Cr), kurşun (Pb), nikel (Ni), arsenik (As), kadmiyum (Cd) ve kobalt (Co) gibi elementlerin içeriğini arttırmada etkili olduğu bulunmuştur. Aynı zamanda bor içeriğinde de azalmaya neden olduğu gözlemlenmiştir. En yüksek mikro element ve ağır metal içerikleri %5 ve %10 arıtma çamuru uygulamalarında ölçülmüştür. Diğer taraftan bor uygulamalarının fasulye bitkisindeki alüminyum, bakır, bor, çinko, kobalt, mangan ve nikel içeriğini kontrol bitkilerine kıyasla yükselttiği, demir, arsenik, kadmiyum ve kurşun içeriklerini ise düşürdüğü tespit edilmiştir.

Çalışma, arıtma çamuru uygulamaları sonucu artan metal içeriklerinin olumsuz etkilerinin bor uygulamalarıyla tolere edebileceğini göstermiştir. Bu tür bor uygulamalarıyla bitkilerde ağır metal kirliliğinin azaltılmasının mümkün olabileceği görülmektedir.

## Impact of Sewage Sludge and Boron Applications on the Levels of Heavy Metals and Micro Elements in Beans (*Phaseolus vulgaris* L.)

### Highlights:

- Stress
- Toxic effect

### Keywords:

- Boron
- Heavy metals
- *Phaseolus vulgaris* L.
- Sewage Sludge
- Micro Element

### ABSTRACT:

This study was conducted to determine the changes in the heavy metal and microelement contents of bean (*Phaseolus vulgaris* L.) plants with increasing doses of boron and sewage sludge applications. The experiment, which was set up according to the completely randomized design (CRD) in the climate chamber, was carried out with three replications. In the study where Mina, a standard dwarf bean variety, was used, four different boron doses (B<sub>0</sub>:0 mg/kg, B<sub>10</sub>:10 mg/kg, B<sub>20</sub>:20 mg/kg, B<sub>40</sub>: 40 mg/kg) and four doses of sewage sludge (SS<sub>0</sub>: %0, SS<sub>5</sub>: %5, SS<sub>10</sub>: %10, SS<sub>20</sub>: %20) were used as trial factors.

In the study, sewage sludge treatments were found to be more effective in increasing the content of microelements in beans compared to control, such as aluminum, copper, manganese, zinc, iron, chromium, lead, nickel, arsenic, cadmium, and cobalt. At the same time, it was observed to cause a decrease in the content of boron. The highest microelement and heavy metal contents were measured at 5% and 10% sewage sludge doses. On the other hand, it was determined that boron applications increased the aluminum, copper, boron, zinc, cobalt, manganese, and nickel contents of bean plants compared to control plants, and decreased the iron, arsenic, cadmium, and lead contents.

The study showed that the negative effects of increased metal contents as a result of sewage sludge applications can be tolerated with boron applications. It seems that it may be possible to reduce heavy metal pollution in plants with such boron treatments.

<sup>1</sup>Mustafa ÇİRKA ([Orcid ID: 0000-0001-6506-7407](https://orcid.org/0000-0001-6506-7407)), İğdır Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Bahçe Bitkileri Bölümü, İğdır, Türkiye

<sup>2</sup>Berrin ATSAK ([Orcid ID: 0000-0003-3405-1941](https://orcid.org/0000-0003-3405-1941)), Türkiye, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarla Bitkileri Bölümü, Van, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Mustafa ÇİRKA, e-mail: m\_cirka@hotmail.com

## GİRİŞ

Orta ve Güney Amerika'nın gen merkezi olduğu (Bitocchi ve Bellucci, 2013) fasulye (*Phaseolus vulgaris* L.) bitkisi, ılıman sıcak ekolojilere iyi bir adaptasyon sağlamıştır. Çiçeklenme döneminde iklim istekleri açısından nispi neme, kuraklığa ve bilhassa çiçeklenme döneminde yüksek sıcaklığa karşı hassastır (Şehirli, 1988). Gerek taze ve gerekse kuru olarak tüketilebilen fasulye, aynı zamanda konservelik ürün olarak endüstriyel alanlarda işlenebilmektedir (Çelmeli, 2018). Dünya genelinde ekim alanı ve üretim miktarı bakımından yemeklik tane baklagiller içerisinde ilk sırada yerini muhafaza edebilmektedir. Bu bakımdan dünyada 1.594.034 ha alanda taze fasulye ekimi yapılarak 23.340.915 ton taze ürün elde edilmiştir. Benzer şekilde 36.792.490 ha'lık alanda kuru fasulye ekimi yapılarak ve bu alanda 28.346.198 ton ürün toplanmıştır (FAO, 2022). Mineral madde, vitamin ve protein açısından zengin bir içeriğe sahip olan fasulye (Reyes-Moreno ve Parades-Lopez 1993), gerek az gelişmiş ve gerekse gelişmekte olan ülkelerde fasulyenin ete göre uygun fiyata satılıyor olması, bu ürünün etin yerine kullanılmasını sağlamıştır (Broughton ve ark., 2003). Buna ilave olarak, fasulyenin yüksek protein içeriğinin yanı sıra diyetel lif kapsamı, mineraller (magnezyum, fosfor, potasyum ve kalsiyum) (Akçin, 1988) ve ayrıca zengin vitamin içeriğinin daha iyi anlaşılmasından dolayı, gelişmekte olan ülkelerde bu bitkinin kullanımını artırmıştır (Lucier ve ark., 2000; Maredia 2012; Laroche ve ark., 2016).

Arıtma çamuru, süs bitkisi yetiştiriciliğinde ve düşük verimli topraklarda gerek toprak düzenleyici olarak ve gerekse organik gübre bakımından legal sınırlar içerisinde kullanılmaktadır (Demirkan ve ark., 2014). Kentsel atıkların arıtılmaları neticesinde katı ve sıvı olarak ortaya çıkan kokulu bir atık olan arıtma çamurları, arıtma yöntemine bağlı olarak %0.25-%12 arasında katı madde içermektedirler (Durak, 2005). Bünyesindeki mikro ve makro besin elementleri bakımından arıtma çamurları, alternatif gübre kaynağı konumundadır. Bu ve buna benzer fikirler çamurun birçok ülkede kullanımını artırmıştır (Düring ve Gäth, 2002). Bünyesinde toprak için yararlı olabilen bakteriler barındıran arıtma çamuru ve suyu alternatif bir kaynak konumundadır. Başka bir deyişle, topraktan pestisitlerin ve ağır metallerin uzaklaştırılması ve azot bakterileri gibi yararlı bakterilerin toprağa kazandırılması açısından yararlı olabilir (Oved ve ark., 2001). Artan dozlardaki bu çamurun uygulamaları neticesinde, kontrol bitkilerinde göre toprağın yarayışlı Cu, Mn, Fe, B ve Zn içeriğinde artışların olduğu bilinmektedir. Ayrıca arıtma çamuru uygulamalarına bağlı olarak ortaya çıkabilen bu artışların, bitki besin elementleri ile arıtma çamuru arasındaki mineralizasyon ve topraktaki pH değişiminden kaynaklanabilir (Küçükhemek ve ark., 2006).

Mikro elementler arasında yer alan ve tek ametal olan bor elementinin turmanil, kompleks borosilikat mineralleri mevcuttur. Diğer bir ifadeyle, diğer elementlerle bileşik oluşturduğundan dolayı bor elementi doğada saf olarak bulunmaz (Sür ve ark., 2001). Bitki hücre duvarının yapısal işlevinde rol alan bor elementi, arıtma çamuru içerisindeki ağır metallerin bitki hücrelerine girmesine engel olmaktadır (Wu ve ark., 2017). Toksik elementlerin bitkideki olumsuz etkilerini azaltan bor, aynı zamanda bitki hücre duvarının oluşmasında birinci derecede (Riaz ve ark., 2021) ve ayrıca hücre membranlarının yapısal bütünlüğünü koruma hususunda önemli rollere sahiptir. Bor noksanlığına bağlı olarak hücre membranlarının stabilitesi bozulmakta ve buna bağlı olarak membran oldukça geçirgen/sızdıran bir yapıya dönüşmektedir (Dordas ve Brown 2005). Bitki hücre duvarının oluşmasında rol alan ve bitki dokularının çoğalmasını sağlayan bor, karbonhidrat sentezlenmesini ve bitkideki şekerin yer değiştirmesini sağlamaktadır (Plaster, 1992; McCauley ve ark., 2009).

Yapılan kaynak taramalarında bitkilerde arıtma çamuru ve borun etkinliğine dair yeteri düzeyde çalışmalar tespit edilemediğinden bu çalışmada fasulye bitkisinde arıtma çamurunun ağır metal ve mikro

element içeriği üzerine bor dozlarının etkilerinin incelenmesi ve literatüre katkı sağlanması amaçlanmaktadır.

## MATERYAL VE METOT

### Materyal

Denemede kullanılan Mina fasulyesi çeşidi Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Ziraat Fakültesi'nin Tarla Bitkileri Bölümü'nden tedarik edilmiştir. Tohum ekim işlemlerine başlamadan önce, ekimi yapılacak tohumların çimlenme yüzdeleri değerlendirilmiştir. Araştırma boyunca bitkilerden yaprak örnekleri elde etmek amacıyla bitkinin morfolojik özelliklerinin gelişimi izlenmiştir.

Çalışmada katı ortam materyalleri olarak arıtma çamuru Van Edremit Biyolojik Kanalizasyon Müdürlüğü'nden ve diğer katı materyal olan toprak ise Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Ziraat Fakültesi'nin Tarla Bitkileri Bölümüne ait deneme alanından tedarik edilmiştir. Çamur olarak getirilip havadar bir ortamda kurutulan arıtma çamuru, kurutulduktan sonra 2 mm'lik elekten geçirilerek öğütme işlemi tamamlanmıştır. Aynı şekilde toprak örnekleri de 2 mm'lik elekten geçirilmiş ve hazırlanan arıtma çamuruyla karıştırılarak aşağıda belirtilen şekilde 1.5 litrelik saksılara doldurulmuşlardır (Çizelge 1).

**Çizelge 1.** Denemede kullanılan arıtma çamuru ve toprak oranları

| Katı Ortam (1500 g)     | Toprak (g) | Arıtma Çamuru (g) |
|-------------------------|------------|-------------------|
| Toprak+AÇ <sub>5</sub>  | 1425       | 75                |
| Toprak+AÇ <sub>10</sub> | 1350       | 150               |
| Toprak+AÇ <sub>20</sub> | 1200       | 300               |

### Metot

Araştırma, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Tarla Bitkileri Bölümü'nün iklimlendirme odasında tam şansa bağlı tesadüf parselleri deneme deseninde 3 tekerrürlü olarak yürütülmüştür. Arıtma çamuru (AÇ<sub>0</sub>:%0, AÇ<sub>5</sub>:%5, AÇ<sub>10</sub>:%10 ve AÇ<sub>20</sub>:%20) 4 doz olarak katı şekilde uygulanırken, bor elementi ise (B<sub>0</sub>:0 mg/kg, B<sub>10</sub>: 10 mg/kg, B<sub>20</sub>: 20 mg/kg, B<sub>40</sub>: 40 mg/kg) şeklinde 4 doz sıvı olarak uygulamalar için hazırlanmıştır. Bor kaynağı olarak kullanılan borik asit (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>), saf suda çözdürüldükten sonra hazırlanan solüsyonun yarısı tohum ekimi ile birlikte kullanılırken, diğer yarısı ise fide çıkışları tamamlandıktan ve saksılarda tekleme yapıldıktan sonra uygulanmıştır. Sulama suyu gereksinimi 2 günde her bir saksıya 80cc saf su verilerek karşılanmıştır. Her saksıya 4 adet tohum ekilmiştir. Kontrol gruplarında bitki çıkışı ilk 3 gün içinde meydana gelmiş, ancak çıkış süresi arıtma çamurunun dozajına bağlı olarak 4 ila 5 gün arasında değişmiş ve bitkilerde stresin bariz görüldüğü andan itibaren çalışma sonlandırılmıştır.

**Çizelge 2.** Çalışmada kullanılan deneme toprağı ve arıtma çamuruna ait analiz sonuçları

| Materyal | O.M.<br>% | pH   | Tuz<br>µS/cm | Fe   | Zn   | Mn     | Cu    | Co  | Ni    | Cd   | Cr   |
|----------|-----------|------|--------------|------|------|--------|-------|-----|-------|------|------|
| AÇ       | 29.8      | 7.72 | 1582         | 5815 | 3146 | 1013.9 | 539.3 | 388 | 177.2 | 100  | 1897 |
| Toprak   | 0.53      | 8.78 | 213          | 35.1 | 11.4 | 28.6   | 12.2  | 3.6 | 4.1   | 3.54 | 1.54 |

Mikro elementler ve ağır metallerin analiz edilebilmeleri için bitkilerin toprak üstü örnek aksamaları önce musluk suyundan ve daha sonra saf sudan geçirilerek 48 saat boyunca 40 °C sıcaklıkta kurutulmaya bırakılmışlardır. Kurutulan bitki örnekleri bitki öğütme değirmeni ile öğütülerek analiz edilebilecek hale getirilmiştir ve Kacar ve İnal, (2008)'e göre hazırlanmıştır. Hazır hale getirilen bitki örneklerinde ağır metallerin ve mikro elementlerin analizleri için gerekli olan ekstraktlar yaş yakma metoduyla elde edilmiştir (Kacar ve İnal, 2008). Elementlerin okunması ise ICP-OES cihazı ile yapılmıştır.

Çalışmada katı ortam materyali olarak kullanılan arıtma çamuru ve toprak örneklerinin ağır metal ve mikro element içerikleri (Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Zn) hazırlanan örneklerin okuması ICP-OES cihazı ile gerçekleştirilmiştir (Kacar ve İnal, 2008). Toprağın ve arıtma çamurundaki pH ve tuzluluk tespiti 1:2.5 oranında hazır hale getirilen örneklerin su süspansiyonunda yapılmıştır (Grewelling ve Peech, 1960). WalkeyBlack (1947)'nin modifiye edilmiş yöntemine göre organik madde analizleri yapılmıştır.

### Verilerin İstatistiksel Analizi

Araştırma sonunda elde edilen değerlerin, Costat (6.34 v.) paket programı ile varyans analizleri yapılmıştır. Ortalamalar ise LSD (Asgari Önemli Fark) çoklu karşılaştırma testine tabi tutularak gruplandırılmıştır.

### BULGULAR VE TARTIŞMA

#### Arıtma Çamuru ve Bor Uygulamaların Fasulyede Mikro Element İçerikleri Üzerine Etkisi

Arıtma çamuru uygulamaları içerisinde yer alan AÇ<sub>20</sub> uygulamasında çıkışlar olmadığından herhangi bir ölçüm gerçekleşmemiştir. Bundan dolayı arıtma çamurunun son dozu olan AÇ<sub>20</sub> uygulaması çizelgelerde yer almamıştır.

Çalışmada artan dozlarda bor uygulamalarının fasulye bitkisindeki bor içeriğinde artışlara neden olduğu tespit edilmiştir. Kontrol grubunda (B<sub>0</sub>) 485.44 mg/kg olan bor içeriği, en yüksek doz olan B<sub>40</sub> uygulamasında 994.67 mg/kg'a kadar yükselmiştir. Ortalama arıtma çamuru uygulamalarında ise, artan dozlarda çamura bağlı olarak bor içeriklerinde azalmaların olduğu saptanmıştır. Kontrol grubunda (AÇ<sub>0</sub>) 864.25 mg/kg olan bor, AÇ<sub>10</sub> dozunda ise 429.67 mg/kg olarak ölçülmüştür (Çizelge 3).

Deneme faktörlerine ait interaksiyonun fasulyenin bor miktarına olan etkilerine bakıldığında en düşük değer 306.67 mg/kg ile AÇ<sub>10</sub>x B<sub>20</sub> uygulamasından, en yüksek değer ise 1.418,67 mg/kg ile AÇ<sub>0</sub>x B<sub>40</sub> dozundan alındığı saptanmıştır. Genel itibariyle artan arıtma çamuru dozlarıyla birlikte bitkide bor içeriklerinde azalmaların olduğu görülmektedir (Şekil 1A). Artan arıtma çamuru dozlarında bor miktarında görülen bu düşüşün muhtemelen arıtma çamurunun ayrışmasıyla birlikte toprakta demir ve alüminyum oksit oranlarında meydana gelen artışın borun toprak tarafından oldukça fazla tutunmasına neden olduğu düşünülmektedir. Elrashidi ve O'Connor (1982), kalsiyum karbonatların yanı sıra pH değerlerine bağlı olarak demir ve alüminyum oksit içeriklerinin de bor miktarında etkili olduğunu belirtmişlerdir. Ayrıca Şekil 1A incelendiğinde, artan arıtma çamuru uygulamalarıyla birlikte bitkide bor miktarlarında azalmaların olduğu görülmektedir. Bu durumun, bitkide bor alınımının topraktaki organik maddenin artışı ile ilişkili olduğunu söyleyebiliriz. Çalışma sonuçlarını destekler mahiyette yapılan bir araştırmada Budak ve Günel (2015), topraktaki yarayışlı bor içeriği ile toprak organik madde seviyesi arasında negatif bir bağ olduğunu rapor etmişlerdir.

Çalışmada bor dozlarının bitkide bakır içeriğine olan etkisi artma ve azalma şeklinde gerçekleşmiştir. Kontrole göre artışın olduğu B<sub>10</sub> (21.27 mg/kg) dozundan sonra B<sub>20</sub> (19.44 mg/kg) dozunda düşüş sağlanmış ve B<sub>40</sub> (23.17 mg/kg) dozunda tekrar yükselmiştir. En düşük bakır içeriği 15.02 mg/kg ile kontrol grubunda (B<sub>0</sub>) görülürken, en yüksek bakır içeriği 23.17 mg/kg ile B<sub>40</sub> dozunda saptanmıştır (Çizelge 3). Arıtma çamuru ve bor interaksiyonuna bakıldığında, en düşük bakır içeriğinin 5.87 mg/kg ile B<sub>0</sub>x AÇ<sub>0</sub> ve en yüksek bakır miktarının ise 28.10 mg/kg ile B<sub>40</sub>x AÇ<sub>10</sub> uygulamalarından alındığı tespit edilmiştir (Şekil 1B). Artan arıtma çamuru dozlarıyla birlikte bitkide bakır içeriğinin artıyor olması, çamurun bakır içeriğinin yüksek olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Yürütülen çalışmalarda, arıtma çamuru uygulanmış topraklarda organik madde içeriğinin arttığı (Torri ve ark., 2003), böylelikle organik maddelerin minerallere dönüşmesi neticesinde meydana gelen karbonik ve

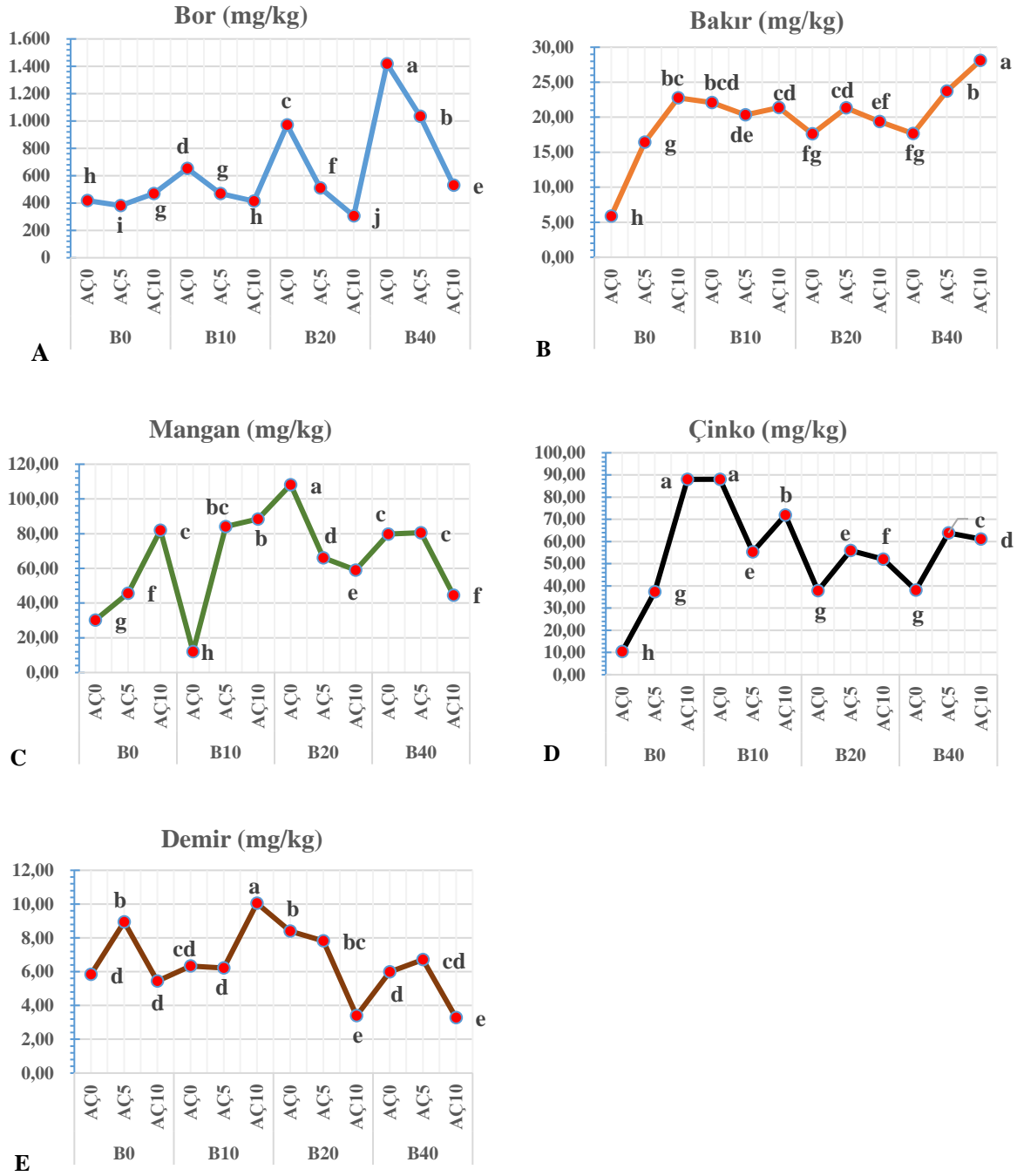
inorganik asitlerin, topraktaki pH'nın düşmesine neden olduğu ve bu durumda mikro elementlerin bitkideki yarayışlılığını artırabildiği bildirilmektedir (Chang ve ark., 1991; McCauley ve ark., 2017).

**Çizelge 3.** Bor ve arıtma çamuru uygulamalarının sonucunda börülce bitkisinin mikro element içeriği ortalamaları ve oluşan LSD grupları

| Uygulamalar       |                  | Bor (B)*<br>mg/kg | Bakır (Cu)*<br>mg/kg | Mangan (Mn)*<br>mg/kg | Çinko (Zn)*<br>mg/kg | Demir (Fe)*<br>mg/kg |
|-------------------|------------------|-------------------|----------------------|-----------------------|----------------------|----------------------|
| Bor Ort.          | B <sub>0</sub>   | 485.44 D          | 15.02 D              | 52.64 D               | 45.26 D              | 6.74 B               |
|                   | B <sub>10</sub>  | 511.89 C          | 21.27 B              | 61.52 C               | 71.79 A              | 7.54 A               |
|                   | B <sub>20</sub>  | 595.67 B          | 19.44 C              | 77.78 A               | 48.63 C              | 6.54 B               |
|                   | B <sub>40</sub>  | 994.67 A          | 23.17 A              | 68.33 B               | 54.38 B              | 5.33 C               |
| Arıtma Çamur Ort. | AÇ <sub>0</sub>  | 865.25 A          | 15.82 C              | 57.61 B               | 43.60 C              | 6.64 B               |
|                   | AÇ <sub>5</sub>  | 645.83 B          | 20.46 B              | 69.10 A               | 53.16 B              | 7.43 A               |
|                   | AÇ <sub>10</sub> | 429.67 C          | 22.90 A              | 68.49 A               | 68.29 A              | 5.54 C               |
| LSD (%5) Bor      |                  | 7.64              | 0.65                 | 2.37                  | 0.98                 | 0.48                 |
| LSD (%5) AÇ       |                  | 6.61              | 0.56                 | 2.05                  | 0.85                 | 0.41                 |
| LSD (%5) B x AÇ   |                  | 22.91             | 1.95                 | 7.11                  | 2.93                 | 1.43                 |

\*: Aynı sütunda aynı büyük harflerle gösterilen arasında istatistiksel olarak %5 düzeyinde fark yoktur.

Artan dozlarda bor uygulamalarında fasulye bitkisinde mangan düzeyi artış gösterirken, B<sub>40</sub> dozunda düşüş göstermiştir. Bitkideki en düşük mangan içeriği (52.64 mg/kg) B<sub>0</sub> dozu bor uygulamasından (kontrol) alınırken en yüksek mangan değeri ise 77.78 mg/kg ile B<sub>20</sub> dozundan elde edilmiştir. Çirka (2023) tarafından yürütülen bir çalışmada, artan bor dozlarıyla (50 mg/kg, 100 mg/kg ve 200 mg/kg) birlikte bitkide mangan içeriğinin azaldığı rapor edilmiştir. Elde edilen veriler arasında en yüksek bor dozunda (B<sub>40</sub>) mangan içeriğinin düşüşe geçmesi ile belirtilen kaynak arasında bir uyumun olduğunu söylenebilir. Bor uygulamalarıyla beraber bitkide mangan içeriğinin azalması, mangan ile bor arasında gerçekleşebilen adsorbsiyondan kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Bu anlamda Ren ve ark. (2009) tarafından yürütülen bir çalışmada, mangan oksitlerin boru adsorbe ettiklerini bildirmişlerdir. Arıtma çamurunun artan dozlarında mangan içeriği artmış ve düşmüştür. En yüksek mangan seviyeleri aynı grupta yer alan AÇ<sub>5</sub> ve AÇ<sub>10</sub> dozlarında (sırasıyla 69.10 mg/kg ve 68.49 mg/kg) ve en düşük değer ise AÇ<sub>0</sub> dozunda 57.61 mg/kg olarak ölçülmüştür (Çizelge 3). Faktörlerin interaksiyon sonuçlarına göre en düşük mangan içeriğinin 12.03 mg/kg ile B<sub>10</sub>xAÇ<sub>0</sub> uygulamasından ve en yüksek mangan içeriğinin ise 108.28 mg/kg ile B<sub>20</sub>xAÇ<sub>0</sub> uygulamasından alındığı görülmektedir (Şekil 1C). Kacar ve Katkat (1999) tarafından yapılan bir çalışmada, organik madde bakımından yüksek olan toprakların, kireçli-alkalin toprakların, kumlu tekstürlü ve kötü drenajlı toprakların bitkilerin mangan alımını etkileyen faktörler arasında yer aldığı bildirmişlerdir. Topraktaki organik maddenin mineralizasyonu neticesinde H<sup>+</sup> iyonları ortaya çıkabilmekte ve buna bağlı olarak toprak pH'ında meydana gelen düşüşten (Garzon ve ark., 2011) dolayı, mangan organik maddeler tarafından daha fazla oranda adsorbe olurken (Allard ve ark., 2017), bitkinin mangan içeriği de azalmaktadır.

Bor ve Arıtma Çamur Uygulamalarının Fasulyenin (*Phaseolus vulgaris* L.) Ağır Metal ve Mikro Element İçeriğine Etkisi

Şekil 1. Bor ve Arıtma çamuru interaksyonunun fasulyenin mikro element içeriğine etkileri

Çizelge 3 incelendiğinde, kontrol grubunda (B<sub>0</sub>) 45.26 mg/kg olan çinko içeriğinin B<sub>10</sub> uygulamasında 7.54 mg/kg olarak en yüksek değere ulaştığını, B<sub>20</sub> dozuyla (48.63 mg/kg) düştüğünü ve B<sub>40</sub> dozunda (54.38 mg/kg) tekrar arttığı görülmektedir. Bu sonuçlara benzer bir şekilde Çirka (2023) tarafından börülcede yapılan bir çalışmada artan arıtma çamuru dozlarında, kontrol grubunda çinko içeriğinin düştüğü en yüksek bor dozunda ise çinko düzeyinin de arttığı bildirmiştir. Fasulye bitkisi kontrolde (AÇ<sub>0</sub>) 43.60 mg/kg olan en düşük çinko içeriği, AÇ<sub>10</sub> uygulamasında 68.29 mg/kg ile en yüksek çinko içeriğine sahip olmuştur (Çizelge 3). Bor ve arıtma çamuru interaksyonunda bu durum 71.96 mg/kg ile en yüksek değer B<sub>0</sub>xAÇ<sub>10</sub> ve B<sub>10</sub>xAÇ<sub>0</sub> uygulamalarından (88.02 mg/kg ve en düşük değer ise 10.40 mg/kg ile uygulamasından alınmıştır (Şekil 1D). Toprak pH'sının arıtma çamuru uygulamalarıyla ciddi oranda değişebildiğini ve bitkide çinko alımını-arttırdığı belirtilmektedir (Zhang



ve ark., 2002). Ayrıca yapılan başka bir çalışmada, Torri ve Lavado (2008) toprakta değişebilen çinko içeriği ile pH arasında negatif bir etkinin olduğu fakat inorganik çinko ile pH arasında pozitif bir tesirin olduğunu bildirmişlerdir.

Fasulyede bor uygulamalarının demir içeriğine olan etkisi incelendiğinde, demir içeriğinde kontrole göre artış sağlandığı ve daha sonra azalış gösterdiği görülmektedir. Demir içeriği, bor dozunun uygulamalarında kontrol grubunda ( $B_0$ ) 6.74 mg/kg iken,  $B_{40}$  uygulamasında 5.33 mg/kg 'ye kadar azalmıştır. En yüksek demir içeriği 7.54 mg/kg olarak  $B_{10}$  uygulamasından alınırken, en düşük değer ise kontrol grubunda tespit edilmiştir (Çizelge 3).

Artan dozlarda arıtma çamuru uygulamalarının kontrole göre artış ve düşüş gösterdiği görülmektedir. Arıtma çamuru ortalamalarında en yüksek demir içeriği 7.43 mg/kg  $AÇ_5$  ve en düşük içeriğin ise 5.54 mg/kg  $AÇ_{10}$  dozlarından alınmıştır (Çizelge 3). Arıtma çamuru ve Bor interaksiyonuna göre en düşük demir içerikleri 3.39 mg/kg ile  $B_{20} \times AÇ_{10}$  ve 3.28 mg/kg ile  $B_{40} \times AÇ_{10}$  uygulamalarından alınmıştır (Şekil 1E). Artan bor dozlarına bağlı olarak demir oranındaki düşüşler ya da değişkenlikler, ortama ilave edilen bor, toprakta yarayışlı olan demir ile birlikte alınamaz formlara dönüşmesinden kaynaklı olabilir. Bu bağlamda Goldberg (1977), topraktaki demir ve alüminyum oksitler, kil mineralleri, magnezyum hidroksitler, kalsiyum karbonat ve organik madde boru adsorbe ettiğini rapor etmişleridir. Ayrıca Uysal ve ark., (2017), demir ile bor arasında önemli bir negatif etkileşimin olduğunu ifade etmişleridir. Yapılan bir diğer çalışmada Emir (2017), artan bor uygulamalarıyla birlikte bitkide mangan ve demir içeriklerinde azalmaların olduğunu tespit etmişlerdir. Bor ve arıtma çamuru interaksiyonunda en yüksek demir oranı 10.05 mg/kg ile  $B_{10} \times AÇ_{10}$  uygulamasından, en düşük demir içerikleri ise 3.28 mg/kg ile  $B_{40} \times AÇ_{10}$  ve 3.39 mg/kg ile  $B_{20} \times AÇ_{10}$  uygulamalarından elde edilmiştir (Şekil 1E). Demir oranındaki artışın, çamurdaki demir içeriğinin fazla oluşundan ve son dozda ise arıtma çamurunda ortaya çıkan düşüşün ise çamurdaki yüksek organik madde oranıyla ilişkili olabileceğini düşünülmektedir. Bu anlamda yapılan bir çalışmada, demir ile organik madde arasında kompleks yapıların oluşabileceği ve böylelikle demirin bitkiler tarafından alınmasının güçleşebileceği vurgulanmaktadır (Kooijman ve ark., 2009; Fink ve ark., 2016). Öte yandan yetiştirme ortamında bulunan kimi ağır metallerin fazla oluşu, bitkilerin demir alınımını azaltmaktadır (Kacar ve Katkat, 1999). Bu çalışmada elde edilen verilerin bildirilen bu sonuçlarla uyumlu olduğu görülmektedir.

### Uygulamaların Fasulyenin Ağır Metal İçerikleri Üzerine Olan Etkisi

Arıtma çamuru uygulamalarıyla birlikte toprakların ağır metal içeriklerinde artış sağlandığı gibi bunun neticesinde bitkilerin bünyesinde ağır metal içeriklerinde aynı durum söz konusudur (Bozkurt ve Yarılgaç, 2003; Schiptsova ve ark., 2020). Bu durum, bilhassa endüstriyel alanlardaki arıtma çamurlarının yüksek miktarda ağır metaller içermelerinden kaynaklanabilmektedir (Kowalik ve ark., 2021).

Çizelge 4'e bakıldığında, fasulye bitkisinde bor uygulamalarıyla birlikte alüminyum içeriğinin kontrol grubuna göre  $B_{10}$  uygulamasında düştüğü fakat daha sonra yükseldiği görülmektedir. En yüksek alüminyum içeriği 79.56 mg/kg ile  $B_{40}$  uygulamasından grubunda ve en düşük içerik ise 40.73 mg/kg ile  $B_{10}$  uygulamasından alınmıştır. Yapılan bir çalışmada Çirka (2023), börülce bitkisinde artan dozlarda bor uygulamalarının bitkide alüminyum içeriğini arttırdığı bildirilmiştir. Bu çalışma sonuçları ile arasında bir uyumun olduğu görülmektedir. Çalışmada artan arıtma dozlarına bağlı olarak bitkide alüminyum içeriğinde artışın olduğu görülmüştür. En düşük alüminyum değeri 7.60 mg/kg kontrol grubundan alınırken, en yüksek içerik ise 120.66 mg/kg  $AÇ_{10}$  dozunda elde edilmiştir. Faktörlerin interaksiyonunun bitkilerdeki alüminyum içeriğine olana tesirine bakıldığında, en düşük alüminyum

miktarı 11.99 mg/kg ile B<sub>0</sub>xAÇ<sub>0</sub> uygulamasından ve en yüksek değer ise 147.32 mg/kg ile B<sub>40</sub>xAÇ<sub>10</sub> uygulamasından alınmıştır (Şekil 2A).

Fasulyede bor uygulamalarıyla birlikte bitkide alüminyum içeriğinde meydana gelen artışların, topraktaki kalsiyum alüminyum silikatlarındaki alüminyumun bor ile yer değiştirmesi (Parks ve Shaw, 1941) ve toprak çözeltisindeki alınabilir alüminyum içeriğindeki artıştan kaynaklanabilmektedir. Ayrıca bitkilerin kök bölgesindeki pH değerindeki değişimler, bitkilerin alüminyuma karşı toleransı ve duyarlılığı etkiliyor olması (Wagatsuma ve Ezoe, 1985) bitkinin alüminyum içeriğinde artışlara neden olabilmektedir. Daha önce yapılan birçok çalışmada, bor dozlarının bitki kök hücrelerinde alüminyum birikimini düşürdüğü ve bundan dolayı alüminyumun bitkinin kök üstü organlarına taşınabileceği belirtilmiştir.

**Çizelge 4.** Bor ve arıtma çamuru uygulamalarının sonucu fasulye bitkisinin ağır metal içeriği ortalamaları ve oluşan LSD grupları

| Uygulamalar        |                  | Alüminyum (Al)*<br>mg/kg | Arsenik (As)*<br>mg/kg | Kadmiyum (Cd)*<br>mg/kg | Kobalt (Co)*<br>mg/kg |
|--------------------|------------------|--------------------------|------------------------|-------------------------|-----------------------|
| Bor Ort.           | B <sub>0</sub>   | 70.08 B                  | 1.22 C                 | 0.26 B                  | 0.81 B                |
|                    | B <sub>10</sub>  | 40.73 C                  | 2.24 A                 | 0.48 A                  | 1.26 A                |
|                    | B <sub>20</sub>  | 69.46 B                  | 2.07 B                 | 0.17 C                  | 1.29 A                |
|                    | B <sub>40</sub>  | 79.56 A                  | 1.98 B                 | 0.18 C                  | 1.25 A                |
| Arıtma Çamuru Ort. | AÇ <sub>0</sub>  | 7.60 C                   | 1.27 B                 | 0.20 C                  | 0.71 C                |
|                    | AÇ <sub>5</sub>  | 66.61 B                  | 2.23 A                 | 0.26 B                  | 1.20 B                |
|                    | AÇ <sub>10</sub> | 120.66 A                 | 2.13 A                 | 0.35 A                  | 1.55 A                |
| LSD (%5) Bor       |                  | 3.44                     | 0.17                   | 0.03                    | 0.13                  |
| LSD (%5) AÇ        |                  | 2.98                     | 0.15                   | 0.03                    | 0.11                  |
| LSD (%5) B x AÇ    |                  | 10.32                    | 0.50                   | Öd                      | 0.39                  |

\*: Aynı sütunda aynı büyük harflerle gösterilen arasında istatistiksel olarak %5 düzeyinde fark yoktur.

Bor uygulamaları fasulyede arsenik içeriği üzerinde kontrol grubuna göre artış sağlamış ve akabinde düşüşe geçmiştir. Kontrol grubunda 1.22 mg/kg olan arsenik içeriği, B<sub>10</sub> uygulamasında 2.24 mg/kg, B<sub>20</sub> uygulamasında 2.07 mg/kg ve B<sub>40</sub> uygulamasında 1.98 mg/kg olarak ölçülmüştür. Artan dozlarda arıtma çamuru uygulamalarında ise bu durum, artma ve azalma şeklinde tespit edilmiştir. Kontrol grubunda 1.27 mg/kg olan arsenik değeri, AÇ<sub>5</sub> dozunda 2.23 mg/kg ve AÇ<sub>10</sub> dozunda elde edilen arsenik içeriği aynı grupta yer almıştır (Çizelge 4). Bor ve arıtma çamuru interaksiyonuna bakıldığında, fasulye bitkisinde en düşük arsenik içeriğinin 0.20 mg/kg ile B<sub>0</sub>xAÇ<sub>0</sub> uygulamasında görüldüğü ve en fazla arsenik içerikleri ise 2.53 mg/kg (B<sub>10</sub>xAÇ<sub>5</sub>), 2.67 mg/kg (B<sub>10</sub>xAÇ<sub>10</sub>), 2.55 mg/kg (B<sub>20</sub>xAÇ<sub>5</sub>), 2.54 mg/kg (B<sub>40</sub>xAÇ<sub>5</sub>) uygulamalarından elde edilmiştir (Şekil 2B). Zhu ve ark. (2018) tarafından yapılan bir çalışmada, bitkide arsenik içeriklerinin bor uygulamalarına bağlı olarak azaldığı belirtilmiş ve bu çalışmada elde edilen veriler ile bitki ya da uygulamalar arasındaki farklılıklardan kaynaklanan kısmi benzerliklerin olduğu görülmüştür.

Çizelge 4 incelendiğinde, fasulyede kadmiyum içeriğinin artan bor dozlarıyla birlikte kontrole göre arttığı ve azaldığı görülmektedir. Kontrol grubunda (B<sub>0</sub>) 0.26 mg/kg olan kadmiyum içeriği, B<sub>10</sub> uygulamasında 0.48 mg/kg ile bir artış sağlarken B<sub>20</sub> ve B<sub>40</sub> uygulamalarında elde edilen kadmiyum içerikleri kontrol grubuna göre azalarak en düşük (aynı) grupta yer almıştır. Bitkideki en yüksek kadmiyum içeriği B<sub>10</sub> (0.48 mg/kg) uygulamasından alınmıştır. Artan dozlarda arıtma çamurunda ise bitkide kadmiyum içeriği kontrole göre artış göstermiştir. Bu durumda bitkideki kadmiyum değerlerinin en düşüğü kontrol grubunda (0.20 mg/kg) ve en yüksek değer ise AÇ<sub>10</sub> (0.35 mg/kg) uygulamasından elde edildiği görülmektedir. Bor ve arıtma çamuru interaksiyonun önemsiz olduğu belirlenmiştir. Yapılan bir çalışmada Chan ve ark. (2019), bitkide silisyum ve bor uygulamalarının bitkide kadmiyum alımını ve birikimini engellediğini bildirmiş ve bu çalışma ile uyumlu olduğu görülmektedir.

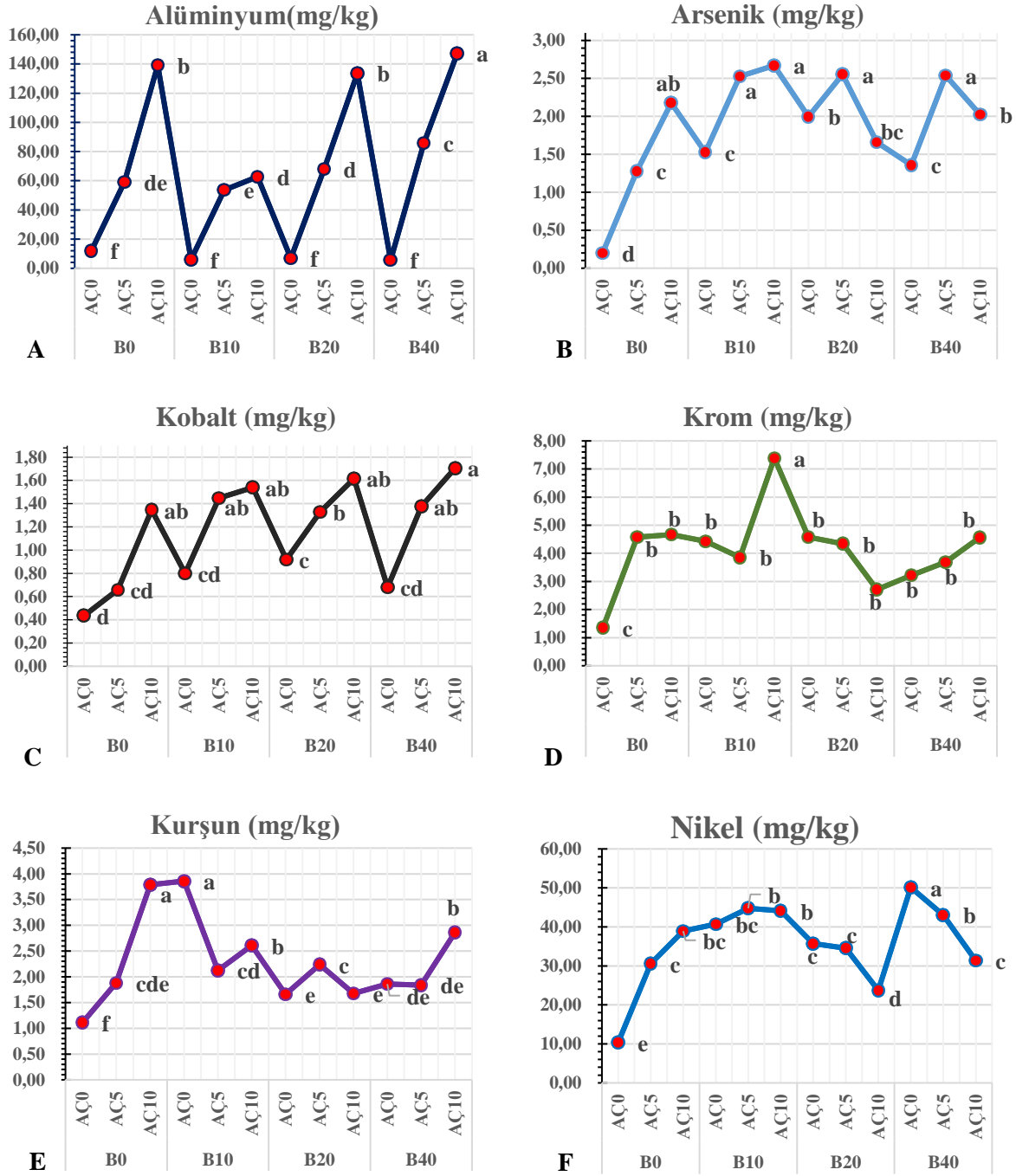
Bor uygulamalarının Kobalt (Co) içerikleri zerindeki etkileri önemli bulunmuştur. Bitkide en yüksek Co içeriği B<sub>20</sub> (1.29 mg/kg) dozundan alınmış, B<sub>10</sub> ve B<sub>40</sub> dozları da bu grupta yer almıştır. En düşük Co içeriği ise kontrol uygulamasında (0.81 mg/kg) elde edilmiştir. Bu durum artan arıtma çamuru uygulamalarında ise şu şekilde ortaya çıkmıştır; Artan arıtma çamuru uygulamalarına bitkide kobalt içeriği kontrol grubuna göre artış gösterirken, bitkideki en düşük kobalt içeriği kontrol grubunda 0.71 mg/kg ve en yüksek kobalt değeri ise 1.55 mg/kg ile AÇ<sub>10</sub> uygulamasından elde edilmiştir (Çizelge 4). Bor ve arıtma çamurunun interaksiyonunun fasulyede kobalt içeriğine olan tesirine bakıldığında, en düşük kobalt değerinin 0.44 mg/kg ile B<sub>0</sub>xAÇ<sub>0</sub> ve en yüksek kobalt içeriğinin 1.71 mg/kg ile B<sub>40</sub>xAÇ<sub>10</sub> uygulamasından alındığı görülmektedir (Şekil 2C). Çirka (2023) tarafından yürütülen bir çalışmada, 50 mg/kg, 100 mg/kg, 200 mg/kg bor dozları kullanılmış ve artan dozlarda bor uygulamalarının börülce bitkisinde azalış ve artış gösterdiğini rapor etmiştir. Bu yönüyle çalışma sonuçları ile arasında kısmi benzerliklerin olduğu görülmüştür. Yapılan bir diğer çalışmada, kobalt ve bor arasındaki etkileşim neticesinde borun kobalt hidroksit ile adsorpsiyona maruz kaldığı bildirilmiştir (Kluczka ve ark., 2018). Bu durumun, bu yapılan bu çalışmada da bor uygulamalarına bağlı olarak bitkide kobalt içeriğinde azalış ve artışa neden olduğu görülmüştür.

**Çizelge 5.** Bor ve arıtma çamuru uygulamalarının sonucu fasulyenin ağır metal içeriği ortalamaları ve oluşan LSD grupları

| Uygulamalar        |                  | Krom (Cr) * | Kurşun (Pb) * | Nikel (Ni) * |
|--------------------|------------------|-------------|---------------|--------------|
|                    |                  | mg/kg       | mg/kg         | mg/kg        |
| Bor Ort.           | B <sub>0</sub>   | 3.53 B      | 2.26 B        | 26.61 C      |
|                    | B <sub>10</sub>  | 5.23 A      | 2.87 A        | 43.22 A      |
|                    | B <sub>20</sub>  | 3.88 B      | 1.86 C        | 31.31 B      |
|                    | B <sub>40</sub>  | 3.82 B      | 2.19 B        | 41.52 A      |
| Arıtma Çamuru Ort. | AÇ <sub>0</sub>  | 3.40 C      | 2.02 B        | 34.24 B      |
|                    | AÇ <sub>5</sub>  | 4.12 B      | 2.12 B        | 38.22 A      |
|                    | AÇ <sub>10</sub> | 4.83 A      | 2.73 A        | 34.53 B      |
| LSD (%5) Bor       |                  | 0.49        | 0.15          | 2.66         |
| LSD (%5) AÇ        |                  | 0.42        | 0.13          | 2.31         |
| LSD (%5) B x AÇ    |                  | 1.46        | 0.45          | 7.99         |

\*: Aynı sütunda aynı büyük harflerle gösterilen arasında istatistiksel olarak %5 düzeyinde fark yoktur.

Artan dozlarda bor uygulamalarının fasulye bitkisinde kontrol gruba göre önce artış ve daha sonrasında azalış gösterdiği belirlenmiştir. Kontrol bitkilerinde 3.53 mg/kg olan krom, B<sub>10</sub> dozunda 5.23 mg/kg, B<sub>20</sub> dozunda 3.88 mg/kg ve B<sub>40</sub> dozunda 3.82 mg/kg şeklinde belirlenmiştir. En yüksek krom içeriği 5.23 mg/kg ile B<sub>10</sub> uygulamasından ve en düşük krom içeriği ise 3.53 mg/kg kontrol grubundan alınmıştır. Ancak, Çirka (2023) tarafında börülce bitkisinde yürütülen çalışmada en yüksek krom içeriğinin yüksek bor dozunda elde edildiği belirtilmiştir. Çalışmalar arasındaki bu farklılığın, bitki ya da çalışmalardaki uygulamaların farklılıklarından kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

Bor ve Arıtma Çamuru Uygulamalarının Fasulyenin (*Phaseolus vulgaris* L.) Ağır Metal ve Mikro Element İçeriğine Etkisi

Şekil 2. Bor ve Arıtma çamuru interaksiyonunun fasulyenin ağır metal içeriğine etkileri

Artan dozlarda arıtma çamuru ile birlikte fasulye bitkisinde krom içeriğinde bir artışın olduğu ve en düşük krom değeri kontrol grubundan 3.40 mg/kg alınırken, en yüksek krom değeri ise AÇ<sub>10</sub> 4.83 mg/kg olarak elde edilmiştir (Çizelge 5). Bor ve arıtma çamuru interaksiyonunun fasulye bitkisinde krom içeriğine olan etkisine bakıldığında, bitkide en yüksek krom içeriği 7.39 mg/kg ile B<sub>10</sub>xAÇ<sub>10</sub> uygulamasında ve en düşük krom içeriğinin ise 1.35 mg/kg ile B<sub>0</sub>xAÇ<sub>0</sub> uygulamasında tespit edilmiştir (Şekil 2D)

Çevre kirliliği bakımından kurşun elementinin önemli yere sahip olduğu kabul edilmektedir (Kaya ve ark., 2019). Çizelge 5'e bakıldığında, artan dozlarda bor uygulamalarıyla birlikte fasulyenin kurşun içeriği kontrol bitkilerine göre artış olduğu fakat daha sonra ki dozlarda azalışın olduğu görülmektedir. Bitkide en düşük kurşun içeriği 1.86 mg/kg ile B<sub>20</sub> ve en yüksek kurşun içeriği 2.87 mg/kg ile B<sub>10</sub>

uygulamasında tespit edilmiştir. Çirka (2023) tarafından yapılan bir çalışmada, artan dozlarda bor uygulamalarının bitkide kurşun içeriğinde artış ve azalışlara neden olduğu bildirilmiştir. Kaynak ile çalışma sonuçları arasında tam bir uyumun olduğu görülmüştür. Bitkideki kurşun içeriği artan arıtma çamuru dozlarıyla birlikte artmıştır. Kontrol grubunda 2.02 mg/kg olan kurşun içeriği, AÇ<sub>10</sub> dozunda 2.73 mg/kg olarak ölçülmüştür. Bor ve arıtma çamuru uygulamalarının fasulyede kurşun içeriği üzerindeki etkisini incelendiğinde, bitkide en düşük kurşun içeriği 1.11 mg/kg ile B<sub>0</sub>xAÇ<sub>0</sub>, en yüksek kurşun içeriklerinin ise B<sub>10</sub>xAÇ<sub>5</sub> uygulamasından (3.86 mg/kg) alındığı B<sub>0</sub>xAÇ<sub>10</sub> uygulamasının da en yüksek grupta yer aldığı görülmüştür (Şekil 2E).

Çizelge 5'e bakıldığında artan dozlarda bor uygulamalarının fasulye bitkisinde nikel içeriğinde kontrol bitkilerine göre artış sağlamış ve daha sonra azalış-artış şeklinde değer değişkenliği gösterdiği görülmektedir. Kontrol bitkilerinde 26.61 mg/kg olan nikel içeriği, 43.22 mg/kg (B<sub>10</sub>), 31.31 mg/kg (B<sub>20</sub>), 41.52 mg/kg (B<sub>20</sub>) şeklinde değişebildiği ve bu durumda bitkideki en düşük nikel değeri kontrol grubunda görülürken, en yüksek nikel değeri ise 43.22 mg/kg (B<sub>10</sub>) uygulamasından alınmıştır. Artan arıtma çamuru dozlarıyla birlikte bitkide nikel içeriği kontrol grubuna göre artmış ve azalmıştır. En düşük Ni içeriği 34.24 mg/kg ile AÇ<sub>0</sub> dozundan alınmış ve AÇ<sub>10</sub> dozu da bu grupta yer almıştır. Bitkideki en yüksek Ni içeriği ise (38.22 mg/kg) AÇ<sub>5</sub> arıtma çamuru dozundan elde edilmiştir. Bor ve arıtma çamuru etkisinin fasulye bitkisinde nikel içeriği üzerindeki etkisi incelendiğinde, en düşük nikel içeriği 10.37 mg/kg B<sub>0</sub>xAÇ<sub>0</sub>, en yüksek nikel içeriği 50.13 mg/kg B<sub>40</sub>xAÇ<sub>0</sub> uygulamalarından elde edilmiştir (Şekil 2F). Yapılan bir çalışmada Çirka (2023), artan dozlarda bor uygulamalarının börülce bitkisinde nikel içeriğinde azalmalara neden olduğu bildirilmiştir. Kaynak ile elde edilen veriler arasında kısmen bir uyum olduğu görülmüştür. Ancak ortaya çıkan farklılıkların bitki ya da uygulama farklılıklarından kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

## SONUÇ

Artan dozlarda bor ve arıtma çamuru uygulamalarının fasulye bitkisinin ağır metal ve mikro elementler içerikleri üzerine olan etkisinin araştırıldığı bu çalışmada, yapılan analizler neticesinde bor ve arıtma çamuru uygulamalarına bağlı olarak bitkideki mikro element ve ağır metal içeriklerinde artışların ve azalışların olduğu tespit edilmiştir. Arıtma çamuruyla birlikte artış gösteren ağır metal ve mikro element içeriğindeki artışların bor uygulamaları neticesinde dengelenebilir seviyelere getirmek mümkün olduğu bor uygulamaları neticesinde alüminyum miktarında artmaların olduğu ve diğer bazı elementlerde (kadmium, kobalt, krom, kurşun, arsenik ve nikel) ise artış ve azalışların olduğu bir dalgalı seyirin izlendiği belirlenmiştir.

Sonuç olarak elde edilen veriler doğrultusunda şunu ifade edebiliriz ki; ağır metal ile kirlenmiş alanlarda ağır metallere maruz kalan bitkilerin ağır metal içeriklerini yapılacak bor uygulamalarıyla önemli oranda düzelebileceğini veya iyileşebileceğini düşünüyoruz. Böylelikle bu çalışma, bundan sonra yapılacak benzer çalışmalara kılavuzluk yapabileceği düşünülmektedir.

## TEŞEKKÜR

Bu çalışma, Dr. Öğr. Üyesi Mustafa ÇİRKA danışmanlığında Berrin ATSAK tarafından yürütülen FYL-2022-9946 nolu BAP projesi tarafından desteklenmiş olan Yüksek Lisans Tezinden alınmıştır. Maddi desteklerinden dolayı Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Müdürlüğü'ne şükranlarımızı sunarız. Ayrıca her türlü desteklerinden dolayı Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarla Bitkileri Bölümü hocalarımıza teşekkürlerimizi sunarız.

### Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

### Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

### KAYNAKLAR

- Allard, S., Gutierrez, L., Fontaine, C., Croué, J. P., & Gallard, H. (2017). Organic matter interactions with natural manganese oxide and synthetic birnessite. *Science of The Total Environment*, 583, 487-495.
- Bozkurt, M. A., & Yarılgaç, T. (2003). The effects of sewage sludge applications on the yield, growth, nutrition and heavy metal accumulation in apple trees growing in dry conditions. *Turkish Journal of Agriculture and Forestry*, 27(5), 285-292.
- Budak, M., Günal, H. (2015). Tuzlu-Alkali Topraklarda Bor Konsantrasyonunun Uzaysal Değişkenliğinin Jeostatistiksel Analizi ve Haritalanması. *Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 52(2), 191-202.
- Chang, C., Sommerfeldt, T. G., & Entz, T. (1991). *Soil chemistry after eleven annual applications of cattle feedlot manure* (Vol. 20, No. 2, pp. 475-480). American Society of Agronomy, Crop Science Society of America, and Soil Science Society of America.
- Demirkan, G. Ç., Akat, H., & Yokaş, İ. (2014). Atık su arıtma çamurunun *Clarkia amoena* (Yer Açelyası) türünde bitki gelişimi ve çiçeklenme üzerine etkisi. *Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 28(2), 49-58.
- Durak, Z. (2005). Adana Sofulu düzensiz çöp depolama alanında oluşan çöp sızıntı sularının bitki yetiştirilmesinde kullanılması. *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi*.
- Dordas, C., & Brown, P. H. (2005). Boron deficiency affects cell viability, phenolic leakage and oxidative burst in rose cell cultures. *Plant and soil*, 268(1), 293-301.
- Düring, R. A., & Gäth, S. (2002). Utilization of municipal organic wastes in agriculture: where do we stand, where will we go?. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, 165(4), 544-556.
- Elrashidi, M. A., & O'connor, G. A. (1982). Boron sorption and desorption in soils. *Soil Science Society of America Journal*, 46(1), 27-31.
- Emir, C. (2017). *Bor gübrelenmesinin kereviz (Apium graveolens L.) ve turp (Raphanus sativus L.) bitkilerinin verim ve bazı bitki özelliklerine etkisi* (Master's thesis, İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü).
- FAO (2021). Statistics Database (The Production and Production Area of Cowpea). <https://www.fao.org/faostat/en/#data/QCL/visualize> (Erişim Tarihi: 13.01.2023).
- Erdinç, U., Şen, O. F., Kılıç, Ö. B. D., Candan, N., Uzun, N., Üner, K., & Rahmanoğlu, N. (2017). Determination of soil plant available boron and boron nutritional status of tomato plants in major industrial tomato cultivated areas of Turkey. *Journal of Boron*, 2(3), 161-167.
- Fink, J. R., Inda, A.V., Tiecher, T., Barrón, V. (2016). Iron oxides and organic matter on soil phosphorus availability. *Ciencia e agrotecnologia*, 40, 369-379.
- Gardiner, D.T., Miller, R.W. (2008). *Soils in Our Environment*. 11th Edition, Pearson/Prentice Hall, Upper Saddle Hill, Ne Jersey, USA.
- Garzón, E., González-Andrés, F., García-Martínez, V. M., & de Paz, J. M. (2011). Mineralization and nutrient release of an organic fertilizer made by flour, meat, and crop residues in two vineyard soils with different pH levels. *Communications in soil science and plant analysis*, 42(13), 1485-1496.
- Günay, A (1992). *Özel Sebze Yetiştiriciliği* Cilt: 4. Çağ Matbaası, Ankara.
- Güneş, A.M., Alpaslan, A., İnal. (2013). *Bitki Besleme ve Gübreleme*. Ankara Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Yayın no:1581, Ders kitabı:533, Ankara.
- Greweling, T., Peech, M (1960). *Chemical Soil Tests*. Cornell University Agricultural Experiment Station, New York.

- Goldberg, S. (1997). Reaction of Boron with Soils (pp: 193: 35-48). Plant and oil. Proceedings, RW Bell and B. Rerkasem (Eds.), Kluwer Academic Publishers. Dordrecht, the Netherlands.
- Hall, A. E., Cisse, N., Thiaw, S., Elawad, H. O., Ehlers, J. D., Ismail, A. M., ... & McWatters, K. H. (2003). Development of cowpea cultivars and germplasm by the Bean/Cowpea CRSP. *Field Crops Research*, 82(2-3), 103-134.
- Hall, A. E. (2004). Breeding for adaptation to drought and heat in cowpea. *European Journal of Agronomy*, 21(4), 447-454.
- Idahosa, D. O., Alika, J. E., & Omoregie, A. U. (2010). Genotypic variability for agronomic and yield characters in some cowpea (*Vigna unguiculata* (L.) Walp.). *Nature and Science*, 8(3), 48-55.
- Jayathilake, C., Visvanathan, R., Deen, A., Bangamuwage, R., Jayawardana, B. C., Nammi, S., & Liyanage, R. (2018). Cowpea: an overview on its nutritional facts and health benefits. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 98(13), 4793-4806.
- Kacar, B., İnal, A. (2008). *Bitki Analizleri*. Nobel Yayın No: 1241. Fen Bilimleri, 63(1).
- Kacar, B., Katkat, V. (1999). *Gübreler ve Gübreleme Tekniği*. Uludağ Üniversitesi Güçlendirme Vakfı Yayın No: 144, Vipaş Yayın No:20, 531s., Bursa
- Kacar, B., Katkat, V. (2010). *Bitki Besleme*. 5. Baskı, Nobel Yayın Dağıtım Tic. Ltd. Şti, Kızılay-Ankara.
- Kabata-Pendias, A. (2011). *Trace Elements in Soil and Plants*. 4th Edition, CRC Press, New York. ISBN: 978-1-4200-9368.
- Kaya, A. R., Eryigit, T., Uslu, O. S., Gedik, O., & Tuncturk, M. (2019). Effects of lead on seed germination and seedling growth in different sesame (*sesamum indicum*) genotypes. *Fresenius Environmental Bulletin*, 28, 6574-6579.
- Kooijman, A. M., Lubbers, I., & Van Til, M. (2009). Iron-rich dune grasslands: relations between soil organic matter and sorption of Fe and P. *Environmental Pollution*, 157(11), 3158-3165.
- Kowalik, R., Latosińska, J., & Gawdzik, J. (2021). Risk analysis of heavy metal accumulation from sewage sludge of selected wastewater treatment plants in Poland. *Water*, 13(15), 2070.
- Küçükhemek, M., Gür, K., Berktaş, A. (2006). Evsel Karakterli Atıksu Arıtma Çamurlarının Çim Bitkisi Ağır Metal (Mn, Zn, Ni, Cu, Cr, Pb, Cd) İçeriği Üzerine Etkisi. *Selçuk Üniversitesi Mühendislik, Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 21(3), 1-12.
- Kluczka, J., Tórz, A., Łącka, D., Kazek-Kęsik, A., & Adamek, J. (2018). Boron removal by adsorption on Cobalt (II) Doped Chitosan bio-composite. *Journal of Polymers and the Environment*, 26(5), 2039-2048.
- LeNoble, M. E., Blevins, D. G., & Miles, R. J. (1996). Prevention of aluminium toxicity with supplemental boron. II. Stimulation of root growth in an acidic, high-aluminium subsoil. *Plant, Cell & Environment*, 19(10), 1143-1148.
- McCauley, A., Jones, C., Jacobsen, J. (2009). *Soil pH and Organic Matter*. Nutrient management module, 8(2), 1-12.
- McCauley, A., Jones, C., Olson-Rutz, K. (2017). *Soil pH and Organic Matter*. Nutrient management module No. 8. US Department of Agriculture (USDA), Montana State University and Montana State University Extension.
- Oved, T., Shaviv, A., Goldrath, T., Mandelbaum, R. T., & Minz, D. (2001). Influence of effluent irrigation on community composition and function of ammonia-oxidizing bacteria in soil. *Applied and environmental microbiology*, 67(8), 3426-3433.
- Parks, R. Q., & Shaw, B. T. (1942). Possible mechanisms of boron fixation in soil: I. chemical. *Soil Science Society of America Journal*, 6(C), 219-223.

- Pan, Y., Wang, Z., Yang, L., Wang, Z., Shi, L., Naran, R., & Xu, F. (2012). Differences in cell wall components and allocation of boron to cell walls confer variations in sensitivities of Brassica napus cultivars to boron deficiency. *Plant and soil*, 354(1), 383-394.
- Plaster, E. J. (1992). *Soil Science and Management*. 2nd Edition, Delmar Publishers Inc., Albany, New York, USA
- Ren, L., Zhu, D., Cui, J., Liao, S., Geng, M., Zhou, W., & Hamilton, D. (2009). Plant availability of boron doped on iron and manganese oxides and its effect on soil acidosis. *Geoderma*, 151(3-4), 401-406.
- Riaz, M., Kamran, M., Fang, Y., Yang, G., Rizwan, M., Ali, S., & Wang, X. (2021). Boron supply alleviates cadmium toxicity in rice (*Oryza sativa* L.) by enhancing cadmium adsorption on cell wall and triggering antioxidant defense system in roots. *Chemosphere*, 266, 128938.
- Schiptsova, N., Larionov, G., Vasilyev, O., Fadeeva, N., & Terentyeva, M. (2020, November). Effect of sewage sludge application on heavy metals contamination in soil and carrot. In *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science* (Vol. 604, No. 1, p. 012034). IOP Publishing.
- Sür, A., Sür, Ö., Yiğitbaşıoğlu, H. (2001). *Mineraller ve Kayaçlar*, Bilim Yayıncılık, Ankara.
- Stass, A., Kotur, Z., & Horst, W. J. (2007). Effect of boron on the expression of aluminium toxicity in *Phaseolus vulgaris*. *Physiologia Plantarum*, 131(2), 283-290.
- Wagatsuma, T., & Ezoe, Y. (1985). Effect of pH on ionic species of aluminum in medium and on aluminum toxicity under solution culture. *Soil science and plant nutrition*, 31(4), 547-561.
- Walakley, A., & Black, C. A. (1934). Estimation of organic carbon by chromic acid titration method. *Soil Science*, 37, 29-38.
- Wu, X., Riaz, M., Yan, L., Du, C., Liu, Y., & Jiang, C. (2017). Boron deficiency in trifoliolate orange induces changes in pectin composition and architecture of components in root cell walls. *Frontiers in plant science*, 8, 1882.
- Wu, X., Song, H., Guan, C., & Zhang, Z. (2020a). Boron alleviates cadmium toxicity in Brassica napus by promoting the chelation of cadmium onto the root cell wall components. *Science of The Total Environment*, 728, 138833.
- Wu, X., Song, H., Guan, C., & Zhang, Z. (2020b). Boron mitigates cadmium toxicity to rapeseed (*Brassica napus*) shoots by relieving oxidative stress and enhancing cadmium chelation onto cell walls. *Environmental Pollution*, 263, 114546.
- Zhang, Z. H., Riaz, T., Tang, T. J., Song, H. X., Guan, C. Y., Huang, J. Y., & Hua, Y. P. (2019). A multiomics approach reveals the pivotal role of subcellular reallocation in determining rapeseed resistance to cadmium toxicity. *Journal of experimental botany*, 70(19), 5437-5455.
- Zhang, F. S., Yamasaki, S., & Nanzyo, M. (2002). Waste ashes for use in agricultural production: I. Liming effect, contents of plant nutrients and chemical characteristics of some metals. *Science of the total Environment*, 284(1-3), 215-225.
- Zhu, Y., Sun, G. X., Chen, Z., Hu, Y., & Zheng, R. L. (2018). Effects of boron treatment on arsenic uptake and efflux in rice seedlings. *Huan Jing ke Xue= Huanjing Kexue*, 39(7), 3400-3408.
- Zhou, X. X., Yang, L. T., Qi, Y. P., Guo, P., & Chen, L. S. (2015). Mechanisms on boron-induced alleviation of aluminum-toxicity in Citrus grandis seedlings at a transcriptional level revealed by cDNA-AFLP analysis. *PLoS One*, 10(3), e0115485.



**Atf İçin:** Güman, Z. ve Günay, F. B. (2024). Nesnelerin İnterneti Yardımıyla Akıllı Tarımda Yapay Zekâ Tabanlı Gübre ve Mahsul Tahmini. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 958-973.

**To Cite:** Güman, Z. & Günay, F. B. (2024). Artificial Intelligence-Based Fertilizer and Crop Forecasting in Smart Agriculture with the Help of the Internet of Things. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 958-973.

## Nesnelerin İnterneti Yardımıyla Akıllı Tarımda Yapay Zekâ Tabanlı Gübre ve Mahsul Tahmini

Zülküf GÜMAN<sup>1\*</sup>, Faruk Baturalp GÜNAY<sup>2</sup>

### Öne Çıkanlar:

- Akıllı tarım uygulamaları
- Nesnelerin interneti ile tarımsal araziden veri elde etme ve arazi ihtiyacına göre işlem yapabilme

### Anahtar Kelimeler:

- Akıllı tarım
- Yapay Zekâ
- Makine öğrenmesi
- Nesnelerin interneti
- Mahsul seçimi
- Gübre Seçimi

### ÖZET:

Tarımsal faaliyetlerde düşük maliyetler yüksek verimli hasat almak oldukça önemlidir. Hasattan yüksek verim almak için de tarım arazisine uygun ürün ve gübre seçimi yapmak gerekmektedir. Tarımda düşük maliyetler ile yüksek verim alma da akıllı tarım ile mümkün olabilmektedir. Akıllı tarım ile tarımsal faaliyet aşamaları kontrol edilebildiği gibi; dış etkenlerden gelebilecek olumsuzluklara karşı da önlem alınabilmektedir. Tarım arazilerini uzaktan kontrol edebilmek için; nesnelerin interneti (IoT) tabanlı sensörler, bu sensörlerden veri alıp sunucuya göndermek için donanımsal sistemlere ihtiyaç vardır. Sunucuya gönderilen verilerde yapay zekâ algoritmaları ile değerlendirilip sonuca göre arazinin ihtiyacı belirlenir ve tarım aşamasına uygun gübre ihtiyacı, sulama ihtiyacı vb. ihtiyaçlara göre işlem yapılır. Bu amaçla bu çalışmada tarım arazisinden IoT ile sensör verilerinin alınıp sunucuya göndermek amaçlı arazi ve sunucu modülü olmak üzere donanımsal ürünler yapılmıştır. Yapay zekâ alanlarından biri olan makine öğrenmesi yöntemleri ile modelleri eğitmek için açık erişimli internet sitelerinden alınan veri setleri kullanılmıştır. Araziden alınan veriler oluşturulan makine öğrenmesi modelleri ile değerlendirilip araziye uygun ürün ve gübre seçimi yapılmasına olanak sağlanmaktadır.

## Artificial Intelligence-Based Fertilizer and Crop Forecasting in Smart Agriculture with the Help of the Internet of Things

### Highlights:

- Smart agricultural applications
- Obtaining data from agricultural land with the internet of things and performing operations according to land needs

### Keywords:

- Smart farming
- Artificial intelligence
- Machine learning
- Internet of things
- Crop Selection
- Fertilizer Selection

### ABSTRACT:

In agricultural activities, it is very important to get high-yield harvests at low costs. To get a high yield from the harvest, it is necessary to choose products and fertilizers suitable for the agricultural land. Getting high yields with low costs in agriculture is also possible with smart agriculture. With smart agriculture, agricultural activity stages can be controlled; Precautions can also be taken against negativities that may arise from external factors. To control agricultural lands remotely; Internet of Things (IoT) based sensors require hardware systems to receive data from these sensors and send them to the server. The data sent to the server is evaluated with artificial intelligence algorithms and the need for the land is determined according to the result and the need for fertilizer, irrigation need, etc. suitable for the agricultural stage is determined. Processing is carried out according to needs. For this purpose, in this study, hardware products, including field and server modules, were developed to capture sensor data from agricultural land with IoT and send it to the server. Data sets taken from open-access websites were used to train models with machine learning methods, one of the fields of artificial intelligence. The data taken from the field is evaluated with the created machine learning models, allowing the selection of products and fertilizers suitable for the land.

<sup>1\*</sup> Zülküf GÜMAN ([Orcid ID: 0000-0001-5777-4267](https://orcid.org/0000-0001-5777-4267)), Atatürk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, Erzurum, Türkiye

<sup>2</sup> Faruk Baturalp GÜNAY ([Orcid ID: 0000-0001-5472-3608](https://orcid.org/0000-0001-5472-3608)), Atatürk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, Erzurum, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Zülküf GÜMAN, e-mail: zulkuf.guman13@ogr.atauni.edu.tr

## GİRİŞ

Ülkelerin ekonomilerine büyük katkısı olan faaliyetlerden birisi de tarımdır. Tarım, kısaca besin zincirinde temel faaliyetlerin başında gelmektedir. Tarımsal faaliyetlerde düşük maliyet ile yüksek verimli hasat çok önemlidir. Bunun içinde toprak yapısına uygun ürün ve yapılacak üretim aşamaları önem arz etmektedir. Kaliteli tohumun seçimi ile başlayan faaliyet olumlu ya da olumsuz dış etkenlere (sulama, yağmur, yangın, rüzgâr, hava durumu, toprak vb.) bağlı olduğu gibi doğru zamanda ürünün ihtiyacına uygun sulama, gübreleme ve toprağı havalandırma işlemlerine de bağlıdır. Bunlardan en önemlilerinden ikisi de toprağı uygun mahsul ve buna uygun gübre seçimidir. Bu etkenlerde tarımı riskli bir faaliyet sınıfına dahil etmektedir. Fakat bu riskleri ortadan kaldırmak ve kaliteli bir tarımsal faaliyet yapabilmek için çeşitli çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmalar da, teknoloji ve tarımı bir araya getiren ‘Akıllı Tarım’ kavramının bir alt başlığı olarak ortaya çıkmıştır.

Akıllı tarım, günümüzde her gün gelişen teknoloji her alanda büyük etkiye sahip olduğu gibi tarım alanında da büyük etkilere sahip olmaya başlamıştır. Akıllı tarımda en önemli bileşenler nesnelerin internetini (IoT) kullanan sensör verileridir. Sensör verilerinden alınan bilgiler IoT ile sunucuya gönderilir ve sunucudaki yapay zekâ, derin öğrenme, makine öğrenmesi algoritmaları vb. algoritmalar ile işlenerek daha verimli ve maliyetleri az bir tarım imkânı sağlanmış olmaktadır.

Yaşam alanlarına uzak ve büyük tarım alanlarında ulaşım ve zaman problemi büyük maliyetlere sebep olmaktadır. Akıllı tarım ile bu maliyetlere belli ölçülerde çözüm sağlamak mümkündür.

Tarımda düşük maliyetler ile zamanında doğru işlem tercihleri yüksek verim almayı ve zamandan tasarruf sağlamayı mümkün kılmak için çok önemlidir.

Konuyla ilgili çalışmalar incelendiğinde, Erdal ve ark. (2020)'de yaptıkları çalışmada, nesnelerin interneti gelişiminden ve IoT teknolojisini kullanan sistemlerin sunduğı faydalardan bahsedilerek örnek sistemler hakkında bilgi verilmiştir. Bu sistemlerin internete bağlanması ile yönetilebilir olması, sensörler vasıtasıyla veri toplayabilmesi ve sunucu üzerinden veri alışverişi yapabilmesi gibi birçok avantajı bulunmaktadır. Aydın ve ark. (2021) ise yaptıkları çalışmada, nesnelerin internetini kullanan teknolojilerden bahsederek programlanabilen sistemler ile bu bağlamda kullanılan nesnelere arası iletişim sağlayan ortamlar hakkında bilgi vermişlerdir. Nesnelerin internetini kullanabilmek için bu teknolojiyi kullanan en az iki nesnenin olması gerekmektedir ve bu nesnelere birisi bilgi aktarırken diğer nesne de bu bilgiyi okuyup istenilen işlemleri yapmakta ya da farklı sistemlere aktarabilmektedir. Baz (2022)'ın yaptığı çalışmada, bulut sistemleri, nesnelerin interneti ve yapay zekâ uygulamalarından faydalanılmıştır. Tarım ile uğraşanlar için bulut sistemi ve nesnelerin interneti başta olmak üzere diğer teknolojiler de kullanılarak akıllı tarım uygulamalarının tasarlanmasına çalışmada değinilmiştir. Bayrakçı ve ark. (2021) yaptıkları çalışmada, belirli bölgelerden ve açık erişimli internet sitelerinden alınan veriler ile bitki çeşidi, il ve ilçe bilgileri doğrultusunda tespit edilen su harcama miktarlarına göre veri seti oluşturulmuştur. Oluşturulan veri seti üzerinde yapay zekâ algoritmaları kullanılarak harcanan su miktarı tahmin edilmeye çalışılmıştır. Başka bir çalışmada ise Özer ve ark. (2022) akıllı tarımda veri analizi ile ürün tahminini sağlamışlardır. Veri seti olarak; toprak (Azot (N), Fosfor (P), Potasyum (K) değerleri) ve iklim verileri (Hava Sıcaklığı, Yağış Miktarı, Nem) kullanılarak veri madenciliğı algoritmaları ile farklı modeller oluşturulmuş ve bu modeller doğruluk, kesinlik, duyarlılık, f1-skor ve algoritmanın çalışma zamanına göre kıyaslama yapılmıştır. Yenikaya ve ark. (2022)' de tarla ve seralarda toprak değerleri kontrol edilerek ve kontrol merkezi ile internet üzerinden haberleşme sağlanıp gübreleme ve sulama yapılabilmesi üzerine çalışma yürütmüşlerdir. Sensörler kullanılarak toprak verileri sürekli takip altında tutularak söz konusu yöntemle toprak otomatik olarak gerekli düzeyde beslemektedir. Bu amaçla kullanılan yazılım ve donanımları içeren bir sistem, internet üzerinden

yönetilebilecek şekilde tasarlanmıştır. Duman (2022) ise yaptığı çalışmada ise, LoRa haberleşme teknolojisinin özellikleri, avantajları ve diğer teknolojilerden ayırıcı yönlerinden, LoRa teknolojisinin tarımsal uygulamalarda kullanım alanları, sunduğu çözümlerden bahsetmiştir. Akıllı tarımda örnek bir uygulama mimarisi sunulmuş ve analiz yapılmıştır. Ağızan ve ark. (2022) ise yaptıkları çalışmalarında, tarım alanında teknoloji kullanımının gelişmesini inceleyip ülkelere göre karşılaştırmaların yapılması ve Tarım 4.0 teknolojisinin uygulanabilirliği ile avantajları belirlenmeye çalışılmıştır. Çakmakçı ve ark. (2023) yılında yaptıkları çalışmalarında, akıllı tarımda bilginin alınması ve iletilmesi ile başlayan süreçte kullanılan teknolojilerden bahsedilmiştir. Nesnelerin interneti, kablosuz sensörler, yapay zekâ algoritmaları ile makine öğrenmesi yöntemleri kullanılarak tarımda verimliliği artırma adına bulunan öngörüler tartışılarak tarımsal faaliyetlerde uygulanabilirliği değerlendirilmiştir. Yaman ve ark. (2023) yaptıkları çalışmada ise, nesnelerin interneti teknolojisinin insanlık için önemli olduğundan bahsederek akıllı tarım uygulamalarında kullanılmakta olan bazı uygulamalardan bahsetmişlerdir. Bu uygulamalar arasında sensörleri, insansız hava araçlarını, robot teknolojilerini ve uydu teknolojilerini kullanan sistemlerin yapay zekâ ile makine öğrenmesi yöntemleri kullanılarak geliştirildiği anlatılmıştır.

Bu çalışmada, tarım arazisinde toprakta bulunan elementlere göre ekilmesi en uygun mahsul tahmini yapabilmek için bir veri seti ve yine toprakta bulunan elementlere göre ve ekilmek istenilen ürüne en uygun gübre tavsiyesi yapılması için farklı bir veri seti kullanılmıştır.

Makine öğrenmesi yöntemleri ile eğitilen modeller sonucunda; çalışma kapsamında tasarlanan cihazlardan alınan sensör verileri değerlendirilip tarım arazisine ekilebilecek en uygun ürün ve gübre tavsiyesi sonucuna erişilebilmektedir.

Tarım arazilerine ekim yapmadan önce ürün ve gübre seçimi yapılabilir ve gübre tavsiyesi de büyüme aşamalarında da bakılarak ürünün büyüme aşamasında belli periyotlar da gübre ihtiyacı tespit edilebilir ve bu tespit ile de bu ihtiyaca doğru olarak karşılık verebilme olanağı sağlamış olur.

Tasarlanan cihazlar yazılım katmanları ile, ulaşım yerlerine uzak ve büyük tarım arazilerinde tarımsal faaliyetleri kolaylaştırma adına; nesnelerin interneti (IoT) yardımı ile topraktan alınacak sensör verileri ile yapay zekâ algoritmaları kullanılarak modern tarım yapabilmek ve tarım arazilerine uygun düşük maliyet ile yüksek verimli ürün elde edebilme, tarımsal faaliyetleri ürünün ihtiyacına göre zamanında yapabilme olanağı sağlamaktadır. Mahsul büyürken gerçek zamanlı alınan sensör verilerine göre anlık mahsulün ihtiyacı belirlenebilmektedir.

Bu sebeple de tarımsal faaliyetler de hem zamandan hem de masraflardan büyük ölçüde tasarruf sağlanabileceği gibi büyük arazileri kontrol altında tutabilmek de kolaylaşmaktadır.

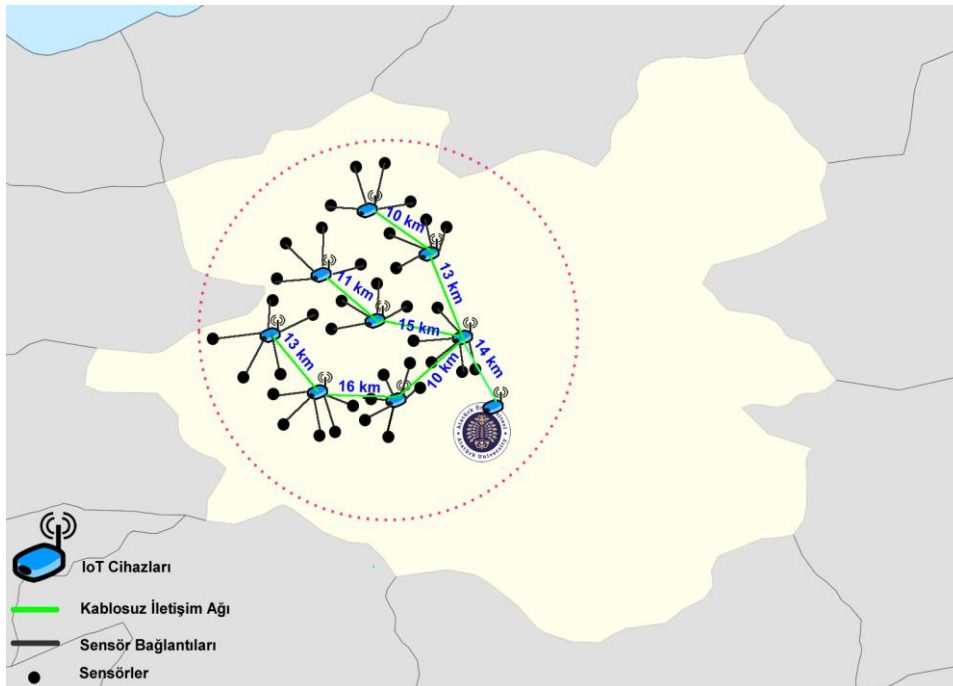
Bu çalışmanın literatüre katkılarından bazıları şunlardır; diğer çalışmalarda genellikle bir veri seti kullanılırken bu çalışma kapsamında iki farklı veri seti kullanılmış ve modelleri test etmek için de tarım arazisinden sensörler vasıtasıyla alınan gerçek zamanlı veriler kullanılmıştır. Bu sayede hem mahsul tahmini hem de gübre tahmini aynı çalışma içerisinde gerçekleştirilmektedir. Toprak yapısına hangi mahsulün uygun olduğu ve söz konusu mahsul ile ilgili süreçlerin genel anlamda tavsiye edilmesi literatüre bir katkı sunmaktadır.

Eğitim veri setleri kullanılarak oluşturulan modeller ile test verileri değerlendirilip incelenen toprak yapısı için ekilebilecek uygun ürün ile gübre tavsiyesi tahmini yapılmıştır. Ürün ve gübre tahminin de en başarılı sonucu veren model ile topraktan sensörler vasıtasıyla alınan test verisi değerlendirilmeye sokulmuş ve işlem sonucunda ürün tavsiyesi 'Pirinç', gübre tavsiyesi 'Düşük K: Potasyum Hidrojen Florür ekleyin' gibi tahmin sonuçlarına ulaşılmıştır.

## MATERYAL VE METOT

Bu çalışmada kullanılacak yöntem, saha modülü ve sunucu modülü (donanımsal katmanlar), web tabanlı sunucu yazılımı, yapay zekâ yazılımı ve veri tabanı (yazılım katmanları) olmak üzere 5 ana katmandan oluşan akıllı tarım yönetim cihazları tasarlanmıştır. Yapılan donanım katmanları ile sahadan belirli periyodlarda sürekli toplanan sensör verilerinin nesnelerin interneti yardımı ile sunucu yazılımına göndermesi, sunucuda depolanıp yapay zekâ tabanlı tarım arazisine uygun ürün ve gerekli gübre çeşidi tahmini edilmesi ya da ekilmek istenilen başka bir ürüne uygun olacak gübre tahmini sağlanacaktır.

Saha ve sunucu modülleri birbirleri ile LoRa teknolojisini kullanılarak kablosuz olarak uzak mesafelerde haberleştirilip bu sayede ise haberleşme maliyeti ortadan kaldırılmış olmaktadır. Saha modüllerinin bir diğer özelliği de kapsama alanı içerisinde, yani LoRa modüllerinin kapsama alanına göre yaklaşık olarak 0-15 km çapındaki alanda bulunan ve sunucu ile doğrudan haberleşme mesafesinde bulunmayan diğer modüller ile haberleşip alınan verileri toplayıp sunucu modülüne gönderebilmektedir. Bu durum ise Erzurum ovası gibi büyük tarım alanlarından veri teminini kolaylaştırdığı için tarımsal faaliyetlerde büyük ölçüde maliyeti düşürüp, büyük arazilerde kontrollü tarım sağlayacağı gibi yapılması gereken tarımsal işlemleri doğru ve zamanında yapılmasına imkân sağlamakta ve verim artışına fayda sunmaktadır. Bunun yanı sıra yapılan donanımsal modüller yardımı ile otomatik sulama, gübreleme vb. gibi işlemlerinin yapılması ve kontrolü de mümkün hale gelmiştir.



Şekil 1. Çalışmada kullanılan donanım modüllerinin Erzurum ovası için örnek gösterimi

### Saha Modülü

Tarım alanından alınacak olan; PH, Azot, Fosfor, Potasyum, Fotosentez, EC (Elektriksel İletkenlik), Sulama Miktarı, Hava Nemi, Rüzgâr Hızı, Rüzgâr Yönü, Yağmur Miktarı, Hava Sıcaklığı, Toprak Sıcaklığı ve Toprak Nemi sensör verileri saha modülünde toplanarak şifreli bir veri yapısında LoRa modülü ile uzak mesafedeki sunucu modülüne gönderilecektir. Sahadan alınacak olan bu veriler 7 farklı sensör vasıtasıyla toplanacaktır. Bu sensörler sırasıyla; hava nem sensörü, meteoroloji sensörü (Rüzgâr hızı, rüzgâr yönü ve yağmur miktarı), dış ortam hava sıcaklık sensörü, toprak nem sensörü, sulama akış miktarı ölçme sensörü, fotosentez ölçme sensörü ve toprak sensörüdür (Toprak sıcaklığı, potansiyel hidrojen, elektriksel iletkenlik, azot, fosfor ve potasyum). Modül üzerinde bulunan röle

devreleri ile de web yazılımı ile sunucu modülü üzerinden gönderilen sulama, gübreleme vb. gibi işlemlerin aktif edilmesi ya da kapatılması için kullanılacaktır. Saha modülü Şekil 2’de gösterildiği gibi tasarlanmıştır.

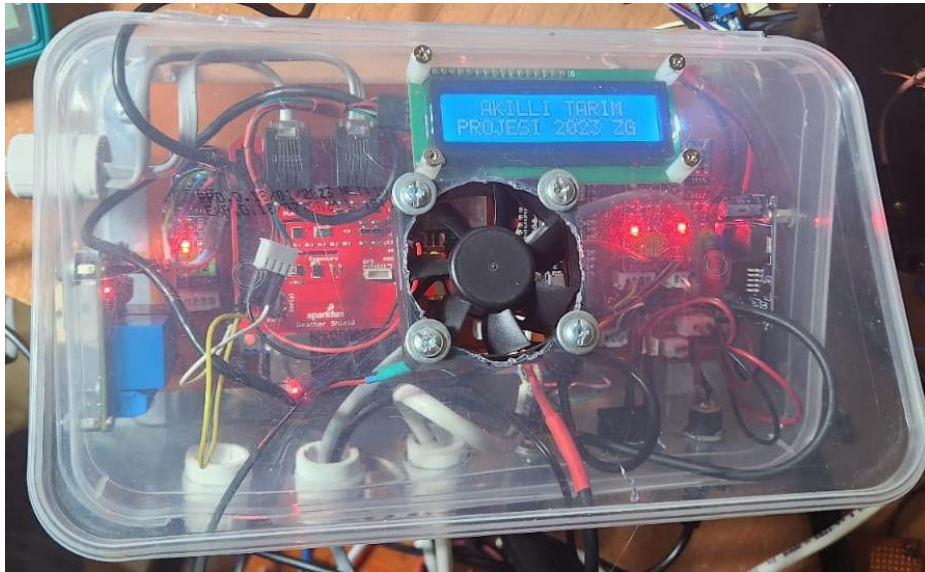
**-PH (Potansiyel Hidrojen):** Toprakta pH değeri 7 ise nötr, 7’nin üstünde ise alkali, 7’nin altında ise asidiktir. Ekilen ürünlerin büyüme ve gübrelerden faydalanma kabiliyetleri topraktaki pH seviyesine bağlıdır. Bu sebeple de pH seviyesinin ekilen ürüne göre doğru bir şekilde ayarlanması sağlıklı büyümesi ve verimin artmasını sağlar. Ekilecek ürün veya gübre seçiminde önemli bir etmen olarak kullanılmaktadır.

**-Azot, Fosfor, Potasyum (NPK):** Ekilen tüm ürünlerin büyümesi için gerekli olan üç temel besin maddesidir. Topraktaki miktarları ölçülerek gerekli gübreleme miktarının belirlenmesinde önem arz etmektedir.

**-Fotosentez:** Güneş ışınlarından alınabilecek enerji miktarını tespit etmekte kullanılmaktadır.

**-EC (Elektriksel İletkenlik):** EC topraktaki tuz minerallerinin miktarını ölçmek için kullanılır. İletkenlik topraktaki besin maddelerinin tespitinde kullanılır ve yüksek seviyelerde ise ürünlerde kurumaya sebep olmakta, düşük seviyelerde ise ürünlerin besin maddelerine ulaşmasının zorlaştığı anlamına gelmektedir.

-Sulama miktarı, hava nemi, rüzgâr hızı, rüzgâr yönü, yağmur yağış miktarı, hava sıcaklığı, toprak sıcaklığı ve toprak nemi bilgileri tarım arazisinde ekilen ürüne göre toprağa uygulanacak işlemler için faydalanılan diğer parametreler olacaktır.



Şekil 2. Saha modülünün görüntüsü

### Sunucu Modülü

Saha modülünden nesnelerin interneti (IoT) yardımıyla şifreli olarak gönderilen veri yapısındaki sensör verilerinin şifreleri çözülerek internet ile web tabanlı sunucu yazılımına gönderilip veri tabanına kaydedilmesi sağlanmaktadır. Web sunucu tarafından gönderilen sulama, gübreleme gibi görev bilgilerini kontrol edip saha modülüne görev bilgilerini gönderme işlemi de bu modül ile sağlanmaktadır. Sunucu modülü Şekil 3’te gösterildiği gibi tasarlanmıştır.

Saha modülü topladığı verileri LoRa teknolojisi kullanarak sunucu modülü ile iletişim sağlamaktadır. LoRa (Long Range) adından da anlaşılacağı gibi uzun mesafeler de nesnelerin interneti aracılığı ile bilgi aktarımı kullanılan sistemler tarafından tercih edilen bir teknolojidir. Uzun mesafede radyo sinyalleri ile ve güvenli bir şekilde veri aktarımı yapılabilir.

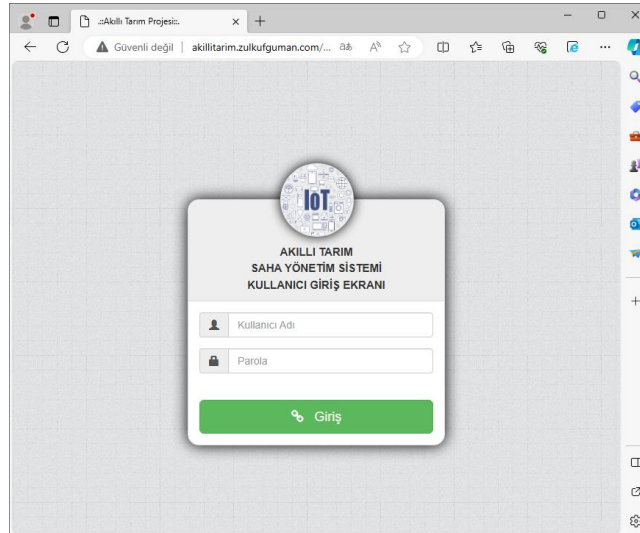


Şekil 3. Sunucu modülünün görüntüsü

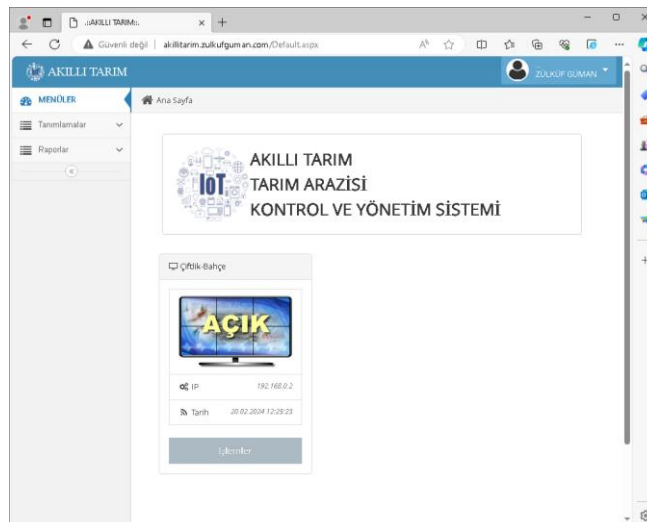
### Web Tabanlı Sunucu Yazılımı

Sistem yönetim yazılımı ile verilerin depolandığı veri tabanı web tabanlı sunucuda bulunmaktadır. Sunucu modülünden gelen saha (tarla) sensör verileri veri tabanına kaydedilir. Bu kayıtlar sonraki zamanlarda da bitkinin büyüme aşamalarına göre incelenebilir ve daha sonraki zamanlarda yapılacak faaliyetler de kullanılmak üzere faydalı olacaktır.

Web sunucu yazılımına Şekil 4'teki kullanıcı giriş ekranından kullanıcı adı ve parolası ile giriş yapılarak sistemin yönetildiği ve verilerin gösterildiği ekranlara ulaşılmaktadır.

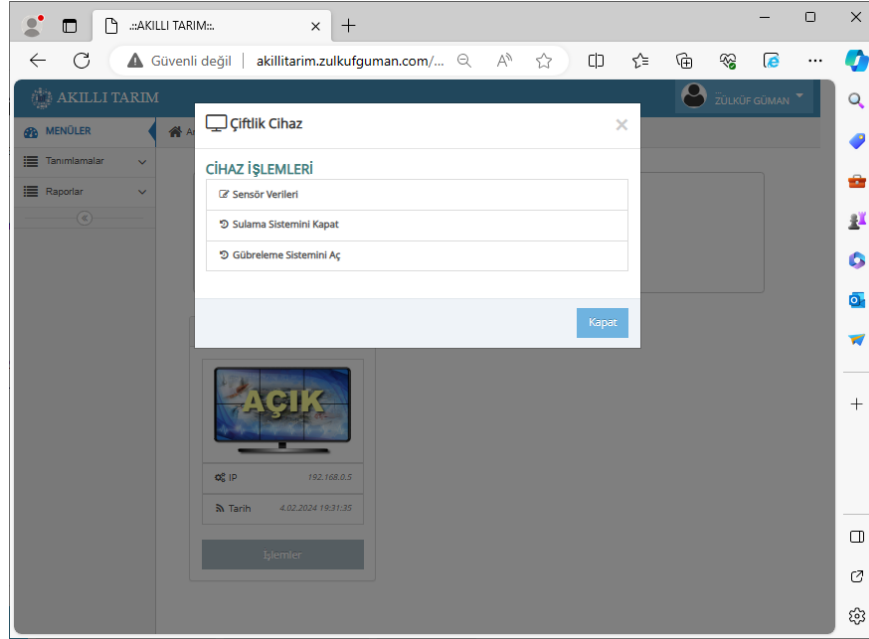


Şekil 4. Web sunucu yazılımı sisteme giriş ekranı görüntüsü



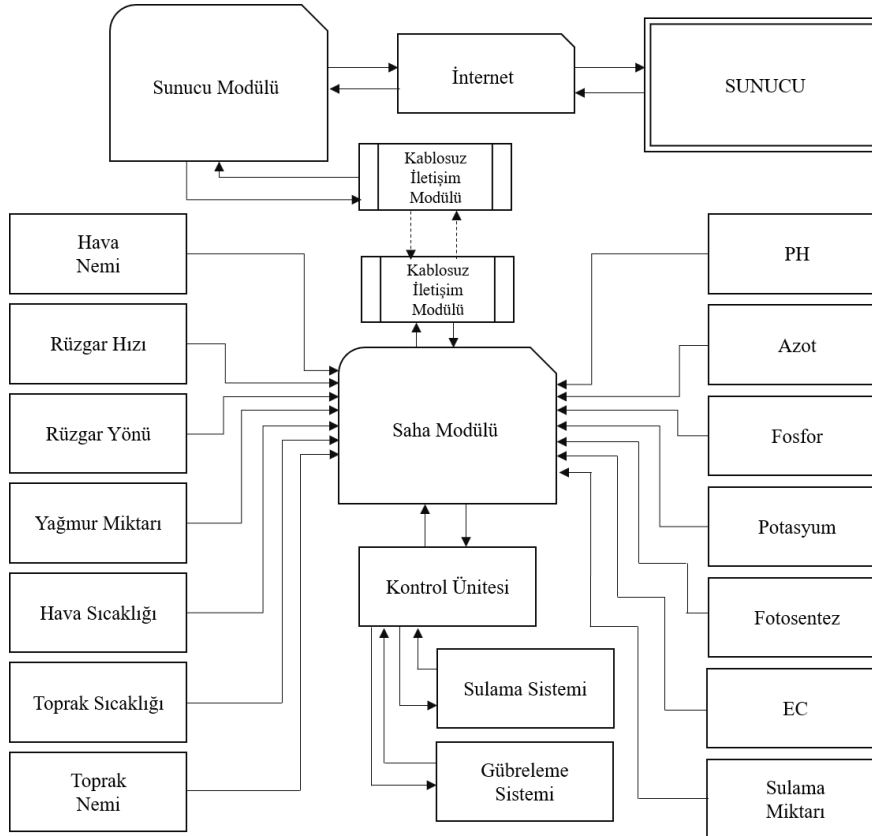
Şekil 5. Web sunucu yazılımı arazi sistem yönetim ekranı görüntüsü

Web sunucu yazılımı saha panelleri yönetim sayfası; sahada bulunan sistemler bu ekranda görülmektedir ve ilgili modülün yönetimi, alınan veriler ile gönderilecek görevler Şekil 5 ve Şekil 6'daki görsellerdeki ekrandan yapılmaktadır.



Şekil 6. Web sunucu yazılımı arazi sistemi görev gönderme ekranı görüntüsü

Bu çalışma kapsamında tasarlanan sistemin çalışma prensibi genel olarak Şekil 7'de ki blok diyagramda gösterilmiştir.



Şekil 7. Sistemin çalışma prensibini gösteren blok diyagramı

## Veri Seti

Bu çalışmada veri seti olarak; toprak yapısına göre ekilebilecek uygun ürün tahmini yapabilmek için açık erişimli olan Kaggle sitesinden alınan veri seti “Crop analysis and prediction” alınmıştır (Kaggle, 2023). Toprak yapısına uygun ve ekilmek istenilen ürün çeşidine uygun olacak gübre seçimi yapabilmek için açık erişimli Github sitesinden alınan “crop\_fertilizer\_prediction\_ML” veri seti kullanılmıştır (Github, 2023). Mahsul seçimi için kullanılan veri setine ait veri özellikleri ile örnek bir veri seti Çizelge 1’de ve uygun gübre seçimi için kullanılan veri setlerine ait özellikler ve örnek veri seti Çizelge 2’de gösterilmiştir.

**Çizelge 1.** Ürün tahmini için kullanılan veri seti örneği

| Özellik        | Birim             | Açıklama       | Örnek Veri |
|----------------|-------------------|----------------|------------|
| N              | mg/kg             | Azot           | 85         |
| P              | mg/kg             | Fosfor         | 58         |
| K              | mg/kg             | Potasyum       | 41         |
| Sıcaklık       | °C                | Sıcaklık       | 21.77      |
| Nem            | %                 | Nem            | 80.31      |
| PH             | pH                | pH             | 7.04       |
| Yağış Oranı    | mm/m <sup>2</sup> | Yağış miktarı  | 226.66     |
| Ürün Tavsiyesi | -                 | Ürün tavsiyesi | Pirinç     |

**Çizelge 2.** Gübre tahmini için kullanılan veri seti örneği

| Özellik         | Birim             | Açıklama        | Örnek Veri                               |
|-----------------|-------------------|-----------------|--|
| N               | mg/kg             | Azot            | 65                                       |
| P               | mg/kg             | Fosfor          | 50                                       |
| K               | mg/kg             | Potasyum        | 36                                       |
| Sıcaklık        | °C                | Sıcaklık        | 23.06                                    |
| Nem             | %                 | Nem             | 83.37                                    |
| PH              | pH                | pH              | 7.07                                     |
| Yağış Oranı     | mm/m <sup>2</sup> | Yağış miktarı   | 251.06                                   |
| Ürün İsmi       | -                 | Ürün            | Pirinç                                   |
| Gübre Tavsiyesi | -                 | Gübre Tavsiyesi | Düşük N: Üre Gübresi<br>Ekleyin (46-0-0) |

Bu çalışma kapsamında yapılan saha modülü ile tarım arazisinden gerçek zamanlı toplanan sensör verileri sunucu modülüne gönderilerek kayıt altına alınmış olup, alınan bu toprak özelliklerini gösteren veriler, veri özelliğinin birimlerini, açıklamalarını ve örnek bir veri setini içeren veri paketi Çizelge 3’te gösterilmiştir.

**Çizelge 3.** Tarım arazisinden alınan sensör verileri veri seti örneği

| Özellik          | Birim                 | Açıklama            | Örnek Veri |
|------------------|-----------------------|---------------------|------------|
| N                | mg/kg                 | Azot                | 62         |
| P                | mg/kg                 | Fosfor              | 10         |
| K                | mg/kg                 | Potasyum            | 70         |
| PH               | pH                    | pH                  | 6.85       |
| EC               | mS/cm                 | Elektrik iletkenlik | 2.32       |
| Fotosentez       | mol/m <sup>2</sup> /s | Fotosentez          | 10         |
| Sıcaklık         | °C                    | Sıcaklık            | 4.44       |
| Nem              | %                     | Hava nemi           | 40         |
| Toprak Nemi      | %                     | Toprak nemi         | 70         |
| Toprak Sıcaklığı | °C                    | Toprak sıcaklığı    | 6.13       |
| Rüzgâr Hızı      | kPh                   | Rüzgâr hızı         | 0.04       |
| Rüzgâr Yönü      | °C                    | Rüzgâr yönü         | 135        |
| Yağış Oranı      | mm/m <sup>2</sup>     | Yağış miktarı       | 0          |
| Sulama Miktarı   | l/min                 | Sulama miktarı      | 0          |

Makine öğrenmesi yöntemlerinde mahsul tahmini için kullanılan veri seti ile gübre tahmini için kullanılan veri setinde bulunan azot (N), fosfor (P), potasyum (K), sıcaklık, nem, pH ve yağış oranı değerlerinin veri seti içerisindeki ortalama değerleri hesaplanarak Çizelge 4’te gösterilmiştir.



Çizelge 4. Mahsul ve gübre tahmini veri seti özneliklerinin ortalama değerleri

| Özellik     | Birim             | Mahsul Veri Seti | Gübre Veri Seti |
|-------------|-------------------|------------------|-----------------|
| N           | mg/kg             | 50.55            | 49.66           |
| P           | mg/kg             | 43.36            | 43.60           |
| K           | mg/kg             | 48.15            | 49.38           |
| Sıcaklık    | °C                | 25.61            | 25.38           |
| Nem         | %                 | 71.48            | 71.37           |
| PH          | pH                | 6.47             | 6.47            |
| Yağış Oranı | mm/m <sup>2</sup> | 103.46           | 106.29          |

Bu çalışmada mahsul tahmini ve gübre tahmini yapabilmek için yedi farklı makine öğrenmesi algoritması kullanılmıştır. Bu algoritmalar şunlardır; Lojistik Regresyon, Support Vector Machines (SVM, Destek Vektör Makineleri), Decision Tree (KA, Karar Ağacı), k-Nearest Neighbor (k-NN, k-en Yakın Komşu), Naive Bayes, Random Forest (RF, Rastgele Orman) ve Gradient Boosting (Gradyan Arttırma)'tir.

## Makine Öğrenmesi Sınıflandırma Algoritmaları

### Logistic Regresyon (LR)

Lojistik Regresyon, bağımlı olan değişkenin bir veya birden fazla bağımsız değişken ile ilişkisini sayısal verilerle analiz edebilen etkili makine öğrenmesi yöntemlerinden biridir (Stoltzfus, 2011).

Lojistik regresyonda hedef bağımsız değişken değerini tahmin etmektir. Yani kategorilere ayrılmış birden fazla bağımsız değişken ile bağımlı olan değişkenin arasındaki ilişkiyi göstermektedir (Basu ve Pal, 2017; Arabameri ve ark., 2018).

### Support Vector Machine (SVM)

Destek vektör makineleri, veri seti sınıflandırmada ve problemlerin çözümünde yüksek performans göstermiş ve literatürde yerini almış makine öğrenmesi algoritmalarından birisidir (Ayhan ve Erdoğan, 2014; Wang, 2005). Verileri iki kategoriye ayırıp n boyutlu hiperdüzlem oluşturarak çalışırken iki katman halinde bir yapay sinir ağına sahip bir yapıdadır (Yakut, 2014).

Az sayıda eğitim veri seti ile farklı sınıflar arasında en iyi hiperdüzlemi bulmaya çalışmaktadır. Bu düzlem sınıflar arasındaki sınırları daha net hale getirir (Boser ve ark., 1992; Foody ve ark., 2007).

### k-Nearest Neighbor (k-NN)

K-En Yakın Komşu yöntemi hem regresyon hem de sınıflandırma yapmak amaçlı kullanılan en basit yöntemlerden biridir. K en yakın komşu sayısını parametre olarak ifade eder. Eğitim verileri ile sınıflandırılacak yeni veri noktasının en yakında bulunan komşuları girdi verisi ile veri kümesindeki tüm veri noktalarının mesafesinin hesaplanması sonucu bulunur. K değeri sınıflandırma sonucu ile doğru orantılıdır. Kısaca k değeri ne kadar büyükse sınıflandırma sonucu da o kadar iyidir diye yorumlanır (Harrison 2018, Brownlee 2016).

K-en yakın komşu algoritmasında veri setinde sınıfı belirsiz olan verilerin eğitim setindeki sınıfı belli olan verilerle karşılaştırılıp uzaklıkları hesaplanarak k tane yakın komşusu belirlenip buna göre sınıfı belirsiz verinin hangi sınıfa ait olduğu sınıfı belirlenmektedir. Performansı k değerinin seçimi ile doğru orantılıdır (Yıldırım ve ark., 2023).

### Decision Tree (Karar Ağacı-KA)

Karar ağacı algoritması büyük bir veri setini, kümeleme algoritmasını kullanarak verileri küçük gruplar halinde gruplandırmak için kullanılan bir yöntemdir. Karar ağacı da k-nn algoritması gibi hem regresyon hem de sınıflandırma için kullanılabilen yöntemlerdendir. En üstte bulunan hücre kök (root veya root node), kök hücrenin altındaki hücrelere de düğüm (interval nodes veya nodes), en altta bulunan

hücrelere ise yaprak (leaf nodes veya leaves) adı verilir. Bir karar ağacının düğüm sayısı ile doğru orantılı olarak karmaşıktır (Çetinkaya ve Horasan 2021).

### **Random Forest (Rastgele Orman-RF)**

Rastgele Orman topluluk öğrenme algoritmasıdır. Bu yöntemde hem sınıflandırma hem de regresyon için kullanılabilen algoritmalarındandır. Rastgele Orman yönteminin çalışma prensibi; birden çok karar ağacı üretmek veri setinde sınıflandırma yapar ve sınıflandırma değerini yükseltmeyi amaçlar. Bir arada bulunan bağımsız karar ağaçları arasından en yüksek puan alan değerini seçilmesine dayalı yöntemdir. Regresyon ise; yaprak düğümlerde az sayıda birim kalıncaya dek bölünme işlemi devam eder (Akar ve ark., 2012, Özdemir, 2018).

Denetimli sınıflandırma yöntemlerinden biri olan rastgele orman yöntemi birçok karar ağacını eğiterek sonuçta ortaya çıkan bütün ağaçların içerisinde çoğunlukta olan sınıfı döndüren bir topluluk algoritmasıdır (Lorena ve ark., 2019).

### **Naive Bayes**

Naive Bayes sınıflandırma ve tahmin için kullanılması basit bir denetimli bir öğrenme yöntemidir. “Bağımsız Özellik Modeli” ile çalışmaktadır. En önemli faydalarından biri, sınıflandırma için tahmin yapabilmek için az miktarda eğitim verisine ihtiyaç duymasıdır. Tahmin işlemi önceki deneyimlere dayalı olarak yapılır (Priya ve ark., 2018).

Algoritma bir verinin her durumda olasılığı hesaplanarak çıkan en yüksek değere göre sınıflandırma yapmaktadır. Bir sınıftaki verini diğer verilerle doğrudan ilişkisi olmadığı düşünülmektedir. Bir sınıfa ait verilerin birbiri arasında bağımlı olabileceği varsayılmaktadır (Rish, 2001).

### **GradientBoosting (Gradyan Artırma-GA)**

2001 yılında Friedman’ın ortaya çıkardığı Gradient Boosting algoritması rastgele orman algoritması gibi çekirdek karar ağacı algoritmasını kullanmaktadır. Bu sebeple de karar ağaçlarına benzer bir yapıda çalışmaktadır. Algoritmanın genel prensibi hatayı tahmin edip hatanın iyileştirilmesi yönündedir (Friedman, 2001; Alan ve ark., 2020). Artırma ifadesi daha iyi bir sonuç elde etmek için zayıf sonuç ağaçlarının bir arada toplandığı bir algoritma çeşididir (Xie ve ark., 2019).

Karar ağaçlarına benzer şekilde çalışan Gradyan artırma yöntemi, modelin doğruluk oranını artırmak için birçok düşük doğruluğa sahip veriyi bir araya getirir. Aşırı öğrenme sorununa çözüm olarak yeni bir ağaçtan gelen değeri doğrulamak için bir öğrenme oranı kullanmaktadır (Yoon, 2021).

### **Performans Metrikleri**

Makine öğrenmesi modellerinin performanslarını değerlendirmek için performans metrikleri kullanılır. Bu metrikler doğruluk, duyarlılık, özgünlük, kesinliktir ve denklemleri (1), (2), (3), (4)’te gösterildiği gibidir (Gültepe, 2021; Japkowicz, 2011).

Bu denklemlerde; DP (Doğru Pozitif) doğru şekilde sınıflandırılan mahsul ve gübre tahmin sayısını, DN (Doğru Negatif) doğru şekilde sınıflandırılan alt sınıf mahsul ve gübre tahmin sayısını, YP (Yanlış Pozitif) yanlış bir şekilde sınıflandırma yapılan alt sınıf mahsul ve gübre tahmin sayısını, YN (Yanlış Negatif) ise yine yanlış bir şekilde sınıflandırma yapılan mahsul ve gübre tahmin sayısını ifade etmektedir.

Doğruluk, doğru bir şekilde sınıflandırılan mahsul ve gübre verilerinin tüm veriler içindeki oranını hesaplayıp sınıflandırma yönteminin performansını hesaplar. Duyarlılık, doğru olarak sınıflandırılan alt sınıf mahsul ve gübre verilerinin tüm alt sınıf mahsul ve gübre verilerine oranını ifade eder. Kesinlik,

doğru şekilde sınıflandırılan mahsul ve gübre verilerinin doğru olarak sınıflandırılan tüm verilere oranını gösterir.  $F_1$  skor, duyarlılık ve kesinlik sonuçlarının harmonik ortalamasıdır.

$$\text{Doğruluk (Acc)} = \frac{DP + DN}{DP + YP + YN + DN} \quad (1)$$

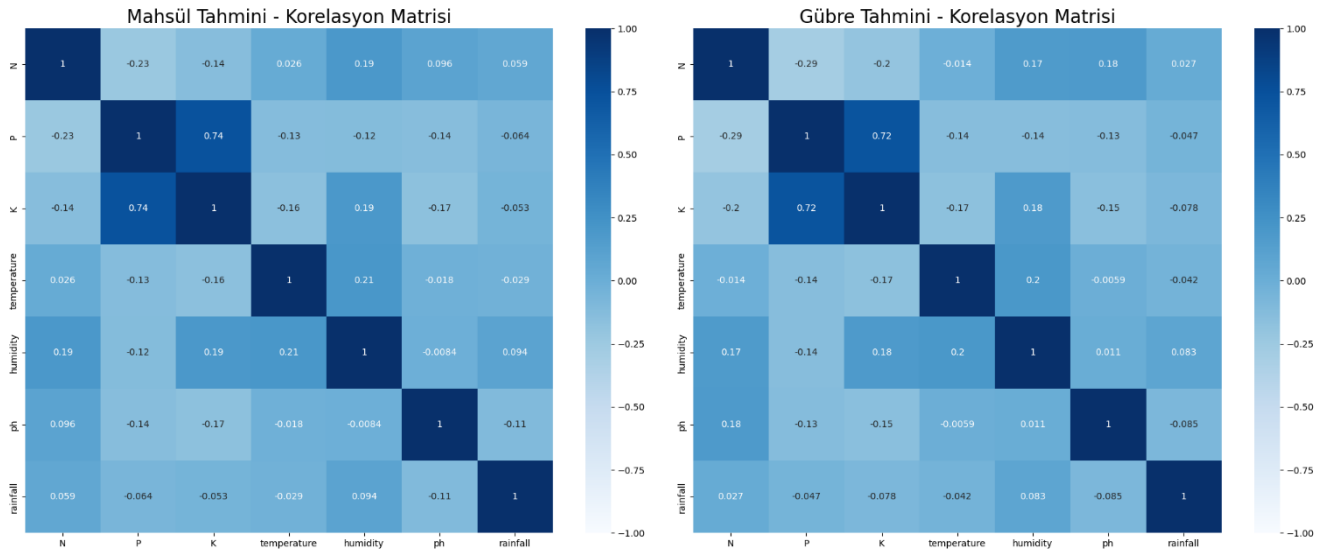
$$\text{Duyarlılık (Sen)} = \frac{DP}{DP + YN} \quad (2)$$

$$\text{Kesinlik (Pre)} = \frac{DP}{DP + YP} \quad (3)$$

$$F_1 = \frac{2*DP}{2*DP + YP + YN} \quad (4)$$

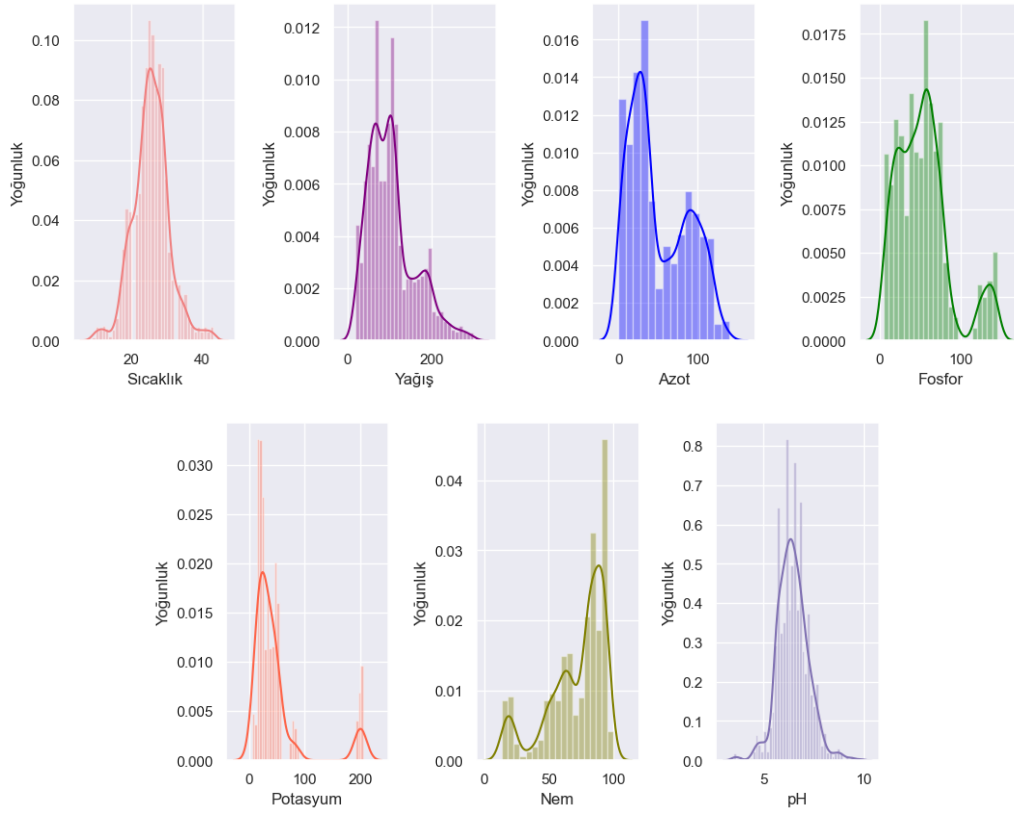
## BULGULAR VE TARTIŞMA

Veri setlerindeki özelliklerin birbirleri arasındaki ilişkileri belirlemek için korelasyon matrisleri oluşturulmuştur. Bu matriste değerler -1 ile +1 arasındadır. Pozitif korelasyon +1'e yakınlığı ile, negatif korelasyon da -1'e yakınlığı ile yorumlanır. Aralarında pozitif korelasyon olan özellikler birlikte artma eğilimi veya birlikte azalma eğilimlidirler, diğer taraftan aralarında negatif korelasyon olan değişkenler de biri artarken diğeri azalma eğilimindedirler. Bu çalışmadaki veri setleri ile oluşturulan korelasyon matrisleri Şekil 8'de gösterilmiştir. Korelasyon matrislerine bakılınca özelliklerin mahsul ve gübre tahminine yönelik bireysel katkısı olabileceği görülmektedir.

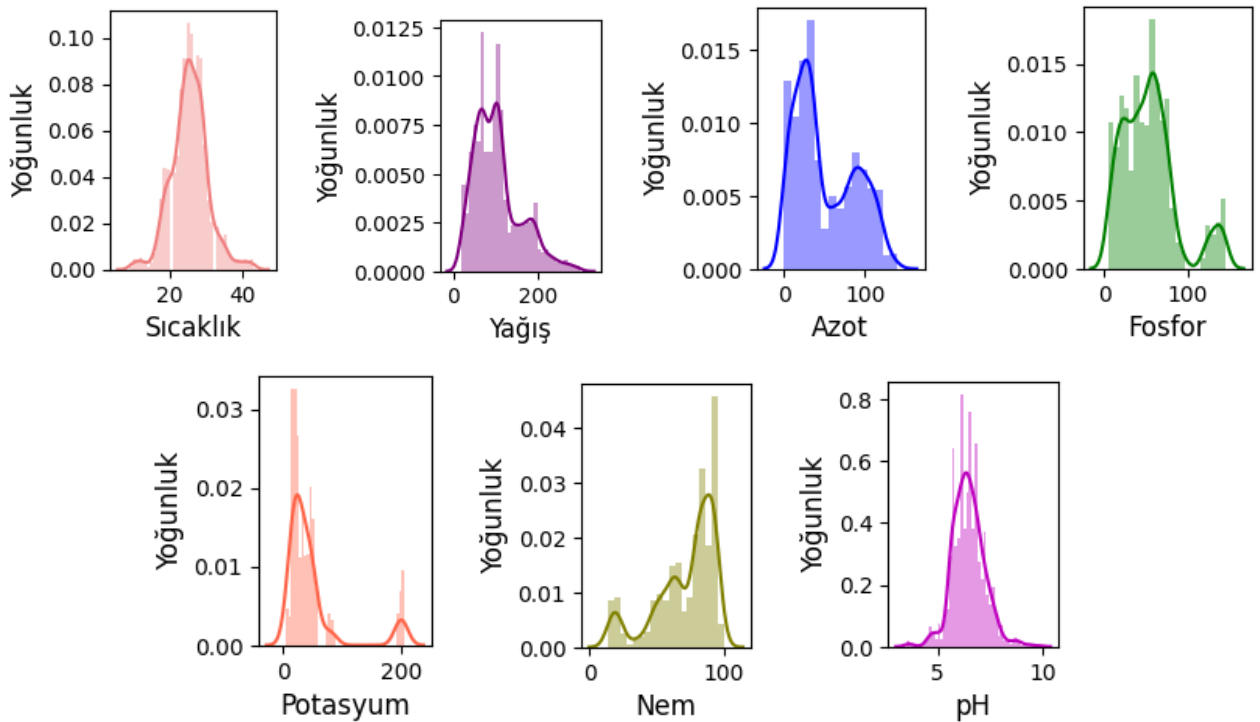


Şekil 8. Veri setlerindeki mahsul ve gübre öznitelikleri için korelasyon matrisleri

Şekil 9'da mahsul tahmini veri setinden bulunan özniteliklerin yoğunluk grafikleri ve Şekil 10'da ise gübre tahmini için kullanılan veri setinden bulunan özniteliklerin yoğunluk grafikleri gösterilmektedir.



Şekil 9. Mahsul tahmini veri setinde özniteliklerin yoğunluk grafikleri



Şekil 10. Gübre tahmini veri setinde özniteliklerin yoğunluk grafikleri

Mahsul ve gübre veri setlerinde sınıflandırma yapmak için kullanılan makine öğrenmesi algoritmaları modellerinin eğitilmeleri neticesinde elde edilen sonuç verilerine göre yöntemlerinin başarı sonuçları Çizelge 7 ile Çizelge 8’de gösterilmiştir.

**Çizelge 7.** Makine öğrenmesi yöntemlerinin mahsul tahmini için sınıflandırma başarı oranları

| Yöntem           | Doğruluk | Kesinlik | Duyarlılık | F <sub>1</sub> Skor |
|------------------|----------|----------|------------|---------------------|
| Lojistik         | 0.97     | 0.96     | 0.95       | 0.95                |
| SVM              | 0.98     | 0.98     | 0.98       | 0.98                |
| Karar Ağaçları   | 0.99     | 0.98     | 0.98       | 0.98                |
| k-NN             | 0.99     | 0.98     | 0.98       | 0.98                |
| Naive Bayes      | 0.99     | 0.99     | 0.99       | 0.99                |
| Rastgele Orman   | 0.91     | 0.87     | 0.89       | 0.86                |
| Gradyan Arttırma | 0.99     | 0.99     | 0.99       | 0.99                |

**Çizelge 8.** Makine öğrenmesi yöntemlerinin gübre tahmini için sınıflandırma başarıları

| Yöntem           | Doğruluk | Kesinlik | Duyarlılık | F <sub>1</sub> Skor |
|------------------|----------|----------|------------|---------------------|
| Lojistik         | 0.66     | 0.53     | 0.59       | 0.56                |
| SVM              | 0.66     | 0.48     | 0.65       | 0.55                |
| Karar Ağaçları   | 0.93     | 0.71     | 0.70       | 0.70                |
| K-NN             | 0.76     | 0.64     | 0.66       | 0.65                |
| Naive Bayes      | 0.80     | 0.68     | 0.70       | 0.68                |
| Rastgele Orman   | 0.61     | 0.48     | 0.61       | 0.51                |
| Gradyan Arttırma | 0.91     | 0.66     | 0.64       | 0.65                |

Mahsul tahmini veri setinde 22 sınıf (ürün çeşidi) ve gübre tahmini veri setinde ise 241 sınıf (gübre tavsiyesi) bulunmaktadır. Makine öğrenmesi algoritmaları arasından çalışma kapsamında oluşturulan modellerde başarı yüksek olan KA algoritması modeli kullanılmıştır. KA modeli kullanılarak eğitilen veri seti ile değerlendirme sonucunda makale kapsamında yapılan modüller vasıtasıyla tarım arazisinden alınan veriler arasından rastgele seçilen örnek verilere göre tahmin sorgulamaları sonucunda ekilmesi uygun mahsul tavsiyesi ve bu mahsule veya ekilmek istenilen başka bir mahsule uygun gübre tavsiyesi Çizelge 9’da gösterilmiştir.

**Çizelge 9.** Makine öğrenmesi yöntemleri sonucu mahsul ve gübre tahminleri

| N  | P  | K  | Sıcaklık | Nem | PH   | Yağış Oranı | Mahsul Tavsiyesi | Gübre Tavsiyesi   |
|----|----|----|----------|-----|------|-------------|------------------|---|
| 90 | 40 | 40 | 20       | 80  | 7    | 200         | Pirinç           | Düşük K: Potasyum Hidrojen Florür ekleyin   |
| 68 | 13 | 76 | 15       | 80  | 6.7  | 105         | Nar              | Yüksek N-P, Düşük K: Toprağın üstüne malç ekleyin, Konsantre Süperfosfat (CSP) ekleyin, K açısından zengin besinler eklemeyin |
| 67 | 12 | 75 | 6.81     | 97  | 6.75 | 97          | Papaya           | Düşük N: Üre Gübresi Ekleyin (46-0-0)   |
| 20 | 5  | 25 | 13       | 75  | 5.05 | 35          | Güve Fasulyesi   | Düşük N-P-K: N-Primer Azot Takviyesi, Süperfosfat (OSP), Potasyum Tetraflorborat ekleyin                                      |
| 20 | 5  | 25 | 13       | 75  | 5.05 | 35          | Pirinç           | Düşük N-P-K: Üre, Amonyum Polifosfat (APP), Potasyum Tetraflorborat ekleyin   |

## SONUÇ

Bu çalışmada, toprakta bulunan özniteliklere göre ekilebilecek en uygun mahsul tahmini ve ekilecek mahsule uygun gübre tahmini yapabilmek için makine öğrenmesi algoritmalarının performansları karşılaştırılmıştır. Çalışma kapsamında yapılan donanımsal sistemler yardımı ile tarım arazisinden elde edilen toprak özellikleri değerlendirilerek mahsul ve gübre tavsiyesi sonucu elde edilmiştir.

Bu çalışmada tarımda verimliliği arttırmak ve maliyetleri azaltmak amacıyla nesnelerin interneti ile tarım arazisinden sensörler vasıtasıyla alınan veriler makine öğrenmesi yöntemleri kullanılarak sınıflandırılmıştır. Çoklu Sınıflandırma (multi-class classification) metodu kullanılan bu çalışmada arazi için en uygun ürün ve kullanılması uygun olacak rasyonel gübre tahmin edilmiştir. Sınıflandırma için veri seti %75’i eğitim ve %25’i test verisi olacak şekilde ayrılmıştır. Makine öğrenmesi algoritmalarından SVM, KA, RO, GA, K-NN, LR ve NB olmak üzere 7 farklı sınıflandırma algoritması kullanılarak sonuçlar karışıklık matris ile değerlendirilmiştir. Çalışma sonunda algoritmaların

sınıflandırma performanslarına bakıldığında ürün tahmini için KA, K-NN, NB ve GB algoritmaları ile %99 olarak en yüksek doğruluk oranı elde edilmiştir. Aynı algoritmalar kullanılarak gübre tahmini için oluşturulan modellerin performansları analiz edildiğinde KA algoritmasıyla %93 olarak en yüksek doğruluk oranı elde edilmiş, en düşük doğruluk oranı ise %61 olarak RO algoritmasıyla alındığı olduğu görülmüştür.

Değerlendirme sonuçlarına bakınca çalışma kapsamında oluşturulan modellerin büyük oranda başarılı bir şekilde sınıflandırma yaptığı görülmektedir. Akıllı tarım konusunda yapılan diğer çalışmalar incelendiğinde bu çalışma kapsamında tasarlanan modellerin başarı oranları genel olarak daha yüksek sonuç vermiştir. Ayrıca bu çalışmayı diğer çalışmalardan ayıran bir özellikte hem ürün hem de mahsul tahmini yapabilmek için farklı iki veri seti kullanılıp ayrı ayrı eğitilen modeller ile gerçek ortamdan alınan verilerin test edilmesidir (Özer ve ark., 2022; Yenikaya ve ark., 2022).

Saha ve sunucu cihazları arasında iletişimi sağlamak için kullanılan LoRa sensörleri kullanılırken iki modül arasında iki yönlü veri aktarımı sağlanmış ve veri yapısı olarak yığın bellek yapısı kullanılmıştır. Veri aktarımında gönderilen ve alınan veri boyutları iki modülde de ayrı ayrı incelenmiş ve iki cihaz arasında (yaklaşık 4-5 km mesafe) veri iletiminde kayıp görülmemiştir.

Bu çalışma kapsamında yapılan donanımsal cihazlar ve değerlendirmeler sonucunda, tarım arazisine ekilmeye en uygun ürün ile bu ürüne uygun gübre tavsiyesi almak tarımsal faaliyetler öncesinde faydalı olacaktır. Yukarıdaki yöntemler sonucunda bu çalışmalarda da uygun mahsul ve gübre tahmini gerçekleştirilmiş olup, tarım ile ilgili kişilerin arazi hakkında daha nitelikli verilere sahip olması da sağlanmıştır. Çalışmada tasarlanan cihazlar, cihaz yazılımları ve sistem yönetim yazılımları bu çalışmayı öne çıkarmaktadır.

Gelecekte saha modüllerinin sayısı artırılarak daha geniş tarım arazileri kontrol edilerek kaynaklardan daha fazla tasarruf etme oranı artabilecektir.

Daha sonraki çalışmalarda yeni algoritmalar aynı çatı üstünde denenebilecektir. Ayrıca haberleşme verimliliği değişen LoRa ve anten parametreleri ile değerlendirerek çalışmayı farklı bir düzeyde sunmak mümkün olacaktır. Yine frekans çeşitliliğinin haberleşme üzerindeki etkisi de irdelenebilecektir.

### Çıkar Çatışması

Makale yazarları arasında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

### Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

### KAYNAKLAR

- Abdullah, A. L. A. N., & KARABATAK, M. (2020). Veri seti-sınıflandırma ilişkisinde performansa etki eden faktörlerin değerlendirilmesi. *Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 32(2), 531-540.
- Ağızan, K., Bayramoğlu, Z., & Ağızan, S. (2022). Akıllı Tarım Teknolojilerinin Tarımsal İşletme Yöneticiliğine Sunduğu Avantajlar. *Turkish Journal of Agriculture-Food Science and Technology*, 10(9), 1697-1706.
- Arabameri, A., Pradhan, B., & Rezaei, K. (2019). CBS'de kesinlik faktörü ve rastgele orman modelleri ile entegre coğrafi ağırlıklı regresyon kullanarak oyuntu erozyonu bölgelendirme haritalaması. *Çevre yönetimi dergisi*, 232, 928-942.

- Atalay, M., & Çelik, E. (2017). Büyük veri analizinde yapay zekâ ve makine öğrenmesi uygulamaları artificial intelligence and machine learning applications in big data analysis. *Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Dergisi*, 9(22), 155-172.
- Aydın, A., Usanmaz, B., & Göktaş, Y. (2021). Nesnelerin interneti'nin eğitimde kullanıldığı alanlar ve bu alanlara etkileri. *Yükseköğretim ve Bilim Dergisi*, 11(2), 425-436.
- Ayhan, S., & Erdoğan, Ş. (2014). Destek vektör makineleriyle sınıflandırma problemlerinin çözümü için çekirdek fonksiyonu seçimi. *Eskişehir Osmangazi Üniversitesi İktisadi ve İdari Bilimler Dergisi*, 9(1), 175-201.
- Basu, T., & Pal, S. (2018). Identification of landslide susceptibility zones in Gish River basin, West Bengal, India. *Georisk: Assessment and Management of Risk for Engineered Systems and Geohazards*, 12(1), 14-28.
- Bayrakçı, H. C., Çiçekdemir, R. S., & Özkahraman, M. (2021). Tarım Arazilerinde Harcanan Su Miktarını Yapay Zekâ Teknikleri Kullanarak Belirlenmesi. *Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 9(6), 237-250.
- Baz, F. Ç. (2022). Cloud Systems Used in Smart Agriculture, the Internet of Things and Uses of Other Technologies and a Smart Agriculture Architectural Proposal. *Turkish Journal of Agriculture-Food Science and Technology*, 10(6), 1066-1071.
- Biçakçı, S. N. (2019). Nesnelerin interneti. *Takvim-i vekayi*, 7(1), 24-36.
- Boser, B. E., Guyon, I. M., & Vapnik, V. N. (1992, July). A training algorithm for optimal margin classifiers. In *Proceedings of the fifth annual workshop on Computational learning theory* (pp. 144-152).
- Brownlee, J. (2016). K Nearest Neighbors for Machine Learning. Retrieved March 23, 2020,
- Çakmakçı, M. F., & Cakmakçı, R. (2023). Uzaktan Algılama, Yapay Zekâ ve Geleceğin Akıllı Tarım Teknolojisi Trendleri. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, (52), 234-246.
- Çetinkaya, Z., & Horasan, F. (2021). Decision trees in large data sets. *International Journal of Engineering Research and Development*, 13(1), 140-151.
- Duman, E. (2022). Akıllı Tarımda LoRa Haberleşmesinin Rolü, Uygulama Alanları, Bir Mimari Önerisi ve Performans Analizi. *Artificial Intelligence Studies*, 5(2), 56-70.
- Erdal, E., & Ergüzen, A. (2020). Nesnelerin İnterneti (IoT). *International Journal of Engineering Research and Development*, 12(3), 24-34
- Foody, G. M., Boyd, D. S., & Sanchez-Hernandez, C. (2007). Mapping a specific class with an ensemble of classifiers. *International Journal of Remote Sensing*, 28(8), 1733-1746.
- Friedman, J. H. (2001). Greedy function approximation: a gradient boosting machine. *Annals of statistics*, 1189-1232.
- Github, 2023 Mahsul Gübre Tahmini ML, Erişim adresi: [https://github.com/vinubhat092/crop\\_fertilizer\\_prediction\\_ML](https://github.com/vinubhat092/crop_fertilizer_prediction_ML) (Erişim Tarihi: 08.02.2024).
- Gültepe, Y. (2021). Performance of lung cancer prediction methods using different classification algorithms. *CMC\_Computers Materials & Continua*, 67(2), 2015-2028.
- Harrison, O. (2018). Machine Learning Basics with the KNearest Neighbors Algorithm. Retrieved March 23, 2020
- Japkowicz, N. (2011). Performance evaluation for learning algorithms. *Cambridge University Press, Cambridge* 2011.
- Kaggle, 2023 Mahsul Analizi ve Tahmini, Erişim adresi: <https://www.kaggle.com/code/theeyeschico/crop-analysis-and-prediction/input> (Erişim Tarihi: 08.02.2024)

- Lorena, A. C., Jacintho, L. F., Siqueira, M. F., De Giovanni, R., Lohmann, L. G., De Carvalho, A. C., & Yamamoto, M. (2011). Comparing machine learning classifiers in potential distribution modelling. *Expert Systems with Applications*, 38(5), 5268-5275.
- Orhan, Y., & Türker, T. (2023). Akıllı Tarım Uygulamaları için Histogram ve Makine Öğrenimi Kullanan Bitki Sınıflandırma Yöntemi. *Acta Infologica*, 7(1), 17-28.
- Özdemir, S. (2018). Random Forest Yöntemi kullanılarak potansiyel dağılım modellemesi ve haritalaması: Yukarıgökdere Yöresi örneği. *Turkish Journal of Forestry*, 19(1), 51-56.
- Özer B, Kuş S & Yıldız O. (2022). Veri Madenciliği Yöntemleri İle Tarımsal Veri Analizi: Bir Akıllı Tarım Sistemi Önerisi. *Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi*, 10(4), 1417-1429.
- Özlem, A. K. A. R., & Güngör, O. (2012). Rastgele orman algoritması kullanılarak çok bantlı görüntülerin sınıflandırılması. *Jeodezi ve Jeoinformasyon Dergisi*, (106), 139-146.
- Priya, R., Ramesh, D., & Khosla, E. (2018, September). Crop prediction on the region belts of India: a Naïve Bayes MapReduce precision agricultural model. In 2018 international conference on advances in computing, communications and informatics (ICACCI) (pp. 99-104). IEEE.
- Rish, I. (2001). An empirical study of the naive Bayes classifier. In IJCAI 2001 workshop on empirical methods in artificial intelligence (Vol. 3, No. 22, pp. 41-46).
- Stoltzfus, J. C. (2011). Logistic regression: a brief primer. *Academic emergency medicine*, 18(10), 1099-1104.
- Xie, Y., & Peng, M. (2019). Forest fire forecasting using ensemble learning approaches. *Neural Computing and Applications*, 31, 4541-4550. <https://doi.org/10.1007/s00521-018-3515-0>.
- Yakut, Y. B. E. T. Y., YAKUT, E., & Yavuz, S. (2014). Yapay Sinir Ağları ve Destek Vektör Makineleri Yöntemleriyle Borsa Endeksi Tahmini. *Süleyman Demirel Üniversitesi İktisadi ve İdari Bilimler Fakültesi Dergisi*, 19(1), 139-157.
- Yenikaya, M. A., Güvenoğlu, E., & Kondakci, S. (2022). Nesnelerin İnterneti (IoT) Tabanlı Akıllı Sulama ve Gübreleme Sistemi. *Türkiye Bilişim Vakfı Bilgisayar Bilimleri ve Mühendisliği Dergisi*, 15(1), 14-23.
- Yıldırım, O., Gunay, F. B., & Yağanoğlu, M. (2023). Makine Öğrenmesi Yöntemleriyle Orman Yangını Tahmini. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 13(3), 1468-1481.
- Yoon, J. (2021). Forecasting of real GDP growth using machine learning models: Gradient boosting and random forest approach. *Computational Economics*, 57(1), 247-265.



**Atıf İçin:** Yücesoy, E. (2024). Konuşmacıları Kadın, Erkek ve Çocuk Olarak Sınıflandırmada Veri Artırmanın Performansa Etkisi. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 974-987.

**To Cite:** Yücesoy, E. (2024). Effect of Data Augmentation on Performance in Classifying Speakers as Female, Male and Child. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 974-987.

## Konuşmacıları Kadın, Erkek ve Çocuk Olarak Sınıflandırmada Veri Artırmanın Performansa Etkisi

Ergün YÜCESOY<sup>1</sup>

### **Öne Çıkanlar:**

- Derin öğrenme ile yaş ve cinsiyet tanıma
- Veri artırma yöntemlerinin karşılaştırılması
- Veri artırma ile performans artışı

### **Anahtar Kelimeler:**

- Yaş ve cinsiyet Tanıma
- Evrişimli sinir ağları
- Veri artırma
- Perde kaydırma
- Zaman uzatma
- Gürültü ekleme

### **ÖZET:**

Derin öğrenme alanındaki gelişmeler daha doğru sınıflandırıcıların oluşturulmasına olanak sağlamıştır. Ancak yüksek genelleme yeteneğine sahip derin öğrenme modellerinin oluşturulabilmesi için büyük miktarda etiketli veri kümelerine ihtiyaç duyulmaktadır. Veri artırma bu ihtiyacın karşılanmasında yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Bu çalışmada konuşmacıların yaş ve cinsiyetlerine göre sınıflandırılmasında farklı veri artırma yöntemlerinin sınıflandırma performansı üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Çalışmada yetişkin konuşmacılar erkek ve kadın olarak, çocuklar ise cinsiyet ayrımı yapılmadan tek bir sınıf olarak değerlendirilmiş ve toplamda üç (kadın, erkek ve çocuk) sınıflı bir sınıflandırma gerçekleştirilmiştir. Bu amaç doğrultusunda gürültü ekleme, zaman uzatma ve perde kaydırma olmak üzere üç veri artırma yöntemi farklı kombinasyonlarda kullanılarak yedi farklı model oluşturulmuş ve her birinin performans ölçümleri yapılmıştır. aGender veri kümesinden rastgele seçilen 5760 konuşma verisi ile geliştirilen bu modeller arasında en yüksek performans artışı üç veri artırma yönteminin birlikte kullanıldığı modelle sağlanmıştır. Bu model sınıflandırma doğruluğunu %84.583'den % 87.523'e çıkararak %3'e yakın performans artışı sağlarken veri artırmanın kullanıldığı diğer modellerde de %1 ile %2.3 arasında performans artışı sağlanmıştır.

## Effect of Data Augmentation on Performance in Classifying Speakers as Female, Male, and Child

### **Highlights:**

- Age and gender recognition with Deep Learning
- Comparison of data augmentation methods
- Performance improvement with data augmentation

### **Keywords:**

- Age and gender recognition
- Convolutional neural networks
- Data augmentation
- Pitch shift
- Time stretching
- Noise addition

### **ABSTRACT:**

Developments in the field of deep learning have enabled the creation of more accurate classifiers. However, large amounts of labeled datasets are needed to create deep learning models with high generalization ability. Data augmentation is a widely used method to address the need for more data. This study investigates the effects of different data augmentation methods on the classification performance of speakers based on their age and gender. In this study, adult speakers are classified as male or female, while children are classified as a single group without gender discrimination, resulting in a total of three classes (female, male, and child). For this purpose, seven different models are created using combinations of three data augmentation methods: noise addition, time stretching, and pitch shifting. The performance of each model is then evaluated. Among these models, which were developed with 5760 speech data randomly selected from the aGender dataset, the highest performance increase is achieved with the model where three data augmentation methods are used together. This model increases the classification accuracy from 84.583% to 87.523%, providing a performance increase of nearly 3%, while other models using data augmentation provide a performance increase of 1% to 2.3%.

<sup>1</sup> Ergün YÜCESOY ([Orcid ID: 0000-0003-1707-384X](https://orcid.org/0000-0003-1707-384X)) Ordu Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Elektronik ve Otomasyon Bölümü, Ordu, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Ergün YÜCESOY, e-mail: yucesoye@odu.edu.tr

## GİRİŞ

İnsanlar iletişim kurduğu kişinin yaşına ve cinsiyetine bağlı olarak davranışlarını uyarlamaya alışkındır. Benzer şekilde, bir sistem, bu bağlamsal bilgileri karar verme süreçlerine dahil ederek kullanıcılarına daha uygun yanıtlar sağlayabilir (Lingenfelser ve ark., 2010). Konuşma sinyalinden konuşmacının yaş ve cinsiyetinin belirlenmesi gerçek hayatta önemli uygulamaları olan oldukça zorlu bir görevdir. Konuşmacı segmentasyonu, konuşmacı tanıma, insan-bilgisayar etkileşimi (HCI), oyun ve mobil uygulamalar, müşteri hizmetleri uygulamaları, etkileşimli akıllı sesli asistanlar, güvenlik sistemleri ve sesli yanıt sistemleri bu uygulamalardan bazılarıdır (Tursunov ve ark., 2021; Mavaddati, 2024; Sánchez-Hevia ve ark., 2022; Kwasny & Hemmerling, 2021).

Literatürde bulunan yaş ve cinsiyet sınıflandırma sistemlerinin çoğu yetişkinler için tasarlanmıştır. Ancak çocukların yer aldığı birçok senaryo için yetişkin ile çocuk konuşmaları arasında ayrımın yapılması gerekmektedir. Çocukların konuşmasının akustik ve dilsel özelliklerinin yetişkinlerin konuşmasından oldukça farklı olduğu iyi bilinmektedir. Örneğin; çocukların konuşması, yetişkinlerin konuşmasına göre daha yüksek perde ve formant frekanslarıyla karakterize edilir. Ayrıca, çocuğun büyümesi sırasında meydana gelen anatomik ve fizyolojik değişiklikler nedeniyle çocukların konuşma özellikleri, yaşın bir fonksiyonu olarak hızla değişir ve yaşla birlikte çocuklar artikülasyonda daha yetenekli hale gelir. Yetişkinler için geliştirilen bir ASR sisteminin performansının, çocukların konuşmasını tanımak için kullanıldığında büyük ölçüde azalmasının nedeni budur. Ayrıca çocukların konuşması üzerine eğitilmiş bir tanıma sistemi kullanıldığında bile sistemin çocuklar için performansı genellikle yetişkinlerinkinden daha düşüktür (Potamianos ve Narayanan, 2003; Gerosa ve ark., 2005).

Konuşmacının yaş ve cinsiyet gibi dil dışı (paralinguistik) içeriklerinin tanınmasına yönelik geçmişten günümüze pek çok çalışma yapılmıştır. Daha önceki yıllarda genel olarak konuşma sinyalinden elde edilen Mel-frekans kepsral katsayıları (MFCC) ve algısal doğrusal tahmin (PLP) gibi bazı akustik parametrelerin ortalamasının alınarak destek vektörü gibi algoritmalar ile sınıflandırıldığı çalışmalar yapılmıştır (Mahmoodi ve ark., 2011). Daha sonra değişken uzunluktaki ifadelerin sabit boyutlu bir gömme vektörüne (embedding vector) yerleştirilerek bu vektörün olasılıksal doğrusal diskriminant analizi (PLDA) gibi bir sınıflandırıcı ile sınıflandırılması fikrine dayanan bir yaklaşım ortaya çıkmıştır (Dehak ve ark., 2011; Li ve ark., 2013). Son yıllarda ise konuşmaya dayalı tanıma sistemlerinin de dahil olduğu birçok alanda derin öğrenme yaklaşımları ana akım olarak kullanılmaya başlanmıştır (Chai ve ark., 2021). Jasuja ve ark. (2020) tarafından yapılan çalışmada konuşmacının cinsiyetini tespit etmek için çok katmanlı algılayıcı (MLP) tabanlı bir derin öğrenme modeli önerilmiştir. Çalışmada, önerilen model farklı parametrelerle eğitilmiş ve test veri seti üzerinde %96 doğruluk ile sınıflandırma gerçekleştirilmiştir. Uddin ve ark. (2020) tarafından yapılan çalışmada ise ön işleme ile gürültüsüz düzgün veriler elde edilerek çok katmanlı bir mimari ile özellikler çıkarılmıştır. TIMIT, RAVDESS ve BGC olmak üzere üç farklı veri seti üzerinde yapılan deneylerde k-en yakın komşuluk sınıflandırıcısı (KNN) ile TIMIT veri kümesi üzerinde %96,8 cinsiyet tanıma doğruluğu elde edilmiştir. Diğer bir çalışmada ise bir ses veri setinden cinsiyet tahmini için Daha Derin Uzun Kısa Süreli Bellek (LSTM) Ağları yapısına dayalı bir yöntem önerilmiş ve bu yöntem kullanılarak %98,4 doğruluk ile cinsiyet tespiti yapılmıştır (Ertam, 2019).

Ancak bu çalışmaların hiçbirinde çocuk konuşmacılar kullanılmamıştır. Levitan ve ark. (2016) tarafından yapılan çalışmada temel frekans, enerji, ses kalitesi ve MFCC öznitelikleri kullanılarak lojistik regresyon, doğrusal regresyon, rastgele orman ve AdaBoost olmak üzere dört model geliştirilmiştir. Yapılan testlerde rastgele orman modeli konuşmacıları çocuk, erkek ve kadın olarak %85 doğruluk ile sınıflandırarak en başarılı model olmuştur. Üç sınıflı sınıflandırmanın

gerçekleştirildiği bir diğer çalışmada ise akustik çerçeve tabanlı özellikler ile ifadeye dayalı akustik, prosodik ve ses kalitesi özellikleri birlikte kullanılmıştır (Kockmann ve ark., 2010). İlgili çalışmada modelleme, Gauss Karışım Modellerine (GMM) ve Destek Vektör Makinelerine (SVM) ve ardından doğrusal Gauss arka uçlarına ve lojistik regresyon temelli füzyona dayalı olarak yapılmıştır. Çalışmada birkaç alt sistemin kombinasyonu ile üç sınıflı cinsiyet sınıflandırma kategorisinde %81.82 başarı sağlanmıştır. Yücesoy ve Nabiye (2016) tarafından yapılan benzer bir çalışmada ise konuşmacıları yaş ve cinsiyetlerine göre sınıflandırmak için üç alt sistemin (GMM, SV, GMM-SV temelli SVM) birleşimine dayalı yeni bir model önerilmiştir. Kısa süreli telefon konuşmalarından elde edilen prosodik ve spektral öznitelikler kullanılarak geliştirilen bu modelin üç sınıflı cinsiyet sınıflandırma başarısı %90.39 olarak rapor edilmiştir. Vlaj ve Zgank (2022) tarafından yapılan çalışmada ise akıllı ev ortamında insan-bilgisayar etkileşimi için iki aşamalı bir yaş ve cinsiyet sınıflandırma sistemi önerilmiştir. Çalışmada yüksek karmaşıklıkta özellik çıkarım yöntemleri kullanılmadan akustik sınıflandırma amaçlanmıştır. İlk aşamada GMM'lere dayalı bir sınıflandırma yapılarak her çerçevenin ilgili sınıflara ait olma olasılıkları hesaplanmıştır. Daha sonra bu olasılıklara göre her sınıfa ait kare sayısı sayılmış ve fark dörtten az ise ikinci aşamaya geçilmiştir. İkinci aşamada ise normalize edilmiş perde değerlerinin sayısı ve bu değerlerin toplamına göre sınıflandırma yapılmıştır. Son aşamada ise çoğunluk oylamasına göre konuşmacının sınıfı belirlenmiştir. TIDIGITS veri kümesi kullanılarak yapılan testlerde önerilen modelin sınıflandırma başarısı %92.25 olarak ölçülmüştür.

Derin öğrenme yaklaşımları, ham girdi verilerinden ayırt edici özellikleri otomatik olarak öğrenerek en zorlu sorunları yüksek doğrulukla çözebilmektedir. Bununla birlikte derin öğrenme modelleri, karmaşık kalıpları öğrenebilmek için büyük miktarda eğitim verisine ihtiyaç duyarlar ve veri kalitesi, modelin doğruluğunu doğrudan etkiler (Sarker, 2021). Ancak model eğitimi için her zaman yeterli miktarda veri bulunmayabilir. Bu durumda mevcut veriler üzerinde çeşitli veri artırma yöntemleri kullanılarak veri kümesi genişletilir ve model eğitimi bu verilerle gerçekleştirilir. Ses verilerinin artırılması için kullanılan çeşitli yöntemler vardır. Bu çalışmada gürültü ekleme, perde kaydırma ve zaman uzatma olmak üzere üç farklı veri artırma yönteminin yaş ve cinsiyet tanıma performansı üzerindeki etkileri incelenmiştir. Her bir yöntem önce ayrı ayrı daha sonra ise farklı kombinasyonlarda kullanılarak yaş ve cinsiyet sınıflandırma görevi için en iyi performansa sahip model belirlenmiştir. Literatürde yaş ve cinsiyet sınıflandırma görevine yönelik olarak veri artırma yöntemlerinin ayrı ayrı ele alındığı ve performanslarının karşılaştırıldığı benzer bir çalışmaya rastlanmamıştır. Çalışmanın bu yönüyle literatüre katkı sağlayacağı değerlendirilmiştir.

## MATERYAL VE METOT

### aGender Veri Kümesi

Çalışmada önerilen yaş ve cinsiyet sınıflandırma modelinin geliştirilmesinde aGender veri kümesi kullanılmıştır. aGender, 954 ücretli katılımcı tarafından kamuya açık telefon hatları üzerinden seslendirilen toplam 47 saatlik kayıtlı ve serbest metin kayıtlarından oluşmaktadır. Veri kümesindeki erkek ve kadın katılımcıların dört yaş grubuna göre dağılımı eşit olup, çocuklarda cinsiyet ayrımı yapılmamıştır. Metin içerikleri, otomatik ses hizmetlerine özgü olacak şekilde tasarlanmış ve çoğunlukla kısa komutlardan, tek sözcüklerden ve sayılardan oluşturulmuştur. Veri kümesindeki her bir kayıt çocuk, genç kadınlar, genç erkekler, olgun kadınlar, olgun erkekler, yaşlı kadınlar ve yaşlı erkekler olmak üzere yedi kategoriden birisiyle etiketlenmiştir. Toplam 65364 kayıttan oluşan veri kümesinde ortalama kayıt uzunluğu 2.58 saniye olup uzunluğu 1 saniyeden kısa kayıtlar da vardır. Ancak konuşmaya dayalı birçok tanıma sisteminde belirli uzunluktaki konuşma verileri kullanılmaktadır. Bu süre için bir standart olmamakla birlikte model eğitimleri için genellikle 3 - 5

saniye uzunluğundaki konuşma verileri kullanılmaktadır. Bu çalışmada kullanılan veriler için bir alt sınır belirlenmiş ve uzunluğu 3 saniyeden kısa olan kayıtlar veri kümesinden çıkarılmıştır. Veri kümesine bir diğer sınırlama da kayıtların dağılımı ile ilgili olarak getirilmiş ve her sınıftan (erkek, kadın ve çocuk) eşit sayıda kayıt olacak şekilde veri kümesi yeniden düzenlenmiştir. Oluşturulan veri kümesinin detayları Çizelge 1’de verilmiş olup önerilen sınıflandırma modelinin geliştirilmesinde bu veri kümesi kullanılmıştır.

**Çizelge 1.** Çalışmada kullanılan veri kümesi

| Sınıf Etiketleri | Yaş Aralıkları (Yıl) | Kayıt Sayısı |
|------------------|----------------------|--------------|
| Çocuk            | 7-14                 | 1920         |
| Erkek            | 15-80                | 1920         |
| Kadın            | 15-80                | 1920         |

### Log-mel Spectrogram

Bu çalışmada konuşmacıların yaş ve cinsiyet sınıflarının belirlenmesinde konuşma sinyallerinden çıkarılan log-mel spectrogram öznelikleri kullanılmıştır. Log-mel spectrogram, logaritmik bir ölçek kullanarak konuşma sinyalinin frekans bileşenlerinin zaman içinde nasıl değiştiğinin görsel bir temsili sağlar (Zhang ve ark., 2019). İlk olarak konuşma sinyalinin kısa süreli bölümleri üzerinde kısa süreli Fourier dönüşümü (STFT) uygulanarak konuşmanın spektrogramı elde edilir. Daha sonra Mel ölçeğine göre tasarlanmış bir filtre bankası kullanılarak, spektrogram Mel ölçeğine taşınır. Mel ölçeği insanın işitsel sistemini taklit edebilen bir ses perdesi ölçeğidir ve matematiksel olarak aşağıdaki ifade ile temsil edilir (Qureshi ve ark., 2022).

$$m = 2595 * \log_{10}\left(1 + \frac{f}{700}\right) \quad (1)$$

burada  $f$ , Hz cinsinden fiziksel frekansı,  $m$  ise Mel ölçeğinde algılanan frekansı belirtir. Daha sonra logaritma fonksiyonu uygulanarak sinyalin log-mel spektrogramı elde edilir. Log-mel spektrogram ses tanıma ve ses sınıflandırması dahil olmak üzere çeşitli alanlarda yaygın olarak kullanılmaktadır.

### Veri artırma

Veri artırma, mevcut verilere çeşitli dönüşümler veya modifikasyonlar uygulanarak eğitim veri kümesinin boyutunu ve çeşitliliğini yapay olarak artırmak için makine öğreniminde yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir (Nanthini ve ark., 2023). Bu yöntemin temel amacı orijinal verilerden yeni eğitim örnekleri oluşturmak ve böylece makine öğrenim modellerinin performansını ve sağlamlığını arttırmaktır. Veri artırmanın bir diğer amacı da gerçek dünya senaryolarını simüle eden dönüşümler sağlayarak modellerin farklı koşullara karşı daha dayanıklı hale getirilmesidir. Bu yöntem, modele öğrenebileceği daha fazla örnek sunarak aşırı uyum sorununu azaltılmasına da yardımcı olur. Ayrıca belirli sınıfların yeterince temsil edilmediği veri kümelerinde, azınlık sınıfların ek örneklerini oluşturarak dağılımı dengelemek ve böylece baskın sınıflara yönelik önyargıyı önlemek için de kullanılır (Wei ve ark., 2023). Bu çalışmada üç farklı veri artırma yöntemi kullanılmıştır ve bu yöntemlerin kısa bir açıklaması aşağıda verilmiştir.

### Gürültü ekleme

Bir paradoks gibi görünse de verilere gürültü eklemek düzenleme işlevi görür ve genelleştirmeyi artırır (Bishop, 1995). Gaussian gürültüsü ekleme, eğitim verilerinin miktarını ve çeşitliliğini arttırmak için yaygın olarak kullanılan bir veri artırma yöntemidir (Miliaresi ve ark., 2021; Liu ve ark., 2022). Gaussian gürültüsü  $n(t)$ , ortalaması 0 ve standart sapması 1 olan bir fonksiyon olup rastgele sayı üreticisiyle kolayca üretilir. Denklem (2) ile ifade edilen gürültü ekleme sürecinde

standart Gaussian'dan örneklenen gürültü örnekleri bir genlikle çarpıldıktan sonra veri noktalarına eklenerek yeni örnekler oluşturulur.

$$x(t) = x(t) + \sigma x n(t) \quad (2)$$

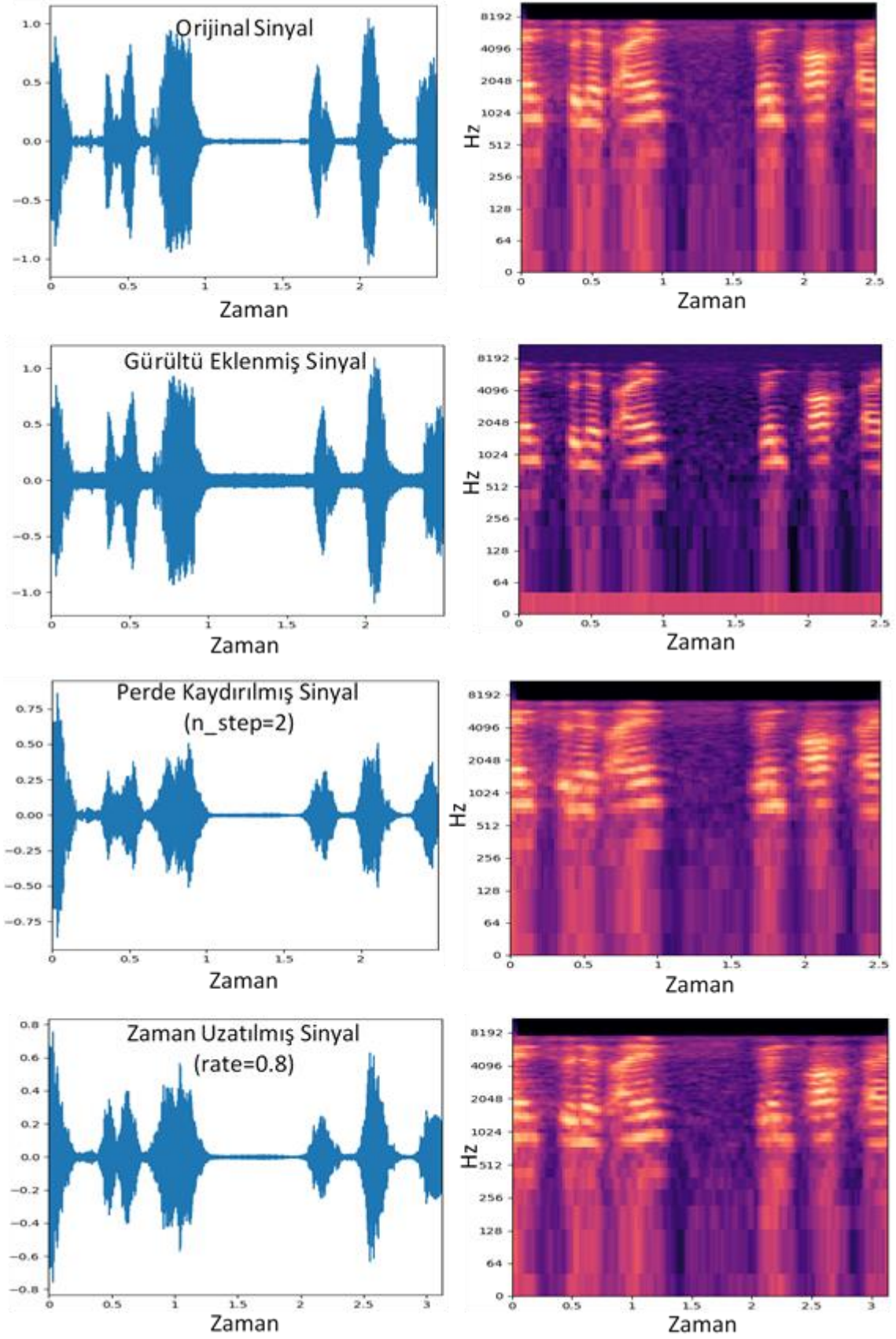
burada  $n(t)$  Gaussian gürültüsü,  $\sigma$  ise gürültü genliği olup belirlenmesi gereken bir hiper parametredir. Gürültü genliği çok küçük olduğunda sınıflandırıcının rahatsız edilmesi zorlaşırken, çok büyük olduğunda ise sınıflandırıcının öğrenmesi zorlaşır. Bu çalışmada gürültü genliğinin kabul edilebilir aralığı [0.005-0.015] olarak belirlenmiş ve bu aralıkta uniform dağılıma sahip rastgele değerler üretilerek  $\sigma$  olarak kullanılmıştır.

### Zaman uzatma

Zaman uzatma, ses sinyalinin perdesini etkilemeden hızını veya süresini değiştirerek sinyalin manüple edildiği bir veri artırma yöntemidir (Nugroho ve Noersasongko, 2022). Teorik olarak bu işlem, modeli konuşma hızından bağımsız hale getirerek genellemeyi geliştirir. Konuşma hızını belirlemek için  $\gamma$  ile gösterilen bir ölçekleme katsayısı kullanılır.  $\gamma > 1$  olduğunda konuşmanın hızı artarken,  $\gamma < 1$  olduğunda ise konuşmanın hızı azalır. Bu çalışmada 0.9 ve 1.1 olmak üzere iki ölçekleme katsayısı kullanılarak zaman uzatma gerçekleştirilmiş ve bu yolla eğitim veri kümesindeki konuşma sayısı üç katına çıkarılmıştır. Ancak veri kümesine sonradan eklenen örneklerin uzunlukları orijinallerinden farklıdır ve bu örneklerin aynı ağa uygulanabilmeleri için eşit uzunluğa getirilmeleri gerekir. Konuşma sinyallerinin eşit uzunluğa getirilmeleri için kırpma ve sıfır dolgusu ekleme gibi yöntemler kullanılır. Uzun konuşmalar kırpılarak, kısa konuşmaların ise başına ve sonuna sıfır dolgusu eklenerek eşit uzunluğa getirilebilir. Bu çalışmada zaman uzatma işlemi için açık kaynak kodlu bir python kütüphanesi olan librosa'nın `time_stretch` fonksiyonu kullanılmıştır (<https://librosa.org/>). Eğitim veri kümesindeki en uzun konuşmanın uzunluğu belirlenmiş ve diğer konuşmaların başına ve sonuna sıfır dolgusu eklenerek her birinin uzunluğu referans uzunluğa getirilmiştir.

### Perde kaydırma

Perde kaydırma, oynatma hızında ve genliğinde bir değişiklik yapmadan konuşmanın perde frekansının birkaç yarım ton yukarı veya aşağı kaydırıldığı bir diğer veri artırma yöntemidir (Nugroho ve Noersasongko, 2022). Perde kaydırma ile veri artırma, konuşma tanıma modellerini farklı perde aralıklarına sahip konuşmacılara karşı daha sağlam hale getirir (Arakawa ve ark., 2019). Ayrıca modelin genelleştirme yeteneğini arttırmaya yardımcı olur ve konuşmacıların perde değişimleri sergilediği senaryolarda modelin tanıma doğruluğunu artırır. Çalışmada perde kaydırma için librosa kütüphanesinin `pitch_shif` fonksiyonu kullanılmıştır.  $\{+2, -2\}$  olmak üzere iki farklı faktör kullanılarak perde kaydırma gerçekleştirilmiş ve bu yolla model eğitiminde kullanılan veri kümesinin boyutu üç katına çıkarılmıştır. Çalışmada kullanılan üç veri artırma yönteminin bir erkek konuşmasına uygulanması sonucunda elde edilen sinyallerin zaman ve frekans uzayındaki temsilleri Şekil 1'de gösterilmiştir.



Şekil 1. Bir erkek konuşmasına uygulanan veri artırma yöntemlerinin zaman (sol) ve frekans (sağ) uzayındaki temsilleri

### Evrişimli sinir ağları

Verilerin hazırlanması ve özellik çıkarma işlemlerinden sonra bir sınıflandırma modeli oluşturularak konuşma sinyalleri farklı kategorilere göre sınıflandırılır. Literatürde sınıflandırma için geliştirilmiş birçok yöntem mevcuttur. Evrişimli sinir ağları (CNN) bu yöntemlerden birisidir ve bu çalışmada konuşmacıların çocuk, erkek ve kadın olarak sınıflandırılması amacıyla kullanılmıştır. CNN, hayvanların görsel korteksinin organizasyonundan ilham alınarak geliştirilmiş bir tür derin öğrenme yöntemidir (Yamashita ve ark., 2018). CNN'ler özelliklerin mekansal hiyerarşilerinin insan denetimi olmaksızın düşük ve yüksek seviye kalıplardan otomatik olarak öğrenmek için tasarlanmıştır ve bilgisayarlı görme, konuşma işleme, yüz tanıma vb. dahil birçok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır (Bhatt ve ark., 2021; Issa ve ark., 2020; Lou ve Shi, 2020). Tipik bir CNN mimarisi birkaç evrişim katmanı ve bir havuzlama katmanından oluşan bir yığının tekrarından ve ardından bir veya daha fazla tam bağlı katmandan oluşur (Yamashita ve ark., 2018). CNN mimarisini oluşturan temel yapıların kısa bir açıklaması aşağıda verilmiştir.

### Evrişim katmanı

Evrişim katmanı CNN mimarisinin temel bileşenlerinden birisidir ve ana işlevi giriş eğitim örneklerinden özellik çıkarmaktır. Her evrişim katmanında, özellik çıkarmaya yardımcı olan, çekirdek adı verilen bir dizi filtre bulunur. Çekirdeğin boyutu giriş sinyalinin boyutuyla aynı olur ve genellikle modelin derinliği arttıkça çekirdek sayısı da artar. Böylece ilk evrişim katmanında basit özellikler yakalanırken, son evrişim katmanında daha karmaşık özellikler yakalanır. Evrişim işlemi, çekirdeğin giriş verileri üzerinde kaydırılmasıyla gerçekleştirilir. Çekirdek ile giriş sinyalinin yerel penceresinin çakışan elemanları eleman bazında çarpılır ve sonuçlar toplanarak ilgili pencerenin özellik haritalaması gerçekleştirilir (Yamashita ve ark., 2018). Bu işlem rastgele sayıda çekirdek için tekrarlanır ve böylece giriş sinyalinin farklı özelliklerini temsil eden özellik haritaları oluşturulur. 2D evrişim işleminin matematiksel temsili aşağıda verilmiştir.

$$z(i, j) = x(i, j) * w(i, j) = \sum_{s=-a}^a \sum_{t=-b}^b x(s, t) \cdot w(i - s, j - t) \quad (3)$$

burada  $x(i, j)$  giriş sinyalini,  $w(i, j)$  ise evrişim çekirdeğini, "\*" ise evrişim işlemi temsil eder. Evrişim sırasında, her çekirdeğin merkezi, giriş verilerinin en dıştaki elemanı ile örtüşmez ve bu nedenle çıkış özellik haritasının boyutu azalır. Bu sorunu çözmek için sıklıkla sıfır doldurma (zero padding) yöntemi kullanılır. Bu yöntemde girişin tüm sınırları sıfırlarla doldurulur. Böylece çekirdeğin merkez noktası ile girdi verisinin en dıştaki elemanı örtüşür ve boyut azalma önlenir. Evrişim işleminde belirlenmesi gereken bir diğer parametre de adım (stride) değeridir. Adım, ardışık iki çekirdek konumu arasındaki mesafedir ve genellikle 1 olarak seçilir. Ancak bazen özellik haritalarını alt örnekleme için 1'den büyük adım değerleri de kullanılır. Bu çalışmada sıfır dolgusu ve 1 adım değeri kullanılarak evrişim işlemleri gerçekleştirilmiştir.

### Aktivasyon fonksiyonu

Evrişim işlemi, yalnızca matris çarpımı ve toplamından oluştuğu için tamamen doğrusaldır. Ancak gerçek dünya verilerinin çoğu doğrusal değildir ve bu nedenle doğrusal olmayan özelliklerin CNN'e dahil edilmesi gerekir. Bu amaçla evrişim katmanından sonra doğrusal olmayan bir aktivasyon fonksiyonu kullanılır. Sigmoid ve hiperbolik tanjant (tanh) gibi düzgün doğrusal olmayan fonksiyonlar, biyolojik nöron davranışını matematiksel olarak temsil ettikleri için daha öncelerde yaygın olarak kullanılıyordu. Ancak günümüzde düzeltilmiş doğrusal birim (ReLU) aktivasyon fonksiyonu, gradyan tabanlı öğrenmenin yakınsamasını hızlandırdığı ve kaybolan gradyan problemini

önlediği için ana akım aktivasyon fonksiyonu olarak kullanılmaya başlandı. CNN tabanlı sınıflandırıcılarda kullanılan bir diğer aktivasyon fonksiyonu da softmax dır. Softmax, çıktısı giriş sınıflarının kategorik olasılık dağılımına eşdeğer olan bir aktivasyon fonksiyonudur ve genellikle CNN ağının son katmanında kullanılır (Gupta ve ark., 2019).

### Havuzlama katmanı

Havuzlama katmanı (Pooling Layer), önceki katmandan gelen özellik haritalarını alt örnekleyerek yoğunlaştırılmış çözümlüğe sahip yeni özellik haritaları üretir. Bu süreçte girdinin uzaysal boyutu büyük ölçüde azaltılırken, kritik özellikler ise korunur. Böylece hem hesaplama maliyeti azalır hem de aşırı uyum sorunuyla mücadele edilir. Evrişim işlemine benzer şekilde, havuzlama işleminde de çekirdek boyutu, adım ve dolgu hiper parametreleri belirlenmelidir. En yaygın havuzlama işlevi, her özellik haritasının yerel komşuluğundaki maksimum değeri döndüren ve diğer değerleri atan maksimum havuzlamadır. Bu çalışmada havuzlama fonksiyonu olarak maksimum havuzlama kullanılmıştır.

### Küresel ortalama havuzlama

Küresel ortalama havuzlama (Global average pooling), yükseklik  $\times$  genişlik boyutuna sahip bir özellik haritasının, her özellik haritasındaki tüm öğelerin ortalaması alınarak  $1 \times 1$  dizisine alt örneklendiği, derinliğin ise korunduğu alt örnekleme aşırı bir türüdür. Bu işlem genellikle tam bağlı katmanlardan önce yalnızca bir kez uygulanır. Küresel ortalama havuzlama öğrenilebilir parametrelerin sayısını azaltır ve CNN'nin değişken büyüklükteki girdileri kabul etmesini sağlar.

### Tam bağlı katman

Son evrişim veya havuzlama katmanının çıktısı olan özellik haritaları tipik olarak düzleştirilir, yani bir sayı dizisine dönüştürülür ve daha sonra bir veya daha fazla tam bağlı katmana bağlanır. Tam bağlı katman, her girdinin her çıktıya öğrenilebilir bir ağırlıkla bağlandığı bir sistemdir. Bu sistemin çıktısı ağırlık nihai çıktısıdır ve sınıflandırma görevleri için sınıf olasılıklarıdır. Tam bağlı her katmandan sonra ReLU gibi doğrusal olmayan bir aktivasyon kullanılır. Genellikle tama bağlı son katman diğerlerinden farklıdır. Sınıf sayısına eşit sayıda çıkış düğümüne ve göreve uygun bir aktivasyon fonksiyonuna sahiptir. Çok sınıflı sınıflandırma için bu fonksiyon Softmax'tır. Softmax, çıkış değerlerini toplamı 1 olacak şekilde 0 ile 1 arasına normalleştirerek sınıf olasılıklarına dönüştürür.

### Batch normalizasyonu

Eğitim sırasında, her katmanın girdisinin dağılımı önceki katmanın parametreleri değiştikçe değişir ve bu da eğitim sürecinin yavaşlamasına neden olur. Batch Normalizasyonu (BN) bu sorunu azaltmak için Ioffe ve Szegedy tarafından önerilmiş bir yöntemdir (Ioffe ve Szegedy, 2015). Denklem (4) ile verilen BN, önceki katmanın çıktısı  $O$ 'dan parti ortalaması  $\mu$  'yü çıkarıp parti standart sapması  $\sigma$ 'ya bölerek  $O$  'nun normalizasyonu gerçekleştirilir.

$$\hat{O} = \frac{O - \mu}{\sigma} \quad (4)$$

Batch normalizasyon gradyanlar patlaması sorunu olmaksızın ağırlık yüksek bir öğrenme oranı ile kullanılmasına imkan sunar. Ayrıca ağırlık genelleştirme özelliğini iyileştirerek overfitting'i azaltır ve farklı başlangıç şemalarına ve öğrenme oranlarına karşı ağırlık daha güçlü olmasını sağlar.

### Dropout katmanı

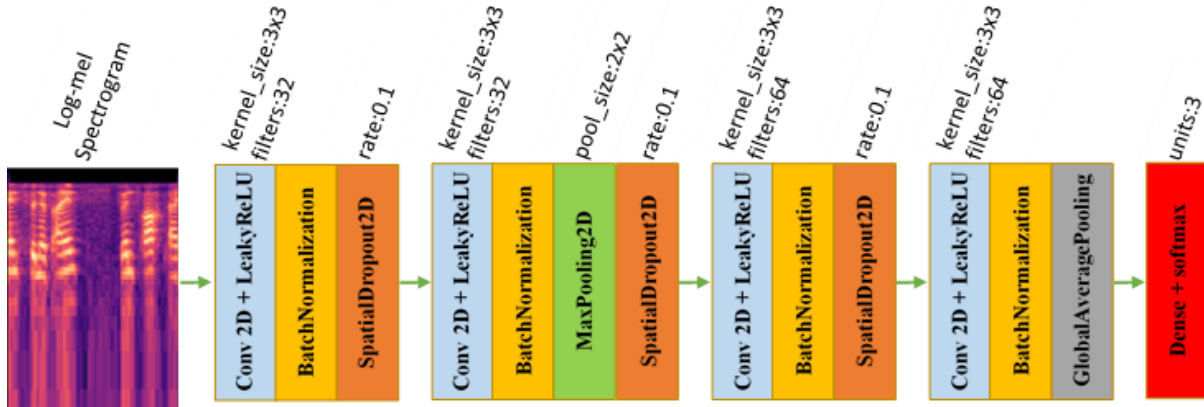
Dropout, giriş verilerinin genel özelliklerinin öğrenilmesi yerine ezberlenmesi olarak ifade edilebilecek aşırı uyumun önlenmesi için geliştirilmiş bir düzenleme tekniğidir (Srivastava ve ark.,



2014). Sinir ağlarında düzenleme önemli bir görevdir ve bu amaçla geliştirilmiş çeşitli teknikler vardır (Nusrat ve Jang, 2018). Bu tekniklerin çoğu ekstra hesaplama maliyeti gerektirir ve bu da ağın daha yavaş çalışmasına neden olur. Dropout, hesaplama maliyetini arttırmayan, aksine azaltan bir tekniktir. Bu tekniğe göre, her eğitim yinelenmesinde rastgele seçilen bir nöron seti bırakılarak diğer nöronlarla bağlantısı kesilir. Bağlantısı kesilen nöronlar modelin eğitim sürecini etkilemez ancak test sürecinde tam ölçekli ağ kullanılır. Dropout sayesinde özellik seçme gücü tüm nöron gruplarına eşit olarak dağıtılır ve model farklı bağımsız özellikleri öğrenmeye zorlanır.

### Önerilen CNN mimarisi

Bu çalışmada konuşmacıların erkek, kadın ve çocuk olarak sınıflandırılması amacıyla grafiksel temsili Şekil 2’de verilen CNN modeli kullanılmıştır. Bu model dört yerel öznitelik öğrenme bloğundan (YÖÖB) oluşur ve her blok bir evrişim katmanı ile onu takip eden bir aktivasyon (LeakyReLU) ve bir BatchNormalization katmanlarını içerir. Tüm YÖÖB’lerin ilk üç katmanı aynı olup bu katmanları birinci ve üçüncü YÖÖB’de Dropout, ikinci YÖÖB’de Maxpooling ve Dropout, dördüncü YÖÖB de ise GlobalAveragePooling katmanları takip eder. İlk iki evrişim katmanında 3x3 boyutunda 32 filtre, üçüncü ve dördüncü evrişim katmanlarında ise aynı boyutlu 64 filtre kullanılmıştır. Tüm aktivasyon katmanlarının alpha parametresi 0.1, Dropout katmanlarının bırakma oranı 0.2 ve Maxpooling katmanının havuzlama boyutu 2x2 olarak belirlenmiştir. Öznitelik öğrenme bloklarında işlenen öznitelikler GlobalAveragePooling ile bir boyuta indirildikten sonra softmax aktivasyonlu tam bağlı katmana giriş olarak uygulanmış ve ağın çıkışından giriş verilerinin belirli bir sınıfa ait olma olasılıkları alınmıştır. Süreç sonunda en yüksek olasılığa sahip sınıf, giriş verisinin tahmin edilen sınıfı olarak seçilmiş ve böylece sınıflandırma görevi tamamlanmıştır.



Şekil 2. Önerilen CNN modelinin grafiksel temsili

Önerilen CNN modeli Keras, scikit-learn, TensorFlow gibi derin öğrenme kütüphaneleri kullanılarak python dilinde gerçekleştirilmiştir. Model eğitimi Çizelge 2’de verilen hiper parametreler ile yapılmış ve her epoch sonunda hesaplanan doğrulama kayıp değerlerine göre en iyi model seçilmiştir.

### Çizelge 2. Önerilen CNN modelinde kullanılan hiper parametreler

| Hiper parametreler | Değerler                 |
|--------------------|--------------------------|
| Epoch              | 360                      |
| Batch_size         | 128                      |
| Loss_Function      | categorical_crossentropy |
| Optimizer          | Adam                     |
| Learning Rate      | 0.0001                   |

### Değerlendirme metrikleri

Çalışmada geliştirilen CNN modelinin performansını değerlendirmek için doğruluk, F1 puanı, kesinlik ve duyarlılık olmak üzere dört farklı değerlendirme ölçütü kullanılmıştır. Bu ölçütler, konuşma ve diğer tanıma sistemlerinin performansını değerlendirmek için yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu metriklerin hesaplanmasında modelin tahmini ile gerçek sınıflar arasındaki ilişkiyi temsil eden dört kavram kullanılır; Doğru Pozitifler (TP) , Doğru Negatifler (TN), Yanlış Pozitifler (FP) ve Yanlış Negatifler (FN). TP, pozitif olan ve doğru şekilde pozitif olarak tahmin edilen örnekleri, FN ise pozitif olan ancak yanlış bir şekilde negatif olarak tahmin edilen örnekleri temsil eder. Benzer şekilde FP, negatif olan ancak yanlış bir şekilde pozitif olarak tahmin edilen örnekleri, TN ise negatif olan ve doğru şekilde negatif olarak tahmin edilen örnekleri temsil eder. Çalışmada kullanılan değerlendirme ölçütlerinin TP, TN, FP ve FN terimlerine bağlı olarak temsilleri aşağıda verilmiştir.

$$\text{Doğruluk(Accuracy)} = \frac{TP+TN}{TP+FP+TN+FN} \quad (5)$$

$$\text{Kesinlik(Precision)} = \frac{TP}{TP+FP} \quad (6)$$

$$\text{Duyarlılık(Recall)} = \frac{TP}{TP+FN} \quad (7)$$

$$\text{F1 puanı} = \frac{2 \cdot \text{Duyarlılık} \cdot \text{Kesinlik}}{\text{Duyarlılık} + \text{Kesinlik}} \quad (8)$$

### BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu bölümde çeşitli veri artırma yöntemlerinin yaş ve cinsiyet sınıflandırma performansı üzerindeki etkilerinin belirlenmesi amacıyla yapılan test sonuçları verilmiştir. Bu testlerde aGender veri kümesinden detayları bölüm 2.1 de belirtilen kriterlere göre seçilen konuşma verileri kullanılmıştır. Öncelikle veri kümesi 75/25 oranına göre iki bölüme ayrılmış ve %75 lik bölüm model eğitiminde, kalan %25 lik bölüm ise geliştirilen modellerin test aşamasında kullanılmıştır. Eğitim verilerinin bir bölümü (1/12) ise doğrulama için ayrılarak en iyi modelin belirlenmesinde bu veriler kullanılmıştır. Son aşamada ise belirlenen modelin test veri kümesi üzerindeki performans değerlendirmesi yapılarak test süreci tamamlanmıştır.

Çalışmada gürültü ekleme (GE), zaman uzatma (ZU) ve perde kaydırma (PK) olmak üzere üç farklı veri artırma yöntemi kullanılmıştır. Öncelikle, önerilen CNN modeli hiçbir veri artırma yöntemi kullanılmadan yalnızca orijinal veriler ile gerçekleştirilmiştir. Daha sonra her bir veri artırma yöntemi önce ayrı ayrı daha sonra ise birlikte uygulanarak ilgili yöntemlerin performans üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Veri artırma yöntemleri yalnızca eğitim veri kümesine uygulanmış, test aşamasında kullanılan veriler üzerinde herhangi bir işlem yapılmamıştır. Çalışmada üç veri artırma yönteminin farklı sırada kullanımı ile yedi farklı eğitim veri kümesi oluşturulmuş, bu veri kümeleri ile de yedi farklı CNN modeli geliştirilmiştir. Bu modellerin birinde hiçbir veri artırma yöntemi kullanılmazken, üçünde birer veri artırma yöntemi, ikisinde iki veri artırma yöntemi ve birinde de üç veri artırma yöntemi birlikte kullanılmıştır. Kullanılan veri artırma yöntemine bağlı olarak model eğitiminde kullanılan veri kümesinin boyutu da değişmiştir. Örneğin gürültü ekleme yöntemi ile veri kümesinin boyutu iki katına, perde kaydırma yöntemi ile üç katına çıkmıştır. Diğer taraftan test verileri üzerinde herhangi bir işlem yapılmadığından tüm modellerin test aşamasında kullanılan veri kümesinin boyutu

değişmemiştir. Her bir modelin test veri kümesi üzerinde elde edilen sonuçları Çizelge 3’de verilmiş olup bu sonuçlar ilgili modelin beş kez çalıştırılması ile elde edilen sonuçların ortalaması alınarak hesaplanmıştır.

**Çizelge 3.** Farklı veri artırma yöntemleri ile geliştirilen CNN modellerinin test veri kümesi üzerindeki performansları

| Model No | Veri artırma | Eğitim kümesinin boyutu | Doğruluk | Kesinlik | Duyarlılık | F1 puanı |
|----------|--------------|-------------------------|----------|----------|------------|----------|
| 1        | Yok          | (4320, 40, 108)         | 84.583   | 84.576   | 84.846     | 84.526   |
| 2        | GE           | (8640, 40, 108)         | 85.569   | 85.491   | 85.699     | 85.532   |
| 3        | PK           | (12960, 40, 108)        | 85.458   | 85.495   | 85.702     | 85.431   |
| 4        | ZU           | (12960, 40, 120)        | 86.528   | 86.466   | 86.571     | 86.494   |
| 5        | GE+PK        | (17280, 40, 108)        | 86.719   | 86.747   | 86.912     | 86.686   |
| 6        | GE+ZU        | (17280, 40, 120)        | 86.875   | 86.824   | 86.946     | 86.850   |
| 7        | GE+PK+ZU     | (25920, 40, 120)        | 87.523   | 87.532   | 87.712     | 87.504   |

GE: Gürültü ekleme; PK: Perde kaydırma; ZU: Zaman uzatma

Çizelge 3’de verilen sonuçlar incelendiğinde üç veri artırma yönteminin birlikte kullanımı ile geliştirilen CNN modelinin (Model No: 7) en yüksek doğruluk oranına sahip model olduğu görülmektedir. Altı kat genişletilmiş eğitim veri kümesi ile geliştirilen bu model sınıflandırma doğruluğunu %84.583’den %87.523’e çıkararak yaklaşık %3 performans artışı sağlamıştır. Yalnızca bir veri artırma yöntemi kullanılarak geliştirilen modeller arasında en yüksek doğruluk oranına zaman uzatma (ZU) yöntemi ile ulaşılmıştır. Zaman uzatma yöntemi ile doğruluk oranı %84.583’den %86.528’ye çıkarılarak, yaklaşık %2 oranında performans artışı sağlanmıştır. İki veri artırma yönteminin birlikte kullanıldığı modeller ise (GE+PK, GE+ZU) doğruluk oranını %84.583’den sırasıyla %86.719 ve %86.875 seviyesine çıkararak %2’nin üzerinde performans artışı sağlamıştır.

Hiçbir veri artırma yönteminin kullanılmadığı model (Model No: 1) ile üç veri artırma yönteminin kullanıldığı modele (Model No: 7) ait karışıklık matrisleri Çizelge 4’de verilmiştir. Karışıklık matrisi bir sınıflandırıcı tarafından sağlanan doğru ve yanlış tahminlerin sınıflara göre dağılımını gösteren bir tablodur. Bu tablonun köşegeni üzerindeki hücreler doğru tahmin edilen örneklerin sayısını, diğer hücreler ise yanlış tahmin edilen örneklerin sayısını gösterir. Karışıklık matrisleri her hücredeki örnek sayısı ilgili satırdaki toplam örnek sayısına bölünerek yüzde oranı ile de temsil edilebilir. Aşağıdaki karışık matrisinde örnek sayısı yerine doğru ve yanlış tahminlerin yüzde oranı ile temsil edildiği gösterim kullanılmıştır.

**Çizelge 4.** Veri artırma kullanılmadan geliştirilen 1 numaralı CNN modeli ile (a), veri artırma kullanılarak (b) geliştirilen 7 numaralı CNN modelinin karışıklık matrisleri

|       | Çocuk        | Kadın        | Erkek        |       | Çocuk        | Kadın        | Erkek        |
|-------|--------------|--------------|--------------|-------|--------------|--------------|--------------|
| Çocuk | <b>76.31</b> | 18.45        | 5.24         | Çocuk | <b>79.81</b> | 15.92        | 4.27         |
| Kadın | 11.87        | <b>83.08</b> | 5.05         | Kadın | 7.91         | <b>88.13</b> | 3.96         |
| Erkek | 1.06         | 2.34         | <b>96.60</b> | Erkek | 0.85         | 2.55         | <b>96.60</b> |

(a)

(b)

Çizelge 4’de verilen karışıklık matrisinden 7 numaralı modelin özellikle çocuk ve kadın konuşmacıları sınıflandırmada 1 numaralı modelden daha başarılı olduğu, erkekleri sınıflandırmada ise her iki modelin başarısının eşit olduğu görülmektedir. 1 numaralı model, test veri kümesindeki çocuk konuşmacılara ait 515 konuşmanın %76.31’ini doğru sınıflandırırken, %18.45’ini kadın ve %5.24’ünü erkek olarak yanlış sınıflandırmıştır. 7 numaralı model ise çocuk konuşmalarının %79.81’ini doğru, %15.92’sini kadın ve %4.27’sini erkek olarak yanlış sınıflandırmıştır. İki model de kadın

konuşmalarını sınıflandırmada çocuk konuşmalarına kıyasla daha yüksek başarı göstermiştir. 1 numaralı model test kümesindeki 455 kadın konuşmasının %83,03'ünü doğru, %11.87'sini çocuk ve %5.05 'ini erkek olarak yanlış sınıflandırmıştır. 7 numaralı model ise kadın konuşmalarının %88.13'ünü doğru, %7.91'ini çocuk ve %3.96'sını erkek olarak yanlış sınıflandırmıştır. Erkek konuşmaları ise her iki modelin de en yüksek doğrulukla sınıflandırdığı grup olmuştur. Her iki model de test kümesindeki 470 erkek konuşmasının %96.60'ını doğru sınıflandırmıştır. 1 numaralı model erkek konuşmalarının %1.06'sını çocuk, %2.34'ünü kadın olarak yanlış sınıflandırırken, 7 numaralı model ise %0.85'ini çocuk, %2.55'ini kadın olarak yanlış sınıflandırmıştır.

Çalışmada elde edilen sonuçlar ile benzer çalışmaların sonuçları Çizelge 5'te karşılaştırılmıştır. Çalışmaları karşılaştırırken yalnızca doğruluk üzerinden değerlendirme yapılmamalı, kullanılan veri kümesi, kayıt ortamı ve konuşmacıların dağılımı gibi farklılıklar göz önünde bulundurulmalıdır. Bu bağlamda bu çalışma ile aynı veri kümesinin kullanıldığı çalışmaların (Kockmann ve ark., 2010; Levitan ve ark., 2016; Yücesoy ve Nabiyev, 2016) sonuçlarının karşılaştırılması daha kolaydır. Bu çalışmada geliştirilen model, %87.523 doğrulukla Kockmann ve ark. (2010) ile Levitan ve ark. (2016)'nın önerdiği modelden daha üstün performans sağlamıştır. Diğer çalışmanın (Yücesoy ve Nabiyev, 2016) doğruluk oranı %90.39 olarak belirtilmesine rağmen bu sonucun sınıf dağılımı eşit olmayan bir test kümesi üzerinden elde edildiği ve dengeli bir veri kümesi kullanılması durumunda ilgili modelin doğruluğunun kaba bir hesaplama ile %83.84 olacağı modelin karışıklık matrisinden görülebilir. Bu durum göz önünde bulundurulduğunda bu çalışmada önerilen modelin performansının ilgili çalışmadaki modelin performansından daha iyi olduğu anlaşılmaktadır.

**Çizelge 5.** Geliştirilen modelin doğruluk açısından diğer ilgili çalışmalarla karşılaştırılması

| Çalışma                  | Veri kümesi    | Doğruluk (%) |
|--------------------------|----------------|--------------|
| Kockmann ve ark., 2010   | aGender        | 81.82        |
| Levitan ve ark., 2016    | aGender        | 85           |
| Yücesoy ve Nabiyev, 2016 | aGender        | 90.39        |
| Vlaj ve Zgank, 2022      | TIDIGITS       | 92.25        |
| <b>Bu çalışma</b>        | <b>aGender</b> | <b>87.52</b> |

Vlaj ve Zgank (2022) tarafından yapılan çalışmada ise geliştirilen modelin doğruluk oranının %92.25 olduğu belirtilmiştir. Bu oran bu çalışmada elde edilen doğruluk oranından daha yüksek olmakla birlikte, ilgili çalışmada gürültüsüz ortamda kaydedilen konuşmaların bu çalışmada ise telefon hattı üzerinden kaydedilen konuşmaların kullanıldığı göz önünde bulundurulduğunda iki model arasındaki farkın makul olduğu değerlendirilmektedir.

## SONUÇ

Bu çalışmada, gürültü ekleme, perde kaydırma ve zaman uzatma olmak üzere üç farklı veri artırma yönteminin, yaş ve cinsiyet sınıflandırma başarısı üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Bu amaçla dört yerel öznelik öğrenme bloğundan (YÖÖB) oluşan bir CNN modelinin kullanımı önerilmiştir. Konuşma sinyallerinden çıkarılan mel spectrogram öznelikleri, bu modele giriş olarak uygulanmış ve modelin yaş ve cinsiyet tahminleri çıkış olarak alınmıştır. Çalışmada aGender veri kümesinden rastgele seçilen konuşma verileri kullanılmıştır. Öncelikle herhangi bir veri artırma yöntemi kullanılmadan yalnızca orijinal veri kümesindeki konuşmalar ile model gerçekleştirilmiş ve modelin performans değerlendirmesi yapılmıştır. Daha sonra her bir veri artırma yöntemi önce ayrı ayrı, sonra birlikte kullanılarak eğitim kümesinin boyutu arttırılmış ve bu veriler ile eğitilen modellerin performansları karşılaştırılmıştır. Veri artırma yöntemleri yalnızca eğitim veri kümesine uygulanmış, test aşamasında kullanılan veriler üzerinde herhangi bir işlem yapılmamıştır. Çalışmada üç veri artırma

yöntemi farklı kombinasyonlarda kullanılarak yedi farklı model geliştirilmiştir. Bu modeller arasında üç veri artırma yönteminin birlikte kullanıldığı model (Model No:7) en başarılı model olmuş ve sınıflandırma doğruluğunu %84.583'den %87.523'ye çıkarmıştır. Veri artırma yöntemlerinin kullanıldığı diğer modellerin performanslarında da %1 ile %2.3 arasında artış sağlanmıştır. Bu sonuçlar yaş ve cinsiyet sınıflandırma performansının iyileştirilmesinde veri artırma yöntemlerinin kullanılmasının etkinliğini göstermektedir. Gelecek çalışmalarda zaman maskeleyme, frekans maskeleyme ve dinamik karıştırma gibi farklı veri artırma yöntemlerinin kullanımının sınıflandırma performansı üzerindeki etkilerinin araştırılması önerilmektedir.

### Çıkar Çatışması

Makale yazarı çıkar çatışması olmadığını beyan eder.

### KAYNAKLAR

- Arakawa, R., Takamichi, S., & Saruwatari, H. (2019). Implementation of DNN-based real-time voice conversion and its improvements by audio data augmentation and mask-shaped device. *In: Proc. ISCA Workshop Speech Synthesis*, (pp. 93–98). Vienna, Austria.
- Bhatt, D., Patel, C., Talsania, H., Patel, J., Vaghela, R., Pandya, S., ... & Ghayvat, H. (2021). CNN variants for computer vision: History, architecture, application, challenges and future scope. *Electronics*, 10(20), 2470.
- Bishop, C. M. (1995). Training with noise is equivalent to Tikhonov regularization. *Neural Computation*, 7(1), 108–116.
- Chai, J., Zeng, H., Li, A., & Ngai, E. W. (2021). Deep learning in computer vision: A critical review of emerging techniques and application scenarios. *Machine Learning with Applications*, 6, 100134.
- Gerosa, M., Giuliani, D., & Brugnara, F. (2005). Speaker adaptive acoustic modeling with mixture of adult and children's speech. *In Interspeech*, (pp. 2193-2196). Lisbon, Portugal.
- Dehak, N., Kenny, P.J., Dehak, R., Dumouchel, P., & Ouellet, P. (2011). Front-End Factor Analysis for Speaker Verification. *IEEE Trans. Audio Speech Lang*, 19, 788–798.
- Ertam, F. (2019) An effective gender recognition approach using voice data via deeper LSTM networks. *Appl. Acoust.*, 156, 351–358.
- Gupta, A., Harrison, P. J., Wieslander, H., Pielawski, N., Kartasalo, K., Partel, G., ... & Wählby, C. (2019). Deep learning in image cytometry: a review. *Cytometry Part A*, 95(4), 366-380.
- Ioffe, S., & Szegedy, C. (2015). Batch normalization: Accelerating deep network training by reducing internal covariate shift. *In International Conference on Machine Learning*, (pp 448-456). Lille France.
- Issa, D., Demirci, M. F., & Yazici, A. (2020). Speech emotion recognition with deep convolutional neural networks. *Biomedical Signal Processing and Control*, 59, 101894.
- Jasuja, L., Rasool, A., Hajela, G. (2020) Voice Gender Recognizer Recognition of Gender from Voice using Deep Neural Networks. *In Proceedings of the 2020 International Conference on Smart Electronics and Communication (ICOSEC)*, (pp. 319–324). Trichy, India.
- Kwasny, D., & Hemmerling, D. (2021). Gender and age estimation methods based on speech using deep neural networks. *Sensors*, 21(14), 4785.
- Kockmann, M., Burget, L., & Cernocký, J. (2010). Bmo university of technology system for interspeech 2010 paralinguistic challenge. *In Interspeech*, (pp. 2822-2825). Makuhari, Chiba, Japan.
- Levitan, S. I., Mishra, T., & Bangalore, S. (2016). Automatic identification of gender from speech. *In Proceeding of speech prosody*, (pp. 84-88). Boston, USA.
- Li, M., Han, K. J., & Narayanan, S. (2013). Automatic speaker age and gender recognition using acoustic and prosodic level information fusion. *Computer Speech & Language*, 27(1), 151-167.
- Lingenfelter, F., Wagner, J., Vogt, T., Kim, J., & André, E. (2010). Age and gender classification from speech using decision level fusion and ensemble based techniques. *In Eleventh Annual Conference of the International Speech Communication Association*, (pp. 2798-2801). Makuhari, Chiba, Japan.

- Liu, X., Wang, H., Zhang, Y., Wu, F., & Hu, S. (2022). Towards efficient data-centric robust machine learning with noise-based augmentation, *arXiv preprint arXiv:2203.03810*.
- Lou, G., & Shi, H. (2020). Face image recognition based on convolutional neural network. *China communications*, 17(2), 117-124.
- Mahmoodi, D., Marvi, H., Taghizadeh, M., Soleimani, A., Razzazi, F. & Mahmoodi, M. (2011, July). Age Estimation Based on Speech Features and Support Vector Machine. *In Proceedings of the 2011 3rd Computer Science and Electronic Engineering Conference (CEECE)*, (pp. 60–64). Colchester, UK.
- Mavaddati, S. (2024). Voice-based Age, Gender, and Language Recognition Based on ResNet Deep model and Transfer learning in Spectro-Temporal Domain. *Neurocomputing*, (580), 127429.
- Miliaresi, I., Poutos, K., & Pikrakis, A. (2021). Combining acoustic features and medical data in deep learning networks for voice pathology classification. *In 2020 28th European Signal Processing Conference (EUSIPCO)*, (pp. 1190-1194). Amsterdam, Netherlands.
- Nanthini, K., Sivabalaselvamani, D., Chitra, K., Gokul, P., Kavinkumar, S., & Kishore, S. (2023). A Survey on Data Augmentation Techniques. *In 2023 7th International Conference on Computing Methodologies and Communication (ICCMC)*, (pp. 913-920). Erode, India.
- Nugroho, K., & Noersangko, E. (2022). Enhanced Indonesian ethnic speaker recognition using data augmentation deep neural network. *Journal of King Saud University-Computer and Information Sciences*, 34(7), 4375-4384.
- Nusrat, I., & Jang, S.B. (2018). A comparison of regularization techniques in deep neural networks. *Symmetry*, 10(11):648.
- Potamianos, A., & Narayanan, S. (2003). Robust recognition of children's speech. *IEEE Transactions on speech and audio processing*, 11(6), 603-616.
- Qureshi, M. F., Mushtaq, Z., ur Rehman, M. Z., & Kamavuako, E.N. (2022) Spectral image-based multiday surface electromyography classification of hand motions using CNN for human-computer interaction. *IEEE Sens. J.*, 22, 20676–20683.
- Sánchez-Hevia, H. A., Gil-Pita, R., Utrilla-Manso, M., & Rosa-Zurera, M. (2022). Age group classification and gender recognition from speech with temporal convolutional neural networks. *Multimedia Tools and Applications*, 81(3), 3535-3552.
- Sarker, I. H. (2021). Deep learning: a comprehensive overview on techniques, taxonomy, applications and research directions. *SN Computer Science*, 2(6), 420.
- Srivastava, N., Hinton, G., Krizhevsky, A., Sutskever, I., & Salakhutdinov, R. (2014). Dropout: a simple way to prevent neural networks from overfitting. *The Journal of Machine Learning Research*, 15(1):1929-1958.
- Tursunov, A., Mustaqeem, Choeh, J. Y., & Kwon, S. (2021). Age and gender recognition using a convolutional neural network with a specially designed multi-attention module through speech spectrograms. *Sensors*, 21(17), 5892.
- Uddin, M. A., Hossain, M. S., Pathan, R. K., & Biswas, M. (2020). Gender Recognition from Human Voice using Multi-Layer Architecture. *In Proceedings of the 2020 International Conference on INnovations in Intelligent SysTems and Applications (INISTA)*, (pp. 1–7).Novi Sad, Serbia.
- Vlaj, D., & Zgank, A. (2022). Acoustic Gender and Age Classification as an Aid to Human-Computer Interaction in a Smart Home Environment. *Mathematics*, 11(1), 169.
- Wei, S., Sun, Z., Wang, Z., Liao, F., Li, Z., & Mi, H. (2023). An efficient data augmentation method for automatic modulation recognition from low-data imbalanced-class regime. *Applied Sciences*, 13(5), 3177.
- Yamashita, R., Nishio, M., Do, R. K. G., & Togashi, K. (2018). Convolutional neural networks: an overview and application in radiology. *Insights into imaging*, 9, 611-629.
- Yücesoy, E., & Nabyev, V. V. (2016). A new approach with score-level fusion for the classification of a speaker age and gender. *Computers & Electrical Engineering*, 53, 29-39.
- Zhang X., Chen A., Zhou G., Zhang Z., Huang X., & Qiang X. (2019). Spectrogram-frame linear network and continuous frame sequence for bird sound classification. *Ecol. Inform.*, 54, 101009.

*To Cite:* Ayan, E. (2024). Classification of Gastrointestinal Diseases in Endoscopic Images: Comparative Analysis of Convolutional Neural Networks and Vision Transformers . *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 988-999.

## Classification of Gastrointestinal Diseases in Endoscopic Images: Comparative Analysis of Convolutional Neural Networks and Vision Transformers

Enes AYAN<sup>1\*</sup>

### **Highlights:**

- Transfer Learning
- Fine Tuning
- Endoscopic Image Classification
- DenseNets

### **Keywords:**

- Medical Image Classification
- Convolutional Neural Networks
- Vision Transformers
- Fine Tuning
- Transfer Learning
- Gastrointestinal Diseases

### **ABSTRACT:**

Gastrointestinal (GI) diseases are a major issue in the human digestive system. Therefore, many studies have explored the automatic classification of GI diseases to reduce the burden on clinicians and improve patient outcomes for both diagnosis and treatment purposes. Convolutional neural networks (CNNs) and Vision Transformers (ViTs) in deep learning approaches have become a popular research area for the automatic detection of diseases from medical images. This study evaluated the classification performance of thirteen different CNN models and two different ViT architectures on endoscopic images. The impact of transfer learning parameters on classification performance was also observed. The tests revealed that the classification accuracies of the ViT models were 91.25% and 90.50%, respectively. In contrast, the DenseNet201 architecture, with optimized transfer learning parameters, achieved an accuracy of 93.13%, recall of 93.17%, precision of 93.13%, and an F1 score of 93.11%, making it the most successful model among all the others. Considering the results, it is evident that a well-optimized CNN model achieved better classification performance than the ViT models

<sup>1</sup>Enes AYAN ([Orcid ID: 0000-0002-5463-8064](https://orcid.org/0000-0002-5463-8064)), Kırıkkale University, Faculty of Engineering and Natural Sciences, Department of Computer Engineering, Kırıkkale, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Enes AYAN, e-mail: enesayan@kku.edu.tr

## INTRODUCTION

The gastrointestinal (GI) system is a tubular system that performs a range of digestive functions, including chewing, swallowing, digestion, absorption, and excretion. The GI system includes several organs, starting from the mouth and extending to the anus. The sequence of organs in the GI system comprises the mouth, pharynx, esophagus, stomach, small intestines, large intestines, rectum, and anal canal (Sivari et al., 2023). The human GI system may be affected by a number of diseases, the most prevalent of which are esophageal, stomach and colorectal cancer. For example, stomach cancer is one of the GI disorders and is the fourth most common type of cancer in women and the seventh most common in men (Siddiqui et al., 2024). According to research, the success rate of treating cancer diagnosed at the second stage is 91.5%, whereas at the fourth stage, this rate drops to 16.4% (Katai et al., 2018). Therefore, early diagnosis of stomach cancer is of great importance for the success of the treatment process. Endoscopy is a commonly employed imaging method in the diagnosis of GI cancer types in GI system. It is a diagnostic procedure that employs the use of a lighted camera at the tip of a flexible tube to image the internal organs of the digestive system. This allows for the detection of potential issues. There are different types of endoscopies, including gastroscopy, colonoscopy, magnifying endoscopy, and capsule endoscopy (Sivari et al., 2023). The manual evaluation of endoscopic images is a time-consuming and labor-intensive process. Additionally, subjective evaluations can result in a high rate of misdiagnoses, leading to delays in the application of effective treatment. Statistics reveal that about 22% to 28% of polyps and 20% to 24% of adenomas are either missed or misdiagnosed (Leufkens et al., 2012). It is probable that missed polyps will develop into cancer. Therefore, there is a pressing need for the development of reliable computer-aided diagnostic systems that are capable of automatically analyzing endoscopic images and providing a secondary opinion to experts. In recent years, deep learning methods have been employed to address a variety of computer vision problems, including image classification, segmentation, and object detection (Chai et al., 2021; Pacal, 2024; Sermet and Pacal, 2024), have also been preferred by researchers for the analysis of endoscopic images. A summary of the studies in the literature is as follows:

Agrawal et al. employed transfer learning along with Convolutional Neural Networks (CNNs) for classification of endoscopic images (Agrawal et al., 2019). They developed a metric to determine the model to be used for transfer learning. The proposed method achieved a classification accuracy of 83.8%, as reported in the study. Zhang et al. improved the architecture of the single-shot multi-box detector in the detection of polyps (Zhang et al., 2019). The method proposed in the study was successful in detecting polyps with a mean average precision (mAP) rate of 90.4%. Gjestang et al. proposed a semi-supervised teacher-student learning method aimed at enhancing the classification performance of endoscopic images, achieving an accuracy of 89.3% (Gjestang et al., 2021). Meanwhile, Losenko et al. introduced a deep convolutional neural network (CNN)-based spatial attention mechanism for the classification of gastrointestinal (GI) diseases, utilizing encoder-decoder layers in their implementation (Losenko et al., 2021). With their proposed method, 93.19% classification success was achieved in classifying endoscopic images. Yogapriya et al. trained VGG-16, ResNet-18 and GoogLeNet architectures for the classification of endoscopic images using the transfer learning method (Yogapriya et al., 2021). In the study, it was reported that the VGG-16 model achieved 96.33% accuracy, which was more successful than other models. Karaman et al. utilized the artificial bee colony algorithm to determine the training hyperparameters of various You Only Look Once (YOLO) models (Karaman et al., 2023). Optimized YOLO models were used for the detection of polyps from endoscopic images in the study. It was reported that the YOLOv4 model outperformed other models with a 78% mean average

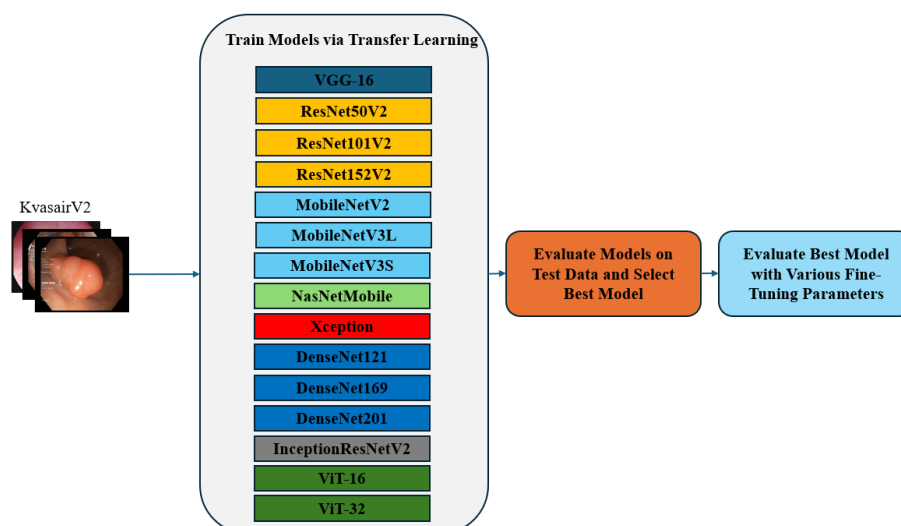


precision (mAP) value in the study. Mukhtorov et al. suggested an interpretable deep learning method based on Grad-CAM combined with ResNet152 for the classification of endoscopy images (Mukhtorov et al., 2023). In the study, the proposed method achieved a classification accuracy of 93.46%. Demirbaş et al. developed an architecture called Spatial Attention ConvMixer for classifying endoscopic images (Demirbaş et al., 2024). They compared the classification performance of their developed model with models such as Vanilla Vision Transformer (ViT), Swin Transformer, ConvMixer, MLP Mixer, ResNet50 and SqueezeNet. The study reported that the developed model achieved a classification accuracy of 93.37%. Huo et al. introduced Self-Peripheral-Attention (SPA), an novel methodology that incorporates peripheral vision modeling into the attention mechanism (Huo et al., 2024). This approach aims to enhance the accuracy and efficiency of classification and segmentation tasks in endoscopic imaging, achieving a classification accuracy of 92.7%.

The literature shows that there has been research into the segmentation, detection and classification of polyps from endoscopic images. In these studies, CNN-based models are mostly preferred. The results show the clear success of CNNs and learning in classifying endoscopic images. However, improving the classification performance of endoscopic images remains an open area of research. Our contributions to improving the classification performance of endoscopic images in this study are as follows. A wide range of pre-trained CNN models (thirteen) have been evaluated for the classification performance of endoscopic images using transfer learning strategy. The impact of transfer learning parameters on the classification performance of the CNN model has been observed. A comparison was made between the performance of CNN models and ViTs in the classification of endoscopic images.

## MATERIALS AND METHODS

In this study, the classification performance of thirteen different pre-trained CNN models and two different ViT models on endoscopic images was compared. The effect of changing the transfer learning hyperparameters of the most successful CNN model on classifying performance was observed. Figure 1 provides a summary of the study.

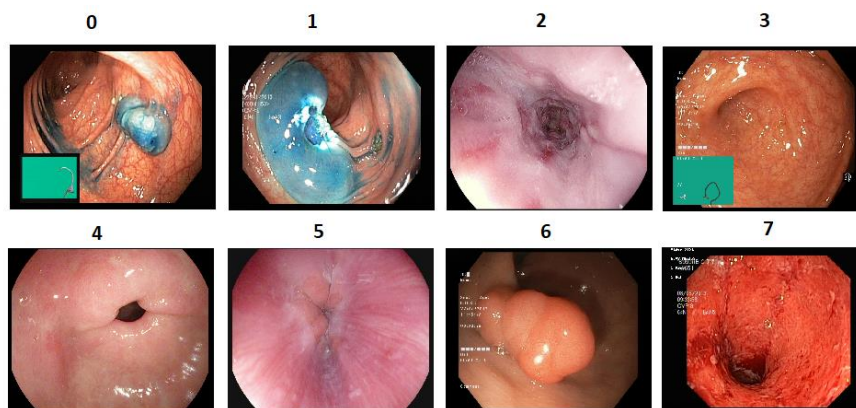


**Figure 1.** A visual representation of the study

## Dataset

The dataset used in the study consists of endoscopic images in the field of gastroenterology, created to support research in medical image analysis. This dataset was collected by the health organization in Norway and is called Kvasir-V2 (Pogorelov et al., 2017). The Kvasir-V2 dataset was

shared as open source in 2017 as part of the Mediaeval Medical Multimedia Challenge. There are eight classes in total in the dataset and each class contains 1000 images. Images are in 1920x1072 resolution from 720x576. The dataset was organized based on three key anatomical landmarks and three clinically significant findings. It also features two categories of images related to endoscopic polyp removal. The anatomical landmarks include the z-line, pylorus, and cecum, while the pathological findings encompass esophagitis, polyps, and ulcerative colitis. Additionally, various images related to lesion removal are provided in the dataset; for example, dyed and lifted polyps, and dyed resection margins. Figure 2 shows some example images from the dataset. In the study, the dataset was randomly divided into training, validation, and test sets with a ratio of 80:10:10. Detailed information on the class distribution is given in Table 1. Also, to prevent the models from overfitting, various data augmentation techniques were applied to the training dataset during training. These techniques include width shift range and height shift range with a 0.2 ratio, shear range with a 0.2 ratio, zoom range with a 0.2 ratio, and vertical and horizontal flips.



**Figure 2.** Image samples and their id values from Kvasir-V2 dataset

**Table 1.** The class names and dataset distribution in train, validation and test groups

| Class Name-(Id)            | Train | Validation | Test |
|----------------------------|-------|------------|------|
| Dyed-lifted-polyps (0)     | 800   | 100        | 100  |
| Dyed-resection-margins (1) | 800   | 100        | 100  |
| Esophagitis (2)            | 800   | 100        | 100  |
| Normal cecum (3)           | 800   | 100        | 100  |
| Normal pylorus (4)         | 800   | 100        | 100  |
| Normal-z-line (5)          | 800   | 100        | 100  |
| Polyps (6)                 | 800   | 100        | 100  |
| Ulcerative colitis (7)     | 800   | 100        | 100  |
| Total                      | 6400  | 800        | 800  |

### Convolutional Neural Networks

Convolutional Neural Networks (CNNs) are deep learning algorithms widely used in image processing and computer vision. CNNs automatically learn problem-related features from raw images and exhibit high performance in tasks such as classification, object detection, segmentation and recognition (Li et al., 2022). A traditional basic CNN architecture consists of convolutional layers, pooling layers and fully connected layers. Sequential convolutional and pooling layers are used to automatically extract features. The extracted features are used in fully connected layers to perform classification or regression, depending on the type of problem to be solved (Li et al., 2022). Various CNN architectures have been developed in the literature. In this study, thirteen pre-trained CNN architectures are used to classify endoscopic images in eight class.

## DenseNet

DenseNet (Dense Convolutional Network) is proposed by (Huang et al., 2018). This architecture features a unique connectivity pattern where each layer receives feature maps from all preceding layers and passes its output to all subsequent layers. This connectivity helps DenseNet mitigate the vanishing gradient problem commonly seen in deep networks and enables more efficient parameter usage. The fundamental building blocks of DenseNet are called "dense blocks." Within each dense block, every layer takes the output of all previous layers as its input and includes its own output as part of this set. This enhances the flow of information and the propagation of gradients, allowing the network to continue learning effectively even as it becomes deeper. Moreover, this architecture increases parameter efficiency, achieving better performance with fewer parameters. These characteristics of DenseNet make it particularly effective when working with limited datasets or performing complex tasks that require deeper networks. Models with different depths, such as DenseNet-121, DenseNet-169, and DenseNet-201, have been evaluated within this study.

## VGG

VGG (Visual Geometry Group) is a deep learning architecture developed by (Simonyan & Zisserman, 2015). The key novelty of VGG is the use of small 3x3 convolution filters applied sequentially instead of large kernel filters. This approach allows for the creation of deeper and wider networks, resulting in better generalization and higher accuracy rates. Due to its simple and clear design, VGG is widely used in deep learning research and applications. There are different versions of VGG, such as VGG16 and VGG19, depending on the number of layers. In this study VGG16 architecture was used.

## ResNetV2

ResNet architecture, first introduced by (He et al., 2015) and ResNetV2 is an improved version of ResNet architecture (He et al., 2016). The ResNet architecture uses residual connections to address the vanishing gradient problem encountered in training deep neural networks. These connections enable the network to reach deeper layers and perform better. ResNetV2 introduces improvements to this structure. One significant novelty is the application of batch normalization and activation functions (ReLU) before and after each residual block. Additionally, ResNetV2 employs a full pre-activation approach, allowing better gradient propagation and easier network training. These enhancements support the development of deeper and more effective neural networks, achieving superior performance in image recognition and other deep learning tasks. There are different versions of ResNet architecture. In this study ResNet50V2, ResNet101V2 and ResNet152V2 were evaluated.

## MobileNetV2

MobileNetV2, developed by Google (Sandler et al., 2019). It is a deep learning architecture optimized for use on mobile and embedded devices that aims to deliver high performance with low latency and light computational requirements. It builds on MobileNetV1 and includes key enhancements such as inverted residual and linear bottleneck layers. These layers enhance network efficiency by minimizing information loss, with inverted residual structures expanding and then compressing feature maps to reduce computational costs, and linear bottleneck layers preserving the non-linear properties of activation functions. In addition, deep separable convolutions reduce the number of parameters and computational load, enabling efficient and accurate image classification, object detection and segmentation on mobile devices and embedded systems.

### MobileNetV3

MobileNetV3, introduced by Google in 2019 (Howard et al., 2019), is a deep learning architecture optimized for mobile and embedded devices. The architecture is built on MobileNetV1 and MobileNetV2 to further enhance performance. Key innovations include the integration of SE (Squeeze-and-Excitation) blocks, the "hard-swish" activation function, and more efficient depth wise separable convolutions. MobileNetV3 has two main versions, MobileNetV3-Large and MobileNetV3-Small and both models were used in the study.

### NasNet

NasNet (Neural Architecture Search Network) is an architecture developed by Google Brain (Zoph et al., 2018), designed to automate the creation of deep learning models. NasNet utilizes the NAS (Neural Architecture Search) algorithm to minimize human intervention in configuring deep neural networks. This algorithm explores and optimizes numerous potential network configurations to discover the best-performing architecture. The modular design of NasNet enhances computational efficiency and optimizes the number of parameters, making it both high-performing and flexible. NasNetMobile version was used in this study.

### Xception

Xception (Extreme Inception) is a deep learning model developed by (Chollet, 2017), inspired by the Inception architecture. Xception primarily uses depth-separable convolutional layers to improve computational efficiency and model performance. Each convolution layer is divided into two steps: depth-wise convolution, which filters each input channel independently, followed by pointwise convolution, which combines all channels linearly. This approach significantly reduces the number of parameters and computational cost, while maintaining flexibility and learning capacity.

### InceptionResNetV2

InceptionResNetV2 is a hybrid deep learning model that combines the Inception architecture with residual connections, introduced by (Szegedy et al., 2016). This architecture integrates the strengths of both Inception modules, which efficiently handle multi-scale features, and ResNet's residual connections, which mitigate the vanishing gradient problem in deep networks.

### Vision Transformers

Transformers models are particularly known for their successes in natural language processing (NLP). However, in recent years, researchers have developed vision transformers (ViTs) to extend this success to the field of computer vision (Dosovitskiy et al., 2021). ViTs have managed to become an alternative to traditional CNN architectures with their success in computer vision problems. ViTs use Transformer architecture for image classification and other vision tasks. They divide images into small patches and process these patches as sequences to learn the necessary features for classification. ViTs consist of four main components: Patch Embedding, Positional Encoding, Transformer Blocks, and Classification Head. Image Patching (Patch Embedding): The input image is divided into fixed-sized patches. For example, a 224x224 image can be divided into 16x16 patches, resulting in  $14 \times 14 = 196$  patches. Each patch is then flattened and transformed into a vector of a certain dimension using a linear layer. Positional Encoding: Positional information of the elements in the sequence is required. Therefore, positional encoding is added to each patch vector. Transformer Blocks: ViTs utilize classic Transformer blocks. Each block comprises multi-head self-attention mechanisms and feed-forward neural networks. These blocks learn relationships between image patches and extract important features. Multi-layer attention mechanisms effectively capture both global and local features of the image. Classification

Head: The output of the Transformer blocks is passed through a classification layer (usually an MLP - Multi-Layer Perceptron) for final classification. Two ViT models (ViT-16, ViT-32) pre-trained on the ImageNet dataset were used in the study. The classifier layers of the models were removed, and an eight-dimensional output layer with softmax activation function was used. Input images with a resolution of 224 x 224 x 3 were utilized. For the ViT-16 model, the patch size was set to 16 x 16, while for the ViT-32 model, the patch size was set to 32 x 32. The optimizer employed was Stochastic Gradient Descent, with a learning rate of 0.001. The batch size was configured to 32, the epoch size to 50, and the loss function used was categorical cross-entropy. A visual representation of ViTs processing is given in Figure 3.

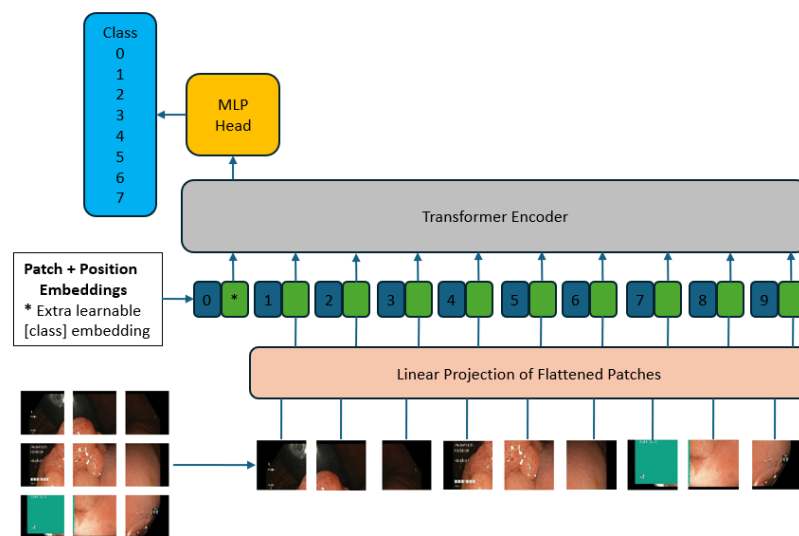


Figure 3. ViTs architecture for endoscopic image classification

### Transfer Learning and Fine Tuning

Transfer learning is the process of using the features learned by a model in one task to solve a similar task. This method is particularly useful for problems with insufficient training data (Ribani & Marengoni, 2019). In deep learning models, transfer learning often involves adapting pre-trained models on large and diverse datasets to specific and smaller datasets. In CNNs, the layers closer to the input tend to capture more general features such as edges, corners, shapes, and colors, while layers closer to the output learn more task-specific features (Krizhevsky et al., 2012). Using CNNs for transfer learning in other problem domains is a widely preferred methodology. However, determining the depth, width, and the number of layers to be fine-tuned in the fully connected layers at the output requires expertise. In this study, all models used were trained with the ImageNet dataset. Fully connected layers were not added to any models except for the output layer, utilizing the weights of the pre-trained models. Additionally, no freezing operation was performed on the convolutional layers of the models. Among these models trained in this manner, the most successful model was selected, and fully connected layers were added, with various freezing rates applied to the convolutional layers to analyze classification performance. The depth, width, and freezing rates of the convolutional layers were determined using a random search algorithm. Fully connected layers were added to the DenseNet-201 model, which yielded the most successful results among pre-trained CNN models, with configurations of (1920-8), (1920-256-8), and (1920-256-256-8). After adding these layers, classification performance was evaluated by applying freezing rates of 0%, 25%, 50%, 75%, and 100% to the convolutional layers of the model.

## Experimental Environment and CNN Model Hyperparameters

The study's experiments conducted on a system running the Ubuntu operating system, featuring 32 GB of RAM, and a 1080Ti graphics card. Training of the CNN models was conducted using the Keras deep learning library. Table 2 outlines the hyperparameters applied throughout the model training process.

**Table 2.** Hyperparameters of CNN models

| Hyperparameter    | Value                       |
|-------------------|-----------------------------|
| Input Size        | (224x224x3) - (299x299x3)   |
| Epochs            | 50                          |
| Loss Function     | Categorical Cross Entropy   |
| Batch Size        | 32                          |
| Learning Rate     | 0.001                       |
| Output Activation | Softmax                     |
| Optimizer         | Stochastic Gradient Descent |

## Evaluation Criteria

The classification performance of the models was assessed using accuracy, sensitivity, precision, and F1 score metrics. These metrics were calculated on a per-class basis, and the final results were reported as the averages of these values. The calculations were carried out by using confusion matrix and formulas in Figure 4.

|           |          | Actual                                |   |  |
|-----------|----------|---------------------------------------|---|--|
|           |          | Positive                              | Negative  |  |
| Predicted | Positive | True Positive (TP)                    | False Positive (FP)   | <b>Precision</b><br>$\frac{TP}{(TP+FP)}$         |
|           | Negative | False Negative (FN)                   | True Negative (TN)  | <b>Accuracy</b><br>$\frac{TP+TN}{(TP+TN+FP+FN)}$ |
|           |          | <b>Recall</b><br>$\frac{TP}{(TP+FN)}$ | <b>F1 Score</b><br>$\frac{(Precision \times Recall)}{(Precision+Recall)}$ |  |

**Figure 4.** Confusion matrix and metric formulas

## RESULTS AND DISCUSSION

All models trained in the study were evaluated using an external test dataset. No data augmentation was applied to the test dataset. The evaluation results are presented in Table 3.

**Table 3.** Average classification performances of models

| Model             | Accuracy | Precision | Recall | F1-Score |
|-------------------|----------|-----------|--------|----------|
| VGG-16            | 90.75    | 90.89     | 90.75  | 90.76    |
| ResNet50V2        | 91       | 91.18     | 91     | 90.96    |
| ResNet101V2       | 91.25    | 91.38     | 91.25  | 91.22    |
| ResNet152V2       | 90.87    | 90.93     | 90.87  | 90.88    |
| InceptionResNetV2 | 91.75    | 91.98     | 91.75  | 91.71    |
| MobileNetV2       | 90.62    | 91.57     | 90.62  | 90.48    |
| MobileNetV3Large  | 88.62    | 89.45     | 88.62  | 88.53    |
| MobileNetV3Small  | 87.62    | 89.11     | 87.62  | 87.38    |
| NasNetMobile      | 90.12    | 90.95     | 90.12  | 89.94    |
| Xception          | 90.12    | 90.54     | 90.13  | 90.03    |
| DenseNet121       | 91.87    | 92.02     | 91.87  | 91.87    |
| DenseNet169       | 92.25    | 92.40     | 92.25  | 92.23    |
| DenseNet201       | 92.75    | 92.75     | 92.75  | 92.74    |
| ViT-16            | 91.25    | 91.34     | 91.25  | 91.24    |
| ViT-32            | 90.50    | 91.01     | 90.50  | 90.44    |

**Classification of Gastrointestinal Diseases in Endoscopic Images: Comparative Analysis of Convolutional Neural Networks and Vision Transformers**

According to Table 3, the DenseNet201 architecture achieved the highest accuracy rate of 92.75%. Therefore, the impact of transfer learning and fine-tuning parameters on the classification performance of the DenseNet201 model is presented in Table 4. Additionally, the confusion matrix for the DensNet201 and ViT-16 model are shared in Figure 5. Table 5 shows the best fine-tuned CNN model DenseNet201's class-based classification performance.

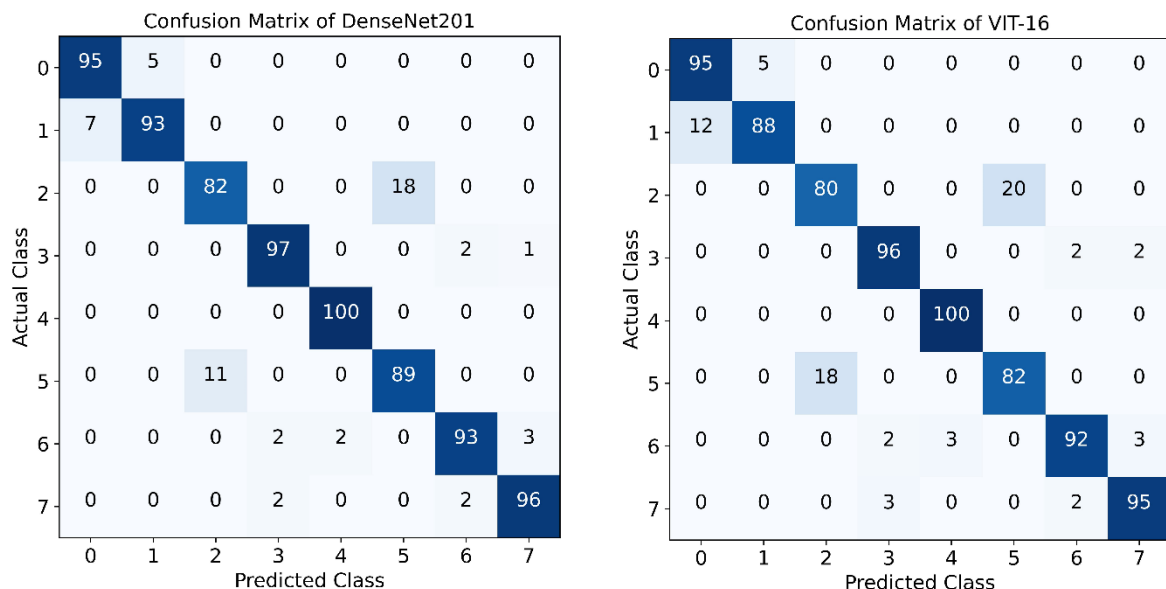
**Table 4.** Acc-1, Pre-1, Rec-1, F1-1 Indicates That after global average pooling two fully connected layers with 256,256 neurons, acc-2, pre-2, rec-2, f1-2 indicates that after global average pooling one fully connected layers with 256 neurons, acc-3, pre-3, rec-3, f1-3 indicates that after global average pooling only classification layer with 8 neurons

| Froze Rate | Acc-1 | Acc-2        | Acc-3 | Pre-1 | Pre-2        | Pre-3 | Rec-1 | Rec-2        | Rec-3 | F1-1  | F1-2         | F1-3  |
|------------|-------|--------------|-------|-------|--------------|-------|-------|--------------|-------|-------|--------------|-------|
| 0%         | 92.63 | 91.87        | 92.75 | 92.66 | 91.90        | 92.75 | 92.63 | 91.87        | 92.75 | 92.63 | 91.87        | 92.74 |
| 25%        | 92.13 | 91.63        | 92    | 92.22 | 91.77        | 91.97 | 92.12 | 91.63        | 92    | 92.10 | 91.60        | 91.97 |
| 50%        | 92.13 | <b>93.13</b> | 92.25 | 92.42 | <b>93.17</b> | 92.29 | 92.12 | <b>93.13</b> | 92.25 | 92.09 | <b>93.11</b> | 92.25 |
| 75%        | 90.87 | 90.25        | 90    | 90.97 | 90.34        | 89.99 | 90.87 | 90.25        | 90    | 90.87 | 90.25        | 89.98 |
| 100%       | 87.75 | 91.87        | 87.75 | 88.84 | 86.94        | 87.84 | 87.75 | 86.75        | 87.75 | 87.71 | 86.75        | 87.71 |

**Acc:** Accuracy, **Precision:** Prec, **Recall:** Rec, **F1 Score:** F1

**Table 5.** Fine tuned DenseNet201 model class based average classification performance

| Class Name-(Id)            | Precision    | Recall       | F1-Score     |
|----------------------------|--------------|--------------|--------------|
| Dyed-lifted-polyps (0)     | 93.14        | 95           | 94.06        |
| Dyed-resection-margins (1) | 94.90        | 93           | 93.94        |
| Esophagitis (2)            | 88.27        | 82           | 84.97        |
| Normal cecum (3)           | 96.04        | 97           | 96.52        |
| Normal pylorus (4)         | 98.04        | 1            | 99.01        |
| Normal-z-line (5)          | 83.18        | 89           | 85.99        |
| Polyps (6)                 | 95.88        | 93           | 94.42        |
| Ulcerative colitis (7)     | 96           | 96           | 96           |
| Average                    | <b>93.17</b> | <b>93.13</b> | <b>93.11</b> |

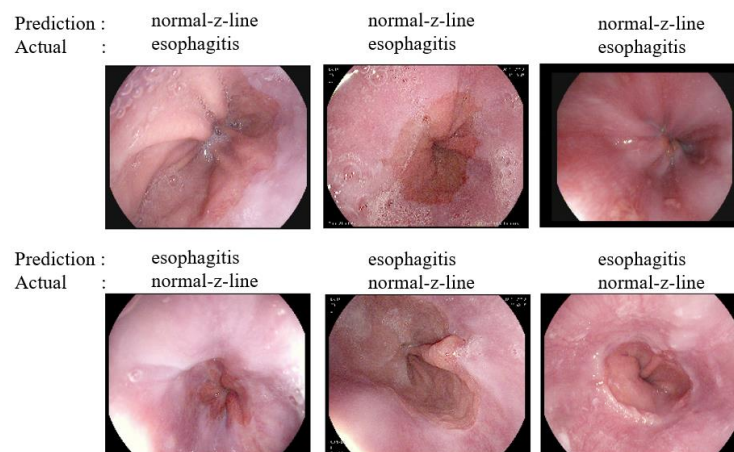


**Figure 5.** Confusion matrices of DenseNet201 and ViT-16

In this study, thirteen different CNN models (VGG-16, ResNet50V2, ResNet101V2, ResNet152V2, InceptionResNetV2, MobileNetV2, MobileNetV3Large, MobileNetV3Small, NasNetMobile, Xception, DenseNet121, DenseNet169, DenseNet201) and two ViT models (ViT-16, ViT-32) were trained using transfer learning to classify endoscopic images. Based on the evaluation of the test results, the fine-tuned DenseNet201 architecture achieved the highest performance among the

**Classification of Gastrointestinal Diseases in Endoscopic Images: Comparative Analysis of Convolutional Neural Networks and Vision Transformers**

models with 93.13% accuracy, 93.17% precision, 93.13% recall, and a 93.11% F1 score. On the other hand, the MobileNetV3Small model was observed to have the lowest classification performance. It is believed that the small number of parameters of this model negatively affected its classification performance. The impact of freezing layers in the convolutional layers and the number of fully connected layers on the classification performance of the most successful DenseNet201 model is shown in Table 4. For this dataset, it was observed that the model trained with a 50% freezing rate and a single fully connected layer consisting of 256 neurons performed better in all metrics compared to the model trained without freezing and without a fully connected layer. Although the ViT models did not surpass the CNN models in classification, they achieved a similar classification performance. Table 5 shows that the Esophagitis (2) and Normal-z-line (5) classes are the most challenging to detect. The confusion matrices in Figure 5 indicate that the high number of false negatives for these two classes is due to their similarity. Additionally, the confusion matrices show that the model also confused the Dyed-lifted-polyps (0) and Dyed-resection-margins (1) classes. An image of a visual incorrectly predicted by the model and belonging to the predicted class is shared in Figure 6. Although ViTs are powerful models that could potentially replace CNNs, they require a large number of examples to be well-trained. In this study, it was observed that they were not as effective as CNNs on small datasets. Table 6 provides a comparison of the results obtained with studies in the literature using the same dataset.



**Figure 6.** Misclassified images by the DenseNet201

**Table 6.** A comparison of the results obtained in this study with those reported in previous studies that have used the kvasir dataset

| Number | Study                   | Accuracy     | Precision    | Recall       | F1-Score     |
|--------|-------------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| 1      | Yogapriya et al (2021)  | 96.33        | 96.50        | 96.37        | 96.50        |
| 2      | Losenko et al. (2021)   | 93.19        | 92.8         | 92.7         | 92.8         |
| 3      | Gjestang et al. (2021)  | 89.3         | 89           | 89.3         | 88.6         |
| 4      | Mukhtorov et al. (2023) | 93.46        | -            | -            | -            |
| 5      | Huo et al. (2024)       | 92.87        | 93.01        | 92.87        | 92.88        |
| 6      | Demirbaş et al. (2024)  | 93.37        | 93.66        | 93.37        | 93.42        |
| 7      | Here                    | <b>93.13</b> | <b>93.17</b> | <b>93.13</b> | <b>93.11</b> |

As indicated in Table 6, the proposed method yielded superior outcomes in terms of accuracy compared to studies 3 and 5. In terms of recall, the study performed better than studies 2, 3, and 5, but lagged behind studies 1 and 6. Regarding precision, the proposed method outperformed studies 2, 3, and 5, but was inferior to studies 1 and 6. The proposed method also achieved better F1 scores than studies 2, 3, and 5. In this context, the proposed method demonstrated promising performance. The test results indicate that simple transfer learning methods are still effective compared to complex and difficult-to-



train architectures. Only study 1 appeared to be more successful than the others in Table 6. However, in this study, the data was augmented before training, and the augmented data was divided into training, validation, and test sets. This indicates a data leakage problem. One of the limitations of the study is the small number of data samples. Although online data augmentation methods were used, the quantity and quality of the data have a positive impact on classification performance.

## CONCLUSION

In this study, thirteen different CNN models and two ViT models were trained to classify endoscopic images into eight different classes. Among the models, the one with the best classification performance was fine-tuned, and the results were analyzed. The fine-tuned DenseNet201 model achieved 93.13% accuracy, 93.17% precision, 93.13% recall, and a 93.11% F1 score. According to the obtained results, the fine-tuned model outperformed the other models. Although the two ViT models trained in the study achieved classification performance close to that of the CNN models, they did not yield better results. Future work plans to explore methods to enhance the effectiveness of ViTs on small datasets.

## Conflict of Interest

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

## REFERENCES

- Agrawal, T., Gupta, R., & Narayanan, S. (2019). On evaluating CNN representations for low resource medical image classification. *IEEE International Conference on Acoustics, Speech and Signal Processing (ICASSP)*, 1363–1367.
- Chai, J., Zeng, H., Li, A., & Ngai, E. W. T. (2021). Deep learning in computer vision: A critical review of emerging techniques and application scenarios. *Machine Learning with Applications*, 6, 100134.
- Chollet, F. (2017). Xception: Deep Learning with Depthwise Separable Convolutions. *arXiv preprint arXiv:1610.02357*.
- Demirbaş, A. A., Üzen, H., & Firat, H. (2024). Spatial-attention ConvMixer architecture for classification and detection of gastrointestinal diseases using the Kvasir dataset. *Health Information Science and Systems*, 12(1), 32.
- Dosovitskiy, A., Beyler, L., Kolesnikov, A., Weissenborn, D., Zhai, X., Unterthiner, T., Dehghani, M., Minderer, M., Heigold, G., Gelly, S., Uszkoreit, J., & Houshy, N. (2021). An Image is Worth 16x16 Words: Transformers for Image Recognition at Scale *arXiv preprint arXiv:2010.11929*.
- Gjestang, H. L., Hicks, S. A., Thambawita, V., Halvorsen, P., & Riegler, M. A. (2021). A self-learning teacher-student framework for gastrointestinal image classification. *IEEE International Symposium on Computer-Based Medical Systems (CBMS)*, 539–544.
- He, K., Zhang, X., Ren, S., & Sun, J. (2015). Deep Residual Learning for Image Recognition. *arXiv preprint arXiv:1512.03385*.
- He, K., Zhang, X., Ren, S., & Sun, J. (2016). Identity Mappings in Deep Residual Networks. *arXiv preprint arXiv:1603.05027*.
- Howard, A., Sandler, M., Chu, G., Chen, L.-C., Chen, B., Tan, M., Wang, W., Zhu, Y., Pang, R., Vasudevan, V., Le, Q. V., & Adam, H. (2019). Searching for MobileNetV3 (*arXiv:1905.02244*).
- Huang, G., Liu, Z., van der Maaten, L., & Weinberger, K. Q. (2018). Densely Connected Convolutional Networks (*arXiv:1608.06993*).
- Huo, X., Tian, S., Yang, Y., Yu, L., Zhang, W., & Li, A. (2024). SPA: Self-Peripheral-Attention for central-peripheral interactions in endoscopic image classification and segmentation. *Expert Systems with Applications*, 245, 123053.

- Karaman, A., Karaboga, D., Pacal, I., Akay, B., Basturk, A., Nalbantoglu, U., Coskun, S., & Sahin, O. (2023). Hyperparameter optimization of deep learning architectures using artificial bee colony (ABC) algorithm for high performance real-time automatic colorectal cancer (CRC) polyp detection. *Applied Intelligence*, 53(12), 15603–15620.
- Katai, H., Ishikawa, T., Akazawa, K., Isobe, Y., Miyashiro, I., Oda, I., Tsujitani, S., Ono, H., Tanabe, S., Fukagawa, T., Nunobe, S., Kakeji, Y., & Nashimoto, A. (2018). Five-year survival analysis of surgically resected gastric cancer cases in Japan: A retrospective analysis of more than 100,000 patients from the nationwide registry of the Japanese Gastric Cancer Association (2001–2007). *Gastric Cancer*, 21(1), 144–154.
- Krizhevsky, A., Sutskever, I., & Hinton, G. E. (2012). ImageNet Classification with Deep Convolutional Neural Networks. *Advances in Neural Information Processing Systems*, 25.
- Leufkens, A., Van Oijen, M., Vleggaar, F., & Siersema, P. (2012). Factors influencing the miss rate of polyps in a back-to-back colonoscopy study. *Endoscopy*, 44(05), 470–475.
- Li, Z., Liu, F., Yang, W., Peng, S., & Zhou, J. (2022). A Survey of Convolutional Neural Networks: Analysis, Applications, and Prospects. *IEEE Transactions on Neural Networks and Learning Systems*, 33(12), 6999–7019.
- Lonseko, Z. M., Adjei, P. E., Du, W., Luo, C., Hu, D., Zhu, L., Gan, T., & Rao, N. (2021). Gastrointestinal disease classification in endoscopic images using attention-guided convolutional neural networks. *Applied Sciences*, 11(23), 11136.
- Mukhtorov, D., Rakhmonova, M., Muksimova, S., & Cho, Y.-I. (2023). Endoscopic image classification based on explainable deep learning. *Sensors*, 23(6), 3176.
- Pacal, I. (2024). Improved Vision Transformer with Lion Optimizer for Lung Diseases Detection. *International Journal of Engineering Research and Development*, 16(2), 760-776.
- Pogorelov, K., Randel, K. R., Griwodz, C., Eskeland, S. L., De Lange, T., Johansen, D., Spampinato, C., Dang-Nguyen, D.-T., Lux, M., Schmidt, P. T., Riegler, M., & Halvorsen, P. (2017). KVASIR: A Multi-Class Image Dataset for Computer Aided Gastrointestinal Disease Detection. *Proceedings of the 8th ACM on Multimedia Systems Conference*, 164–169.
- Ribani, R., & Marengoni, M. (2019). A survey of transfer learning for convolutional neural networks. *SIBGRAPI Conference on Graphics, Patterns and Images Tutorials (SIBGRAPI-T)*, 47–57.
- Sandler, M., Howard, A., Zhu, M., Zhmoginov, A., & Chen, L.-C. (2019). MobileNetV2: Inverted Residuals and Linear Bottlenecks. *arXiv preprint arXiv:1801.04381*.
- Sermet, F., & Pacal, I. (2024). Deep learning approaches for autonomous crack detection in concrete wall, brick deck and pavement. *Dicle Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Mühendislik Dergisi*, 15(2), 503-513.
- Siddiqui, S., Akram, T., Ashraf, I., Raza, M., Khan, M. A., & Damaševičius, R. (2024). CG-Net: A novel CNN framework for gastrointestinal tract diseases classification. *International Journal of Imaging Systems and Technology*, 34(3), e23081.
- Simonyan, K., & Zisserman, A. (2015). Very Deep Convolutional Networks for Large-Scale Image Recognition. *arXiv preprint arXiv:1409.1556*.
- Sivari, E., Bostanci, E., Guzel, M. S., Acici, K., Asuroglu, T., & Ercelebi Ayyildiz, T. (2023). A new approach for gastrointestinal tract findings detection and classification: Deep learning-based hybrid stacking ensemble models. *Diagnostics*, 13(4), 720.
- Szegedy, C., Ioffe, S., Vanhoucke, V., & Alemi, A. (2016). Inception-v4, Inception-ResNet and the Impact of Residual Connections on Learning. *arXiv preprint arXiv:1602.07261; Version 2*.
- Yogapriya, J., Chandran, V., Sumithra, M. G., Anitha, P., Jenopaul, P., & Suresh Gnana Dhas, C. (2021). Gastrointestinal Tract Disease Classification from Wireless Endoscopy Images Using Pretrained Deep Learning Model. *Computational and Mathematical Methods in Medicine*, 2021, 1–12.
- Zhang, X., Chen, F., Yu, T., An, J., Huang, Z., Liu, J., Hu, W., Wang, L., Duan, H., & Si, J. (2019). Real-time gastric polyp detection using convolutional neural networks. *PloS One*, 14(3), e0214133.
- Zoph, B., Vasudevan, V., Shlens, J., & Le, Q. V. (2018). Learning Transferable Architectures for Scalable Image Recognition. *arXiv preprint arXiv:1707.07012*.

**Araştırma Makalesi / Research Article**

**Geliş tarihi / Received: 20.06.2024**

**Kabul tarihi / Accepted: 23.07.2024**

**Atıf İçin:** Kunteş, Ö. ve Bezek Güre, Ö. (2024). Yapay Sinir Ağı Kullanılarak Petrol Sektöründe Yaşanan İş Kazalarının İncelenmesi. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1000-1012.

**To Cite:** Kunteş, Ö. & Bezek Güre, Ö. (2024). Investigation of Work Accidents Occuring in the Oil Industry using Artificial Neural Network. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1000-1012.

**Yapay Sinir Ağı Kullanılarak Petrol Sektöründe Yaşanan İş Kazalarının İncelenmesi**

Önder KÜNTEŞ<sup>1</sup>, Özlem BEZEK GÜRE<sup>2\*</sup>

**Öne Çıkanlar:**

- İş kazaları
- Petrol sektörü
- Yapay sinir ağları

**Anahtar Kelimeler:**

- İş sağlığı ve güvenliği
- İş kazaları
- Petrol sektörü
- Veri madenciliği
- Yapay sinir ağları

**ÖZET:**

Türkiye’de her yıl birçok sektörde iş kazası yaşanmaktadır. Petrol sektöründe meydana gelen iş kazalarının değerlendirilmesini amaçlayan bu çalışmada yapay sinir ağları kullanılarak kaza tahminlemesi yapılmıştır. Petrol sektöründe faaliyet gösteren bir şirkette 2020-2023 yıllarında meydana gelmiş olan 2210 adet iş kazası verileri kullanılmıştır. Çalışmada; aylık kaza verileri ile yapay sinir ağı modellemesi yapılmıştır. Çalışmada ileri beslemeli ağlardan olan Çok Katmanlı Algılayıcı yapay sinir ağları (ÇKAYSA) ile Radyal Tabanlı Fonksiyon yapay sinir ağları (RTFYSA) kullanılmıştır. Çalışmada verilerin %70’i eğitim verisi diğerleri ise test verisi olarak kullanılmıştır. Analizler sonucunda; ÇKAYSA yönteminde %84.1 doğru sınıflama oranı, RTFYSA yöntemi ile %86.4 doğru sınıflama oranı elde edilmiştir. RTFYSA yönteminin ÇKAYSA yöntemine göre daha başarılı performans gösterdiği söylenebilir. Yöntemlerin iş kazalarının tahmini amacıyla kullanılması önerilmektedir.

**Investigation of Work Accidents Occuring in the Oil Industry using Artificial Neural Network**

**Highlights:**

- Work accidents
- Oil industry
- Artificial neural networks

**Keywords:**

- Occupational health and safety
- Work accidents
- Oil industry
- Data mining
- Artificial neural networks

**ABSTRACT:**

Occupational accidents occur in many sectors in Türkiye every year. In this study, which aims to evaluate occupational accidents occurring in the oil sector, accident estimation was made using artificial neural networks. Data on 2210 work accidents that occurred between 2020 and 2023 in a company operating in the oil sector were used. In this study; Artificial neural network modeling was done with monthly accident data. In the study, Multilayer Perceptron Artificial Neural Networks (MLPANN) and Radial Basis Function Artificial Neural Networks (RBFANN), which are feed-forward networks, were used. 70% of the data is divided as training data and 30% as test data. As a result of the analysis; An 84.1% correct classification rate was obtained with the MLPANN method, and an 86.4% correct classification rate was obtained with the RBFANN method. It can be said that the RBFANN method performs more successfully than the MLPANN method. It is suggested to use the methods in order to estimate the occupational accidents .

<sup>1</sup> Önder KÜNTEŞ ([Orcid ID: 0009-0000-8841-3632](https://orcid.org/0009-0000-8841-3632)), Özlem BEZEK GÜRE ([Orcid ID: 0000-0002-5272-4639](https://orcid.org/0000-0002-5272-4639)), Batman Üniversitesi, Sağlık Hizmetleri Meslek Yüksekokulu, Tıbbi Hizmetler ve Teknikler Bölümü, Batman, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Özlem BEZEK GÜRE, e-mail: obezekgure@gmail.com

Bu çalışma Önder KÜNTEŞ’in Yüksek Lisans tezinden üretilmiştir.

## GİRİŞ

Küresel enerji politikalarına yön veren petrol ve doğalgaz sektörü, milli ekonomiler için önemli bir yere sahiptir. Bundan dolayı da ülkeler petrol ve doğal gaz arama faaliyetleri ve uluslararası pazarlara ulaştırılmasında birbirleriyle rekabet halindedirler (Bayraç 2009). Hali hazırda yenilenebilir enerji kaynaklarına yönelim olsa da dünyada nüfusun artması ve teknolojinin gelişimine paralel olarak enerji ihtiyacını karşılamak amacıyla fosil yakıtlardan enerji talebi karşılanmaya devam edilmektedir. Bundan dolayı; petrol ve doğalgaz, dünyada enerji alanındaki önceliğini korumaya devam etmektedir. Ülkeler, petrol ve doğalgaz kuyuları açarak enerji ihtiyacını karşılamak istemektedirler. Bu alanda çalışmalar yapılarak rezervlerini artırmak amacındadırlar (Güllü ve ark., 2021). Yapılan çalışmalar sırasında birçok kazalar meydana gelmektedir. Bu kazalardan dolayı petrol ve doğalgaz sektöründe çalışan için bedende yaralanmalar ve ölümler, işyeri sahipleri içinde maddi kayıplar ve kalifiye işçi kayıpları başta olmak üzere maddi ve manevi kayıplar olmaktadır. Bu kazaların önlenmesi ya da en aza indirilmesi, öncelikle işçi sağlığı ardından ülke ekonomisi açısından da önem arz etmektedir. Bu nedenle petrol ve doğalgaz sektöründeki iş kazalarının nedenlerini saptamak kazaları en aza indirmede yardımcı olacaktır.

Çalışma hayatı kendisiyle birlikte pek çok problemi de getirmektedir. Söz konusu bu problemlerden bir tanesi de sağlıksız ve güvensiz çalışma koşul ve ortamlarıdır. Bu kötü şartlar söz konusu olduğunda ve önlem alınmadığı zaman iş kazaları ve meslek hastalıkları söz konusu olabilmektedir. Bir işyerinde çalışan personelleri kazalardan ve hastalıklardan korumak için günümüzde alınan tedbir ve önlemler iş sağlığı ve güvenliği kapsamında kabul edilmektedir. (Akbulut 2017).

İşçilerin fiziksel ve psikolojik tıbbi yetilerinin en üst noktaya çıkartılması, bütün işçilerin fiziksel ve psikolojik açıdan kendilerine ait kabiliyetlere uygun olacak işlerde emek sarf etmeleri, olumlu olmayan koşullar sebebi ile işçilerinin sağlık durumlarının kötüye gitmesinin engellenmesi, işçiler ile sarf edilen işle ilgili bir ahengin temin edilerek en az çabayla en yüksek verime ulaşılması, işyerindeki tıbbi kapasiteye olumsuz olarak yansiyacak faktörlerin engellenmesi, oluşabilecek sağlık problemlerinin ve meslek hastalıklarının saptanarak, etkin tedaviye ulaşmaları, söz konusu hususlarla karşı karşıya kalan işçilerin tekrardan işe geri dönmelerinin sağlanması, oluşabilecek olan risklerin objektif, etik ve bilimsel bir şekilde saptanması iş sağlığı ve güvenliğinin hedeflerindedir. (Oğan, 2014).

Ülkemizin ve dünya ekonomisindeki, endüstriyel ve teknolojik ilerlemeler insan yaşamının her noktasında yaşam kalitesini artırırken öteki taraftan bireylere birtakım problemler çıkarmakta hatta bireylerin yaşamlarını yitirmelerine neden olabilmektedir. Tüm bu meydana gelişlerin yaygın olarak iş yaşamı içerisinde olduğu dile getirilebilir. Bundan dolayı gereken önlemlerin alınarak çalışma ortamlarının güvenlik ve sağlık bakımından çalışılabilir bir duruma getirilmesi zorunludur. (Altinel, 2013).

Şimdilerde endüstrileşmenin gelişimine bağlı olarak rekabetin artış göstermesi, işverenlerin gider kalemi olarak kabul ettikleri güvenlik ve sağlık ve güvenlik faktörlerinde belirli bir standardın olmamasından dolayı işle alakalı yaralanma ve hastalıkların artış gösterdiği gözlenmektedir. Dünyanın genelinde olduğu üzere Türkiye’de de endüstrileşmenin ertesinde iş kazaları ve meslek hastalıklarındaki artış mühim bir problem olarak karşımıza çıkmaktadır. Halbuki iş kazalarını ve meslek hastalıklarını azaltabilmek adına yapılan iş sağlığı ve güvenliği çalışmalarının giderleri azalttığı, çalışanlardaki iş memnuniyeti neticesinde verimliliğin arttığı ve işten çıkmayı düşünen

işçilerin bu düşüncelerini terk ederek çalışan değişiklik oranının azaldığı ifade edilebilir (Çolak ve Çetin, 2017).

Mevcut çalışmada, yapay sinir ağları ailesinden ÇKAYSA ve RTFYSA yöntemleri kullanılarak petrol sektöründe yaşanan iş kazalarının tahmin edilmesi ve her iki yöntemin tahminleme performanslarının karşılaştırılması amaçlanmaktadır. Alan yazın incelendiğinde söz konusu yöntemlerin bu amaçla işe koşulduğu çalışmalara rastlanmamıştır.

### İlgili Çalışmalar

Alan yazın incelendiğinde; çalışmamıza benzer olarak Akın, Duman ve Alkan (2021) tarafından yapılan çalışmada, inşaat sektöründe meydana gelen iş kazaları yapay sinir ağları kullanılarak incelenmiştir. Yine Türker ve Kandı (2020) çalışmalarında, iş kazaları şiddetini yapay sinir ağları ile tahminlemiştirlerdir. Benzer bir şekilde; Tokdemir ve Ayhan (2019) tarafından yapılan çalışmada, yaralanma verilerine yapay sinir ağları uygulanmıştır. Ek olarak; Ayanoğlu ve Kurt (2019) tarafından yapılan çalışmada, ÇKAYSA yöntemi kullanılarak metal sektöründe yaşanan iş kazaları tahminlenmiştir. Yine Şahmutoğlu ve arkadaşları çalışmalarında, iş kazalarının risk değerlendirilmesi amacıyla ÇKAYSA yöntemini kullanmışlardır (Şahmutoğlu ve ark., 2021). Şen ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada da iş kazalarını tahminlemek amacıyla yapay sinir ağları kullanılmıştır (Şen ve ark., 2023). Ek olarak; Altındış (2023) tarafından yapılan çalışmada, maden sektöründe yaşanan iş kazaları, YSA, K- en yakın komşuluk algoritması (KNN) ile Destek Vektör makineleri (DVM) yöntemleri kullanılarak incelenmiştir. Yine Sabet ve arkadaşları, iş kazalarına bağlı yaralanma riskini tahminlemek amacıyla yapay sinir ağlarını kullanmışlardır (Sabet ve ark., 2021). Mahmoud (2021) tarafından yapılan çalışmada ise işçilerin kaza oranlarını tahminlemek amacıyla YSA ve Bulanık Mantık kümeleme yöntemleri kullanılmıştır. Diğer taraftan; Nayak ve arkadaşları, iş kazaları riskini belirlemek amacıyla Bayesyen Network yöntemini kullanmışlardır (Nayak ve ark., 2022). Yine Stripling ve arkadaşları, RTFYSA yönteminin yanı sıra Lojistik Regresyon (LR), Rastgele Ormanlar (Random Forest-RF), Sınıflandırma ve Regresyon Ağaçları (CART) ve Destek Vektör Makineleri (DVM) yöntemlerini kullanarak işçi tazminatlarını belirlemek amaçlamışlardır (Stripling ve ark., 2018). Ergül (2018) tarafından yapılan çalışmada ise Türkiye'deki iş kazaları ARIMA ve yapay sinir ağları kullanılarak incelenmiştir.

Diğer taraftan; alan yazın incelendiğinde, mevcut çalışmada kullanılan yöntemler kullanılarak farklı alanlarda çalışmaların yapıldığı görülmektedir. Fath ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, ham petrol sistemlerinin çözelti oranını tahmin etmek amacıyla ÇKAYSA ve RTFYSA yöntemleri kullanılmıştır (Fath ve ark., 2020). Baklacioğlu, yöntemleri ticari uçakların yakıt akış hızını tahminlemek amacıyla kullanmıştır (Baklacioğlu, 2021). Yöntemler, Sadeghi ve arkadaşları tarafından güneş kolektörlerinin performanslarının tahmin edilmesinde kullanılmıştır (Sadeghi ve ark., 2021). Yan ve arkadaşları, yöntemleri enerji yükünün tahmin edilmesinde kullanmışlardır (Yan ve ark., 2023). Benzer bir şekilde; Ramana ve Shanmugam, kısa vadeli güç tüketimini tahmin etmek amacıyla kullanmışlardır (Ramana ve Shanmugam, 2024). Yöntemler, Deymi ve arkadaşları tarafından nano akışkanların yoğunluğunu tahmin edilmesinde kullanılmıştır (Deymi ve ark., 2024). Bonini Neto ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada ise çim verimini tahmin etmek amacıyla kullanılmıştır (Bonini Neto ve ark., 2023). Yine Champati ve arkadaşları çalışmalarında, Shatavarin IV içeriğini tahmin etmek amacıyla kullanmışlardır (Champati ve ark., 2023). Diğer taraftan; Kayri (2015), üniversite öğrencilerinin başarı durumlarını etkileyen faktörleri belirlemek amacıyla söz konusu yöntemleri kullanmıştır. Yine Özbey ve Kayri çalışmalarında öğrencilerin işlemsel uzaklık algılarını

etkileyen faktörleri belirlemek amacıyla aynı yöntemleri kullanmışlardır (Özbey ve Kayri, 2023). Benzer bir şekilde; Güre ve arkadaşları tarafından öğrencilerin matematik başarılarını etkileyen faktörleri belirlemek amacıyla RTFYSA yöntemi kullanılmıştır (Güre ve ark., 2019). Yine yazarlar aynı amaçla ÇKAYSA ve Random Forest yöntemlerini kullanmışlardır (Güre ve ark., 2020).

Son zamanlarda; yapay sinir ağları yöntemlerinin birçok alanda kullanıldığı çalışmalara rastlanmaktadır. Eker ve arkadaşları, DC motor hız kontrolü için ÇKAYSA yönteminin eğitiminde atom arama optimizasyonunu uygulamışlardır (Eker ve ark., 2021). Yine yazarlar tarafından yapılan başka bir çalışmada, aynı amaçla sürü tabanlı meta sezgisel algoritmalar yöntemi uygulanmıştır (Eker ve ark., 2023). Diğer taraftan; Paçal ve Kunduracıoğlu, Convolutional Neural Networks (CNN) ve Vision Transformer (ViT) modellerini kullanarak şeker kamışını sınıflandırmışlardır (Paçal ve Kunduracıoğlu, 2024). Yine Kunduracıoğlu ve Paçal (2024) tarafından yapılan çalışmada söz konusu yöntemler, bitkilerde meydana gelen hastalıkların sınıflandırılmasında kullanılmıştır. Paçal ve arkadaşları deri kanserinin teşhis edilmesinde bu yöntemlere ek olarak ÇKAYSA yöntemlerini kullanmışlardır (Paçal ve ark., 2024). Diğer taraftan Özüpak ve Aslan kablosuz güç aktarımı sistemlerine yapay sinir ağlarını uygulamışlardır (Özüpak ve Aslan, 2024).

## MATERYAL VE METOT

Makalenin bu bölümünde; çalışmada kullanılan veri seti, iş kaza sayılarını tahmin etmek amacıyla kullanılan yöntem ve yöntemlerin performanslarını karşılaştırmak amacıyla kullanılan performans ölçütlerine değinilmiştir

### Veri Seti

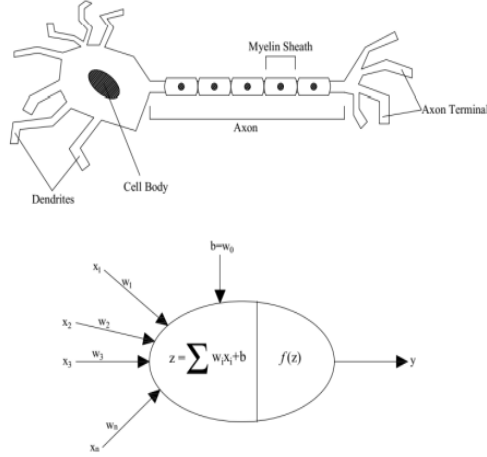
Bu çalışmada, petrol sektöründe faaliyet gösteren bir şirkette 2020-2023 yıllarına yönelik iş kazaları verileri resmi izin alınarak talep edilmiştir. Çalışmada verilerin analizi için, Excel ve SPSS 21 programları kullanılmıştır. Öncelikle; iş kazaları aylık olarak düzenlenmiştir. Ardından kaza sayılarını tahminlemek amacıyla ÇKAYSA ve RTFYSA yöntemleri kullanılarak tahminlemeler yapılmıştır. Bu amaçla; ay, yıl ve kaza sayıları olmak üzere 3 adet değişken kullanılmıştır. Bunlardan kaza sayıları bağımlı değişken, diğerleri ise bağımsız değişken olarak analize alınmıştır.

### Yöntem

#### Yapay sinir ağları

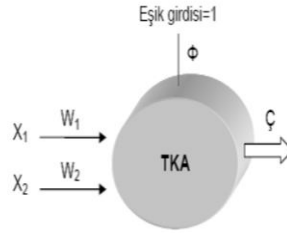
Yapay sinir ağları (YSA), niceliksel modellemede yüksek doğruluk ve minimum hata ile bağımlı ve bağımsız değişkenler arasındaki ilişkileri araştıran yöntemler topluluğudur (Kayri, 2016). Son yıllarda bilgisayar teknolojilerinde yaşanan gelişmeler dolayısıyla YSA'ya olan ilgi artmaktadır. En sık kullanılan istatistiksel yöntemlerden olan YSA; eğitim, sağlık, mühendislik gibi birçok alanda kullanılmaktadır. YSA'nın herhangi bir varsayımı bulunmamaktadır. Örnek verilecek olursa; gözlemlerin bağımsızlığı, aykırı değer, normallik ve çoklu bağlantılılık sorunu vb. (Güre ve ark., 2020). YSA, değişkenler arasında karmaşık ve doğrusal olmayan ilişkileri ortaya çıkarabilme yeteneğine sahiptir (Somers ve Casal, 2009). Yöntemler, sınıflama, kümeleme, tahminlemede başarılı sonuçlar vermektedir (Zhang, 2010). YSA'nın, değişkenler arasında doğrusal olmayan ilişki olması durumunda bile tahminleme yeteneği bulunmaktadır (Bezek Güre, 2023). Yöntem, bağımsız değişkenler arasındaki etkileşimlerdeki olasılık değerlerini kullanarak bağımlı değişkeni tahmin etmektedir (Cascallar ve ark.,2015).

YSA, insan beyninden ilham alınarak geliştirilmiştir. McCulloch ve Pitts tarafından 1943 yılında temelleri atılan YSA, elektrik devrelerini kullanarak yapay sinir hücrelerini geliştirmişlerdir. Yapay sinir ağları, insan beynini temel alan bir akıl yürütme modeli olarak da ifade edilebilir. YSA'nın en temel hesaplama birimi olan yapay nöronlar basit bir yapıya ve muazzam bir işlem gücüne sahiptirler. Bir nöronun yapısı incelendiğinde, soma, dendrit ve akson'dan oluşur. (Negnevitsky, 2005).



Şekil 1. Biyolojik Nöron ve Yapay Nöron Yapısı (Koroğlu, 2023)

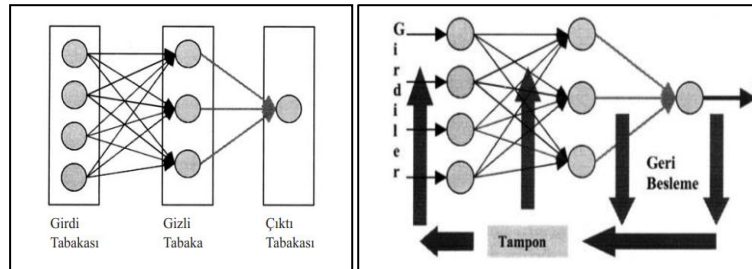
Frank Rosenblatt tarafından 1960 yılında yapay sinir ağının en basit hali olan perceptron geliştirilmiştir (Rosenblatt, 1960). Bu ağlar, giriş ve çıktı katmanından oluşmaktadır.



Şekil 2. Tek Katmanlı Algılayıcılar Yapısı (Öztemel, 2012)

YSA'nın yapısı incelendiğinde, temel olarak birbirine bağlı yapay nöronlardan oluştuğu görülmektedir. YSA, giriş, gizli ve çıktı katmanlarından oluşmaktadır. Giriş katmanı bağımsız değişkenlerden oluşurken, bu katman aracılığıyla gizli katmana bilgi iletilmektedir. Gizli katman, aktivasyon fonksiyonlarını içermektedir. Bu katmanda, bağımsız değişkenlerin bağımlı değişken üzerindeki etkilerini hesaplamak amacıyla ağırlıklar hesaplanır (Hagan ve Menhaj, 1994; Saini, 2008).

YSA'lar geri ve ileri beslemeli ağlar olarak sınıflandırılmaktadır. Bunlara ait görseller aşağıda verilmiştir.



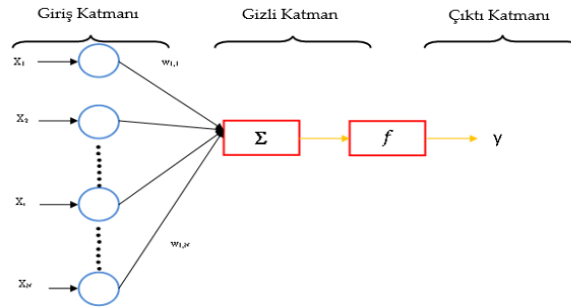
Şekil 3. İleri ve Geri Beslemeli YSA Yapısı (Diler, 2003)

İleri beslemeli ağlar, bir dizi öngörücü veya girdi değişkeni ile bir veya birden fazla yanıt veya çıktı değişkeni arasındaki ilişkileri modellemede kullanılmaktadır (Zhang, 2010). Bu ağlar, örüntü tanımanın yanı sıra, fonksiyon yaklaşımı, dinamik modelleme ve zaman serisi tahmini gibi amaçlarla

kullanılmaktadır (Yu ve ark., 2002). Geri beslemeli ağlar ise örüntü tanıma ve çok değişkenli doğrusal olmayan ilişkilerin modellenmesinde başarılıdır (Goh, 1995). Bu ağlarda, bilgi akışı çıkıştan girişe doğru iken ileri beslemeli ağlarda durum tam tersidir. Bu ağlarda bilgi akışı sadece tek yönde ilerlemektedir.

### Çok katmanlı algılayıcı yapay sinir ağları

ÇKAYSA, YSA'lar arasında sıklıkla kullanılan algoritma olup, birçok alandaki sınıflandırma ve regresyon uygulamalarında başarılı performans göstermektedir (Haykin, 2009).



Şekil 4. ÇKAYSA'nın Temel Yapısı (Kayri, 2015)

ÇKAYSA'larda giriş ve çıkış katmanı birer adettir. Ancak gizli katman birden fazla olabilir (Gönül ve ark., 2015). Bu ağlarda geri yayılım algoritması kullanılarak ağ eğitilmektedir. Geri yayılım algoritması ile hatalar, çıkıştan girişe doğru olacak şekilde minimum yapılmaya çalışılmaktadır (Seyman ve Taşpınar, 2009). ÇKAYSA'nın yapısı, katman sayısı seçimine ve bu katmanların her birinde bulunan gizli düğümlerin sayısına bağlı olarak değişmektedir. (Zanchettin ve ark., 2011).

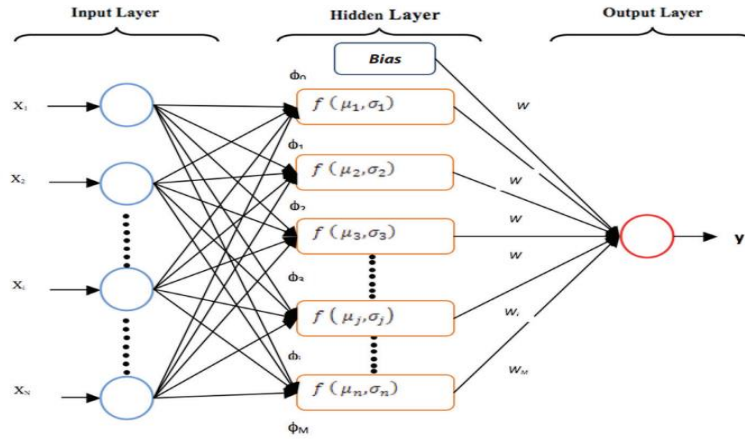
ÇKAYSA yönteminin eğitilerek öğrenebilme yeteneği bulunmaktadır. Bu amaçla eğitim verisi kullanılmaktadır. Eğitim verisi, girdi verileri ile çıktı vektöründen oluşmaktadır. Çok katmanlı bir algılayıcıyı eğitiminde, ağın modellediği ilişkinin doğru bir şekilde çözümleneceği şekilde bireysel ağırlık değerleri belirlenmektedir (Gardner ve Dorling, 1998). Diğer bir deyişle, hatayı en aza indirecek en iyi ağırlık setinin farklı öğrenme algoritmaları kullanılarak değerlendirilmektedir. ÇKAYSA'nın eğitiminde çeşitli teknikler kullanılmaktadır. Son yıllarda bu amaçla geri yayılım algoritması kullanılmaktadır (Delashmit ve Manry, 2005).

### Radyal tabanlı fonksiyon yapay sinir ağları

İleri beslemeli ağlardan olan RTFYSA'nın yapısı incelendiğinde tek bir gizli katmana sahip olduğu görülmektedir. Bu ağlar ÇKAYSA ağlarına benzerdir (Abdi ve ark., 2018). Ancak; RTFYSA'nın yalnızca iki ağırlık katmanına sahip olması ve her katmanın sırayla belirlenebilmesinden dolayı daha hızlı öğrenme hızına sahiptir (Hwang ve Bang, 1997).

Şekil 5'te görüldüğü üzere RTFYSA ağlarında giriş, gizli ve çıktı katmanı birer adettir. Yani 3 katmandan oluşmaktadır.





Şekil 5. RTYSA'nın Temel Yapısı (Kayri, 2015)

Bu ağlarda, önsel bilgi veya geçmiş deneyimler yoluyla belirlenen ağ yapısı kullanılarak eğitim başlanmaktadır. Deneme yanılma yoluyla uygun ağ yapısı belirlenmektedir (Billings ve Zheng, 1994). RTFYSA'da  $\sigma_i$  genişliğini hesaplamak,  $\mu_i$  merkezini ve  $\omega_i$  ağırlıklarını ayarlamak suretiyle eğitim gerçekleştirilmektedir. (Kayri, 2015). Bu ağların eğitimindeki en önemli aşama ağırlık merkezlerinin sayısının ve konumlarının seçilmesidir. Bununla birlikte, gizli nöronların sayısı ağın performansını önemli düzeyde etkilemektedir. Nöron sayısının azlığı öğrenme açısından yetersiz olabileceği gibi fazlalığı aşırı uyum problemine yol açabilmektedir (Raitoharju, 2016).

Mevcut çalışmada yöntemlerin uygulanmasından önce verilerin %70'i eğitim verisi diğerleri ise test verisi olarak kullanılmıştır. Her deneme için farklı performans göstermeleri nedeniyle her iki yönteme ait analizler, birçok kez tekrarlanmıştır. İş kazalarının söz konusu iki yöntemle tahminlenmesi için performans ölçütleri olarak; RMSE, MAE, RAE, RRSE ve korelasyon katsayısı kullanılmıştır. Performans ölçütlerine ait denklemler aşağıda verilmiştir (Kayri, 2015).

$$RMSE = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (P_i - O_i)^2} \quad (1)$$

$$MAE = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |P_i - O_i| \quad (2)$$

$$RAE = \frac{\sum_{j=1}^n P_{ij} - O_i}{\sum_{j=1}^n |O_j - \bar{O}|} \quad (3)$$

$$RRSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (P_i - O_i)^2}{\sum_{j=1}^n (|O_j - \bar{O}|)^2}} \quad (4)$$

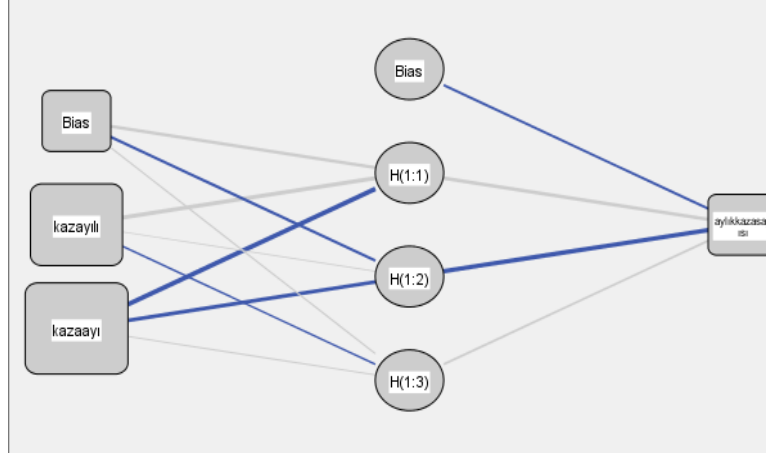
$$CE = 1 - \frac{\sum_{i=1}^N (P_i - O_i)^2}{\sum_{i=1}^N (P_i - O_M)^2} \quad (5)$$

Yukarıda verilen denklemlerde;  $P_i$  tahmin değerini,  $O_i$  gözlem değerlerini göstermektedir (Kayri, 2015).

## BULGULAR VE TARTIŞMA

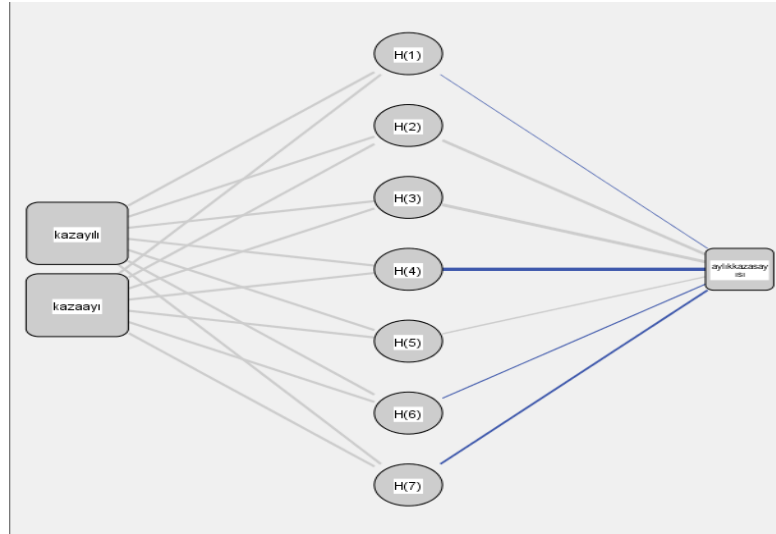
Bu bölümde 2020-2023 yılları arasında petrol sektöründe faaliyet gösteren bir şirkette meydana gelen iş kazaları istatistiksel olarak incelenmiştir. Çalışmada, aylık kaza sayısı bağımlı değişken, ay ve yıl değişkenleri de bağımsız değişken olarak kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan yöntemler bir çok kez denenmiş ve en yüksek doğruluğun elde edildiği değerler alınmıştır.

Yapılan analizler sonucu ÇKAYSA yöntemine ait gizli katman aktivasyon fonksiyonu “hiperbolik tanjant”, çıktı katmanı aktivasyon fonksiyonu “identify” olarak belirlenmiştir. Yönteme ait ağ yapısı Şekil 6’da verilmiştir.



Şekil 6. ÇKAYSA Yöntemine Ait Ağ Yapısı

Yapılan analizler sonucu RTFYSA yöntemine ait gizli katman aktivasyon fonksiyonu “softmax”, çıktı katmanı aktivasyon fonksiyonu “identify” olarak belirlenmiştir. Yönteme ait ağ yapısı Şekil 7’de verilmiştir.



Şekil 7. RTFYSA Yöntemine Ait Ağ Yapısı

Çalışmada kullanılan yöntemlerin performanslarını gösteren analiz sonuçları Tablo 1’de verilmiştir.

**Tablo 1.** ÇKAYSA ve RTFYSA Yöntemlerinin Performansı

| Yöntemler | Doğru Sınıflandırma Oranı% | Korelasyon | MSE   | RMSE  | MAE   | RAE   | RRSE  |
|-----------|----------------------------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| ÇKAYSA    | 84.1                       | 0.584      | 0.356 | 0.596 | 0.042 | 0.798 | 0.819 |
| RTFYSA    | 86.4                       | 0.673      | 0.289 | 0.538 | 0.037 | 0.713 | 0.739 |

Tablo 1’de, ÇKAYSA ve RTFYSA yöntemleri, iş kaza sayılarını tahmin etmek amacıyla belirlenen performans ölçütlerine göre değerlendirilmiştir. ÇKAYSA yönteminin doğru sınıflandırma oranı %84,1, RTFYSA yönteminin doğru sınıflandırma oranı %86,1 olarak bulunmuştur. RTFYSA yönteminin daha doğru sınıflama performansı gösterdiği görülmektedir. Diğer taraftan; kullanılan

MSE, RMSE, MAE, RAE ve RRSE hata metrikleri açısından da RTFYSA yönteminin minimum hata oranlarına sahip olduğu belirlenmiştir. Bu sebeple yöntemin daha başarılı sınıflama performansı gösterdiği söylenebilir.

Bu çalışmada; ÇKAYSA ve RTFYSA yöntemlerini kullanarak, petrol sektöründe meydana gelen iş kazalarını tahmin etmek ve her iki yöntemin tahminleme performanslarını karşılaştırmak amaçlanmaktadır. Analizler sonucunda; RTFYSA yönteminin diğer yöntemlere nazaran daha iyi performans gösterdiği görülmüştür.

Alanyazın incelendiğinde, iş kazalarına ait veriler ile mevcut çalışmada kullanılan yöntemlerin bir arada çalışıldığı çalışmalara rastlanmamıştır. Ancak; ÇKAYSA yönteminin kullanıldığı çalışmaların olduğu görülmektedir. Ayanoğlu ve Kurt (2019) yapay sinir ağı yöntemi kullandıkları çalışmada %90 doğruluk oranı ile metal sektöründe iş kazalarını tahminlemişlerdir. Sahmutoglu ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, iş kazalarının risk değerlendirilmesi amacıyla ÇKAYSA yöntemi kullanılmışlardır (Sahmutoglu ve ark., 2021). Yine. Kunt ve arkadaşları tarafından trafik kazalarının şiddetini tahminlemek amacıyla ÇKAYSA yöntemi, genetik algoritma ve örüntü arama yöntemleri kullandıkları çalışmalarında ÇKAYSA yönteminin daha iyi sonuçlar verdiği belirtilmektedir (Kunt ve ark., 2011). Şen ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada iş kazalarını tahmin etmek amacıyla YSA kullanılmıştır (Şen ve ark., 2023) Yöntemler yine Sabet ve arkadaşları, iş kazalarına bağlı yaralanma riskini tahminlemek amacıyla kullanılmıştır (Sabet ve ark., 2021). Mahmoud (2021) tarafından yapılan çalışmada ise işçilerin kaza oranlarını tahminlemek amacıyla bu yöntemin yanı sıra bulanık mantık kümeleme yöntemlerini kullandıkları çalışmalarında YSA'nın daha başarılı tahminleme yaptığı sonucuna ulaşmışlardır. Stripling ve arkadaşları, RTFYSA yönteminin yanı sıra LR, RF, CART ve SVM yöntemlerini kullanarak işçi tazminatlarını belirlemek amaçlamışlardır (Stripling ve ark., 2018)

## SONUÇ

Bu çalışmada, petrol sektöründe çalışan bir şirkette 2020-2023 yılları arasında meydana gelen iş kazaları verileri kullanılarak, yapay sinir ağı ailesinden ÇKAYSA ve RTFYSA yöntemleri ile kaza sayılarını tahminlemek ve kullanılan yöntemlerin performanslarını karşılaştırmak amaçlanmaktadır. Veri madenciliği yöntemleri kullanılarak metal, maden, inşaat vb. sektörlerde çalışmalar yapılmasına rağmen petrol sektöründe bu tür çalışmaların sıklıkla yapılmadığı görülmektedir. Ayrıca; mevcut çalışmada kullanılan yöntemlerin bir arada kullanıldığı bu alandaki çalışmalara rastlanmamıştır. Petrol sektörü en temel enerji kaynağı olan, politik olarak önemli ve en çok dışa bağımlı olunan alandır. Dışa bağımlılığı azaltmak amacıyla ülkeler kendi kaynaklarını bulma arayışı içindedirler. Petrol arama, bulma ve üretim faaliyetleri sırasında işçiler pek çok kazayla karşılaşabilmektedirler. Böylesine önemli olan petrol sektöründeki çalışmaların iş sağlığı ve güvenliği açısından değerlendirilmesi önemli görülmelidir. Bu nedenle; aylık kaza sayılarını söz konusu yöntemler ile eğiterek minimum hata ve yüksek doğruluk oranıyla tahmin modelleri oluşturmak suretiyle; işçi, işveren ve milli ekonomi açısından son derece öneme sahip iş kazalarına ait risk değerlendirmesinde fayda sağlayabileceği düşünülmektedir. Bununla birlikte; iş kazalarını azaltacak tedbirleri önceden almayı mümkün kılacaktır. Çalışmada; sadece bir şirketten veri alınması ve alınan verilerin sadece dört yıllık dönemi kapsaması ve verilerin toplam sayıları içermesi çalışmanın sınırlılıklarını oluşturmaktadır. Gelecekte, petrol sektöründe faaliyet gösteren tüm şirketlerden ya da birden fazla şirketten alınan ve daha uzun dönemi kapsayan veriler kullanılarak çalışma genişletilebilir. Dahası, çalışmada kullanılan değişkenlerin dışında kazazedenin yaşı, eğitim durumu, kıdem yılı, gece veya gündüz vardiyasında

çalışması, İSG eğitimi alıp almaması, yaralanma türü vb. değişkenler kullanılarak da çalışmalar yapılabilir. Diğer taraftan; bu sektörün dışındaki sektörler için veriler kullanılarak çalışmalar yapılabileceği gibi, söz konusu yöntemlerin dışında farklı veri madenciliği yöntemleri uygulanarak yeni çalışmaların yapılması önerilmektedir.

## TEŞEKKÜR

Bu çalışmada katkılarından dolayı Turkish Petroleum International Ananım Şirketi (TPİC) iş sağlığı ve güvenliği birimine teşekkür ederiz.

## Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

## Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

## KAYNAKLAR

- Abdi-Khanghah, M., Bemani, A., Naserzadeh, Z., & Zhang, Z. (2018). Prediction of solubility of N-alkanes in supercritical CO<sub>2</sub> using RBF-ANN and MLP-ANN. *Journal of CO<sub>2</sub> Utilization*, 25, 108-119.
- Akbulut, M. C., 2017, Bankacılık ve Sigortacılık Programı Öğrencilerinin İş Sağlığı ve Güvenliğine Yönelik Tutumları: Beypazarı MYO Örneği. *Bankacılık ve Sigortacılık Araştırmaları Dergisi*, 2(10), 37-48.
- Akın, G. C., Duman, İ., ve Alkan, Ü. (2021). İnşaat sektöründe iş kazalarının yapay sinir ağı ile değerlendirilmesi: İstanbul İlinde Bir Örnek Uygulama. *Ergonomi*, 4(3), 162-167.
- Altındış, B. (2023). Amasra taşkömürü işletmesinde iş kazalarının incelenmesi. Yüksek lisans tezi. Afyon Kocatepe Üniversitesi
- Altinel, H. (2013). *İş Sağlığı ve İş Güvenliği*, 3. Baskı, Ankara: Detay Yayıncılık.
- Ayanoğlu, C. C. ve Kurt, M. (2019). Metal sektöründe veri madenciliği yöntemleri ile bir iş kazası tahmin modeli önerisi. *Ergonomi*, 2(2), 78-87.
- Baklacioglu, T. (2021). Predicting the fuel flow rate of commercial aircraft via multilayer perceptron, radial basis function and ANFIS artificial neural networks. *The Aeronautical Journal*, 125(1285), 453-471.
- Bayraç, H. N., 2009, Küresel Enerji Politikaları Ve Türkiye: Petrol Ve Doğal Gaz Kaynakları Açısından Bir Karşılaştırma. *Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Sosyal Bilimler Dergisi*, 10(1), 115-142.
- Billings, S.A., Zheng, G.L., 1994. Radial basis function network configuration using genetic algorithms. research report. *ACSE Research Report 521*.
- Bonini Neto, A., Moreira, A., dos Santos Batista Bonini, C., Campos, M., & Andrighetto, C. (2023). Fuzzy Logic and Artificial Neural Network Perceptron Multi-Layer and Radial Basis in Estimating Marandu Grass Yield in Integrated Systems. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 54(21), 2965-2976.
- Cascallar, E., Musso, M., Kyndt, E., & Dochy, F. (2014). Modelling for Understanding AND for Prediction/Classification--The Power of Neural Networks in Research. *Frontline Learning Research*, 2(5), 67-81.

- Champati, B. B., Padhiari, B. M., Ray, A., Jena, S., Sahoo, A., Mohanty, S., ... & Nayak, S. (2023). Implementation of multilayer perceptron (MLP) and radial basis function (RBF) neural networks for predicting Shatavarin IV content in Asparagus racemosus accessions. *Industrial Crops and Products*, 191, 115968.
- Colak, M., & Cetin, T. (2017). Analysis of the Occupational Health and Safety at SMES. *Research Journal of Business and Management*, 4(3), 384-389.
- Delashmit, W. H., & Manry, M. T. (2005, May). Recent developments in multilayer perceptron neural networks. *In Proceedings of the seventh annual memphis area engineering and science conference, MAESC* (Vol. 7, p. 33).
- Deymi, O., Rezaei, F., Atashrouz, S., Nedeljkovic, D., Mohaddespour, A., & Hemmati-Sarapardeh, A. (2024). On the evaluation of mono-nanofluids' density using a radial basis function neural network optimized by evolutionary algorithms. *Thermal Science and Engineering Progress*, 102750.
- Diler, A. İ. (2003). İMKB Ulusal-100 Endeksinin Yönünün Yapay Sinir Ağları Hata Geriye Yayma Yöntemi ile Tahmin Edilmesi. *Türkiye'de Bankalar, Sermaye Piyasası ve Ekonomik Büyüme: Koentegrasyon ve Nedensellik Analizi (1989-2000)*, *İMKB Dergisi*, 7, 25-26.
- Eker, E., Kayri, M., Ekinci, S., & Izci, D. (2021). A new fusion of ASO with SA algorithm and its applications to MLP training and DC motor speed control. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 46, 3889-3911.
- Eker, E., Kayri, M., Ekinci, S., & İzci, D. (2023). Comparison of swarm-based metaheuristic and gradient descent-based algorithms in artificial neural network training. *ADCAIJ: Advances in Distributed Computing and Artificial Intelligence Journal*, 12, e29969-e29969.
- Ergül, B. (2018). Türkiye'deki iş kazalarının zaman serisi analiz teknikleri ve yapay sinir ağları tekniği ile incelenmesi. *Karaelmas Journal of Occupational Health and Safety*, 2(2), 63-74.
- Fath, A. H., Madanifar, F., & Abbasi, M. (2020). Implementation of multilayer perceptron (MLP) and radial basis function (RBF) neural networks to predict solution gas-oil ratio of crude oil systems. *Petroleum*, 6(1), 80-91.
- Gardner, M. W., Dorling, S. R., 1998. Artificial Neural Networks (The Multilayer Perceptron). A Review of Applications in the Atmospheric Sciences. *Atmospheric Environment*, 32 (14/15): 2627—2636.
- Goh, A.T.C., 1995. Back-propagation neural networks for modeling complex systems. *Artificial Intelligence in Engineering*, 9: 143-151.
- Gullu, A., Yaşar, E., & Özdemir, A. (2021). Türkiye'deki Petrol ve Doğalgaz Sondaj Kuyularının Optimizasyonu. *European Journal of Science and Technology*, 27, 398-406.
- Güre, Ö. B., Kayri, M., & Erdoğan, F. (2019) Predicting Factors Affecting PISA 2015 Mathematics Literacy via Radial Based Artificial Neural Network. *Journal of Engineering and Technology*, 3(1), 1-11.
- Güre, Ö. B., Kayri, M., & Erdoğan, F. (2020). PISA 2015 matematik okuryazarlığını etkileyen faktörlerin eğitsel veri madenciliği ile çözümlenmesi. *Eğitim ve Bilim*, 45(202).
- Hagan, M.T.; Menhaj, M.B. Training Feed Forward Networks with the Marquardt Algorithm. *IEEE Trans. NeuralNetw.* 1994, 5, 989–993.
- Haykin, S. S. (2009). *Neural Networks and Learning Machines* (Vol. 3). Upper SaddleRiver, NJ, USA: Pearson.
- Hwang, Y. S., & Bang, S. Y. (1997). An efficient method to construct a radial basis function neural network classifier. *Neural networks*, 10(8), 1495-1503.

- Kayri, M. (2016). Predictive abilities of Bayesian regularization and Levenberg–Marquardt algorithms in artificial neural networks: a comparative empirical study on social data. *Mathematical and Computational Applications*, 21(2), 20.
- Kayri, M., 2015. An intelligent approach to educational data: performance comparison of the multilayer perceptron and the radial basis function artificial neural networks. *Educational Sciences: Theory & Practice*, 15 (5): 1247-1255.
- Köroğlu, F.B.(2023). *Application Of Artificial Neural Networks to Structural Reliability Problems*. İzmir Teknoloji Üniversitesi. Yüksek lisans tezi
- Kunduracıoğlu, I., & Pacal, I. (2024). Advancements in deep learning for accurate classification of grape leaves and diagnosis of grape diseases. *Journal of Plant Diseases and Protection*, 131(3), 1061-1080.
- Mahmoud, M. M. (2021). Comparison Between Tailor-Made-ANN Techniques and Fuzzy c-Mean Clustering Technique in Industrial Laborers' Accident-Rates Prediction Modelling Based on Human Factors.
- Nayak, N. R., Kumar, S., Gupta, D., Suri, A., Naved, M., & Soni, M. (2022). Network mining techniques to analyze the risk of the occupational accident via bayesian network. *International Journal of System Assurance Engineering and Management*, 13(Suppl 1), 633-641.
- Negnevitsky, M., 2005. *Artificial Intelligence A Guide to Intelligent Systems* Second Edition. Addison-Wesley
- Oğan, H., 2014, Sağlık çalışanları için işçi sağlığı ve güvenliği, *Türk Tabipleri Birliği Yayınları*, Ankara.
- Öztemel, E. (2003). *Yapay Sinir Ağları*. Papatya Yayıncılık, İstanbul.
- Özupak, Y., & Aslan, E. (2024). Using artificial neural networks to improve the efficiency of transformers used in wireless power transmission systems for different coil positions. *Revue Roumaine Des Sciences Techniques—Série Électrotechnique Et Énergétique*, 69(2), 195-200.
- Paçal, İ., & Kunduracıoğlu, İ. (2024). Data-Efficient Vision Transformer Models for Robust Classification of Sugarcane. *Journal of Soft Computing and Decision Analytics*, 2(1), 258-271.
- Pacal, I., Alaftekin, M., & Zengul, F. D. (2024). Enhancing Skin Cancer Diagnosis Using Swin Transformer with Hybrid Shifted Window-Based Multi-head Self-attention and SwiGLU-Based MLP. *Journal of Imaging Informatics in Medicine*, 1-19.
- Raitoharju, J., Kiranyaz, S., & Gabbouj, M. (2015). Training radial basis function neural networks for classification via class-specific clustering. *IEEE transactions on neural networks and learning systems*, 27(12), 2458-2471.
- Ramana, V. V., & Shanmugam, D. (2024). Different meta-heuristic optimized radial basis function neural network models for short-term power consumption forecasting. *Advances in Engineering and Intelligence Systems*, 3(02), 63-82.
- Rosenblatt, F. (1960). *Perceptron simulation experiments*. Proceedings of the IRE, 48(3), 301-309.
- Sabet, M. F. A., Dahroug, A., & Hegazy, A. F. (2021, December). A Proposed model for field workers Injuries' prevention based on machine learning. In *2021 Tenth International Conference on Intelligent Computing and Information Systems (ICICIS)* (pp. 383-388). IEEE.
- Sadeghi, G., Pisello, A. L., Nazari, S., Jowzi, M., & Shama, F. (2021). Empirical data-driven multi-layer perceptron and radial basis function techniques in predicting the performance of nanofluid-based modified tubular solar collectors. *Journal of Cleaner Production*, 295, 126409.

- Sahmutoglu, I., Temizçeri, F. T., & Bozkus, E. (2021). Evaluation of occupational accidents with artificial neural networks in occupational health and safety management systems. [https://www.researchgate.net/profile/Emine-Bozkus-2/publication/357285118\\_evaluation\\_of\\_occupational\\_accidents\\_with\\_artificial\\_neural\\_networks\\_in\\_occupational\\_health\\_and\\_safety\\_management\\_systems/links/61c4ca320ae6751c882f2371/evaluation-of-occupational-accidents-with-artificial-neural-networks-in-occupational-health-and-safety-management-systems.pdf](https://www.researchgate.net/profile/Emine-Bozkus-2/publication/357285118_evaluation_of_occupational_accidents_with_artificial_neural_networks_in_occupational_health_and_safety_management_systems/links/61c4ca320ae6751c882f2371/evaluation-of-occupational-accidents-with-artificial-neural-networks-in-occupational-health-and-safety-management-systems.pdf)
- Saini, L. M. (2008). Peak Load Forecasting using Bayesian Regularization, Resilient and Adaptive Backpropagation Learning based Artificial Neural Networks. *Electric Power Systems Research*, 78(7), 1302-1310.
- Şen, H., Efe, Ö. F., & Efe, B. (2023). Estimation of occupational accidents in Turkey until 2030. *Natural Resources and Technology*, 17(1), 26-32.
- Seyman M N., Taşpınar N., 2009. Çok katmanlı yapay sinir ağları kullanarak ofdm sistemlerinde kanal dengeleme. *5.Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu (IATS'09)*. 13–15 Mayıs 2009, Karabük, Türkiye.
- Somers, M. J., & Casal, J. C. (2009). Using artificial neural networks to model nonlinearity: The case of the job satisfaction—job performance relationship. *Organizational Research Methods*, 12(3), 403-417.
- Stripling, E., Baesens, B., Chizi, B., & vanden Broucke, S. (2018). Isolation-based conditional anomaly detection on mixed-attribute data to uncover workers' compensation fraud. *Decision Support Systems*, 111, 13-26.
- Tokdemir, O. B. ve Ayhan, B. U., 2019, Keskin bir cisim ile temas sonucu yaralanma kazalarının analitik hiyerarşi prosesi ve yapay sinir ağları ile analizi. *Dicle Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Mühendislik Dergisi*, 10(1), 323-334.
- Türker, M., & Kanıt, R. (2020). Yapı üretim sürecindeki iş kazaları şiddetinin ön bilgilendirilmiş yapay öğrenme metodu ile tahmini. *Konya Journal of Engineering Sciences*, 8(4), 943-956.
- Yan, Z., Zhu, X., Wang, X., Ye, Z., Guo, F., Xie, L., & Zhang, G. (2023). A multi-energy load prediction of a building using the multi-layer perceptron neural network method with different optimization algorithms. *Energy Exploration & Exploitation*, 41(1), 273-305.
- Yu, X., Efe, M. O., & Kaynak, O. (2002). A General Backpropagation Algorithm for Feedforward Neural Networks Learning. *IEEE Transactions on Neural Networks*, 13(1), 251-254.
- Zanchettin, C., Ludermir, T. B., & Almeida, L. M. (2011). Hybrid training method for MLP: optimization of architecture and training. *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics, Part B (Cybernetics)*, 41(4), 1097-1109.
- Zhang, G. P. (2010). *Neural networks for data mining*. *Data mining and knowledge discovery handbook*. In Maimon and Rokach (Ed.) (pp. 419-444).

**Atf İçin:** Mehmet, B., Harun, Ö. ve Özlem, O. (2024). Farklı Bitkilerden ve Arı Sindirim Sisteminden Fruktofilik Laktik Asit Bakterilerinin İzolasyonu ve *In-Vitro* Probiyotik Karakterizasyonu. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1013-1030.

**To Cite:** Mehmet, B., Harun, Ö. & Özlem, O. (2024). Isolation and *In-Vitro* Probiotic Characterization of Fructophilic Lactic Acid Bacteria from Different Plants and the Digestive System of Bees. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1013-1030.

## Farklı Bitkilerden ve Arıların Sindirim Sisteminden Fruktofilik Laktik Asit Bakterilerinin İzolasyonu ve *In-Vitro* Probiyotik Karakterizasyonu

Mehmet BAL<sup>1</sup>, Harun ÖNLÜ<sup>2,3\*</sup> ve Özlem OSMANAĞAOĞLU<sup>1</sup>

### Öne Çıkanlar:

- Fruktofilik laktik asit bakterileri
- Enterococcus faecalis*
- Antimikrobiyal

### Anahtar Kelimeler:

- Fruktofilik laktik asit bakterileri
- Probiyotik
- Mikrobiyal tiplendirme
- 16S rRNA

### ÖZET:

Bu çalışmanın amacı, genellikle fruktoz bakımından zengin nişlerden (arı sindirim sistemi, yer elması meyvesi, fındık yaprağı, üzüm, domates, beyaz dut, armut, kivi) izole edilen fruktofilik laktik asit bakterilerinin probiyotik olarak kullanılabilirliklerine yönelik niteliklerinin araştırılmasıdır. Söz konusu kaynaklardan izole edilen çok sayıda izolat içerisinde ilk etapta katalaz negatif ve Gram-pozitif reaksiyon veren 10 adet bakteriyel suş seçilmiştir. Seçilen suşların ilk aşamada hücre morfolojileri, genotipik özellikleri (RAPD-PZR, 16S rRNA dizileme) belirlenmiştir. Çalışma kapsamına dahil edilmiş fruktofilik özellikteki izolatlar *Enterococcus faecalis* olarak tanımlanmıştır. İlgili izolatların filogenetik analizleri gerçekleştirilmiş ve arı gastrointestinal sisteminden izole edilenler ile farklı bitkisel kaynaklardan izole edilen izolatlar birbirinden ayrı kladlar içerisinde toplanmıştır. Fenotipik ve genotipik karakteristikleri tanımlanan izolatlar daha sonrasında probiyotik özellikleri itibarıyla test edilmiştir. Bu bağlamda izolatların, asit, pepsin ve pankreatin direnç profilleri çıkartılmıştır. Ayrıca A6, 7, 9 ve 10 kodlu izolatların potansiyel birer bakteriyosin üreticisi oldukları kanıtlanmıştır. İlgili bu çalışmada farklı bitkisel kaynaklardan da fruktofilik özellikli laktik asit bakterilerinin izole edilebileceği ve probiyotik potansiyel içerebilecekleri gösterilmiştir.

## Isolation and *In-Vitro* Probiotic Characterization of Fructophilic Lactic Acid Bacteria from Different Plants and The Digestive System of Bees

### Highlights:

- Fructophilic lactic acid bacteria
- Enterococcus faecalis*
- Antimicrobial

### Keywords:

- Fructophilic lactic acid bacteria
- Probiotic
- Microbial typing
- 16S rRNA

### ABSTRACT:

The aim of this study was to investigate the characteristics of fructophilic lactic acid bacteria isolated from fructose-rich niches (bee digestive tract, yam fruit, hazelnut leaf, grape, tomato, white mulberry, pear, kiwi) for their use as probiotics. Among a large number of isolates from these sources, 10 catalase-negative and Gram-positive bacterial strains were initially selected. Cell morphology and genotypic characteristics (RAPD-PZR, 16S rRNA sequencing) of the selected strains were determined in the first stage. The fructophilic isolates included in the study were identified as *Enterococcus faecalis*. Phylogenetic analyses of the related isolates were performed and isolates isolated from the bee gastrointestinal tract and isolates isolated from different plant sources were grouped into separate clades. Isolates whose phenotypic and genotypic characteristics were defined were then tested for their potential probiotic properties. In this context, acid, pepsin and pancreatin resistance profiles of the isolates were determined. In addition, isolates coded A6, 7, 9 and 10 were proven to be potential bacteriocin producers. In this study, it was shown that fructophilic lactic acid bacteria can be isolated from different plant sources and may have probiotic potential.

<sup>1</sup>Mehmet BAL (Orcid ID: 0009-0004-3038-2633), Özlem OSMANAĞAOĞLU (Orcid ID: 0009-0008-6782-0990), Ankara University, Faculty of Science, Department of Biology, Ankara, Türkiye

<sup>2</sup>Harun ÖNLÜ (Orcid ID: 0000-0003-3660-9267), Muş Alparslan University, Faculty of Arts and Sciences, Department of Molecular Biology and Genetics, Muş, Türkiye

<sup>3</sup>Muş Alparslan University, Technical Sciences Vocational School, Food Processing Department, Muş, Türkiye

\*Corresponding Author: Harun ÖNLÜ, e-mail: h.onlu@alparslan.edu.tr

This study is produced from Mehmet BAL's Master's thesis.

The article abstract was presented orally at the "2nd International Conference on Engineering and Applied Natural Sciences on 15-18 October in 2022 at Konya/Türkiye" held in Konya on 15-18 October 2018.



## INTRODUCTION

Fructophilic Lactic Acid Bacteria (FLAB) constitute a subgroup within Lactic Acid Bacteria (LAB). The growth and proliferation of FLABs, which preferably use fructose as substrate and cannot fully ferment glucose, increases significantly with pyruvate, oxygen and fructose in the environment. Members of this group are mostly found in foods such as flowers, fruits, wine and cocoa beans and in the gastrointestinal tract of insects (Endo et al., 2011). The classification of FLAB group bacteria includes the genera *Fructobacillus* spp., and *Lactobacillus* spp. (Endo et al., 2009). *Fructobacillus* consists of five species: *F. fructosus*, *F. pseudoficulneus*, *F. ficulneus*, *F. durionis* and *F. tropaeoli* (Endo et al., 2015). The most frequently detected species in natural sources are *F. fructosus* and *F. pseudoficulneus* (Endo et al., 2013). FLAB members of the genus *Lactobacillus* are *L. kunkeei*, *L. apinorum* and *L. florum*. In a study, it has been found that *L. kunkeei* ingested with food and inactivated by heat increases intestinal peristalsis and has beneficial effects on immunity such as immunoglobulin A production (Neveling et al., 2012). Therefore, as with *Bacteroides xylanisolvens*, *L. kunkeei* can be used in heat-treated form in the food industry.

Recently, in terms of FLAB, honeybees and the products obtained from these bees (propolis, royal jelly) and especially the products obtained as a result of pollination are of ecological importance. Given the importance of bees in pollinating plants, large-scale declines in bee abundance and species richness over the last decade are of concern, according to FAO data. To better understand and prevent this decline, many studies addressing symbiotic and pathogenic interactions have been examined. According to data, it has been stated that the gastrointestinal tract of honeybees contains a core microbiota that is unlike any other animal, including humans (Vásquez et al., 2009; Kwong and Moran, 2016). Although FLAB and honey bees are thought to have a strong relationship with the gastrointestinal system; It has been concluded that intestinal function increases as a result of probiotic bacteria and foreign antigens or pathogens living a commensal life and limiting the migration of these bacteria (Endo et al., 2013). Fructophilic Lactic Acid bacteria tend to grow in Fructose-Yeast Extract-Polypeptone medium using fructose as a carbon source. FLAB, which develops very well in the presence of fructose, actually develops in the presence of glucose, although not very well. This occurs in the presence of electron acceptors (e.g. pyruvate, oxygen) (Maeno et al., 2016). Janashia et al. (2016) showed that fructophilic species of the *Enterococcus* genus could be isolated from the intestinal microbiota of the *Apis mellifera* species (Janashia et al., 2016).

FLAB types are divided into two groups according to their chemical properties: obligate and facultative fructophilic LAB (Andrade-Velásquez et al., 2023). Obligate FLAB; while they grow well in fructose, their growth in the presence of glucose is only possible as long as they have external electron acceptors. These species convert glucose into almost equimolar amounts of lactic acid and trace amounts of ethanol. The low synthesis of ethanol is due to the presence of acetaldehyde dehydrogenase and weak alcohol dehydrogenase activity (Kouya et al., 2023). Facultative FLAB, on the other hand, grows well in a fructose environment and grows in a glucose environment, albeit with a delay, in the absence of electron acceptors. This group generally includes *Lactobacillus florum* and several *Lactobacillus* biotypes (Endo et al., 2013; Kim et al., 2013).

Fructophilic lactic acid bacteria, a newly discovered group, and their ecological potential are still in their early stages of research. Since these species are included in the LAB group, they have been included in the safe status after safety evaluations. After approval, they can be included in applications in many areas such as the food industry (Filannino et al., 2019).

Probiotics are defined as live microorganisms that benefit their host if administered to an acceptable extent. Lactic acid bacteria and bifidobacteria are the most common bacteria in the human gastrointestinal tract and represent a significant portion of commercial probiotics. Antimicrobial activity, inhibition of pathogens, strengthening of the intestinal epithelial barrier function, digestion of indigestible nutritional components and immunomodulation are the main benefits of probiotics used commercially for human health. Evaluations in the guidelines provided by FAO/WHO provide minimum criteria for a candidate microorganism to be considered a probiotic. Candidates with probiotic potential are frequently tested for their ability to survive when exposed to an environment simulating the upper gastrointestinal tract, to adhere to mucus or intestinal epithelial cells, and to modulate the immune system (Joint, 2002; Hotel and Cordoba, 2001; Resta-Lenert and Barrett, 2003; Smits et al., 2005).

This study was conducted to focus on the isolation and probiotic characterization of FLAB from different sources (bee digestive system and plant samples).

## **MATERIALS AND METHODS**

### **Materials**

In this study, 24 bacterial samples isolated from plant samples obtained from Kahramankazan district of Ankara province and honey bee gastrointestinal tract (GIT) were subjected to preliminary screening and characterisation procedures (Gram-staining and catalase test). Plant samples were weighed to 10 g and homogenized 90 mL sterile saline buffer (SF; 0.85% NaCl), bee gastrointestinal samples were weighed to 1 g and placed in 9 mL SF. Serial dilutions of these samples homogenized with SF were prepared up to  $10^{-7}$  and 100  $\mu$ L of these dilutions were taken and sown on Fructose Yeast Peptone (FYP: Fructose 10 g/L, Meat Extract 20 g/L, Peptone 5g/L, Sodium acetate 2 g/L, Yeast extract 10 g/L, Tween 80 0.5 g/L,  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  0.2 g/L,  $MnSO_4 \cdot 4H_2O$  0.1 g/L,  $FeSO_4$  0.1 g/L, Soydum azide 0.5 g/L, Sodium chloride 0.1 g/L) agar medium by smear inoculation method and incubated aerobically without shaking 24 h 37°C (Endo and Sanae 2008). The isolated and purity-checked bacteria were enriched in FYP medium for 18 h 37°C and then transferred to microfuge tubes and centrifuged at 12000  $x$  g for 90 seconds. The pellets were then washed twice with 1 mL sterile saline (0.85% NaCl), suspended in 1 mL sterile 50% glycerol solution and stored at -86°C (Todorov et al., 1999).

### **Genotypic Characterisation of The Isolates**

For the DNA isolation method, 1.5 mL of active cultures grown at 37°C for 18 h were centrifuged at 12000  $x$  g for 1 minute and the supernatant was removed. The same procedure was repeated once more. Genomic DNA isolation from the obtained pellets was performed using PureLink™ Microbiome DNA Purification Kit (A29790). For amplification of the 16S rRNA region, primers 27F (5'-AGA GTT TGA TCC TGG CTC AG-3') and 1492R (5'-CTA CGG CTA CCT TGT TAC GA-3') were used. For this purpose, 13.875  $\mu$ L PCR water, 5  $\mu$ L standard Taq buffer (NEB, UK), 2.5  $\mu$ L 25 mM  $MgCl_2$  (NEB, UK), 0.5  $\mu$ L 10 mM deoxynucleotide triphosphate (dNTP, Promega, USA), 0.5  $\mu$ L each of 10 mM primers (a different primer was used for each reaction), 0.125  $\mu$ L of standard Taq DNA polymerase enzyme (NEB, UK) and 2  $\mu$ L of template DNA were used. PCR was performed in a Gradient PCR Thermocycler/Eppendorf® device. PCR tubes were placed in the device and followed a protocol consisting of a pre-denaturation at 94°C for 5 min followed by 35 cycles, one cycle of which consisted of denaturation at 94°C for 30 seconds, primer binding at 35°C for 1 min and elongation at 68°C for 1 min and 45 seconds. Purification and sequence analyses of PCR products were performed by BM Labosis (Ankara, Turkey). Sequence analysis results were compared with the database using the BLAST (Basic Local Alignment Search Tool) programme, and the microorganism to which the sequence

searched as a result of the scanning was determined by the percentage of similarity (Tang et al., 1998; Maragkoudakis et al., 2006).

### **Determination of Bacteriocin Production Properties of Strains**

To determine the bacteriocin production properties of the strains, 1 mL of the cultures incubated at 37°C for 18 h was taken and centrifuged at 12,000 rpm for 10 min. The obtained supernatants were used to determine the antimicrobial activity by adjusting the pH values to 7, treating with catalase, passing them through 0.22µm diameter filters (Milex, Milipore, France) and boiling at 100°C for 5 min. Indicator bacteria and pathogenic strains (*Listeria monocytogenes* NCTC 5348, *Salmonella enterica* Typhimurium ATCC 14028, Shiga toxin-producing *Escherichia coli* O157:H7 ATCC 35150, *Escherichia coli* ATCC 25922 and *Pediococcus acidilactici* PedL) grown on appropriate media for 18 h were added to 5 mL of semi-solid medium at 0.1%. The semi-solid medium containing the indicators was spread-plated on the solid medium. For each sample to be tested for bacteriocin, 5 µL of the heated, pH neutralised and catalase-treated culture supernatant was spot inoculated. Petri dishes were incubated at 37°C for 18 h. After 18 h, it was checked whether there was an inhibition zone (Bhumia et al., 1988).

### **Determination of Antibiotic Susceptibility Profiles**

The antibiotic resistance of the strains was determined by disc diffusion method using 9 different antibiotics (Rifampicin, Daptomycin, Trimethoprim-sulfamethoxazole, Ciprofloxacin, Penicillin, Amikacin, Erythromycin) (determined by European Food Safety Authority (EFSA)). After the isolates were grown on MRS agar medium for 18 h, the colonies were collected with a sterile loop and suspended in physiological saline and their turbidity was adjusted based on the 0.5 McFarland standard. Standardised suspensions were inoculated onto MRS agar media with swabs. After placing the antibiotic discs on the petri dishes at appropriate distances, the petri dishes were incubated at 37°C for 18 h. After incubation, the diameter of the zones formed around the antibiotic discs was measured in mm (CLSI, 2015).

### **Determination of Resistance Properties of The Strains Against Low pH Values**

To determine the ability of probiotics to reach the intestines alive, an attempt was made to create a pH environment similar to gastric fluid. Thus, the ability of the strains to pass through the acidic environment of the stomach and reach the intestines was observed. Active cultures were inoculated into MRS medium at a rate of 1% and incubated at 37°C for 18 h. At the end of incubation, 1 mL of active culture was taken and the supernatant was removed by centrifugation at 12000 rpm for 5 min at 4°C. The precipitate was washed 2 times with PBS (pH 7.4). The PBS buffer was then adjusted with 5 M HCl to pH 1.0, 2.0 and 3.0 and 1 mL each of the pH adjusted buffers was added to the pellets, vortexed and incubated at 37°C for 3 h. PBS with a pH value of 7.4 was used as control. Serial dilutions were performed by taking samples at 0, 1, and 3 h of incubation and samples taken were spread-plated on MRS agar in 3 parallel steps. At the end of 48 h incubation of the samples at 37°C, the colonies in the control and test groups were counted and their log-cfu/ml values were calculated (Dunne, 2001). The counting results were compared with the results obtained from the control groups and the logarithmic decrease was calculated. As a control group, samples treated in pH 7.4 buffer at the specified times were counted.

### **Determination of Resistance Properties of The Strains Against Pepsin**

To determine the resistance properties of the strains against pepsin, PBS buffer containing 3 mg/mL pepsin (Merck, Germany) with pH 2.0 and pH 3.0 was used. 1 mL of active bacterial culture

was taken and centrifuged at 12000 rpm for 5 min at 4°C and the supernatant was removed. It was then washed twice with PBS (pH 7.4). The pellets were dissolved with pepsin-containing PBS (pH 2.0 and pH 3.0) buffers, and after 3 h of incubation at 37°C, the samples that were taken at the end of the 0<sup>th</sup>, 1<sup>st</sup> and 3<sup>rd</sup> h were spread-plated on MRS agar in three parallel followed by serial dilutions. PBS with pH 7.4 was used as a control. At the end of the 48 h incubation of the samples at 37°C, the colonies in the control and test groups were counted and log/cfu values were calculated (Maragkoudakis et al., 2006).

### **Determination of Resistance Properties of The Strains Against Pancreatin**

In order to determine the resistance properties of the strains against pancreatin, PBS buffers containing 1 mg/mL pancreatin (Merck, Germany) and pH value adjusted to 8.0 were used. The supernatant was removed by centrifuging 1 mL of the active bacterial culture at 12000 rpm for 5 min at 4°C and then washed twice with PBS (pH 7.4). It was then dissolved in PBS buffer containing pancreatin and pH adjusted to 8.0. After incubation at 37°C for 4 h, serial dilutions were made from the samples at the end of the 0<sup>th</sup> and 4<sup>th</sup> h and spread-plated on MRS agar in 3 parallel. PBS with pH 7.4 was used as control. After incubation of the samples at 37°C for 24 h, the colonies in the control and test groups were counted and the values were calculated as log/cfu (Maragkoudakis et al., 2006).

### **Determination of Resistance Properties of The Strains Against Bile Salt**

To determine the strains bile salt resistance properties, MRS liquid media containing 0.3%, 0.5% and 1% bile salt (Merck, Germany) were used. MRS broth without bile salt was used as a control. 1 mL of active bacterial cultures was taken and centrifuged at 12000 rpm for 5 min at 4°C and the supernatant was removed. The pellets were then washed twice with PBS (pH 7.4). It was dissolved in MRS liquid media containing bile salt (0.3%, 0.5% and 1.0%), and after 4 h of incubation at 37°C, serial dilutions were made from the samples at the end of the 0<sup>th</sup> and 4<sup>th</sup> h and spread-plated on MRS agar in 3 parallel. At the end of the 48 h incubation of the samples at 37°C, colonies in the control and test groups were counted and the values were calculated as log/cfu (Maragkoudakis et al., 2006). Logarithmic percentage reduction was done as described previously

### **Determination of Haemolytic Activity of The Strains**

The strains whose haemolytic activities were to be determined were cultured at 37°C for 18 h and then streak plated on Colombia agar (bioMerieux, Inc., France) containing 5% sheep blood. *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 and *E. coli* ATCC 25295 strains were used as controls. After incubation at 37°C for 24 h, colonies forming a clear zone around were considered  $\beta$ -haemolytic, colonies forming a bright green zone were considered  $\alpha$ -haemolytic and those not forming a zone were considered  $\gamma$ -haemolytic (Maragkoudakis et al., 2006).

### **Statistical Analyses**

SPSS 15.0 (SPSS Inc., Chicago, IL, USA) statistical analysis software was used for statistical analyses. Data were evaluated using one-way analysis of variance ANOVA, Tukey posthoc test and independent T-test. In all statistical analyses,  $p < 0.05$  was considered significant.

## **RESULTS AND DISCUSSION**

As a starting point in the research, plants collected from the Kahramankazan district of Ankara province and isolates obtained from honey bees in the bee hives on the Ankara University, Faculty of Science campus were used. The codes given to the isolated bacteria during laboratory studies, isolation sources, Gram reaction results, catalase test results and cell morphologies are listed in (Table 1). After the first partial characterization processes, only 10 fructophilic lactic acid bacteria isolates were selected

**Isolation and In-Vitro Probiotic Characterization of Fructophilic Lactic Acid Bacteria from Different Plants and The Digestive System of Bees**

among 24 isolates. These isolates are numbered as 1, 6, 7, 8, 9, 10, A1, A3, A4 and A6. These isolates are Gram-positive and catalase-negative, which are an important criteria for preselection of lactic acid bacteria. The cell morphology of all selected isolates is cocci-shaped. In order to evaluate the resistance potential of lactic acid bacteria to gastrointestinal system conditions, the tolerances of isolates isolated and identified from herbal samples and bee gastrointestinal tract to stomach acidity, pepsin, bile salt and pancreatin were tested within the scope of this work.

*E. faecalis*, a gram-positive, facultative anaerobic lactic acid bacterium, is a common member of the human commensal flora, but it should be noted that it may also pose a risk to human health due to its dualistic nature. Moreover, strains belonging to the genus *Enterococcus* are mostly associated with the intestinal tract of honey bees (Carina Audisio et al., 2011) and they are most commonly isolated from soil, surface waters, and raw plant and animal products (Johnston et al., 2004).

**Table 1.** Lactic acid bacteria isolated in the first stage of the thesis and isolation sources

| Isolate codes | Source       | Catalase | Morphology | Gram staining |
|---------------|--------------|----------|------------|---------------|
| 1             | Tomatoes     | -        | Coccus     | Positive      |
| 2             | Tomatoes     | +        | Bacil      | Negative      |
| 3             | Pear         | +        | Bacil      | Negative      |
| 4             | Pear         | +        | Coccus     | Negative      |
| 5             | Pear         | +        | Bacil      | Negative      |
| 6             | Mulberry     | -        | Coccus     | Positive      |
| 7             | Sweet potato | -        | Coccus     | Positive      |
| 8             | Sweet potato | -        | Coccus     | Positive      |
| 9             | Sweet potato | -        | Coccus     | Positive      |
| 10            | Sweet potato | -        | Coccus     | Positive      |
| 11            | Apple        | +        | Bacil      | Negative      |
| 12            | Apple        | +        | Bacil      | Negative      |
| 13            | Apple        | +        | Coccus     | Negative      |
| 14            | Kiwi         | +        | Coccus     | Negative      |
| 15            | Kiwi         | +        | Bacil      | Negative      |
| 16            | Kiwi         | +        | Coccus     | Negative      |
| 17            | Kiwi         | +        | Coccus     | Negative      |
| 18            | Grape        | +        | Coccus     | Negative      |
| 19            | Grape        | +        | Coccus     | Negative      |
| 20            | Grape        | +        | Coccus     | Negative      |
| A1            | Bee          | -        | Coccus     | Positive      |
| A3            | Bee          | -        | Coccus     | Positive      |
| A4            | Bee          | -        | Coccus     | Positive      |
| A6            | Bee          | -        | Coccus     | Positive      |

Some strains of *E. faecalis* are opportunistic pathogens that exhibit multidrug resistance and can be frequently isolated in many nosocomial infections (Franz et al., 2003; Fisher and Phillips, 2009). However, in addition to these known alarming properties of some strains, the commercial use of some probiotic *E. faecalis* strains is quite common (Cebrián et al., 2012; Salek et al., 2023; Sonei et al., 2024; Daca and Jarzembowski, 2024). For example, some commercially available probiotic *E. faecalis* strains have strong properties such as the ability to colonize the intestine and stimulate the immune response in the host. Due to the two-way discussions mentioned above, candidate *E. faecalis* strains need to be handled more carefully than other lactic acid bacteria in order to be evaluated as starter cultures or probiotics (Nueno-Palop and Narbad, 2011; Al Atya et al., 2015; Kiymaci et al., 2023). However, unlike FAO/WHO, EFSA does not include these strains in the list of microorganisms for the Qualified Probability of Safety (QPS) due to the difficulties in distinguishing between *E. faecalis* strains that show virulence and those that do not (EFSA, 2010).

*Enterococci* with virulence properties can carry determinants associated with multidrug resistance and virulence factors such as adhesins, invasins and hemolysins. These characteristics of enterococci limit their use in foods and their use as probiotics. It has been reported that virulence factors can also be found in enterococci, members of the natural flora, isolated from some traditional fermented foods and vegetables. Virulence factors, which are generally the subject of debate, are more common in *E. faecalis* than in *E. faecium* (Willems et al., 2001; Leavis et al., 2004). *Enterococcus* probiotics are generally not used as starter cultures in foods, but can be used as food supplements. Strains with these qualities need to be consumed in high numbers to cure diseases such as irritable bowel syndrome, diarrhea or antibiotic-associated diarrhea, to reduce cholesterol levels and to have positive effects on immune regulation. In addition, it is known that probiotic enterococci taken as supplements interact synergistically with commensal enterococci found in the intestinal microflora (Fuller and Gibson, 1998; Im et al., 2023; Lou et al., 2024).

### Genotypic Characterization of Isolates

In order to identify the lactic acid bacteria at the species level, 16S rRNA regions were first amplified with appropriate 27F and 1492R primers. Phylogenetic analysis of 16S rDNA sequences and BLAST analysis identified ten fructophilic lactic acid bacterial strains as *E. faecalis* (Table 2).

**Table 2.** Matching results of the 16S rRNA sequences of the isolates in the database

| Isolate codes | Species                      | % Similarity |
|---------------|------------------------------|--------------|
| 1             | <i>Enterococcus faecalis</i> | 99           |
| 6             | <i>Enterococcus faecalis</i> | 97.56        |
| 7             | <i>Enterococcus faecalis</i> | 98.06        |
| 8             | <i>Enterococcus faecalis</i> | 99           |
| 9             | <i>Enterococcus faecalis</i> | 99           |
| 10            | <i>Enterococcus faecalis</i> | 98.68        |
| A1            | <i>Enterococcus faecalis</i> | 97.89        |
| A3            | <i>Enterococcus faecalis</i> | 98.43        |
| A4            | <i>Enterococcus faecalis</i> | 98.18        |
| A6            | <i>Enterococcus faecalis</i> | 98.18        |

### Bacteriocin Production Properties of Strains

Lactic acid bacteria produce a number of antimicrobial compounds that can be effective on closely related species and many pathogens such as hydrogen peroxide, bacteriocins, short-chain fatty acids and enzymes and these molecules have been important in their selection as probiotics (Sonei et al., 2024). Bacteriocins show antagonistic effects on many food pathogens and food spoilage microorganisms, especially Gram-positives (Knoll et al., 2008). Due to the increasing demand of consumers for natural products and the high cost of foodborne diseases, the increasing need for components that can be used as food preservatives is always up to date. Bacteriocins are the strongest candidates to replace chemical food preservatives (Casaus et al., 1997; Macwana and Muriana, 2012; Luenglusontigit et al., 2023; Öztürk et al., 2023, Al-S'adoon et al., 2023). The antimicrobial activity of the bee-derived isolate coded A6 on *Listeria monocytogenes* NCTC 5348 and the remarkable activity of isolates 7, 9 and 10 especially on *Salmonella enterica* Typhimurium ATCC 14028 are noteworthy outcomes of this study. The observation of antimicrobial activity on these two food pathogens in neutralised extracellular supernatants indicates that these isolates are potential bacteriocin producers. Detection of antimicrobial activity in the neutralized supernatant contents indirectly indicates the activity of a peptide-based component (bacteriocin or bacteriocin-like component) (Table 3). Al Atya et al. (2015) reported that lactic acid and bacteriocin production of strains named *E. faecalis* 28 and *E. faecalis* 93 isolated from meconium had an inhibitory effect on *S. aureus* ATCC 33862. Ali et al. (2023) investigate the

**Isolation and In-Vitro Probiotic Characterization of Fructophilic Lactic Acid Bacteria from Different Plants and The Digestive System of Bees**

antibacterial activity of EPS-84B and their findings suggest that EPS-84B exerts bactericidal activity against the tested pathogens. Salek et al. (2023) investigated antimicrobial activity of potential probiotic *E. faecalis* KUMS-T48 and the CFS of *E. faecalis* KUMS-T48 showed significant anti-pathogenic activities against indicator microorganisms. This strain showed strong effects on *B. subtilis* and *L. monocytogenes* and a moderate effect on *Y. enterocolitica*, while indicating a weak effect on *K. pneumoniae* and *E. coli*. Overall, *E. faecalis* KUMS-T48 inhibited the growth of Gram-positive indicator bacteria more than Gram-negative indicator bacteria.

**Table 3.** Bacteriocin activities of lactic acid bacteria isolates

| Isolate codes | Indicator strains   |                                 |                       |                           |                        |
|---------------|---------------------|---------------------------------|-----------------------|---------------------------|------------------------|
|               | <i>Listeria</i> sp. | <i>Pediococcus acidilactici</i> | <i>Salmonella</i> sp. | <i>E. coli</i> ATCC 25922 | <i>E. coli</i> O157:H7 |
| 1             | -                   | -                               | -                     | -                         | -                      |
| 6             | -                   | -                               | -                     | -                         | -                      |
| 7             | -                   | -                               | +                     | -                         | -                      |
| 8             | -                   | -                               | -                     | -                         | -                      |
| 9             | -                   | -                               | +                     | -                         | -                      |
| 10            | -                   | +                               | +                     | -                         | -                      |
| A1            | -                   | -                               | -                     | -                         | -                      |
| A3            | -                   | -                               | -                     | -                         | -                      |
| A4            | -                   | -                               | -                     | -                         | -                      |
| A6            | +                   | -                               | -                     | -                         | -                      |

“-“indicates the absence of any antimicrobial activity.

### Antibiogram (disc diffusion) Test Results of Lactic Acid Bacteria

**Table 4.** Antibiogram (disc diffusion) test results of isolated lactic acid bacteria (S: Susceptible >20 mm, I: Intermediate 15–19 mm, R: Resistant ≤14 mm)

| Isolate codes | Rifampicin         | Daptomicin | Amikacin | Penicillin | Sulfaxomethaxazole | Erythromycin | Ciprofloxacin |
|---------------|--------------------|------------|----------|------------|--------------------|--------------|---------------|
|               | Zone diameter (mm) |            |          |            |                    |              |               |
| 1             | 13 (R)             | 9 (R)      | 11 (R)   | 25 (S)     | 21 (S)             | 16 (I)       | 18 (I)        |
| 6             | 19 (I)             | 9 (R)      | 12 (R)   | 24 (S)     | 20 (S)             | 19 (I)       | 17 (I)        |
| 7             | 10 (R)             | 9 (R)      | 11 (R)   | 9 (R)      | 20 (S)             | 18 (I)       | 19 (I)        |
| 8             | 12 (R)             | 9 (R)      | 10 (R)   | 22 (S)     | 20 (S)             | 16 (I)       | 17 (I)        |
| 9             | 11 (R)             | 9 (R)      | 9 (R)    | 9 (R)      | 17 (I)             | 18 (I)       | 20 (S)        |
| 10            | 10 (R)             | 9 (R)      | 9 (R)    | 9 (R)      | 18 (I)             | 16 (I)       | 17 (I)        |
| A1            | 18 (I)             | 9 (R)      | 10 (R)   | 9 (R)      | 18 (I)             | 17 (I)       | 12 (I)        |
| A3            | 12 (R)             | 9 (R)      | 12 (R)   | 26 (S)     | 20 (S)             | 16 (I)       | 24 (S)        |
| A4            | 12 (R)             | 9 (R)      | 15 (I)   | 21 (S)     | 18 (I)             | 15 (I)       | 19 (I)        |
| A6            | 18 (I)             | 9 (R)      | 13 (R)   | 9 (R)      | 21 (S)             | 20 (S)       | 18 (I)        |

Antibiotics recommended by Clinical & Laboratory Standards Institute (CLSI) for the *Enterococcus* genus and susceptibility profiles determined based on reference values are given in Table 4. The only antibiotic to which all isolates were resistance was determined to be daptomicin. While all the isolate was resistance to the antibiotic Amikacin except A6, while all the isolate was intermediate to the antibiotic Erythromycin except A6. The presence of daptomicin-resistant *Enterococcus* (DRE) strains has been previously reported (Tran et al., 2015). In a previous study tested 15 *Enterococcus* strains against tetracycline, vancomycin, erythromycin, penicillin, and ampicillin and found that most of the isolates were susceptible or moderately susceptible to all tested antibiotics such as tetracycline, vancomycin, erythromycin except penicillin and ampicillin (Sonei et al., 2024).

**Isolation and In-Vitro Probiotic Characterization of Fructophilic Lactic Acid Bacteria from Different Plants and The Digestive System of Bees**

### Resistance To Low pH Values (acidity)

**Table 5.** pH resistance results of lactic acid bacteria isolates

| Isolate codes | pH 1.0           |                  |                  |                  |                  |                  |
|---------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
|               | 0 h              |                  | 1 h              |                  | 3 h              |                  |
|               | Control (cfu/mL) | Treated (cfu/mL) | Control (cfu/mL) | Treated (cfu/mL) | Control (cfu/mL) | Treated (cfu/mL) |
| 1             | 8.15±0.004       | 7.02±0.017       | 7.12±0.002       | 0                | 6.01±0.005       | 0                |
| 6             | 8.26±0.006       | 6.97±0.001       | 7.32±0.002       | 0                | 6.12±0.007       | 0                |
| 7             | 8.24±0.004       | 6.95±0.001       | 7.26±0.004       | 0                | 6.28±0.003       | 0                |
| 8             | 8.35±0.005       | 7.15±0.006       | 7.26±0.002       | 0                | 6.12±0.002       | 0                |
| 9             | 8.23±0.005       | 7.61±0.006       | 7.33±0.002       | 0                | 6.28±0.003       | 0                |
| 10            | 8.23±0.005       | 7.99±0.0         | 7.26±0.004       | 0                | 6.26±0.004       | 0                |
| A1            | 8.37±0.002       | 6.76±0.001       | 7.23±0.004       | 0                | 6.12±0.005       | 0                |
| A3            | 8.33±0.003       | 6.95±0.0         | 7.43±0.002       | 0                | 6.12±0.003       | 0                |
| A4            | 8.28±0.005       | 7.04±0.006       | 7.26±0.001       | 0                | 6.23±0.003       | 0                |
| A6            | 8.18±0.004       | 7.59±0.577       | 7.48±0.002       | 0                | 6.28±0.001       | 0                |
| Isolate codes | pH 2.0           |                  |                  |                  |                  |                  |
|               | 0 h              |                  | 1 h              |                  | 3 h              |                  |
|               | Control (cfu/mL) | Treated (cfu/mL) | Control (cfu/mL) | Treated (cfu/mL) | Control (cfu/mL) | Treated (cfu/mL) |
| 1             | 8.15±0.002       | 7.02±0.015       | 7.12±0.0         | 0                | 6.00±0.0         | 0                |
| 6             | 8.26±0.003       | 6.97±0.0         | 7.32±0.001       | 0                | 6.12±0.0         | 0                |
| 7             | 8.23±0.005       | 6.95±0.001       | 7.26±0.004       | 0                | 6.28±0.001       | 0                |
| 8             | 8.35±0.002       | 7.15±0.0         | 7.25±0.003       | 0                | 6.12±0.002       | 0                |
| 9             | 8.23±0.004       | 7.60±0.001       | 7.33±0.002       | 0                | 6.28±0.001       | 0                |
| 10            | 8.23±0.004       | 7.99±0.001       | 7.26±0.003       | 0                | 6.26±0.003       | 0                |
| A1            | 8.36±0.0         | 6.76±0.001       | 7.23±0.003       | 0                | 6.12±0.005       | 0                |
| A3            | 8.32±0.001       | 6.95±0.001       | 7.43±0.002       | 0                | 6.12±0.002       | 0                |
| A4            | 8.28±0.001       | 7.01±0.005       | 7.26±0.001       | 0                | 6.24±0.001       | 0                |
| A6            | 8.18±0.004       | 7.26±0.001       | 7.48±0.001       | 0                | 6.28±0.001       | 0                |
| Isolate codes | pH 3.0           |                  |                  |                  |                  |                  |
|               | 0 h              |                  | 1 h              |                  | 3 h              |                  |
|               | Control (cfu/mL) | Treated (cfu/mL) | Control (cfu/mL) | Treated (cfu/mL) | Control (cfu/mL) | Treated (cfu/mL) |
| 1             | 9.21±0.003       | 9.21±0.002       | 9.12±0.002       | 9.12±0.005       | 8.01±0.002       | 8.38±0.001       |
| 6             | 9.18±0.002       | 9.18±0.003       | 8.33±0.001       | 8.97±0.0         | 8.12±0.002       | *7.26±0.001      |
| 7             | 9.18±0.002       | 9.18±0.002       | 9.28±0.001       | 9.28±0.001       | 8.26±0.002       | 7.21±0.002       |
| 8             | 9.01±0.002       | 9.01±0.002       | 8.26±0.003       | 8.48±0.001       | 8.26±0.002       | 8.23±0.001       |
| 9             | 8.98±0.001       | 8.98±0.0         | 8.33±0.001       | 0                | 8.28±0.001       | 0                |
| 10            | 9.12±0.002       | 9.12±0.004       | 8.30±0.001       | 8.99±0.0         | 8.26±0.003       | 8.93±0.0         |
| A1            | 8.91±0.0         | 8.91±0.0         | 8.23±0.004       | 8.73±0.0         | 8.23±0.001       | 8.08±0.002       |
| A3            | 9.12±0.002       | 9.12±0.002       | 8.43±0.002       | 8.28±0.002       | 8.12±0.004       | *8.93±0.001      |
| A4            | 9.23±0.001       | 9.23±0.003       | 8.26±0.001       | 0                | 9.26±0.001       | 0                |
| A6            | 8.99±0.0         | 8.99±0.0         | 8.48±0.001       | 0                | 8.28±0.001       | 0                |

\*Indicates a significant difference between the control and test groups at the indicated times ( $p < 0.05$ , Tukey "s Test).

The natural pH of an empty human stomach is on average 1.5. After the meal, this value can rise to pH 5-6 to prevent the entry and survival of unwanted bacteria in the intestinal tract. In order for probiotic bacteria to show their ideal contribution to their hosts, they must show an acceptable level of tolerance to all these challenging conditions. In this context, it is considered appropriate to test pH values between 1 and 5 in order to test the tolerance of a potential probiotic against stomach acidity (Huang and Adams, 2004). The ability of a probiotic candidate to tolerate pH 2.0 indicates that it is a good candidate due to this feature (Kiessling et al., 2002; Paramithiotis et al., 2006). In order for a strain to have probiotic properties, it must be resistant to the low pH of the stomach, which varies between 1-4, while passing through the digestive system. Since the residence time in the stomach was 3 h, a change

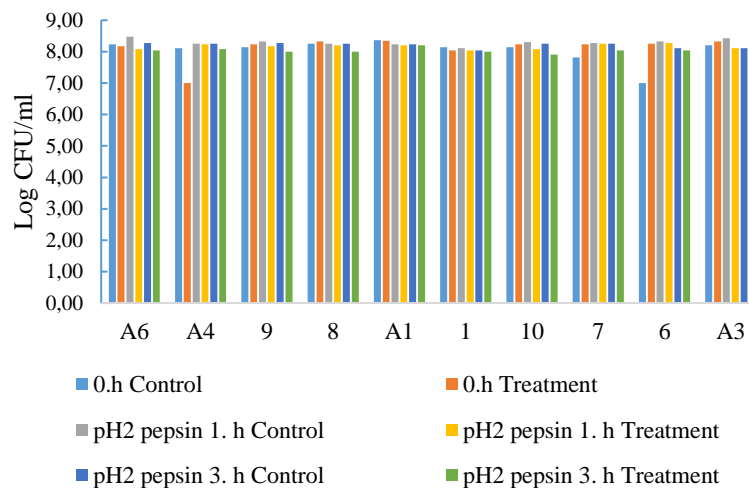


in viability of the strains was observed at low pH levels for 3 h (Dunne et al., 2001; Vinderola and Reinheimer, 2003). In this context, colony counts were performed by taking samples at 0, 1 and 3 h from the isolates treated in buffer solutions with pH 1.0, 2.0 and 3.0 (Table 5).

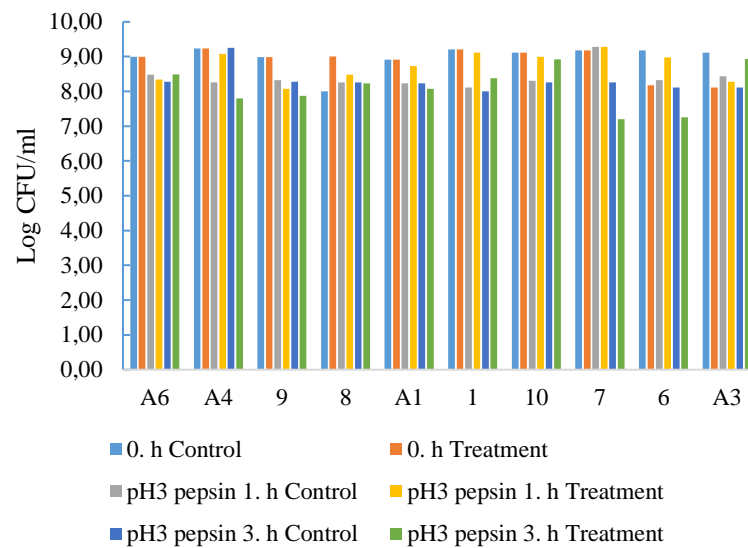
The results are presented as colony count results on a logarithmic scale. As can be seen from the colony-forming unit numbers in Table 5, acid tolerance was not observed at pH 1.0 and 2.0 in all lactic acid bacteria included in the study. However, at pH 3.0, acid tolerance was observed to continue at the end of the 3rd h in the remaining 7 isolates, except for the isolates coded 9, A4 and A6. In the said application, no significant difference was detected between the control groups and the test groups, except for isolates coded 6 and A3 ( $p < 0.05$ ; Tukey's Test). In a previous study by Cebrian et al. (2012), *E. faecalis* UGRA10 was found to be highly resistant to acid and the reduction in viable count after 1 h exposure to pH 3 was less than 1 unit log CFU/ml.

### Pepsin Resistance

The purpose of pepsin application at pH 2.0 and 3.0 is to determine *in vitro* the resistance levels of microorganisms reaching the digestive system to gastric conditions (Maragkoudakis et al., 2006). In order to better simulate stomach contents under *in vitro* conditions, unlike acid tolerance, LAB isolates were treated for different periods of time (1 and 3 h) in buffers modified with pepsin content and adjusted to pH 2.0 and 3.0 (Figures 1 and 2). The results are presented as colony count results on a logarithmic scale. In a previous study *Enterococcus* isolates were able to resist at pH 2.5 after 3 h as well as with in the presence of pepsin enzyme. The results obtained revealed that isolates had  $\geq 90\%$  tolerance to pH = 2.5 and The lowest resistance in these conditions belonged to C35 (*E. faecalis*) (Sonei et al., 2024).



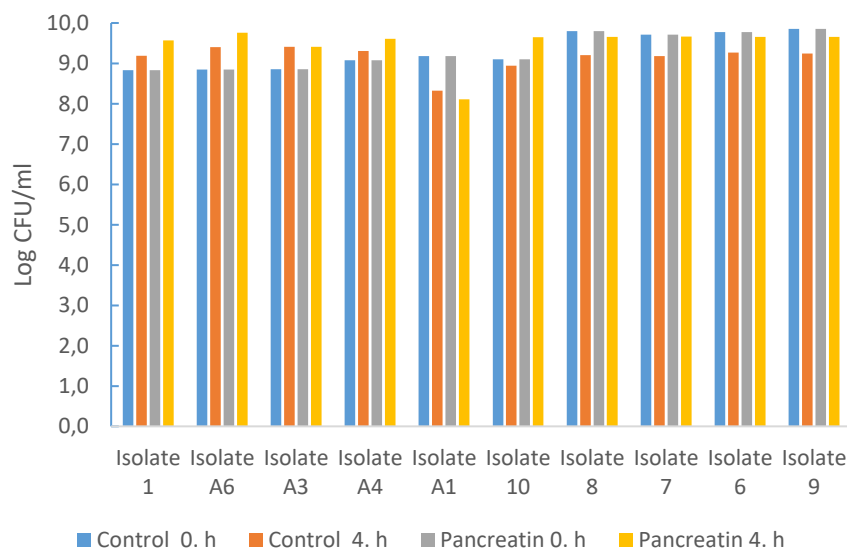
**Figure 1.** Pepsin (pH 2) resistance profiles (log cfu/ml) of the strains used in the study



**Figure 2.** Pepsin (pH 3) resistance profiles (log cfu/ml) of the strains used in the study

### Pancreatin Resistance

In order to determine the pancreatin resistance properties of the isolates, colony counting was performed by taking samples from the cultures treated for the 4<sup>th</sup> h in PBS buffers containing 1 mg/mL pancreatin and pH value adjusted to 8.0. The counting process was carried out in 3 parallels (A, B, C). No difference was detected between the colony count results obtained from the control groups and the count results obtained from the test groups exposed to pancreatin application. The results are given as colony count results on a logarithmic scale (Figure 3). Similar results were presented in the study by Özkan et al. (2021). They indicated a high survival rate of nine enterococcal isolates under bile-containing (0.25%) conditions in the range of 77–94%. These results are comparable to those of Zommiti et al. (2018), who found that the survival rates of five enterococci strains isolated from an artisanal Tunisian meat were 93.60–98.78% after 2 hours against a 1 bile salt concentration.



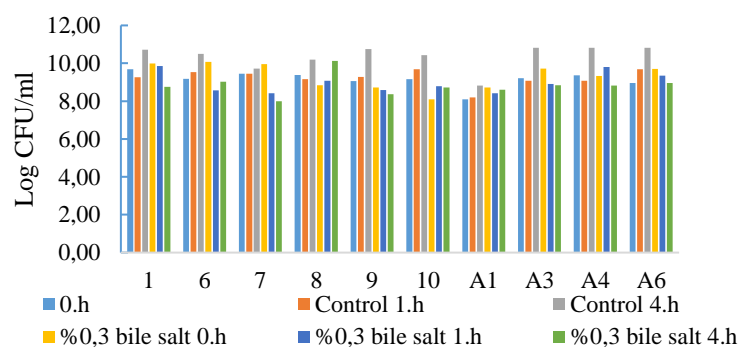
**Figure 3.** Pancreatin resistance results of lactic acid bacteria isolates ( $p > 0,05$ )

### Bile Salt Resistance

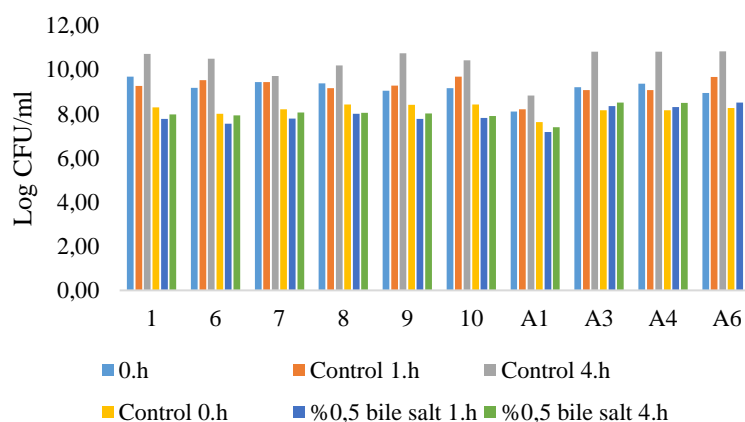
Resistance to bile salts is an extremely important characteristic of a candidate bacterial strain whose probiotic potential is being evaluated (Luo et al., 2012). Resistance to 0.15%–0.3% bile salts is

considered sufficient to identify a probiotic candidate for human use (Gilliland et al., 1984). In this study, lactic acid bacteria isolated at three different bile salt concentrations (0.3-0.5-1.0%) were tested. Even a 50% decrease in the viability of a potential probiotic bacterium tested for bile salt resistance even at 0.3% bile salt concentration shows that the tested bacterium is a good candidate within the mentioned criterion (Mathara et al., 2008). High levels of bile salt hydrolase enzyme activity are also observed in potential probiotics with high bile salt tolerance (Ahn et al., 2003). In this study, isolates 1, 7, 8 isolated from plant sources and A3, A6 isolated from bee gastrointestinal tract showed significant tolerance to bile salts. Due to these abilities, these isolates are again probiotic candidates.

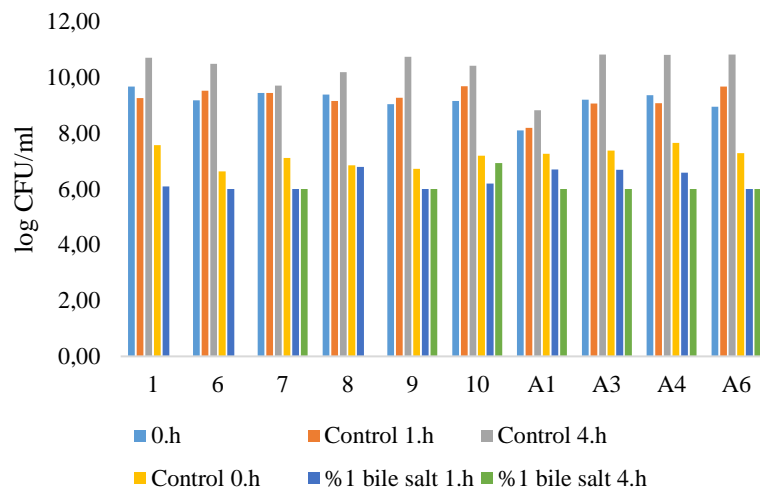
Lactic acid bacteria within the scope of the study were exposed to three different (0.3%-0.5% and 1%) concentrations of bile salt content, 1<sup>th</sup> and 4<sup>th</sup> h). The resistance of bacteria to bile salt is given in Figure 5-7. Results are presented as reductions in bile salts groups colony counts with reference to count results in control groups. A significant decrease in bacterial viability is observed in all isolates with increasing bile salt concentrations and contact times. It is noteworthy that, except for isolates 1, 6 and 8, a significant level of viability could be maintained in all the remaining isolates even at the end of the 4<sup>th</sup> h and at a bile salt concentration of 1.0%. The resistance of the isolated lactic acid bacteria to bile salt at the specified contact times was also expressed as log cfu/ml in their viability as a result of comparison with the control groups. Çetin and Aktaş (2024) investigated of bile salt tolerance of *E. faecium* strains and all strains were tolerated bile salt containing 0.3, 0.5, and 1%. In the study by Sonei et al. (2024) All of the studied *Enterococcus* isolates were able to survive in 0.3% (w/v) of bile salts.



**Figure 5.** 0.3% bile salt resistance results of the strains used in the study (log cfu/ml) ( $p < 0.05$ )



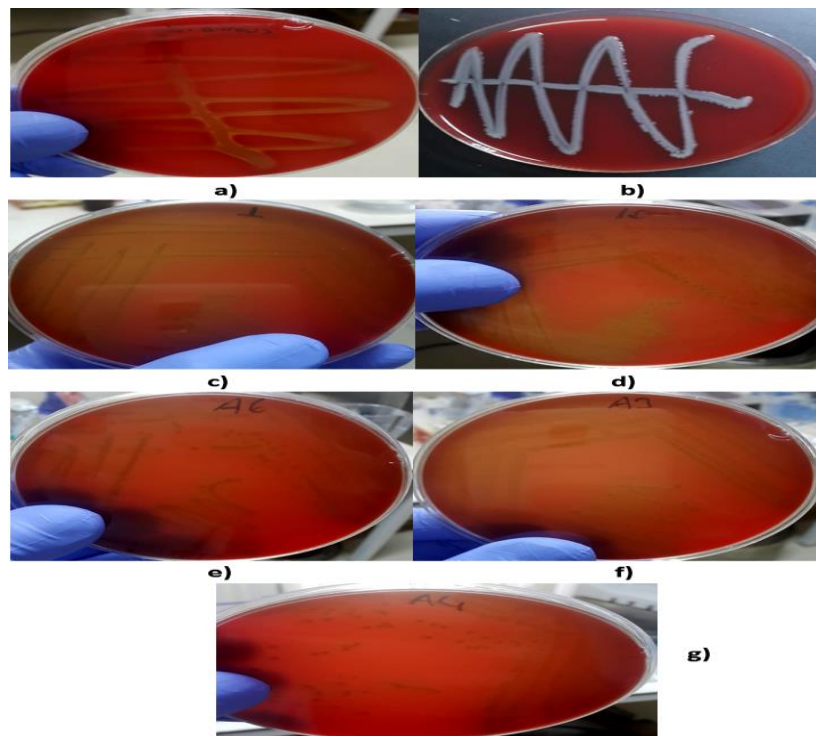
**Figure 6.** 0.5% bile salt resistance results of the strains used in the study (log cfu/ml) ( $p < 0.05$ )



**Figure 7.** 1 % bile salt resistance results of the strains used in the study (log cfu/ml) ( $p < 0.05$ )

### Hemolytic Activities of The Strains

One of the primary criteria in the evaluation of lactic acid bacteria with probiotic potential is the determination of haemolytic activity. In order for a bacterium with probiotic potential to be fully acceptable in this context, it is expected to show non-haemolytic properties. Many researchers agree that haemolytic activity should definitely not be observed at the point where the possibilities of safe use of probiotics are discussed (Bujnakova and Strakova, 2017; Nami et al., 2018; Mangia et al., 2019) since haemolytic activity is also a virulence feature.



**Figure 4.** a) *Staphylococcus aureus* beta ( $\beta$ ) hemolytic activity b) *Escherichia coli* non-hemolytic activity c) isolate 1, d) isolate 10, e) isolate A6, f) isolate A3, g) isolate A4 (All lactic acid bacteria coded contain alpha ( $\alpha$ ) hemolytic activity)

However, the virulence feature that is not accepted by other researchers in these evaluations is  $\beta$ -haemolytic activity. It is also seen that strains belonging to the genus *Enterococcus*, which are utilised in the processing of some fermented products, can be preferred in the processing of traditional products,

although they contain  $\alpha$ -haemolytic activity (Nami et al., 2019). Lack of hemolytic activity (non-hemolytic activity and  $\alpha$ -hemolytic activity) is one of the features that should be considered first when selecting probiotic strains. In fact,  $\alpha$ -hemolytic activity can often be observed in *P. pentosaceus*, which has many probiotic strains (Colaninno et al., 2021). Similarly,  $\alpha$ -hemolysis is also observed in some *Leuconostoc* and *Pediococcus* strains that have probiotic properties. In this study, the  $\alpha$ -hemolytic feature of bee gastrointestinal tract lactic acid bacteria isolates and plant-origin fructophilic lactic acid bacteria isolates shows that they may have probiotic potential due to their non-hemolytic activity feature. All isolates within the scope of the study contain alpha ( $\alpha$ ) hemolytic activity on blood agar medium.

## CONCLUSION

Fructophilic lactic acid bacteria (FLAB) are a specific group of lactic acid bacteria (LAB) that have recently been characterised and described. They prefer fructose as growth substrate and live only in fructose-rich niches. Honey bees are high fructose-consuming insects and important pollination tools in nature, but have unfortunately been reported to decline in the wild. There are very limited studies in the literature on fructophilic lactic acid bacteria, especially fructophilic *Enterococcus* species. Little is known about the presence of FLAB in the bee gut, let alone their probiotic properties. In this study, FLAB strains were isolated and identified from 8 different sources. After Gram-staining and catalase tests, the isolates were identified as *Enterococcus faecalis* by 16S rRNA gene sequencing. The isolates coded A1, A3, A4 and A6 were also identified as fructophilic lactic acid bacteria originating from bee microbiota. These findings clearly show that honey bees and their products are rich sources of FLAB and that FLAB are potential candidates for future bee probiotics. Another finding in this study, which is independent from the literature and contributes for the first time, is the demonstration that fructophilic lactic acid bacteria can be isolated from a wide variety of plant sources. Although the isolates exhibit potential probiotic properties, their pathogenicity properties in particular need to be investigated in detail in future studies.

## ACKNOWLEDGEMENTS

We would like to thank Prof. Dr. İrfan KANDEMİR for providing honeybees for the study

## Conflict of Interest

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

## Author's Contributions

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

## REFERENCES

- Ahn, Y.T., Kim, G.B., Lim, K.S., Baek, Y.J., Kim, H.U. (2003). Deconjugation of bile salts by *Lactobacillus acidophilus* isolates, *International Dairy Journal*, 13 (4), 303-311.
- Al Atya AK, Drider-Hadiouche K, Ravallec R, Silvain A, Vachee A and Drider D. (2015). Probiotic potential of *Enterococcus faecalis* strains isolated from meconium. *Front. Microbiol.* 6:227. doi: 10.3389/fmicb.2015.00227
- Ali, A.H., Bamigbade, G., Tarique, M., Esposito, G., Obaid, R., Abu-Jdayil, B., Ayyash, M. (2023). Physicochemical, rheological, and bioactive properties of exopolysaccharide produced by a potential probiotic *Enterococcus faecalis* 84B, *International Journal of Biological Macromolecules*, 240, 124425.
- Al-S'adoon, R. N. H., & Al-Rawi, A. M. (2023). A Novel in Vitro Evidence on Anticancer Effect of Local Isolate *Enterococcus faecalis* Bacteriocin. *Journal of Global Scientific Research*, 8(2), 2976-2986.

- Altschul, S.F., Madden, T.L., Schäffer, A.A., Zhang, J., Zhang, Z., Miller, W., Lipman, D.J. (1997). Gapped BLAST and PSI-BLAST: a new generation of protein database search programs, *Nucleic Acids Research*, 25 (17), 3389-3402.
- Andrade-Velásquez A, Hernández Sánchez H, Dorantes-Álvarez L, Palmeros-Sánchez B, Torres-Moreno R, Hernández-Rodríguez D and Melgar-Lalanne G (2023) Honey characterization and identification of fructophilic lactic acid bacteria of fresh samples from *Melipona beecheii*, *Scaptotrigona pectoralis*, *Plebeia llorentei*, and *Plebeia jatiformis* hives. *Front. Sustain. Food Syst.* 7:1113920. doi: 10.3389/fsufs.2023.1113920
- Authority, E.F.S., (2010), Scientific Opinion on the maintenance of the list of QPS biological agents intentionally added to food and feed (2010 update): FSA Panel on Biological Hazards (BIOHAZ). <http://www.efsa.europa.eu/fr/scdocs/doc/1944.pdf> (Erişim Tarihi:06.02.2024)
- Bhunia, A., Johnson, M., Ray, B. (1988). Purification, characterization and antimicrobial spectrum of a bacteriocin produced by *Pediococcus acidilactici*, *Journal of Applied Bacteriology*, 65 (4), 261-268.
- Bujnakova, D., Strakova, E. (2017). Safety, probiotic and technological properties of *Lactobacilli* isolated from unpasteurised ovine and caprine cheeses, *Annals of Microbiology*, 67, 813-826.
- Casaus, P., Nilsen, T., Cintas, L.M., Nes, I.F., Hernández, P.E., Holo, H. (1997). Enterocin B, a new bacteriocin from *Enterococcus faecium* T136 which can act synergistically with enterocin A, *Microbiology*, 143 (7), 2287-2294.
- Cebrián, R., Baños A., Valdivia, E., Pérez-Pulido, R., Martínez-Bueno, M., Maqueda, M. (2012) "Characterization of functional, safety, and probiotic properties of *Enterococcus faecalis* UGRA10, a new AS-48-producer strain." *Food microbiology* 30.1: 59-67.
- CLSI (2015) Performance standards for antimicrobial susceptibility testing: twentysecond informational supplement. In: CLSI document M100S22. Clinical Laboratory Standard Institute, Wayne.
- Colaninno, P.M., Goldman, E., Green, L. (2021). Identification of Gram-Positive Organisms, *Practical Handbook of Microbiology*, 51-58.
- Çetin, B., & Aktaş, H. (2024). Monitoring probiotic properties and safety evaluation of antilisterial *Enterococcus faecium* strains with cholesterol-lowering potential from raw Cow's milk. *Food Bioscience*, 61, 104532.
- Daca, A., & Jarzembowski, T. (2024). From the Friend to the Foe—*Enterococcus faecalis* Diverse Impact on the Human Immune System. *International journal of molecular sciences*, 25(4), 2422.
- Dikbaş, N., Orman, Y. C., Alım, Ş., Uçar, S., & Tülek, A. (2024). Evaluating *Enterococcus faecium* 9 N-2 as a probiotic candidate from traditional village white cheese. *Food Science & Nutrition*, 12, 1847–1856. <https://doi.org/10.1002/fsn3.3878>
- Dunne, C., O'Mahony, L., Murphy, L., Thornton, G., Morrissey, D., O'Halloran, S., Feeney, M., Flynn, S., Fitzgerald, G., Daly, C. (2001). *In vitro* selection criteria for probiotic bacteria of human origin: correlation with *in vivo* findings, *The American Journal of Clinical Nutrition*, 73 (2), 386s-392s.
- Endo, A., and Sanae, O. (2008). "Reclassification of the genus *Leuconostoc* and proposals of *Fructobacillus fructosus* gen. nov., comb. nov., *Fructobacillus durionis* comb. nov., *Fructobacillus ficulneus* comb. nov. and *Fructobacillus pseudoficulneus* comb. nov." *International journal of systematic and evolutionary microbiology* 58.9: 2195-2205.
- Endo, A., Futagawa-Endo, Y., Dicks, L.M. (2009). Isolation and characterization of fructophilic lactic acid bacteria from fructose-rich niches, *Systematic and Applied Microbiology*, 32 (8), 593-600.
- Endo, A., Irisawa, T., Futagawa-Endo, Y., Sonomoto, K., Itoh, K., Takano, K., Okada, S., Dicks, L.M. (2011). *Fructobacillus tropaeoli* sp. nov., a fructophilic lactic acid bacterium isolated from a flower, *International Journal of Systematic and Evolutionary Microbiology*, 61 (4), 898-902.
- Endo, A., Salminen, S. (2013). Honeybees and beehives are rich sources for fructophilic lactic acid bacteria, *Systematic and Applied Microbiology*, 36 (6), 444-448.
- Endo, A., Tanaka, N., Oikawa, Y., Okada, S., Dicks, L. (2014). Fructophilic characteristics of *Fructobacillus* spp. may be due to the absence of an alcohol/acetaldehyde dehydrogenase gene (*adhE*), *Current Microbiology*, 68, 531-535.
- Endo, A., Tanizawa, Y., Tanaka, N., Maeno, S., Kumar, H., Shiwa, Y., Okada, S., Yoshikawa, H., Dicks, L., Nakagawa, J. (2015). Comparative genomics of *Fructobacillus* spp. and *Leuconostoc* spp. reveals niche-specific evolution of *Fructobacillus* spp, *BMC Genomics*, 16, 1-13.

- Filannino, P., Di Cagno, R., Tlais, A.Z.A., Cantatore, V., Gobbetti, M. (2019). Fructose-rich niches traced the evolution of lactic acid bacteria toward fructophilic species, *Critical Reviews in Microbiology*, 45 (1), 65-81.
- Fisher, K., Phillips, C. (2009). The ecology, epidemiology and virulence of *Enterococcus*, *Microbiology*, 155 (6), 1749-1757.
- Franz, C.M., Stiles, M.E., Schleifer, K.H., Holzapfel, W.H. (2003). *Enterococci* in foods—a conundrum for food safety, *International Journal of Food Microbiology*, 88 (2-3), 105-122.
- Fuller, R., Gibson, G.R. (1998). Probiotics and prebiotics: microflora management for improved gut health, *Clinical Microbiology and Infection*, 4 (9), 477-480.
- Gilliland, S., Staley, T., Bush, L. (1984). Importance of bile tolerance of *Lactobacillus acidophilus* used as a dietary adjunct, *Journal of Dairy Science*, 67 (12), 3045-3051.
- Harrigan, W.F., (1998), Laboratory methods in food microbiology, *Gulf professional publishing*,
- He, H., Chen, Y., Zhang, Y., Wei, C. (2011). Bacteria associated with gut lumen of *Camponotus japonicus* Mayr, *Environmental Entomology*, 40 (6), 1405-1409.
- Hotel, A.C.P., Cordoba, A. (2001). Health and nutritional properties of probiotics in food including powder milk with live lactic acid bacteria, *Prevention*, 5 (1), 1-10.
- Huang, Y., Adams, M.C. (2004). *In vitro* assessment of the upper gastrointestinal tolerance of potential probiotic dairy propionibacteria, *International Journal of Food Microbiology*, 91 (3), 253-260.
- Im, E. J., Lee, H. H. Y., Kim, M., & Kim, M. K. (2023). Evaluation of enterococcal probiotic usage and review of potential health benefits, safety, and risk of antibiotic-resistant strain emergence. *Antibiotics*, 12(8), 1327.
- Iraporda C., Irene A. Rubel, Guillermo D. Manrique et al. Lactic acid bacteria strains isolated from Jerusalem artichoke (*Helianthus tuberosus* L.) tubers as potential probiotic candidates, 26 February 2024, PREPRINT (Version 1) available at Research Square [<https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-3976150/v1>]
- Janashia, I., Carminati, D., Rossetti, L., Zago, M., Fornasari, M.E., Haertlé, T., Chanishvili, N., Giraffa, G. (2016). Characterization of fructophilic lactic microbiota of *Apis mellifera* from the *Caucasus Mountains*, *Annals of Microbiology*, 66 (4), 1387-1395.
- Joint, F. (2002). Guidelines for the evaluation of probiotics in food, London, Ontario, Canada, April 30 and May 1, 2002, [http://www.who.int/foodsafety/publications/fs\\_management/probiotics2/en/index.html](http://www.who.int/foodsafety/publications/fs_management/probiotics2/en/index.html).
- Johnston LM, Jaykus LA. Antimicrobial resistance of *Enterococcus* species isolated from produce. *Appl Environ Microbiol*. 2004 May;70(5):3133-7. doi: 10.1128/AEM.70.5.3133-3137.2004. PMID: 15128577; PMCID: PMC404399.
- Kiessling, G., Schneider, J., Jahreis, G. (2002). Long-term consumption of fermented dairy products over 6 months increases HDL cholesterol, *European Journal of Clinical Nutrition*, 56 (9), 843-849.
- Kim, E.B., Tyler, C.A., Kopit, L.M., Marco, M.L. (2013). Draft genome sequence of fructophilic *Lactobacillus florum*, *Genome announcements*, 1 (1), 10.1128/genomea.00025-12.
- Kiymaci, M., Simsek, D., Tok, K., Dirican, D., & Gumustas, M. (2023). Probiotic potential and anti-quorum sensing activity of *Enterococcus faecalis* and *Lactobacillus kunkeei* isolates from *Apis mellifera*. *Journal of the Hellenic Veterinary Medical Society*, 73(4), 4717–4728. <https://doi.org/10.12681/jhvms.26743>
- Knoll, C., Divol, B., Du Toit, M. (2008). Genetic screening of lactic acid bacteria of oenological origin for bacteriocin-encoding genes, *Food microbiology*, 25 (8), 983-991.
- Koch, H., Schmid-Hempel, P. (2011). Bacterial communities in central European bumblebees: low diversity and high specificity, *Microbial Ecology*, 62, 121-133.
- Kouya T, Ishiyama Y, Ohashi S, Kumakubo R, Yamazaki T, Otaki T. (2023). *Philodulcिलactobacillus myokoensis* gen. nov., sp. nov., a fructophilic, acidophilic, and agar-phobic lactic acid bacterium isolated from fermented vegetable extracts. *PLoS ONE* 18(6): e0286677. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0286677>
- Kwong, W.K., Moran, N.A. (2016). Gut microbial communities of social bees, *Nature Reviews Microbiology*, 14 (6), 374-384.

- Leavis, H., Top, J., Shankar, N., Borgen, K., Bonten, M., van Embden, J., Willems, R.J. (2004). A novel putative enterococcal pathogenicity island linked to the esp virulence gene of *Enterococcus faecium* and associated with epidemicity, *Journal of Bacteriology*, 186 (3), 672-682.
- Luenglusontigit, P., Sathapondecha, P., Saengsuwan, P., Surachat, K., Boonserm, P., & Singkhamanan, K. (2023). Effects of postbiotic from bacteriocin-like inhibitory substance producing *Enterococcus faecalis* on toxigenic *Clostridioides difficile*. *Journal of Health Science and Medical Research*, 41(4), 2023918.
- Luo, Y., Ma, B.-C., Zou, L.-K., Cheng, J.-G., Cai, Y.-H., Kang, J.-P., Li, B., Gao, X.-H., Wang, P., Xiao, J.-J. (2012). Identification and characterization of lactic acid bacteria from forest musk deer feces, *African Journal of Microbiol Research*, 6 (29), 5871-5881.
- Lou, H., Wang, J., Wang, Y., Gao, Y., & Wang, W. (2024). Comprehensive assessment of *Enterococcus faecalis* SN21-3: Probiotic features and safety evaluation for potential animal use. *Food Bioscience*, 103688.
- Macwana, S.J., Muriana, P.M. (2012). A 'bacteriocin PCR array' for identification of bacteriocin-related structural genes in lactic acid bacteria, *Journal of Microbiological Methods*, 88 (2), 197-204.
- Maeno, S., Tanizawa, Y., Kanesaki, Y., Kubota, E., Kumar, H., Dicks, L., Salminen, S., Nakagawa, J., Arita, M., Endo, A. (2016). Genomic characterization of a fructophilic bee symbiont *Lactobacillus kunkeei* reveals its niche-specific adaptation, *Systematic and Applied Microbiology*, 39 (8), 516-526.
- Mangia, N.P., Saliba, L., Deiana, P. (2019). Functional and safety characterization of autochthonous *Lactobacillus paracasei* FS103 isolated from sheep cheese and its survival in sheep and cow fermented milks during cold storage, *Annals of Microbiology*, 69 (2), 161-170.
- Maragkoudakis, P.A., Zoumpopoulou, G., Miaris, C., Kalantzopoulos, G., Pot, B., Tsakalidou, E. (2006). Probiotic potential of *Lactobacillus* strains isolated from dairy products, *International Dairy Journal*, 16 (3), 189-199.
- Mathara, J.M., Schillinger, U., Kutima, P.M., Mbugua, S.K., Guigas, C., Franz, C., Holzapfel, W.H. (2008). Functional properties of *Lactobacillus plantarum* strains isolated from Maasai traditional fermented milk products in Kenya, *Current Microbiology*, 56, 315-321.
- Nami, Y., Haghshenas, B., Bakhshayesh, R.V., Jalaly, H.M., Lotfi, H., Eslami, S., Hejazi, M.A. (2018). Novel autochthonous lactobacilli with probiotic aptitudes as a main starter culture for probiotic fermented milk, *Lwt*, 98, 85-93.
- Nami, Y., Vaseghi Bakhshayesh, R., Mohammadzadeh Jalaly, H., Lotfi, H., Eslami, S., Hejazi, M.A. (2019). Probiotic properties of *Enterococcus* isolated from artisanal dairy products, *Frontiers in Microbiology*, 10, 300.
- Neveling, D.P., Endo, A., Dicks, L.M. (2012). Fructophilic *Lactobacillus kunkeei* and *Lactobacillus brevis* isolated from fresh flowers, bees and bee-hives, *Current Microbiology*, 65, 507-515.
- Nueno-Palop C, and Narbad A. (2011). Probiotic assessment of *Enterococcus faecalis* CP58 isolated from human gut. *Int J Food Microbiol*. 28;145(2-3):390-4. doi: 10.1016/j.ijfoodmicro.2010.12.029. Epub 2011 Jan 8. PMID: 21315470.
- ONUR, M., ONLU, H. (2021). Farklı Gıda Ürünlerinden İzole Edilen Laktik Asit Bakterilerinin Bazı Probiyotik Özelliklerinin Belirlenmesi, *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, (32), 562-572.
- Onur, M., Önlü, H. (2023). Isolation, characterization of *Weissella confusa* and *Lactococcus lactis* from different milk sources and determination of probiotic features, *Brazilian Journal of Microbiology*, 1-17.
- Özkan, E. R., Demirci, T., & Akın, N. (2021). In vitro assessment of probiotic and virulence potential of *Enterococcus faecium* strains derived from artisanal goatskin casing Tulum cheeses produced in central Taurus Mountains of Turkey. *Lwt*, 141, 110908.
- Öztürk, H., Geniş, B., Özden Tuncer, B., & Tuncer, Y. (2023). Bacteriocin production and technological properties of *Enterococcus mundtii* and *Enterococcus faecium* strains isolated from sheep and goat colostrum. *Veterinary Research Communications*, 47(3), 1321-1345.
- Paramithiotis, S., Gioulatos, S., Tsakalidou, E., Kalantzopoulos, G. (2006). Interactions between *Saccharomyces cerevisiae* and lactic acid bacteria in sourdough, *Process Biochemistry*, 41 (12), 2429-2433.



- Resta-Lenert, S., Barrett, K. (2003). Live probiotics protect intestinal epithelial cells from the effects of infection with enteroinvasive *Escherichia coli* (EIEC), *Gut*, 52 (7), 988.
- Salek, F., Mirzaei, H., Khandaghi, J., Javadi, A., and Nami, Y. (2023). Apoptosis induction in cancer cell lines and anti-inflammatory and anti-pathogenic properties of proteinaceous metabolites secreted from potential probiotic *Enterococcus faecalis* KUMS-T48. *Scientific Reports*, 13(1), 7813.
- Smits, H.H., Engering, A., van der Kleij, D., de Jong, E.C., Schipper, K., van Capel, T.M., Zaat, B.A., Yazdanbakhsh, M., Wierenga, E.A., van Kooyk, Y. (2005). Selective probiotic bacteria induce IL-10-producing regulatory T cells in vitro by modulating dendritic cell function through dendritic cell-specific intercellular adhesion molecule 3-grabbing nonintegrin, *Journal of Allergy and Clinical Immunology*, 115 (6), 1260-1267.
- Sonei, Azin, Mohammad Reza Edalatian Dovom, and Masoud Yavarmanesh. (2024). "Evaluation of probiotic, safety, and technological properties of bacteriocinogenic *Enterococcus faecium* and *Enterococcus faecalis* strains isolated from lighvan and koozeh cheeses." *International Dairy Journal* 148: 105807.
- Tang, Y.-W., Ellis, N.M., Hopkins, M.K., Smith, D.H., Dodge, D.E., Persing, D.H. (1998). Comparison of phenotypic and genotypic techniques for identification of unusual aerobic pathogenic gram-negative bacilli, *Journal of Clinical Microbiology*, 36 (12), 3674-3679.
- Thaochan, N., Drew, R., Hughes, J., Vijaysegaran, S., Chinajariyawong, A. (2010). Alimentary tract bacteria isolated and identified with API-20E and molecular cloning techniques from Australian tropical fruit flies, *Bactrocera cacuminata* and *B. tryoni*, *Journal of Insect Science*, 10 (1), 131.
- Tran, T.T.; Munita, J.M.; Arias, C.A. (2015). Mechanisms of Drug Resistance: Daptomycin Resistance: Daptomycin Resistance. *Ann. N. Y. Acad. Sci.*, 1354, 32–53.
- Todorov, S., Onno, B., Sorokine, O., Chobert, J., Ivanova, I., Dousset, X. (1999). Detection and characterization of a novel antibacterial substance produced by *Lactobacillus plantarum* ST 31 isolated from sourdough, *International Journal of Food Microbiology*, 48 (3), 167-177.
- Vásquez, A., Olofsson, T.C., Sammataro, D. (2009). A scientific note on the lactic acid bacterial flora in honeybees in the USA—A comparison with bees from Sweden, *Apidologie*, 40 (1), 26-28.
- Vinderola, C.G., Reinheimer, J.A. (2003). Lactic acid starter and probiotic bacteria: a comparative “in vitro” study of probiotic characteristics and biological barrier resistance, *Food Research International*, 36 (9-10), 895-904.
- Wilkins, T., Holdeman, L.V., Abramson, I., Moore, W. (1972). Standardized single-disc method for antibiotic susceptibility testing of anaerobic bacteria, *Antimicrobial Agents and Chemotherapy*, 1 (6), 451-459.
- Willems, R.J., Homan, W., Top, J., van Santen-Verheuver, M., Tribe, D., Manzioros, X., Gaillard, C., Vandembroucke-Grauls, C.M., Mascini, E.M., van Kregten, E. (2001). Variant esp gene as a marker of a distinct genetic lineage of vancomycin-resistant *Enterococcus faecium* spreading in hospitals, *The Lancet*, 357 (9259), 853-855
- Zommiti, M., Cambronel, M., Maillot, O., Barreau, M., Sebei, K., Feuilloley, M., ... & Connil, N. (2018). Evaluation of probiotic properties and safety of *Enterococcus faecium* isolated from artisanal Tunisian meat “Dried Ossban”. *Frontiers in Microbiology*, 9, 1685.

**Atf İçin:** Altıkat, A. ve Alma, M.H. (2024). Farklı Buğday Çeşitlerinde Fiziko-mekanik, Renk ve FT-IR Özelliklerinin Kapsamlı Analizi. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1031-1049.

**To Cite:** Altıkat, A. & Alma, M.H. (2024). Comprehensive Analysis of Physico-mechanical, Color, and FT-IR Properties in Diverse Wheat Varieties. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1031-1049.

### **Farklı Buğday Çeşitlerinde Fiziko-mekanik, Renk ve FT-IR Özelliklerinin Kapsamlı Analizi**

Alperay ALTİKAT<sup>1\*</sup>, Mehmet Hakkı ALMA<sup>2</sup>

#### **Öne Çıkanlar:**

- Müfitbey, Altay, Soyer ve Reis yüksek nem/fenolik içerik
- Bezostaja, Yunus, Dumlupınar ve Çetinel yüksek protein
- ES-26 ve Karaman 2000 yüksek lipid içeriğine sahiptir.

#### **Anahtar Kelimeler:**

- Buğday çeşitleri
- Fiziko-mekanik özellikler
- Renk analizi
- FT-IR
- Tohum boyutları

#### **ÖZET:**

Bu çalışmada, yoğun olarak üretilen 13 farklı buğday çeşidinin fiziksel ve mekanik özellikleri, renk değişimleri ve FT-IR analizleri incelenmiştir. Bu amaçla; Altay, Harmankaya, Çetinel, Yunus, Müfitbey, Soyer 02, Dumlupınar, Bezostaja, Sönmez, ES-26, Reis, Karaman 2000 ve Nacibey çeşitleri kullanılmıştır. Araştırma sonucunda, tohum genişliği ve kalınlığı en büyük olan çeşit Soyer-02 (3.42 mm ve 2.96 mm), en küçük olan ise Müfitbey (2.72 mm ve 2.36 mm) olarak belirlenmiştir. Tohum uzunluğu bakımından Dumlupınar en uzun (7.82 mm), Müfitbey ise en kısa (6.07 mm) olarak gözlemlenmiştir. Yüzey alanı en büyük Dumlupınar'da (53.35 mm<sup>2</sup>) ve en küçük Müfitbey'de (36.03 mm<sup>2</sup>) bulunmuştur. Aritmetik ve geometrik ortalama çaplar açısından en büyük değerler Dumlupınar'da (4.61 mm ve 4.12 mm), en küçük değerler ise Müfitbey'de (3.72 mm ve 3.54 mm) ölçülmüştür. Küresellik, Reis'te %61.22 ile en yüksek seviyede, Dumlupınar'da %52.67 ile en düşük seviyede bulunmuştur. Bin-tane ağırlığı açısından en ağır çeşit Reis (46.36 g), en hafif çeşit ise Altay (33.58 g) olarak kaydedilmiştir. Kırılma direnci bakımından en yüksek değerler Dumlupınar ve Bezostaja'da (10.89 N ile 11.3 N), en düşük değer ise Altay'da (5.89 N) bulunmuştur. Renk analizinde, L değerleri en yüksek Çetinel'de (63.77), en düşük ise Harmankaya'da (51.16) olarak belirlenmiştir. Tüm çeşitlerde pozitif 'a' değerleri kırmızı tonlarını, 'b' değerleri ise sarı tonlarını göstermiştir; en yüksek 'b' değeri Soyer-02'de (32.81) ve en düşük Harmankaya'da (24.68) bulunmuştur. FT-IR analizinde, Müfitbey, Altay, Soyer ve Reis'te geniş O-H gerilme titreşimlerinin (3270-3300 1/cm) yüksek nem veya fenolik içeriği gösterdiği düşünülmüştür. Bezostaja, Yunus, Dumlupınar ve Çetinel'de Amide I (1640-1650 1/cm) ve Amide II (1540-1545 1/cm) bantları yüksek protein içeriğine işaret etmiştir. ES-26 ve Karaman 2000'de alifatik C-H gerilme titreşimleri (2920-2925 1/cm ve 2850-2854 1/cm) yüksek lipid içeriğini gösterirken, Sönmez ve Harmankaya'da karbonhidrat spesifik C-O ve C-C gerilme titreşimleri (1000-1240 1/cm) yüksek nişasta içeriğini düşündürmüştür.

### **Comprehensive Analysis of Physico-mechanical, Color, and FT-IR Properties in Diverse Wheat Varieties**

#### **Highlights:**

- Müfitbey, Altay, Soyer and Reis have high-moisture/phenolic content
- Bezostaja, Yunus, Dumlupınar and Çetinel have high protein
- ES-26 and Karaman 2000 have high lipid content

#### **Keywords:**

- Wheat varieties
- Physico-mechanical properties
- Color analysis
- FT-IR
- Seed dimensions

#### **ABSTRACT:**

In this research, physical and mechanical properties, as well as color changes and FT-IR analyzes of 13 different wheat varieties, which are intensively produced, were examined. For this purpose, Altay, Harmankaya, Çetinel, Yunus, Müfitbey, Soyer 02, Dumlupınar, Bezostaja, Sönmez, ES-26, Reis, Karaman2000, and Nacibey varieties were used. As a result of the research the Soyer-02 variety exhibited the largest seed width (3.42 mm) and thickness (2.96 mm), while the Müfitbey variety had the smallest width (2.72 mm) and thickness (2.36 mm). Dumlupınar showed the greatest seed length (7.82 mm), with Müfitbey having the shortest (6.07 mm). Surface area was greatest in Dumlupınar (53.35 mm<sup>2</sup>) and lowest in Müfitbey (36.03 mm<sup>2</sup>). Arithmetic and geometric mean diameters were largest in Dumlupınar (4.61 mm and 4.12 mm, respectively), with Müfitbey showing the smallest (3.72 mm and 3.54 mm). Sphericity ranged from 61.22% in Reis to 52.67% in Dumlupınar. The thousand-kernel weight varied significantly, with Reis recording the highest (46.36 g) and Altay the lowest (33.58 g). Fracture resistance was highest in Dumlupınar and Bezostaja (10.89 N to 11.3 N), with the lowest in Altay (5.89 N). Color analysis revealed L values ranging from 63.77 in Çetinel to 51.16 in Harmankaya, with all varieties showing positive 'a' values, indicating red tones, and 'b' values indicating yellow tones, with Soyer-02 having the highest (32.81) and Harmankaya the lowest (24.68). FT-IR analysis revealed broad O-H stretch vibrations (3270-3300 1/cm) in Müfitbey, Altay, Soyer, and Reis, suggesting high moisture or phenolic content. Amide I (1640-1650 1/cm) and Amide II (1540-1545 1/cm) bands in Bezostaja, Yunus, Dumlupınar, and Çetinel indicated high protein content. Aliphatic C-H stretch vibrations (2920-2925 1/cm and 2850-2854 1/cm) in ES-26 and Karaman 2000 suggested high lipid content, while carbohydrate-specific C-O and C-C stretch vibrations (1000-1240 1/cm) in Sönmez and Harmankaya suggested high starch content.

<sup>1</sup> Alperay ALTİKAT ([Orcid ID: 0000-0002-0087-5814](https://orcid.org/0000-0002-0087-5814)), Mehmet Hakkı ALMA ([Orcid ID: 0000-0001-6323-7230](https://orcid.org/0000-0001-6323-7230)), İğdır University, Faculty of Agriculture, Department of Biosystems Engineering, İğdır, Türkiye

\*Corresponding Author: Alperay ALTİKAT, e-mail: altikatalperay@gmail.com

## INTRODUCTION

Wheat, *Triticum* spp., is an important staple food for billions of people around the world, providing an essential source of carbohydrates, proteins and various nutrient (Arzani & Ashraf, 2017). Recent research has increasingly focused on the physical and mechanical properties of different wheat varieties, which are critical for agricultural practices and the food processing industry (Hemery et al., 2007). These characteristics can significantly affect the milling, storage and bread-making quality of wheat, which in turn affects the overall productivity and quality of wheat-based products (Uthayakumaran & Wrigley, 2017). The sizes of wheat grains and their geometric properties are important factors in determining interspecific differences. Studies have shown that these features are effective not only on physical processing but also on color parameters (Yousefian et al., 2021).

Width, length and thickness ratios and arithmetic and geometric mean diameter values of wheat grains play an important role in agriculture, storage and processing processes (Unal et al., 2008). The size of wheat grains can affect post-harvest processes. For example, grain sizes can directly affect field productivity and harvester efficiency. Large grains generally mean high productivity, while homogeneity of grain sizes ensures consistency in harvesting and subsequent processing (Strelec et al., 2024). Grain sizes and proportions affect the quality and quantity of flour obtained during milling. Large and regularly shaped grains are ground more efficiently during the milling process and provide higher quality flour production (Yu et al., 2024). Arithmetic and geometric mean diameter values are used to determine the grinding behavior of the grains and the characteristics of the resulting flour (Hou & Komanduri, 2003). Grain sizes can affect air flow and aeration of grains during storage. Larger or irregularly shaped grains can obstruct air flow during storage, leading to moisture accumulation and spoilage (Ziegler et al., 2021). Grains with homogeneous sizes perform better under storage conditions. Grain sizes and ratios provide important information about the quality of wheat. For example, grains of a certain size and shape may be an indication that they meet a certain quality standard. These features also help determine the purpose for which wheat will be used (such as bread making, biscuit production) (Strelec et al., 2024). The physical properties of wheat grains are also important in terms of marketing and trade. Consumers and processors prefer wheat with certain size and quality standards. This is an especially important factor in international trade in wheat because buyers may seek specific grain characteristics for particular uses (Nuttall et al., 2017). For these reasons, measuring the size and shape characteristics of wheat grains is of critical importance in the general use and evaluation of wheat (Xu et al., 2023). Metrics such as arithmetic and geometric mean diameters standardize these measurements and are used to make important decisions in the processing, storage and evaluation of wheat (Thelwall, 2016).

The surface area of wheat grains determines how effectively moisture and air can penetrate into the grain (Al-Mahasneh & Rababah, 2007). Grains with large surface area can allow moisture to evaporate more quickly, which can help prevent mold and other microbial growth during storage (Batey, 2017). Additionally, in milling, the size and surface area of the grains can affect the energy consumption and material flow rate during the milling process (Chen et al., 2021). Grains with larger surface area can be more efficient in the grinding process and consume less energy (Chen & Öpöz, 2016). As it is known, the quality of bakery products varies depending on the properties of the wheat flour used (Nashat & Abdullah, 2016). The surface area of wheat grains can affect the water-holding capacity of flour and the development of the gluten network, which directly affects baking results (Pourmohammadi & Abedi, 2021). The surface area of seeds can affect the absorption of water and nutrients (Khan et al., 2024). Grains with a large surface area can absorb more water and nutrients

during germination, which can increase the germination rate of the seed and the growth rate of young plants (do Nascimento et al., 2022). Surface area measurements of wheat grains can provide important data for genetic studies and plant breeding (Haghshenas et al., 2022). These measurements can help develop wheat varieties that are better adapted to certain environmental conditions or have higher yields and quality (Zahra et al., 2021).

Determining the breaking resistance of wheat grains is considered a factor that directly affects overall productivity, product quality and economic performance in the agricultural and food industries (Safdar et al., 2023). The breaking resistance of grains during wheat milling directly affects the efficiency and energy consumption of the milling process (Miskelly & Suter, 2017). Grains with higher breakage resistance may require more energy or special grinding settings. This is a critical parameter for optimizing grinding processes (Li et al., 2023). The quality of wheat flour used in baking and other food production processes is closely related to the breaking resistance of the grains. Wheat grains with low breaking resistance are easily milled, producing finer flour, which can have an impact on the texture and appearance of products (Wysocka et al., 2024). Breakage resistance is an important factor during storage and transportation of wheat. Grains with low fracture strength tend to be more damaged during handling and storage, which can lead to product loss and reduced quality (Kumar & Kalita, 2017). As plant breeders work to develop high-yielding wheat varieties that are resistant to various environmental conditions, traits such as fracture resistance are among the important selection criteria. Grains with high breakage resistance contribute to the development of more durable varieties with maximum yield potential (Qaim, 2020). Knowing the breaking resistance of wheat can increase economic efficiency by reducing losses during processing and transportation. Particularly for large-scale wheat processing businesses, these resistance measurements can reduce costs and increase operational efficiency (Dong et al., 2023).

The coloration of wheat grains serves as a critical parameter for both quality assessment and varietal classification, as noted in various studies (Feng et al., 2022). Different hues are associated with specific wheat varieties and their suitability for particular culinary applications. For instance, red wheat, renowned for its high protein content, is typically favored for bread production, whereas white wheat, characterized by a lower protein level, is often chosen for biscuits and cakes (Oyeyinka & Bassey). Further, darker wheat varieties are noted for their enriched phytochemical compositions, including elevated levels of anthocyanins (Adom et al., 2003). The color of wheat grains not only aids in determining the optimal harvest time by reflecting changes during the ripening process but also serves as an indicator of potential disease presence (Feng et al., 2022). Changes in grain coloration can signify the onset of fungal diseases, which may darken the grains and thereby offer an early warning system for disease management (Figueroa et al., 2018). Moreover, grain coloration can indirectly hint at the nutritional value of the wheat, further underlining its importance in agricultural and food science (Sharma et al., 2021). In summary, the diverse color spectrum of wheat grains is indispensable in both agricultural classification and food processing industries, as it influences decisions from field management to final product formulation (Khalid et al., 2023).

FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) analysis is a critical method for examining different wheat varieties because it allows for the rapid and effective characterization of the wheat's chemical composition (Pandiselvam et al., 2023). FTIR can be used to detect chemical structures such as proteins, starch, lipids, and other macromolecules in wheat samples (Golea et al., 2023). This plays a crucial role in determining the nutritional value and potential uses of different wheat varieties. Additionally, it directly affects the quality of the wheat, processing methods, and the quality of the final products. Rapid and accurate analyses using FTIR enable effective monitoring of wheat quality

parameters (Badaró et al., 2022). Furthermore, this analytical method can be employed to detect early signs of disease or deterioration in wheat grains. For instance, fungal diseases or chemical spoilage can lead to specific spectral changes, which can be identified through FTIR analysis (Shen et al., 2019). Wheat breeders can use FTIR analyses to study the effects of genetic variations on chemical components, aiding in the development of more efficient or disease-resistant wheat varieties (Qaim, 2020). FTIR analysis is also important for understanding the effects of environmental factors on the chemical structure of wheat (Mills et al., 2005). This is crucial for optimizing agricultural practices and facilitating adaptation to environmental changes. Therefore, FTIR analyses are an indispensable tool in wheat research and industrial applications. This method of analysis provides a better understanding and management of wheat in both research and commercial contexts (Pandiselvam et al., 2023).

In this study, the physical and mechanical properties, color changes, and FTIR analyses of 13 different wheat varieties, which are widely cultivated across the country, were examined. Detailed analysis of the physical and mechanical properties of these cultivated wheat varieties is critical for understanding their adaptation processes specific to agricultural management and production strategies. Determining the color characteristics is important for monitoring the ripening process and the effects of storage conditions on product quality. Additionally, color changes serve as a valuable indicator for consumer preferences and marketability. FTIR spectroscopy offers a rapid and precise method to detect the chemical composition of wheat. These analyses provide information about the quantity and quality of proteins, starches, and other bioactive components, thereby serving as a significant data source for shaping agricultural policies.

## MATERIALS AND METHODS

In this study, we examined the physico-mechanical properties, color variations, and chemical compositions from 13 wheat varieties commonly grown throughout the country. These varieties include Altay, Harmankaya, Çetinel, Yunus, Müfitbey, Soyer 02, Dumlupınar, Bezostaja, Sönmez, ES-26, Reis, Karaman2000, and Nacibey. Figure 1 presents images of the wheat used in the research.



**Figure 1.** Wheat varieties analyzed in the study



**Figure 1.** Wheat varieties analyzed in the study (continued)

In the assessment of wheat's physical properties, parameters such as width, length, thickness, arithmetic mean diameter, geometric mean diameter, thousand kernel weight, surface area, and sphericity were considered. Mechanical properties were evaluated through fracture resistance values. Additionally, color properties were determined using L, a, b values along with Chroma and hue angle. The flours derived from these varieties were analyzed using Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) to ascertain their chemical compositions.

A digital micrometer was employed to measure the dimensions of the seeds. The arithmetic mean diameter ( $D_a$ ) and the geometric mean diameter ( $D_g$ ) of the seeds were calculated using Equations 1 and 2, respectively, where L, W, and T represent the length, width, and thickness of the seeds. The sphericity ( $\Phi$ ) of the seeds was determined using Equation 3, and the surface area (S) of the samples was calculated based on Equation 4 (Altıkat, 2020; Altıkat & Yasar, 2019).

$$D_a = \frac{L+W+T}{3} \quad (1)$$

$$D_g = \sqrt[3]{L * W * T} \quad (2)$$

$$\Phi = \frac{\sqrt[3]{L*W*T}}{L} \quad (3)$$

$$S = \pi * Dg^2 \quad (4)$$

A dynamometer mounted on a stand was utilized to measure the fracture strength of the samples. The device applied a consistent pressure at a rate of 60 mm per minute to horizontally positioned samples, and the puncture resistance was recorded in newtons (N). Subsequently, these values were analyzed. Figure 2 displays the dynamometer used in the research, and Table 1 provides its technical specifications. Color measurement in the study was conducted by the international Lab color system (Figure 3).



Dynamometer stand



Dynamometer

Figure 2. Dynamometer and stand utilized in the study

Table 1. Technical specifications of the dynamometer and its stand

| Dynamometer stand               |                  |
|---------------------------------|------------------|
| Capacity                        | 0-500 N          |
| Resolution                      | 0.1 N (0.01 kgf) |
| Lower and upper limit           | Automatic        |
| Measurement unit                | N, kgf, lbf      |
| Battery                         | NiCd             |
| Dynamometer                     |                  |
| Loading capacity                | 5000 N (500 kg)  |
| Tension-compression process     | Motorized        |
| Tension-compression speed range | 0-240 mm/min     |

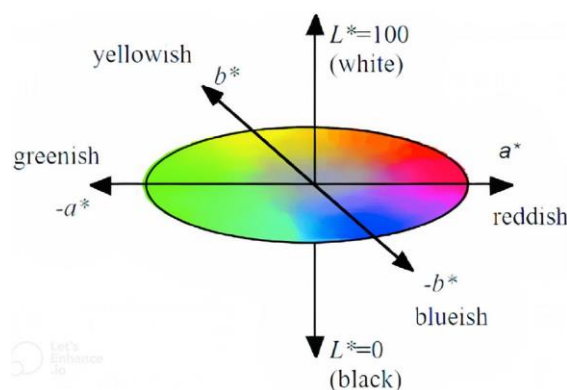


Figure 3. CIE L\*a\*b\* color space

The 'L' value quantifies brightness on a scale from 0 to 100, where 0 represents absolute black and 100 denotes absolute white. Additionally, the 'a' and 'b' values indicate chromaticity, with 'a' representing the red-green axis and 'b' the blue-yellow axis, both ranging from -90 to +90. Color measurements were conducted using a PCE-CSM4 color measurement device to determine the 'L', 'a', and 'b' values, as illustrated in Figure 4.



Figure 4. Color measurement device used in the experiments

## RESULTS AND DISCUSSION

### Variations in Physical and Mechanical Properties of Wheat Varieties

In the study, statistical analyses of average measurements were conducted, and Duncan's multiple range tests were used to identify significant variations in width, length, and thickness, as well as arithmetic and geometric mean diameters among the 13 wheat varieties, as detailed in Table 2. A review of the Table revealed statistically significant differences ( $P < 0.001$ ) across all examined varieties.

**Table 2:** Statistical analysis results of physical characteristics across wheat varieties

| Varieties       | Width (mm)          | Length (mm)           | Thickness (mm)      | A.M.D. (mm)         | G.M.D. (mm)         |
|-----------------|---------------------|-----------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| Altay           | 3 <sup>bcd</sup> e  | 6.13 <sup>de</sup>    | 2.55 <sup>de</sup>  | 3.89 <sup>ef</sup>  | 3.60 <sup>def</sup> |
| Harmankaya      | 2.85 <sup>cde</sup> | 6.50 <sup>bcd</sup>   | 2.42 <sup>e</sup>   | 3.92 <sup>ef</sup>  | 3.54 <sup>ef</sup>  |
| Çetinel         | 3.18 <sup>abc</sup> | 6.19 <sup>cde</sup>   | 2.63 <sup>cd</sup>  | 4 <sup>de</sup>     | 3.73 <sup>cde</sup> |
| Yunus           | 3.15 <sup>abc</sup> | 6.32 <sup>cde</sup>   | 2.44 <sup>de</sup>  | 3.97 <sup>de</sup>  | 3.63 <sup>cde</sup> |
| Müfitbey        | 2.72 <sup>e</sup>   | 6.07 <sup>e</sup>     | 2.36 <sup>e</sup>   | 3.72 <sup>f</sup>   | 3.54 <sup>f</sup>   |
| Soyer 02        | 3.42 <sup>a</sup>   | 6.79 <sup>b</sup>     | 2.96 <sup>a</sup>   | 4.39 <sup>b</sup>   | 4.09 <sup>a</sup>   |
| Dumlupınar      | 3.27 <sup>ab</sup>  | 7.82 <sup>a</sup>     | 2.74 <sup>bc</sup>  | 4.61 <sup>a</sup>   | 4.12 <sup>a</sup>   |
| Bezostaja       | 3.07 <sup>bcd</sup> | 6.32 <sup>cde</sup>   | 2.42 <sup>e</sup>   | 3.93 <sup>def</sup> | 3.60 <sup>def</sup> |
| Sönmez          | 3.05 <sup>bcd</sup> | 6.42 <sup>bcd</sup> e | 2.79 <sup>abc</sup> | 4.08 <sup>cde</sup> | 3.79 <sup>bcd</sup> |
| ES-26           | 3.14 <sup>abc</sup> | 6.59 <sup>bc</sup>    | 2.78 <sup>abc</sup> | 4.17 <sup>cd</sup>  | 3.86 <sup>bc</sup>  |
| Reis            | 3.41 <sup>a√</sup>  | 6.53 <sup>bc</sup>    | 2.86 <sup>ab</sup>  | 4.27 <sup>bc</sup>  | 3.99 <sup>ab</sup>  |
| Karaman2000     | 2.80 <sup>de</sup>  | 6.42 <sup>bcd</sup> e | 2.62 <sup>cd</sup>  | 3.95 <sup>de</sup>  | 3.61 <sup>de</sup>  |
| Nacıbey         | 3.13 <sup>abc</sup> | 6.31 <sup>cde</sup>   | 2.50 <sup>de</sup>  | 3.98 <sup>de</sup>  | 3.67 <sup>cde</sup> |
| <i>Stdsapma</i> | 0.03                | 0.56                  | 0.266               | 0.320               | 0.304               |
| <i>F</i>        | 4.141               | 13.438                | 9.229               | 10.292              | 9.296               |
| <i>P</i>        | 0.000*              | 0.000*                | 0.000*              | 0.000*              | 0.000*              |

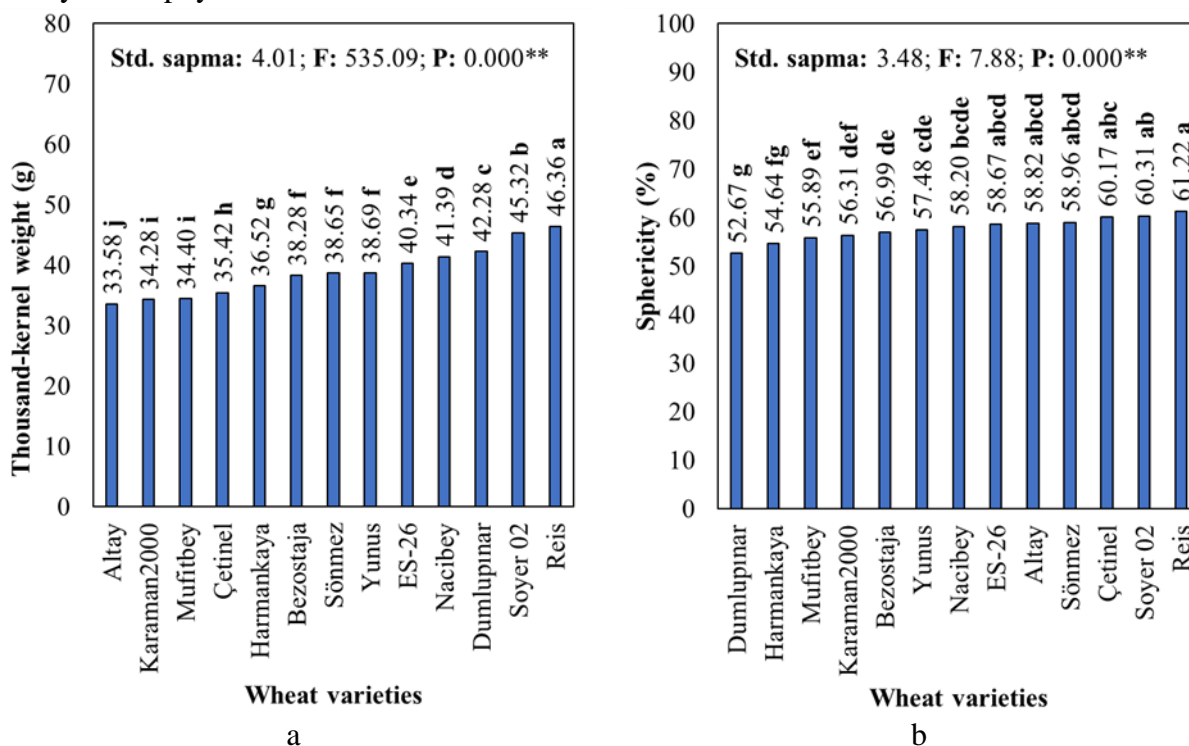
\*: statistically very significant, √: no statistical difference between groups with the same letter, A.M.D: Arithmetic mean diameter, G.M.D: Geometric mean diameter

The findings from the multiple comparison analyses reveal that the Soyer-02 variety has the largest seed width, measuring 3.42 mm, whereas the Müfitbey variety presents the smallest at 2.72 mm. This substantial discrepancy highlights the considerable heterogeneity in seed dimensions across the studied wheat varieties. Seed widths of the remaining varieties fall within this spectrum, illustrating the unique traits and agronomic properties inherent to each type. In terms of seed length, the Dumlupınar variety exhibits the greatest length at 7.82 mm, contrasted with the Müfitbey variety, which has the shortest seeds at 6.07 mm. Regarding seed thickness, the Soyer-02 variety displays the greatest thickness, measuring 2.96 mm, whereas the seeds of the Müfitbey variety are the thinnest at 2.36 mm. Additionally, the Dumlupınar variety demonstrates the largest arithmetic and geometric mean diameters, measuring 4.61 mm and 4.12 mm, respectively, which suggests pronounced seed robustness. Conversely, the Müfitbey variety exhibits the smallest values for both mean diameters, at 3.72 mm and 3.54 mm, respectively. These disparities underscore the varied physical properties that may influence the cultivation and application of these wheat varieties.

In the study, the thousand-kernel weight and sphericity of the analyzed wheat varieties were depicted in Figures 5a and 5b, respectively, along with the results of their statistical analyses. The Reis variety registered the highest thousand-kernel weight at 46.36 g, closely followed by the Soyer-02 and Dumlupınar varieties, which weighed 46.32 g and 42.28 g, respectively. The Yunus, Sönmez, and Bezostaja varieties were statistically grouped based on their thousand-kernel weights, as were the Karaman 2000 and Müfitbey varieties within their respective cluster. The Altay variety showed the lowest thousand-kernel weight at 33.58 g. Regarding sphericity, values ranged from 61.22% to 52.67%. The Reis variety exhibited the highest sphericity, succeeded by the Soyer-02 variety. The ES-26, Altay, and Sönmez varieties were categorized together in terms of sphericity, whereas the



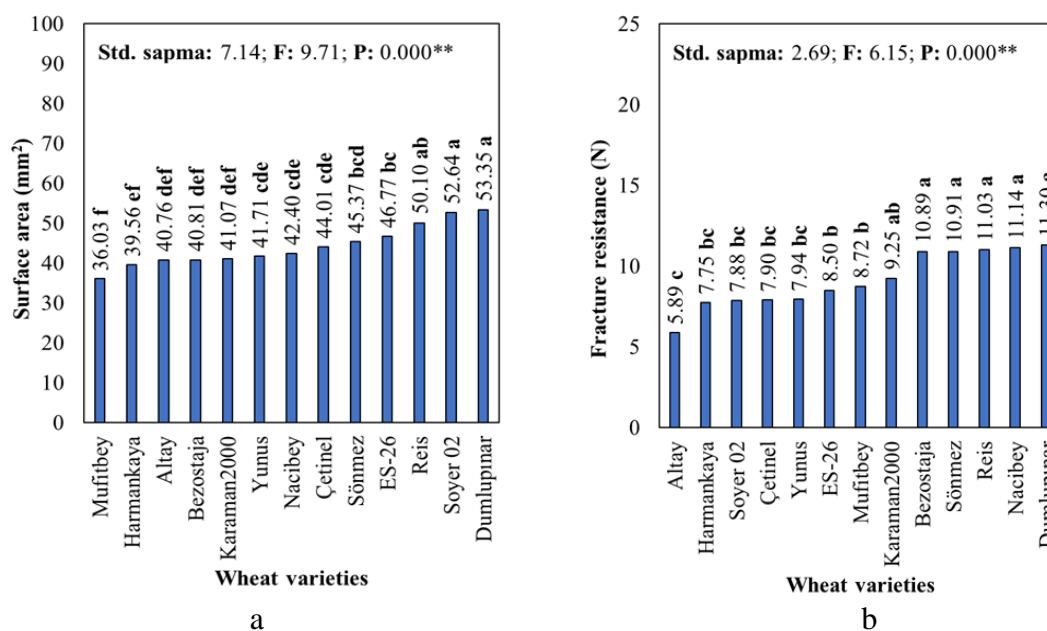
Dumluşınar variety had the lowest sphericity at 52.67%. These results emphasize the marked variability in the physical attributes of the wheat varieties examined.



**Figure 5.** Values thousand-kernel weight of (a) and sphericity (b)

Upon evaluating the surface area metrics, the Dumluşınar and Soyer-02 varieties demonstrated the largest surface areas, with measurements of 53.35 mm<sup>2</sup> and 52.64 mm<sup>2</sup>, respectively, as illustrated in Figure 6a. These were followed by the Reis and ES-06 varieties. The study grouped the Sönmez, Çetinel, and Nacibey varieties, along with the Karaman 2000, Bezostaja, and Altay varieties, into similar surface area categories. The smallest surface area was observed in the Mufitbey variety, recorded at 36.03 mm<sup>2</sup>. Regarding fracture resistance, documented between 5.89 N and 11.3 N in Figure 6b, the values for the Dumluşınar, Nacibey, Reis, Sönmez, and Bezostaja varieties were categorized together, ranging from 10.89 N to 11.3 N. Additionally, the ES-26 and Mufitbey varieties formed another group, while the Harmankaya, Soyer-02, Çetinel, and Yusuf varieties were also similarly classified based on their fracture resistance. The Altay variety registered the lowest fracture resistance value at 5.89 N, highlighting significant variances in the mechanical robustness among the varieties studied.

The study of the physical and mechanical properties of wheat varieties is essential for several key aspects of cereal science and technology, directly impacting agricultural productivity, post-harvest processing, and food quality. These properties, which include kernel hardness, size, shape, and weight, critically influence the milling quality and the efficiency of flour production. For instance, the hardness of the wheat kernel is a fundamental trait that determines the energy required during milling and the type of flour produced. (Markowski et al., 2013) highlighted how the hardness and other mechanical properties vary significantly among wheat varieties, influencing not only milling efficiency but also the texture and quality of the final baked products.



**Figure 6.** Surface area (a) and fracture resistance (b) values

Moreover, the dimensions and weight of wheat kernels, as studied by (El-Sheikha et al., 2010), affect their suitability for specific types of milling and processing. The researchers found that variations in moisture content significantly impact these physical properties, which in turn influence the handling and storage requirements of wheat grains. Additionally, the mechanical strength of wheat, particularly of the straw, has implications beyond grain production. (Kumar et al., 2020) examined the tensile and shear strengths of wheat straw, which are vital for developing sustainable uses for this agricultural by-product, potentially reducing waste and promoting environmental sustainability.

### Variations in Color of Wheat Varieties

The statistical analysis results and multiple comparison tests performed to determine the color differences between varieties in the research are given in Table 3.

**Table 3.** Statistical analysis results of color change and multiple comparison tests

| Varieties       | L                    | a                    | b                   | Chroma (c)           | Hue angle (h)      |
|-----------------|----------------------|----------------------|---------------------|----------------------|--------------------|
| Altay           | 59.37 <sup>bc</sup>  | 11.23 <sup>bcd</sup> | 31.40 <sup>ab</sup> | 33.35 <sup>abc</sup> | 70.32 <sup>a</sup> |
| Harmankaya      | 51.16 <sup>f</sup>   | 12.03 <sup>abc</sup> | 24.68 <sup>e</sup>  | 27.50 <sup>e</sup>   | 64.16 <sup>b</sup> |
| Çetinel         | 63.77 <sup>a</sup>   | 10.09 <sup>de</sup>  | 30.86 <sup>b</sup>  | 32.48 <sup>bcd</sup> | 71.92 <sup>a</sup> |
| Yunus           | 52.25 <sup>ef</sup>  | 12.05 <sup>abc</sup> | 26.48 <sup>d</sup>  | 29.12 <sup>e</sup>   | 65.62 <sup>b</sup> |
| Mufitbey        | 55.8 <sup>cde</sup>  | 10.50 <sup>cde</sup> | 29.03 <sup>c</sup>  | 30.89 <sup>d</sup>   | 70.09 <sup>a</sup> |
| Soyer 02        | 61.33 <sup>ab</sup>  | 11.58 <sup>bcd</sup> | 32.81 <sup>a</sup>  | 34.74 <sup>a</sup>   | 70.56 <sup>a</sup> |
| Dumlupınar      | 55.11 <sup>def</sup> | 9.63 <sup>e</sup>    | 26.06 <sup>de</sup> | 27.80 <sup>e</sup>   | 69.71 <sup>a</sup> |
| Bezostaja       | 52.44 <sup>ef</sup>  | 12.87 <sup>ab</sup>  | 25.64 <sup>de</sup> | 28.75 <sup>e</sup>   | 63.53 <sup>b</sup> |
| Sönmez          | 53.46 <sup>def</sup> | 12.27 <sup>ab</sup>  | 25.69 <sup>de</sup> | 28.50 <sup>e</sup>   | 64.57 <sup>b</sup> |
| ES-26           | 56.85 <sup>cd</sup>  | 11.69 <sup>bcd</sup> | 32.09 <sup>ab</sup> | 34.20 <sup>ab</sup>  | 69.91 <sup>a</sup> |
| Reis            | 52.79 <sup>def</sup> | 13.52 <sup>a</sup>   | 28.50 <sup>c</sup>  | 31.56 <sup>cd</sup>  | 64.77 <sup>b</sup> |
| Karaman2000     | 52.88 <sup>def</sup> | 11.97 <sup>abc</sup> | 25.48 <sup>de</sup> | 28.20 <sup>e</sup>   | 64.86 <sup>b</sup> |
| Nacibey         | 53.64 <sup>def</sup> | 12.01 <sup>abc</sup> | 25.28 <sup>de</sup> | 28.02 <sup>e</sup>   | 64.63 <sup>b</sup> |
| <i>Stdsapma</i> | 5.46                 | 1.87                 | 1.179               | 3.126                | 3.90               |
| <i>F</i>        | 8.58                 | 4.35                 | 29.03               | 17.87                | 13.96              |
| <i>P</i>        | 0.000*               | 0.000*               | 0.000*              | 0.000*               | 0.000*             |

\*: statistically very significant, √: no statistical difference between groups with the same letter, A.M.D: Arithmetic mean diameter, G.M.D: Geometric mean diameter

When examining the variation in L value, an indicator of brightness among varieties, it was determined that the Çetinel variety exhibited the highest L value at 63.77, while the Harmankaya

variety had the lowest at 51.16. Additionally, the varieties Dumlupınar, Sönmez, Reis, Karaman, Nacibey, Yunus, and Bezostaja were classified within the same group based on their L values. The 'a' value represents a color component ranging from green to red. This value indicates the position of the color tone between green and red, where negative 'a' values denote green tones, and positive 'a' values indicate red tones (Cano-Lara & Rostro-Gonzalez, 2024). Upon analysis, all varieties were found to possess positive 'a' value, ranging between 9.63 and 13.52. The highest 'a' value was observed in the Reis variety, followed by the Bezostaja and Sönmez varieties. Furthermore, the varieties Harmankaya, Yunus, Karaman, and Nacibey, along with ES-26, Soyer-02, and Altay, were grouped based on the variation in their 'a' value.

The 'b' value of an object indicates the color component between blue and yellow within the color space (Al-Dairi & Pathare, 2024). This value specifies the position of the color tone between blue and yellow, with negative 'b' values representing blue tones and positive 'b' values indicating yellow tones. As expected, all varieties used in the study were found to have positive 'b' values. The statistical analysis divided the varieties into five distinct groups based on their 'b' values. The highest 'b' value was recorded at 32.81 in the Soyer-02 variety, followed by the Çetinel variety at 30.86 and the Müfitbey variety at 29.03. The lowest 'b' value was observed at 24.68 in the Harmankaya variety. Varieties such as Dumlupınar, Bezostaja, Sönmez, Karaman 2000, and Nacibey were categorized in the same group regarding their 'b' values.

The chroma (c) value of an object indicates the saturation or intensity of its color components, specifically how red/green and blue/yellow the object appears, aside from its brightness (L) value (Schweiggert, 2024). Colors with a high chroma value appear more vivid and distinct, while those with a low chroma value appear paler and duller. Upon analyzing the wheat varieties used in the study, it was found that the Altay variety exhibited the highest chroma value at 70.32, while the Bezostaja variety showed the lowest at 63.53. Based on chroma values, the varieties were grouped into two subcategories. Altay, Müfitbey, Soyer, Çetinel, Dumlupınar, and ES-26 formed one group, whereas Harmankaya, Yunus, Bezostaja, Sönmez, Reis, and Karaman2000 displayed statistically similar characteristics in terms of their chroma values.

The hue angle is considered a fundamental parameter for the characterization and application of colors (Li et al., 2024). This angle is calculated based on the a and b values, indicating the spectral position of colors and thus determining which primary tone or shade (e.g., red, blue, green, yellow, etc.) the colors belong to. In the study, the wheat varieties examined exhibited hue angles ranging from 63.53 to 71.92, categorizing them into two main groups. The varieties Altay, Çetinel, Müfitbey, Soyer-02, Dumlupınar, and ES-26 had higher hue angles compared to the Harmankaya, Yunus, Bezostaja, and Sönmez varieties, placing them within the same group.

The color properties of wheat kernels play a critical role in determining both the commercial value and consumer perception of wheat-based products. Color is a key quality attribute that influences the classification, processing, and marketing of wheat. The ability to measure and analyze these color characteristics accurately is therefore crucial for breeding programs aimed at improving these traits. (Horigane et al., 2003) developed innovative methods to assess the color characteristics of wheat kernels and flour without the need for milling, which not only preserves the germination potential of the kernels but also facilitates early selection in breeding programs. Their findings underscore the importance of kernel color as a breeding objective in Japan, highlighting the need for precise measurement techniques to support these efforts. Additionally, the variability in kernel color between hard white and hard red winter wheat varieties has been extensively studied by (Wu et al., 1999) their research detailed the significant differences in kernel color that exist between these varieties, which are

critical for their market classification and ultimately, their processing and end-use qualities. Furthermore, (Zapotoczny & Majewska, 2010), conducted comparative analyses using various techniques to measure the color of the seed coat and endosperm of wheat kernels. Their study demonstrated high correlations between digital image analysis and spectrophotometry, providing valuable insights into the relationships between the color of the seed coat, endosperm, and overall grain quality, which are pivotal for processing and the quality of the final products.

### FT-IR Analysis Outcomes for Wheat Varieties

#### O-H stretch vibrations (water and hydroxyl groups)

Upon analyzing the spectral data for the Müfitbey, Altay, Soyer, and Reis wheat varieties, broad stretch vibrations of O-H bonds were observed in the 3270-3300 1/cm range (Figure 6). These vibrations suggest that the seeds of these varieties either contain high levels of moisture or are abundant in phenolic components. The presence of phenolic compounds indicates a significant antioxidant capacity, which augments their health benefits. Antioxidants are vital for shielding cells against oxidative stress, thus playing an essential role in the prevention of numerous chronic diseases (El-Bahy, 2005; Radini et al., 2018).

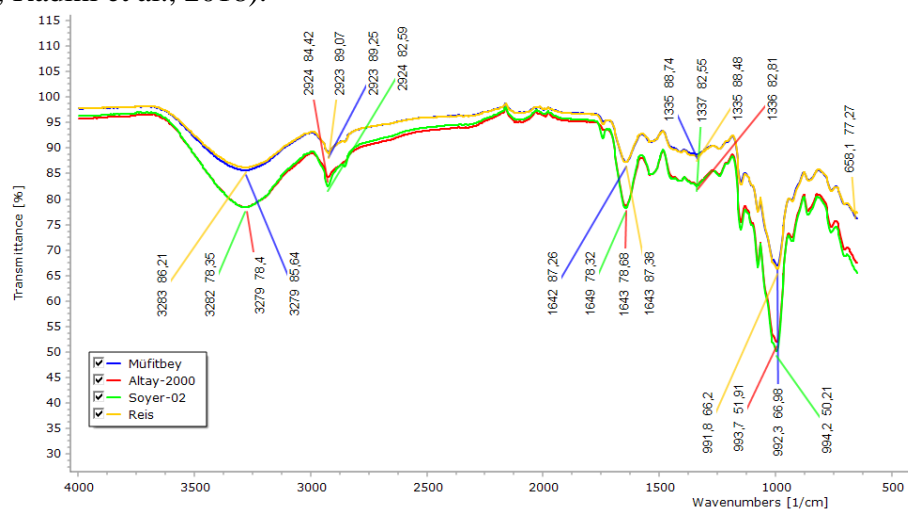


Figure 6. FTIR results of O-H Stretch Vibrations

#### Amide I and Amide II Bands (Protein Content)

In comprehensive spectral analyses of the Bezostaja and Yunus wheat varieties, distinct peaks, referred to as the Amide I band, were identified within the 1640-1650 1/cm range (Figure 7a). This specific wavelength is a hallmark indicator of wheat proteins, particularly those abundant in gluten (Stawoska et al., 2021). These proteins are crucial elements that substantially influence the structure and quality of wheat. Furthermore, peaks referred to as the Amide II band were observed within the 1540-1545 1/cm range in the pertinent varieties. These peaks are indicative of the vibrations of N-H and C-N bonds within the protein molecules, suggesting a high protein content (Fevzioglu et al., 2020). This is especially important in terms of the quality of the structure and quantity of the protein. Similar analyses performed on the Dumlupınar and Çetinel wheat varieties have shown that these seeds also possess rich protein profiles. The presence of Amide I and Amide II bands suggests that structures containing gluten proteins are prevalent in these seeds, as illustrated in Figure 7b. This finding is critically important for understanding the nutritional value and functionality of wheat (Makarenko et al., 2002). Gluten significantly influences the quality of bread and other wheat-based products by enhancing the elasticity and consistency of the dough.

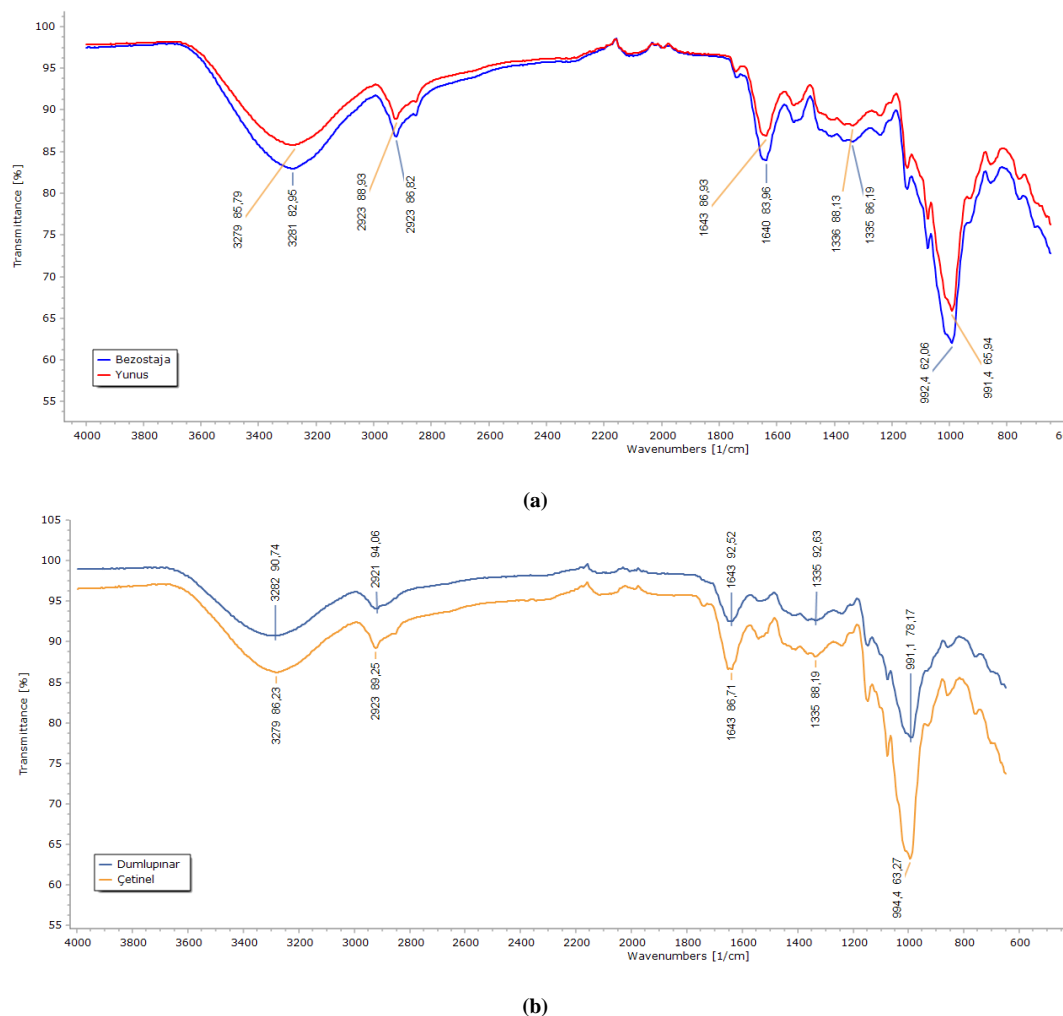
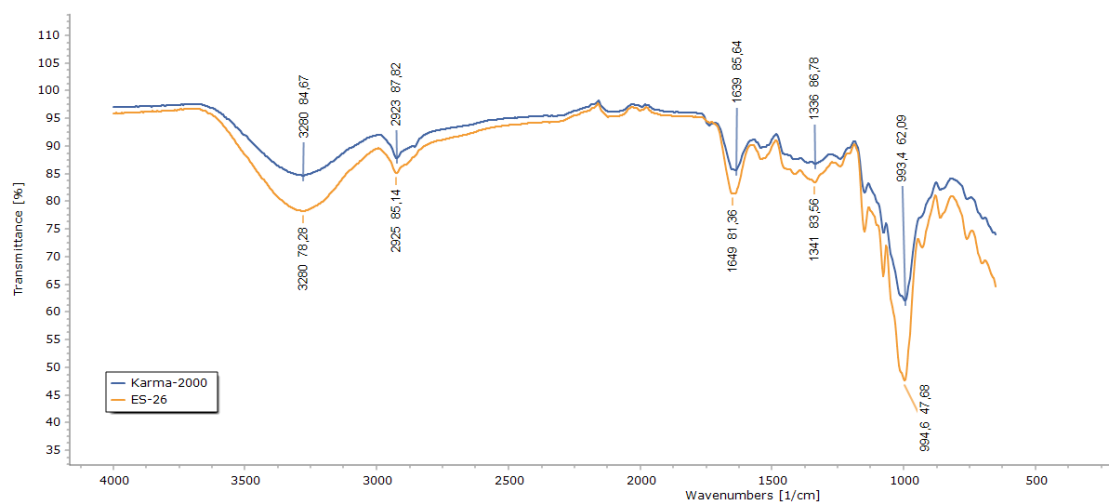


Figure 7. FTIR results of Amide I and Amide II Bands

### C-H stretch vibrations (lipid content)

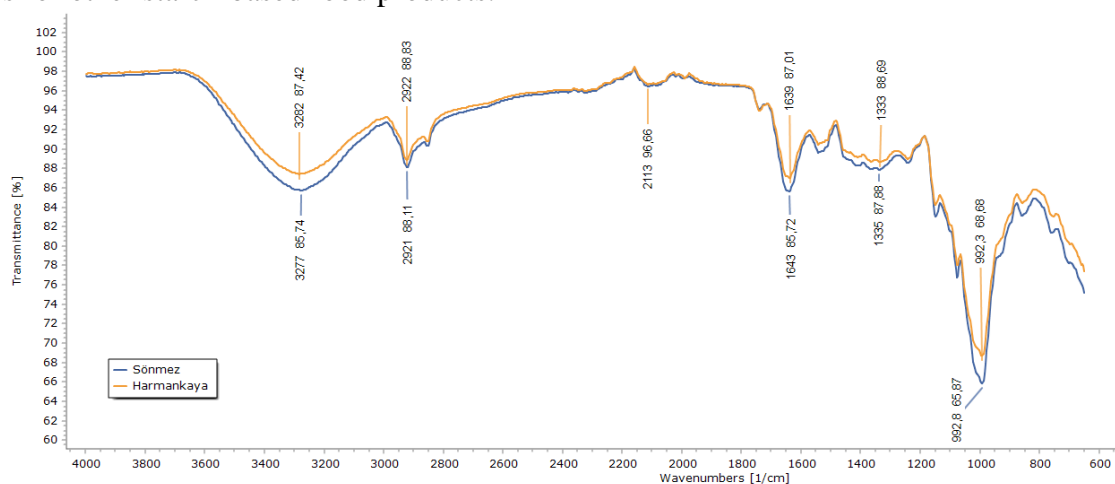
Spectroscopic analyses conducted on the ES-26 and Karma 2000 wheat varieties revealed notable aliphatic C-H stretch vibrations in the ranges of 2920-2925 1/cm and 2850-2854 1/cm (Figure 8). These vibrations suggest that the seeds in question are rich in lipid components (Singh et al., 2024). Lipids are crucial macronutrients that enhance the energy value of wheat. The substantial lipid content in these wheat varieties enriches their energy density, making the seeds exceptionally nutritious. The detection of aliphatic C-H stretch vibrations in the ES-26 and Karma 2000 seeds highlights their potential as preferred choices for the production of high-energy food products and animal feeds (Osman et al., 2022). Additionally, these lipid profiles offer valuable insights for optimizing the utilization of these seeds as energy sources in wheat-based diets. Such findings are crucial for the development of agricultural products and the breeding of new wheat varieties. The high lipid content in the ES-26 and Karma 2000 varieties enhances their potential not only for food production but also as efficient alternative sources of biofuel.



**Figure 8.** FTIR results of C-H stretch vibrations

### C-O and C-C stretch vibrations (carbohydrate content)

Comprehensive spectroscopic analyses conducted on the Sönmez and Harmankaya wheat varieties have revealed clear C-O and C-C stretch vibrations, specific to carbohydrates, within the range of 1000-1240 1/cm (Fetouhi et al., 2019). These vibrations indicate that the seeds in question are particularly rich in starch, as shown in Figure 9. Starch, a fundamental carbohydrate found in wheat grains, is critically important for its role in energy storage (Cozzolino et al., 2014). This spectral signature demonstrates that the Sönmez and Harmankaya varieties possess high energy storage capabilities, making them energy-rich food sources. Additionally, the high starch content in these seeds not only renders them preferred varieties for bread making but also establishes them as ideal raw materials for other starch-based food products.



**Figure 9.** FTIR results of C-O and C-C stretch vibrations

The application of Fourier Transform Infrared (FT-IR) Spectroscopy in agricultural science, particularly in the analysis of wheat varieties, offers significant insights into their compositional and quality attributes. FT-IR spectroscopy is a powerful tool for rapid, non-destructive analysis, providing essential data that can help in understanding the molecular composition of wheat kernels, which is crucial for breeding, quality control, and food processing industries. One notable study by (Delwiche et al., 2002), explores the use of near-infrared (NIR) spectroscopy, closely related to FT-IR, to evaluate environmental effects on wheat development by analyzing mature grains. This study highlights how NIR spectroscopy can effectively predict quality-determining properties that are influenced by

environmental conditions during the growth of various wheat cultivars. Further extending the scope of spectral analysis in agronomy, a study by (bigdeli et al., 2016) examined the spectral reflectance of Iranian wheat and barley varieties at different growth stages. Although primarily using field spectroradiometry, this research underscores the potential of spectral analysis techniques, including FT-IR, in distinguishing between different crop varieties and assessing their growth conditions and stages. Additionally, the feasibility of using Raman spectroscopy, a technique related to FT-IR, for detecting deoxynivalenol (DON) in wheat was explored by (Liu et al., 2009) they highlighted the advantages of this technique, including its insensitivity to water, which often hampers traditional IR and NIR methods. This study underscores the potential of FT-IR and related spectroscopic techniques for ensuring the safety and quality of cereals by detecting mycotoxins like DON. In another application, (De Girolamo et al., 2009) employed Fourier Transform Near-Infrared (FT-NIR) spectroscopy for the rapid and non-invasive analysis of DON in durum and common wheat. Their method effectively differentiated between contaminated and uncontaminated wheat samples, demonstrating the practical utility of FT-IR spectroscopy in mycotoxin detection and management within the food supply chain. Furthermore, the potential for FT-IR to detect adulteration in wheat flour was investigated by (Arslan et al., 2020), who developed chemometric models to identify barley flour adulteration in wheat flour. This study highlights the broader applications of FT-IR in maintaining the integrity and traceability of food ingredients.

## CONCLUSION

In this research, the physico-mechanical properties, color properties and FT-IR properties of 13 different wheat varieties were examined and the results are listed below.

1. The Soyer-02 variety exhibited the largest seed width (3.42 mm) and thickness (2.96 mm), whereas the Müfitbey variety had the smallest width (2.72 mm) and thickness (2.36 mm). Dumlupınar showed the greatest seed length (7.82 mm) with Müfitbey having the shortest (6.07 mm). Surface area was greatest in Dumlupınar (53.35 mm<sup>2</sup>) and lowest in Müfitbey (36.03 mm<sup>2</sup>).
2. Dumlupınar had the largest arithmetic and geometric mean diameters (4.61 mm and 4.12 mm respectively), with Müfitbey showing the smallest (3.72 mm and 3.54 mm). The sphericity ranged from 61.22% in Reis to 52.67% in Dumlupınar.
3. The thousand-kernel weight varied significantly, with Reis recording the highest (46.36 g) and Altay the lowest (33.58 g). Fracture resistance was highest in varieties such as Dumlupınar and Bezostaja (10.89 N to 11.3 N), with the lowest in Altay (5.89 N).
4. Lightness (L values) ranged from 63.77 in Çetinel to 51.16 in Harmankaya. All varieties displayed positive 'a' values indicating red tones, with Reis having the highest (13.52). Yellow tones ('b' values) were highest in Soyer-02 (32.81) and lowest in Harmankaya (24.68). Chroma values and hue angles also showed significant variation among the varieties.
5. FTIR analysis revealed broad stretch vibrations of O-H bonds (3270-3300 1/cm) in Müfitbey, Altay, Soyer, and Reis, indicating high moisture or phenolic content. The presence of Amide I (1640-1650 1/cm) and Amide II (1540-1545 1/cm) bands in Bezostaja, Yunus, Dumlupınar, and Çetinel suggested high protein content, particularly gluten proteins.
6. Aliphatic C-H stretch vibrations (2920-2925 1/cm and 2850-2854 1/cm) in ES-26 and Karaman 2000 indicated high lipid content. Carbohydrate-specific C-O and C-C stretch vibrations (1000-1240 1/cm) in Sönmez and Harmankaya suggested high starch content.

## ACKNOWLEDGEMENTS

We would like to thank Iğdır University Scientific Research Projects and Specialization Projects Unit for their support.

## Conflict of Interest

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

## Author's Contributions

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

## REFERENCES

- Adom, K. K., Sorrells, M. E., & Liu, R. H. (2003). Phytochemical profiles and antioxidant activity of wheat varieties. *J Agric Food Chem*, *51*(26), 7825-7834. doi:10.1021/jf0304041
- Al-Dairi, M., & Pathare, P. B. (2024). Evaluation of physio-chemical characteristics of 'Fard' banana using computer vision system. *Journal of Agriculture and Food Research*, *15*, 101057. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jafr.2024.101057>
- Al-Mahasneh, M. A., & Rababah, T. M. (2007). Effect of moisture content on some physical properties of green wheat. *Journal of Food Engineering*, *79*(4), 1467-1473. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2006.04.045>
- Altıkat, S. (2020). The modelling of rupture force of white kidney beans (*Phaseolus vulgaris* L.) using the multiple linear regression (MLP) and artificial neural networks (ANN). *Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, *57*(1), 129-136. doi:10.20289/zfdergi.554929
- Altıkat, S., & Yasar, S. (2019). Differentiation in gravimetric and frictional properties of *Phaseolus vulgaris* L. by a partial least square regression model. *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Tarım ve Doğa Dergisi*.
- Arslan, F. N., Akin, G., Karuk Elmas, Ş. N., Üner, B., Yilmaz, I., Janssen, H.-G., & Kenar, A. (2020). FT-IR spectroscopy with chemometrics for rapid detection of wheat flour adulteration with barley flour. *Journal of Consumer Protection and Food Safety*, *15*(3), 245-261. doi:10.1007/s00003-019-01267-9
- Arzani, A., & Ashraf, M. (2017). Cultivated Ancient Wheats (*Triticum* spp.): A Potential Source of Health-Beneficial Food Products. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, *16*(3), 477-488. doi:<https://doi.org/10.1111/1541-4337.12262>
- Badaró, A. T., Hebling e Tavares, J. P., Blasco, J., Aleixos-Borrás, N., & Barbin, D. F. (2022). Near infrared techniques applied to analysis of wheat-based products: Recent advances and future trends. *Food Control*, *140*, 109115. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2022.109115>
- Batey, I. (2017). Chapter 20 - Maintaining Grain Quality During Storage and Transport. In C. Wrigley, I. Batey, & D. Miskelly (Eds.), *Cereal Grains (Second Edition)* (pp. 571-590): Woodhead Publishing.
- Bigdeli, b., Valadan Zouj, M. J., & Maghsoudi, Y. (2016). Evaluation of Spectral Reflectance of Iranian Wheat and barley Varieties Canopies at different growth stages using vegetation. *Journal of Geospatial Information Technology*, *4*(1), 61-82. doi:10.29252/jgit.4.1.61
- Cano-Lara, M., & Rostro-Gonzalez, H. (2024). Tomato quality assessment and enhancement through Fuzzy Logic: A ripe perspective on precision agriculture. *Postharvest Biology and Technology*, *212*, 112875. doi:<https://doi.org/10.1016/j.postharvbio.2024.112875>



- Chen, N., Li, H. N., Wu, J., Li, Z., Li, L., Liu, G., & He, N. (2021). Advances in micro milling: From tool fabrication to process outcomes. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, *160*, 103670. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2020.103670>
- Chen, X., & Öpöz, T. T. (2016). Effect of different parameters on grinding efficiency and its monitoring by acoustic emission. *Production & Manufacturing Research*, *4*(1), 190-208. doi:10.1080/21693277.2016.1255159
- Cozzolino, D., Degner, S., & Eglinton, J. (2014). A Review on the Role of Vibrational Spectroscopy as An Analytical Method to Measure Starch Biochemical and Biophysical Properties in Cereals and Starchy Foods. *Foods*, *3*(4), 605-621.
- De Girolamo, A., Lippolis, V., Nordkvist, E., & Visconti, A. (2009). Rapid and non-invasive analysis of deoxynivalenol in durum and common wheat by Fourier-Transform Near Infrared (FT-NIR) spectroscopy. *Food Additives & Contaminants: Part A*, *26*(6), 907-917. doi:10.1080/02652030902788946
- Delwiche, S. R., Graybosch, R. A., Nelson, L. A., & Hruschka, W. R. (2002). Environmental Effects on Developing Wheat as Sensed by Near-Infrared Reflectance of Mature Grains. *Cereal Chemistry*, *79*(6), 885-891. doi:<https://doi.org/10.1094/CCHEM.2002.79.6.885>
- do Nascimento, L. Á., Abhilasha, A., Singh, J., Elias, M. C., & Colussi, R. (2022). Rice Germination and Its Impact on Technological and Nutritional Properties: A Review. *Rice Science*, *29*(3), 201-215. doi:<https://doi.org/10.1016/j.rsci.2022.01.009>
- Dong, X.-c., Qian, T.-f., Chu, J.-p., Zhang, X., Liu, Y.-j., Dai, X.-l., & He, M.-r. (2023). Late sowing enhances lodging resistance of wheat plants by improving the biosynthesis and accumulation of lignin and cellulose. *Journal of Integrative Agriculture*, *22*(5), 1351-1365. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jia.2022.08.024>
- El-Bahy, G. M. S. (2005). FTIR and Raman spectroscopic study of Fenugreek (*Trigonella foenum graecum* L.) seeds. *Journal of Applied Spectroscopy*, *72*(1), 111-116. doi:10.1007/s10812-005-0040-6
- El-Sheikha, M. A., El - Morsy, H. E., & Al- Rajhi, M. A. I. (2010). SOME PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF WHEAT GRAIN. *Journal of Soil Sciences and Agricultural Engineering*, *1*(3), 299-309. doi:10.21608/jssae.2010.60494
- Feng, J., Xu, B., Ma, D., Hao, Z., Jia, Y., Wang, C., & Wang, L. (2022). Metabolite identification in fresh wheat grains of different colors and the influence of heat processing on metabolites via targeted and non-targeted metabolomics. *Food Research International*, *160*, 111728. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodres.2022.111728>
- Fetouhi, A., Benatallah, L., Nawrocka, A., Szymańska-Chargot, M., Bouasla, A., Tomczyńska-Mleko, M., . . . Sujak, A. (2019). Investigation of viscoelastic behaviour of rice-field bean gluten-free dough using the biophysical characterization of proteins and starch: a FT-IR study. *Journal of Food Science and Technology*, *56*(3), 1316-1327. doi:10.1007/s13197-019-03602-2
- Fevzioglu, M., Ozturk, O. K., Hamaker, B. R., & Campanella, O. H. (2020). Quantitative approach to study secondary structure of proteins by FT-IR spectroscopy, using a model wheat gluten system. *International Journal of Biological Macromolecules*, *164*, 2753-2760. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.07.299>
- Figuroa, M., Hammond-Kosack, K. E., & Solomon, P. S. (2018). A review of wheat diseases-a field perspective. *Mol Plant Pathol*, *19*(6), 1523-1536. doi:10.1111/mpp.12618

- Golea, C. M., Codină, G. G., & Oroian, M. (2023). Prediction of wheat flours composition using fourier transform infrared spectrometry (FT-IR). *Food Control*, *143*, 109318. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2022.109318>
- Haghshenas, A., Emam, Y., & Jafarizadeh, S. (2022). Wheat grain width: a clue for re-exploring visual indicators of grain weight. *Plant Methods*, *18*(1), 58. doi:10.1186/s13007-022-00891-1
- Hemery, Y., Rouau, X., Lullien-Pellerin, V., Barron, C., & Abecassis, J. (2007). Dry processes to develop wheat fractions and products with enhanced nutritional quality. *Journal of Cereal Science*, *46*(3), 327-347. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jcs.2007.09.008>
- Horigane, A., Yamada, S., Hikichi, Y., Kiribuchi-Otobe, C., Fujita, M., Yamaguchi, T., & Horiguchi, M. (2003). Evaluation of Color Characteristics of Cross-Sectioned Wheat Kernels. *Food Science and Technology Research*, *9*(4), 327-331. doi:10.3136/fstr.9.327
- Hou, Z. B., & Komanduri, R. (2003). On the mechanics of the grinding process – Part I. Stochastic nature of the grinding process. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, *43*(15), 1579-1593. doi:[https://doi.org/10.1016/S0890-6955\(03\)00186-X](https://doi.org/10.1016/S0890-6955(03)00186-X)
- Khalid, A., Hameed, A., & Tahir, M. F. (2023). Wheat quality: A review on chemical composition, nutritional attributes, grain anatomy, types, classification, and function of seed storage proteins in bread making quality. *Front Nutr*, *10*, 1053196. doi:10.3389/fnut.2023.1053196
- Khan, T., Jamil, M., Ali, A., Rasheed, S., Irshad, A., Maqsood, M. F., . . . Elshikh, M. S. (2024). Exploring water-absorbing capacity: a digital image analysis of seeds from 120 wheat varieties. *Scientific Reports*, *14*(1), 6757. doi:10.1038/s41598-024-57193-w
- Kumar, A., Antil, S. K., Rani, V., Antil, P., Jangra, D., Kumar, R., & Pruncu, C. I. (2020). Characterization on Physical, Mechanical, and Morphological Properties of Indian Wheat Crop. *Sustainability*, *12*(5), 2067.
- Kumar, D., & Kalita, P. (2017). Reducing Postharvest Losses during Storage of Grain Crops to Strengthen Food Security in Developing Countries. *Foods*, *6*(1). doi:10.3390/foods6010008
- Li, L., Zhang, Y., Cui, X., Said, Z., Sharma, S., Liu, M., . . . Li, C. (2023). Mechanical behavior and modeling of grinding force: A comparative analysis. *Journal of Manufacturing Processes*, *102*, 921-954. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2023.07.074>
- Li, W., Yang, R., Xia, Y., Shao, X., Wang, Y., & Zhang, W. (2024). Image recognition technology provides insights into relationships between anthocyanin degradation and color variation during jet drying of black carrot. *Food Chemistry*, 139460. doi:<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2024.139460>
- Liu, Y., Delwiche, S. R., & Dong, Y. (2009). Feasibility of FT–Raman spectroscopy for rapid screening for DON toxin in ground wheat and barley. *Food Additives & Contaminants: Part A*, *26*(10), 1396-1401. doi:10.1080/02652030903013310
- Makarenko, S. P., Trufanov, V. A., & Putilina, T. E. (2002). Infrared Spectroscopic Study of the Secondary Structure of Wheat, Rye, and Barley Prolamins. *Russian Journal of Plant Physiology*, *49*(3), 326-331. doi:10.1023/A:1015584700841
- Markowski, M., Żuk-Gołaszewska, K., & Kwiatkowski, D. (2013). Influence of variety on selected physical and mechanical properties of wheat. *Industrial Crops and Products*, *47*, 113-117. doi:<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.02.024>
- Mills, E. N. C., Parker, M. L., Wellner, N., Toole, G., Feeney, K., & Shewry, P. R. (2005). Chemical imaging: the distribution of ions and molecules in developing and mature wheat grain. *Journal of Cereal Science*, *41*(2), 193-201. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jcs.2004.09.003>

- Miskelly, D., & Suter, D. (2017). Chapter 22 - Assessing and Managing Wheat-Flour Quality Before, During and After Milling. In C. Wrigley, I. Batey, & D. Miskelly (Eds.), *Cereal Grains (Second Edition)* (pp. 607-634): Woodhead Publishing.
- Nashat, S., & Abdullah, M. Z. (2016). Chapter 21 - Quality Evaluation of Bakery Products. In D.-W. Sun (Ed.), *Computer Vision Technology for Food Quality Evaluation (Second Edition)* (pp. 525-589). San Diego: Academic Press.
- Nuttall, J. G., O'Leary, G. J., Panozzo, J. F., Walker, C. K., Barlow, K. M., & Fitzgerald, G. J. (2017). Models of grain quality in wheat—A review. *Field Crops Research*, 202, 136-145. doi:<https://doi.org/10.1016/j.fcr.2015.12.011>
- Osman, S. O. M., Saad, A. S. I., Tadano, S., Takeda, Y., Konaka, T., Yamasaki, Y., . . . Akashi, K. (2022). Chemical Fingerprinting of Heat Stress Responses in the Leaves of Common Wheat by Fourier Transform Infrared Spectroscopy. *International Journal of Molecular Sciences*, 23(5), 2842.
- Oyeyinka, S. A., & Basse, I.-A. V. Composition, Functionality, and Baking Quality of Flour from Four Brands of Wheat Flour. *Journal of Culinary Science & Technology*, 1-21. doi:10.1080/15428052.2023.2191874
- Pandiselvam, R., Sruthi, N. U., Kumar, A., Kothakota, A., Thirumdas, R., Ramesh, S. V., & Cozzolino, D. (2023). Recent Applications of Vibrational Spectroscopic Techniques in the Grain Industry. *Food Reviews International*, 39(1), 209-239. doi:10.1080/87559129.2021.1904253
- Pourmohammadi, K., & Abedi, E. (2021). Hydrolytic enzymes and their directly and indirectly effects on gluten and dough properties: An extensive review. *Food Science & Nutrition*, 9(7), 3988-4006. doi:<https://doi.org/10.1002/fsn3.2344>
- Qaim, M. (2020). Role of New Plant Breeding Technologies for Food Security and Sustainable Agricultural Development. *Applied Economic Perspectives and Policy*, 42(2), 129-150. doi:<https://doi.org/10.1002/aepp.13044>
- Radini, I. A., Hasan, N., Malik, M. A., & Khan, Z. (2018). Biosynthesis of iron nanoparticles using *Trigonella foenum-graecum* seed extract for photocatalytic methyl orange dye degradation and antibacterial applications. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*, 183, 154-163. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2018.04.014>
- Safdar, L. B., Dugina, K., Saeidan, A., Yoshicawa, G. V., Caporaso, N., Gapare, B., . . . Fisk, I. D. (2023). Reviving grain quality in wheat through non-destructive phenotyping techniques like hyperspectral imaging. *Food and Energy Security*, 12(5), e498. doi:<https://doi.org/10.1002/fes3.498>
- Schweiggert, R. (2024). Chapter 4 - Physical and biological fundamentals of color. In R. Schweiggert (Ed.), *Handbook on Natural Pigments in Food and Beverages (Second Edition)* (pp. 75-126): Woodhead Publishing.
- Sharma, S., Kapoor, P., Kaur, S., Kumari, A., Sharma, N., Kumar, A., . . . Garg, M. (2021). Changing Nutrition Scenario: Colored Wheat – A New Perspective. In S. H. Wani, A. Mohan, & G. P. Singh (Eds.), *Physiological, Molecular, and Genetic Perspectives of Wheat Improvement* (pp. 71-88). Cham: Springer International Publishing.
- Shen, F., Zhao, T., Jiang, X., Liu, X., Fang, Y., Liu, Q., Liu, X. (2019). On-line detection of toxigenic fungal infection in wheat by visible/near infrared spectroscopy. *LWT*, 109, 216-224. doi:<https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.04.019>

- Singh, S. K., Matsagar, B. M., & Dhepe, P. L. (2024). Lignocellulosic biomass analysis: acidic lignin recovery, characterisation, and depolymerisation. *Biomass Conversion and Biorefinery*, *14*(4), 5239-5249. doi:10.1007/s13399-022-02705-9
- Stawoska, I., Wesełucha-Birczyńska, A., Skoczowski, A., Dziurka, M., & Waga, J. (2021). FT-Raman Spectroscopy as a Tool to Study the Secondary Structures of Wheat Gliadin Proteins. *Molecules*, *26*(17), 5388.
- Strelec, I., Mrša, V., Simović, D. Š., Petrović, J., Zahorec, J., & Budžaki, S. (2024). Biochemical and Quality Parameter Changes of Wheat Grains during One-Year Storage under Different Storage Conditions. *Sustainability*, *16*(3), 1155.
- Thelwall, M. (2016). The precision of the arithmetic mean, geometric mean and percentiles for citation data: An experimental simulation modelling approach. *Journal of Informetrics*, *10*(1), 110-123. doi:<https://doi.org/10.1016/j.joi.2015.12.001>
- Unal, H., Isik, E., Izli, N., & Tekin, Y. (2008). Geometric and Mechanical Properties of Mung Bean (*Vigna Radiata* L.) Grain: Effect of Moisture. *International Journal of Food Properties*, *11*(3), 585-599. doi:10.1080/10942910701573024
- Uthayakumaran, S., & Wrigley, C. (2017). Chapter 5 - Wheat: Grain-Quality Characteristics and Management of Quality Requirements. In C. Wrigley, I. Batey, & D. Miskelly (Eds.), *Cereal Grains (Second Edition)* (pp. 91-134): Woodhead Publishing.
- Wu, J., Carver, B. F., & Goad, C. L. (1999). Kernel Color Variability of Hard White and Hard Red Winter Wheat. *Crop Science*, *39*(3), crops1999.0011183X003900020003x. doi:<https://doi.org/10.2135/cropsci1999.0011183X003900020003xa>
- Wysocka, K., Cacak-Pietrzak, G., Feledyn-Szewczyk, B., & Studnicki, M. (2024). The Baking Quality of Wheat Flour (*Triticum aestivum* L.) Obtained from Wheat Grains Cultivated in Various Farming Systems (Organic vs. Integrated vs. Conventional). *Applied Sciences*, *14*(5), 1886.
- Xu, X., Geng, Q., Gao, F., Xiong, D., Qiao, H., & Ma, X. (2023). Segmentation and counting of wheat spike grains based on deep learning and textural feature. *Plant Methods*, *19*(1), 77. doi:10.1186/s13007-023-01062-6
- Yousefian, M., Shahbazi, F., & Hamidian, K. (2021). Crop Yield and Physicochemical Properties of Wheat Grains as Affected by Tillage Systems. *Sustainability*, *13*(9), 4781.
- Yu, T., Jing, S., Jiaxin, L., Aixia, W., Mengzi, N., Xue, G., . . . Litao, T. (2024). Effects of Milling Methods on Rice Flour Properties and Rice Product Quality: A Review. *Rice Science*, *31*(1), 33-46. doi:<https://doi.org/10.1016/j.rsci.2023.11.002>
- Zahra, N., Wahid, A., Hafeez, M. B., Ullah, A., Siddique, K. H. M., & Farooq, M. (2021). Grain development in wheat under combined heat and drought stress: Plant responses and management. *Environmental and Experimental Botany*, *188*, 104517. doi:<https://doi.org/10.1016/j.envexpbot.2021.104517>
- Zapotoczny, P., & Majewska, K. (2010). A Comparative Analysis of Colour Measurements of the Seed Coat and Endosperm of Wheat Kernels Performed by Various Techniques. *International Journal of Food Properties*, *13*(1), 75-89. doi:10.1080/10942910802180174
- Ziegler, V., Paraginski, R. T., & Ferreira, C. D. (2021). Grain storage systems and effects of moisture, temperature and time on grain quality - A review. *Journal of Stored Products Research*, *91*, 101770. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jspr.2021.101770>

**Atf İçin:** Ünal, E. ve Örçen, S. (2024). Yenisolöz ve Fındıcak (Gemlik, Türkiye) Alt – Orta Eosen Yaşlı *Nummulites*'lerin Biyometrisi ve Filojenisi. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1050-1062.

**To Cite:** Ünal, E. & Örçen, S. (2024). Biometry and Phylogeny of Lower - Middle Eocene *Nummulites* from Yenisolöz and Fındıcak (Gemlik, Türkiye). *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1050-1062.

### Yenisolöz ve Fındıcak (Gemlik, Türkiye) Erken – Orta Eosen Yaşlı *Nummulites*'lerin Biyometrisi ve Filojenisi

Esin ÜNAL<sup>1</sup>, Sefer ÖRÇEN<sup>1</sup>

#### **Öne Çıkanlar:**

- Fındıcak ve Yenisolöz lokalitelerinin biyometrik ölçümü yapıldı
- N.burdigalensis* ve *N.uranensis* *Nummulites*leri tanımlandı
- Nummulites*lerin filojenetik gelişimleri belirlendi

#### **Anahtar Kelimeler:**

- Gemlik
- Biyometrik
- Eosen
- Nummulites*
- Paleontoloji

#### **ÖZET:**

Bu çalışmada, kuzeybatı Türkiye’de Fındıcak ve Yenisolöz lokalitelerinde (kuzeybatı Anadolu) yüzeyleyen Küviziyen – erken Lütésiyan (erken – orta Eosen) yaşlı çökeltme ortamlarından alınan tane *Nummulites* formundaki ölçümlerle biyometrik analizi yapılarak, *Nummulites* filojenisine ait yaklaşımda bulunulmuştur. Özellikle karbonat egemen çakıtaşı, kumtaşı, silttaşı, kireçtaşı, marn istiflenmesinin gözlemlendiği Küviziyen (erken Eosen) yaşlı Fındıcak Formasyonu, erken Lütésiyan (orta Eosen) yaşlı Dürdane Formasyonu, Priyaboniyen (geç Eosen) yaşlı Soğucak Formasyonu birimlerinden elde edilen tane *Nummulites* bireylerinin makrosferik ve mikrosferik formları incelenmiştir. Işınsal-granüllü, ışınsal-beyaz lekeli özellikli toplanan *Nummulites* bireylerinin makrosferik ve mikrosferik formlarının biyometrik analizi sonucunda *Nummulites burdigalensis* de la Harpe (Küviziyen), *Nummulites uranensis* de la Harpe (erken Lütésiyan) türleri tanımlanmıştır. Biyometrik ölçümlerden 2 lokalite için verilerin dökümünün yer aldığı bir çizelge oluşturulmuştur. 2 türün birbirleriyle örtüşen dağılımları sonucunda; *Nummulites*'lerin cins özellikleri, ilk locadan başlayarak gelişim evreleri, ergin birey olana kadar geçirdiği değişimlere ait bazı ipuçları elde edilmiştir. Bu değişimler gözetilerek inceleme alanı *Nummulites*'lerinin filojenetik gelişimleri, altları çizili türler kapsamında temsil olunmak üzere *Nummulites burdigalensis* → *uranensis* soy çizgileri ortaya konulmuştur.

### Biometry and Phylogeny of Early - Middle Eocene *Nummulites* from Yenisolöz and Fındıcak (Gemlik, Türkiye)

#### **Highlights:**

- Fındıcak and Yenisolöz localities were biometrically measured
- N.burdigalensis* and *N.uranensis* *Nummulites* were identified
- Phylogenetic development of *Nummulites* was determined

#### **Keywords:**

- Gemlik
- Biometric
- Eosen
- Nummulites*
- Paleontology

#### **ABSTRACT:**

In this study, an approach to the phylogeny of *Nummulites* was made by performing biometric analysis on measurements of *Nummulites* forms collected from sedimentary environments of Cuisian – early Lutetian (early – middle Eocene) age outcropping in the Fındıcak and Yenisolöz localities (northwestern Anatolia) in northwestern Turkey. The Cuisian (early Eocene) aged Fındıcak Formation, characterized by carbonate-dominated conglomerate, sandstone, siltstone, limestone, and marl sequences, the early Lutetian (middle Eocene) aged Dürdane Formation, and the Priabonian (late Eocene) aged Soğucak Formation were examined for macro- and microspheric forms of *Nummulites* individuals. The biometric analysis of the macro- and microspheric forms of the collected *Nummulites* individuals with radial-granular and radial-white spotted characteristics identified the species *Nummulites burdigalensis* de la Harpe (Cuisian) and *Nummulites uranensis* de la Harpe (early Lutetian). A table was created containing the breakdown of the data for the two localities based on biometric measurements. As a result of the overlapping distributions of the two species, some clues were obtained about the genus characteristics of *Nummulites*, their developmental stages starting from the initial locus, and the changes they underwent until becoming adult individuals. Considering these changes, the phylogenetic development of the *Nummulites* from the study area, represented within the underlined species, was revealed as the lineage *Nummulites burdigalensis* → *uranensis*.

<sup>1</sup> Esin ÜNAL ([Orcid ID: 0000-0002-8337-4651](https://orcid.org/0000-0002-8337-4651)), Sefer ÖRÇEN ([Orcid ID: 0000-0002-6099-7725](https://orcid.org/0000-0002-6099-7725)), Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Jeoloji Mühendisliği Bölümü, Van, Türkiye.

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Esin ÜNAL, e-mail: esinunal@yyu.edu.tr

Bu makale 28-30 Ekim 2021 tarihlerinde online olarak düzenlenen “Uluslararası Katılımlı 22. Paleontoloji Stratigrafi Çalıştayı”nda sözlü olarak sunulmuştur.

## GİRİŞ

Çalışmanın temel konusunu, Kuzeybatı Anadolu'da Fındıcak ve Yenisölöz (Gemlik güneydoğusu), lokalitelerinde özellikle transgressif istif özelliğindeki çökellerin karbonatlı kayaç düzeylerinde bol miktarda gözlenen, büyük bentik foraminifer türlerinden *Nummulites* toplulukları oluşturur (Şekil 1).

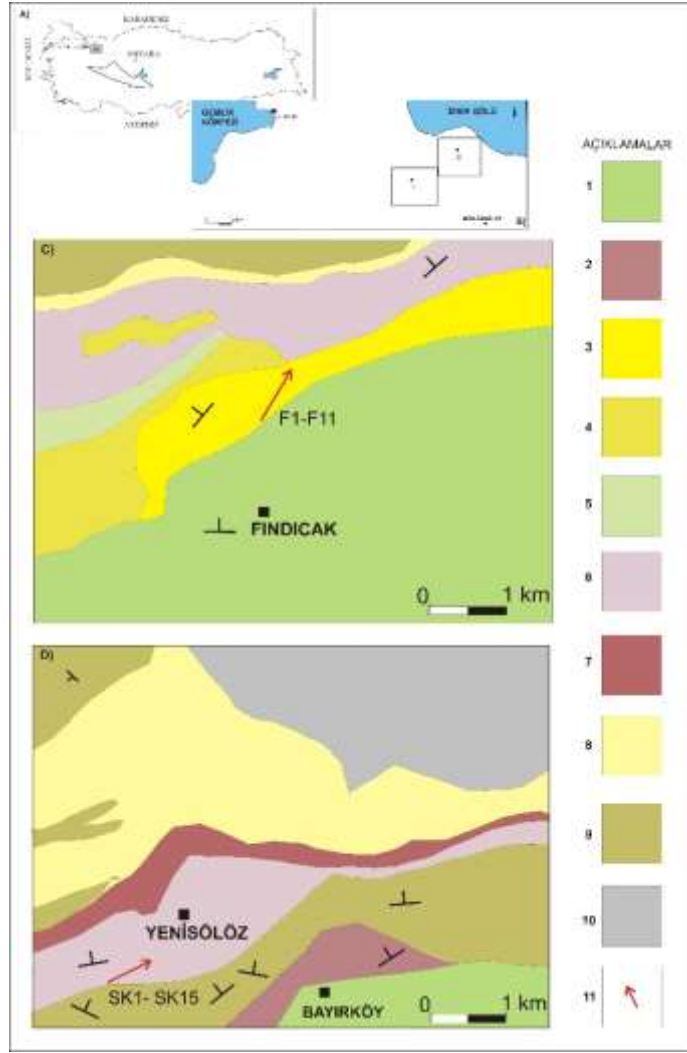
Çalışma alanı Sakarya zonunda yer almaktadır. Şengör ve Yılmaz (1981) tarafından “Sakarya Kıtası”, Okay (1989) tarafından ise “Sakarya Zonu” olarak adlandırılan kuşak, yaklaşık 1500 km uzunluğunda, 90 km genişliğinde, doğu-batı yönlü kıtasal bir parçadır (Okay, 2000). Sakarya Zonu kuzeyde İstanbul Zonu, Istanca Zonu ve Doğu Karadeniz ile, güneyde ise Anatolid-Torid Bloku ile sınırlanmıştır. Kuzeybatısında yer alan Rodop-Istanca Masifi ve İstanbul Zonu’ndan Pontid-İçikenedi ile ayrılan Sakarya Zonu, güneyinde yer alan Anatolid-Torid Bloku’ndan İzmir-Ankara-Erzincan kenedi ile ayrılmaktadır (Özcan ve ark., 2012; Özcan 2010). Bölgede bulunan kaya-stratigrafi birimleri alttan üste doğru, Sakarya kıtası metamorfik temel kayaları, Eosen yaşlı çökel ve volkanik kayalar, Eosen-Oligosen yaşlı çökel kayalar, Neojen yaşlı çökel kayalar, alüvyon ve güncel bataklık çökelleri olarak sıralanır (Uçarkuş 2002).

Kuzeybatı Anadolu'da Gemlik ilçesi güneydoğusunda Yenisölöz ve Fındıcak lokalitelerinde Eosen – erken Oligosen yaşlı karbonat egemen sedimentlerden toplanan *Nummulites* tane formları çalışılarak yapılmış olan biyometrik ölçümlerin değerlendirilmesiyle, analizinin yapılması ve bu bağlamda *Nummulites* filojenileri ve evrimlerine ilişkin saptamalar sunmak amaçlanmıştır.

Çalışma alanındaki Eosen-erken Oligosen karbonat egemen sedimanter istiftten alınan ölçülmüş stratigrafi kesitleri (ÖSK) sistematik olarak derlenmiştir ve tane *Nummulites* formları incelenerek, bunlara ait biyometrik ölçümlerin yapılması ve ortaya çıkan verilerin birbirleri ile ilişkilendirilmesiyle geçirdikleri evrim ile ilgili bir yaklaşımda bulunulmuştur. Çalışmalar 2 ayrı lokalitede yürütülmüştür. Bunlar sırasıyla; 1. Yenisölöz köyü güneybatısı, 2. Fındıcak köyü kuzeyi lokaliteleridir. Bu 2 lokaliteden alınan ölçülü stratigrafi kesitlerinden sistematik olarak tane *Nummulites* formları derlenmiştir. Bu formlar, Fındıcak köyü kuzeyi lokalitesinde yüzeyleyen çakıltaşı, kumtaşı, karbonatlı kumtaşı ve kumtaşı-marn istifini oluşturan Küviziyen (erken Eosen) yaşlı Fındıcak Formasyonu; Yenisölöz köyü güneybatısı lokalitesinde yüzeyleyen kireçtaşı ve marn arakatlı volkano-sedimenter istifi oluşturan erken-orta Lütisiyen (orta Eosen) yaşlı Dürdane Formasyonu çökellerinden elde edilmiştir (Şekil 2).



Şekil 1. Kuzeybatı Anadolu'da Bursa ili Gemlik ilçesi güneydoğusunda Yenisölöz ve Fındıcak köyleri, çalışma alanı gösterimi (Google Earth uydu görüntüsü)



**Şekil 2.**Fındıcak ve Yenisölöz Jeoloji haritaları.(A) Türkiye haritası, (B) Çalışma alanı yakın dolay, (C) Fındıcak köyü dolay jeoloji haritası ve (D) Yenisölöz köyü dolayının jeoloji haritası (Genç (1986) çalışmasından düzenlenmiştir). Açıklamalar: 1.Paşayayla Fm., 2. Güneytepe Fm., 3. Fındıcak Fm., 4. Çanakpınar bazaltları, 5. Sarıkaya Fm., 6. Dürdane Fm., 7. Kayacıçayırı Fm., 8. Katırlı Fm., 9. Müslümsölöz Fm., 10. Alüvyon, 11. ÖSK yeri

Çalışma alanını oluşturan 2 lokaliteden stratigrafik istif düzeninde, alttan üste gözlemlenen yer yer kireçtaşlarıyla ardalanmalı yer yer de marn birimlerinden elde edilen yıkama örneklerinden *Nummulites* formları elde edilmiştir. *Nummulites* formlarında yapılan biyometrik ölçümlerle ilişkilendirilen farklı parametreler gözetilerek ortaya çıkan özgün sonuçlar yardımıyla çalışma sahasında tanımlanmış *Nummulites*'lerin filojenetik dizilim içindeki yerleri ortaya konulmuş ve evrimlerine ilişkin yaklaşımda bulunulmuştur.

## MATERYAL VE METOT

Fındıcak ve Yenisölöz (Gemlik güneydoğusu) güzergahlarında ölçülmüş olan stratigrafi kesitleri boyunca yüzeyleyen karbonat istiflenmelerindeki tabandan tavana alınan toplam 25 kayaç örneğinin 13 tanesi yıkama örneği olup, bunlardan elde edilen *Nummulites* türlerine ait 86 form incelenmiş, biyometrik ölçümleri yapılmıştır. Bu 2 lokaliteye ait ölçülü kesitlerden elde edilen ve çalışmanın temel materyallerini oluşturan *Nummulites*'lerin tane formlarının biyometrik ölçümlerinden ilişkilendirilerek ortaya konulan diyagramlarla şekillenen biyometrik analiz kurgusu, bulgular bölümünde ayrıntılı olarak verilmiştir. Sahada yapılan incelemelerde öncelikle Genç (1986) ile Yurtsever ve Çağlayan (2002) çalışmalarındaki jeoloji haritaları kapsamında seçilen lokalitelerle ilgili alanlarda, belirlenmiş

ölçülü stratigrafi kesitleri üzerinde çalışmalar yürütülmüştür. Alınan ölçülü stratigrafi kesitlerinden; Fındıcak ÖSK'nde, 75 m. kalınlığındaki istiflenmeden 11, Yenisölöz ÖSK'nde 80 m. kalınlığındaki istiflenmeden 15 örnek derlenmiştir.

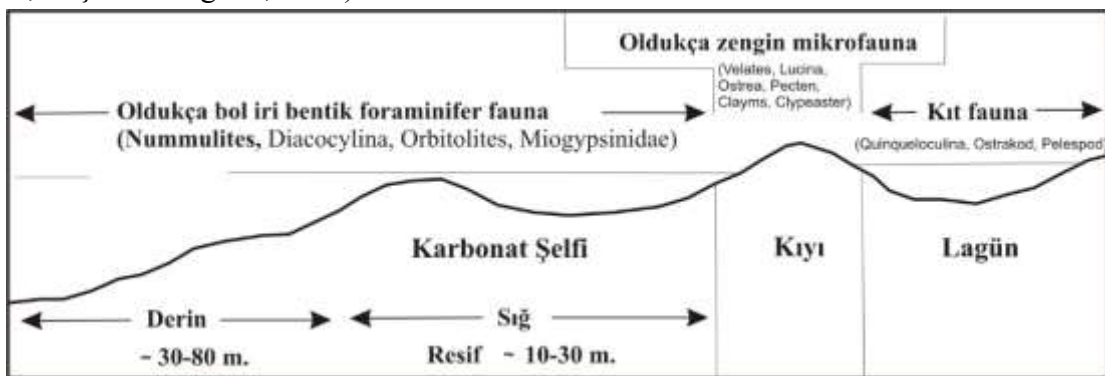
Çalışma alanından toplanan yıkama örnekleri içinden tane bentik foraminifer faunasına ait *Nummulites* türlerinden (dimorfizm sahip makrosferik ve mikrosferik formlar) bireyler temizlenmiş, kısmen ince kesitleri kısmen de çatlama yöntemiyle ekvatoriyal kesitleri hazırlanarak biyometrik incelemeleri yapılmıştır. İnce kesitler Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Jeoloji Mühendisliği Bölümü ince kesit laboratuvarında yapılmıştır. İnce kesitlerin incelemesi Leica DM750P polarizan mikroskopta yapılmıştır. Laboratuvarında örneklerin yıkanmasının ardından Nikon SMZ745T model trinoküler mikroskop ile ayıklama yapılmıştır. Ayıklanan formlar çatlatma işlemine alınmıştır. Çatlatma için ısıtma-soğutma yöntemi ile fosilin çatlaması sağlanmıştır. Ocakta ısıtılan birey soğuk su içine bırakılır ve ısı farkından dolayı çatlayan formun iç özellikleri ortaya çıkar. Eğer tam çatlama gerçekleşmemişse, fiziksel müdahale ile (maket bıçağı vb.) ekvatoriyal kesitin tam olarak görünmesi sağlanır. Bu aşamada kavkıda kırılmalar meydana gelirse, kırılan kavkı parçaları kanada balzamu gibi yapıştırıcı ile bir araya getirilir ve trinoküler mikroskopta görüntüleme işlemine geçilir (Kaygılı ve Aksoy 2017).

## BULGULAR VE TARTIŞMA

Fosillerin sınıflandırılması, yaşayan organizmaların sınıflandırılması ile aynı prensipleri kullanır. *Nummulites*'ler Protista Aleminin, *Nummulites* LAMARCK cinsi olarak tanımlanmıştır (Moore,1964). Aleminden cinse olan ayrıntısı aşağıda verilmiştir.

- Alem (Protista),
  - Şube (Protozoa),
    - Sınıf (Rhizopoda),
      - Takım (Foraminifera),
        - Aile (*Nummulitidae* BLAINVILLE),
          - Cins (*Nummulites* LAMARCK)

Bu tür *Nummulites*'ler merceksidirler, planspiral formda, çok türlü sarılım gösterirler. Sıcak deniz şartlarında, resif önü – açık deniz şelf ortamını karakterize eden bentik organizmalardır (Şekil 3) (Örçen, 1988; Örçen ve Sağlam, 2003).



Şekil 3. *Nummulites*'lerin yaşam diyagramı (Örçen ve Sağlam (2003))

*Nummulites*'ler Tetis denizinin Eosen-erken Oligosen aralığında şelf sahalarındaki tür çeşitliliği ve *Nummulites* evrimleri açısından önemli soy dizilimi sunmuşlardır.

Çalışmada kapsamında *Nummulites* türleri için biyometrik ölçümlere dayalı çalışma yürütüldüğünden, *Nummulites* bireylerinin bol bulunduğu, özellikle marn ve killi kireçtaşı içeren sedimanter istiflere yoğunlaşmıştır.



### Fındıcak Ölçülü Stratigrafi Kesiti

Fındıcak ÖSK, Bursa ili, Gemlik ilçesi güneydoğusunda Fındıcak köyünün kuzeyinde (utm 35T 698641/4465571) bir güzergahtan alınmıştır (Şekil 2). Fındıcak Formasyonu çökellerinin yer aldığı kumtaşı, kumlu kireçtaşı, marn, kireçtaşı katmanlanmasının yer yer ardalanmalı düzeylerle temsil edildiği gözlenmektedir (Genç, 1986). Kesit güzergahı boyunca 75 m'lik bir çökel istifini içermektedir (Şekil 4). Ancak yoğun bitki örtüsü nedeniyle yer yer örtülü alanların egemen oluşu alttan üste istifin düzenliliğini gözlemede güçlükler göstermektedir. Çalışmanın amacına uygun olarak F.1-F.11 olmak üzere toplam 11 örnek derlenmiştir.



Şekil 4. Fındıcak ÖSK güzergahından bir görünüm. Bakış yönü KD

Fındıcak ÖSK, istifin altında bitki örtüsü nedeniyle yer yer gözlemlenen Paşayayla Formasyonu üzerine açılal uyumsuzlukla gelen Fındıcak formasyonu çökellerini kapsamaktadır. Bu istiflenmede, marn ya da killi kireçtaşı seviyelerinden sistematik olarak derlenen *Nummulites* bireyleri örneklenmiştir. İstifteki örtülü alanlar alt ve üst birimlerle yorumlanarak bir bütün oluşturulmaya çalışılmıştır. İstifi oluşturan litolojik birimler, arazi gözlemleri ve tanımlamalarıyla aşağıda verilmiştir;

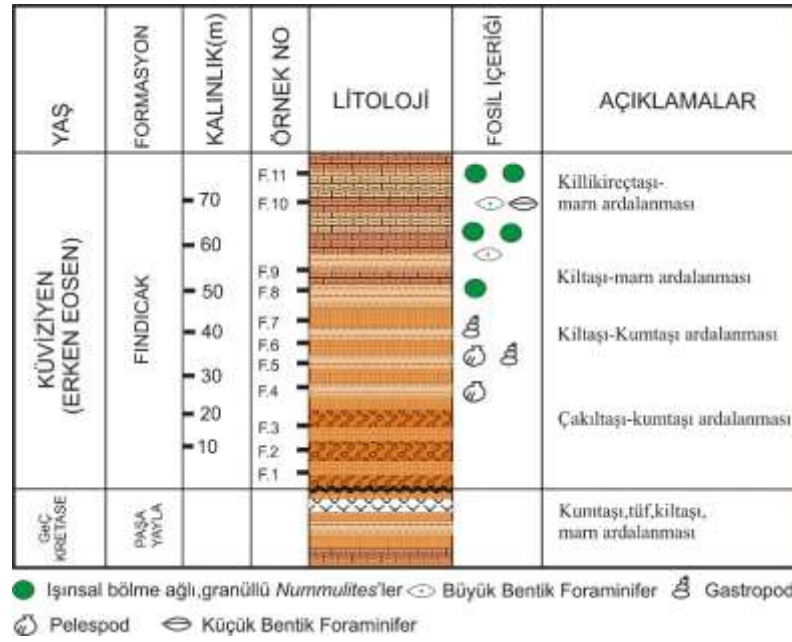
1. Tabanda, 20 m kalınlığı ile gri renkli çakıltaşı-kumtaşı ardalanması; bu birimden özellikle kumtaşlarından alınan F.1-F.2-F.3 nolu örneklerde fosil gözlenmemiştir.

2. Koyu gri renkli, kilitaşı-kumtaşı ardalanması; 25 m. kalınlıktaki birimden F.4-F.5-F.6-F.7 nolu örnekler derlenmiştir. Bu örneklerde çok az sayıda foraminifer parçaları gözlenmiş olup *Nummulites* bireyleri içermemektedir.

3. Sarımsı gri renkli kilitaşı-marn ardalanması; 10 m kalınlıktaki birimden F.8-F.9 örnekleri derlenmiştir. Marnlardan alınan F.9 örneğinden az sayıda ışınal bölme ağı ve granüllü küçük *Nummulites* makrosferik formları gözlemlenmiştir.

4. 20 m kalınlıkta sarımsı gri renkli killi kireçtaşı ve marn; bu çökellerden alınan yıkama örnekleri F.10-F.11 örneklerinden çok sayıda ışınal bölme ağı granüllü makrosferik ve mikrosferik *Nummulites* bireyleri elde edilmiştir.

Fındıcak ÖSK stratigrafi sütunu Şekil 5'da verilmiştir.



Şekil 5. Fındıcak ÖSK Stratigrafi Sütunu

### Yenisölöz ölçülü stratigrafi kesiti

Yenisölöz ÖSK, Bursa ili, Gemlik ilçesi güneydoğusunda Yenisölöz köyü güneydoğusunda (utm 35T 704042/4472545) bir güzergahtan alınmıştır (Şekil 2). Kesit boyunca yer yer volkanik düzeylerle birlikte kumtaşı, marn ve kireçtaşı katmanlanmasından oluşan volkano-sedimenter özellikte kumlu kireçtaşı, marn, kireçtaşı katmanlanmasının oluşturduğu Dürdane Formasyonu çökelleriyle temsil olunan bir birim gözlenmektedir (Genç, 1986). Oldukça örtülü olan kesit güzergahı boyunca aralardan gözlemlenen birimlerin alt üst ilişkileri bütünlenerek ölçülmüş 80 m'lik bir çökel istifini içermektedir (Şekil 6). Çalışmanın amacına uygun olarak SK.1-SK.15 olmak üzere toplam 15 örnek derlenmiştir.



Şekil 6. Yenisölöz ÖSK güzergahından bir görünüm. Bakış yönü B

Yenisölöz ÖSK, istifin altında bitki örtüsü nedeniyle yer yer gözlemlenen Fındıcak Formasyonu üzerine uyumlu olarak üstleyen Dürdane Formasyonu çökellerini kapsamaktadır. Bu istiflenmede marn ve kireçtaşı seviyelerinden örnekleme yapılmıştır. *Nummulites*'ler çalışmanın ana materyalini oluşturur ve tane *Nummulites* makrosferik ve mikrosferik bireyleri sistematik şekilde derlenmiştir. İstifi oluşturan litolojik birimler, arazi gözlemleri ve tanımlamalarıyla aşağıda verilmiştir;

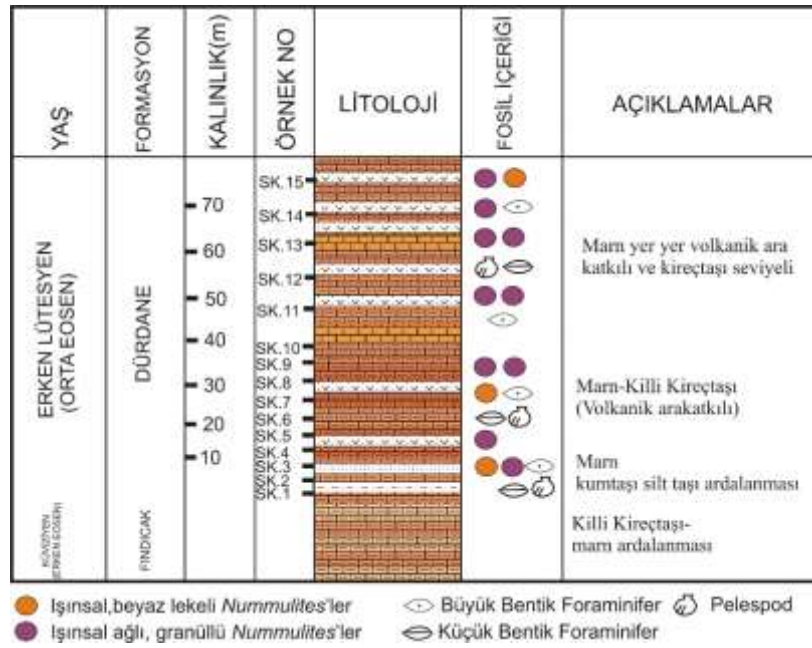
1. Tabanda yerleşik bazaltların üstüne gelen kumtaşı-sittaşı ardalanması: 10 m. kalınlıktaki pembemsi gri renkli birimden alınan SK.1-SK.2-SK.3 nolu örneklerde fosil görülmemiştir.

2. Sarımsı gri renkli marn: 5 m. kalınlıktaki birimden SK.4-SK.5 nolu örnekler alınmıştır. Bu örneklerde, ışınsal bölme ağı ve granüllü büyükçe *Nummulites* mikrosferik formları bulunmuştur.

3. Pembemsi sarı renkli marn-killi kireçtaşı: 25 m. kalınlıktaki birimden SK.6-SK.7-SK.8-SK.9-SK.10 no'lu örnekler derlenmiştir. Bu örneklerde alttaki seviyelere göre daha bol ışınsal ve granüllü *Nummulites* mikrosferik formların yanısıra daha az olarak makrosferik formlar bulunmuştur.

4. Volkanik ara katkılı sarımsı gri renkli marn: 40 m. kalınlıktaki birimden SK.11-SK.12-SK.13-SK.14-SK.15 no'lu örnekler derlenmiştir. Bu örnekler oldukça bol mikrosferik form egemen *Nummulites* bireylerini içermektedir.

Yenisölöz ÖSK stratigrafi sütunu Şekil 7'de verilmiştir.



Şekil 7. Yenisölöz ÖSK Stratigrafi Sütunu

### Çalışma Alanı *Nummulites*'lerinin Biyometrik Analizi

Çalışma sahasında yer alan Fındıcak, Yenisölöz, ÖSK'lerinin elde edilmiş olan *Nummulites*'lerin tane formlarından hazırlanmış olan ekvatoriyal kesitlerde yapılmış ölçümler ve bu değerlerin analizi detaylı açıklanmıştır. Biyometrik ölçümlerde kullanılan ifadeler ve kısaltmaları şöyledir; Kavkı Çapı (A), Kavkı Kalınlığı (B), İlk Loca Çapı (C), İlk İki Turdaki Çap (İç Çap) (D), İlk İki Turdaki Toplam Loca Sayısı, (E), Tur Sayısı (T) olarak 6 ve bu ölçümlerden üretilmiş  $(2B/A)$  Göreli Kalınlık,  $(D/C)$  İlk İki Turdaki Çap (İç Çap) / İlk Loca Çapı ile birlikte toplam 8 değer ölçümlerinden sonuca gidilmiştir (Kozikoğlu, Ö.A., 2019). Biyometrik ölçümler dahilinde çoğunlukla makrosferik form bireyleri için değerlendirme yapılmıştır. Mikrosferik form olarak bakıldığında ise çap ve tur sayısı ilişkisi açısından jeolojik zaman içinde evrimsel gelişimler için sonuca varmak mümkündür.

### *Nummulites*'lerinin biyometrik ölçümü

Çalışma alanında 2 ayrı lokaliteden derlenen örneklerden elde edilmiş *Nummulites* makrosferik ve mikrosferik formları için; Fındıcak'ta granüllü, Yenisölöz'de granüllü ve beyaz lekeli gruplamaları yapılarak, toplam 86 birey üzerinde biyometrik ölçümler gerçekleştirilmiştir.

Biyometrik analizde kullanılmış olan ölçülerek belirlenmiş olan 8 değere ilişkin farklı *Nummulites* grup bireylerinin dağılımı, 2 lokalite için makrosferik ve mikrosferik formları kapsamında Çizelge 1'de verilmiştir.

**Çizelge 1.** Fındıcak ve Yenisölöz lokalitelerine ait farklı *Nummulites* gruplarının A, B, C, D, E, T, 2B/A, D/C değerlerine ait Max (Maksimum), Min (Minimum), Ort (Ortalama değer ve standart sapma), N (Birey sayısı)

|                        | FINDICAK               |                        | YENİSÖLÖZ (Sölöz)      |                        |
|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
|                        | Makrosferik (Granüllü) | Mikrosferik (Granüllü) | Makrosferik (Granüllü) | Mikrosferik (Granüllü) |
| <b>A (mm)</b>          |                        |                        |                        |                        |
| Max                    | 4.44                   | 6.34                   | 6.3                    | 12.40                  |
| Min                    | 1.10                   | 3                      | 3.0                    | 4.12                   |
| Ort.                   | 2.30±0.13              | 5.01±0.19              | 4.27±0.19              | 9.63±0.53              |
| N                      | 32                     | 14                     | 18                     | 22                     |
| <b>B (mm)</b>          |                        |                        |                        |                        |
| Max                    | 2.1                    | 2.6                    | 3.8                    | 7                      |
| Min                    | 0.6                    | 1.0                    | 1.2                    | 3                      |
| Ort.                   | 1.97±0.06              | 2.24±0.11              | 2.50±0.21              | 4.95±0.29              |
| N                      | 32                     | 14                     | 18                     | 22                     |
| <b>C (mikron)</b>      |                        |                        |                        |                        |
| Max                    | 650                    | -                      | 950                    | -                      |
| Min                    | 100                    | -                      | 400                    | -                      |
| Ort.                   | 231.56±19.82           | -                      | 700±35.24              | -                      |
| N                      | 32                     | -                      | 18                     | -                      |
| <b>D</b>               |                        |                        |                        |                        |
| Max                    | 2200                   | -                      | 2600                   | -                      |
| Min                    | 600                    | -                      | 1300                   | -                      |
| Ort.                   | 1072.5±63.22           | -                      | 1808.33±78.62          | -                      |
| N                      | 32                     | -                      | 18                     | -                      |
| <b>E (Loca sayısı)</b> |                        |                        |                        |                        |
| Max                    | 24                     | -                      | 24                     | -                      |
| Min                    | 14                     | -                      | 15                     | -                      |
| Ort.                   | 18.97±0.41             | -                      | 19.55±0.77             | -                      |
| N                      | 32                     | -                      | 18                     | -                      |
| <b>T (Tur)</b>         |                        |                        |                        |                        |
| Max                    | 5                      | 9                      | 7                      | 23                     |
| Min                    | 3                      | 6                      | 4                      | 7                      |
| Ort.                   | 3.91±0.12              | 7.79±0.21              | 5.39±0.23              | 14.5±0.84              |
| N                      | 32                     | 14                     | 18                     | 22                     |
| <b>2B/A</b>            |                        |                        |                        |                        |
| Max                    | 1.24                   | 1.05                   | 1.9                    | 1.48                   |
| Min                    | 0.87                   | 0.67                   | 0.62                   | 0.68                   |
| Ort.                   | 1.03±0.01              | 0.89±0.02              | 1.20±0.11              | 1.05±0.05              |
| N                      | 32                     | 14                     | 18                     | 22                     |
| <b>D/C</b>             |                        |                        |                        |                        |
| Max                    | 6.67                   | -                      | 3.25                   | -                      |
| Min                    | 3.33                   | -                      | 2.06                   | -                      |
| Ort.                   | 4.85±0.14              | -                      | 2.64±0.09              | -                      |
| N                      | 32                     | -                      | 18                     | -                      |

Kavkı Çapı(A) Makrosferik formlar için “Yenisölöz (granüllü) (4.27) > Fındıcak (granüllü) (2.30)” ile Mikrosferik formları için “Yenisölöz (granüllü) (9.63) > Fındıcak (granüllü) (5.01)” Ortalama Değer Ölçeği belirlenmiştir.

Kavkı Kalınlığı (B) Makrosferik formlar için “Yenisölöz (granüllü) (2.50) > Fındıcak (granüllü) (1.97)” ile Mikrosferik formları için “Yenisölöz (granüllü) (4.95) > Fındıcak (granüllü) (2.24)” Ortalama Değer Ölçeği belirlenmiştir.

İlk Loca Çapı (C) Makrosferik formlar için “Yenisölöz (granüllü) (700) > Fındıcak (granüllü) (231.56)” Ortalama Değer Ölçeği belirlenmiştir.

İlk İki Turdaki Sarılıminin Çapı (İç Çap) (D) Makrosferik formlar için “Yenisölöz (granüllü) (1808.33) > Fındıcak (granüllü) (1072.50)” Ortalama Değer Ölçeği belirlenmiştir.

İç Çap Toplam Loca Sayısı (E) Makrosferik formlar için “Yenisölöz (granüllü) (19.55) > Fındıcak (granüllü) (18.97)” Ortalama Değer Ölçeği belirlenmiştir.

Görelî Kalınlık (2B/A) Makrosferik formlar için “Yenisölöz (granüllü) (1.20) > Fındıcak (granüllü) (1.03)” ile Mikrosferik formları için “Yenisölöz (granüllü) (1.05) > Fındıcak (granüllü) (0.89)” Ortalama Değer Ölçeği belirlenmiştir.

İç Çap / İlk Loca Çapı (D/C) Makrosferik formlar için “Fındıcak (granüllü) (4.85) > Yenisölöz (granüllü) (2.64)” Ortalama Değer Ölçeği belirlenmiştir.

Tur Sayısı (T) Makrosferik formlar için “Yenisölöz (granüllü) (5.39)”

### ***Nummulites*'lerinin tür tanımlamaları**

Çalışma alanı *Nummulites* grupları olarak Fındıcak granüllü, Yenisölöz granüllü bireylerin Makrosferik ve Mikrosferik formları olarak tür tanımlamaları yapılmıştır. Fındıcak ve Yenisölöz ölçülü stratigrafik kesitlerinden tane *Nummulites* bireylerinden 2 farklı tür tanımlaması yapılmıştır. *Nummulites* türlerin tanımlanması, dış görünüş ve yapılan biyometrik analiz ayrıntısında 8 biyometrik ölçüm değerlerine göre gerçekleştirilmiştir.

*Nummulites burdigalensis* de la Harpe, 1926

Makrosferik form: Kavkı çapı (A) 1.1 – 4.44 mm, kalınlığı (B) 0.6 – 2.1 mm ölçülmüştür. Kavkı şekli merceksidir, kenarları hafif keskin, merkezi hafif bombe, ışınsal bölme ağı kavkı yüzeyi merkezde yoğun ve irice, kenarlara doğru az sayıda ve küçülen granüllüdür. Lam spiral düzenli gelişen eşite yakın tur aralıklı, 3 – 5 turlu, bölmeler az eğik, ince ve düzenli, loca yüksekliği genişliğinden fazla, ilk loca çiftli ve 100 – 650 mikron çaplıdır. Lokalite: Fındıcak.

Mikrosferik form: Dış özellikler makrosferik formda olduğu gibidir. Kavkı çapı (A) 3 – 6.34 mm, kalınlığı (B) 1 – 2.6 mm ölçülmüştür. 6 – 9 turlu, ilk loca çok küçüktür. Lokalite: Fındıcak.

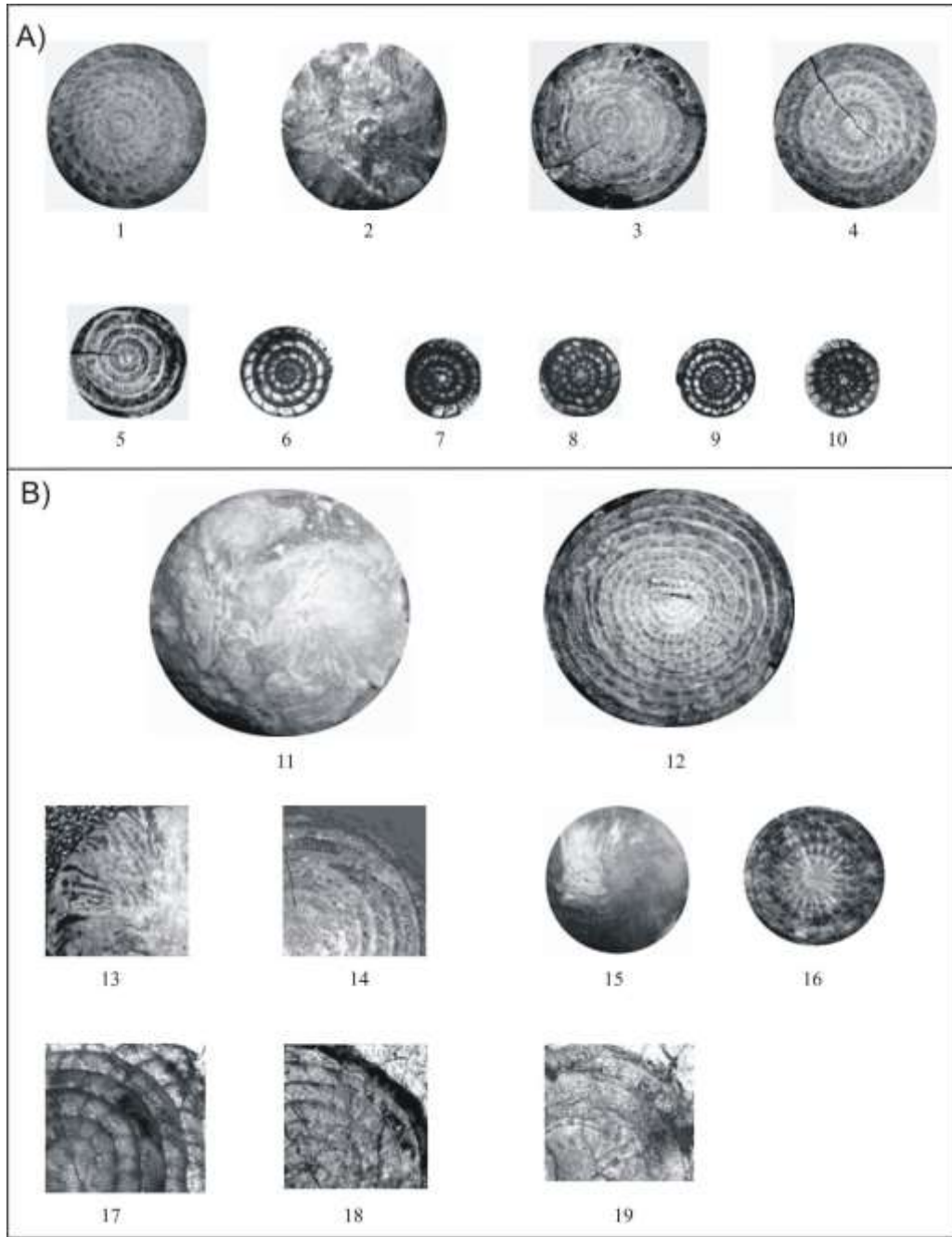
Stratigrafik yayılımı: Küviziyen (erken Eosen) (Şekil 8a) (Ünal ve Örcen, 2018).

*Nummulites uranensis* de la Harpe, 1883

Makrosferik form: Kavkı çapı (A), 3 – 6.3 mm, kalınlığı (B) 1.2 – 3.8 mm ölçülmüştür. Kavkı şekli merceksidir, kenarları hafif keskin, yassı, bombedir. Bölme ağı meandriforma yakın ışınsal, bölme çizgileri, ince, dalgalı ve demetçikler durumundadır. Granüllü, granüller merkezde yoğun ve iri, kenarlara doğru daha ince ve az sayıda yerleşiktir. Lam spiral kalınca, yavaş gelişen aralıklıdır. 4 -7 turlu sarımlı, bölmeler az arke, doğru, ince - orta kalınlıkta, localar da ilk turlarda genişlik ve yükseklik eşit, son turlara doğru genişlik yükseklikten fazla olarak gelişir. İlk loca küresel şekilde, çapı 400 – 950 mikron arasındadır. Lokalite: Yenisölöz.

Mikrosferik form: Dış özellikler makrosferik formda olduğu gibidir. Kavkı çapı (A), 4.12 – 12.40 mm, kalınlığı (B) 3 – 7 mm ölçülmüştür. Lam spiral kalın, ilk 3-5 turda sıkı daha sonra düzenli gelişen aralıklıdır. Bölmeler ilk turlarda hafif arke, sönraları arke, son turlarda hafif dalgalı durumdadır. 7 – 23 turlu bir sarılım görülmektedir. ilk loca çok küçüktür. Lokalite: Yenisölöz.

Stratigrafik yayılımı: erken Lütésiyen (orta Eosen) (Şekil 8b) (Ünal ve Örcen, 2018).



**Şekil 8.** (a) *Nummulites* tanımlamaları A) Fındıcak lokalitesi *Nummulites*'lerinin çatlatma kesit ve ekvatoryal ince kesitleri (Tür, Form, Örnek No, Çap) 1-10, *Nummulites burdigalensis* de la Harpe, Mikrosferik form: 1. SE.11-14 (5 mm)(çatlatma, ekv. kesit), 2. SE.11-3 (5.32 mm)(çatlatma, dış görünüm), 3. SE.11-3 (5.32 mm)(ekv. kesit), 4. SE.11-13 (5.28 mm)(çatlatma, ekv. kesit); Makrosferik form: 5. SE.11-10 (4.3 mm)(çatlatma, ekv. kesit), 6. SE.10-21 (2.2 mm)(ekv. ince kesit), 7. SE.6-5 (1.6 mm)(ekv. ince kesit), 8. SE.-11.23 (1.8 mm)(ekv. ince kesit), 9. SE.10-16 (2 mm)(ekv. ince kesit), 10. SE.10-19 (1.8 mm)(ekv. kesit). (b) Yenisolöz lokalitesi *Nummulites*'lerinin çatlatma kesit ve ekvatoryal ince kesitleri (Tür, Form, Örnek No, Çap) 1-9 *Nummulites uranensis* de la Harpe, 1-4, 9 Mikrosferik form: 11. SK.10-a3 (10.83 mm)(çatlatma, ekv. dış görünüm), 12. SK.10-a3 (10.83 mm)(çatlatma, ekv. kesit), 13. SK.13-b1 (12.26 mm)(çatlatma, dış görünüm), 14. SK.13-b1 (12.26 mm)(çatlatma, ekv. kesit), 9. SK.8-2 (6.2 mm)(ekv. ince kesit); 5-8, Makrosferik form: 15. SK.13.b7 (5.2 mm)(çatlatma, dış görünüm), 16. SK.13.b7 (5.2 mm)(çatlatma, ekv. kesit), 17. SK.8-17 (4.3 mm)(ekv. ince kesit), 18. SK.8-16 (3.7 mm)(ekv. ince kesit), 19. SK.8-16 (4.2 mm)(ekv. ince kesit). (Ünal ve Örcen, 2018)

## SONUÇ

Biyometrik ölçümlerin yer aldığı Çizelge 1'de verilere göre *Nummulites*'lerin A, B, C, D, E, 2B/A, D/C, T değerleri ayrı ayrı ölçülmüş, maksimum değerlerin temel alınması ile oluşturulmuş

Ortalama Değer Ölçekleri irdelenerek tanımlanan *N. uranensis*, *N. burdigalensis*, türlerine göre bir düzenleme yapıldığında aşağıdaki yorumlamaları yapmak olanaklıdır.

Makrosferik bireylerde kavkı çapı (A) için; granüllü formlar grubunda *N.uranensis* büyüklüğüyle belirgin olarak ayrılmaktadır, *N.burdigalensis* türü oldukça küçük çap değerleri vermektedir, Mikrosferik bireylerde; granüllü formlar grubunda *N.uranensis* türü büyüklükleriyle belirgin olarak ayrılmakta, *N.burdigalensis*'den türü oldukça küçük çap değerleri vermektedir. Bu farklılıkların oluşturulan kavkı çapı ölçeği içindeki *N.uranensis*, *N. burdigalensis*'e göreli olarak daha büyük olduğu bunun da kavkı şekliyle ilişkili olduğu söylenebilir (Drooger ve ark., 1971).

Makrosferik bireylerde kavkı kalınlığı (B) için; granüllü formlar grubunda, *N.uranensis* belirgin olarak kalınlık değeriyle *N.burdigalensis*'den ayrılmaktadır. Mikrosferik bireylerde; granüllü formlarda *N. uranensis* türü, *N. burdigalensis*'e göre belirgin farkla daha kalındır (Drooger ve ark., 1971).

Makrosferik bireylerde ilk loca çapı (C) için; granüllü formlar grubunda *uranensis* belirgin olarak *N. burdigalensis*'ten ayrılmaktadır. İlk loca çapı için oluşturulan ortalama değer ölçeği, *Nummulites*'lerin biyometrik analizlerine veri sağlayan ve soy çizgileri bakımından belirleyici bir özellik olarak çalışılmıştır (Drooger ve ark., 1971).

Makrosferik bireylerde iç çap (D) değeri için; granüllü formlar grubunda yapılan değerlendirmede *N. uranensis*'in *N. burdigalensis*'den kavkı özelliklerinin ölçülmüş parametre değerlerine göre belirgin farklılığı görülmektedir. İç çap değeri, kavkı gelişimi süreci için ve soy çizgilerin saptanmasında önemli bir kriter niteliğindedir. (Drooger ve ark., 1971).

Makrosferik bireylerde iç çaptaki toplam loca sayısı (E) değeri için; granüllü formlar grubunda *N. uranensis*'in *N. burdigalensis*'e göre iç loca sayıları bakımından farklılığı görülmektedir. Bu farklılığa göre locaların sayısal artışının yetişkin fert olmalarına dek değişerek son sayılarına ulaşacağı düşünülebilir (Drooger ve ark., 1971).

Makrosferik bireylerde görelî kalınlık değeri (2B/A) için; granüllü formlar grubunda *N. uranensis*'in *N. burdigalensis*'e görelî artışıyla yakın değerleri vardır. Göreceli kalınlık değerlerinin birbirine yakın olması, *Nummulites*'lerin bu açıdan cins özelliği olarak değerlendirilebilir (Drooger ve ark., 1971).

Makrosferik bireylerde (iç çap/ilk loca çapı) (D/C) değeri için; granüllü formlar grubunda *N. burdigalensis*'in *N. uranensis*'ten daha yüksek bir değere sahiptir. Makrosferik bireylerde D/C oranı, kavkı büyümesi süreci ve soy çizgilerin belirlenmesi için önemli bir kriter niteliğini taşımaktadır (Drooger ve ark., 1971).

Makrosferik bireylerde (T) değeri için; granüllü formlarda *N. uranensis*'in T değeri *N. burdigalensis*'ten farklılık göstermektedir. Mikrosferik bireylerde (T) değeri için; granüllü formlarda *N. uranensis*'in *N. burdigalensis*'e göre T değeri bakımından fark görülmektedir. Bu özellik de, (D/C) oranı gibi *Nummulites* cinsinin genel özelliklerinden biri olarak düşünülmüştür (Drooger ve ark., 1971).

Çalışma alanı *Nummulites* bireylerinde ölçülen biyometrik analizler neticesinde; tanımlanan *Nummulites* türleri, Küviziyen – Bartoniye (erken-orta Eosen)'de temsil olunmuş *Nummulites burdigalensis* de la Harpe ve *Nummulites uranensis* de la Harpe türlerinin; Priyaboniyen (geç Eosen)'de *Nummulites fabianii* (Prever) ile Rupeliyen (erken Oligosen)'deki evrimlerine ilişkin bir yaklaşımda bulunmak mümkündür.

Fındıcak lokalitesinde *Nummulites burdigalensis* ve Yenisolöz lokalitesinde *Nummulites uranensis* türleri için Hottinger, Lehmann, Schaub (1964) ve Schaub (1981) çalışmalarında *Nummulites*'lerin evrimini ortaya koyan soy ağaçlarında *Nummulites burdigalensis* – *perforatus*

grubunu oluşturan soy çizgisinde değerlendirmek mümkündür. Bu soy çizgisinde Küviziyen–Bartoniye'n'de (erken-orta Eosen) izlenen *Nummulites burdigalensis* → *cf. gallensis* → *uranensis* → *praeaturicus* gelişimini sürdüren bir soy çizgisi bölümüne odaklanmak olanaklıdır ve bu çizgide de altları çizili *burdigalensis* ve *uranensis* bölümleri bu çalışmada ortaya konulmuştur. Proje alanındaki aşırı örtülü alan içinde kesintili inceleme durumu kapsamında derlenebilen ve elde edilebilen *Nummulites* bireylerinin biyometrik ölçümleri çerçevesinde değerlendirme yapılabilmektedir.

## TEŞEKKÜR

Bu makale, Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Başkanlığının FBA-2018-7048 nolu projesi ile desteklenmiştir.

## Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

## Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

## KAYNAKLAR

- Drooger, C.W., Marks, P. and Papp, A. (1971). Smaller Radiate Nummulites of Northwestern Europe. Utrecht Micropaleontological Bulletins, 5.
- Genç, Ş. (1986). Uludağ-İznik Gölü arasının Jeolojisi, MTA Rapor No:7853, (Yayımlanmamış)
- Harpe, de la, P.H. (1926). Materieaux pour servir à une monographie des *Nummulites* et Assilines: A.M. Kir. Földt. int. evk., 27/1,1-89, Budapest.
- Harpe, Ph. De La. (1883). Étude des *Nummulites* de la Suisse et révision des espèces éocènes des genres *Nummulites* et Assilina. 3ème et dernière partie. Mémoires de la Société Paléontologique Suisse 10, 141–180.
- Hottinger, L. I., Lehmann, R. et Schaub, H. (1964). Donnees actuelles sur la biostratigraphie du Nummulitique mediterranean. Mem. B.R.G.M., Fr., 28, 611-652.
- Kaygılı, S. ve Aksoy, E. (2017). Bentik Foraminiferlerden İnce Kesit Hazırlanmasına Bir Örnek: Hasanağa Deresi (Malatya Batısı). *Fırat Üniv. Müh. Bil. Dergisi*, 29(1), 301-306.
- Kozikoğlu, Ö. A. (2018). *Yazihan güneybatısında (Kuzeybatı Malatya) yüzeyleyen Lütesiyen-Priyaboniyen (Orta-Üst Eosen) yaşlı çökellerde tanımlanan Nummulites'lerin biyometrik analizi ve evrimi* (Yayımlanmamış yüksek lisans tezi) VanYüzüncü Yıl Üniversitesi, Fen Bil. Ens., 86 s.
- Moore, R.C. (1964). Treatise on Invertebrate Paleontology. Part C, Protista 2,2, The Geol. Soc. Am. and The Univ. of Kansas Press. v.1-2,
- Okay, A. I. (1989). Tectonic units and sutures in the Pontides, Northern Turkey, in Tectonic Evolution of the Tethyan Region, pp. 109–116, Şengör, A. M. C., (Ed.) Kluwer Academic Publishers.
- Okay, A. I. (2000). Was the Late Triassic orogeny in Turkey caused by the collision of an oceanic plateau?, in Tectonics and Magmatism in Turkey and the Surrounding Area, Special Publication of the Geological Society of London, p. 25-41, Bozkurt, E., Winchester, J. A. and Piper, J. D. A., (Ed.) The Geological Society Publications, London.
- Örçen, S. (1988). Paleocology of the Tertiary benthic foraminifera associations from the NW Malatya, Eastern Turkey: An approach to evaluate Middle Eocene–Early Miocene Paleogeography. METU Journal of Pure and Applied Sciences, 21, 1-3, 321-333.
- Örçen, S. ve Sağlam, A. (2003). Türkiye Doğa Tarihi'nin 26 milyon yıllık tanıkları: *Nummulites*'ler. Kırsal Çevre ve Ormancılık Sorunları Araştırma Derneği Yayın No:11, 57-70, Ankara.



- Özcan, Z. (2010). *İstanbul Karadeniz Sahil Şeridi İle Bursa Arasındaki Üst Kretase-Eosen Birimlerinin Stratigrafik Gelişimi Ve Korelasyonu* (Yayımlanmamış doktora tezi). Erişim adresi: <https://tez.yok.gov.tr/UlusalTezMerkezi>.
- Özcan Z., Okay I. A., Özcan E., Hakyemez A., Altıner Ö. S., (2012). Late Cretaceous–Eocene Geological Evolution of the Pontides Based on New Stratigraphic and Palaeontologic Data Between the Black Sea Coast and Bursa (NW Turkey). *Turkish Journal of Earth Sciences (Turkish J. Earth Sci.)*, Vol. 21, pp. 933–960.
- Schaub, H. (1981). *Nummulites* et Assilines de la Tethys Paleogene; phylogenese et biostratigraphie. *Mem.Suisses Pal.*,104,105,106,236p.
- Şengör, A. M. C. ve Yılmaz, Y., (1981). Tethyan evolution of Turkey: A plate tectonic approach, *Tectonophysics*, 75, 181-241.
- Uçarkuş, G. (2002). *Gemlik Fay Zonu'nun Aktif Tektoniği*(Yüksek Lisans tezi). Erişim adresi: <https://tez.yok.gov.tr/UlusalTezMerkezi>.
- Ünal, E. ve Örcen, S. (2018). Kuzeybatı Anadolu Eosen-Erken Oligosen Yaşlı *Nummulites*'lerin Biyometrisi ve Filojenisi. (Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi FBA-2018-7048 BAP Projesi sonuç raporu).
- Yurtsever, A. ve Çağlayan, M.A. (2002). 1:100.000 Ölçekli Jeolojik Haritası ve Açıklaması, İstanbul-21 ve G21 paftaları. MTA, Ankara

**Atf İçin:** Bedir, F., Kul, S., Özdemir, M. ve İrdemez, Ş. (2024). L Tipi Matris ve Fine-Kinney Metotları Kullanılarak Erzurum Havalimanı'nın Çevresel Risk Değerlendirmesi. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1063-1074.

**To Cite:** Bedir, F., Kul, S., Özdemir, M. & İrdemez, S. (2024). Environmental Risk Assessment of Erzurum Airport Using L-Type Matrix and Fine-Kinney Methods. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1063-1074.

## **L Tipi Matris ve Fine-Kinney Metotları Kullanılarak Erzurum Havalimanı'nın Çevresel Risk Değerlendirmesi**

Ferdin BEDİR<sup>1</sup>, Sinan KUL<sup>1\*</sup>, Mustafa ÖZDEMİR<sup>1</sup>, Şahset İRDEMEZ<sup>2</sup>

### **Öne Çıkanlar:**

- Havalimanları çevresel riskler barındırabilir
- L tipi matris ve Fine-Kinney risk analizi için birden fazla kişiye ihtiyaç duyulmaz
- Yenilenebilir enerji kullanımı olumlu sonuçlar ortaya çıkarabilir

### **Anahtar Kelimeler:**

- Çevresel risk değerlendirme
- Erzurum Havalimanı
- Fine-Kinney
- L tipi matris
- Risk analizi

### **ÖZET:**

Dünya ekonomisinde önemli bir yeri olan havacılık sektörü diğer birçok sektör ile karşılaştırıldığında çok daha yüksek bir büyüme oranına sahiptir. Günümüzde küresel sera gazı emisyonlarının yaklaşık %2'sinin bu sektörden kaynaklandığı ve ilerleyen yıllarda bu emisyonların sektörün büyüme oranları ile paralel olarak artacağı düşünülerek gerekli tedbirlerin vakit kaybetmeden alınması yerinde olacaktır. Havalimanlarının inşaat faaliyetleri süresince ekosistem olumsuz olarak etkilenirken, havalimanı altyapılarının yüksek enerji ihtiyaçları, işletme aşamasında oluşan önemli miktarlardaki atık maddeler, havalimanı operasyonlarından kaynaklanan gürültü emisyonları vb. nedenler yerel halkın refahını önemli ölçüde etkileyebilmektedir. Havalimanlarında yürütülen uygulamaların çevreyi ve yerel halkı etkilediği göz önünde bulundurulduğunda, ekonomik gerekçeleri bahane etmeden havalimanlarının yönetimleri tarafından düzeltici önlemlerin uygulamaya alınması gerekmektedir. Bu çalışmada bahsi geçen çevresel problemler değerlendirilerek, Erzurum Havalimanı'nın işletilmesi sürecinde, risk değerlendirme yapılması ve çevresel etkilerinin belirlenmesi amaçlanmaktadır. Çalışmada çevresel risk faktörleri belirlenerek, risklerin çevreye olası etkileri L tipi matris metodu ve Fine-Kinney metodu kullanılarak ortaya konulmaya çalışılmıştır. Bu doğrultuda havalimanı bünyesinde yer alan ofis, mutfak, marangozhane, depo, bakım onarım vb. birimlerde çevresel zararlara sebep olabileceği düşünülen çevresel risk etmenleri değerlendirilmiştir. Havalimanında yapılan değerlendirmeler sonucunda L tipi matris metoduyla 11 adet orta, 243 adet katlanılabilir ve 39 adet önemsiz düzey risk tespit edilmişken, Fine-Kinney metoduyla 7 adet yüksek, 31 adet önemli, 136 olası ve 119 adet önemsiz düzey çevresel risk tespit edilmiştir. Alınacak önlemlerin, havalimanının muhtemel çevresel etkilerini büyük ölçüde düşüreceğini göstermektedir.

## **Environmental Risk Assessment of Erzurum Airport Using L-Type Matrix and Fine-Kinney Methods**

### **Highlights:**

- Airports may pose environmental risks
- No more than one person is needed for L-type matrix and Fine-Kinney risk analysis
- The use of renewable energy can produce positive results

### **Keywords:**

- Environmental risk assessment
- Erzurum Airport
- Fine-Kinney
- L type matrix
- Risk analysis

### **ABSTRACT:**

The aviation industry, which has an important place in the world economy, has a much higher growth rate compared to many other sectors. Considering that today, approximately 2% of global greenhouse gas emissions originate from this sector and that these emissions will increase in parallel with the growth rates of the sector in the coming years, it would be appropriate to take the necessary measures without delay. While the ecosystem is negatively affected during the construction activities of airports, high energy needs of airport infrastructures, significant amounts of waste materials generated during the operation phase, noise emissions resulting from airport operations, etc. These reasons can significantly affect the well-being of local people. Considering that the practices carried out at airports affect the environment and local people, corrective measures should be implemented by airport managements without using economic reasons as an excuse. By evaluating the environmental problems mentioned in this study, it is aimed to make a risk assessment and determine the environmental effects during the operation of Erzurum Airport. In the study, environmental risk factors were determined and the possible effects of the risks on the environment were tried to be revealed by using the L-type matrix method and Fine-Kinney method. In this regard, offices, kitchens, carpentry shops, warehouses, maintenance and repairs etc. within the airport. Environmental risk factors that are thought to cause environmental damage in the units were evaluated. As a result of the evaluations made at the airport, 11 medium, 243 tolerable and 39 insignificant level risks were identified with the L-type matrix method, while 7 high, 31 important, 136 possible and 119 insignificant environmental risks were identified with the Fine-Kinney method. It shows that the measures to be taken will greatly reduce the possible environmental impacts of the airport.

<sup>1</sup> Ferdin BEDİR (Orcid ID: 0000-0003-4588-4471), Sinan KUL (Orcid ID: 0000-0002-7824-756X), Mustafa ÖZDEMİR (Orcid ID: 0000-0002-6067-2007), Bayburt Üniversitesi, Uygulamalı Bilimler Fakültesi, Acil Yardım ve Afet Yönetimi Bölümü, Bayburt, Türkiye

<sup>2</sup> Şahset İRDEMEZ (Orcid ID: 0000-0002-0205-4630), Atatürk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Çevre Mühendisliği Bölümü, Erzurum, Türkiye

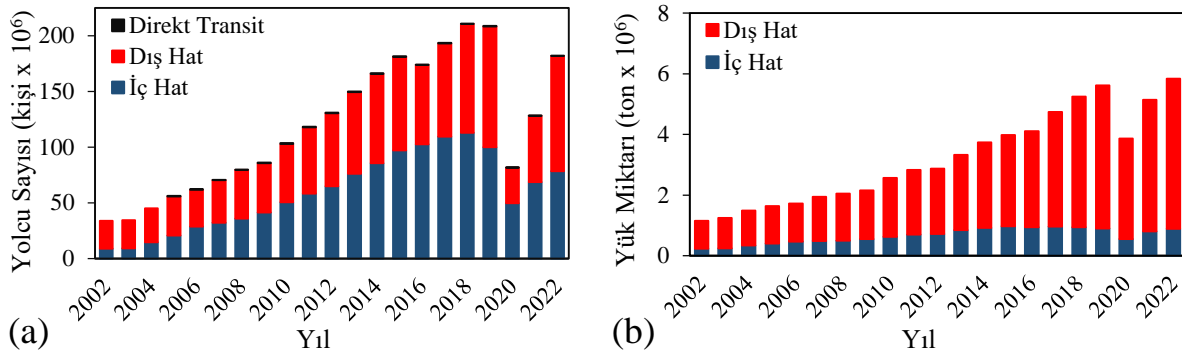
\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Sinan KUL, e-mail: sinankul@bayburt.edu.tr

Bu çalışma Ferdin BEDİR'in Yüksek Lisans tezinden üretilmiştir.

## GİRİŞ

Havayolu taşımacılığı, seyahat ve kargo olanaklarının yanı sıra küresel ticarete ve istihdama sunduğu katkılardan dolayı devletler için ekonomik olarak vazgeçilmez hizmet sektörlerinin başında gelmektedir. Her ne kadar buldukları bölgeler için sosyal ve ekonomik katkıları olsa da gerekli tedbirler alınmadığı takdirde, bu havalimanlarının buldukları bölgelerde önemli çevre sorunlarına yol açabileceği unutulmamalıdır (Erdoğan & Yalçiner Ercoşkun, 2021; Karaca, 2015). Günümüzde havayolu taşımacılığına talebin artması, havalimanlarının çevresinde yerleşimin yoğunlaşmasına sebep olmakta, talepteki bu artış ile günümüzde havalimanlarının çevresinde su, toprak, hava, gürültü vb. kirliliklerinin etkileri daha şiddetli bir şekilde hissedilmektedir. Gelecek yıllarda ise talebin daha da artacağı dikkate alındığında, gerekli tedbirler alınmadığı takdirde olumsuz etkilerin de katlanarak artacağı düşünülmektedir (Erdoğan & Yalçiner Ercoşkun, 2021; Karaca, 2015).

Uluslararası Sivil Havacılık Örgütü (ICAO), Avrupa Sivil Havacılık Konferansı (ECAC), Avrupa Hava Seyrüsefer Güvenliği Örgütü (EUROCONTROL), D-8 Ülkeleri Sivil Havacılık Çalışma Grubu ve Müşterek Havacılık Otoriteleri Eğitim Organizasyonu'nda (JAA TO) üye ülke konumunda olan Türkiye'de havayolu taşımacılığı 1912 yılında başlamıştır (DGCA, 2023; Taşlıgil, 2010). Şekil 1'de 2002-2022 yılları arasında Türkiye'de ki yolcu ve yük taşımacılığına ait verilerin değişimi gösterilmiştir (DHMİ, 2023).



Şekil 1. 2002-2022 Yılları arasında Türkiye'de bulunan havalimanlarındaki (a) toplam yolcu sayıları (kişi) ve (b) kargo, posta ve bagajlarda taşınan yük miktarlarının (ton) değişimi

Ülkede 1933 yılında 5 uçaktan oluşan ilk filo ile iç hatlarda sadece 399 yolcu taşınmışken, Şekil 1'de görülebileceği üzere 2018 yılında iç hatlar, dış hatlar ve transit yolcuların toplam sayısı yaklaşık 211 milyona, 2019 yılında ise 127 ülke ve 325 noktadan toplam 208 milyona ulaşmıştır. Sonraki yıllarda ise COVID-19 etkisi ile 2020 yılında toplam yolcu sayıları yaklaşık %61'lik bir azalma ile 82 milyona gerilemiş, 2021 yılında yaklaşık %56'lık bir artışla 128 milyona ve 2022 yılında yaklaşık %122'lik bir artışla 182 milyona ulaşmıştır (DGCA, 2023). 2019 yılında ortaya çıkan COVID-19 Türkiye'de yolcu taşımacılığı ile paralel olarak yük ve kargo taşımacılığında da çok büyük kayıplar yaşanmasına neden olmuştur. 2020 yılında gerçekleşen yük taşımacılığı miktarı, 2019 yılı ile kıyaslandığında yaklaşık yarı yarıya bir düşüş olduğu görülmüştür (DHMİ, 2023).

Her ne kadar havayolu ulaşımına talebin artmasının, ekonomik, sosyal ve kültürel hayata önemli katkılar sağladığı düşünülse de havalimanlarının buldukları bölgelerde gürültü kirliliğinin yanı sıra toprak, su ve hava kirliliği gibi olumsuz etkilere de yol açtığı bilinmektedir (Horonjeff et al., 2010). Havalimanlarının fiziksel olarak insan sağlığına etkileri; kalp hastalıklarının oluşması, kan basıncının artması, uyku düzeninin bozulması, işitme problemlerinin görülmesidir. Uçak gürültüsünün insanın psikolojik sağlığına etkileri ise stres, uçağın düşebileceği endişesiyle ortaya çıkan korku ve depresyon olarak sıralanabilmektedir (Bogicevic et al., 2016). Havalimanlarında gürültü kirliliği, uçakların kalkış ve inişleri sırasında çıkardıkları sesler ve havalimanlarının çevresindeki araç trafiğinden

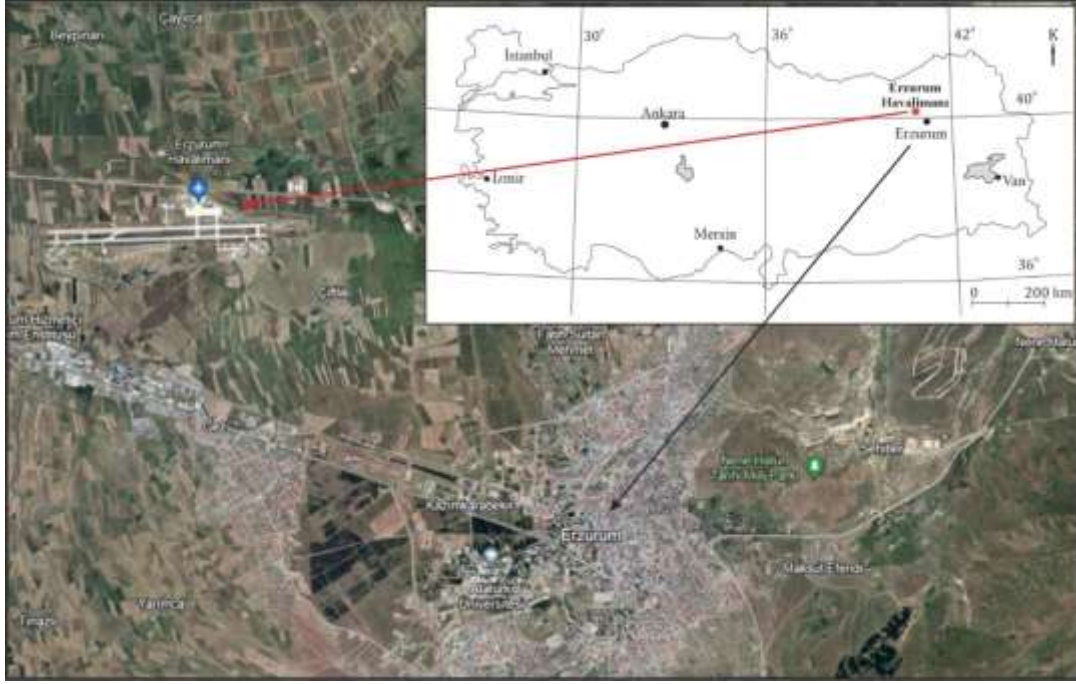
kaynaklanmaktadır (Ünal Ankaya et al., 2018). Gürültü, çeşitli psikolojik ve fiziksel bozukluklara neden olmasının yanı sıra işitme ve algılamayı olumsuz etkileyen bir kirlilik türüdür. Havalimanlarında gürültü kirliliğinin etkilerini azaltmak için uygun arazi ve pist kullanımı, gece uçuş kısıtlamalarının yapılması, uçak gürültü seviyelerinin gelişmiş cihazlarla denetlenmesi ve gerekli tedbirlerin alınması gerekmektedir (Horonjeff et al., 2010). Havalimanlarında hava kirliliğine; inşaat çalışmaları, uçak yakıt ikmal sistemleri, uçak motor egzozu, ısıtma ve soğutma sistemleri, yer hizmeti araçları, yolcuların, ziyaretçilerin ve çalışanların kullandığı araçlar neden olabilirken (Korul, 2003), su ve toprak kirliliğine ise; pistler, apronlar, oto parklar ve diğer arazilerden alıcı ortamlara ulaşabilen yüzey suyu akıntıları, kış aylarında uçak yüzeyleri ve pist üzerindeki buzları giderme ve buz çözme için uygulanan de-icing veya anti-icing işlemlerinde kullanılan kimyasal sıvılar, uçak ve araçların bakımında ve yıkanmasında kullanılan kimyasallar, yangın eğitimi faaliyetleri ve yakıt döküntüleri neden olmaktadır (Neto et al., 2012). Havalimanlarının bölgedeki tarımsal faaliyetlerin yanı sıra bölgede yaşayan vahşi hayvan popülasyonlarına ve bitkisel habitatlara da zarar verebildiği göz ardı edilmemelidir. Özellikle büyük havalimanı projelerinin yaban hayatı üzerindeki etkisi oldukça fazladır. Bu havalimanlarının inşası ve işletilmesi aşamalarında gerekli riskler hassasiyetle belirlenmeli ve gerekli tedbirler alınmalıdır. Eysel ve tehlikeli atık biriktiren havalimanlarının, atıkların alıcı ortama ulaşmasını önleyecek tedbirleri almaları, tehlikeli atıkların havalimanlarında belirli süreler için geçici olarak depolanmasını sağlamaları ve atıkları en uygun yöntemlerle geri kazanmaları ya da bertaraf etmeleri gerekmektedir. Havalimanlarında çevreye daha az zarar veren kimyasal maddeler kullanılmalı ve personelin bu konuda bilinçlendirilmesi sağlanmalıdır (Young & Wells, 2011). Bahsi geçen çevresel sorunlar için riskler belirlenmeli ve havalimanının oluşturacağı olumsuz çevresel etkilerin önüne geçilmelidir.

Literatürde çeşitli yöntemler kullanılarak, farklı işletmeler ve ortamlar için çevresel risklerin değerlendirildiği çalışmalar (Beyhan & Çiftçi, 2021; Ceylan & Başhelvacı, 2011; Güner, 2018; Şen & Yakupoğlu, 2022; Ulvi ve ark., 2023) yoğun olarak bulunsa da havalimanlarının çevresel etkilerini içeren çalışmalar sınırlı kalmıştır. Bu nedenle artan yolcu sayıları ile birlikte havalimanlarının kapasitelerindeki artışların çevreye verdiği zararlar arasında bir denge oluşturulmalı ve havalimanları için literatürde var olan çeşitli yöntemlerden yararlanarak titizlikle çevresel risk değerlendirmeleri yapılmalı ve buna göre çevresel risklerin minimize edilmesi sağlanmalıdır. Bu amaçla yapılan bu çalışmada, Türkiye'de yer alan uluslararası nitelikli Erzurum Havalimanı'nın çevreye olası etkileri L tipi matris ve Fine-Kinney metodlarıyla değerlendirilerek, her iki yöntemle tespit edilen riskler ve skorlar arasındaki farklılıklar ortaya konulmaya çalışılmıştır. Elde edilen risk skorları için yapılması gereken eylemler değerlendirilerek Erzurum Havalimanı için çeşitli öneriler sunulmuştur.

## MATERYAL VE METOT

### Çalışma Alanı

Çalışmanın yapılacağı alan 39°57'21"N ve 41°10'14"E koordinatlarında yer alan Erzurum Havalimanı'nın konumu ve uydu görüntüsü Şekil 2'de gösterilmiştir. Şekil 2'de gösterilen Devlet Hava Meydanları İşletmesi (DHMI) yönetimindeki havalimanı, Erzurum il merkezinin kuzeybatısında yer almaktadır. İlk olarak 1966 yılında askeri tesis olarak açılan havalimanı, 1993 yılında uluslararası tarifersiz seferlere açılmış, 2005 yılında ise yeni terminal binasında hizmet vermeye başlamıştır. Havalimanının içinde yer aldığı Erzurum ovası, bünyesinde tarım arazileri ve sulak alanlar barındırmaktadır (İrdemez & Eymirli, 2021). Ovada yer alan sulak alan, yüzey ve yeraltı suları ile beslenen bir iç kesim bataklık ekosistemidir ve önemli bir kısmı alüvyal topraklardan oluşan alanın yer aldığı bölge taban suyu yüksek mera özelliğini taşımaktadır (Toy & Eymirli, 2018).



Şekil 2. Erzurum Havalimanı'nın konumu ve uydu görüntüsü

Bahar ve yaz aylarında az da olsa yerel kuvvetli ve gök gürültülü sağanaklarla beraber güney yönlü yan rüzgârların olduğu alanda, kış aylarında yoğun ve kalın kar tabakası ile örtülmesiyle ısı kaybı oluşmakta, ortaya çıkan ani soğuma ile havadaki nem yoğunluğu artmakta ve bu nem yoğunluğunun sulak alan ve ovada yer alan Karasu Nehri üzerindeki buharlaşma ile birleşmesiyle birlikte alanda yoğun bir sis tabakası oluşmaktadır. 1950-2016 yılları arasında havalimanında yer alan meteoroloji istasyonundan ölçülen değerlere göre yıllık ortalama sıcaklık, en yüksek sıcaklık ve en düşük sıcaklık değerleri sırasıyla 5.6 °C, 35.6 °C ve -37.2 °C'dir. Bölgenin yıllık toplam yağış miktarı 403.3 mm ve nispi nem ortalaması ise %66.29 olarak belirlenmiştir (Toy, 2018). Bütün bu bilgilere ek olarak tarım ve hayvancılık faaliyetlerinin yoğun bir biçimde devam ettirildiği sulak alanın yer aldığı ova Akdeniz-Karadeniz ve Doğu Afrika-Batı Asya kuş göç yollarının kesişim koridoru üzerindedir ve 2013 yılı itibarıyla ovada 230 kuş türünün varlığı tespit edilmiştir (Toy & Eymirli, 2018).

## Metot

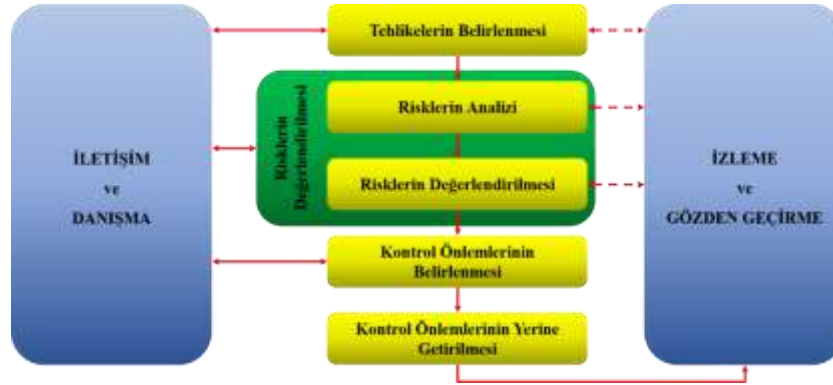
### Çevresel risk analizi

Çevresel risk değerlendirmesi için çeşitli analiz yöntemleri bulunmaktadır. Bu yöntemler bir yandan çevresel etkilerin belirlenmesi ve yönetimi için çeşitli perspektifler sunarken diğer yandan çevresel etkilerin yönetilmesine bilimsel bir temel sağlar. Bu yöntemlerden HACCP (Tehlike Analizi ve Kritik Kontrol Noktaları) yöntemi gıda güvenliği alanında yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir ve bu yöntem çevresel risklerin belirlenmesi ve kontrol edilmesinde de etkilidir. Diğer bir yöntem olan FMEA (Hata Modu ve Etki Analizi) da çevresel risklerin belirlenmesi ve etkilerinin analiz edilmesinde kullanılır. Bowtie Analizi, karmaşık çevresel riskleri görselleştirmek ve yönetmek için kullanılan başka bir yaklaşımdır. Bunların dışında HAZOP (Tehlike ve Operabilite Analizi) gibi sistemli yöntemler, endüstriyel tesislerde çevresel risklerin belirlenmesi ve yönetilmesinde önemli bir role sahiptir. Bu yöntemler çevresel risk analizlerini zenginleştirir ve karar vericilere çeşitli bakış açıları sunarak daha kapsamlı bir değerlendirme yapılmasına olanak sağlarlar.

Belirli bir alanın veya faaliyetin çevreye olan muhtemel etkilerini değerlendirmek ve bu etkilerin olasılık ile şiddetini belirlemek için bir takım bilimsel yöntemler kullanılarak yapılan analizlere

çevresel risk analizi denilmektedir. Bu analiz genellikle hava, su, toprak kirliliği vb. etkenlerin insan sağlığına, ekosistemlere ve diğer organizmalara olan etkilerini incelemeyi içerir.

Çevresel risk analizi yapılmasının amacı, öncelikle çevresel açıdan ortaya çıkabilecek tehlikelerin sebep olabileceği risklere karşı önlemler almaktır. Bu ise ciddi düzeyde yapılmış, gerçek anlamda uygulamaya sokulmuş ve gerektiğinde revize edilebilen bir risk değerlendirmesi ile mümkün olabilmektedir. Bu aşamada çevresel risk değerlendirmesi kavramı çevresel etkilerin düşürülmesi ve hatta giderilmesi için sistematik ve gerçekçi bir çati görevi üstlenmektedir. Bu çalışmada çevresel risk değerlendirme süreci için Şekil 3'te verilen adımlar izlenmiştir (Aker & Över Özçelik, 2020).



Şekil 3. Çevresel risk değerlendirme süreci

Şekil 3'de görülebileceği üzere çevresel risk değerlendirme süreci; tehlikelerin belirlenmesi, risklerin analizi ve değerlendirilmesi, kontrol önlemlerinin belirlenmesi ve yerine getirilmesi adımlarına ek olarak iletişim, danışma, izleme ve gözden geçirme adımlarını içermektedir. Çevresel risk değerlendirilmesi yapılmayan işletmelerde, işletmenin çevrede sebep olabileceği tehlike ve riskler bilinmediğinden alıcı ortamlar için olumsuz durumlar ortaya çıkabilmektedir. Çevresel anlamda risk analizi mantığına uyarlanabildiğinden ve risk analizi yapılırken birden fazla kişiye ihtiyaç duyulmadığından, bu çalışmada risk değerlendirmesi için L tipi matris ve Fine-Kinney metotları kullanılmış ve her iki yöntem arasında kıyaslama yapılarak yöntemlerin etkinlikleri incelenmiştir.

### L tipi matris metodu

Risk değerlendirmede en sık kullanılan Amerika Birleşik Devletleri (ABD) Askeri Standardı MIL\_STD\_882-D olarak da bilinen L tipi matris metodu güvenlik program gereksinimini karşılamak için geliştirilmiştir. Özellikle sebep-sonuç ilişkilerini değerlendirmede kullanılan bu yöntem tek başına risk analizi yapmak durumunda olan analistler için ideal olsa da değişik prosesler ve birbirinden farklı akım şemalarına sahip işlemlerin hepsi için tek başına yeterli olmamaktadır. Acil önlem gerektiren tehlikelerin tespitinde kullanılan bu yöntem, olayın gerçekleşme olasılığı ile gerçekleşmesi durumunda oluşturacağı şiddetin derecelendirilmesi ve ölçümünün yapılabilmesi için kullanılmaktadır (Aker & Över Özçelik, 2020). Bu çalışmada çevresel risk oluşturabilecek çevre unsurlarının her biri için Eşitlik 1'de verilen formül yardımıyla risk skoru hesaplanmış, elde edilen sonuçlara göre risk durumları belirlenmiş ve sonuç olarak havalimanı için önerilerde bulunulmuştur (Ceylan & Başhelvacı, 2011).

$$\text{Risk skoru (R)} = \text{Olasılık (O)} * \text{Şiddet(Ş)} \quad (1)$$

Eşitlik 1'de verilen risk skoru; olasılık ve şiddet değerlerinin çarpımı ile bulunmaktadır ve elde edilen risk skoruna göre büyükten başlayarak gerekli önlemlerin alınması gerekmektedir. Eşitlik 1'de olasılık değeri tehlikenin ortaya çıkma sıklığına göre belirlenirken, şiddet ise tehlikenin oluşması durumunda çevreye verilen zararın sonucuna göre belirlenmektedir. Olasılık ve şiddet derecelerini belirlemek için Çizelge 1 kullanılmaktadır (Aker & Över Özçelik, 2020; Beyhan & Çiftci, 2021).

Çizelge 1. L tipi matris metodu için olasılık ve şiddet değerlerinin değişimi

| Değer | Olasılık              | Şiddet   |
|-------|-----------------------|--|
| 1     | Çok küçük (yılda bir) | Çok hafif (ucuz atlatma, çevresel zarar yok)             |
| 2     | Küçük (üç ayda bir)   | Hafif (küçük hasar, arazi içinde sınırlı çevresel zarar) |
| 3     | Orta (ayda bir)       | Orta (önemli hasar, arazi dışında çevresel zarar)        |
| 4     | Yüksek (haftada bir)  | Ciddi (ciddi çevresel kaza)                              |
| 5     | Çok yüksek (her gün)  | Çok ciddi (çevresel felaket)                             |

Çizelge 1'den elde edilen olasılık ve şiddet derecesi için uygun görülen değerler belirlenerek risk puanı derecelendirme matrisinde sütunda olasılık, satırda ise şiddet dereceleri olmak üzere Çizelge 2'de verilen L tipi çevresel risk belirleme matrisi yardımı ile risk skoru belirlenir.

Çizelge 2. L tipi risk skoru matrisi

| Risk Skoru | Şiddet |                             |                             |                             |                             |                              |
|------------|--------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|------------------------------|
|            | 1      | 2                           | 3                           | 4                           | 5                           |                              |
| Olasılık   | 1      | Önemsiz Riskler<br>1        | Katlanılabilir Riskler<br>2 | Katlanılabilir Riskler<br>3 | Katlanılabilir Riskler<br>4 | Katlanılabilir Riskler<br>5  |
|            | 2      | Katlanılabilir Riskler<br>2 | Katlanılabilir Riskler<br>4 | Katlanılabilir Riskler<br>6 | Orta Dereceli Riskler<br>8  | Orta Dereceli Riskler<br>10  |
|            | 3      | Katlanılabilir Riskler<br>3 | Katlanılabilir Riskler<br>6 | Orta Dereceli Riskler<br>9  | Orta Dereceli Riskler<br>12 | Önemli Riskler<br>15         |
|            | 4      | Katlanılabilir Riskler<br>4 | Orta Dereceli Riskler<br>8  | Orta Dereceli Riskler<br>12 | Önemli Riskler<br>16        | Önemli Riskler<br>20         |
|            | 5      | Katlanılabilir Riskler<br>5 | Orta Dereceli Riskler<br>10 | Önemli Riskler<br>15        | Önemli Riskler<br>20        | Kabul Edilemez Riskler<br>25 |

Çizelge 2 kullanılarak elde edilen risk puanları sonucunda yapılması gereken faaliyetler bulunmaktadır ve elde edilen sonuçlara göre işletmede yapılması gereken faaliyetler Çizelge 3'te açıklanmıştır (Albayrak et al., 2021; Özdemir, 2021).

Çizelge 2 ve Çizelge 3 incelendiğinde risk puanı derecelendirme matrisinde bordo ile renklendirilen alanlar kabul edilemez riskleri ifade etmektedir. Bu durumda belirlenen risk kabul edilebilir seviyeye düşürülünceye kadar iş başlatılmamalı, eğer devam eden bir faaliyet varsa derhal durdurulmalıdır. Gerçekleştirilen faaliyetlere rağmen riski düşürmek mümkün olmuyorsa, faaliyet engellenmelidir. Kırmızı ile renklendirilen alanlarda belirlenen risk azaltılıncaya kadar iş başlatılmamalı eğer devam eden bir faaliyet varsa derhal durdurulmalıdır. Risk işin devam etmesi ile ilgiliyse acil önlem alınmalı ve bu önlemler sonucunda faaliyetin devamına karar verilmelidir. Sarı ile renklendirilen alanlarda belirlenen riskleri düşürmek için faaliyetler başlatılmalıdır.

Çizelge 3. L tipi risk skoru sonuçları ve işletmede yapılması önerilen faaliyetler

| Sonuç                                  | Faaliyet   |
|--|--|
| Kabul edilemez riskler (25)            | Devam eden bir faaliyetler varsa derhal durdurulmalı, riski düşürmek mümkün değilse faaliyetler engellenmelidir.   |
| Önemli riskler (15, 16, 20)            | Risk azaltılıncaya kadar devam eden bir faaliyetler varsa derhal durdurulmalı, acil önlem alınmalı ve bu önlemler sonucunda faaliyetlerin devamına karar verilmelidir. |
| Orta dereceli riskler (8, 9, 10, 12)   | Riskleri düşürmek için faaliyetler başlatılmalıdır.  |
| Katlanılabilir riskler (2, 3, 4, 5, 6) | Belirlenen riskleri ortadan kaldırmak için ilave kontrol proseslerine ihtiyaç olmasa da mevcut kontroller sürdürülmeli ve denetlenmelidir.                             |
| Önemsiz riskler (1)                    | Belirlenen riskleri ortadan kaldırmak için kontrol prosesleri planlamaya ve faaliyetlerin kayıtlarını saklamaya gerek olmayabilir.                                     |

Bu durumda risk azaltma önlemleri zaman alabilmektedir. Mavi ile renklendirilen alanlarda ise belirlenen riskleri ortadan kaldırmak için ilave kontrol proseslerine ihtiyaç olmayabilir, ancak mevcut kontroller sürdürülmeli ve bu kontrollerin sürdürüldüğü denetlenmelidir. Açık mavi ile renklendirilen alanlarda ise belirlenen riskleri ortadan kaldırmak için kontrol prosesleri planlamaya ve gerçekleştirilecek faaliyetlerin kayıtlarını saklamaya gerek duyulmayabilmektedir.

### Fine-Kinney metodu

Fine-Kinney metodu risk analiz yöntemi iş sağlığı ve güvenliği risk değerlendirmesinde kullanılan bir yöntemdir. Günümüzde işletmelerin çevresel risk değerlendirmelerinde (Güner, 2018), afet risklerinin belirlenmesinde (Ekinci et al, 2020; Matpay & Mutlu, 2023) vb. halihazırda kullanım alanları bulmaktadır. Yöntem ile işletmenin geçmiş verilerinden de faydalanılarak, sadece kaza olma olasılığı ve şiddeti değil, risk altındaki kişilerin yanı sıra çevrenin tehlikeye maruz kalma sıklığı ve afet sıklığı da dikkate alınmaktadır. Bu durum L tipi matris metodu ile karşılaştırıldığında bu yöntemi daha güvenilir kılmakta ve daha doğru analiz imkânı sağlamakta iken risk skoru Eşitlik 2’de verilen formül kullanılarak hesaplanmaktadır (Aker & Över Özçelik, 2020).

$$\text{Risk skoru (R)} = \text{Olasılık(O)} * \text{Şiddet(S)} * \text{Frekans (S)} \quad (2)$$

Bu yöntemde risk derecesini belirlemek için Eşitlik 2’de verilen olasılık değeri tehlikenin ortaya çıkma sıklığına göre, şiddet değeri tehlikenin şiddetinin belirlenmesi için çevreye verilen zararın sonucuna göre, frekans değeri ise risk altındaki kişilerin veya çevrenin tehlikeye maruz kalma sıklığına göre belirlenmektedir. Olasılık, şiddet ve frekans değerlerini belirlemek için Çizelge 4’de verilen değerler kullanılmaktadır (Fine, 1971a, 1971b; Kinney & Wiruth, 1976).

**Çizelge 4.** Fine-Kinney metodu için olasılık, şiddet ve frekans değerlerinin değişimi

| Olasılık | Etki                          | Şiddet | Etki   | Frekans | Etki                                      |
|----------|-------------------------------|--------|--|---------|---|
| 0.2      | Olması beklenmez              | 1      | Çevresel zarar yok                               | 0.5     | Çok nadir (birkaç yılda bir)              |
| 0.5      | Çok düşük olasılık            | 3      | Alan içinde sınırlı çevresel zarar               | 1       | Oldukça nadir (yılda bir veya birkaç kez) |
| 1        | Düşük olasılık                | 7      | Alan dışında çevresel zarar                      | 2       | Nadir (ayda bir veya birkaç kez)          |
| 3        | Nadir fakat olabilir olasılık | 15     | Çevresel engel oluşturma, yakın çevreden şikâyet | 3       | Ara sıra (haftada bir veya birkaç kez)    |
| 6        | Yüksek olasılık               | 40     | Ciddi çevresel zarar                             | 6       | Sıklıkla (günde bir veya birkaç kez)      |
| 10       | Çok yüksek olasılık           | 100    | Çevresel felaket                                 | 10      | Sürekli (saatte bir veya birden fazla)    |

Çizelge 4’ten elde edilen veriler kullanılarak Eşitlik 2 yardımı ile çevresel risk skorları belirlenmekte, Çizelge 5’te verilen aralıklar dikkate alınarak risk değerlendirmeleri yapılmaktadır (Fine, 1971a, 1971b; Kinney & Wiruth, 1976).

**Çizelge 5.** Fine-Kinney metodu çevresel risk değerlendirme sonuçları

| Toplam Skor   | Risk Değerlendirme Sonuçları  |
|---------------|---|
| 400 < R       | Çok yüksek risk (çalışmaya ara verilerek derhal tedbir alınmalı)      |
| 200 < R ≤ 400 | Yüksek risk (kısa vadeli eylem planına alınmalı)                      |
| 70 < R ≤ 200  | Önemli risk (dikkate alınmalı ve yıllık eylem planına dahil edilmeli) |
| 20 < R ≤ 70   | Olası risk (gözetim altında tutulmalı)                                |
| R ≤ 20        | Önemsiz risk (önlem öncelikli olmayıp acil tedbir gerekemeyebilir)    |

## BULGULAR VE TARTIŞMA

Erzurum Havalimanı bünyesinde yapılan çevresel risk değerlendirmesinde toplam 293 adet çevresel risk belirlenmiş ve bu çevresel riskler L tipi matris ve Fine-Kinney metotları kullanılarak değerlendirilmiştir.



## L Tipi Matris Metodu

Erzurum Havalimanı bünyesinde yer alan tasarım, hammadde temini, üretim, nakliye, kullanım amaçlı ve yaşam sonu ürünleri içeren 293 adet çevresel risk belirlenmiş ve düzeltici ve önleyici faaliyet (DÖF) gerektiren riskler Çizelge 6'da gösterilmiştir.

**Çizelge 6.** Tehlike ve risklerin belirlenmesi için kullanılan L tipi matris çevresel boyut değerlendirme çizelgesi

| TEHLİKELERİN VE RİSKLERİN BELİRLENMESİ |                              |                                      |                            |                    |            |            |              |              |   | DÜZELTİCİ VE ÖNLEYİCİ FAALİYETLER (DÖF) |   |              |    |  |
|--|------------------------------|--------------------------------------|----------------------------|--------------------|------------|------------|--------------|--------------|---|---|---|--------------|----|--|
| Bölüm                                  | Tehlike & Tehlike Kaynakları | Tespit Edilen Risk                   | Etkilenen Ortam            | Risk Değerlendirme |            |            |              |              | Yapılması Gereken DÖF   | DÖF Sonrası                             |   | Mevcut Durum |    |  |
|  |                              |                                      |                            | Olası Frekans      | Risk Skoru | Risk İnanı | Mevcut Durum | İlasılı Risk |   | Risk Skoru                              |   |              |    |  |
| Satın Alma                             | Şartname hazırlama faaliyeti | Tehlikeli ve tehlikesiz atık oluşumu | • Toprak<br>• Su<br>• Hava | 3                  | 3          | 9          | Orta         | Düzensiz     | • Piriñç rulo için şartnamenin teknik kısımları gözden geçirilmeli  | 1                                       | 1 | 1            | *  |  |
| Satın Alma                             | Şartname hazırlama faaliyeti | Tehlikeli atık oluşumu               | • Toprak<br>• Su<br>• Hava | 3                  | 3          | 9          | Orta         | Düzensiz     | • Formlar Türkçe'ye çevrilmeli<br>• Malzeme Güvenlik Bilgi Formu kontrol edilmeli<br>• Daha çevreci malzemeler kullanılmalı<br>• Piriñç hurdaları uygun koşullarda saklanmalı ve lisanslı atık geri kazanım firmalarına teslim edilmeli | 1                                       | 1 | 1            | *  |  |
| Preshane                               | Açımım kesme                 | Tehlikesiz metal atık oluşumu        | • Toprak                   | 4                  | 2          | 8          | Orta         | Düzensiz     | • Piriñç rulolarının ölçülerinde çeşitlilik artırılmalı<br>• Piriñç hurdaları uygun koşullarda saklanmalı ve lisanslı atık geri kazanım firmalarına teslim edilmeli   | 4                                       | 1 | 4            | ** |  |
| Preshane                               | Yarı mamul üretimi           | Piriñç malzeme kullanımı             | • Doğal kaynak tüketimi    | 4                  | 2          | 8          | Orta         | Düzensiz     | • Piriñç rulolarının ölçülerinde çeşitlilik artırılmalı<br>• Havuzlarda sitrik asit kullanarak yaşam döngüsüne katkı sağlanmalı<br>• Su tüketiminin azaltılabilmesi için takibi yapılmalı ve projeler geliştirilmeli                    | 4                                       | 1 | 4            | ** |  |
| Radyatör Test                          | Petek test                   | Su kullanımı                         | • Doğal kaynak kullanımı   | 4                  | 2          | 8          | Orta         | Düzensiz     | • Acil durum eylem planına göre hareket edilmeli  | 2                                       | 3 | 6            | ** |  |
| İdari Kısımlar                         | İdari binalar                | Yangın                               | • Hava                     | 3                  | 4          | 12         | Orta         | Düzensiz     | • Acil durum eylem planına göre hareket edilmeli  | 2                                       | 3 | 6            | ** |  |
| İdari Kısımlar                         | Çay ocağı                    | Evsel atık oluşumu                   | • Hava                     | 3                  | 4          | 12         | Orta         | Düzensiz     | • Acil durum eylem planına göre hareket edilmeli  | 2                                       | 3 | 6            | ** |  |
| Bakım onarım                           | Planlı bakım                 | Floresan ampul oluşumu               | • Toprak                   | 4                  | 2          | 8          | Orta         | Düzensiz     | • Enerji verimliliği kapsamında floresan ampuller yerine LED aydınlatma sistemine geçilmeli   | 3                                       | 1 | 3            | ** |  |
| Bakım onarım                           | Yangın                       | Katı parçacıklar                     | • Hava                     | 3                  | 4          | 12         | Orta         | Düzensiz     | • Çevreye zarar vermeyen yangın söndürücü kimyasallar tercih edilmeli   | 2                                       | 3 | 6            | ** |  |
| Komşu Tesisler                         | Genel üretim faaliyetleri    | Emisyon oluşumu                      | • Hava                     | 3                  | 3          | 9          | Orta         | Düzensiz     | • Acil durum eylem planına göre hareket edilmeli  | 2                                       | 2 | 4            | ** |  |
| Komşu Tesisler                         | Genel üretim faaliyetleri    | Katı parçacıklar                     | • Hava                     | 3                  | 3          | 9          | Orta         | Düzensiz     | • Acil durum eylem planına göre hareket edilmeli  | 2                                       | 2 | 4            | ** |  |

\* Gözetim altında tutulmalıdır.

\*\* Önlem öncelikli olmayıp acil tedbir gerekemeyebilir.

\*\*\* Dikkate alınmalı ve yıllık eylem planına dahil edilmelidir.

\*\*\*\* Kısa vadeli eylem planına alınmalıdır.

## Fine-Kinney Metodu

Erzurum Havalimanı bünyesinde tespiti yapılan 293 adet çevresel risk için Fine-Kinney Metodu ile yapılan değerlendirmeler sonucunda da çok yüksek sınıfında yer alan herhangi bir çevresel risk içeren durum tespit edilememiştir. Erzurum Havalimanı'nda değerlendirme sonucunda tespit edilen 7 adet yüksek çevresel risk ile en yüksek risk skorunun elde edildiği 6 adet önemli çevresel risk için yapılan değerlendirmeler ve risk skorlarının yanı sıra mevcut durumda ve DÖF'ler sonunda yapılması gereken uygulamalar Çizelge 7'de gösterilmiştir.

Çizelge 7'den görülebileceği üzere Fine-Kinney metodu kullanıldığında Erzurum Havalimanı bünyesinde çok yüksek risk sınıfına giren herhangi bir çevresel risk değerlendirilmesi yapılmamış, buna karşın 7 adet yüksek risk, 31 adet önemli risk olduğu değerlendirilmiş ve Çizelge 7'de yüksek risklerin tamamı, önemli risklerin ise risk skoru en yüksek olan 6 adeti gösterilmiştir. Havalimanında en yüksek risk lehimli radyatörlerin bertaraf edilmesinde tehlikeli ve tehlikesiz atık oluşumu kaynaklıdır ve bu atıkların toprak ve su kirliliğine neden olabileceği düşünülerek lehimli radyatörlerin bertaraf edilmesi için risk faktörü 360 olarak hesaplanmıştır. Lehimli radyatörlerin bertaraf edilmesi kaynaklı risklerin ardından komple imalat biriminde tüp dibi lehimleme ve punta kaynağı nedeniyle gaz salınımı hava kirliliğine neden olurken, kurutma fırınında doğalgaz kullanımı ile doğal kaynak tüketimine ilişkin

riskler ortaya çıkmaktadır. Bu kaynaklar için risk skoru için 300 olarak hesaplanmıştır. Satın alma bölümünde satın alma şartnamelerinin hazırlanma faaliyetleri tehlikeli atık oluşumunda etkileri olabilecek bir süreçtir ve bu sürecin sonunda toprak, su ve hava kirliliğine neden olabilecek etkiler ortaya çıkabilmektedir. Bu şartnamelerin hazırlanması süreci sonunda temin edilebilecek malzemelerin toprak, su ve hava kirliliğine neden olabileceği risk skoru 270 olarak hesaplanmıştır. Diğer yüksek risk oluşturabileceği değerlendirilen süreçler lehimli radyatör ve jeneratör radyatörlerinin depolanması ve montajı süreçlerinde açığa çıkabileceği ve sonrasında toprak ve su kirliliğine neden olabileceği öngörülmüş ve bu iki süreç için risk skoru 270 olarak hesaplanmıştır.

**Çizelge 7.** Tehlike ve risklerin belirlenmesi için kullanılan Fine-Kinney metodu çevresel boyut değerlendirme çizelgesi

| TEHLİKELERİN VE RİSKLERİN BELİRLENMESİ  |                              |                                      |                            |                    |        |        |            |                |   | DÜZELTİCİ VE ÖNLEYİCİ FAALİYETLER (DÖF) |        |        |            |         |                |
|---|------------------------------|--------------------------------------|----------------------------|--------------------|--------|--------|------------|----------------|---|---|--------|--------|------------|---------|----------------|
| Bölüm & Alan                            | Tehlike & Tehlike Kaynakları | Tespit Edilen Riskler                | Etkilenen ortam            | Risk Değerlendirme |        |        |            | Mevcut Durum   | Yapılması Gereken DÖF   | DÖF Sonrası                             |        |        |            |         |                |
|   |                              |                                      |                            | Olasılık           | Şiddet | Sıklık | Risk Skoru |                |   | Olasılık                                | Şiddet | Sıklık | Risk Skoru | Topye   | Sonrası Mevcut |
| Satın Alma                              | Şartname hazırlama faaliyeti | Tehlikeli atık oluşumu               | • Toprak<br>• Su<br>• Hava | 3                  | 15     | 6      | 270        | Yüksek<br>**** | • Formlar Türkçe'ye çevrilmeli<br>• Malzeme Güvenlik Bilgi Formu kontrol edilmeli,<br>• Daha çevreci malzemeler kullanılmalı                                      | 1                                       | 7      | 3      | 21         | Olası   | **             |
| Preshane                                | Kollektör sıvama             | Tehlikesiz metal atık oluşumu        | • Toprak                   | 10                 | 3      | 6      | 180        | Önemli<br>***  | • Pirinç hurdaları uygun koşullarda saklanmalı ve lisanslı atık geri kazanım firmalarına teslim edilmeli<br>• Pirinç ruloların ölçülerinde çeşitlilik artırılmalı | 6                                       | 1      | 6      | 36         | Olası   | **             |
| Preshane                                | Kazan delme                  | Tehlikesiz metal atık oluşumu        | • Toprak                   | 10                 | 3      | 6      | 180        | Önemli<br>***  | • Pirinç hurdaları uygun koşullarda saklanmalı ve lisanslı atık geri kazanım firmalarına teslim edilmeli<br>• Pirinç ruloların ölçülerinde çeşitlilik artırılmalı | 6                                       | 1      | 6      | 36         | Olası   | **             |
| Preshane                                | Genel üretim faaliyeti       | Elektrik kullanımı                   | • Doğal kaynak tüketimi    | 6                  | 3      | 10     | 180        | Önemli<br>***  | • Tüketiminin azaltılabilmesi için takibi yapılmalı<br>• Projeler geliştirilmeli  | 3                                       | 1      | 10     | 30         | Olası   | **             |
| Komple İmalat                           | Tüp dibi lehimleme           | Doğalgaz kullanımı                   | • Doğal kaynak tüketimi    | 10                 | 3      | 10     | 300        | Yüksek<br>**** | • Tüketiminin azaltılabilmesi için takibi yapılmalı<br>• Projeler geliştirilmeli  | 6                                       | 1      | 10     | 60         | Olası   | **             |
| Komple İmalat                           | Kurutma fırını               | Doğalgaz kullanımı                   | • Doğal kaynak tüketimi    | 10                 | 3      | 10     | 300        | Yüksek<br>**** | • Tüketiminin azaltılabilmesi için takibi yapılmalı<br>• Projeler geliştirilmeli  | 6                                       | 1      | 10     | 60         | Olası   | **             |
| Komple İmalat                           | Punta kaynağı                | Kaynak gazı oluşumu                  | • Hava                     | 10                 | 3      | 10     | 300        | Yüksek<br>**** | • Emisyon ölçümü yapılarak, elde edilen verilere göre önlem alınmalı  | 6                                       | 1      | 10     | 60         | Olası   | **             |
| Radyatör Test                           | Petek test                   | Kompresör elektrik kullanımı         | • Doğal kaynak tüketimi    | 6                  | 3      | 10     | 180        | Önemli<br>***  | • Çalışanlardan geri bildirim alınarak gerekli önlemler alınmalı  | 3                                       | 1      | 10     | 30         | Olası   | **             |
| Üretim & Çevre Yönetim                  | Atık depolama                | Sızıntı suyu oluşumu                 | • Toprak<br>• Su           | 3                  | 7      | 6      | 126        | Önemli<br>***  | • Sızıntı suyunun toprağa karışmasını engelleyici tedbirler alınmalı ve sızıntı suyu artımı için proses geliştirilmeli  | 1                                       | 3      | 6      | 18         | Önemsiz | *              |
| Üretim & Çevre Yönetim                  | Tehlikeli atık depolama      | Sevkiyatta kimyasal döküntü          | • Toprak<br>• Su           | 1                  | 40     | 3      | 120        | Önemli<br>***  | • Atıklar ayrı ve sızdırma kabinlerde biriktirilmeli  | 0,5                                     | 15     | 3      | 23         | Olası   | **             |
| Lehimli Radyatör ve Jeneratör Radyatörü | Depolama                     | Tehlikeli ve tehlikesiz atık oluşumu | • Toprak<br>• Su           | 3                  | 7      | 10     | 210        | Yüksek<br>**** | • Depolama şartları ile ilgili belgesiz ürün gönderilmemeli, • Ürün kullanım kılavuzuna uygun kullanılmalı  | 1                                       | 3      | 10     | 30         | Olası   | **             |
| Lehimli Radyatör ve Jeneratör Radyatörü | Montaj                       | Tehlikeli ve tehlikesiz atık oluşumu | • Toprak<br>• Su           | 3                  | 7      | 10     | 210        | Yüksek<br>**** | • Belgesiz ürün gönderilmemeli<br>• Ürün kullanım kılavuzuna uygun kullanılmalı   | 1                                       | 3      | 10     | 30         | Olası   | *              |
| Lehimli Radyatör                        | Bertaraf                     | Tehlikeli ve tehlikesiz atık oluşumu | • Toprak<br>• Su           | 3                  | 40     | 3      | 360        | Yüksek<br>**** | • Belgesiz ürün gönderilmemeli<br>• Ürün kullanım kılavuzuna uygun kullanılmalı   | 0,5                                     | 15     | 3      | 23         | Olası   | *              |

\* Gözetim altında tutulmalıdır.

\*\* Önlem öncelikli olmayıp acil tedbir gerekmez.

\*\*\* Dikkate alınmalı ve yıllık eylem planına dahil edilmelidir.

\*\*\*\* Kısa vadeli eylem planına alınmalıdır.

## SONUÇ

Erzurum Havalimanı için yapılan çevresel risk değerlendirmesi sonucunda toplam 293 adet çevresel riskin var olduğu değerlendirilmiştir.

L tipi matris metodu kullanıldığında Erzurum Havalimanı bünyesinde çok yüksek ve yüksek risk sınıfına giren herhangi bir çevresel risk tespit edilememişken 11 adet orta dereceli çevresel risk tespit edilmiştir. En yüksek skora sahip riskin, yangın kaynaklı katı parçacıklar nedeniyle oluşabileceği değerlendirilmiş ve bu riskin skoru 12 olarak hesaplanmıştır. Doğal kaynak kullanımı, tehlikeli/tehlikesiz atık oluşumu, enerji tüketimi ve komşu tesislerde sürdürülen genel üretim faaliyetleri sonucu oluşabilecek emisyon ile uçucu partiküller için risk skoru ise 9 olarak hesaplanmıştır. Mevcut risklerin hava, toprak ve su kirliliğinin yanı sıra doğal kaynak tüketimine neden olabileceği de değerlendirilmiştir. Yine değerlendirme sonucunda acil durum eylem planında ilgili riskleri içeren önlemlerin gerekiyorsa güncellenerek plana uyumlu hale getirilmesi ve çevreye dost ürünlerin kullanılması halinde çevresel risklerin düşeceği öngörülmektedir.

Fine-Kinney metodu kullanılarak yapılan çevresel risk değerlendirmesi sonuçları da Erzurum Havalimanı bünyesinde çok yüksek risk sınıfına giren herhangi bir çevresel riskin olmadığını göstermekte iken 7 adet yüksek risk, 31 adet önemli risk, 136 adet olası risk ve 119 adet de önemsiz risk olduğu sonucuna varılmıştır. Lehimli radyatörlerin bertaraf edilmesinde oluşabileceği değerlendirilen atıkların en yüksek risk skoruna sahip olduğu belirlenmiş ve Fine-Kinney metodu ile yapılan değerlendirme sonucunda bu skor 360 olarak hesaplanmıştır.

Fine-Kinney metodu, işletmelerin geçmiş verilerinden faydalanarak, sadece olasılık ve şiddet değerlerini değil, tehlikeye maruz kalma frekanslarını da dikkate almakta ve L tipi matris metodu ile karşılaştırıldığında bu yöntem daha doğru analiz imkânı sağlamaktadır. Çizelge 6 ve Çizelge 7'de değerlendirmeleri verilen her iki yöntem karşılaştırıldığında; Fine-Kinney metodunun L tipi matris metoduna göre daha gerçekçi sonuçlar verdiği açık olarak görülmüş ve her iki yöntem için de alınacak önlemlerle risklerin düşürülebileceği düşünülmektedir. Bu amaçla havalimanı bünyesinde çevre dostu ürünlerin tercih edilmesi, alternatif ve yenilenebilir enerji kaynaklarının kullanımı hususunda projeler geliştirilmesinin çevre risklerinin azaltılması konusunda olumlu sonuçları olabileceği değerlendirilmiştir.

## TEŞEKKÜR

Çalışma için desteklerini esirgemeyen Bayburt Üniversitesi ve DHMİ Erzurum Müdürlüğü ile kurum personellerine teşekkür ederiz.

## Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

## Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

## KAYNAKLAR

- Aker, A., & Över Özçelik, T. (2020). Risk assessment with 5x5 Matrix and Fine-Kinney method in metal industry. *Karaelmas Journal of Occupational Health and Safety*, 4(1), 65-75. doi:<https://doi.org/10.33720/kisgd.630799>
- Albayrak, S., Özdemir, M., & Yağcı, M. (2021). Risk analysis in drill benches in terms of occupational health and safety. *Eastern Anatolian Journal of Science*, 7(2), 1-10.

- Beyhan, M., & Çiftci, B. (2021). Environmental risk assessment in ready-mixed concrete plants. *Bilge International Journal of Science and Technology Research*, 5(1), 13-21.
- Bogicevic, V., Yang, W., Cobanoglu, C., Bilgihan, A., & Bujisic, M. (2016). Traveler anxiety and enjoyment: The effect of airport environment on traveler's emotions. *Journal of Air Transport Management*, 57, 122-129. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jairtraman.2016.07.019>
- Ceylan, H., & Başhelveacı, V. S. (2011). Risk değerlendirme tablosu yöntemi ile risk analizi: Bir uygulama. *International Journal of Engineering Research and Development*, 3(2), 25-33.
- DGCA. (2023, 10 September 2023). About Directorate General of Civil Aviation. Retrieved from <https://web.shgm.gov.tr/en/kurumsal/1-history>
- DHMI. (2023, 10 September 2023). Türkiye Geneli Havalimanları Uçak, Yolcu ve Yük Trafik İstatistikleri (2002-2022). Retrieved from <https://www.dhmi.gov.tr/Lists/IstatisliklerDiger/Attachments/19/T%C3%9CRK%C4%B0YE%20GENEL%C4%B0%20%C4%B0STAT%C4%B0ST%C4%B0KLER%C4%B0%202023-1.xlsx>
- Ekinci, R., Büyüksaraç, A., Ekinci, Y. L., & Işık, E. (2020). Bitlis ilinin doğal afet çeşitliliğinin değerlendirilmesi. *Journal of Natural Hazards and Environment*, 6(1), 1-11. doi:10.21324/dacd.535189
- Erdoğan, M., & Yalçın Ercoşkun, Ö. (2021). Impacts of Artvin Rize Airport on transportation and environment. *Journal of Architectural Sciences and Applications*, 6(1), 250-267. doi:<https://doi.org/10.30785/mbud.871204>
- Fine, W. T. (1971a). Mathematical evaluations for controlling hazards. *Journal of Safety Research*, 3(4), 157-166.
- Fine, W. T. (1971b). *Mathematical Evaluations for Controlling Hazards: Naval Ordnance Laboratory White Oak*.
- Güner, E. D. (2018). Biyolojik atıksu arıtma tesisi çevresel risk analizi. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 24(3), 476-480.
- Horonjeff, R., McKelvey, F. X., Sproule, W. J., & Young, S. B. (2010). *Planning and Design of Airports: McGraw-Hill Education*.
- İrdemez, Ş., & Eymirli, E. B. (2021). Determination of spatiotemporal changes in Erzurum plain wetland system using remote sensing techniques. *Environmental Monitoring and Assessment*, 193(5), 265. doi:<https://doi.org/10.1007/s10661-021-09041-x>
- Karaca, A. D. (2015). *Importance and Spatial Effects of Airports on Turkey Transportation: Sabiha Gokcen Airport Example. (Master Degree). İstanbul University, İstanbul*.
- Kinney, G., & Wiruth, A. (1976). *Practical Risk Analysis for Safety Management (Vol. 5865): Naval Weapons Center China Lake, CA*.
- Korul, V. (2003). Havaalanı çevre yönetim sistemi. *Anadolu Üniversitesi Sosyal Bilimler Dergisi*, 3(1), 99-120.
- Matpay, B., & Mutlu, S. (2023). Van ilinin doğa kaynaklı afet çeşitliliğinin Fine-Kinney Risk Değerlendirme Metodu (FK-RDM) ile ortaya konulması. *Doğal Afetler ve Çevre Dergisi*, 9(2), 324-340. doi: <https://doi.org/10.21324/dacd.1295546>
- Neto, R. F. M., Calijuri, M. L., de Castro Carvalho, I., & Da Fonseca Santiago, A. (2012). Rainwater treatment in airports using slow sand filtration followed by chlorination: efficiency and costs. *Resources, Conservation and Recycling*, 65, 124-129. doi:<https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2012.06.001>
- Özdemir, M. (2021). İş sağlığı ve güvenliği açısından kapalı spor salonu risk analizi (Bayburt örneği). *Anatolia Sport Research*, 2(1), 30-45.

- Şen, G., & Yakupoğlu, T. (2022). Ecological and environmental risk assesment of heavy metals in fluvio-lacustrine sediments of the Moralli Stream System, Tuşba, Van, Turkey. *Yuzuncu Yil University Journal of the Institute of Natural and Applied Sciences*, 27(1), 14-29. doi:<https://doi.org/10.53433/yyufbed.1058884>
- Taşlıgil, N. (2010). *Türkiye'nin Ulaşım Coğrafyası*. İstanbul: Çantay Yayınevi.
- Toy, S. (2018). Erzurum Havalimanının Havacılık Meteorolojisi Açısından Değerlendirilmesi Raporu. Retrieved from <https://kudaka.ka.gov.tr/assets/upload/dosyalar/e9935-meteorolojihavalimani.pdf>
- Toy, S., & Eymirli, E. B. (2018, 3-6 October 2018). Evaluation of the effects of meteorological events on flights, example of Erzurum international airport. Paper presented at the International Geography Symposium on the 30th Anniversary of TUCAUM, Ankara, Türkiye.
- Ulvi, A., Aydın, S., & Aydın, M. E. (2023). Kentsel atıksuda ve atıksu arıtma tesisinde bazı analjezik ve anti-enflamatuar farmasötiklerinin varlığı, giderimleri ve çevresel risk değerlendirilmesi. *Niğde Ömer Halisdemir University Journal of Engineering Sciences*, 12(4), 1168-1175. doi:<https://doi.org/10.28948/ngumuh.1276286>
- Ünal Ankaya, F., Yazıcı, K., & Gülgün Aslan, B. (2018). The influence of the environmental management system on the environmental impact of airports. *Ulusal Çevre Bilimleri Araştırma Dergisi*, 1(4), 162-169.
- Young, S. B., & Wells, A. T. (2011). *Airport Planning and Management*. U.S: McGraw-Hill Education

**Atf İçin:** Baran, B., Keleş, C. ve Alagöz, B.B. (2024). Enerji Denge Modeli Bağlamında Küresel Isınma ve İklim Değişikliği Sorunlarının İncelenmesi: Dünya Enerji Bütçesi ve Radyatif Zorlama Kavramları. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1075-1093.

**To Cite:** Baran, B., Keleş, C. & Alagöz, B.B. (2024). A Review of Global Warming and Climate Change Problems in the Context of Energy Balance Model: Concepts of World Energy Budget and Radiative Forcing. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1075-1093.

## **Enerji Denge Modeli Bağlamında Küresel Isınma ve İklim Değişikliği Sorunlarının İncelenmesi: Dünya Enerji Bütçesi ve Radyatif Zorlama Kavramları**

Burhan BARAN<sup>1\*</sup>, Cemal KELEŞ<sup>2</sup>, Barış Baykant ALAGÖZ<sup>3</sup>

### **Öne Çıkanlar:**

- İklim modelleri ile küresel ısınma ve iklim değişimi analizleri
- Enerji denge modeli basitleştirilmiş analizler sağlar
- İklim değişimi konusunda temel modelleri inceler

### **Anahtar Kelimeler:**

- İklim modeli
- Küresel ısınma
- Dünya enerji bütçesi
- Radyatif zorlama
- Albedo

### **ÖZET:**

İklim modelleri, küresel ısınma ve iklim değişimi konularında elde edilen verilerin analizi ile iklim değişimlerinin yakın zamanlı gelişimi konusunda tahminlere olanak tanır. Bu çalışmada, küresel ısınma ve iklim değişimi konularında kullanılan enerji denge modelinin temelleri ve bu model yardımı ile yapılabilen analizler incelenmektedir. Bu basitleştirilmiş enerji denge modeli, güneşten dünyaya gelen ışıma enerjisinin dünyadan uzaya giden ışıma enerjisi ile dengelenmesi durumunu inceler. Bu bağlamda, küresel ısınmaya etki eden faktörlerin, denge durumu üzerinde etkisi olan birer radyatif (ışımmsal) zorlama olarak incelenmesine imkân sağlar. Böylece çok karmaşık ve dinamik olarak değişen meteorolojik ve jeolojik etmenlere bağlı olan iklim değişiminin, enerji bütçesi temelinde basitleştirilmiş analizlerini mümkün kılar. Bu çalışmada, Stefan-Boltzmann ve Wien Yer Değiştirme gibi temel ışıma kanunları çerçevesinde, güneşten gelen ışıma enerjisinin dünya tarafından emilim ve yansıma oranları dünya atmosferinden uzaya enerji çıkışını sağlayan ve elektromanyetik spektrumun uzun dalga boyunda yer alan atmosferik pencere kavramları incelenmiştir. Bu çerçevede, insan aktiviteleri ile değişebilme potansiyeli olan Albedo (yansıtılabilirlik) radyatif zorlaması ve atmosferdeki CO<sub>2</sub> molekülü birikimine bağlı radyatif zorlama etkileri açıklanmıştır. Sunulan temel kavramlar ve modellerin kolay anlaşılabilir olması için açıklayıcı örnekler ve verilere bağlı hesaplama ve analizler sunulmuştur. Bu makalenin küresel ısınma ve iklim değişimi konularında bazı temel kavramların açıklandığı eğitsel bir kaynak niteliği taşıması amaçlanmıştır.

## **A Review of Global Warming and Climate Change Problems in the Context of Energy Balance Model: Concepts of World Energy Budget and Radiative Forcing**

### **Highlights:**

- Global warming and climate change analyzes with climate models
- Energy balance model provides simplified analysis
- Examines basic models of climate change

### **Keywords:**

- Climate model
- Global warming
- World energy budget
- Radiative forcing
- Albedo

### **ABSTRACT:**

Climate models enable an analysis of observation data related to global warming and climate changes, and they allow making predictions for near the future progress of climate changes. In this study, basics of the climate model, which is used in the analysis of global warming and climate change topics, and the analyses that can be carried out by using these models, are reviewed. Simplified energy balance model considers the balance state between the incoming solar energy from the sun and the radiation energy outgoing from the earth to space. In this perspective, the model allows considering the factors, which can influence global warming, as radiative forces that are acting on the balance state. Thus enabling simplified analyzes of climate changes based on the energy budget even though the climate changes depend on very complex and dynamically changing meteorological and geological factors. In this study, within the framework of basic radiation laws, such as Stefan-Boltzmann and Wien Displacement, the absorption and reflection rates of the solar radiation by the earth, and the atmospheric window concepts, which provide energy escape from the earth's atmosphere to the space within the long-wavelength of the electromagnetic spectrum, were reviewed. In this context, the radiative forcing due to the Albedo effect and the radiative forcing effects due to the accumulation of CO<sub>2</sub> molecules in the atmosphere, which have the potential to alter depending on human activities, were explained. Illustrative examples and observation data-based calculations and analyzes are presented to make basic concepts and presented models easy-to-understand. This article is intended to be a tutorial that explains some basic concepts on the topics of global warming and climate change.

<sup>1</sup> Burhan BARAN (Orcid ID: 000-0001-6394-412X), Çevre, Şehircilik ve İklim Değişikliği Bakanlığı, Malatya, Türkiye

<sup>2</sup> Cemal KELEŞ (Orcid ID: 0000-0002-6818-7970), İnönü Üniversitesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, Malatya, Türkiye

<sup>3</sup> Barış Baykant ALAGÖZ (Orcid ID: 0000-0001-5238-6433), İnönü Üniversitesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, Malatya, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Burhan BARAN, e-mail: burhanbaran@gmail.com

## GİRİŞ

Dünya enerji bütçesi, güneşten yeryüzüne gelen enerji ile yeryüzünden uzaya doğru yayılan kızılötesi radyasyon arasındaki denge durumudur. Hidrojen ve helyum güneşin yapısında büyük miktarda bulunan temel gazlardır. Helyumun, hidrojen atomlarının birleşimi ile oluşum sürecinde yüksek miktarda enerji açığa çıkmakta ve bu enerjinin bir kısmı ışınım enerjisi olarak güneşten uzaya yayılmaktadır. Dünyanın güneş etrafında elips benzeri yörüngesi nedeni ile dünyaya gelen güneş enerjisi yıl içinde değişim gösterir. Güneş'ten çıkan enerjinin 2.2 milyarda 1'inin yeryüzüne düşmesi beklenir. Dünyaya gelen enerji ise saniyede yaklaşık  $4 \times 10^{26}$  joule değerlerine ulaştığı tahmin edilir. Güneş ile dünya arasındaki mesafe yörünge geometrisi nedeni ile yıl boyunca değişmektedir. Birim alana bir anda gelen güneş ışınımının değeri sabit değildir. Bu sebeple ortalama güneş ışınması değeri hesaplamalarda tercih edilir. Güneş sabiti olarak adlandırılan bu değer  $1367 \text{ W/m}^2$  olarak belirlenmiştir (Güler ve ark., 2020).

Yeryüzünü ısıtan güneş enerjisi büyük oranda güneşten gelen kısa dalga boylu ışınlar oluşturur. Yeryüzü ısındıkça termal ışınım (termal radyasyon) yolu ile enerji yaymaktadır. Bu dünyanın enerji kaybını sağlayan ısı transfer yöntemidir. Ancak, ısınan yeryüzünün sıcaklığı düşük olduğundan yeryüzünden uzaya yönelen radyasyon uzun dalga boyunda gerçekleşmektedir. (NASA gezegen gözlemlerine göre güneş sisteminde dünyanın ortalama yüzey sıcaklığı  $15 \text{ }^\circ\text{C}$  olduğu kabul edilir). Bu nedenle, dünyanın kısa dalga boyunda güneş ışınları ile güneş tarafından ısındığı ve uzun dalga boyunda termal radyasyonla ısıyı kaybetmesi kabul gören bir görüştür. Atmosferdeki su buharı ve karbondioksit gazı yeryüzünden uzaya giden radyasyonun önemli bir kısmını tutarlar. Buna bağlı olarak söz konusu bu gazlar atmosferin ısınmasına yol açarlar. Isınan atmosferden yayılan termal radyasyonun bir kısmı ise tekrar yeryüzüne yönelir. Böylece dünya yüzeyi ısınan atmosferden aldığı ışınlarla ısısını muhafaza eder. Bu süreç dünyaya ulaşan enerjinin 'sera gazları' olarak bilinen moleküller tarafından (su molekülleri,  $\text{CO}_2$  gibi) dünya yüzeyinin yakınında hapsedilmesi ve yüzey ısısının artışı olarak açıklanır (Anonim, 2024 r). Sera gazlarının artışı ile ilişkili olarak radyatif zorlama da artar. Bu durum dünyanın ortalama sıcaklığını artırır ve iklim değişikliklerine yol açar. Dolayısıyla radyatif zorlama ve dünya enerji bütçesi konularının anlaşılması küresel ısınma ve iklim değişikliği ile ilgili gözlemlerin yorumlanması ve mücadele stratejilerinin geliştirilmesinde önemli rol oynayacaktır.

Bu makalenin amacı, enerji denge modeli çerçevesinde küresel ısınma ve iklim değişikliği sorunlarının ele alınması ve literatürde öne çıkan temel yöntemlerin tanıtılmasıdır. Bu nedenle bu inceleme makalesinin küresel ısınma ve iklim değişikliği konusuna giriş yapmak isteyen okuyucular için bir eğitsel doküman ve temel bir kaynak olması hedeflenmiştir. Bu bağlamda, çalışmada radyatif zorlama ve dünya enerji bütçesi kavramları incelenmiştir. Bu kapsamda bilinmesi gereken temel yasalar ele alınmış ve örnekler ile açıklanmıştır. Bu çalışma, önemi ve etkileri giderek artan küresel ısınma ve iklim değişimi konusuna yeni başlayan ve bazı temel kavramların farkına varmak isteyen okuyucular için eğitsel bir kaynak ve başlangıç dokümanı olması amacı ile hazırlanmıştır. Bu konuda, Türkçe literatüründe yeterli miktarda eğitsel makale bulunmamaktadır. Küresel ısınma ve iklim değişikliği konusunda çalışmaya başlayacak olacak araştırmacılar ve bu konularda çalışan kuruluşlar için faydalı bir temel kaynak olabilir.

Bir sonraki bölümde dünya enerji bütçesi, atmosferik pencere, albedo etkisi, radyatif zorlama, global sıcaklık anomalisi gibi temel kavramlar enerji denge modeli kapsamında açıklanmakta ve bazı örnek hesaplamalar sunulmaktadır. Daha sonra ise absorbe edilen (emilen) güneş radyasyonu (Absorbed Solar Radiation-ASR) ve giden uzun dalga radyasyonu (Outgoing Longwave Radiation-

OLR) değerlerinin denkleğinin önemi, karbondioksit kaynaklı radyatif zorlama ve albedo radyatif zorlama konuları incelenmiştir.

## TEMEL KAVRAMLAR VE TEORİK GERİ PLAN

Uzay boşluğu gibi vakum ortamlarda enerji iletimi elektromanyetik dalga yayılımı yardımı ile gerçekleşir. Isınan bir cisim vakum ortamında termal ışınım (radyasyon) yolu ile enerjisini elektromanyetik dalga olarak boşlukta yayabilir. Dünya gibi gezegenler yüzey ısısını, yüzey sıcaklığına karşılık gelen dalga boylarında ışınım ile uzay boşluğuna iletirler. Bu dünyanın güneşten gelen enerji ile sürekli ısınmasını ve yüzey sıcaklığının sürekli artışıını önler. Bu konuda iki temel yasa olan Stefan-Boltzmann kanunu ve Wien yer değıştirme kanunu önem kazanır. Ayrıca, termal radyasyon için Kirchhoff kanunu ve Planck yasası gibi temel fizik yasalarının da bilinmesi faydalı olur. Bu bölümde, bu temel ışınım yasalarına kısaca değinilmektedir.

### Stefan-Boltzmann Kanunu

Sıcaklığı mutlak sıfırın (-273.15 °C) üzerindeki her cisim elektromanyetik ışınım yolu enerji transfer eder. Bu tür ısı transferleri termal ışınım (termal radyasyon) yayılımı ile gerçekleşir. Yayılan enerjinin miktarı yüzey sıcaklığına bağlıdır ve siyah cisimler için Stefan-Boltzmann kanunu ile açıklanır. Siyah cisim, dalga boyu ve ışınım yönüne bağlı olmaksızın söz konusu bu cisme gelen bütün radyasyonun tamamını absorbe eden (soğurabilirliği 1 değeriinde) ve termal radyasyonunu her yönde maksimum düzeyde yayabilen ideal bir yüzeydir.

Güneşin merkezinde bir saniyede 564 milyon ton hidrojen 560 milyon ton helyuma dönüşür. Uzaya yayılan ışınım enerjisi, aradaki 4 milyon ton farktan kaynaklanır. Güneşin yüzey sıcaklığının 5500 °C ve çekirdeğinin sıcaklığının ise 15.6 milyon °C olduğu göz önüne alındığında Stefan-Boltzmann kanununa göre güneşin çok yüksek enerji değerlerinde ışınım yaptığı sonucu ortaya çıkmaktadır (Güler ve ark., 2020; Anonim, 2024 r). Stefan-Boltzmann kanunu denklem (1) ile ifade edilir (Öztürk, 2020).

$$E = \sigma T_a^4 \quad (1)$$

Burada E, birim yüzey alanı başına ısıl güç miktarını ( $W/m^2$ ),  $\sigma$ , Stefan-Boltzmann sabitini ( $5.67 \times 10^{-8} W/m^2 K^4$ ), T ise cismin mutlak sıcaklığını (°K) gösterir.

Siyah cismin yaydığı enerji (termal ışınım şiddeti-E) cismin sıcaklığının (T) dördüncü kuvveti ile doğru orantılıdır. Bu daha sıcak cisimlerin daha fazla termal enerji yaydığı anlamına gelmektedir. İdeal siyah cisim varsayımı dışında kalan gerçek malzemeler için yayılan enerji emisyon katsayısı  $\epsilon$  çarpanı ile ( $E = \epsilon \sigma T_a^4$ ) yayılan enerji hesaplanır. Emisyon katsayısı, bir materyalin yüzeyden ışınım yolu ile enerji yayma kabiliyetini ifade eden bir katsayıdır. Genellikle 0 ile 1 arasında bir değer almaktadır. İdeal siyah cisim için emisyon katsayısı, maksimum değeri olan 1 değerini alır. Gerçek malzemeler için emisyon 1'den küçük değerler alır.

*Örnek 1:* Dünyanın ortalama sıcaklığı 15 °C (288.15 °K) olarak kabul edilir. Bu sıcaklığın dünya yüzeyine homojen dağıldığı ve dünyanın düzgün bir küre şeklinde siyah cisim gibi davrandığı varsayılırsa, dünya yüzeyinin tamamından yayılan ısıl güç miktarını hesaplayınız. Dünya yarıçapını 6371 km alınız.

*Çözüm:* 288.15 °K homojen dağılan ortalama yüzey sıcaklığının neden olduğu radyatif zorlama Stefan-Boltzmann kanunu çerçevesinde  $E = \sigma T_a^4 = 5.67 \times 10^{-8} \times (288.15)^4 = 390.89 W/m^2$  hesaplanır.

Düzgün küre formunda dünya varsayımı altında toplam yüzey alanı  $4\pi r^2 = 4\pi(6371000)^2 = 5.1 \times 10^{14} m^2$  elde edilir. Dünyanın, siyah cisim olarak davranması durumunda yayacağı toplam ısıl



güç miktarı  $(5.1 \times 10^{14}) \times 390.89 = 1.99 \times 10^{17} \text{ W}$  olarak hesaplanır. Bu gücün bir kısmı atmosferik pencere tarafından uzaya transfer edilir. Bir kısmı ise atmosfer bileşiminde olan sera gazları nedeni soğurulur ve tekrar dünya yüzeyine termal ışınım yolu ile yayılır.

### Wien yer değiştirme kanunu

Siyah cisimler için elektromanyetik enerji yayılımında sıcaklık ile ışığın dalga boyu arasındaki ilişkiyi açıklayan kanundur. Bu kanuna göre, her cisim sıcaklığa bağlı olarak ışınım yapar. Işınım belli bir bant aralığındadır. Işınımın maksimum olduğu noktadaki dalga boyu  $\lambda_m$ , sıcaklık ile ters orantılıdır. Wien Yer Değiştirme Kanunu denklem (2)'deki gibi ifade edilir (Akpootu1 ve ark., 2020; Öztürk, 2020).

$$\lambda_m = A/T \quad (2)$$

Burada,  $\lambda_m$ , spektral ışınımın maksimum olduğu dalga boyu, A, 2898  $\mu\text{m K}$  (yer değiştirme sabiti) ve T ise sıcaklığı ( $^{\circ}\text{K}$ ) ifade eder.

Denklem (2)'den sıcaklık arttıkça siyah cisim ışınımının maksimum olduğu dalga boyunun azaldığı görülür. Stefan-Boltzman kanunundaki T değeri ile Wien Yer Değiştirme kanunundaki T değeri farklı sıcaklıkları ifade etmektedir. Stefan- Boltzman kanunundaki T değeri, cismin kinetik sıcaklığını gösterirken, Wien Yer Değiştirme kanunundaki T değeri cismin ışınım sıcaklığını göstermektedir (Öztürk, 2020).

*Örnek 2:* Dünyanın ortalama sıcaklığı  $15^{\circ}\text{C}$  ( $288.15^{\circ}\text{K}$ ) olarak kabul edilir. Bu sıcaklığın yaydığı termal radyasyonun tepe değerinin bulunduğu dalga boyunu Wien Yer Değiştirme yasasına göre hesaplayınız.

$$\text{Çözüm: } \lambda_m = A/T = 2898 / 288.15 = 10.05 \mu\text{m}$$

Bu termal radyasyon tepe dalga boyu, dünyadan enerji çıkışı sağlayan 8 ila 14  $\mu\text{m}$  dalga boyları arasında yer alan atmosferik pencerenin ortasına yakın düşer. Böylece, dünya yüzeyinde toplanan güneş enerjisinin atmosferik pencere yardımı ile uzaya transfer edilebilmesi ve dünyanın soğuması sağlanabilmektedir.

### Termal radyasyon için kirchhoff kanunu

Termal radyasyon Kirchhoff kanunu şu durumu ifade eder: Termal radyasyon emilimi ve yayılımı yapan, termodinamik dengede bulunan herhangi bir cisim için yayma kuvveti soğurma katsayısına eşit olur. Bu bakımdan iyi bir soğurucunun iyi bir yayıcı fakat kötü bir yansıtıcı olduğunu matematiksel olarak anlatan bir kanundur (Öztürk, 2020). Belirli bir dalga boyunda güçlü yayıcı olan malzemeler aynı zamanda o dalga boyunda güçlü soğurucudur. Bu durum  $\lambda$  dalga boyunda gelen ışınım için

$$\epsilon_\lambda = \alpha_\lambda \quad (3)$$

ile ifade edilebilir. Burada  $\alpha_\lambda$ ,  $\lambda$  dalga boyunda gelen ışınımın yüzey tarafından emilen kısmı olan soğurma gücüdür.  $\epsilon_\lambda$  ise cismin  $\lambda$  dalga boyunda yayma kuvvetini ifade eden emisyon katsayısıdır (Anonim, 2024 e).

### Planck yasası

Sıcaklığına bağlı olarak her dalga boyunda bir siyah cisim tarafından yayılan radyasyon miktarının hesaplanmasını sağlar. Planck yasası, belirli bir sıcaklıkta termal denge durumunda bulunan bir siyah cisim ışınımının yaydığı elektromanyetik radyasyonu ifade eder.

Herhangi bir yüzeyin sıcaklığı arttıkça, termal ışınım dalga boylarında daha çok enerji yayar. Oda sıcaklığında bulunan bir cisim kızılötesi dalga boyunda termal radyasyon yayar. Cisim sıcaklığı artırıldığı zaman kızılötesi bölgede enerji salınımı artarken, düşük dalga boylarına doğru da enerji

yayılımı artar (Anonim, 2024 b; Anonim, 2024 e). Bu durum, aşağıdaki formül ile yapılan hesaplarda görülebilir.

$$B_{\lambda}(T) = \frac{2hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{\exp\left[\frac{hc}{\lambda k_B T}\right] - 1} \quad (4)$$

Burada  $k_B$  Boltzmann sabiti,  $h$  Planck sabiti,  $c$  ışığın ortamdaki hızı,  $T$  mutlak sıcaklık,  $B_{\lambda}$  spektral emisyon gücünü ifade eden spektral radyanstır (Anonim, 2024 1).

## BULGULAR VE TARTIŞMA

### Dünya Enerji Bütçesi: Gelen Güneş Enerjisi Ve Giden Termal Radyasyon Enerjisi

Dünyanın enerji bütçesi, güneşten dünyaya gelen enerji ile dünyadan uzaya yayılan enerji arasındaki dengeyi ifade eder. Kısa dalga boyu radyasyonunda dünyaya ulaşan güneş enerjisi, dünya tarafından absorbe edilen güneş radyasyonu (ASR) denklem (5)'deki gibi ifade edilir (Anonim, 2024 h; Anonim, 2024 i):

$$ASR = (1 - A) \times I_0 W/m^2 \quad (5)$$

Burada  $A$  parametresi, bond albedosu olarak bilinen dünyanın net albedosunu temsil eder. Dünyanın net albedosunun değerinin gözlemler sonucunda yaklaşık 0.3 civarında olduğu kabul görmüştür (Goode ve ark., 2001; Kraus, 2024). Dünya yüzeyine ulaşan net ışıma miktarı ise  $I_0 = 340 W/m^2$ 'dir. Emilen güneş enerjisi büyük ölçüde ısı enerjisine dönüştürülür ve dünya yüzeyi ve atmosfer katmanları tarafından depolanır. Depolanan ısı enerjisinin bir kısmı kızıl ötesi bölgesinde bulunan atmosferik pencere olarak bilinen düşük absorpsiyon (emilim) bandından termal radyasyon yolu ile uzaya transfer edilir. Atmosferik pencere, atmosferdeki termal radyasyonu absorbe eden bileşenlerin (su buharı ve sera gazları gibi) elektromanyetik dalga spektrumunda 8  $\mu m$  ile 14  $\mu m$  dalga boyları arasındaki bir spektral boşlukta bulunur (Garth W. ve C. Martin R., 1976). Bu pencere atmosfer bileşenlerinin absorpsiyonun çok düşük olduğu bir spektral boşluktur ve 8-14  $\mu m$  dalga boyları aralığında termal ışımasını uzaya iletir. Bu nedenle elektromanyetik spektrumun düşük dalga boyu (kızıl ötesi) bölgesinde bulunan bu aralık (frekans bandı) atmosferik pencere olarak isimlendirilir. Atmosferik pencere içinde yayılım sağlayan termal radyasyon atmosfer tarafından ciddi bir emilime maruz kalmadan uzaya kaçabilmektedir. Enerji denge modelinde bu mekanizma dünyadan enerji çıkışı ve soğumayı sağlayan etkidir (Hori ve ark., 2013).

Troposferin ortası ve yüzeyi için Stefan-Boltzmann kanunu dikkate alındığında, Giden Uzun Dalga Radyasyonu (OLR) yaklaşık olarak denklem (6)'daki gibi ifade edilir (Anonim, 2024 a; Anonim, 2024 i):

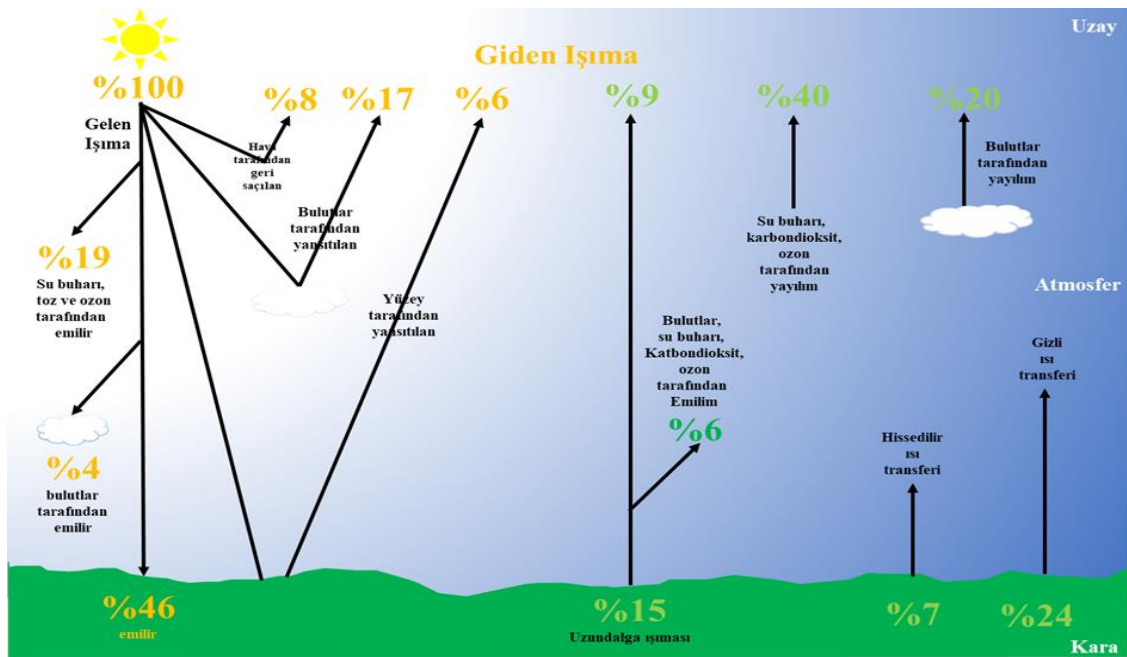
$$OLR \cong \epsilon \sigma T_a^4 + (1 - \epsilon) \sigma T_s^4 \quad (6)$$

Bu tek katmanlı modelde  $\epsilon \sigma T_a^4$  terimi troposferin ortasındaki OLR değerini,  $(1 - \epsilon) \sigma T_s^4$  terimi ise dünya yüzeyindeki OLR değerini ifade eder. Burada,  $\epsilon$  parametresi atmosferin etkin emisyon katsayısını temsil eder. Atmosferdeki sera gazlarının etkisi nedeni ile bu formülde  $\epsilon = 0.78$  değerini alır. Tek katmanlı modelde dünya yüzeyindeki sıcaklık ( $T_s$ ) dünyanın ortalama yüzey sıcaklık değeri olan 288 °K alınır, troposferin ortasındaki sıcaklık ( $T_a$ ) değeri ise 242 °K olarak kabul edilir (Anonim, 2024 a; Anonim, 2024 i).

Dünyanın enerji bütçesi, dünya tarafından absorbe edilen güneş enerjisi (denklem (5)) ve dünyadan uzaya giden kısa dalga boyunda termal radyasyon enerjisinin (denklem (6)) denkliği ile sağlanır. Bu enerji bütçesi (denkliği) oldukça basitleştirilmiş bir denge modeli sağlar. Güneş enerjisi, büyük oranda güneşteki hidrojen atomu çekirdeklerinin helyum atomu çekirdeklerine dönüşümünü sağlayan nükleer füzyonla üretilir ve önemli bir kısmı radyasyon (ışıma) yoluyla uzay boşluğuna

yayılır. Dünya üzerine düşen güneş ışınları, güneşte üretilen toplam enerjinin küçük bir kısmının dünyaya taşınımını sağlar. Bu enerjinin bir kısmı dünya tarafından absorbe edilir ve ısı enerjine dönüşür. Bu etki dünyanın ısınmasına yol açar. Absorbe edilen güneş radyasyonunun ortalama gücü metre kare başına denklem (5) ile modellenmiştir. Dünyanın sıcaklığının bir denge değeri civarında kalabilmesi (ortalama sıcaklık istikrarı) için dünyanın güneşten absorbe ettiği her birim enerjiye denk miktarda enerjiyi uzaya tekrar ışıma yolu ile göndermesi gerekmektedir. Eğer dünyadan uzaya giden enerji, güneşten absorbe edilen enerjiden az olursa dünya ısınır; çok olursa dünya soğur. Basitleştirilmiş enerji denge modeline göre dünya ısıl dengesi gelen ve giden enerjinin denkliği ( $ASR = OLR$ ) ile sağlanabilir (Anonim, 2024 j). Şekil 1, dünyaya güneşten gelen ışımının atmosfer ve dünya yüzeyinde uğradığı yansıma ve emilim olayları ile oranlarını göstermektedir.

Şekil 1’de güneşten dünyaya ulaşan kısa dalga boyunda ışınım enerjisi %100 oranı ile temsil edilmiştir. Bu enerji atmosfer ve yüzeyde gerçekleşen yansıma ve emilim (absorbsiyon) olayları sonucunda paylaşılmaktadır. Yaklaşık oransal dağılımları şekilde gösterilmiştir. Turuncu renkli olanlar güneş ışımasının dağılımlarını, yeşil renkli olanlar karasal ışımanın dağılımını temsil etmektedir. Yüzey tarafından emilen %46 oranında enerji uzun dalga boyu civarı termal ışıma yolu ile tekrar yayılır. Şeklin üst tarafında yer alan giden ışıma bölümündeki enerji oranları toplandığında toplamın 100’ü vermesi ısıl dengenin sağlanması ve enerji bütçesi denkliği anlamına gelir (Anonim, 2024 j). Dünya yüzeyine ulaşan ışınların bir kısmı yansyarak uzaya geri dönerken (albedo etkisi), bir kısmı ise yüzeyde ve atmosferde emilip tekrar termal radyasyon olarak yayılmaktadır. Burada atmosfer içinde termal ışımayı absorbe ederek ısı enerjisini bir süre daha depolayan etken bileşenler atmosfer içerisindeki yeşil sera gazı olarak bilinen moleküllerinin (su buharı, karbondioksit vb.) miktarıdır. Atmosferde bu etken bileşenlerin miktarlarındaki değişimler, dünyanın enerji bütçesinin denkleğini etkileyebilmekte ve iklim değişikliklerine katkıda bulunabilmektedir. Bu gazların absorbsiyon spektrumları atmosferik pencereyi şekillendirir.



Şekil 1. Güneşten Gelen Işımanın Atmosfer ve Dünya Yüzeyinde Uğradığı Yansıma ve Emilim Oranları (Anonim, 2024 m)

Yukarıda denklem (5) ve denklem (6) eşitlikleri ile tanımlanan model “ayrık yüzeyler ve atmosferik katmanlara sahip model” kategorisinde değerlendirilir. Denklem (6) bu kategorinin en

temel modeli olan sıfır-boyutlu bir katmanlı model olarak bilinir (Anonim, 2024 g, Anonim, 2024 t). Daha temel seviyede olan başka bir model “birleşik yüzey ve atmosfere sahip model” olarak bilinmektedir. Dünyanın ışımsal dengesinin çok daha basit bir modeli denklem (7)’de verildiği gibi ifade edilebilir (Anonim, 2024 g; Anonim, 2024 t).

$$(1 - A)S\pi r^2 = 4\pi r^2 \epsilon \sigma T^4 \quad (7)$$

Burada S, güneş sabitini (güneşin dünya yörüngesinde oluşturduğu ışınım gücüdür. Ortalamada değeri  $1367 \text{ W/m}^2$  olarak kabul görür), r, dünyanın yarıçapını (6371 km),  $\sigma$  ise Stefan-Boltzmann sabitini ( $5.67 \times 10^{-8} \text{ W/m}^2 \text{ K}^4$ ) ifade eder. Denklem (7)’nin sol tarafı dünya kesit alanına ( $\pi r^2$ ) düşen güneşten gelen toplam kısa dalga boyunda ışınım gücünü (watt) temsil ederken, sağ tarafı Stefan-Boltzmann yasasına göre hesaplanan, dünya yüzey alanından ( $4\pi r^2$ ) uzaya giden toplam uzun dalga boyunda ışınım gücünü (watt) temsil etmektedir (Anonim, 2024 t).

Denklem (7)’deki  $\pi r^2$  terimi denge durumu için “sıfır boyutlu” bir denklem verecek şekilde tekrar düzenlenebilir. Bu durumda, dünya yarıçap boyutundan bağımsız olarak ifade edilen denklem (8) elde edilir (Anonim, 2024 t). Böylece model sıfır boyutlu bir forma kavuşur.

$$(1 - A)S = 4\epsilon \sigma T^4 \quad (8)$$

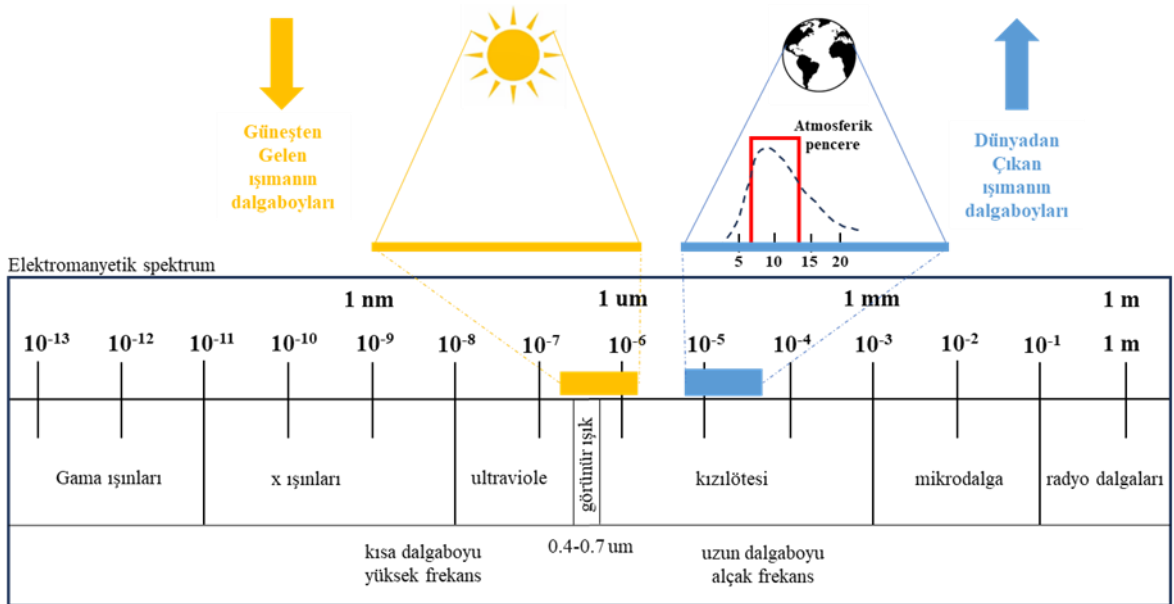
Denklem (8)’in sol tarafı  $\text{W/m}^2$  biriminde güneşten gelen kısa dalga enerji akışını, sağ tarafı ise  $\text{W/m}^2$  biriminde dünyadan çıkan uzun dalga enerji akışını temsil etmektedir. Denklemdaki diğer değişken parametrelerden A, Dünya’nın ortalama albedosudur. Ortalamada 0.3 olarak ölçülmüştür (Anonim, 2001; Goode ve ark., 2001). T, Dünya’nın ortalama yüzey sıcaklığıdır ve 2020 yılı itibarıyla yaklaşık  $288 \text{ K}$  olarak ölçülmüştür. Burada  $\epsilon$ , dünyanın yüzey ve atmosfer birleşik etkin emisyonudur. 0 ile 1 arasında bir değere sahip olur, bu modelde dünyanın enerji dengesi durumu için emisyon katsayısının 0.61 olması gerektiği kabul görür (Anonim, 2024 g).

### Atmosferik pencere (kızılötesi penceresi) ve yeşil sera gazlarının rolü

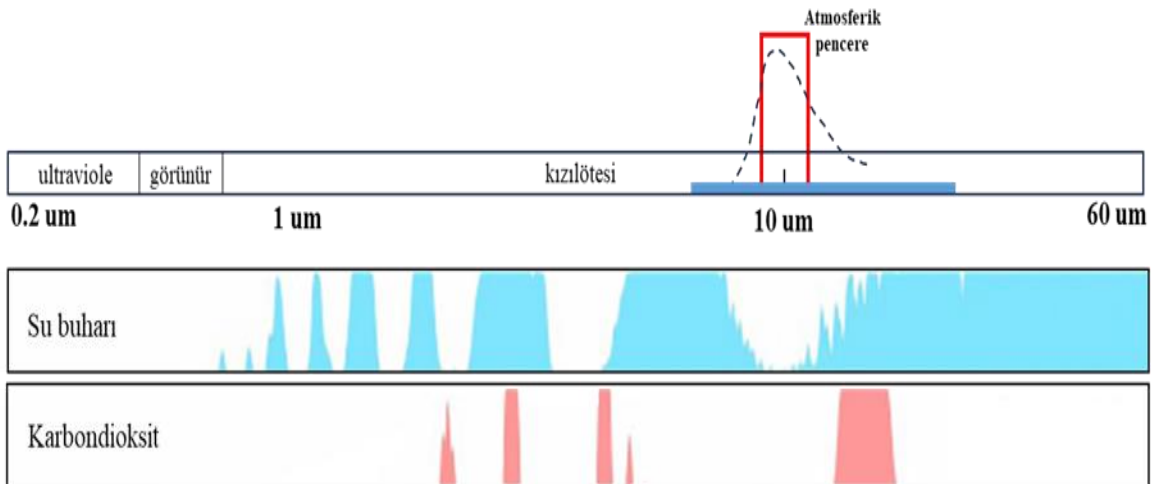
Güneşten gelen elektromanyetik ışımın tüm dalga boyları atmosferde gerçekleşen emilim (absorbsiyon) ve yansıma olayları nedeni ile dünya yüzeyine ulaşmaz. Aynı şekilde ısınan dünya yüzeyinin ve atmosfer katmanlarının yaydığı termal ışımın tüm dalga boyları da uzaya ulaşmaz. Atmosfer içerisinde bulunan su, karbondioksit, ozon ve diğer moleküller ışınım enerjisinin kendi absorpsiyon spektrumlarına denk düşen kısmını emerken diğer dalga boylarının iletimine izin veren spektral boşluklar oluştururlar. Gezegenlerde ışınım enerjisinin pratik olarak absorbe edilemediği ve termal radyasyon enerjisinin büyük oranda transfer edilebildiği spektral dalga boyu bölgelerine “atmosferik pencere” adı verilir. Güneşten dünyaya kısa dalga boyunda iletilen enerjinin nispeten küçük bir kısmı atmosfer tarafından emilirken, ısınan dünya yüzeyi tarafından uzaya gönderilen uzun dalga boyuna sahip termal radyasyon enerjisinin çoğu dünya atmosferi tarafından emilir (Anonim, 2024 p). Atmosfer tarafından emilimin sınırlı olduğu veya neredeyse hiç olmadığı uzun dalga boyu bölgeleri, dünyadan termal radyasyon enerjisinin çıkışı sağlayan pencere işlevi görür ve soğumanın en önemli mekanizmasını teşkil eder. Elektromanyetik spektruma göre güneşten gelen enerji ve dünyadan çıkan enerji ile atmosferik pencerenin temsili gösterimi Şekil 2’deki gibidir.

Güneşten gelen enerji elektromanyetik spektrumun geniş bir frekans aralığını kapsar. Güneş, özellikle görünür ışık bölgesinde yani insan gözü tarafından algılanabilen renklerde ışık üretir. Güneşten gelen enerji atmosferdeki gazlar ve bulutlardan etkilenir, bu durum dünya yüzeyine ulaşan enerji miktarı ve spektrumunu şekillendirir. Güneşten dünya atmosferine ulaşan ortamla ışınım gücü  $1367 \text{ W/m}^2$  olmasına rağmen atmosfer katmanlarını geçerek dünya yüzeyine ulaşan ışınım gücünün ortalama olarak  $340 \text{ W/m}^2$  düştüğü kabul edilir. Dünya yüzeyinden uzaya iletilen enerji ise genellikle

spektrumun kızılötesi bölgesinde uzun dalga boyu termal radyasyon ile gerçekleşir. Dünya tarafından yayılan bu radyasyon, genellikle 8-14  $\mu\text{m}$  dalga boyları arasında yoğunlaşan bir spektral bölgede gerçekleşir. Bu bölge, atmosferik pencereye karşılık gelir ve etkili bir şekilde güneşten alınan enerjinin atmosferik pencereden uzaya dönüşü sağlanarak enerji bütçesi dengelenir. Böylece dünya sıcaklığının ısıl dengede kalması sağlanabilir. (Örnek 2’de dünyanın ortalama sıcaklığı olan 15 °C için yaklaşık 10  $\mu\text{m}$  dalga boyunda tepe değeri olan bir termal ışımaya gerçekleşeceği Wien yer değiştirme kanunu yardımı ile hesaplanmıştı. Bu değer atmosferik pencerenin orta bölgesine denk gelerek termal enerji çıkışını kolaylaştırır). Şekil 3’te bu süreçte en etkin olan atmosfer bileşenlerinden su buharı ve CO<sub>2</sub> gazının absorpsiyon spektrumları ve dünyanın termal radyasyonunun çıkış sağlayabildiği spektral boşluk olan atmosferik pencere görülmektedir. Su buharının çok daha geniş bir spektral bölgede absorpsiyon sağladığı görülür. Bu nedenle su buharı atmosferik pencerenin bant genişliğini belirlemede daha baskın olduğu ve dünyanın ısı tutmasını sağlayan en etkin atmosfer bileşeni olduğu görülür.



Şekil 2. Elektromanyetik Spektruma Göre Güneşten Gelen enerji ve Dünyadan Çıkan Enerji ile Atmosferik Pencere (Anonim, 2024 c;Anonim, 2024 p)



Şekil 3. Elektromanyetik Spektruma Göre Su Buharı ve Karbondioksit Spektrumu (Anonim, 2024 c; Anonim, 2024 p)

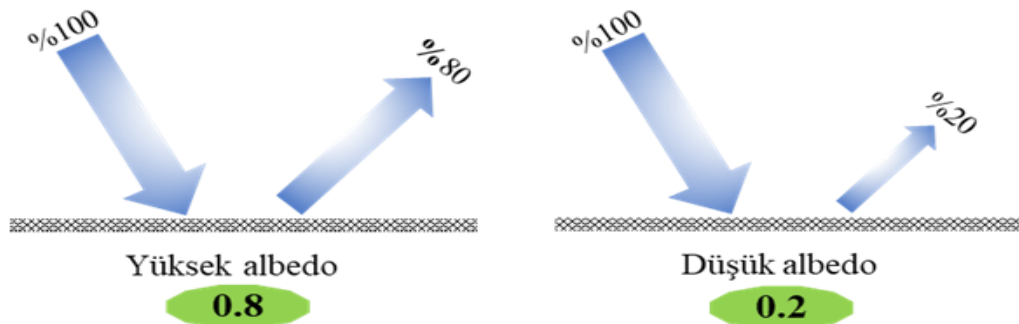
### Albedo etkisi

Güneş tarafından gönderilen ışığın düştüğü yüzeyler tarafından yansıtma kapasitesine albedo (yansıtılabilirlik) denir. Albedo çeşitli faktörlere bağlı olarak değişkenlik gösteren bir özelliktir. Albedoyu etkileyen temel parametreler güneş ışığının geliş açısı, yüzey alanı, yüzeyin rengi, cismin fiziksel yapısı ve kimyasal bileşimidir. Açık renkli yüzeyler, genellikle yüksek albedoya sahiptir. Bu tür yüzeyler, güneşten gelen ışığın büyük bir kısmını yansıtarak atmosfere geri gönderirler. Bu durum özellikle kar, kum veya buz gibi yüzeylerde belirgindir. Diğer taraftan, koyu renkli yüzeyler düşük albedoya sahiptir. Bu yüzeyler güneş ışığını büyük ölçüde absorbe eder, bu da koyu renkli yüzeylerin, açık renkli yüzeylere kıyasla daha çabuk ve daha çok ısınmasına neden olur. Örneğin, asfalt gibi alanlar düşük albedo değerlerine sahiptir. Albedo katsayısı  $A$  ile gösterilir ve  $[0,1]$  aralığında değer alabilir. Üzerine çarpan ışığın tümünü yansıtan cismin albedo değeri 1, üzerine çarpan ışığın tümünü absorbe eden cismin albedo değeri ise 0 olarak kabul edilir (Dolayısıyla  $(1 - A)$  absorpsiyon katsayısı olarak değerlendirilebilir). Dünyanın net albedosu (Bond albedosu) mevsimsel olarak küçük değişimler gösterebilmektedir ancak ortalama olarak 0.31 değeri civarında değiştiği gözlemlenmiştir (Anonim, 2024 c; Goode ve ark., 2001). Bu değer, yeryüzündeki farklı yüzey türlerinin ve iklim bölgelerinin albedo etkilerini dikkate alan ortalama bir değerdir. Bir cisim yüzeyinin albedo etkisini ifade eden albedo katsayısı için denklem (9) kullanılmaktadır.

$$albedo = \frac{\text{nesneden yansıyan enerji}}{\text{nesneye gelen enerji}} \quad (9)$$

Bond albedosu ise soğurma olmaksızın uzaya yansıtılan ışınımın güneşten gelen enerjiye oranı olarak ifade edilir ve ortalamada dünyanın net albedosunu ifade eder.

Şekil 4'te yüksek ve düşük albedo katsayısına sahip yüzeylerin etkisi gösterilmektedir. Yüksek albedo yüzeyinde  $(1 - 0.8) = 0.2$  oranında enerji absorpsiyonu beklenir. Düşük albedoya sahip yüzeyde (sağdaki şekil) ise  $(1 - 0.2) = 0.8$  oranında absorpsiyon gerçekleşir.



Şekil 4. Yüksek ve Alçak Albedo Etkisi (Anonim, 2024 c)

Çizelge 1'de bazı yüzeylere ait albedo değerleri gösterilmektedir.

Çizelge 1. Bazı Yüzeylere Ait Albedo Değerleri (Spångmyr, 2010; Anonim, 2024 s;)

| Yüzey       | Albedo      | Yüzey        | Albedo       |
|-------------|-------------|--------------|--------------|
| Orman       | 0.05 – 0.18 | Tarla        | 0.26         |
| Bataklık    | 0.01        | Çöl          | 0.30         |
| Asfalt      | 0.15        | Beton        | 0.30         |
| Çakıl zemin | 0.18        | Okyanus buzu | 0.050 – 0.70 |
| Çimen       | 0.18 – 0.23 | Alüminyum    | 0.85         |
| Kum         | 0.20        | Temiz kar    | 0.80 – 0.90  |

Denklem (10)'a göre dünyanın enerji bütçesi denkleğinin sağlanabilmesi için gereken bond albedo değeri, denklem (8) ile ifade edilen sıfır boyutlu model yardımı ile

$$A = 1 - \frac{4\epsilon\sigma T^4}{S} \quad (10)$$

elde edilebilir.

*Örnek 3:* 2020 yılı itibarıyla dünyanın yüzey sıcaklığı yaklaşık  $T = 288$  °K olarak ölçülmüştür (Anonim,2024 g). Dünya'nın birleşik yüzey ve atmosferinin etkin emisyonu  $\epsilon = 0.61$  değerinde dünya enerji bütçesinin dengelenmesi için ortalama yüzey albedo (A) değeri hesaplayınız.

*Çözüm:* Denklem (10) yardımı ile dünyanın ısıl dengesi için Bond albedosu değerinin

$$A = 1 - \frac{4 \times 0.61 \times 5.67 \times 10^{-8} \text{W/m}^2 \text{K}^4 \times (288)^4}{1367 \text{ W/m}^2}$$

$A = 0.304$  olması gerektiği görülür. Bu değer gözlemler sonucunda elde edilen yaklaşık 0.3 değeri ile oldukça uyumludur (Goode ve ark., 2001; Anonim, 2024 c).

### Radyatif zorlama

Radyatif zorlama, Hükümetlerarası İklim Değişikliği Paneli (Intergovernmental Panel on Climate Change -IPCC) tarafından belirli iklim faktörlerinin dünya yüzeyine enerji denge durumuna etkilerini modellemek için önerilmiştir. İklim değişimine yol açan faktörler insan faaliyetlerinden kaynaklanabilen faktörler (sera gazı salınımları gibi) ve doğal süreçlerden kaynaklanan faktörler (güneş ışınımındaki değişimler gibi) olmak üzere iki farklı kategoride ele alınabilir. Her bir faktörün 1750'den günümüze kadar olan zaman dilimi için enerji denge durumuna pozitif ve negatif yönde katkısı, radyatif zorlama (kuvvet) kavramı ile metre kare başına güç olarak ifade edilir. Pozitif değerli radyatif zorlama dünya yüzeyinin ısınmasına katkıda bulunan iklim faktörlerinin etkisini modellemek için uygulanırken, negatif değerli radyatif zorlama dünya yüzeyini soğutan faktörlerin etkisini modellemek için kullanılır (Anonim, 2024 n).

Dünyanın enerji bütçesi denkleğinin, ASR ve OLR değerlerinin birbirine eşit olması durumu olduğu önceki bölümlerde açıklanmıştı. Bu durum dünyaya ulaşan ve dünyadan ayrılan enerjilerin eşit olması ve böylece dünyanın enerji rejiminde net bir kazanç veya kaybın olmadığı ısıl denge durumunu ifade etmektedir. Ancak, enerji bütçe denkleğinde küresel ortalama sıcaklığının değişmeden kalabileceği varsayılır. Dengesizlik durumunda ise dünyanın enerji dengesizliği (Earth's Energy Imbalance - EEI) denklem (11)'deki gibi hesaplanır (Anonim, 2024 i).

$$EEI = ASR - OLR \quad (11)$$

EEI'nin pozitif değeri küresel ısınmanın arttığını gösterirken, negatif değeri küresel ısınmanın azaldığını gösterir. Dengesizliğe yol açan faktörlerin sürece katkıları birer radyatif zorlama terimi olarak toplamsal enerji hesabına girer. Böylece, iklimle ilişkileri oldukça çok karmaşık olabilen faktörlerin enerji boyutunda etkileri toplamsal olarak ifade edilerek, önemli bir analiz ve modelleme kolaylığı sağlanır. EEI bileşenleri iklime etki eden faktörlerin (atmosferdeki CO<sub>2</sub> miktarı artışı, albedo değişimi gibi) radyatif zorlama değerlerinin toplamı formunda denklem (12)'deki gibi ifade edilir (Anonim, 2024 i).

$$EEI = \Delta F_{CO_2} + \Delta F_{TSI} + \Delta F_A + \dots \quad (12)$$

Burada  $\Delta F_{CO_2}$  radyatif zorlaması, atmosferdeki CO<sub>2</sub> miktarı değişimlerinin etkilerini modellemek,  $\Delta F_{TSI}$  radyatif zorlaması güneşte doğal olarak gerçekleşen ve dünyaya ulaşan güneş enerjisinde değişimlere yol açan faktörlerin etkilerini modellemek,  $\Delta F_A$  ise dünya Bond albedosundaki değişimlerin etkilerini modellemek için kullanılır.

### Global sıcaklık anomalisi

Bir radyatif zorlama etkisi  $\Delta F_a$  için küresel ortalama denge yüzey sıcaklığının tepkisi  $\Delta T$  ile ifade edilsin. Burada  $\Delta F_a$  değerinde bir radyatif zorlama, ısıl denge değeri sıcaklığından sapmaya yol açan bir zorlama gücünü olsun. Bu zorlama sonucunda küresel ortalama sıcaklıktan sapma miktarı (Kelvin biriminde) küresel sıcaklık anomalisi olarak ifade edilir. Denklem (13) yardımı ile bir radyatif zorlamanın küresel sıcaklık anomalisine etkisi basitçe modellenmiştir (Shine ve ark., 2003).

$$\Delta T \approx \lambda \cdot \Delta F_a \quad (13)$$

Burada,  $\lambda$  katsayısı iklim duyarlılığı parametresidir. Radyatif zorlamanın türüne göre yaklaşık  $0.4 - 12 \text{ }^\circ\text{K (W/m}^2\text{)}^{-1}$  arasında değişen bir değer dağılımına sahiptir.

*Örnek 4:* Radyatif zorlama etkisi  $\Delta F_a = 1 \text{ W/m}^2$  olan iklime etki eden bir faktörün, küresel sıcaklık anomalisine katkısını hesaplayınız. Bu faktör için iklim duyarlılığı katsayısı  $\lambda = 0.5$  olarak belirlenmiştir.

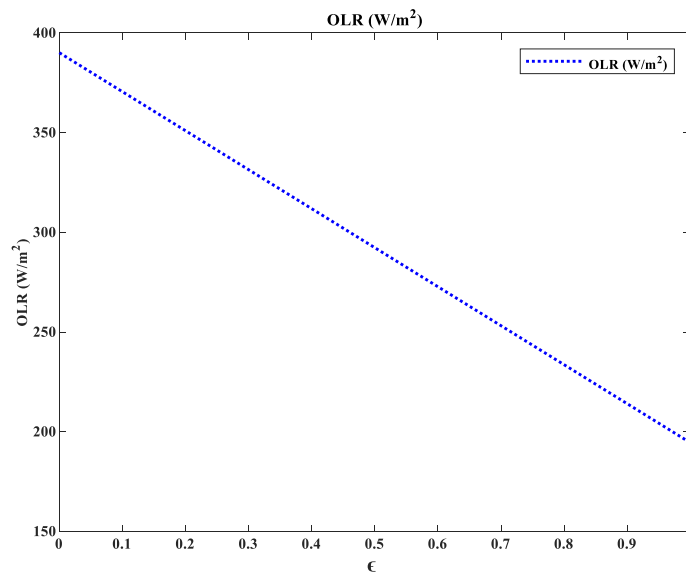
*Çözüm:*  $\Delta T \approx \lambda \cdot \Delta F_a \approx 0.5 \times 1 = 0.5 \text{ }^\circ\text{K}$  olarak küresel sıcaklık anomalisine katkısı hesaplanır.

### ASR ve OLR modelleri ve bazı açıklayıcı analizler

Yukarıdaki açıklamalar çerçevesinde denklem (5) ve denklem (6)'daki ASR ve OLR değerleri hesaplanabilir. A parametresi dünyanın net albedosunu temsil eden bond albedosudur. Değerinin yaklaşık 0.3 olduğu varsayılmaktadır. Buna göre denklem (5) kullanılarak ASR değeri hesaplandığında;

$$\text{ASR} = (1 - 0.3) \times I_0 \cong 238 \text{ W/m}^2$$

olarak elde edilir (Anonim, 2024 i). Denklem (7) kullanılarak atmosferin etkin emisyon katsayısı  $\epsilon$  değerlerinin  $[0,1]$  aralığında değişen değerlerine bağlı olarak OLR değerleri hesaplandığında ise Şekil 5'teki grafik elde edilmektedir. Emisyon katsayısının  $[0,1]$  değişim aralığı içinde, OLR değerlerini neredeyse %50 oranında değiştirebildiği görülebilir. Burada, atmosfer bileşenleri emisyon değerleri, atmosferin etkin emisyon katsayısını belirler. İnsan faaliyetine veya doğal faktörlere bağlı olarak değişebilmektedir. Örneğin sera gazı salınımında artışın etkisi bu parametre ile OLR modeline yansıtılabilir. Enerji dengesinin sağlanması için gereken etkin değer aşağıdaki örnekte bir katmanlı modele göre hesaplanmıştır.



Şekil 5. Etkin Emisyon Katsayısı  $\epsilon$  Değerlerine Karşılık OLR Değerleri



*Örnek 5:* Bond albedosunun ölçülen  $A = 0.3$  değeri ve ASR'nin hesaplanan  $238 \text{ W/m}^2$  değeri için  $\text{ASR} = \text{OLR}$  eşitliğinin sağlanması için atmosferin etkin emisyonunun  $\epsilon$  değerini belirleyiniz.

*Çözüm:* ASR = OLRkoşulunda denklem (7) kullanılırsa,

$$\text{ASR} \cong \epsilon \sigma T_a^4 + (1 - \epsilon) \sigma T_s^4$$

$$\epsilon = \frac{\text{ASR} - \sigma T_s^4}{\sigma T_a^4 - \sigma T_s^4} = \frac{238 - (5.67 \times 10^{-8}) \times (288)^4}{(5.67 \times 10^{-8}) \times (242)^4 - (5.67 \times 10^{-8}) \times (288)^4}$$

$\epsilon \cong 0.78$  elde edilir. Bu değer tek katmanlı modelde, enerji dengesi için gereken emisyon değeridir (Anonim, 2024 i).

### Karbondioksit kaynaklı radyatif zorlama ve bazı açıklayıcı analizler

Karbondioksit ( $\text{CO}_2$ ) için basitleştirilmiş birinci dereceden radyatif zorlama modeli denklem (14) ile ifade edilebilir (Myhre ve ark., 1998; Anonim, 2024 o).

$$\Delta F_{\text{CO}_2} = 5.35 \times \ln \left( \frac{C_0 + \Delta C}{C_0} \right) \text{ (W/m}^2\text{)} \quad (14)$$

Burada  $\Delta C$  değişim konsantrasyonu (ppm biriminde), referans konsantrasyon olan  $C_0$  değerinden (ppm biriminde) sapma miktarıdır. İklim değişikliği araştırmalarında,  $C_0$  referans konsantrasyonu genelde ciddi antropojenik değişikliklerden (insan etkisi sonucu olan değişimlerden) önceki  $\text{CO}_2$  konsantrasyonu alınır ve yaygın olarak sanayi devrimi öncesi 1750 yılında ölçülen 278 ppm konsantrasyon değeri referans olarak kabul görür.

Buna göre, paydaki terim  $C_0 + \Delta C$  değeri mevcut yılın  $\text{CO}_2$  konsantrasyonunu ( $C_{\text{CO}_2}$ ) ifade ederken, paydadaki  $C_0$  değeri referans dönemi göstermektedir. Örneğin 2022 yılındaki  $\text{CO}_2$  değişimine bağlı radyatif zorlama hesabı 2020 yılı referans alınarak yapılmak istenirse  $\Delta C$  değeri  $\Delta C = C_{\text{CO}_2}(2022) - C_0(2020)$  ile belirlenebilir. Buna göre denklem (14)'ün düzenlenmiş bir formu olan

$$\Delta F_{\text{CO}_2} = a \times \ln \left( \frac{C_{\text{CO}_2}}{C_0} \right) \text{ (W/m}^2\text{)} \quad (15)$$

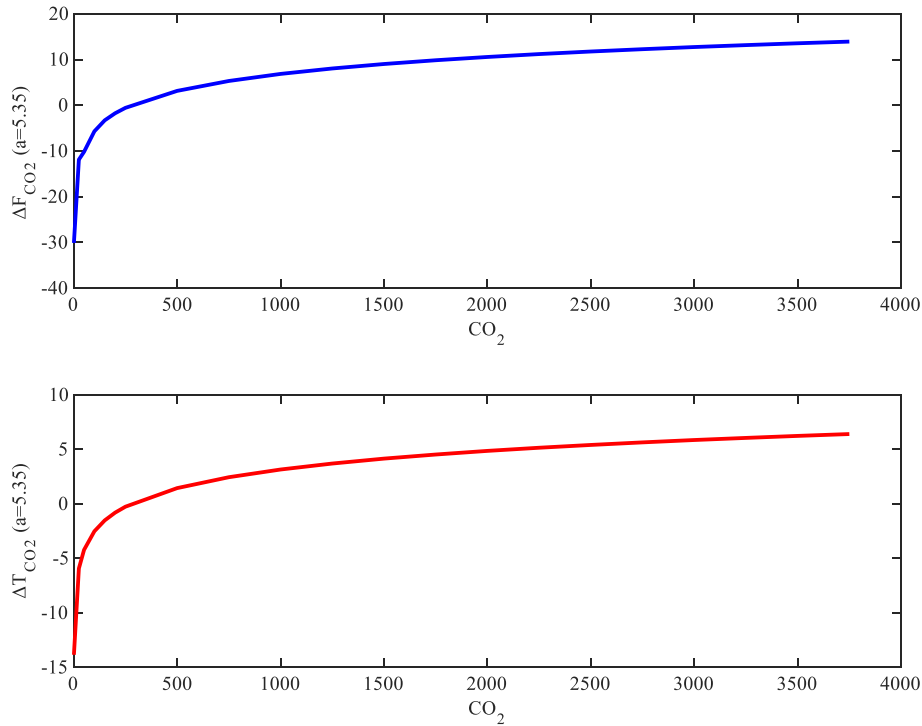
yazılabilir. Buna göre  $a = 5.35$  ve  $C_0 = 278$  (1750 yılı referans değeri) için  $\text{CO}_2$ 'nin farklı konsantrasyon değerleri için radyatif zorlama  $\Delta F_{\text{CO}_2}$ 'nin değişimi denklem (15) yardımı ile hesaplanabilir. Bu zorlamanın global sıcaklık anomalisine katkısını ( $\Delta T_{\text{CO}_2}$ ) incelemek için denklem (13) kullanılabilir. Bu hesaplamalarda elde edilen veriler Çizelge 2 ve Şekil 6'da sunulmuştur. Bu veriler yardımı ile atmosferik  $\text{CO}_2$  konsantrasyonu artışlarının 1750 yılı referans yılındaki koşullara göre ortalama sıcaklık değişimlerine etkisi analiz edilebilir.

### Çizelge2. Atmosferik $\text{CO}_2$ Konsantrasyonu Değişimine Bağlı $\Delta F_{\text{CO}_2}$ Zorlaması ve Global Sıcaklık Anomalisi ( $\Delta T_{\text{CO}_2}$ ) Değerleri

| $a = 5.35$ ve $C_0 = 278, \lambda = 0.46$ |                          |                          |                   |                          |                          |                   |                          |                          |
|---|--------------------------|--------------------------|-------------------|--------------------------|--------------------------|-------------------|--------------------------|--------------------------|
| $C_{\text{CO}_2}$                         | $\Delta F_{\text{CO}_2}$ | $\Delta T_{\text{CO}_2}$ | $C_{\text{CO}_2}$ | $\Delta F_{\text{CO}_2}$ | $\Delta T_{\text{CO}_2}$ | $C_{\text{CO}_2}$ | $\Delta F_{\text{CO}_2}$ | $\Delta T_{\text{CO}_2}$ |
| 1   | -30.11                   | -13.8506                 | 500               | 3.14                     | 1.4444                   | 2250              | 11.19                    | 5.1474                   |
| 25  | -12.89                   | -5.9294                  | 750               | 5.31                     | 2.4426                   | 2500              | 11.75                    | 5.4050                   |
| 50  | -9.18                    | -4.2228                  | 1000              | 6.85                     | 3.1510                   | 2750              | 12.26                    | 5.6396                   |
| 100                                       | -5.47                    | -2.5162                  | 1250              | 8.04                     | 3.6984                   | 3000              | 12.73                    | 5.8558                   |
| 150                                       | -3.30                    | -1.5180                  | 1500              | 9.02                     | 4.1492                   | 3250              | 13.15                    | 6.0490                   |
| 200                                       | -1.76                    | -0.8096                  | 1750              | 9.84                     | 4.5264                   | 3500              | 13.55                    | 6.2330                   |
| 250                                       | -0.57                    | -0.2622                  | 2000              | 10.56                    | 4.8576                   | 3750              | 13.92                    | 6.4032                   |

Çizelge 2'de,  $\text{CO}_2$ 'nin değişimine bağlı olarak radyatif zorlama ( $\Delta F_{\text{CO}_2}$ ) değerinin değişimi incelendiğinde sanayi devrimi seviyesi olan 278 ppm değerine kadar olan  $\text{CO}_2$  değerlerinde negatif  $\Delta F_{\text{CO}_2}$  olduğu gözlemlenebilir. Bu düzeyler ortalama dünya sıcaklığının düşmesi yani soğuma etkisini ifade eder. 278 ppm değerlerden daha yüksek konsantrasyonlarda pozitif değerli radyatif

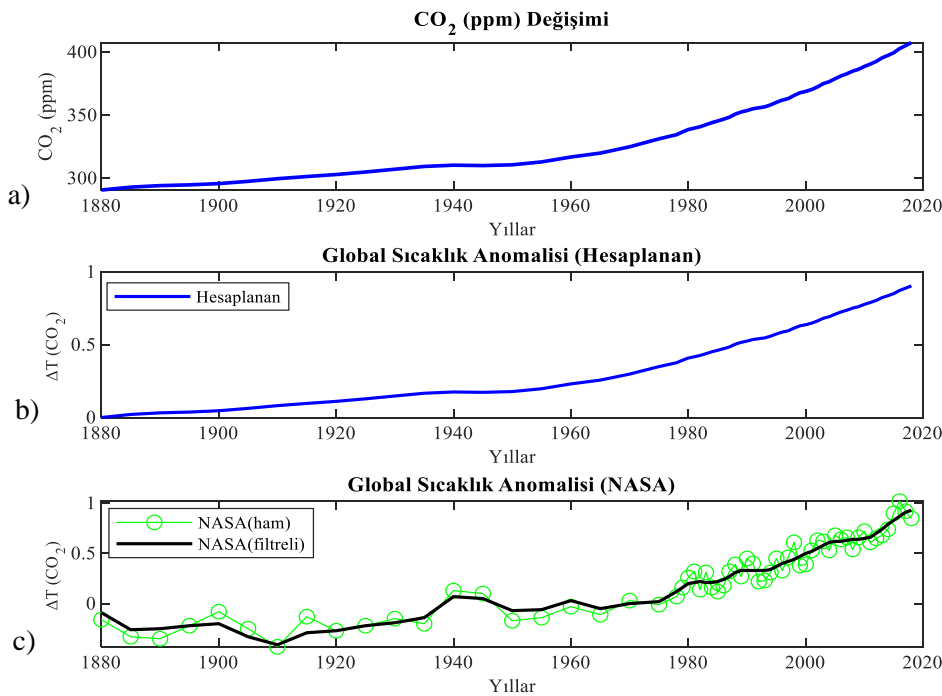
zorlamaya neden olabileceği görülür ( $\Delta F_{CO_2} > 0$ ). Bu değişim sıcaklık anomalisine ( $\Delta T_{CO_2}$ ) pozitif değerlerde etki ederek, global ortalama sıcaklığın artışına neden olacağı öngörülür. Şekil 6'da farklı  $CO_2$  değerleri için oluşan  $\Delta F_{CO_2}$  ve  $\Delta T_{CO_2}$  değerleri görülmektedir. Şekil 6,  $CO_2$  konsantrasyonunun 4000 ppm değerlerine doğru ortalama global sıcaklıkta 5 °C üzerinde artışa yol açabileceği ve iklim değişimleri açısından dünyada yaşam üzerinde oldukça yıkıcı ve radikal değişimlere yol açabileceği öngörülebilir. Atmosfere salınan karbondioksitin kaybolmasının 100 yılı bulabildiği tahmin edilmektedir. Bu açıdan, atmosferde  $CO_2$  birikimi nedeni ile iklim değişim süreçlerinin yıkıcı bir düzeye ulaşmadan önce karbon salınımının azaltılması yönünde tedbirlerin alınmasının gerekliliği anlaşılabilir. Karbon salınımının azaltılması süreçleri yetersiz düzeyde kalırsa, bu çaba birikimin negatif etkilerinin görülmesini sadece geciktirebilir ve biraz zaman kazanılmasını sağlayabilir. Yine de, kazanılan zaman, negatif radyatif zorlamaya yol açabilecek, diğer bir ifade ile dünyanın soğumasına yol açabilecek yeni çözümlerin hayata geçirilebilmesi, dünya sıcaklığının makul seviyelerde tutulması çabaları için kıymetli olabilir. Gelecek bölümde negatif radyatif zorlama etkisi ve iklim kontrolü için albedo etkisi ve uygulamaları incelenecektir.



Şekil 6. Atmosferik  $CO_2$  Konsantrasyon Değerlerine (ppm) Karşılık Gelen  $\Delta F_{CO_2}$  ve  $\Delta T_{CO_2}$  Değerleri

Avrupa Çevre Ajansı verilerine göre 1750 yılından 2018 yılına kadarki  $CO_2$  (ppm) değerleri Şekil 7(a)'daki gibidir. 1750 yılından 2018 yılına  $CO_2$  seviyesi %46.61 oranında artış göstermiştir. Bir önceki yıla göre yüzdelik artışlar incelendiğinde en yüksek artışlar %1.94, %1.56, %1.25 ve %1.00 oranlarında 1975, 1970, 1960 ve 1978 yıllarında gerçekleşmiştir. Bir önceki yıla göre düşüşler ise %0.21, %0.14 ve %0.10 oranlarında 1835, 1840 ve 1945 yıllarında gerçekleşmiştir. Tarihsel süreçte 1750 yılından sonra gelişen endüstriyel faaliyetler ve fosil yakıtların kullanımındaki artış gibi faktörler nedeni ile insana bağlı  $CO_2$  salınımında artış olmuştur. Bu etki atmosferdeki  $CO_2$  konsantrasyonunun artışına neden olmuştur. Bu artış Şekil 7(a)'da sunulan  $CO_2$  seviyesi ölçümlerinde açıkça görülmektedir. Bu artışın yol açtığı pozitif değerli radyatif zorlamanın yakın zamanlı global sıcaklık

artışına önemli bir katkı sağladığı görüşü yaygın kabul görmüştür. Şekil 7(b)'de sıcaklık anomalisine CO<sub>2</sub> seviyesinin katkısı denklem (15) ve denklem (13) yardımı ile hesaplanmış ve çizilmiştir. Bu grafikteki hesaplanan sıcaklık anomalisi trendi, Şekil 7(c)'de NASA tarafından atmosfer gözlemler için yapılan global sıcaklık anomalisi ölçümlerinin trendi ile ana hatları ile uyum gösterebildiği görülebilir. Bu uyum, 1960 sonrası global sıcaklık artışında CO<sub>2</sub> seviyesinin artışının önemli bir etken olduğunu destekler niteliktedir. (NASA'nın sıcaklık anomalisi gözlemleri 1880'li yıllarda başladığı için verilerin karşılaştırılabilir olması amacı ile Şekil 7(b)'de hesaplanan CO<sub>2</sub> bağlı sıcaklık anomalisi, 1880 yılı CO<sub>2</sub> seviyesi referans alınarak (290.7 ppm) ve  $\lambda = 0.5$  için denklem (13) yardımı ile hesaplanmıştır. Şekil 7(c)'de NASA atmosfer gözlemleri için paylaştığı yıllara göre global sıcaklık anomalisi verileri ham ve filtrelenmiş olarak gösterilmiştir.



Şekil 7. Yıllara Göre CO<sub>2</sub> Seviyesi (ppm), Hesaplanan Sıcaklık Anomalisi  $\Delta T_{CO_2}$  ve NASA Sıcaklık Anomalisi Verileri (ham, filtrelenmiş)  $\Delta T_{CO_2}$  Değerleri (Anonim, 2024 d; Anonim, 2024 k)

### Toplam solar ışınım zorlaması, albedo radyatif zorlaması ve bazı açıklayıcı analizler

Toplam Solar Işınım (TSI), tüm dalga boylarını içeren güneş ışınımının yoğunluğudur. Bu değer, dünyanın yıllık ortalama yörünge yarıçapının içinde ve atmosferin dışında yaklaşık olarak 1361 W/m<sup>2</sup> güç yoğunluğuna sahip olduğu varsayılır (Kopp ve Lean, 2011). Ancak bu değer atmosferde gerçekleşen yansıma ve absorpsiyon gibi etkenler nedeni ile dünya yüzeyinin metrekaresi başına küresel ve yıllık ortalama güneş ışınımı miktarı  $I_0 = 340 \text{ W/m}^2$  olarak kabul edilir. ASR denklemi göz önüne alındığında, güneş ışınımında  $\Delta\tau$  maksimum kesirli değişimleri için radyatif zorlama aşağıdaki formda ifade edilebilir.

$$\Delta F_{TSI} = (1 - A) \cdot 340 \cdot \Delta\tau \text{ W/m}^2 \cong 238 \cdot \Delta\tau \text{ W/m}^2 \quad (16)$$

Güneş enerjisindeki yıllık değişim miktarı güneş lekeleri veya diğer bazı astronomik etkenlere bağlı olarak  $\Delta\tau = 0.034$  civarında kabul edilebilmektedir. Aslında bu radyatif zorlama yansımaya enerjinin değişiminden kaynaklanır. Yansıyan enerjinin sağladığı radyatif zorlama negatif değerlidir ve soğuma etkisine yol açar. Burada uzaya yansıtılan enerji, dünyanın bond albedo etkisi (etkin

yansıtıcılık etkisi) ile açıklanır. Dünya'nın bond albedosunun yaklaşık  $A = 0.30$  ortalama küresel değere sahiptir. Bu bağlamda, dünya tarafından absorbe edilen güneş enerjisi denklem (16)'da kullanıldığı gibi  $(1 - A) = 0.7$  olarak kabul görür (Jian ve ark., 2018).

Dünya'nın bond albedosunun sağladığı radyatif zorlama ise

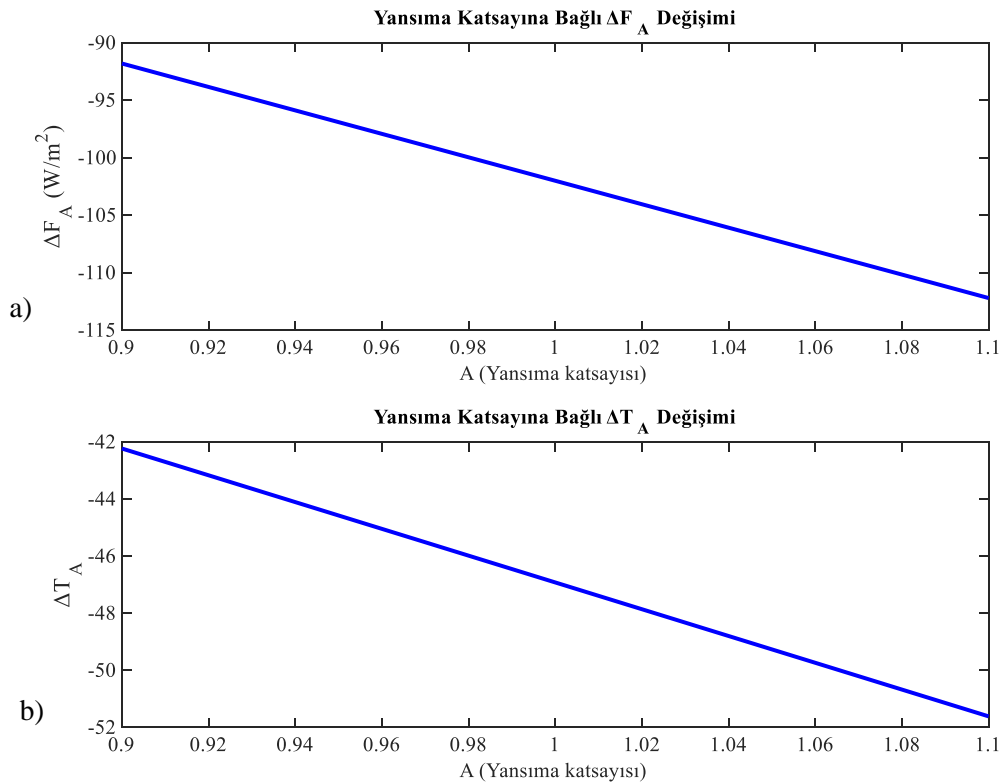
$$\Delta F_A = -A \times 340 \times \Delta \alpha \text{ W/m}^2 \quad (17)$$

ile ifade edilir. Burada  $\Delta \alpha$  bond albedosunda yıllık kesirli değişimini ifade eden çarpandır.  $\Delta \alpha$ 'nın yıllık döngüsünün içinde 10 yıllık gözlemler sonucunda yaklaşık  $\pm 0,07$  aralığında kaldığı görülür (Stephens ve ark., 2015).

Dünyanın bond albedosunun yaklaşık  $A = 0.30$  değeri denklem (17)'de kullanılırsa radyatif zorlama için

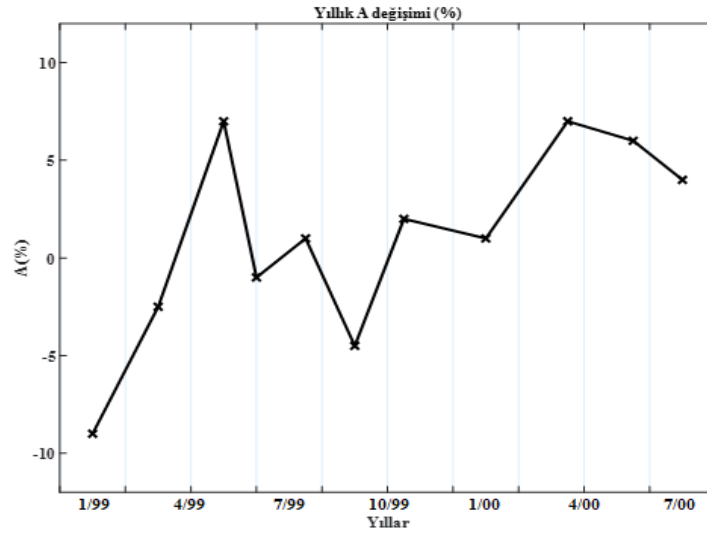
$$\Delta F_A \cong -102 \times \Delta \alpha \text{ W/m}^2 \quad (18)$$

olarak yazılabilir.  $\Delta \alpha$  değerinin 0.9 ile 1.1 aralığındaki değişimi için albedo etkisinin yol açtığı radyatif zorlama değerleri Şekil 8(a)'da görülmektedir. Bu değişim aralığına karşılık global sıcaklık anomalisine etkisi Şekil 8(b)'de denklem (13) yardımı ile tahmin edilmiş ve çizilmiştir. ( $\lambda = 0.46$  alınmıştır.) Bond albedosu soğumaya yol açan bir faktör olduğu için radyatif zorlama negatif değerlidir. Bu grafikler dünya albedosunun ayarlanabilmesi ile negatif zorlama ve soğuma etkisi oluşturulabileceğini gösterir. Bu etkinin iklim kontrolü ve küresel ısınma problemlerinin çözümünde rol oynaması beklenebilir. Bu konuda yapılan araştırma çalışmalarına aşağıda sunulan kısa literatür incelenmesinde değinilmiştir.



Şekil 8. Bond Albedo A Değerine Bağlı Olarak  $\Delta F_A$  ve  $\Delta T_A$  Değişimi

Şekil 9, 1999 yılı Ocak ayından 2000 yılı Temmuz ayına kadar gerçekleştirilen gözlemlerde dünya bond albedosunun aylık bazda  $\pm 10\%$  aralığında değişebildiğini göstermiştir (Goode ve ark., 2001).



Şekil 9. Bond Albedosu A Değerinin  $\pm 10\%$  Aralığındaki Değişimi (Goode ve ark., 2001)

İklim kontrolü ve küresel ısınma problemlerinin çözümünde albedo etkisine dayalı çözümlerin rol oynaması beklenir. Bu konuda dikkate değer bazı araştırma çalışmaları:

Brown vd. tarafından yapılan çalışmada enerji bütçesi ile küresel ısınmanın büyüklüğü arasındaki ilişkiler gösterilmiştir (Brown ve Caldeira, 2017). Dünya enerji bütçesindeki değişimlere iklim sisteminin hangi bileşenlerinin etki ettiği incelenebilmiş ve bu konuda yapılan gözlemler yorumlanabilmiştir (Loeb ve ark., 2018). Diğer bir çalışmada, yüzey albedosunun iyileştirilmesinin küresel ısınma ile mücadele için uygulanabilirliği, Tunus'ta bulunan bir çimento fabrikasının üzerine yüksek yansıtıcı özelliğe sahip yüzey kaplaması uygulamasının etkilerinin incelenmesi ile değerlendirilmiştir. Çalışma sonunda özellikle karbon emisyonuna sebep olan sanayileşmiş ülkelerde tesis çatılarına yüksek yansıtıcı özelliğe sahip yüzey kaplaması uygulamasının önemli derecede fayda sağlayabileceği sonucuna ulaşılmıştır (Cotana ve ark., 2014). Menon vd. yürüttükleri bir çalışmada dünyanın ılıman ve tropik bölgelerinde bulunan kentsel alanlardaki çatıların ve kaldırımların albedosunun 0.1 oranında artırılmasıyla elde edilebilecek radyatif zorlama ve arazi yüzeyi sıcaklığındaki değişimi incelemişlerdir (Menon ve ark., 2010). Jones vd. arazi örtüsü değişikliğinden kaynaklanan (orman ve çalılıklardan mahsul ve otlaklara doğru değişim) radyatif zorlamayı ölçebilmişlerdir (Jones ve ark., 2015).

Hou vd. tarafından yapılan çalışmada hızlı kentleşme sırasında yeşil bitki örtüsü oranı ile albedo arasındaki ilişki ölçülmüştür. Kentsel büyüme ile değişen bitki örtüsünün yüzey yansımaları ve yüzey enerjisini değiştirdiği sonucuna varılmıştır. Bitki örtüsüne bağlı albedo değişimini belirlemek için kullanılan yeşil bitki örtüsü oranı için 0.21 eşik değeri tahmin edilmiştir (Hou ve ark., 2014).

Yang vd. yaptıkları çalışma ile tek bir binadaki enerji yükünden bölgesel hidroklime kadar çeşitli ölçeklerde yansıtıcı malzemelerin çevresel etkilerini incelemişlerdir. Yansıtıcı malzemelerin kullanım oranının bina özellikleri, kentsel çevre, meteorolojik ve coğrafi koşullar gibi bazı faktörlere göre değiştiği belirtilmiştir. Kentsel ısı adası oluşumunun önüne geçmek için yansıtıcı malzeme kullanımının tek başına bir çözüm olamayacağı sonucuna varılmıştır (Yang ve ark., 2015).

Carrer vd. tarafından yapılan çalışmada nadas dönemindeki boş arazilerde örtü bitkilerinin kullanılmasının Avrupa'daki ekim alanlarının yüzey albedosuna olan etkisi araştırılmıştır. Uydu verileri kullanılarak nadas döneminde örtü bitkilerinin kullanılmasının Avrupa'nın %4.17'sinde albedoyu artıracığı sonucuna ulaşılmıştır. Ayrıca, örtü bitkisinin 3 aydan daha uzun süre muhafaza

edilmesi durumunda albedonun artabileceği, sulama yapılmaması durumunda ise albedonun azalabileceği sonucuna ulaşılmıştır (Carrer ve ark., 2018).

Zhu vd. tarafından yapılan çalışma ile kurak alanlardaki otlak ekosistemlerin albedoya etkileri incelenmiştir. Sonuçlar için uydu verileri kullanılmıştır. Mevsim boyunca albedoyu etkileyen başlıca faktörlerin bitki örtüsünün yeşilliği ve yüzey toprağının hacimsel su içeriği olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, bitki örtüsünün yeşilliği ve hacimsel su içeriğindeki değişikliklerin CO<sub>2</sub> eşdeğerinde 0.004 ila 0.113 kg CO<sub>2</sub> m<sup>-2</sup> yıl<sup>-1</sup> aralığında olacağı tahmin edilmiştir (Zhu ve ark., 2024).

Weihls vd. tarafından yapılan çalışmada bir dağ bölgesinde kar yapımının albedo ve yerel radyatif zorlama üzerindeki etkisi incelenmiştir. Avusturya'daki Saalbach-Hinterglemm kayak alanında incelemeler yapılmıştır. 3 boyutlu ışımsal transfer modelini kullanılmıştır. Simülasyonlarda güneş zenit açısı için bulutsuz koşullarda 0.61 ile 0.62, bulutlu koşullarda 0.64 ile 0.65 arasındaki kar albedo değerleri kullanılmıştır. Kayak pistleriyle ilgili olarak -7 ile -35 W/m<sup>2</sup> arasında bir ışımsal zorlama elde edilmiştir. Kar oluşumunun sadece Mart ve Nisan aylarında albedoda değişikliğe neden olduğu sonucuna varılmıştır. Albedodaki artış Nisan ayında 0.10 civarında, Mart ayında ise 0.02'nin altında olmuştur. Bu değerlerin ise sırasıyla -12 W/m<sup>2</sup> ve -1.5 W/m<sup>2</sup> civarında ışımsal zorlamaya sebep olduğu ölçülmüştür (Weihls ve ark., 2021).

## SONUÇ

Küresel ısınmanın negatif etkileri günümüzde görülmeye başlanmış ve iklim kontrolü konusunda araştırma ve geliştirme çalışmalarına olan ihtiyaç artmıştır. Bu çalışma, önemi ve etkileri giderek artan küresel ısınma ve iklim değişimi konusuna yeni başlayan ve bazı temel kavramların farkına varmak isteyen okuyucular için eğitsel bir kaynak (tutorial) ve başlangıç dokümanı olması amacı ile hazırlanmıştır. Bu amaçla hazırlanmış yeterince Türkçe kaynak bulunmadığı fark edilmiştir.

İklim modelleri; iklim değişimi, iklim değişimine etki eden faktörlerin analizi ve iklim değişimi etkilerinin değerlendirilmesi için önemli araçlar sunar. Elde edilen gözlem verilerinin yorumlanması ve trendlerin tahmini için iklim modellerine dayalı analizler yapılması gerekmektedir. Bu inceleme çalışmasında, ortalama global sıcaklığa etki eden global faktörleri basitçe modellemeyen ve verileri değerlendirmeye imkan sağlayan enerji denge modeli incelenmiştir. Bu kapsamda, dünya enerji bütçesi ve enerji dengesi, etki eden faktörlerin radyatif zorlamaları, atmosferik pencere gibi temel kavramlar ilişkili oldukları fiziksel mekanizmaları ile açıklanmaya çalışılmıştır.

## Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

## Yazar Katkısı

Yazar katkılarına uygun olarak yazar sıralaması kapak sayfasında yazılmıştır.

## KAYNAKLAR

- Akpootul, D.O., Nnaemeka, O.C., Fagbemi, S.A., Iliyasu, M.I., Onwubuya, I.O., Salifu S.I. ve Garba, M. (2020). A Comparative Study on Estimation of the Earth's Albedo and Its Variation with other Meteorological Parameters between two Tropical Stations in Nigeria. *International Journal of Advances in Scientific Research and Engineering*, 6(2).
- Anonim. (2001). 'Scientists Watch Dark Side of the Moon to Monitor Earth's Climate', *American Geophysical Union*. 17 April.

- Anonim. (2024 a). ACS Climate Science Toolkit - Atmospheric Warming - A Single-Layer Atmosphere Model. American Chemical Society. URL: <https://climatescienceteaching.org/tool/single-layer-atmosphere-model> (Erişim tarihi: 21 Nisan, 2024).
- Anonim. (2024 b). Kızılötesi: Isıtma kanunları. URL: <https://www.ceramicx.com/tr/information/support/why-infrared-laws-of-infrared-heating/> (Erişim tarihi: 4 Temmuz, 2024).
- Anonim. (2024 c). Albedo Etkisi Nedir? URL: <https://bilimgenc.tubitak.gov.tr/makale/albedo-nedir> (Erişim tarihi: 21 Nisan, 2024).
- Anonim. (2024 d). Atmospheric Concentration of Carbondioxide. URL: <https://www.eea.europa.eu/data-and-maps/daviz/atmospheric-concentration-of-carbon-dioxide-5/download.table> (Erişim tarihi: 21 Nisan, 2024).
- Anonim. (2024 e). Radiation Laws. URL: <https://mmg.atm.ucdavis.edu/wp-content/uploads/2014/11/radiation.pdf> (Erişim tarihi: 4 Temmuz, 2024).
- Anonim. (2024 f). Clear-Sky Atmospheric Transmission. URL: <https://twitter.com/RARohde/status/1196762005136392192> (Erişim tarihi: 21 Nisan, 2024).
- Anonim. (2024 g). One-Layer Energy Balance Model. PennState College of Earth and Mineral Sciences, Department of Meteorology and Atmospheric Science. URL: <https://www.e-education.psu.edu/meteo469/node/198> (Erişim tarihi: 4 Temmuz, 2024).
- Anonim. (2024 h). Earth's Energy Budget. URL: <https://myasadata.larc.nasa.gov/basic-page/earths-energy-budget> (Erişim tarihi: 21 Nisan, 2024).
- Anonim. (2024 i). Earth's Energy Budget. URL: [https://en.wikipedia.org/wiki/Earth%27s\\_energy\\_budget](https://en.wikipedia.org/wiki/Earth%27s_energy_budget) (Erişim tarihi: 21 Nisan, 2024).
- Anonim. (2024 j). Earth Energy Budget. URL: <https://socratic.org/questions/what-is-described-by-the-earth-s-energy-budget> (Erişim tarihi: 21 Nisan, 2024).
- Anonim. (2024 k). Global Mean Estimates based on Land and Ocean Data. URL: [https://data.giss.nasa.gov/gistemp/graphs/graph\\_data/Global\\_Mean\\_Estimates\\_based\\_on\\_Land\\_and\\_Ocean\\_Data/graph.txt](https://data.giss.nasa.gov/gistemp/graphs/graph_data/Global_Mean_Estimates_based_on_Land_and_Ocean_Data/graph.txt) (Erişim tarihi: 21 Nisan, 2024).
- Anonim. (2024 l). Planck yasası. URL: [https://tr.wikipedia.org/wiki/Planck\\_yasas%C4%B1](https://tr.wikipedia.org/wiki/Planck_yasas%C4%B1) (Erişim tarihi: 4 Temmuz, 2024).
- Anonim. (2024 m). Planetary Energy Balance. URL: <https://www.ei.lehigh.edu/learners/cc/planetary/planetary1.html> (Erişim tarihi: 21 Nisan, 2024).
- Anonim. (2024 n). Radiative Forcing. URL: <https://www.britannica.com/science/radiative-forcing> (Erişim tarihi: 21 Nisan, 2024).
- Anonim. (2024 o). Radiative Forcing. URL: [https://en.wikipedia.org/wiki/Radiative\\_forcing](https://en.wikipedia.org/wiki/Radiative_forcing) (Erişim tarihi: 21 Nisan, 2024).
- Anonim. (2024 p). The Atmospheric Window. URL: <https://www.noaa.gov/jetstream/satellites/absorb> (Erişim tarihi: 21 Nisan, 2024).
- Anonim. (2024 r). What is the greenhouse effect?. URL: <https://science.nasa.gov/climate-change/faq/what-is-the-greenhouse-effect/> (Erişim tarihi: 21 Nisan, 2024).
- Anonim. (2024 s). Yansıtılabilirlik. URL: <https://tr.wikipedia.org/wiki/Yansıtılabilirlik> (Erişim tarihi: 21 Nisan, 2024).
- Anonim. (2024 t). Climate model. URL: [https://en.wikipedia.org/wiki/Climate\\_model](https://en.wikipedia.org/wiki/Climate_model) (Erişim tarihi: 14 Haziran, 2024).
- Brown, P.T. ve Caldeira, K. (2017). Greater future global warming inferred from Earth's recent energy budget. *Nature*, 552 (7683), 45–50.
- Carrer, D., Pique, G., Ferlicoq, M., Ceamanos, X. ve Ceschia, E. (2018). What is the potential of cropland albedo management in the fight against global warming? A case study based on the use of cover crops. *Environmental Research Letters*, 13(4).

- Cotana, F., Rossi, F., Filipponi, M., Coccia, V., Pisello, A.L., Bonamente, E., Petrozzi, A. ve Cavalaglio G. (2014). Albedo control as an effective strategy to tackle Global Warming: A case study. *Applied Energy*, 130, 641–647.
- Garth W.P. ve C. Martin R.P. (1976). *Radiative Processes in Meteorology and Climatology*. Elsevier, ISBN 0-444-41444-4.
- Goode, P.R., Qiu, J., Yurchyshyn, V., Hickey, J., Chu, M.C., Kolbe, E., Brown, C.T. ve Koonin S.E. (2001). Earthshine observations of the earth's reflectance. *Geophysical Research Letters*, 28(9), 1671–1674.
- Güler, A.G., Şakirali, E. ve Alakour, A. (2020). Fotovoltaik Panellerde Isı Transfer Analizi. Karabük Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi.
- Hori, M., Aoki, T., Tanikawa, T., Hachikubo, A., Sugiura, K., Kuchiki, K. ve Niwano, M. (2013). Modeling angular-dependent spectral emissivity of snow and ice in the thermal infrared atmospheric window. *Applied Optics*, 52(30), 7243.
- Hou, M., Hu, Y. ve He, Y. (2014). Modifications in vegetation cover and surface albedo during rapid urbanization: a case study from South China. *Environmental Earth Sciences*, 72(5), 1659–1666.
- Jian, B., Li, J., Wang, G., He, Y., Han, Y., Zhang, M. ve Huang, J. (2018). The Impacts of Atmospheric and Surface Parameters on Long-Term Variations in the Planetary Albedo. *Journal of Climate*, 8705–8718.
- Jones, A.D., Calvin, K.V., Collins, W.D. ve Edmonds, J. (2015). Accounting for radiative forcing from albedo change in future global land-use scenarios', *Climatic Change*, 131(4), 691–703.
- Kopp, G. ve Lean, J.L. (2011). A new, lower value of total solar irradiance: Evidence and climate significance. *Geophysical Research Letters*, 38(1). 1–7.
- Kraus, S.F. (2024). *Astronomical Methods and the Terrestrial Climate: An Estimation of the Earth's Albedo Based on Self-Obtained Data*. *Physics Education Today. Challenges in Physics Education*. Springer, p.149-159.
- Loeb, N.G., Thorsen T.J., Norris, J.R., Wang, H. ve Su, W. (2018). Changes in Earth's energy budget during and after the "Pause" in global warming: An observational perspective. *Climate*, 6(3).
- Menon, S., Akbari, H., Mahanama, S., Sednev, I. ve Levinson, R. (2010). Radiative forcing and temperature response to changes in urban albedos and associated CO2 offsets', *Environmental Research Letters*, 5(1), 1–11.
- Myhre, G., Highwood, E.J., Shine, K.P. ve Stordal, F. (1998). New estimates of radiative forcing due to well mixed greenhouse gases. *Geophysical Research Letters*, 25(14), 2715–2718.
- Öztürk, D. (2020) *Uzaktan Algılamanın Temel Esasları, Uzaktan Algılama İle Veri Elde Edilmesi Ders Notları, Spektral Etkileşim. Samsun. URL: https://avys.omu.edu.tr/storage/app/public/dozturk/71478/dozturk\_ua\_ders2.pptx* (Erişim tarihi: 21 Nisan, 2024).
- Shine, K.P., Cook, J., Highwood, E.J. ve Joshi, M.M. (2003). An alternative to radiative forcing for estimating the relative importance of climate change mechanisms, *Geophysical Research Letters*, 30(20), 1–4.
- Spångmyr, M. (2010). Global effects of albedo change due to urbanization. Department of Earth and Ecosystem Sciences. Division of Physical Geography and Ecosystems Analysis, Lund University, Lund, Sweden.
- Stephens, G.L., O'Brien, D., Webster, P.J., Pilewski, P., Kato, S. ve Li, J.L. (2015). The albedo of earth. *Reviews of Geophysics*, 53(1), 141–163.
- Weih, P., Laimighofer, J., Formayer, H. ve Olf, M. (2021). Influence of snowmaking on albedo and local radiative forcing in an alpine area. *Atmospheric Research*, 255(January), 105448.
- Yang, J., Wang, Z.-H. ve Kaloush, K. E. (2015). Environmental impacts of reflective materials: Is high albedo a "silver bullet" for mitigating urban heat island? *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 47, 830–843.
- Zhu, Q., Chen, J., Wu, L., Huang, Y., Shao, C., Dong, G., Xu, Z. ve Li, X. (2024). Changes in albedo and its radiative forcing of grasslands in East Asia drylands. *Ecological Processes* 13(17), 1–15.



**To Cite:** Arslan Madak, S. S., Teber, A. & Topkaya, R. (2024). Ultra-thin Polarization Converter Using Single Layer Metasurface for X-, Ku-, and K-Band Applications. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1094-1110.

### Ultra-thin Polarization Converter Using Single Layer Metasurface for X-, Ku-, and K-Band Applications

Seher Şeyma ARSLAN MADAK<sup>1</sup>, Ahmet TEBER<sup>2\*</sup>, Ramazan TOPKAYA<sup>1</sup>

#### Highlights:

- Ultra-thin, broadband, single layer linear to circular and linear to linear polarization converter is designed.
- Polarization conversion ratio is achieved more than 90% from 12.57-19.30GHz.
- The suggested polarization converter can be relatively applied with beam scanning antennas.

#### ABSTRACT:

In this article, an ultrathin ( $\lambda_0/14.9$ ), single layer, reflective type polarization converter for either linear-to-circular (LP-to-CP) or linear-to-linear (LP-to-LP) polarization conversion is reported. It has been demonstrated to achieve the LP-to-CP conversion at two separate frequency bands, including 11.52-11.84GHz and 19.83-20.01GHz. The circular polarization type is specified as a right-hand circular polarization (RHCP) for the first band and a left-hand circular polarization (LHCP) for the second band. In both of frequency bands, the metasurface structure reveals highly efficient features. Besides that, the metasurface structure exhibits highly efficient features within 3-dB bandwidths of 10.29-12.58GHz and 19.32-20.50GHz. Crucial parameters of polarization conversion such as ellipticity, axial ratio, and  $|E_{co}|/|E_{cross}|$  are confirmed to be in good agreement with another one. The metasurface structure's angular stability up to 20° oblique incidence angles makes it useful for beam scanning antennas. CST Microwave Studio program is utilized to carry out extensive simulations. This presented study offers a low cost, relatively high-performance, ultrathin polarization converter capable of linear-to-linear and circular polarization conversion in the X-, Ku-, and K-bands.

#### Keywords:

- Circular Polarization
- Linear Polarization
- Metasurface
- Polarization converter

<sup>1</sup> Seher Şeyma ARSLAN MADAK ([Orcid ID: 0009-0009-5795-8221](https://orcid.org/0009-0009-5795-8221)), Ramazan TOPKAYA ([Orcid ID: 0000-0002-5376-0199](https://orcid.org/0000-0002-5376-0199)), İğdır University, Faculty of Engineering, Department of Electrical and Electronics Engineering, İğdır, Türkiye

<sup>2</sup> Ahmet TEBER ([Orcid ID: 0000-0002-7361-2302](https://orcid.org/0000-0002-7361-2302)), Bayburt University, Vocational School of Technical Sciences, Department of Electricity and Energy, Bayburt, Türkiye

\*Corresponding Author: Ahmet TEBER, e-mail: ahmetteber @bayburt.edu.tr

This study was produced from Seher Şeyma ARSLAN MADAK's Master's thesis.

## INTRODUCTION

Metamaterials have revealed unique EM properties not found in materials in nature, not naturally available for uses such as invisible cloaking, negative refractive index, holograms, suppression of electromagnetic interference (EMI) from PCB heatsink (Urul et al., 2022), and advanced lenses (Itoh & Caloz, 2005; Chen et al., 2016; Nama et al., 2021). Recently, the concept of metasurface, which are two-dimensional expressions of metamaterials, has been introduced for a variety of applications, including microwave absorbers (Gosh et al., 2014), filters (Shi et al., 2018), phase shifters (Antoniades et al., 2003), and applications in higher frequency regions.

Metasurface structures have been garnered significant interest from researchers, recently due to their ability to manipulate the polarization of electromagnetic (EM) waves. This wave manipulation is highly sought after for applications in wireless communication, radar detection, stealth, astrogation, and antenna design. Polarization conversion using metasurface designs has been achieved through anisotropy, including the birefringent effect or chirality with optical activity (Mutlu et al., 2011; Zhang et al., 2016; Zheng et al., 2018).

Both transmissive and reflective type polarization conversion techniques are available in the literature. Transmissive type metasurfaces have recently been investigated for LP-to-CP polarization conversion using chirality. On the one hand, it has also been reported that a reflective type double-layer metasurface structure with a lossless dielectric substrate shows LP-to-CP polarization conversion throughout a wide frequency band (Balanis, 2005). Additionally, anisotropy is more effectively used in reflecting type metasurface-polarization converter. The incoming EM wave interacts with the metasurface, which modifies the incoming wave's phase and causes a polarization alteration (Ma et al., 2014). Reflective type metasurfaces for LP-to-LP polarization conversion have been proposed (Bhattacharyya et al., 2017; Guo et al., 2021; Zheng et al., 2018). However, in adverse weather conditions, and to address phasing and polarization mismatch issues, circularly polarized (CP) waves are preferable to linear polarized (LP) ones. (Zhang et al., 2019).

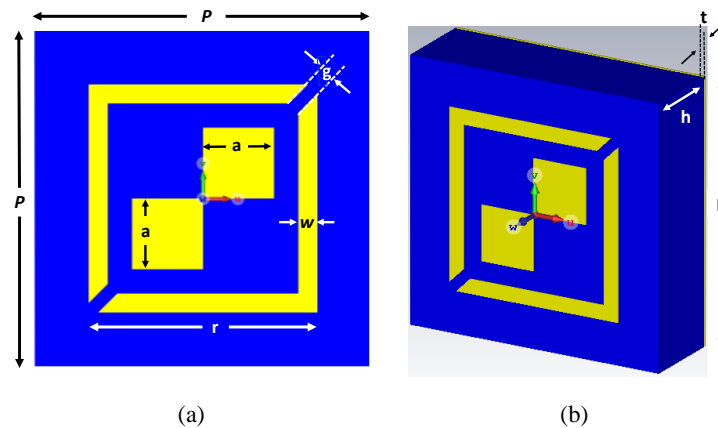
This paper achieves a reflective-type polarization converter capable of LP-to-CP and LP-to-LP polarization conversion, operating in the X-, Ku-, and K-bands. The suggested polarization converter (SPC) has the properties of being facile, easy-to-implement, ultrathin, single-layer, and multi-functional. The performance and operating principle of the suggested polarization converter are thoroughly investigated. We achieved LP-to-LP conversion with an efficiency above 90% in the frequency range of 12.57GHz-19.30GHz, and an efficiency above 97% in frequencies between 12.90GHz and 19.00GHz. Additionally, LP-to-CP conversion is realized as right-handed circular polarization (RHCP) and left-handed circular polarization (LHCP) in frequencies between 11.52-11.84GHz and 19.83-20.01GHz, respectively. Ellipticity, axial ratio (AR), and  $|E_{co}|/|E_{cross}|$  parameters were examined, which are critical in determining polarization transformation. It was concluded that LP-to-CP was achieved with a significant agreement between these parameters. The high efficiency of the presented polarization converter was tested by observing the efficiency at AR values close to or below 1dB. The bandwidth of the proposed polarization converter under 3dB was observed to be wide, covering 10.29GHz-12.58GHz and 19.32GHz-20.50GHz. Meanwhile, the bandwidth of the proposed polarization converter ranges from 11.52GHz to 11.84GHz under AR=1.12dB, and from 19.83GHz to 20.01GHz at AR=1.46dB. The suggested polarization conversion device can be utilized for military radar applications and other possible uses, such as facilitating the switching between uplink and downlink polarization states for wireless communication in space.

## MATERIALS AND METHODS

The materials, designation parameters, and stages of the presented polarization converter are detailed. First, the materials and design procedure are provided, followed by the proposed methodology underlying the polarization conversion.

### Materials and Design Procedure

The symmetric unit cell structure of the polarization converter, which consists of four stages, contains a single layer of copper (pure)-FR4 substrate-copper (pure) configuration where FR4 is a composite material consisting of a flame resistant (self-extinguishing) glass-reinforced epoxy resin binder and a woven fiberglass fabric. FR4 thickness is chosen as  $h=1.6\text{mm}$  ( $=0.067\lambda_0$  where  $\lambda_0$  is the wavelength based on the lower frequency of microwave absorption). In the created unit cell, copper is also used on top and bottom layers, with a thickness of 35 microns and a conductivity of  $\sigma=5.96 \times 10^7 \text{S/m}$  as a metallic layer. The bottom surface is entirely covered by the pure copper.



**Figure 1.** The SPC with design parameters (a) frontal view and (b) perspective view

As is well known, comprehensive optimization of geometric parameters, such as substrate thickness, size, and shape, is necessary to achieve the optimal configuration with acceptable absorption capabilities. In our design, two identical square shapes were created. In addition, a rectangular block in diagonal position (rotated by degrees) were subtracted from the created square ring structure. After these processes, three metallic surfaces were combined. Finally, the PC structure was created (Figure 1). Table 1 contains a list of the design parameters.

**Table 1.** Best-performing polarization converter design parameters for polarization conversion (in mm)

| <b>a</b> | <b>g</b> | <b>h</b> | <b>P</b> | <b>r</b> | <b>W</b> | <b>t</b> |
|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1.05     | 0.2      | 1.6      | 5        | 2.4      | 0.6      | 0.035    |

Meanwhile, the best results of polarization conversion were obtained by performing simulations at different stages (from Stage 1 to Stage 4) as illustrated in Figure 2. The plotted polarization conversion ratio and reflection coefficients for each stage are going to be discussed in the Results and Discussion section.

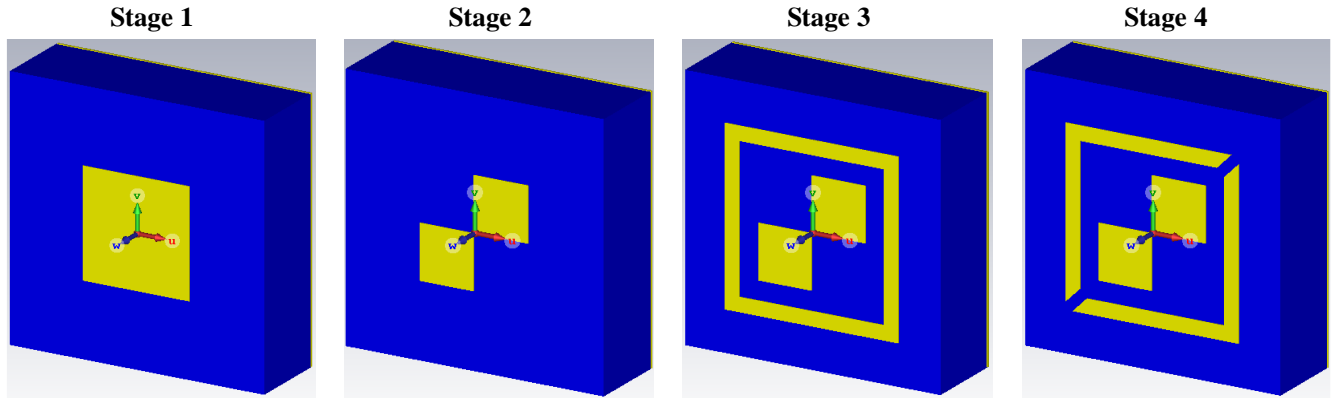


Figure 2. Design stages of the SPC

### Mechanism of Polarization Conversion

In order to best (or better) polarization conversion, the optimal design is achieved by optimizing various parameters, as outlined in a parametrical investigation. The effectiveness of polarization conversion is quantified by the parameter of polarization conversion ratio (PCR), defined as follows (Khan et al., 2019; Mao et al., 2017):

$$PCR = \frac{|R_{xy}|^2}{|R_{xy}|^2 + |R_{yy}|^2} \quad (1)$$

where  $R_{xy}$  and  $R_{yy}$  represent the magnitude of reflection coefficients (RCs) in the  $x$ - and  $y$ -directions, indicating S-parameters, simultaneously.

$$R_{xy} = \frac{|E_{rx}|}{|E_{iy}|} \text{ and } R_{yy} = \frac{|E_{ry}|}{|E_{iy}|} \quad (2)$$

These parameters of  $R_{xy}$  and  $R_{yy}$  are expressed as the cross-polarization RC, and co-polarization RC, respectively whereas  $E$  implies electric field,  $i$  presents the incident EM wave and  $r$  presents the reflected wave. Due to the diagonal symmetry of the proposed design, the magnitude and phase of the cross- and co-polarized reflection waves are similar when the incident wave is along  $x$ - and  $y$ -axis. Namely, the reflection coefficients of the reflected wave field,  $E_r$  for  $x$ -polarized incoming electric field are written for cross- and co-polarized components as given below:

$$r_{yx} = \frac{|E_{ry}|}{|E_{ix}|} \text{ and } r_{xx} = \frac{|E_{rx}|}{|E_{ix}|} \quad (3)$$

From this perspective, the most effective evaluation of a circular polarization converter's ability to maintain circular polarization is through the polarization-maintaining ratio (PMR). When a right-handed circular polarization (RHCP) is present in the reflected wave, the PMR can be explained as following formula (Ahmad et al., 2022):

$$PMR = \frac{|r_{++}|^2}{|r_{++}|^2 + |r_{-+}|^2} \quad (4)$$

where positive notation (+) signifies that the reflected wave is a RHCP, while negative notation (-) denotes a left-handed circular polarization (LHCP). When the PMR is written for LHCP, + and - subscripts are flipped. For the co- and cross-polarized field components of the reflected waves from the metasurface, the co-polarized reflected wave has the same polarization with the incoming wave,

where the cross-polarized reflected wave has polarization as orthogonal component of incoming wave polarization.

The Jones reflection coefficient matrix  $R$  (Coskun et al., 2022) in Cartesian coordinates is mathematically employed to analyze co- and cross-polarizations. Here, we refrain from providing the details of the analysis of co- and cross-polarizations to avoid repetition. It is essential to determine the type of circular polarization (RHCP or LHCP) if it is confirmed that circular polarization is occurring. In such cases, ellipticity is derived from the Stokes parameters, which is the crucial parameter in determining the type of polarization converter.

$$e = \frac{2|R_{xy}||R_{yy}|\sin\Delta\varphi}{|R_{xy}|^2 + |R_{yy}|^2} \quad (5)$$

where  $\Delta\varphi = \varphi_{yy} - \varphi_{xy}$  is the phase difference between co- and cross- reflection polarizations ( $\varphi_{yy}$  and  $\varphi_{xy}$ , respectively.) Based on ellipticity parameter ( $e$ ),  $e$  can be  $\pm 1$ . When  $e=+1$  in the condition of  $|R_{xy}| = |R_{yy}|$  and  $\Delta\varphi = +90 + 2k\pi$ , we make sure that the reflected wave has right-handed circular polarization. When  $e= -1$  in the condition of  $|R_{xy}| = |R_{yy}|$  and  $\Delta\varphi = -90 + 2k\pi$ , it is ensured that the reflected wave has a left-handed circular polarization. Here,  $k$  is an integer value for both circumstance.

The  $|E_{co}|/|E_{cross}|$  parameter, which is defined as  $|R_{yy}|/|R_{xy}|$  determines the circular polarization converter's bandwidth besides the ellipticity parameter. When the unity value is obtained from this ratio, the ellipticity parameter of  $e$  becomes  $\pm 1$ , referring to the  $\sin\Delta\varphi$  term in Equation 4. The efficiency of a circular polarization converter is predictable when the  $|E_{co}|/|E_{cross}|$  parameter are in the range of 0.85-1.15 interval. The phase difference should be in this range from  $n90^\circ \pm 5^\circ$ , where  $n$  is an odd number. Therefore, the bandwidth of polarization converter is obtained by using this interval.

Another crucial parameter to observe the efficiency of the polarization converter is an axial ratio (AR) in dB scale (Xu et al., 2018). It measures a converter ability for circular polarization for the  $y$ - and  $x$ -polarized wave. The AR reaches 0dB in the condition of  $\Delta\varphi = \pm 90 + 2k\pi$  and  $|R_{xy}| = |R_{yy}|$ . Then, it can be said that the reflected wave has circular polarization. In the literature, 3dB is taken as a reference point to observe the efficiency of the polarization converter. However, a polarization converter can be high performance features when the AR reaches 1dB and/or under 1dB.

$$AR = \sqrt{\frac{|R_{xy}|^2 + |R_{yy}|^2 + \sqrt{\tau}}{|R_{xy}|^2 + |R_{yy}|^2 - \sqrt{\tau}}} \quad (6)$$

$$\tau = |R_{xy}|^4 + |R_{yy}|^4 + 2|R_{xy}|^2|R_{yy}|^2 \cos(2\Delta\varphi) \quad (7)$$

## RESULTS AND DISCUSSION

The parameters and analysis results obtained from simulation are examined in categories within this section.

Reflection Coefficients and Polarization Conversion Ratio Based on Design Stages

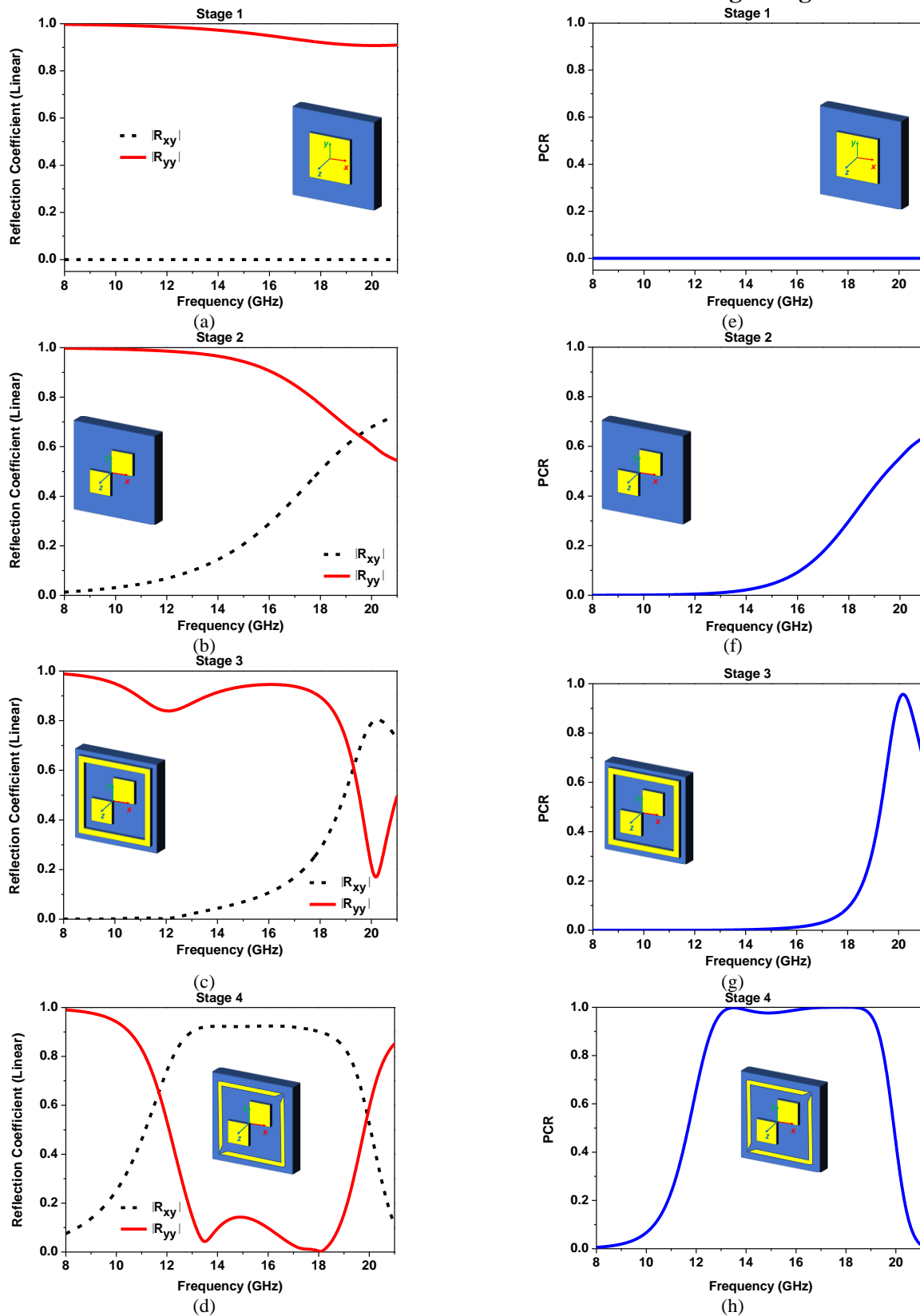


Figure 3. According to the design stages (a-d) Magnitudes of reflection coefficients (e-h) PCR curves

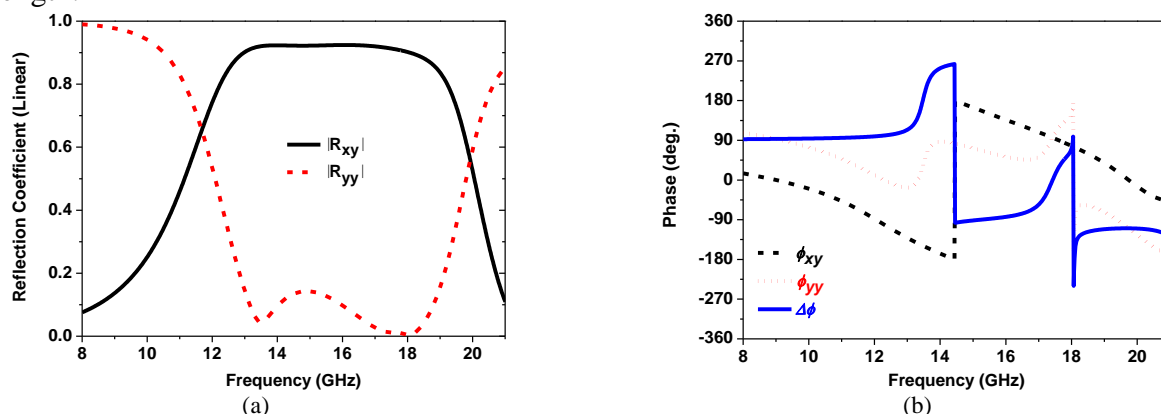
According to the design stages, the impact of architectural changes on the magnitude of the RCs and PCR is examined in Figure 3. The proposed design as shown in Figure 1, is briefly created by following the necessary steps outlined in the geometry given in Figure 3d. Figure 3a-d represent the

magnitude of the reflection coefficients for each stage in detail, while Figure 3e-h exhibit the PCR curves for comparison.

Stage 1 consists of a square layout with a dimension of 2.4 mm centered at the origin. As depicted in Figure 3a, no polarization conversion was observed within the focused frequency region. The structure in the second stage was obtained with creating identical square plates with a length of 1.05mm. Although a single point where the amplitudes of the reflection coefficients were equal occurred above 18GHz, the PCR value was found to be below 0.65. Consequently, no acceptable polarization transformation was achieved at this design stage either (Figure 3b). A square ring of 2.4mm was formed around the structure in the second stage. Thus, the third stage was created to analyze PCR (Figure 3c). Although polarization transformation was achieved in the narrow band in the third stage according to the analysis results, this result is not sufficient for the purpose of this study. A rectangular block in a diagonal position (rotation angle  $45^0$ ) was removed from the square ring structure formed, and the last stage structure (Stage 4) was formed in Figure 3d. Based on PCR curve, the reasonable polarization conversion is achieved in the frequency range investigated.

### Magnitude and Phase Analysis of Co- and Cross-Polarized Reflection Coefficients

During the simulations using CST Microwave Studio program, the reflection coefficients and phase data are obtained when utilizing the tetrahedral meshing. This type of meshing is carried out in the specified frequency range by automatically choosing the number of meshing cells per unit wavelength.



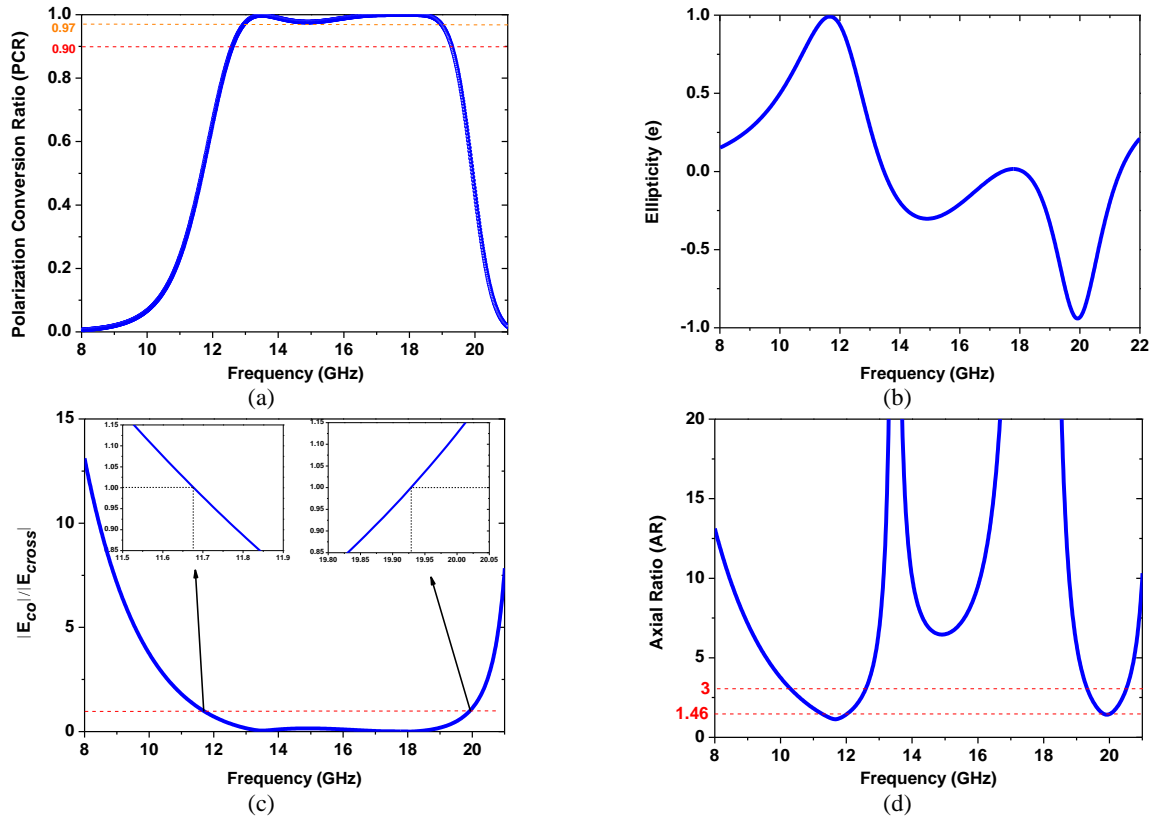
**Figure 4.** (a) The magnitude ( $|R_{xy}|$  and  $|R_{yy}|$ ) and (b) Phases and phase difference of co- and cross-polarized RCs of the SPC

The magnitude of RCs for y-polarized wave and their phases, including phase difference are plotted as shown in Figure 4. The magnitude of co-polarization coefficient  $|R_{yy}|$  is below 0.14, while cross-polarized RC  $|R_{xy}|$  is above 0.85 between 12.57GHz and 19.30GHz (Figure 4a). It is also observed that the condition of  $|R_{xy}| = |R_{yy}|$  occurs at 11.65 GHz with the magnitude of 0.65, while the condition of  $|R_{xy}| = |R_{yy}|$  occurs again at 19.91GHz with the magnitude of 0.55. The phase differences above are approximately  $+90^0$  and  $-90^0$  corresponding to the frequency values (Figure 4b). The fact that the phase differences are collapsed at  $\pm 90$  degrees indicates that the linear polarized wave turns into circular polarized when reflected.

### Polarization Conversion Analysis with Crucial Parameters

The background on polarization conversion was provided in Materials and Method Section. As well known, polarization conversion can be obtained at different combinations such as LP-to-LP, LP-to-CP, CP-to-CP. From Figure 5a, the PCR is obtained above 90% in the frequency range of

12.57GHz-19.30GHz, while it is determined to be above 97% in the specified frequency range of 12.9GHz-19.0GHz. The results indicate that LP-to-LP conversion is achieved in this frequency range.



**Figure 5.** The suggested polarization converter crucial parameters: (a) PCR, (b) ellipticity, e, (c)  $|E_{co}|/|E_{cross}|$ , and (d) axial ratio, AR in dB

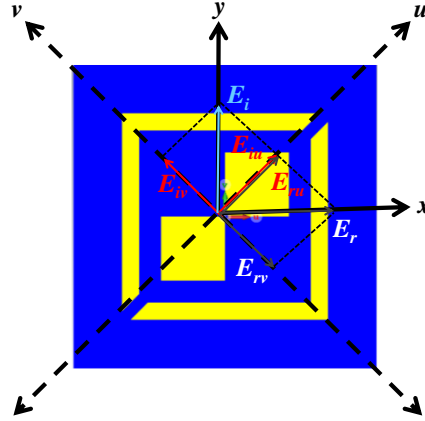
Based on the background, the ellipticity (e) in Figure 5b is calculated using reflection coefficients to understand the type of circular polarization, whether RHCP and/or LHCP. Additionally,  $|E_{co}|/|E_{cross}|$  is calculated and plotted to confirm the points of RHCP and/or LHCP in Figure 5c. According to the Figure 5b, the ellipticity,  $e=+1$  at 11.68GHz and  $e=-1$  at 19.92GHz when  $|R_{xy}| = |R_{yy}|$ . These results indicate that the suggested polarization converter performed as an RHCP at 11.67GHz and an LHCP at 19.92GHz. To ensure the ellipticity index results,  $|E_{co}|/|E_{cross}|$  is plotted. When the ratio of the magnitude of the co-and cross-polarized reflected fields equals the unity value, it becomes an evidence of RHCP and/or LHCP as mentioned in the Materials and Method Section. In the range of 0.85-1.15 of  $|E_{co}|/|E_{cross}|$ , the bandwidth (BW) of the SPC can be determined for LP-to-CP conversion. As a result, LP-to-CP conversion as an RHCP occurs between 11.52GHz and 11.84GHz, while LP-to-CP conversion as an LHCP is determined between 19.83GHz-20.01GHz. It should be noted that the frequency points obtained from ellipticity values are the central points of the frequency interval obtained from  $|E_{co}|/|E_{cross}|$ .

In addition, the axial ratio in dB (AR) is examined to observe the efficiency of the SPC in Figure 5d. It is typically considered below 3dB to determine the operating BW of the circular polarization in the literature. However, it is preferable to observe the efficiency of the polarization converter at AR values close to or below 1dB. This is crucial for determining whether the polarization converter is highly efficient. Under 3dB, the bandwidth of the suggested polarization converter is between 10.29GHz-12.58GHz and between 19.32GHz-20.50GHz. Meanwhile, the bandwidth of the suggested polarization converter changes between 11.52GHz-11.84GHz under an AR of 1.12dB, while it changes



between 19.83GHz-20.01GHz under an AR of 1.46dB. These results correspond with  $|E_{co}|/|E_{cross}|$  as predicted.

The operation principle of suggested polarization converter is examined with the illustration in Figure 6.



**Figure 6.** The operation principle of suggested polarization converter, including orthogonal components

The following expressions can use to specify the incoming and reflected waves. Assuming that incoming EM wave ( $E_i$ ) is directed along  $y$ -direction, the orthogonal components of ( $u$ - and  $v$ -) are inclined to  $y$ -axis with the rotation angle  $45^\circ$  and  $-45^\circ$ , respectively. Thus, the incoming ( $E_i$ ) and the reflected ( $E_r$ ) EM waves can be written (Khan et al., 2019) as follows:

$$E_i = \hat{y}E_i = \hat{u}E_{iu} + \hat{v}E_{iv} \quad (8)$$

$$E_r = \hat{u}E_{ru} + \hat{v}E_{rv} = \hat{u}r_u E_{iu} + \hat{v}r_v E_{iv} \quad (9)$$

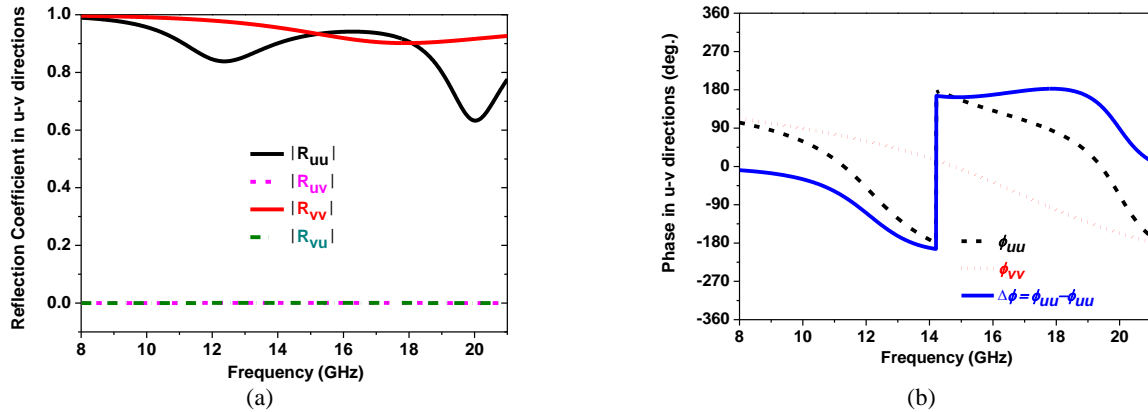
where  $\hat{u}$ - and  $\hat{v}$ - components are the unit vectors, while  $r_u$  and  $r_v$  are the complex reflection coefficients in the  $u$ - and  $v$ -directions, respectively. When  $E_r$  is rewritten as an extended form as follows (Khan et al., 2019):

$$E_r = \hat{u}(r_{uu}E_{iu}e^{i\varphi_{uu}} + r_{uv}E_{iv}e^{i\varphi_{uv}}) + \hat{v}(r_{vv}E_{iv}e^{i\varphi_{vv}} + r_{vu}E_{iu}e^{i\varphi_{vu}}) \quad (10)$$

where  $r_{uu}$ ,  $r_{uv}$ , and  $r_{vv}$ ,  $r_{vu}$  are the magnitude of co- and cross-reflection coefficients, while  $\varphi_{uu}$ ,  $\varphi_{uv}$  and  $\varphi_{vv}$ ,  $\varphi_{vu}$  are the phases of co- and cross-reflection coefficients in the  $u$ - and  $v$ -directions, respectively.

When  $|r_{uu}| = |r_{vv}| \approx 1$ ,  $|r_{uv}| = |r_{vu}| \approx 0$ , and  $\Delta\varphi = \varphi_{uu} - \varphi_{vv} = \pm 180^\circ + 2k\pi$ , ( $k$  is an integer) (Nguyen et a., 2021), the synthetic fields of  $E_{ru}$  and  $E_{rv}$  would become in the  $x$ -direction. Thus, the incoming polarized wave rotates  $90^\circ$ , resulting in CP conversion. LP-to-CP conversion can be attained if  $\Delta\varphi = \varphi_{uu} - \varphi_{vv} = \pm 90^\circ + 2k\pi$  ( $k$  is an integer). It should be noted that the values where the magnitudes of the  $R_{uu}$  and  $R_{vv}$  are above 0.8 are sufficient to meet the condition. In addition, for the LP-to-LP converter's circumstances, it is stated that  $|r_{uu}| = |r_{vv}| \approx 1$  and  $\Delta\varphi = \varphi_{uu} - \varphi_{vv} = \pm 180^\circ$ . An LP-to-LP conversion is then verified. From this perspective, the magnitude and the phase of the RCs of the orthogonal components for the normal incidence angle are simulated to assess the property of the suggested converter. Figure 7 is plotted to show the variation of simulated  $u$ - and  $v$ - axis reflection coefficients of  $|r_{uu}|$  and  $|r_{vv}|$ , respectively, as a function of frequency.

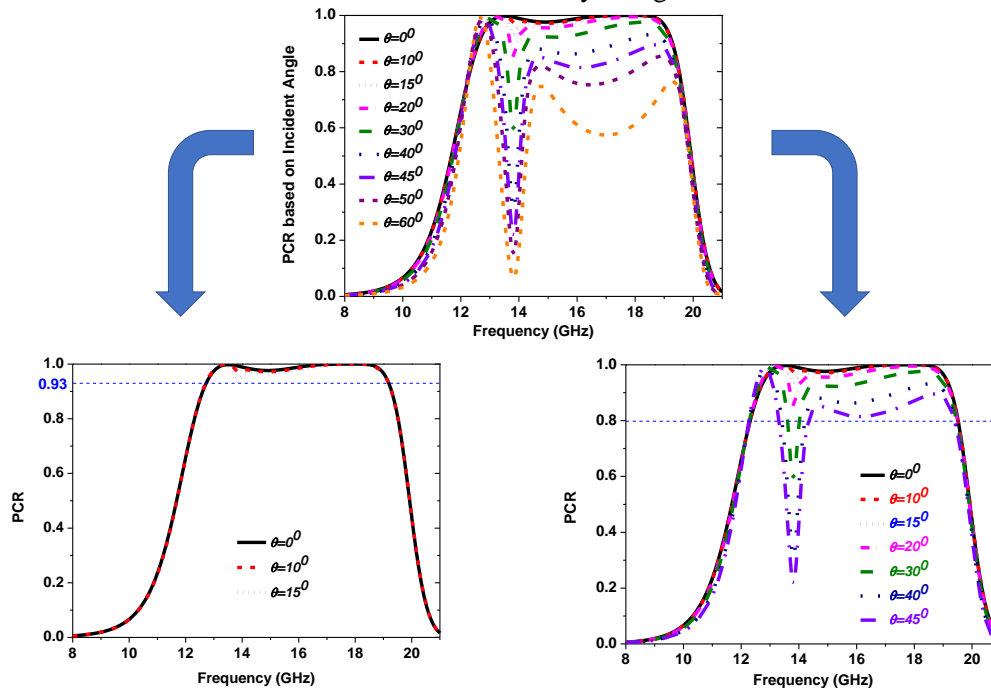
From Figure 7a,  $|r_{uu}|$  and  $|r_{vv}|$  are at least 0.8 in all frequency bands, except 18.99GHz-21.00 GHz. Figure 7b shows the  $\phi_{uu}$ ,  $\phi_{vv}$ , and the  $\Delta\phi = \phi_{uu} - \phi_{vv}$  along the frequency in the  $u$ - and  $v$ - axis. It can be seen from Figure 7b that  $\phi_{uu}$  has an acute phase change at frequencies of around 14.20GHz. There is no any acute phase change for  $\phi_{vv}$  at investigated frequency range. Also, the phase difference of  $\phi_{uu}-\phi_{vv}$  about  $\pm 180^\circ$  along 12.57-19.30GHz. It means that the LP-to-LP conversion is verified. For the region where RHCP occurs, LP-to-CP is achieved in the frequency range of 11.52-11.84GHz when the phase difference is about  $-90^\circ$ . The other LP-to-CP conversion where LHCP occurs is obtained in the frequency range of 19.83-20.01GHz when the phase difference is about  $+90^\circ$ . All results exhibit that the suggested converter operates as LP and CP converter.



**Figure 7.** (a) The magnitude and (b) phase of reflection coefficients on the simulated  $u$ - and  $v$ -axis under normal incidence

### Polarization Conversion Ratio Based on Oblique Incidence Angle

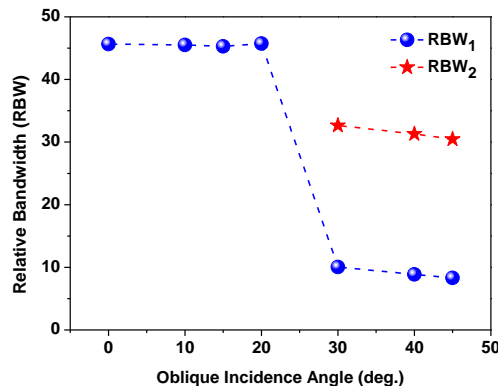
When designing any polarization converter, it is crucial to observe the variation of the PCR based on oblique incidence angle for practical applications. The PCR can be maintained above 0.84 in the frequency range from 12.38 to 19.44 GHz with the incidence angle up to  $20^\circ$  (Figure 8). Above  $20^\circ$ , the LP-to-LP conversion exhibits a two-band conversion from the broadly elongated distribution.



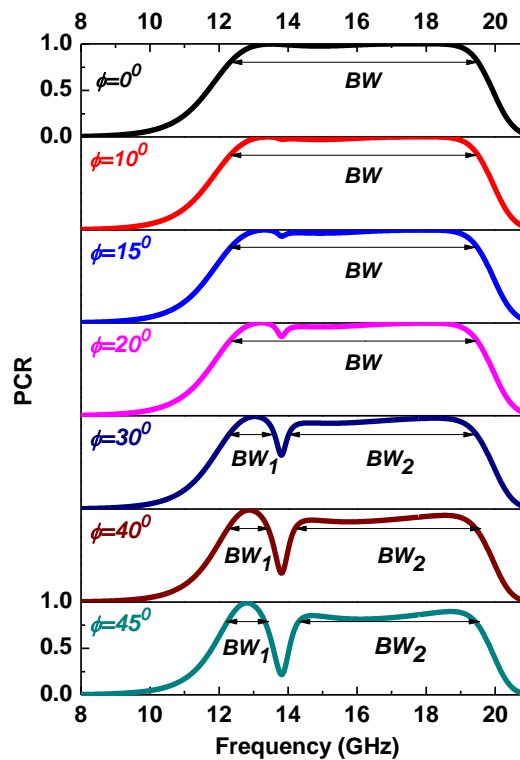
**Figure 8.** Polarization conversion ratios (PCRs) based on oblique incidence angle, including close view

Based on oblique incidence angle, the PCR observations, with an investigation of the distributions of the bandwidth, are plotted using the magnitude of co- and cross-polarized RCs in

Figure 9 and Figure 10. Specifically, the detailed exhibition of the bandwidth changes is shown in Figure 9, while the distribution of the band widths is shown in Figure 10.



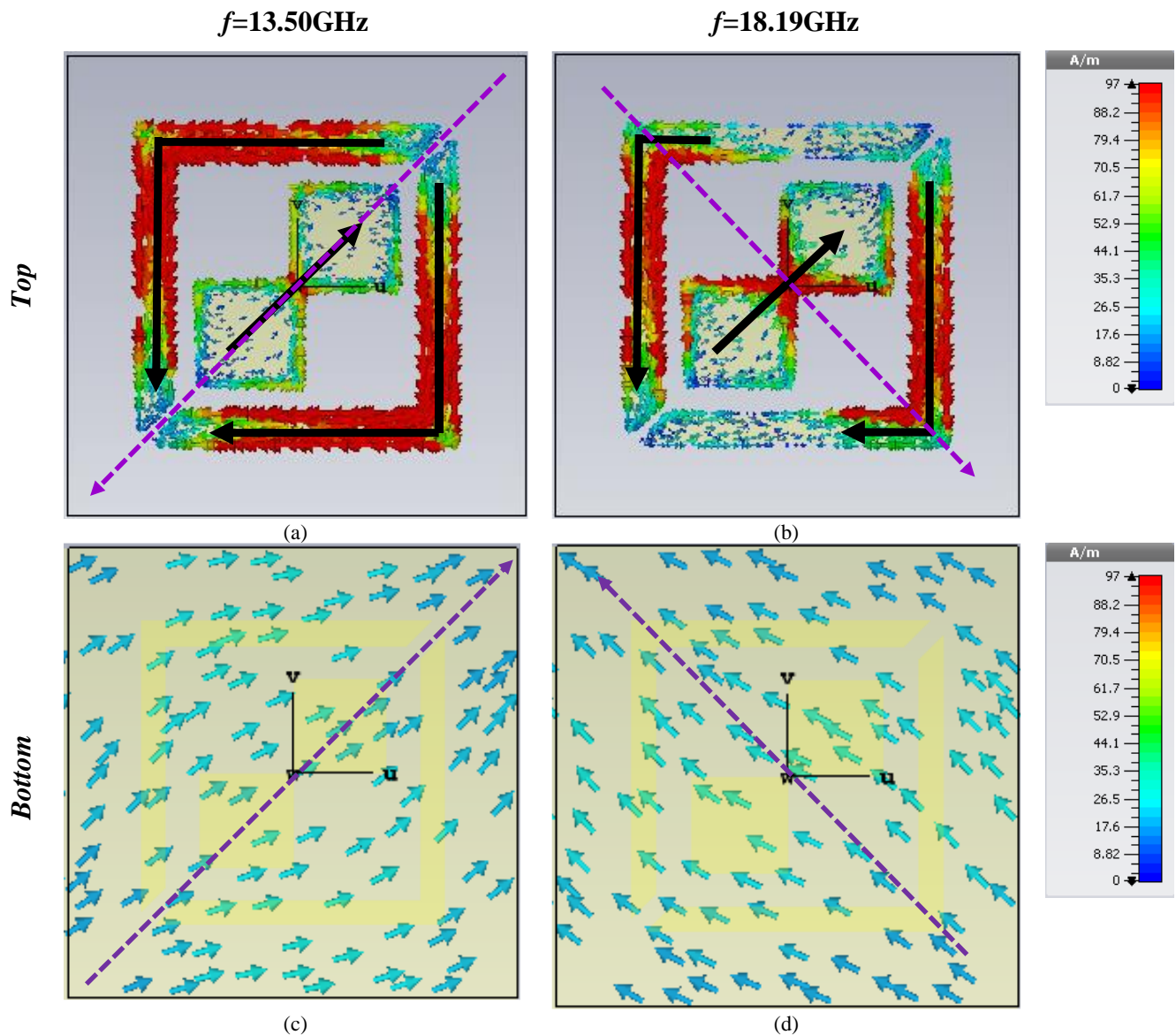
**Figure 9.** The relative bandwidth (RBW) distribution (uninterrupted RBW is shown in blue color, while divided RBW is shown in red color)



**Figure 10.** Bandwidths of the suggested polarization converter based on oblique incidence angle

### Electric Field and Surface Current Distributions

Understanding the physical mechanism of polarization conversion in the design is important. For this purpose, the surface current distributions on top and bottom surfaces of the suggested PC were examined at the frequencies where resonance occurred. At this point, magnetic resonance is effective in the physical absorption mechanism. The surface current distributions on XoY plane were simulated at the two resonance frequencies of 13.50GHz and 18.19GHz under normal incidence. The surface current distributions of top surface of the suggested polarization converter are presented in Figure 11a and Figure 11b, while Figure 11c and Figure 11d represent the surface current distributions for bottom surface of the suggested polarization converter. The surface current distributions were diagonally analyzed by dividing the unit cell into three regions. Considering that anti-parallel surface currents originate from magnetic resonance (MR) when the purple arrows represent the resultant vector of the black arrows.

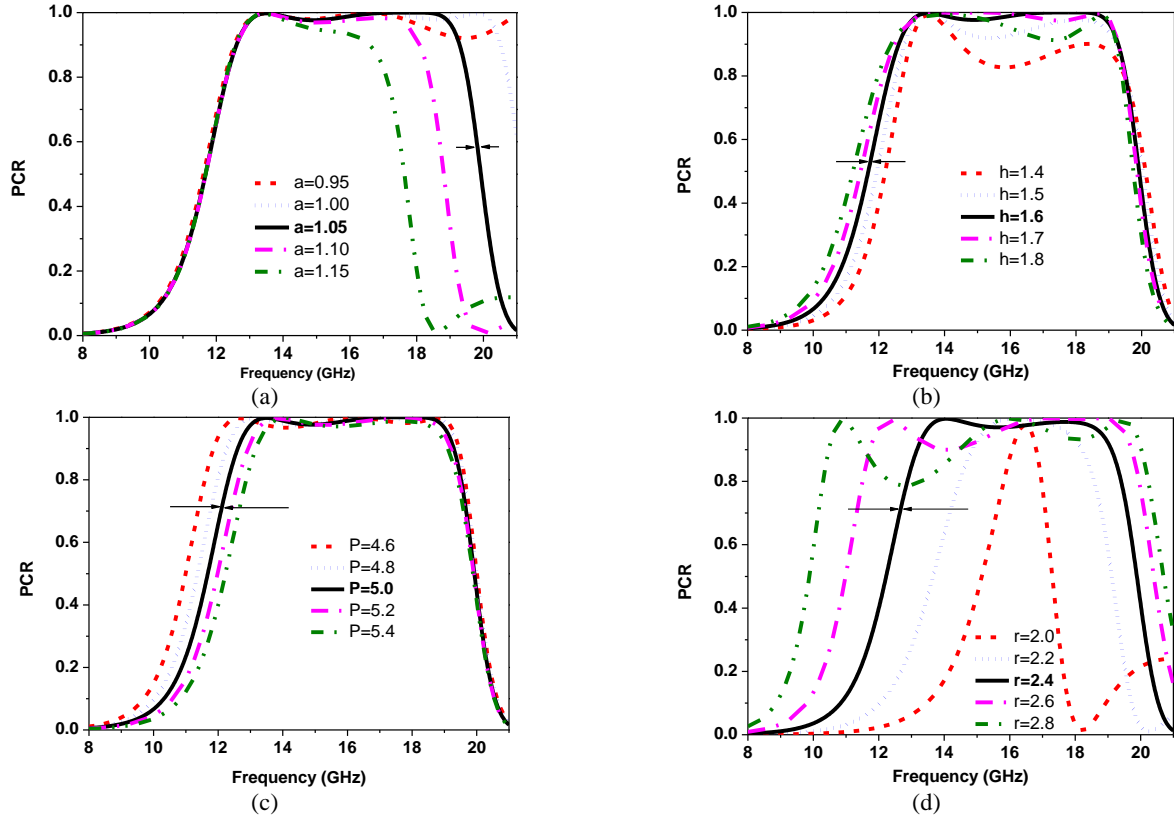


**Figure 11.** At two peak resonance points of the surface current distributions: (a, b) The top surface of the SPC, (c, d) The bottom surface of the SPC

### Parametrical Investigation

As is well-known, both the magnitude and the resonant frequencies can be adjusted by modifying the geometry, dimensions, thickness, and structural parameters. To obtain best results in this study, the optimization parameters for the design, based on a few dimension parameters, are illustrated in Figure 12a through Figure 12d.

The optimization process is carried out obtaining the best polarization conversion ratio (PCR) by modifying the parameters of  $a$ ,  $h$ ,  $P$ , and  $r$ , respectively. For the best conversion and the widest frequency range depending on these parameters, the optimized parameters are chosen as following:  $P=6.0\text{mm}$ ,  $h=1.6\text{mm}$ ,  $a=1.06\text{mm}$ , and  $r=2.4\text{mm}$ .



**Figure 12.** PCR changes of the SPC for various parameters: (a)  $a=0.95\text{mm}-1.15\text{mm}$ , (b)  $h=1.4\text{mm}-1.8\text{mm}$ , and (c)  $P=4.6\text{mm}-5.4\text{mm}$ , and (d)  $r=2.0\text{mm}-2.8\text{mm}$

### Parametric Extraction

The retrieved electromagnetic constitutive parameters, specifically the effective complex permittivity and permeability, are shown in Figure 13a and Figure 13b. Additionally, the effective permittivity ( $\epsilon_{\text{eff}}$ ), effective permeability ( $\mu_{\text{eff}}$ ), electric susceptibility ( $\chi_{\text{es}}$ ), and magnetic susceptibility ( $\chi_{\text{ms}}$ ) can be determined using the following equations (Teber, 2024):

$$\chi_{\text{es}} = \frac{2j}{k_0} \frac{1-(S_{21}+S_{11})}{1+(S_{21}+S_{11})} \quad (11)$$

$$\chi_{\text{ms}} = \frac{2j}{k_0} \frac{1+(S_{21}+S_{11})}{1-(S_{21}+S_{11})} \quad (12)$$

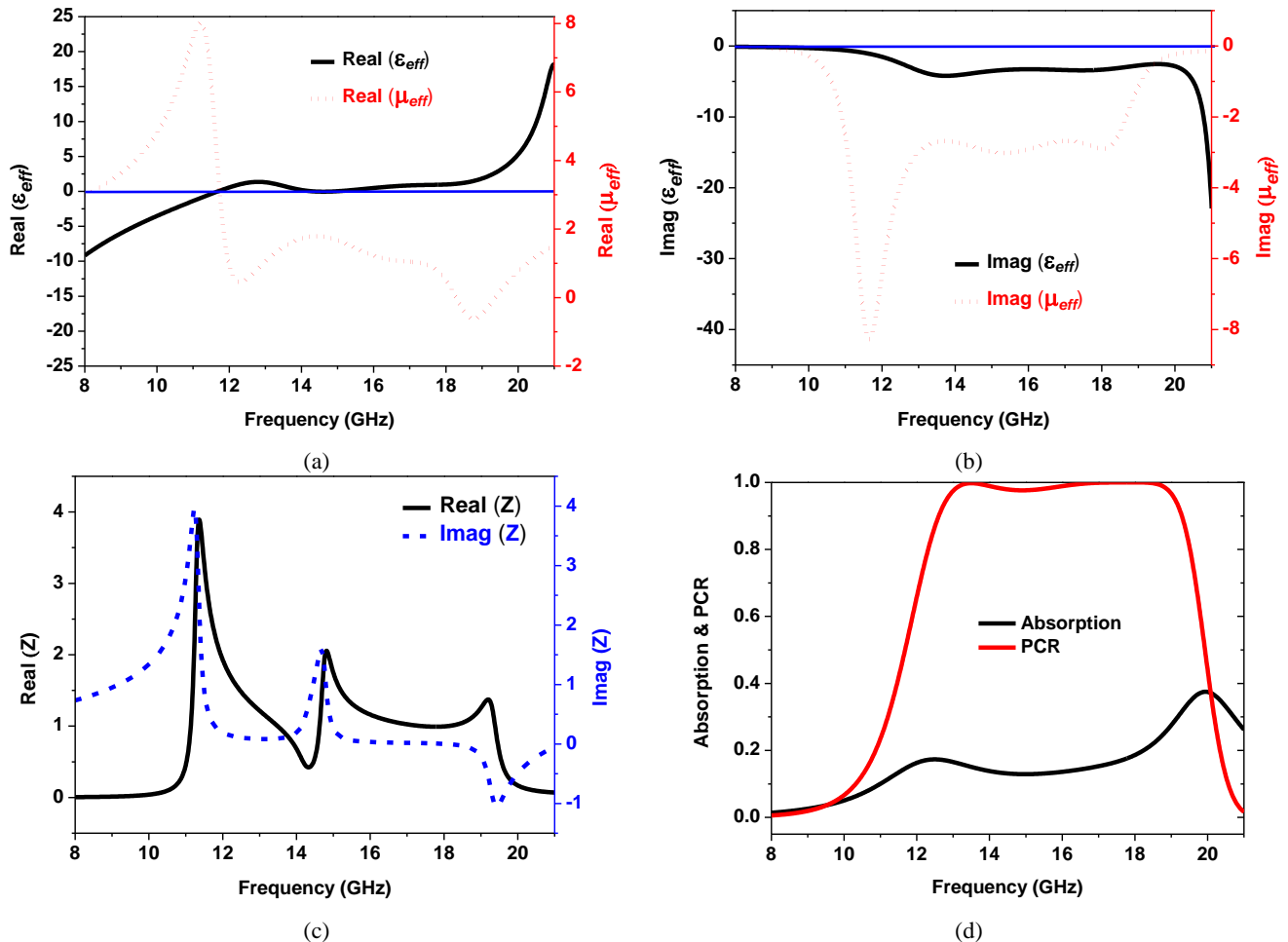
$$\epsilon_{\text{eff}} = 1 + \frac{\chi_{\text{es}}}{d} \quad (13)$$

$$\mu_{\text{eff}} = 1 + \frac{\chi_{\text{ms}}}{d} \quad (14)$$

where  $k_0$  and  $d$  are the wave number and the distance travelled by the incoming wave, respectively. The effective permittivity, permeability, and impedance of the proposed design are extracted using the S-parameter retrieval method, as depicted in Figure 13c. The intrinsic parameters of the metasurface were determined using the following expressions.

$$Z = \pm \sqrt{\frac{(1+S_{11})^2 - S_{21}^2}{(1-S_{11})^2 - S_{21}^2}} \quad (15)$$

The metamaterial behavior of the proposed structure is also tried to be clarified by giving the PCR and absorption properties of the proposed structure in Figure 13d. The retrieved effective parameters are listed in Table 2.



**Figure 13.** (a) Extracted real parts of effective permittivity and effective permeability, (b) extracted imaginary parts of effective permittivity and effective permeability, (c) the real and imaginary parts of impedance of the metasurface, and (d) PCR and absorption characteristics as a functions of frequency of the proposed structure.

The extracted real and imaginary parts of the retrieved permittivity and permeability at 13.32, 17.39, and 18.04 GHz are observed to be nearly equal. This results in impedance matching between the proposed surface and free space, leading to minimal co-polarization reflection and maximum PCR for the proposed surface.

**Table 2.** Extracted effective parameters of the proposed structure

| Frequency (GHz) | Permittivity ( $\epsilon_{eff}$ ) |       | Permeability ( $\mu_{eff}$ ) |       | Impedance ( $Z$ ) |        |
|-----------------|-----------------------------------|-------|------------------------------|-------|-------------------|--------|
|                 | Re                                | Im    | Re                           | Im    | Re                | Im     |
| 13.32           | 1.00                              | -3.34 | 1.00                         | -3.06 | 0.99              | 0.090  |
| 17.39           | 0.91                              | -3.13 | 1.04                         | -2.98 | 0.99              | 0.010  |
| 18.04           | 1.01                              | -3.11 | 1.01                         | -2.96 | 1.01              | -0.005 |

### Analysis of Performance of the Designed Polarization Converter

The performance analysis of the SPC is presented alongside similar studies regarding focusing on the frequency range. The comparison conditions include the frequency bands investigated, conversion type, the substrate thickness and size, PCR, angular stability, and the name of the operated band name as shown in Table 3.

**Table 3.** Performance analysis results

| References            | Thickness<br>(mm and/or $\lambda_0$ )      | Size<br>(mm) | Freq. Band<br>(GHz)                      | Conversion<br>Type   | PCR                    | Angular<br>Stability                       | Operated<br>Band Name |
|-----------------------|--|--------------|--|----------------------|------------------------|--|-----------------------|
| (Lin et al., 2019)    | 0.087 $\lambda_0$                          | 9.2x9.2      | 8.77-24.71                               | LP-to-CP             | Above 0.95             | N/A  | X, Ku and K           |
| (Couto et al., 2021)  | 0.092 $\lambda_0$                          | 3.64x3.64    | 13.8-40.70                               | LP-to-CP             | Above 97%              | Up to 40°                                  | Ku, K, and Ka         |
| (Deng et al., 2022)   | 0.080 $\lambda_0$                          | 3.3x3.3      | 9.34-9.64 &<br>19.14-20.44               | LP-to-CP             | Above 90%              | Up to 30°                                  | X and K               |
| (Nguyen et al., 2021) | 0.060 $\lambda_0$                          | 6x6          | 10.42-16.72<br>12-18                     | LP-to-LP<br>LP-to-LP | Above 90%<br>Above 90% | Up to 45°<br>Up to 45°<br>Above 80%<br>PCR | Ku<br>Ku              |
| (Faraz et al., 2023)  | 0.080 $\lambda_0$                          | N/A          | 10.5-29.5                                | LP-to-LP             | Above 90%              | Up to 30°<br>Above 88%<br>PCR              | X, Ka, and K          |
| (Lu et al., 2021)     | 2.5mm                                      | 10x10        | 10.63-21.05                              | LP-to-CP             | Above 90%              | N/A  | X, Ku, and K          |
| (Teber, 2024)         | 0.095 $\lambda_0$                          | 9.8x9.8      | 9-30                                     | LP-to-CP             | Above 90%              | Up to 30°<br>Above 90%<br>PCR              | X, Ku, K, and Ka      |
| (Zhang et al., 2024)  | 0.02 $\lambda_0$                           | 6x6          | 22-28                                    | LP-to-CP             | N/A                    | Up to 45°<br>Above 90%<br>PCR              | K and Ka              |
|                       |  |              | <b>11.52-11.84 &amp;<br/>19.83-20.01</b> | <b>LP-to-CP</b>      | <b>Above 0.9</b>       | <b>Up to 20°</b>                           | <b>X and K</b>        |
| <b>Proposed Study</b> | <b>1.6mm (0.067<math>\lambda_0</math>)</b> | <b>5x5</b>   | <b>12.57-19.30</b>                       | <b>LP-to-LP</b>      |                        |  | <b>Ku</b>             |

## CONCLUSION

Reflection polarization conversion is achieved using the presented model of the metasurface-based polarization converter. The structure is simple, easy-to-fabricate, ultrathin, and multi-functional, suitable for applications in the X, Ku and K bands. The impact of various structural characteristics is examined to evaluate the mechanism of polarization conversion. In the design, linear-to-linear polarization conversion is obtained with more than 90% efficiency and angular stability of 20° between 12.57 and 19.30GHz. Based on oblique incidence, the LP-to-LP conversion is split into two different bands. Additionally, linear-to-circular polarization conversion is generated at 11.52-11.84GHz (as RHCP) and 19.83-20.01GHz (as LHCP). As the subject of further study, the design can be produced with a modular 3D engraving machine, especially the design with a substrate material thickness of 0.067 $\lambda_0$ . The FR4 PCB boards with this thickness are readily available in the market. Eventually, these simulated polarization converter reveals good performance, which is helpful in X, Ku- and K-band applications.

## Conflict of Interest

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

## Author's Contributions

Seher Seyma Arslan MADAK ve Ahmet TEBER are proposed the idea, performed simulation, analysis/computation related parameters in the topic of the presented study. Seher Seyma Arslan Madak writes the manuscript with the help of Ahmet Teber. In addition, Ahmet Teber and Ramazan Topkaya contributed to this study with fruitful discussions and reviewed the manuscript.

## REFERENCES

- Ahmad, T., Rahim, A.A., Bilal, R.M.H., Noor, A., Maab, H., Naveed, M.A., Madni, A., Ali, M.M., & Saeed, M.A. (2022). Ultrawideband cross-polarization converter using anisotropic reflective metasurface. *Electronics*, 11(3), 487.
- Antoniades, M.A. and Eleftheriades, G.V. (2003). Compact linear lead/lag metamaterial phase shifters for broadband applications. *IEEE Antennas and wireless propagation letters*, 2, 103-106.
- Balanis, C.A. (2005). Fundamental Parameters of Antennas, *Antenna Theory: Analysis and Design*. (27-104) John Wiley & Sons.

- Bhattacharyya, S., Ghosh, S., & Srivastava, K.V. (2017). A wideband cross polarization conversion using metasurface. *Radio Science*, 52(11), 1395-1404.
- Chen, H.T., Taylor, A.J., & Yu, N. (2016). A review of metasurfaces: physics and applications. *Reports on progress in physics*, 79(7), 076401.
- Coskun, A., Hasar, U.C., Ozmen, A., & Ertugrul, M. (2022). Easy-to-Implement Ultra-Thin, Wide-Band, and Multi-Functional Polarization Converter for K and Ka Band Applications. *Advanced Theory and Theory Simulations*, 5(4), 2100543.
- Couto, M.M., Silva, M.W.B., & Campos, A.L.P.S. (2021). A novel ultra-wideband reflective cross-polarization converter based on anisotropic metasurface. *Journal of Electromagnetic Waves and Applications*, 35(12), 1652-1662.
- Deng, G., Yu, Z., Yin, Z., Yang, J., & Li, Y. (2022). A miniaturized and wide-angle 3D metamaterial for reflective polarization conversion. *Optical Materials*, 133, 113017.
- Faraz, Z., Kamal, B., Ullah, S., Aziz, A., & Kanwal, H. (2023). High efficient and ultra-wideband polarization converter based on I-shaped metasurface for RCS reduction. *Optics Communications*, 530, 129101.
- Ghosh, S., Bhattacharyya, S., Kaiprath, Y., & Vaibhav Srivastava, K. (2014). Bandwidth-enhanced polarization-insensitive microwave metamaterial absorber and its equivalent circuit model. *Journal of Applied Physics*, 115(10), 104503.
- Guo, Y., Xu, J., Lan, C., & Bi, K. 2021. Broadband and high-efficiency linear polarization converter based on reflective metasurface. *Engineered Science*, 14(2), pp.39-45.
- Itoh, T. and Caloz, C. (2005). Definition of Metamaterials (MTMs) and Left-Handed (LH) MTMs, *Electromagnetic metamaterials: transmission line theory and microwave applications*. (1-3) John Wiley & Sons.
- Khan, M.I., Khalid, Z. and Tahir, F.A. (2019). Linear and circular-polarization conversion in X-band using anisotropic metasurface. *Scientific reports*, 9(1), 4552.
- Lin, B., Guo, J., Lv, L., Wu, J., Ma, Y., Liu, B., & Wang, Z. (2019). Ultra-wideband and high-efficiency reflective polarization converter for both linear and circular polarized waves. *Applied Physics A*, 125, 1-8.
- Lu, J., Cao, X., Gao, J., Zhiyun, Z., & Li, S. (2021). Low RCS Reflective Polarization Conversion Metasurface. In: 2021 International Conference on Microwave and Millimeter Wave Technology ICMMT (1-3). Nanjing, China. <https://ieeexplore.ieee.org/abstract/document/9618050>
- Ma, H.F., Wang, G.Z., Kong, G.S., & Cui, T.J. (2014). Broadband circular and linear polarization conversions realized by thin birefringent reflective metasurfaces. *Optical Materials Express*, 4(8), 1717-1724.
- Mao, C., Yang, Y., He, X., Zheng, J., & Zhou, C. (2017). Broadband reflective multi-polarization converter based on single-layer double-L-shaped metasurface. *Applied Physics A*, 123, 1-6.
- Mutlu, M., Akosman, A.E., Serebryannikov, A.E., & Ozbay, E. (2011). Asymmetric chiral metamaterial circular polarizer based on four U-shaped split ring resonators. *Optics letters*, 36(9), 1653-1655.
- Nama, L., Bhattacharyya, S., & Jain, P.K. (2021). A metasurface-based, ultrathin, dual-band, linear-to-circular, reflective polarization converter: easing uplinking and downlinking for wireless communication. *IEEE Antennas and Propagation Magazine*, 63(4), 100-110.



- Nguyen, T.Q.H., Nguyen, T.K.T., Nguyen, T.Q.M., Cao, T.N., Phan, H.L., Luong, N.M., Le, D.T., Bui, X.K., Truong, C.L., & Vu, D.L. (2021). Simple design of a wideband and wide-angle reflective linear polarization converter based on crescent-shaped metamaterial for Ku-band applications. *Optics Communications*, 486, 126773.
- Shi, Z., Khorasaninejad, M., Huang, Y.W., Roques-Carmes, C., Zhu, A.Y., Chen, W.T., Sanjeev, V., Ding, Z.W., Tamagnone, M., Chaudhary, K., & Devlin, R.C. (2018). Single-layer metasurface with controllable multiwavelength functions. *Nano letters*, 18(4), 2420-2427.
- Teber, A. (2024). Reflective Polarization Conversion with Multi-Functional, Ultrathin Metasurface for Ku-and K-Band Applications. *Gazi University Journal of Science*, 37(2), 774-791.
- Urul, B., Doğan, H., Başığit, I. B., & Genç, A. (2022). A novel broadband double-ring holed element metasurface absorber to suppress EMI from PCB heatsinks. *Journal of Electrical Engineering and Computer Sciences*, 30(6), 2254-2267.
- Xu, J., Li, R., Wang, S., & Han, A.T. (2018). Ultra-broadband linear polarization converter based on anisotropic metasurface. *Optics Express*, 26(20), 26235-26241.
- Zhang, B., Yang, X., & Liu, X. (2024). Linear to circular polarization converter using ultrathin and Bi-functional metasurface. *Applied Physics A*, 130(6), 1-11.
- Zhang, Z., Cao, X., Gao, J., & Li, S. (2016). Broadband metamaterial reflectors for polarization manipulation based on cross/ring resonators. *Radioengineering*, 25(3), 436-441.
- Zhang, H., Zhang, F., Sun, F., Heng, Y., & Su, J. (2019). Wideband Circularly Polarized Applications: Design of a compact, traveling-wave-fed loop antenna. *IEEE Antennas and Propagation Magazine*, 62(1), 34-39.
- Zheng, Q., Guo, C., & Ding, J. (2018). Wideband metasurface-based reflective polarization converter for linear-to-linear and linear-to-circular polarization conversion. *IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters*, 17(8), 1459-1463.

**Atf İçin:** Aydın, F. ve Öztürk, D. (2024). Şehir İçi Yolcu Taşımacılığında Elektrikli Araçlara Geçiş Sürecinin Teknik, Ekonomik ve Çevresel Yönlerden İncelenmesi: Diyarbakır Örneği. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1111-1127.

**To Cite:** Aydın, F. & Öztürk, D. (2024). A Study on the Transition to Electric Vehicles in Urban Passenger Transport from Technical, Economic, and Environmental Perspectives: The Case of Diyarbakır. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1111-1127.

**Şehir İçi Yolcu Taşımacılığında Elektrikli Araçlara Geçiş Sürecinin Teknik, Ekonomik ve Çevresel Yönlerden İncelenmesi: Diyarbakır Örneği**

Ferhat AYDIN<sup>1</sup>, Dursun ÖZTÜRK<sup>2</sup>

**Öne Çıkanlar:**

- Şehir içi taşımacılıkta EV'lere geçişin önemi vurgulanmıştır.
- EV'lerin enerji ihtiyacını karşılayacak bir mikro şebeke tasarlanmıştır
- Tasarlanan şebekenin ekonomik ve çevresel analizi yapılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:**

- Elektrikli araçlar
- CO<sub>2</sub> emisyonu
- Yenilenebilir enerji tabanlı mikro şebekeler
- HOMER Pro.

**A Study on the Transition to Electric Vehicles in Urban Passenger Transport from Technical, Economic, and Environmental Perspectives: The Case of Diyarbakır**

**Highlights:**

- The importance of transition to EVs in urban transportation is emphasized.
- A microgrid has been designed to meet the energy needs of EVs.
- An economic and environmental analysis of the designed network was carried out.

**Keywords:**

- Electric vehicles
- CO<sub>2</sub> emissions
- Renewable energy based microgrid
- HOMER Pro.

**ÖZET:**

Günümüz dünyasında enerji kavramı tarihte olmadığı kadar önem kazanmıştır. Bunun birçok sebebi olmakla beraber hızlı nüfus artışı ve gelişen teknolojinin insanların konfor seviyesini yükseltmesi ilk sayılabacak sebeplerdendir. Gelişen teknoloji ile beraber şehirleşme kavramı da farklı bir boyut kazanmış ve kırsal nüfusun şehirlere göçü hızlanmıştır. Tüm bu gelişmeler var olan geleneksel enerji kaynaklarının ihtiyacı karşılamaması tehlikesini doğurmuştur. Ayrıca geleneksel kaynakların çevresel bakımdan olumsuz etkilere sahiptir. Temiz ve sürdürülebilir enerji arzını sağlamak için yenilenebilir enerji kaynaklarına yönelim bir tercihten çok zorunluluk haline gelmiştir.

Şehir içi yolcu taşımacılığı şehir hayatının vazgeçilmez bir unsuru haline gelmiştir. Bununla beraber mevcutta kullanılan araçların yaydığı CO<sub>2</sub> gazı çevreye zarar vermektedir. Bu çalışma, Diyarbakır ilindeki şehir içi taşımacılıkta kullanılan dizel ve doğal gazlı araçların sera gazı emisyonlarını azaltmak amacıyla elektrikli araçlara (EA) geçiş sürecini ele almaktadır. Mevcutta kullanılan 933 aracın tamamının EA'lara çevrilmesi durumunda bu araçların enerji ihtiyacını karşılayacak yenilenebilir enerji tabanlı bir mikro şebeke tasarlanmıştır. Tasarlanan şebekenin NPC değeri 47.77 milyon \$, mevcut araçların bir yıllık yakıt gideri ise 24.83 milyon \$ olarak hesaplanmıştır. Bu değerler tasarlanan sistemin birkaç yıllık yakıt bedeli ile kendini amorti edeceğini göstermektedir. Ekonomik analizin yanında çevresel etki analizi de gerçekleştirilerek tasarlanan şebekenin yıllık CO<sub>2</sub> emisyon değerinin (14,137 ton/yıl) mevcut araçların yıllık CO<sub>2</sub> emisyon değerine kıyasla (45,540 ton/yıl) üçte birinden daha az olacağı ortaya konulmuştur.

**ABSTRACT:**

The concept of energy has gained unprecedented importance in today's world. This is due to several reasons, with rapid population growth and advancing technology, which increases people's comfort levels, being among the primary ones. Along with technological advancements, the notion of urbanization has transformed, leading to accelerated migration of rural populations to cities. All these changes have given rise to the concern that traditional energy sources may no longer meet the growing demand. Furthermore, traditional sources often have negative environmental impacts. To ensure clean and sustainable energy supply, the shift toward renewable energy sources has become more of a necessity than a choice.

Urban passenger transportation has become an indispensable part of city life. However, CO<sub>2</sub> emissions from existing vehicles are harming the environment. This study examines the process of transitioning to electric vehicles (EVs) to reduce greenhouse gas emissions from diesel and natural gas vehicles used in urban transportation in the Diyarbakır. A renewable energy-based microgrid was designed to meet the energy needs if all 933 existing vehicles were converted to EVs. The NPC (Net Present Cost) value of the designed network has been calculated as \$47.77 million, while the annual fuel cost of the existing vehicles is \$24.83 million. These values indicate that the designed system will amortize itself within a few years' worth of fuel costs. In addition to the economic analysis, an environmental impact analysis was also conducted, revealing that the annual CO<sub>2</sub> emission value of the designed network (14,137 tons/year) will be less than one-third of the annual CO<sub>2</sub> emission value of the existing vehicles (45,540 tons/year).

<sup>1</sup>Ferhat AYDIN ([Orcid ID: 0009-0000-6234-881X](https://orcid.org/0009-0000-6234-881X)), Bingöl Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yenilenebilir Enerji Sistemleri, Bingöl, Türkiye

<sup>2</sup> Dursun ÖZTÜRK ([Orcid ID: 0000-0002-0335-8118](https://orcid.org/0000-0002-0335-8118)), Bingöl Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Elektrik-Elektronik Mühendisliği Bölümü, Bingöl, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Ferhat AYDIN, e-mail: f.aydin@igdir.edu.tr

## GİRİŞ

Ulusal Çevresel Bilgi Merkezleri'nin (National Centers for Environmental Information, NCEI) 2021 yılı Küresel İklim Raporuna göre, 1880'den bu yana küresel yıllık sıcaklık her on yılda ortalama  $0,08^{\circ}\text{C}$  ( $0,14^{\circ}\text{F}$ ) oranında artış göstermiştir. Bu artış oranı 1981'den bu yana iki kattan fazla artarak  $0,18^{\circ}\text{C}$  ( $0,32^{\circ}\text{F}$ ) seviyesine ulaşmıştır. (NCEI, 2021). Modern şehirler, sürekli artan nüfus ve gelişen ekonomilerle birlikte bu artışın daha da hızlandığı gözlemlenmektedir. İklim, uzun bir süre boyunca meydana gelen atmosferik koşulların toplamını ve ortalama durumunu belirtir. Hava durumu ise kısa bir süre içindeki anlık atmosfer koşullarını ifade eder. İklimi etkileyen faktörler genellikle sıcaklık, yağış, rüzgâr gibi değişkenlerdir. İnsan etkinlikleri sonucunda atmosferin kimyasal bileşimi değişmekte ve bu da sera gazlarının üretimine yol açmaktadır. Özellikle ısıyı tutma özelliğine sahip olan  $\text{CO}_2$ , metan ve nitrit oksitlerin ( $\text{NO}_x$ ) salınımı artmaktadır (Muslu, 2000). Atmosferdeki  $\text{CO}_2$  gazının konsantrasyon değeri 1750 yılından günümüze kadar artışı %31 oranında artarken son yirmi yıldaki yıllık artış oranı ise %0.4 olmuştur. Son 20 yılda, atmosfere salınan insan kaynaklı  $\text{CO}_2$  gazının yaklaşık dörtte üçü fosil yakıtların yanması nedeniyle, geri kalan kısmı ise arazi kullanımı değişikliği ve özellikle ormanların yok edilmesinden kaynaklanmıştır (Diler, 2006).

Uluslararası Enerji Ajansının 2022 yılı raporuna (IEA, 2023) göre karayolu taşımacılığındaki artan talebe bağlı olarak günlük petrol talebi 18 milyon varile ulaşmıştır. Son yirmi yılda otomobil sayısındaki artış 600 milyonu bulurken karayolu taşımacılığı faaliyetleri %65 oranında artmıştır. Bu artışların sonucu olarak günümüzdeki petrol talebinin %45'i karayolu taşımacılığı faaliyetlerine aittir.

Yine aynı rapora göre dünyada 2020 yılındaki toplam otomobil satışlarının %4'ünü elektrikli araçlar (EA) oluşturmaktadır. 2022 yılında EA'ların satışı 10 milyonu aşarak rekor kırmıştır. Elektrikli otobüslerin satışı gelişmiş ve gelişmekte olan ülkelerde hızla artmaktadır. EA satışlarındaki artışlara bağlı olarak 2030 yılına kadar günlük petrol tüketiminin 18 milyon varilden 2 milyon varile düşmesi beklenmektedir.

TÜİK'in 2021 yılı sera gazı emisyon envanterine göre, Türkiye'nin toplam sera gazı emisyonu  $\text{CO}_2$  eşdeğeri olarak 564.4 milyon ton olarak hesaplanmıştır. Çizelge 1'de ulaştırma sektörlerine göre sera gazı emisyon değerleri gösterilmektedir. 2020 yılında ulaştırma kaynaklı emisyon miktarı 80,680 kiloton  $\text{CO}_2$  eşdeğeri iken 2021 yılında bu miktar 91,200 kiloton  $\text{CO}_2$  eşdeğerine yükselmiştir. 2021 yılındaki emisyonun %94.8'i karayolundan, %3.1'i havayolundan, %1.2'si denizyolundan, %0.4'ü demiryolundan ve %0.4'ü diğer ulaştırma türlerinden kaynaklanmıştır. 1990 yılında ulaştırma kaynaklı emisyonların toplam sera gazı emisyonlarındaki payı %12.8 iken, 2021 yılında bu oran %16.2'ye yükselmiştir (Çevre, 2021).

**Çizelge 1.** Ulaştırma türüne göre sera gazı emisyonu (kiloton  $\text{CO}_2$  eşdeğeri)

|      | Karayolu | Havayolu | Demiryolu | Denizyolu | Diğerleri | Toplam |
|------|----------|----------|-----------|-----------|-----------|--------|
| 1990 | 24.777   | 923      | 721       | 509       | 39        | 26.969 |
| 1995 | 29.760   | 2.775    | 768       | 726       | 83        | 34.112 |
| 2000 | 31.850   | 3.099    | 713       | 623       | 180       | 36.465 |
| 2005 | 35.532   | 4.089    | 757       | 1.299     | 364       | 42.041 |
| 2010 | 39.941   | 2.862    | 517       | 1.682     | 390       | 45.392 |
| 2015 | 69.309   | 4.205    | 480       | 1.147     | 656       | 75.797 |
| 2018 | 78.907   | 3.688    | 435       | 931       | 657       | 84.618 |
| 2019 | 76.720   | 3.509    | 400       | 1.217     | 581       | 82.427 |
| 2020 | 76.601   | 2.164    | 323       | 1.264     | 328       | 80.680 |
| 2021 | 86.499   | 2.856    | 356       | 1.128     | 361       | 91.200 |

EA'lar düşük emisyonlu olmaları nedeniyle hava kirliliğini ve sera gazı emisyonlarını önemli ölçüde azaltabilir. Emisyondaki azalma ise daha temiz bir hava, daha sağlıklı bir çevre ve daha

yaşanabilir şehirler anlamına gelmektedir. Bu nedenle, şehir içi taşımada EA'lara geçiş, sürdürülebilir bir geleceğe doğru atılmış önemli bir adımdır.

EA'lara geçiş beraberinde başka ihtiyaçları doğuracaktır. Bunlardan en önemlisi EA'ların elektrik enerjisi ihtiyacının karşılanmasıdır. Mevcut şebeke üzerinden EA'ların şarj edilmesi şebekelerin aşırı yüklenmesine neden olacağı için alternatif çözümler düşünülmelidir. Hibrit mikro şebekeler bu konuda iyi bir çözüm olabilir. Yenilenebilir enerji kaynaklarının en önemli dezavantajı doğası gereği kararsız olmalarıdır. Mikro şebekeler birden fazla kaynağın bir araya getirildiği sistemler olduğundan herhangi bir kaynağın üretim dışı kalması durumunda yüklerin enerjisiz kalmaması için diğer kaynaklar devreye girebilmektedir. Bu tür uygulamalarda; coğrafi konumun özelliğine, bölgenin enerji ihtiyacına ve teknolojik imkanlara bağlı olarak güneş-rüzgâr, hidroelektrik-rüzgâr-güneş, güneş-biyoenjerji-hidrojen gibi farklı kombinasyonlarla maksimum verim elde etmek mümkündür. Mikro şebekeler ana şebeke ile bağlantılı olabileceği gibi ana şebekeden bağımsız da olabilir. Şebeke bağlantılı sistemlerde mikro şebekenin ürettiği enerji, talep edilen enerji değerinden düşük olması durumunda ihtiyaç duyulan kısım ana şebekeden karşılanarak kesintilerin önüne geçilir. Üretimin tüketimden fazla olduğu zamanlarda ise üretilen fazla enerji şebekeye satılır. Ana şebekeden bağımsız sistemlerde ise depolama sistemleri bulunmaktadır. Bu sistemlerde üretilen enerji, talep edilen miktarı aştığı zamanlarda fazla enerji depolanmaktadır. Tüketimin üretimden fazla olduğu zamanlarda ise depolanan enerji tüketilerek enerji arzının kesintiye uğraması önlenmektedir.

Aşağıda yenilenebilir enerji tabanlı mikro şebekelerin birkaç önemli üstünlüğü belirtilmiştir.

- Hibrit sistemler öncelikle şebekeden beslenemeyen kırsal bölgelerin enerji ihtiyacını karşılamak için hayati öneme sahiptir. Kişi başına enerji tüketim miktarı, ülkelerin gelişmişlik düzeyini gösteren önemli bir parametre olarak kabul edilmektedir. Bu nedenle kırsal bölgede yaşayan toplulukların enerjiye ulaşamaması ülkelerin gelişmişlik seviyesini geriletecek ve böylece uluslararası arenada gelişmiş ülkeler kategorisinde sayılmamasına yol açacaktır.

- Yenilenebilir enerji tabanlı hibrit mikro şebekeler CO<sub>2</sub> salınımını azaltmada büyük rol oynamaktadırlar. Bu nedenle çevresel etki bakımından mikro şebekelere yönelim ülkeler için artık bir zorunluluk haline gelmiştir.

- Elektrik enerjisinin tüketim merkezlerine yakın yerlerde üretilmesi iletim hatlarındaki kayıpları azaltmaktadır. Kayıpların azalması hem enerji verimliliğini arttıracak hem de ekonomik kayıpları azaltacaktır.

Islam ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, elektrik üretimi için farklı enerji kaynaklarını birleştirerek üç alternatif hibrit şebeke modeli geliştirmişlerdir. Güneş enerjisi, biyokütle jeneratörü, dizel jeneratör gibi kaynaklar ile batarya depolama sistemleri çeşitli kombinasyonlarla kullanılmıştır. Tekno-ekonomik analizler için HOMER Pro yazılımı kullanılarak en uygun sistem konfigürasyonu belirlenmiştir. Araştırma sonuçlarına göre, önerilen hibrit sistemin mevcut yöntemlere göre %75 daha az CO<sub>2</sub> salımı gerçekleştireceği ifade edilmiştir (Islam ve ark., 2018).

Odetoye ve arkadaşları, yaptıkları çalışmada Nijerya'nın kırsal bir bölgesi için çok kaynaklı, bağımsız ve yenilenebilir enerji tabanlı bir mikro şebeke tasarımı sunmuşlardır. Önerilen modelin planlaması ve mali analizi, HOMER Pro yazılımı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bulgular, önerilen sistemle yıllık 7,540 tona kadar CO<sub>2</sub> tasarrufu sağlanabileceğini göstermektedir (Odetoye ve ark., 2023).

Baek ve arkadaşları, Güney Kore'nin Yeongjong Adası'nda elektrik tüketiminin tamamen yenilenebilir hibrit enerji sistemleriyle karşılanmasını teknolojik, ekonomik ve sosyolojik açıdan uygulanabilir bulmuşlardır. Araştırmalarında, adaya kurulacak yenilenebilir enerji istasyonunun diğer

alternatiflere göre daha düşük maliyete sahip olacağını ve aynı zamanda CO<sub>2</sub> yayımı ile diğer çevresel etkiler yönünden üstünlüğünü ön plana çıkarmışlardır (Beak ve ark., 2015).

Wang ve arkadaşları, bir yenilenebilir mikro şebekenin yaşam döngüsü boyunca çevresel etkisini araştırmışlardır. Hong Kong'un Town Adası'ndaki bir mikro şebeke için yapılan değerlendirme sonucunda 12 farklı etki kategorisi ve enerji geri ödeme süresi dikkate alınmıştır. Mikro şebekenin, dizel jeneratör ve şebeke uzatma seçenekleriyle karşılaştırıldığında, 12 etkiden 8'inde en az etkiye sahip olduğu belirlenmiştir. Enerji geri ödeme süresi, mikro şebeke için 9.2 yıl olarak bulunmuş, şebeke uzatımı için bu sürenin 6.4 kat, dizel jeneratör için ise 10.1 kat daha fazla olduğu ortaya konulmuştur (Wang ve ark., 2019).

Sharma ve Mishra 2019 yılında yaptıkları çalışma ile Punjab Teknik Üniversitesi kampüsü için bir hibrit enerji sistemi geliştirmişlerdir. Çalışmada, biyokütle enerjisi ve güneş panelleri gibi yenilenebilir enerji kaynakları kullanılmış, enerji depolaması için ise bataryalar tercih edilmiştir. HOMER programı aracılığıyla, şebekeden bağımsız ve şebeke ile entegre edilmiş durumlar incelenmiştir. Araştırma, şebeke ile entegre edilmiş sistemlerin uygulanabilir bir çözüm olduğunu belirtmektedir (Sharma, Mishra, 2019).

Yenilenebilir enerji kaynaklarının kullanımıyla tasarlanan hibrit sistemler, karbon emisyonlarının azalmasına katkı sağlasa da, dizel jeneratörlerin yedek enerji sistemi olarak kullanılması karbon salınımına neden olabilir. Ancak, karbonsuz bir çözüm için hidrojen tankı, yakıt hücresi ve batarya sistemleri gibi seçenekler düşünülebilir. Rohani ve arkadaşları tarafından yürütülen bir çalışmada, güney İran'ın Şiraz kentinde elektrik tedarikinde sürekli sıkıntı yaşayan bir köy için güneş panelleri, rüzgar türbinleri, hidrojen tankı, yakıt hücresi ve bataryalar kullanılarak HOMER programıyla en uygun ve ekonomik çözüm analiz edilmiş ve şebekeye bağımlı olmayan bir sistem tasarlanmıştır (Rohani ve ark., 2010).

Khan ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, üç elektrikli van ve sekiz elektrikli otobüsü şarj edecek günlük 2,325 kWh yüke sahip şarj ünitesi için bir mikro şebeke tasarlamışlardır. HOMER-Pro yazılımı kullanılarak tasarlanan şebeke FV, RT, BDS ve doğal gaz jeneratöründen oluşmaktadır. Hibrit sistemin tekno-ekonomik analizi Malezya'nın beş farklı bölgesi için gerçekleştirilmiştir. FV, BDS ve doğal gaz jeneratörünün birleşiminden oluşan modelin 1,066,868 \$ NPC değeri ile en ekonomik model olduğu belirlenmiştir (Khan ve ark., 2024).

Alanazi ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, elektrikli araçların şarj edilmesine yönelik hibrit enerji sistemlerinin optimizasyonu gerçekleştirilmiştir. Çalışmada araçların gündüz, gece ve gün boyu şarj edilmesi şeklinde üç farklı demografik durum ele alınmaktadır. HOMER Pro yazılımı kullanılarak FV, RT ve BSS bileşenlerini içeren hibrit modelin hem şebekeye bağlı hem de şebekeden bağımsız olma durumları analiz edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre şebekeden bağımsız ve araçların gündüz şarj edilmesi (demografi-1) durumunda 0.168 \$/kWh LCOE değeri ile en ekonomik modelin elde edildiği ifade edilmiştir (Alanazi ve ark., 2024).

Palanisamy ve Lala yaptıkları çalışmada, 48 elektrikli aracın ve 17 hidrojenli aracın enerji ihtiyacını karşılamak için HOMER Pro yazılımını kullanarak, BGG, RT ve FV bileşenlerinden oluşan bir hibrit sistem tasarlamışlardır. Tasarlanan sistem ile 2,009,492 kWh/yıl elektrik ve 30.199 kg/yıl hidrojen üretileceği belirtilmiştir. Sistemin NPC, LCOE ve birim hidrojen maliyetleri sırasıyla 3.46 milyon \$, 0.493 \$/kWh ve 8.86 \$/kg olarak hesaplanmıştır (Palanisamy ve Lala, 2024).

Demirci ve Öztürk yaptıkları çalışmada, 12 farklı il için FV ve BDS bileşenleri ile entegreli bir araç şarj istasyonunun teknik, ekonomik ve çevresel analizini gerçekleştirmişlerdir. Ekonomik açıdan en iyi sonuç İzmir için elde edilirken, şebekeye enerji satımı ve yenilenebilir enerji oranına göre en iyi

değerler ise sırasıyla Van ve Gaziantep illeri için elde edilmiştir. En az CO<sub>2</sub> salınımı ise Antalya iline ait model ile gerçekleşmiştir (Demirci ve Öztürk, 2023).

Yılmaz ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, Batman Üniversitesi Batı Raman kampüsünde elektrikli araç şarj istasyonunu beslemek için şebekeye bağlı FV ve RT'den oluşan bir şebekenin teknik ve ekonomik analizi HOMER Pro yardımıyla gerçekleştirilmiştir. 100 kW gücünde tasarlanan şebekenin kurulum maliyeti 66,500 \$, LCOE değeri ise 0.045 \$/kWh olarak hesaplanmıştır. Toplam enerjinin sadece %1.9 'luk kısmı şebekeden sağlanırken %98.1'lik kısmı ise FV ve RT sistemleri tarafından üretilmiştir. FV'nin üretim oranı %91.2 olurken RT'nin oranı ise %6.87 olarak gerçekleşmiştir (Yılmaz ve ark., 2023).

Yukarıda sunulan çalışmalarda da görüleceği gibi elektrikli araçların enerji ihtiyacını karşılamak için yenilenebilir enerji kaynaklarından oluşan hibrit mikro şebekelerin tasarımı üzerine çok sayıda çalışmalar yapılmaktadır. Ancak bu çalışmalarda genellikle çok az sayıda araç için nispeten daha düşük güçlü sistemlerin tasarımı gerçekleştirilirken bu çalışmada yaklaşık 1000 aracın enerji talebini karşılayabilecek günlük 180 MWh enerji üretebilecek bir mikro şebeke tasarımı gerçekleştirilmiştir. Bu çalışma ile öne çıkan ve vurgulanan hususlar şöyle sıralanabilir;

- Şehir içi taşımacılıkta EA'lara geçişin önemi vurgulanmıştır.

- İlgili kurum ve kuruluşlardan alınan bilgilere göre Diyarbakır ilinde şehir içi taşımacılıkta kamu ve özel sektöre bağlı toplam 280 otobüs ve 653 minibüs kullanılmaktadır. Otobüslerin 130 tanesi ve minibüslerin tamamı dizel yakıt kullanırken 150 otobüs ise sıkılaştırılmış doğal gaz (CNG) kullanmaktadır. Bu araçların saldıdığı CO<sub>2</sub> emisyonunu minimize etmek için şehir içi taşımacılığın tamamen EA'lar ile yapılması planlanmış ve araçların ihtiyaç duyduğu elektrik enerjisini üretmek için FV ve RT bileşenli şebeke bağlantılı bir mikro şebeke modeli tasarlanmıştır.

- HOMER Pro yazılımı yardımıyla tasarlanan modelin teknik, ekonomik ve çevresel analizleri yapılmıştır.

## MATERYAL VE METOT

Bu çalışmada Diyarbakır ilinde şehir içi taşımacılıkta kullanılan ve fosil yakıt tüketen 280 otobüs ile 653 minibüsün yerine teknik ve kapasite özellikleri benzer olan ancak fosil yakıt yerine elektrik ile çalışan araçların kullanılması durumu ele alınmıştır. Bu değişimin gerçekleştirilebilmesi için ilk önce bu araçların enerji ihtiyacını sağlamak üzere yenilenebilir enerji tabanlı bir mikro şebeke HOMER Pro ile tasarlanmıştır. Söz konusu yazılım yardımıyla farklı senaryolar için teknik ve ekonomik analizler gerçekleştirilerek en ekonomik ve çevre dostu çözüm elde edilmiştir. HOMER Pro, ABD Ulusal Yenilenebilir Enerji Laboratuvarı (NREL) tarafından geliştirilmiş ve dünya çapında yaygın olarak kullanılan bir enerji sistemleri modelleme yazılımıdır. HOMER Pro, şebekeden bağımsız veya şebekeye bağlı güç üretim sistemlerinin tasarımını gerçekleştirmeğe olanak sağlayan ve fotovoltaik (FV) paneller, rüzgâr türbinleri (RT), yakıt hücreleri (FC), hidroelektrik santraller, biyokütle güç kaynakları, rejeneratif jeneratörler ile batarya depolama sistemleri (BSS) ve hidrojen tankları gibi enerji depolama ünitelerini ve yükleri birlikte modelleme yeteneğine sahip bir yazılımdır (Jahangiri, 2020).

## Yük Profili

Diyarbakır İlinin şehir içi taşımacılık sektöründe, 130'u otobüs 653'ü minibüs olmak üzere toplam 783 dizel araç ve 150 CNG ile çalışan otobüs kullanılmaktadır. Şehir içi hatların güzergâh uzunlukları farklı olmakla beraber kısa mesafeli hatlarda çalışan araçlar gün içerisinde daha çok sefer yaparken uzun mesafeli hatlarda çalışan araçlar ise daha az sefer yapmaktadırlar. Bu nedenle yaklaşık bir hesaplama için her bir aracın günde ortalama 275 km yol kat ettiği kabul edilmiştir. Şehir içi yolcu taşımacılığında

mevcutta kullanılan araçlara ait bilgiler Çizelge 2’de gösterilmiştir. Mevcut araçların saldıdığı emisyonlar sonucu meydana gelen olumsuz çevresel etkileri en aza indirmek için bu çalışmada şehir içi taşımacılıkta kullanılması önerilen EA’ların teknik özellikleri ise Çizelge 3’te sunulmuştur.

**Çizelge 2.** Diyarbakır ili şehir içi yolcu taşımacılığında mevcutta kullanılan araçların bilgileri

|  | Minibüs | Belediye Otobüsü |                      |
|--|---------|------------------|----------------------|
| Araç sayısı                            | 653     | 130              | 150                  |
| Yakıt cinsi                            | Dizel   | Dizel            | Doğal Gaz            |
| 100 km’de yaktığı yakıt                | 15 (lt) | 27 (lt)          | 50 (m <sup>3</sup> ) |
| Günlük ortalama kat edilen mesafe (km) | 275     | 275              | 275                  |
| Toplam yolcu sayısı                    | 22      | 89               | 89                   |

**Çizelge 3.** Diyarbakır ili şehir içi yolcu taşımacılığında kullanılması önerilen EA’ların bilgileri

|         | Marka / Model                     | Motor gücü (kWh) | Menzil (km) | Yolcu Kapasitesi | Batarya (kWh)        |
|---------|-----------------------------------|------------------|-------------|------------------|----------------------|
| Minibüs | Karsan<br>e-Jest (Karsan, 2024)   | 135              | 210         | 22               | BMW Li-on 360V-88kWh |
| Otobüs  | Karsan<br>e-ATA 12 (Karsan, 2024) | 250              | 450         | 89               | LFP - 449 kWh        |

Çizelge 3’te görüldüğü gibi otobüslerin batarya değeri 449 kWh olup menzili 450 km’dir. Günlük 275 km yol kat edeceği dikkate alındığında bu araçların günlük enerji ihtiyacı 275 kWh’tir. Minibüslerin ise batarya değeri 88 kWh olup menzili ise 210 km’dir. Benzer şekilde bir gün boyunca toplam 275 km’lik yol gidecekleri göz önüne alındığında bir minibüsün günlük enerji ihtiyacı yaklaşık 115 kWh olarak hesaplanacaktır. Bu bilgiler ışığında 653 adet minibüsün toplam günlük enerji ihtiyacı 75,095 kWh, 280 adet otobüsün ise günlük enerji ihtiyacı 77,000 kWh olacaktır. Bu durumda tüm araçların günlük enerji talebi 152,095 kWh olur. Çizelge 4’te gösterilen bu değerler tasarlanacak şebekenin günlük yük profilini oluşturmada referans alınacaktır.

**Çizelge 4.** Diyarbakır ilinin şehir içi yolcu taşımacılığında kullanılması önerilen EA’ların günlük enerji ihtiyacı

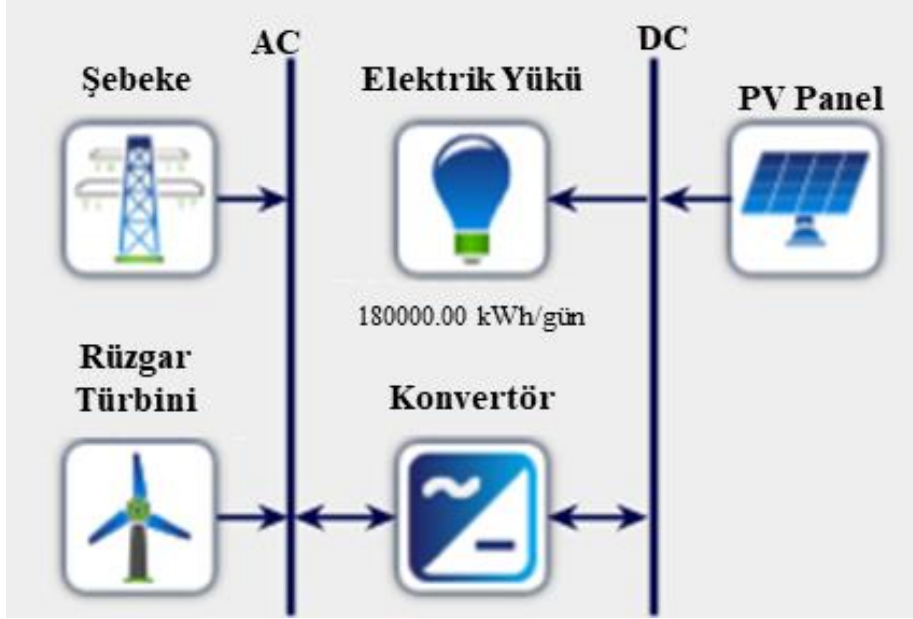
|   | Minibüs | Otobüs |
|---|---------|--------|
| Günlük kat edeceği yol (km)                         | 275     | 275    |
| Günlük şarj için gereken enerji (kWh)               | 115     | 275    |
| Araç sayısı   | 653     | 280    |
| Her bir araç grubu için gereken günlük enerji (kWh) | 75.095  | 77.000 |
| Tüm araçlar için gereken günlük enerji (kWh)        | 152.095 |        |

### Mikro Şebeke Tasarımı

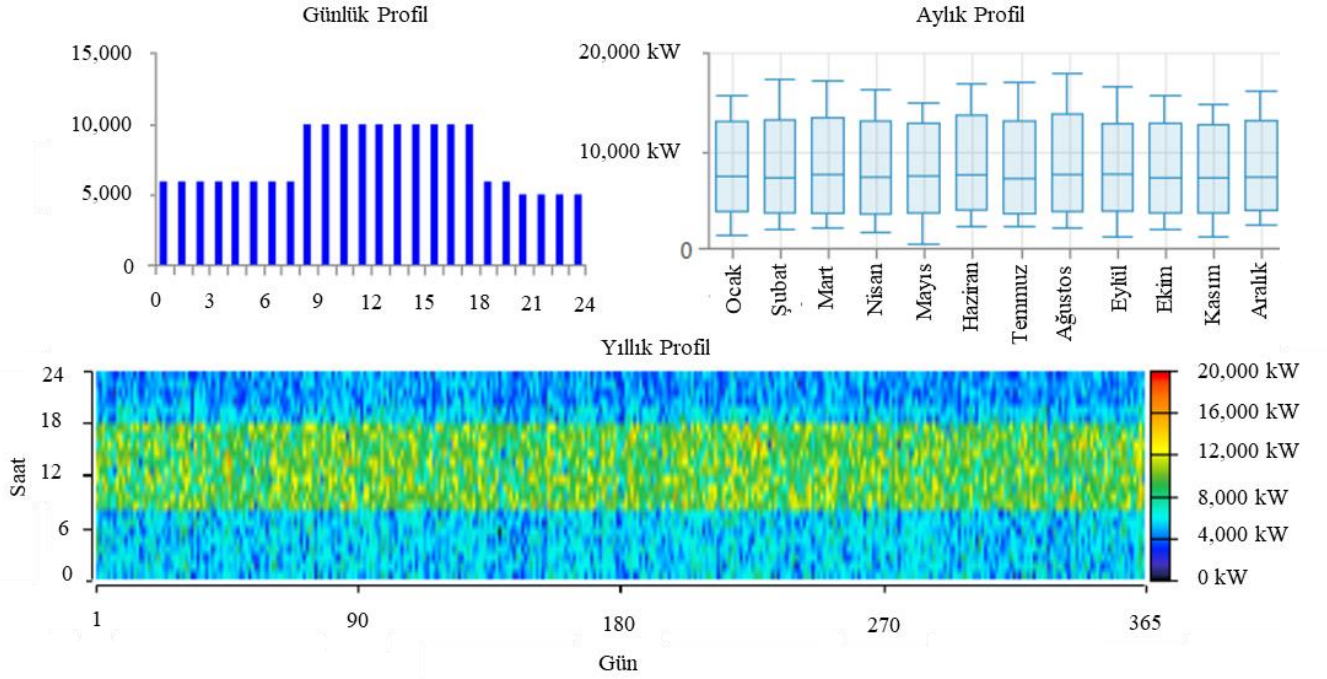
Çizelge 4’te görüldüğü gibi Diyarbakır ilinde şehir içi yolcu taşımacılığının mevcut dizel ve CNG’li araçlar yerine EA’lar ile gerçekleştirilmesi durumunda, üretici firmanın verdiği değerlere göre bu araçların günlük enerji ihtiyacı 152,095 kWh olacaktır. Ancak kataloglardaki enerji tüketim değerleri her zaman için test koşullarında elde edilen değerler olup gerçek koşullarda kullanırken tüketilen değerlerin bir miktar altında kalmaktadır. Ayrıca zamanla gerek araç sayısında meydana gelecek artışlar gerekse de yeni yerleşim alanlarının ortaya çıkması sonucu tesis edilecek yeni hatlar dikkate alınarak tasarlanan şebekenin gücü belirli oranda daha büyük tasarlanmalıdır. Bu nedenle tasarlanan mikro şebekenin günlük yük profili 180,000 kWh olarak belirlenmiştir.

280 elektrikli otobüs ve 653 elektrikli minibüsün ihtiyaç duyacağı elektrik enerjisini üretecek mikro şebeke HOMER Pro’da tasarlanmıştır (Şekil 1). Toplam 933 aracın yük profili ise Şekil 2’de gösterilmektedir. HOMER Pro yazılımında yük profili oluşturulurken mikro şebekenin üreteceği enerji saatlik değerler olarak girilmiş ve 24 saatte toplamda 180 MWh’i sağlayacak şekilde ayarlanmıştır. Burada, araçların gündüz yoğun çalışmaları nedeniyle şarj ihtiyacının daha fazla ortaya çıkabileceği ve

fotovoltaik (FV) sistemlerden daha fazla yararlanılabileceği göz önüne alınarak, yük profilinde gündüz saatlerine ağırlık verilmiştir.



Şekil 1. Elektrikli araçlar için HOMER Pro'da tasarlanan mikro şebeke modeli



Şekil 2. 933 araç için oluşturulan yük profili

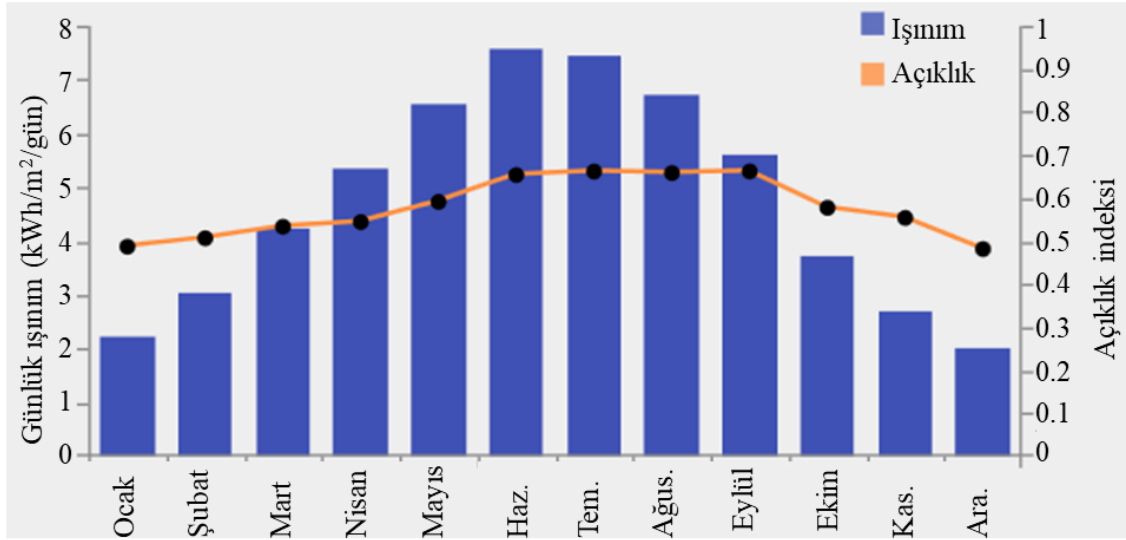
### Bölgenin Meteorolojik Verileri

Diyarbakır ilinin meteorolojik verileri HOMER Pro yazılımına entegre edilmiş NASA verilerinden elde edilmiştir. Aylık açıklık indeksi, günlük ortalama ışınım ve aylık ortalama rüzgâr değerleri Çizelge 5'te sunulurken grafiksel gösterimi ise Şekil 3'te verilmiştir. Aylık rüzgâr grafiği ise Şekil 4'te sunulmuştur.

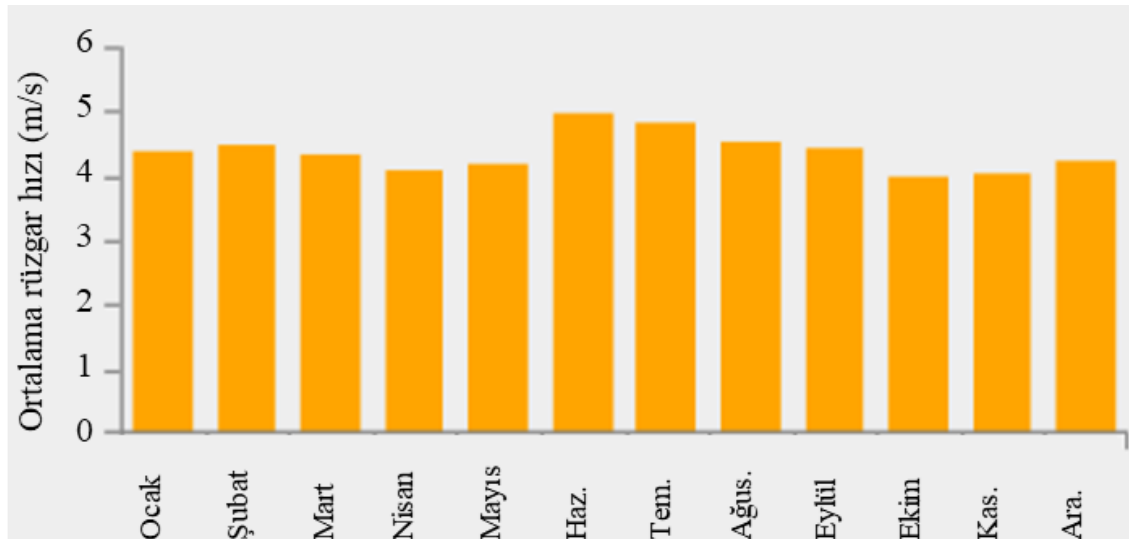


Çizelge 5. Diyarbakır ilinin güneş, açıklık indeksi ve ortalama rüzgâr değerleri

|         | Açıklık indeksi | Günlük ışımm (kWh/m <sup>2</sup> /gün) | Aylık Ortalama Rüzgâr Hızı (m/s) |
|---------|-----------------|--|----------------------------------|
| Ocak    | 0.487           | 2.40                                   | 4.40                             |
| Şubat   | 0.507           | 3.04                                   | 4.47                             |
| Mart    | 0.534           | 4.24                                   | 4.32                             |
| Nisan   | 0.545           | 5.35                                   | 4.09                             |
| Mayıs   | 0.591           | 6.56                                   | 4.18                             |
| Haziran | 0.654           | 7.57                                   | 4.99                             |
| Temmuz  | 0.662           | 7.46                                   | 4.81                             |
| Ağustos | 0.658           | 6.70                                   | 5.52                             |
| Eylül   | 0.662           | 5.59                                   | 4.42                             |
| Ekim    | 0.578           | 3.73                                   | 4.00                             |
| Kasım   | 0.554           | 2.69                                   | 4.02                             |
| Aralık  | 0.482           | 2.01                                   | 4.21                             |



Şekil 3. Diyarbakır iline ait aylık güneş radyasyonu ve açıklık indeksi grafiği



Şekil 4. Diyarbakır iline ait aylık rüzgâr hızı grafiği

## Sistem Bileşenlerinin Matematiksel Modelleri

Çizelge 6. Eşitliklerdeki parametreler ve anlamları

| Parametre       | Anlamı  |
|-----------------|---|
| $y_{FV}$        | FV dizisinin nominal kapasitesi (kW)  |
| $f_{FV}$        | Değer kaybı faktörü (%)   |
| $G_T$           | FV'deki anlık ışınım miktarı (kWh/m <sup>2</sup> )                              |
| $G_{T,STC}$     | Standart test koşulundaki ışınım miktarı (kWh/m <sup>2</sup> )                  |
| $T_C$           | Anlık hücre sıcaklığı (°C)  |
| $T_{C,STC}$     | Standart test koşullarındaki hücre sıcaklığı (°C)                               |
| $\alpha_p$      | Gücün sıcaklık katsayısı (%/°C)   |
| $T_a$           | Ortam sıcaklığı (°C)  |
| $T_{C,NOCT}$    | Nominal çalışma hücre sıcaklığı (°C)  |
| $T_{a,NOCT}$    | Nominal çalışma hücre sıcaklığındaki ortam sıcaklığı (20 °C)                    |
| $G_{T,NOCT}$    | Nominal çalışma hücre sıcaklığındaki ışınım değeridir (0.8 kW/m <sup>2</sup> )  |
| $\eta_{mp,STC}$ | Standart test koşullarındaki maksimum güç noktası verimliliği (%)               |
| $\tau$          | Solar geçirgenlik (%)   |
| $\alpha$        | FV dizisinin solar absorpsiyonu (%)   |
| $U_{hub}$       | Türbin göbek yüksekliğindeki rüzgâr hızı (m/s)                                  |
| $U_{anem}$      | Anemometre yüksekliğindeki rüzgâr hızı (m/s)                                    |
| $Z_{hub}$       | Gövde yüksekliği (m)  |
| $Z_{anem}$      | Anemometre yüksekliği (m)   |
| $Z_0$           | Yüzey pürüzsüzlük uzunluğu (m)  |
| $\alpha$        | Güç kanunu üssü   |
| $P_{RTG}$       | Rüzgâr türbinin çıkış gücü (kW)   |
| $P_{RTG,STP}$   | Standart sıcaklık ve basınç altındaki türbin çıkış gücü (kW)                    |
| $\rho$          | Gerçek hava yoğunluğunu (kg/m <sup>3</sup> )                                    |
| $\rho_0$        | Standart sıcaklık ve basınç altındaki hava yoğunluğu (1.225 kg/m <sup>3</sup> ) |

HOMER Pro fotovoltaik dizinin güç çıkışını Eşitlik 1'e göre, FV hücre sıcaklığını ise Eşitlik 2'ye göre hesaplamaktadır. Eşitliklerdeki parametreler ve anlamları Çizelge 6'da sunulmuştur.

$$P_{FV} = y_{FV} * f_{FV} * \frac{G_T}{G_{T,STC}} * [1 + \alpha_p * (T_C - T_{C,STC})] \quad (1)$$

$$T_C = \frac{T_a + (T_{C,NOCT} - T_{a,NOCT}) \left[ \frac{G_T}{G_{T,NOCT}} \right] \left[ 1 - \frac{\eta_{mp,STC} (1 - \alpha_p T_{C,STC})}{\tau \alpha} \right]}{1 + (T_{C,NOCT} - T_{a,NOCT}) \left[ \frac{G_T}{G_{T,NOCT}} \right] \left[ \frac{\alpha_p \eta_{mp,STC}}{\tau \alpha} \right]} \quad (2)$$

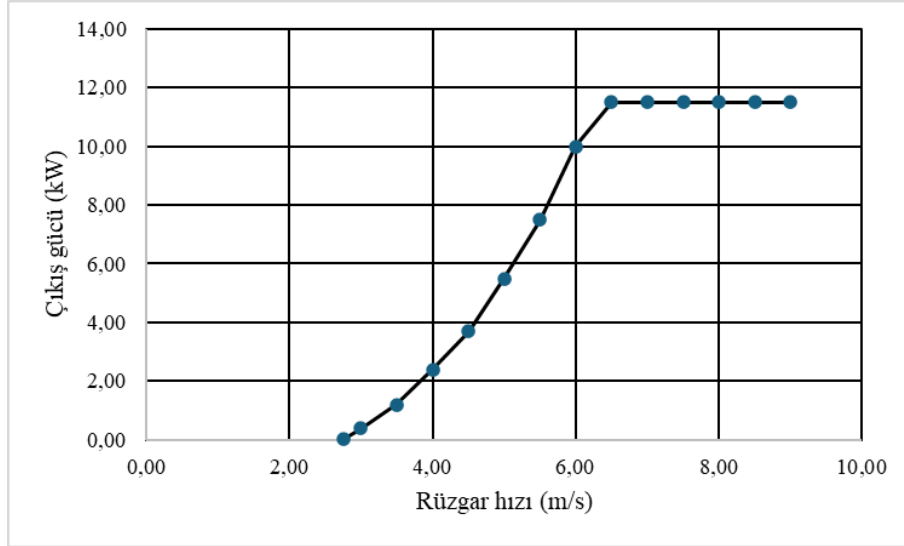
HOMER Pro yazılımında tüm bileşenlerin seçimi için mevcut kataloglar bulunmaktadır. Ancak, kullanıcılar dilerse gerekli teknik bilgileri girerek kendi seçecekleri bir marka veya modeli tercih edebilirler. Bu çalışmada FV paneller olarak HOMER Pro yazılımının kendi kataloğunda yer almayan LXR-410M LXR-M-72C-410W mono kristal panel seçilmiştir.

HOMER Pro rüzgâr türbinin çıkış gücünü ise iki aşamada hesaplar. Birinci aşamada türbinin göbek yüksekliğindeki rüzgâr hızını kullanıcının seçimine bağlı olarak Eşitlik 3 ve 4'e göre hesaplar.

$$U_{hub} = U_{anem} \left( \frac{Z_{hub}}{Z_{anem}} \right)^\alpha \quad (3)$$

$$U_{hub} = U_{anem} \frac{\ln\left(\frac{Z_{hub}}{Z_0}\right)}{\ln\left(\frac{Z_{anem}}{Z_0}\right)} \quad (4)$$

İkinci aşamada ise türbine ait güç eğrisine bakarak hesaplanan hıza karşılık gelen güç değerini bulur. Bu çalışma için HOMER’de seçilen Eocycle EO10 model rüzgâr türbinine ait rüzgâr hızı-çıkış gücü değerleri Çizelge 7’de, güç eğrisi ise Şekil 5’te sunulmuştur.



Şekil 5. EO10 rüzgâr türbinine ait güç eğrisi

HOMER Pro yazılımında türbin seçimi yaparken öncelikle bulunulan bölgenin ortalama rüzgâr hızı ile türbin güç eğrisine birlikte bakılmalıdır. Çizelge 5’te Diyarbakır iline ait rüzgâr hızının ortalama değeri 4.45 m/s’dir. Çizelge 7’de ise seçilen Eocycle EO10 model türbinin bu rüzgâr hızında yaklaşık 3.7 kW’lık güç üreteceği görülmektedir. Ayrıca bölgenin rüzgâr hızı yılın hiçbir ayında 4 m/s’nin altına düşmediği için bu türbin ile tüm yıl boyunca enerji üretimi mümkün olacaktır.

Çizelge 7. EO10 rüzgâr türbinine ait çıkış gücü değerler

| Rüzgâr hızı (m/s) | Çıkış gücü (kW) |
|-------------------|-----------------|
| 2.75              | 0.02            |
| 3                 | 0.4             |
| 3.5               | 1.2             |
| 4                 | 2.4             |
| 4.5               | 3.7             |
| 5                 | 5.5             |
| 5.5               | 7.5             |
| 6                 | 10              |
| 6.5               | 11.5            |
| 7                 | 11.5            |
| 7.5               | 11.5            |
| 8                 | 11.5            |
| 8.5               | 11.5            |
| 9                 | 11.5            |

Eğrideki değer standart sıcaklık ve basınç koşullarındaki değer olduğundan HOMER Pro gerçek koşullardaki değeri elde etmek için Eşitlik 5’i kullanır.

$$P_{RTG} = \left(\frac{\rho}{\rho_0}\right) \cdot P_{RTG,STP} \quad (5)$$

### Ekonomik Analiz

Tasarlanan mikro şebekede kullanılan bileşenlere ait birim maliyet değerleri Çizelge 8’de sunulmuştur.

Çizelge 8. Mikro şebeke bileşenlerinin birim maliyet değerleri

| Bileşenler                               | Kurulum Maliyeti (\$/kW) | Yenileme Maliyeti (\$/kW) | Çalışma ve Onarım Maliyeti (\$/kW-yıl) | Yaşam Ömrü (Yıl) |
|--|--------------------------|---------------------------|--|------------------|
| FV (LXR-410M)<br>(enerjiburada.com 2024) | 700                      | 700                       | 10                                     | 25               |
| RT (EO10)<br>(Xu ve ark., 2023)          | 29.000                   | 25.000                    | 50                                     | 20               |
| Konvertör                                | 300                      | 300                       | -                                      | 15               |

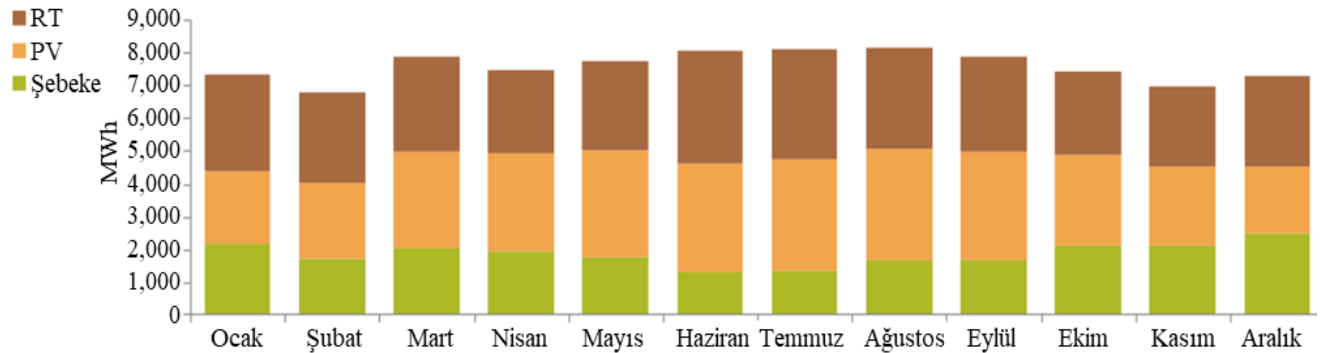
HOMER, bir sistemin Net Bugünkü Maliyetini (NPC) hesaplar, sistem için kullanım ömrü boyunca meydana gelen tüm harcamaların bugünkü değerini, kullanım ömrü boyunca elde edilen tüm gelirlerin bugünkü değerinden çıkararak değerlendirme kriterlerini uygular (Gökçek, Kale, 2018). HOMER, Eşitlik 6'da verildiği gibi önce NPC'yi hesaplayıp ardından bunu sermaye geri kazanım faktörüyle çarparak yıllık maliyeti ( $C_{ann}$ ) hesaplar (HOMER, 2024).

$$C_{ann} = CRF(i, R_{proj}) \cdot C_{NPC} \quad (6)$$

Burada  $C_{NPC}$  net bugünkü maliyeti,  $i$  yıllık gerçek iskonto oranını,  $R_{Proj}$  proje ömrünü ifade etmektedir. CRF ise sermaye geri dönüş fonksiyonudur.

## BULGULAR VE TARTIŞMA

Yapılan çalışmada Diyarbakır ili şehir içi taşımacılık yapan ve fosil yakıt tüketen araçların yerine EA'ların kullanılması için yenilenebilir enerji tabanlı bir mikro şebeke HOMER Pro kullanılarak tasarlanmıştır. 180 MW'lık kurulu güce sahip olan mikro şebeke FV ve RT'lerden oluşmaktadır. Ayrıca üretim arzında kesinti yaşanmaması için şebeke bağlantısı sağlanmıştır. Üretim ve tüketim güç değerleri Çizelge 9'da verilmiştir. Grafikselsel gösterim ise Şekil 6'da sunulmuştur.



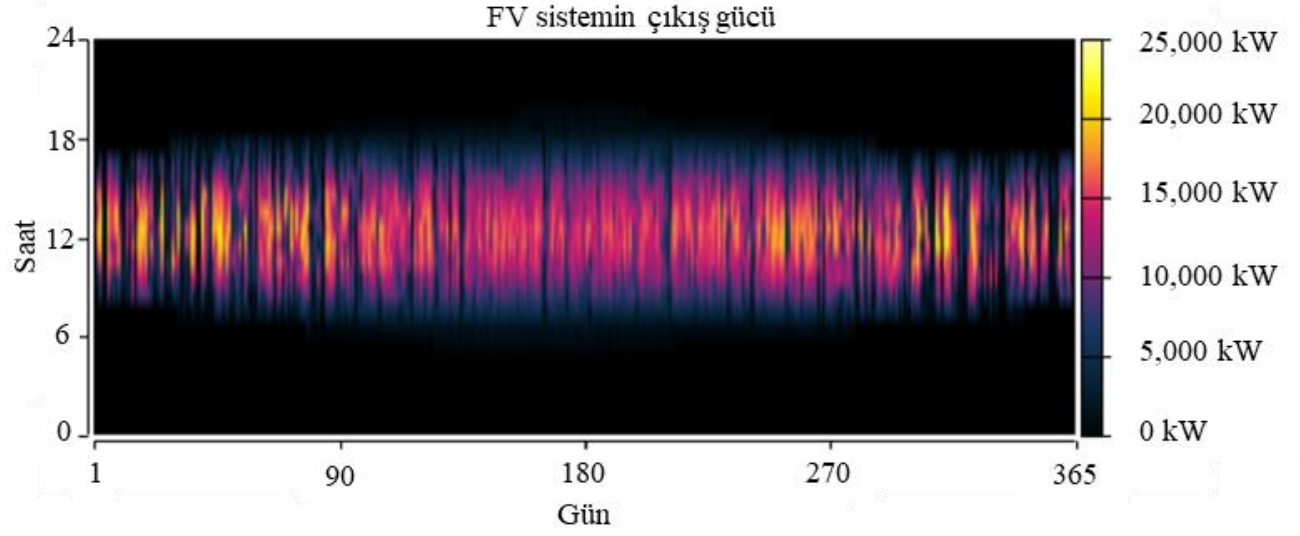
Şekil 6. Tasarlanan şebekenin üretim grafiği

Çizelgede görüldüğü gibi FV ve RT sistemlerinin üretim değerleri hemen hemen birbirine eşit gerçekleşmiştir. Şebekeden alınan enerji miktarı (22 368 947 kWh) ile şebekeye verilen enerji miktarları da (22 953 683 kWh) neredeyse birbirine eşit değerdedir.

Çizelge 9. Tasarlanan şebekenin üretim-tüketim değerleri

| Bileşenler       | kWh/yıl    | %    |
|------------------|------------|------|
| FV               | 34 377 830 | 37.8 |
| RT               | 34 278 770 | 37.7 |
| Şebekeden alınan | 22 368 947 | 24.6 |
| Şebekeye verilen | 22 953 683 | 25.2 |

Tasarlanan sistemin FV kapasitesi 23 000 kW olup yılda 4,386 saat çalışarak toplam 34 377 830 kWh enerji üretmiştir (Çizelge 10). FV sistemin çıkış gücü değişimi Şekil 7’de gösterilmiştir.

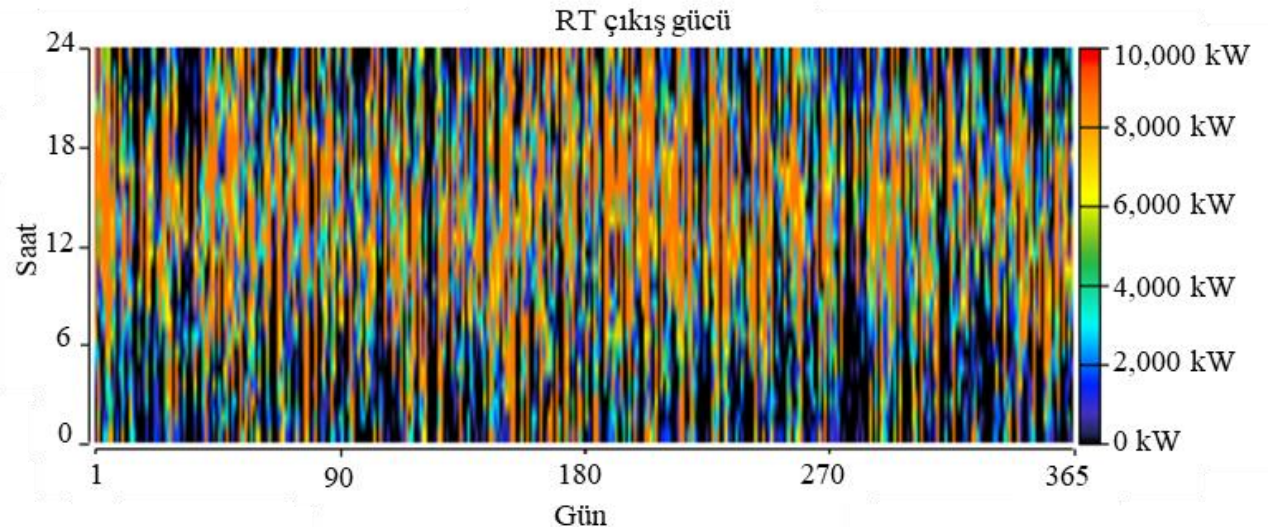


Şekil 7. FV sistemin güç üretim eğrisi

Çizelge 10. FV sistemin değerleri

| Bileşenler            | Değer      | Birim    |
|-----------------------|------------|----------|
| Nominal kapasite      | 23 000     | kW       |
| Ortalama çıkış gücü   | 3 924      | kW       |
| Minimum çıkış gücü    | 0          | kW       |
| Maksimum çıkış gücü   | 21,973     | kW       |
| Çalışma süresi        | 4 386      | Saat/yıl |
| Toplam üretim miktarı | 34 377 830 | kW/yıl   |
| Kapasite faktörü      | 17.1       | %        |

RT sistemin kurulu gücü 8000 kW olup yılda toplam 6 665 saate 64 278 770 kWh enerji üretmiştir (Çizelge 11). Çıkış gücü değişimi Şekil 8’de gösterilmiştir.

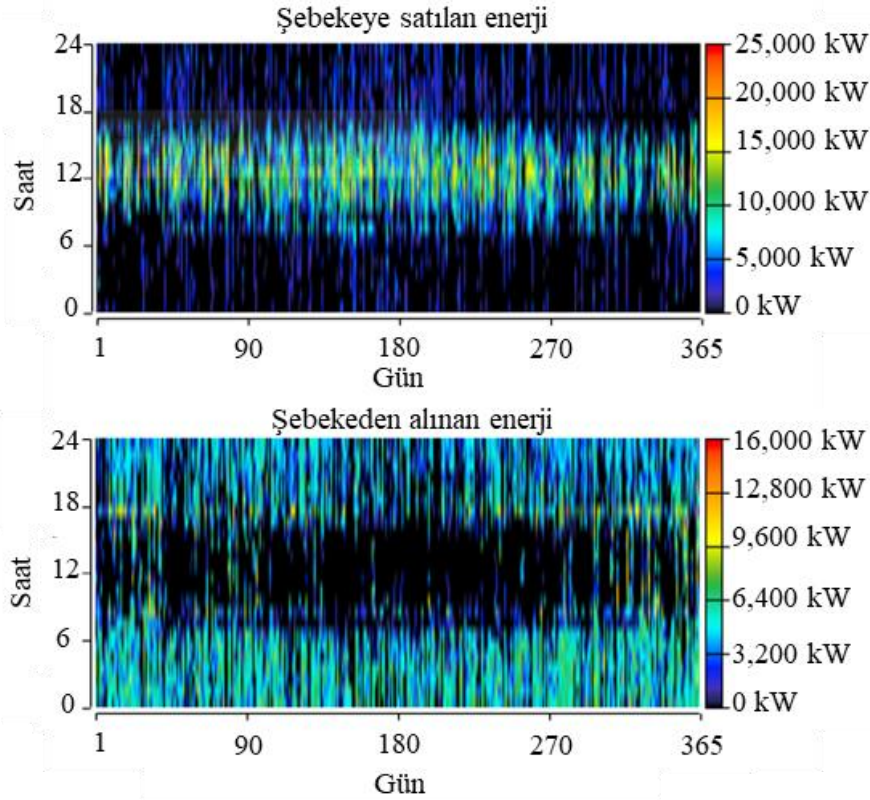


Şekil 8. RT sistemin güç üretim eğrisi

Çizelge 11. RT sistemin değerleri

| Bileşenler            | Değer      | Birim    |
|-----------------------|------------|----------|
| Nominal kapasite      | 8 000      | kW       |
| Ortalama çıkış gücü   | 3 913      | kW       |
| Minimum çıkış gücü    | 0          | kW       |
| Maksimum çıkış gücü   | 9 200      | kW       |
| Çalışma süresi        | 6 665      | Saat/yıl |
| Toplam üretim miktarı | 34 278 770 | kW/yıl   |
| Kapasite faktörü      | 48.9       | %        |

Aylık bazda şebekeden alınan ve şebekeye satılan enerji miktarları Çizelge 12’de verilmiştir. Grafikselsel gösterim ise Şekil 9’da sunulmuştur.



Şekil 9. Şebekeden alınan ve şebekeye satılan enerjinin grafikselsel gösterimi

Çizelge 12. Aylık bazda şebekeden alınan ve şebekeye satılan enerji değerleri

| Aylar         | Şebekeden alınan (kWh) | Şebekeye satılan (kWh) | Net (kWh)  |
|---------------|------------------------|------------------------|------------|
| Ocak          | 2 190 097              | 1 589 939              | 600 158    |
| Şubat         | 1 716 437              | 1 699 557              | 16 880     |
| Mart          | 2 037 757              | 1 911 619              | 126 138    |
| Nisan         | 1 944 132              | 1 848 868              | 95 264     |
| Mayıs         | 1 760 307              | 2 110 668              | -350 361   |
| Haziran       | 1 294 158              | 2 383 658              | -1 089 500 |
| Temmuz        | 1 340 602              | 2 424 358              | -1 083 756 |
| Ağustos       | 1 690 720              | 2 176 992              | -486 272   |
| Eylül         | 1 665 160              | 2 194 050              | -528 890   |
| Ekim          | 2 139 638              | 1 671 786              | 467 852    |
| Kasım         | 2 107 169              | 1 465 697              | 641 472    |
| Aralık        | 2 482 769              | 1 476 490              | 1 006 279  |
| Yıllık Toplam | 22 368 947             | 22 953 683             | -584 736   |

Çizelgede görüldüğü gibi Mayıs-Eylül aylarında yani güneşlenme sürelerinin yüksek olduğu zamanlarda şebekeye verilen enerji miktarı alınandan daha fazladır. Gün içerisinde ise yine FV panellerin üretimde olduğu gündüz saatlerinde şebekeye enerji verilirken akşam ve gece vakitlerinde şebekeden enerji alınmıştır. Yıllık toplam değerlere bakıldığında şebekeye verilen enerji miktarı 584 736 kWh fazladır. Türkiye’de yürürlükte olan mevzuat gereği, şebekeye bağlı üretim sistemlerinde önce sistemin şebekeye verdiği enerji değerinde şebekeden çekilen enerji değeri çıkarılır. Kalan miktarın yürürlükteki değer üzerinden ödemesi yapılır. Türkiye’de 1 MWh enerji için üretim santrallerine ödenen miktar ortalama 70.32 \$’dır (EPİAŞ, 2024). HOMER Pro’da şebeke parametreleri girilirken alışı ve satış fiyatı olarak 0.7032 \$/kWh girilmiştir.

Çalışma ömrü 25 yıl olarak tasarlanan sistemin maliyet tablosu Çizelge 13’te verilmiştir. Maliyet analizi sonucu sistemin NPC değeri 47 775 930.46 \$, kurulum maliyeti 43 691 887.50 \$, yenileme maliyeti 34 650 886.68 \$ ve bakım-onarım maliyeti 4 519 849.71 \$ olarak hesaplanmıştır. Sistemin geri dönüşüm maliyeti 26 046 994 \$ olup yakıt maliyeti bulunmamaktadır. LCOE değeri ise 0.01683 \$/kWh olarak elde edilmiştir.

**Çizelge 13.** Sistemin maliyet tablosu

| Bileşenler                 | FV (LR6-72)   | RT (Eocycle EO10) | Şebeke        | Konverter    | Sistem        |
|----------------------------|---------------|-------------------|---------------|--------------|---------------|
| Kurulum maliyeti (\$)      | 16 100 000    | 23 200 000        | 0.00          | 4 391 887.50 | 43 691 887.50 |
| Yenileme maliyeti (\$)     | 0.00          | 28 867 461.09     | 0.00          | 5 783 425.59 | 34 650 886.68 |
| Bakım-onarım maliyeti (\$) | 7 363 072.44  | 1 280 534.34      | 13 163 456.48 | 0.00         | 4 519 849.71  |
| Yakıt (\$)                 | 0.00          | 0.00              | 0.00          | 0.00         | 0.00          |
| Geri dönüşüm maliyeti (\$) | 0.00          | 23 730 915.93     | 0.00          | 2 316 078.07 | 26 046 994.00 |
| Total (\$)                 | 23 463 072.44 | 29 617 079.49     | 13 163 456.48 | 7 859 235.02 | 47 775 930.46 |

Şehir içi yolcu taşımada kullanılan mevcut dizel araçların yakıt tüketim değerleri Çizelge 14’te gösterilmiştir.

**Çizelge 14.** Diyarbakır ili şehir içi yolcu taşımacılığında mevcutta kullanılan araçların yakıt tüketim

|   | Minibüs        | Belediye Otobüsü |
|---|----------------|------------------|
| Araç sayısı                                 | 653            | 130              |
| Yakıt cinsi                                 | Dizel          | Dizel            |
| Birim yakıt bedeli (\$) (petrolofisi.com)   | 1.4            | 1.4              |
| Günlük ortalama kat edilen mesafe (km)      | 275            | 275              |
| Bir aracın 100 km’de tükettiği yakıt        | 15 (lt)        | 27 (lt)          |
| Bir aracın günlük tükettiği yakıt           | 41.25 (lt)     | 74.25 (lt)       |
| Bir aracın aylık (28 gün) tükettiği yakıt   | 1.155 (lt)     | 2.079 (lt)       |
| Bir aracın yıllık tükettiği yakıt           | 13.860 (lt)    | 24.948 (lt)      |
| Tüm araçların yıllık tükettiği toplam yakıt | 9 050 580 (lt) | 3 243 240 (lt)   |
| Toplam yıllık yakıt bedeli (\$)             | 12.670.812     | 4.540.536        |

Çizelgede görüldüğü gibi Diyarbakır şehir içi yolcu taşımacılığında kullanılan araçların ayda 28 gün çalışmaları kabul edilmiş ve bu durumda sektördeki tüm araçların bir yıl boyunca toplam 12 293 820 litre dizel ve 6 930 000 m<sup>3</sup> doğal gaz tükettiği hesaplanmıştır. Türkiye’de dizel yakıtın bedeli yaklaşık 1.4 \$/lt, doğal gazın ise 1.1 \$/m<sup>3</sup> olduğu dikkate alınarak yapılan maliyet hesabında, bir yılda toplam 24 834 348 \$ yakıt harcaması gerçekleşmektedir. Tasarlanan şebekenin 25 yıl boyunca toplam NPC değerinin 47 775 930.46 \$ olduğu göz önüne alınırsa, yakıt bedelinin çok kısa sürede sistemin tüm maliyetini karşılayacağı anlaşılmaktadır.

Ekonomik analizin yanı sıra çevresel etki analizi için CO<sub>2</sub> salınımı hesaplanmıştır. Bir litre dizel yakıt tüketildiğinde 2.56 kg CO<sub>2</sub> açığa çıkarken 1 m<sup>3</sup> doğalgazın yakılması durumunda ise 2.03 kg CO<sub>2</sub> ortaya çıkmaktadır (Li ve ark., 2018). Bu oranlar dikkate alındığında şehir içi taşımacılık yapan tüm araçların CO<sub>2</sub> emisyon miktarları Çizelge 15’te sunulmuştur.

**Çizelge 15.** Diyarbakır ili şehir içi yolcu taşımacılığında mevcutta kullanılan araçların CO<sub>2</sub> emisyon değerleri

|  | Minibüs        | Belediye Otobüsü |                             |
|--|----------------|------------------|-----------------------------|
| Araç sayısı  | 653            | 130              | 150                         |
| Yakıt cinsi  | Dizel          | Dizel            | Doğal Gaz                   |
| Yakıtın birim CO <sub>2</sub> emisyon değeri         | 2.56 (kg/lt)   | 2.56 (kg/lt)     | 2.03 (kg/ m <sup>3</sup> )  |
| Araçların yıllık tükettiği toplam yakıt              | 9 050 580 (lt) | 3 243 240 (lt)   | 6 930 000 (m <sup>3</sup> ) |
| Araçların yıllık CO <sub>2</sub> emisyon değeri (kg) | 23 169 484.80  | 8 302 694.40     | 14 067 900                  |
| Toplam CO <sub>2</sub> emisyon değeri (kg/yr)        | 45 540 079.2   |                  |                             |

Önerilen sistemdeki üretim kaynaklarının CO<sub>2</sub> emisyonu sıfır olmasına rağmen şebeke nedeniyle modelin toplam CO<sub>2</sub> emisyon değeri 14,137,174 kg/yr olarak hesaplanmıştır. Bu değer mevcut araçların saldıdığı emisyon değerinin üçte birinden daha azdır. Sera gazı etkisi göz önüne alındığında, CO<sub>2</sub> emisyon değerindeki bu azalış çevresel açıdan oldukça önemlidir.

## SONUÇ

Şehir içi yolcu taşımacılığı sektörü hayati bir öneme sahip olmakla beraber kullanılan fosil yakıtlar nedeniyle çevreye zarar veren sektörlerden biridir. Kırsal nüfusun azalıp şehir nüfuslarının artmasına bağlı olarak dünyada ve ülkemizde toplu taşıma araçlarının sayısı ve çeşitliliği artmaktadır. Bunun sonucu olarak sera gazı etkisine sahip CO<sub>2</sub> emisyon değeri hızla yükselmektedir.

Bu çalışmada 1.8 milyonu aşan bir nüfusa sahip olan Türkiye'nin büyük şehirlerinden Diyarbakır ilindeki şehir içi yolcu taşımacılığında kullanılan araçların elektrikli araçlara dönüştürülmesi süreci ele alınmıştır. Fosil yakıt kullanan mevcut 653 adet minibüs ile 280 adet otobüsün tamamının EA'lara çevrilmesi durumunda bu araçların enerji ihtiyacını karşılayacak bir mikro şebeke tasarlanmış ve şebekenin teknik, ekonomik ve çevresel etkileri analiz edilmiştir. Tasarlanan şebekenin NPC değeri 47.77 milyon \$, LCOE değeri ise 0.01683 \$/kWh olarak elde edilmiştir. Mevcut araçların yıllık yakıt gideri 24.83 milyon \$ olarak hesaplanmıştır. Bir yıllık yakıt bedeli ile tasarlanan sistemin 25 yıllık toplam maliyetini ifade eden NPC değeri karşılaştırıldığında önerilen modelin ne kadar ekonomik olduğu görülmektedir. Ayrıca mevcut araçların yıllık CO<sub>2</sub> emisyon miktarı 45,540 ton/yıl iken önerilen sistemin yıllık emisyon miktarı bu değerden üçte birinden azdır. Tüm bu değerler mevcut şehir içi taşımada kullanılan araçların bir an önce EA'lara dönüştürülmesi gerektiğini ortaya koymaktadır.

Bu makale ile; çevresel ve ekonomik açıdan şehir içi taşımacılıkta EA'lara geçişin önemi ve gerekliliği ortaya konulmuştur. Literatürdeki çalışmalar genellikle birkaç araca hizmet veren şarj istasyonları için mikro şebeke modellerine odaklanırken, bu çalışmada yaklaşık 1000 aracın şarjını sağlayacak kapasitede bir mikro şebeke modeli geliştirilmiştir. Bu büyüklükteki bir mikro şebekenin ekonomik ve çevresel avantajlarının gösterilmesi, bu tür sistemlerin kurulması ve uygulanması için yerel yönetimleri teşvik edecek ve cesaretlendirecektir.

## Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

## Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

## KAYNAKLAR

Alanazi, A., Jan, S. T., Alanazi, M., & Khan, Z. (2024). Analysis of hybrid energy systems for electric vehicle charging of different demographics. *Clean Technologies and Environmental Policy*, 1-26.



- Baek, S., Kim, H., & Chang, H. J. (2015). Optimal hybrid renewable power system for an emerging island of South Korea: The case of Yeongjong Island. *Sustainability*, 7(10), 13985-14001.
- DEMİRCİ, A., & ÖZTÜRK, Z. (2023). Farklı İklim Özelliklerine Sahip Fotovoltaik Panel ve Enerji Depolama Entegreli Elektrikli Araç Şarj İstasyonlarının Teknik, Ekonomik ve Çevresel Optimizasyonu. *Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 11(4), 1913-1929.
- Diler, A. (2006). Şehir İçi Toplu Taşımacılıkta Kullanılan Otobüslerde, Doğal Gaz Kullanımının Karbon Dioksit Emisyonlarına Etkileri. *Fen Bilimleri Enstitüsü*, enerjiburada.com. (2024). <https://www.enerjiburada.com/monokristal-gunes-paneli-cesitleri-ve-fiyatlari/lexron-410w-watt-monokristal-gunes-paneli-72-cell-lxr-410m-lxr-m-72c-410w-183927333>
- EPİAŞ. (2024). Piyasa Takas Fiyatı. Retrieved from <https://seffaflik.epias.com.tr/electricity/electricity-markets/day-ahead-market-dam/market-clearing-price-mcp>
- Gökçek, M., & Kale, C. (2018). Techno-economical evaluation of a hydrogen refuelling station powered by Wind-PV hybrid power system: A case study for İzmir-Çeşme. *International Journal of Hydrogen Energy*, 43(23), 10615-10625.
- HOMER. (2024). HOMERHelpManual. Retrieved from <https://homerenergy.com/pdf/HOMERHelpManual.pdf.%20Accesed%20on%20February%2021.2024>
- IEA. (2023). WorldEnergyOutlook. Retrieved from <https://iea.blob.core.windows.net/assets/86ede39e-4436-42d7-ba2a-edf61467e070/WorldEnergyOutlook2023.pdf>
- Islam, M. S., Akhter, R., & Rahman, M. A. (2018). A thorough investigation on hybrid application of biomass gasifier and PV resources to meet energy needs for a northern rural off-grid region of Bangladesh: A potential solution to replicate in rural off-grid areas or not? *Energy*, 145, 338-355.
- Jahangiri, M., Haghani, A., Heidarian, S., Mostafaeipour, A., Raiesi, H. A., & Alidadi Shamsabadi, A. (2020). Sensitivity analysis of using solar cells in regional electricity power supply of off-grid power systems in Iran. *Journal of Engineering, Design and Technology*, 18(6), 1849-1866.
- KARSAN. (2024). E-ata 12 - teknik özellikler. Retrieved from <https://www.karsan.com/tr/teknik-ozellikler-e-ata-12>
- KARSAN. (2024). E-jest - teknik özellikler. Retrieved from <https://www.karsan.com/tr/e-jest-teknik-ozellikler>
- Khan, F. A., Mekhilef, S., Ramachandaramurthy, V. K., Abd Aziz, N. F., Pal, N., Yaseen, A., Yadav, A., Asim, M., & Alshammari, O. (2024). Design and Development of Grid Independent Integrated Energy System for Electric Vehicle Charging Stations at Different Locations in Malaysia. *Energy*, 131686.
- Li, P., Zhao, P., & Brand, C. (2018). Future energy use and CO2 emissions of urban passenger transport in China: A travel behavior and urban form based approach. *Applied energy*, 211, 820-842.
- Muslu, (2000). *Ekoloji ve Çevre Sorunları*. İstanbul: Aktif Yayınevi
- NCEI (2021). Annual 2021 Global Climate Report. Retrieved from <https://www.ncei.noaa.gov/access/monitoring/monthly-report/global/202113>
- Odetoye, O., Olulope, P., Olanrewaju, O., Alimi, A., & Igbinosa, O. (2023). Multi-year techno-economic assessment of proposed zero-emission hybrid community microgrid in Nigeria using HOMER. *Heliyon*, 9(9).

- Rohani, A., Mazlumi, K., & Kord, H. (2010). Modeling of a hybrid power system for economic analysis and environmental impact in HOMER. Paper presented at the 2010 18th Iranian Conference on Electrical Engineering.
- Sharma, H., & Mishra, S. (2019). Hybrid optimization model for smart grid distributed generation using Homer. Paper presented at the 2019 3rd International Conference on Recent Developments in Control, Automation & Power Engineering (RDCAPE).
- Palanisamy, S., & Lala, H. (2024). Optimal Sizing of Renewable Energy Powered Hydrogen and Electric Vehicle Charging Station (HEVCS). IEEE Access.
- petrolofisi.com. (2024). <https://www.petrolofisi.com.tr/akaryakit-fiyatlari>
- <https://solaravm.com/huawei-15-kw-inverter-sun2000-15ktl-m2-trifaze> (Erişim tarihi: 23.02.2024)
- Tüik. (2023). Ulaştırma türüne göre seragazi emisyonu (kiloton co2 eşdeğeri). Retrieved from <https://cevreselgostergeler.csb.gov.tr/ulastirma-turune-gore-seragazi-emisyonu-i-85790aa>
- Xu, A.; Awalın, L.J.; Al-Khaykan, A.; Fard, H.F.; Alhamrouni, I.; Salem, M. Techno-Economic and Environmental Study of Optimum Hybrid Renewable Systems, including PV/Wind/Gen/Battery, with Various Components to Find the Best Renewable Combination for Ponorogo Regency, East Java, Indonesia. Sustainability 2023, 15, 1802. <https://doi.org/10.3390/su15031802>
- Yılmaz, M. S., Tur, M. R., & Özhan, D. Batman Üniversitesi Batı Raman Kampüsünde Hibrit Enerji Sistemleri Kullanılarak Şarj İstasyonu Enerji İhtiyacının Karşılınması: Teknik ve Ekonomik Analizi. Journal of Science, Technology and Engineering Research, 4(2), 100-111.
- Wang, R., Lam, C.-M., Hsu, S.-C., & Chen, J.-H. (2019). Life cycle assessment and energy payback time of a standalone hybrid renewable energy commercial microgrid: A case study of Town Island in Hong Kong. Applied energy, 250, 760-775.

**Atf İçin:** Şengül, M., Aksoy, S., ve Karakütük İ. A. (2024). İnfüze Zeytin Yaprağı Çayının Bazı Fiziksel Özellikleri ve Antioksidan Aktivitesi Üzerine İnfüzyon Sıcaklığı ve Partikül Büyüklüğünün Etkisi. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1128-1143

**To Cite:** Şengül, M., Aksoy, S., & Karakütük İ. A. (2024). Effect of Infusion Temperature and Particle Size on Some Physical Properties and Antioxidant Activity of Infused Olive Leaf Tea. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1128-1143.

## İnfüze Zeytin Yaprağı Çayının Bazı Fiziksel Özellikleri ve Antioksidan Aktivitesi Üzerine İnfüzyon Sıcaklığı ve Partikül Büyüklüğünün Etkisi

Memnune ŞENGÜL<sup>1</sup>, Sefa AKSOY<sup>2\*</sup>, İsa Arslan KARAKÜTÜK<sup>2</sup>

### Öne Çıkanlar:

- Oda sıcaklığında infüze edilen çay örneklerinde toplam fenolik madde, DPPH<sup>·</sup> ve ABTS<sup>+</sup> değerleri en yüksek bulunmuştur
- En yüksek toplam fenolik madde, toplam flavanoid, DPPH<sup>·</sup>, ABTS<sup>+</sup> ve FRAP sonuçları öğütülmüş çay örneklerinde tespit edilmiştir
- Bütün halde buzda infüze edilen zeytin yaprağı çayı örneklerinde toplam fenolik madde, toplam flavanoid ve antioksidan aktivite en düşük bulunmuştur

### Anahtar Kelimeler:

- Zeytin yaprağı
- bitki çayı
- partikül büyüklüğü
- antioksidan aktivite
- toplam fenolik madde
- infüzyon sıcaklığı

### Effect of Infusion Temperature and Particle Size on Some Physical Properties and Antioxidant Activity of Infused Olive Leaf Tea

### Highlights:

- Total phenolic substance, DPPH and ABTS<sup>+</sup> values were found to be highest in tea samples infused at room temperature
- The highest total phenolic substance, total flavanoid, DPPH, ABTS<sup>+</sup> and FRAP results were detected in ground tea samples
- The lowest total phenolic substance, total flavanoid and antioxidant activity results were detected in olive leaf tea samples infused in cold drip

### Keywords:

- Olive leaf,
- herbal tea,
- particle size,
- antioxidant activity,
- total phenolic content,
- infusion temperature

### ÖZET:

Zeytin meyvesi yüzyıllardan beri farklı şekillerde işlenerek gıda olarak tüketilirken; yaprakları da terapötik etkileri nedeniyle kullanılmaktadır. Günümüzde sağlığa yararları açısından pek çok çalışmaya konu olan zeytin yaprağı, en yaygın çay olarak tüketilmektedir. Bu çalışmada partikül büyüklüğü ve farklı infüzyon sıcaklıklarının infüze çayın bazı fiziksel özellikleri, toplam fenolik madde (Folin-Ciocalteu yöntemi) ve flavonoid miktarı, antioksidan kapasitesi (ABTS<sup>+</sup>, DPPH, FRAP) ve duyuşsal özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Partikül büyüklüğü ve infüzyon yöntemleri, analiz edilen tüm özellikler üzerine istatistiksel olarak çok önemli seviyede (p<0.01) etkili olmuştur. Zeytin yapraklarının öğütülmesinin, infüzyonda L\* ve b\* değerlerini arttırdığı, a\* değerini ise azalttığı tespit edilmiştir. İnfüze çayların toplam fenolik madde miktarlarının 128.87 ile 58.04 mg GAE/L arasında değiştiği, toplam flavonoid madde miktarının sıcak infüze çayda en yüksek (491.54 mg QE/L) olduğu tespit edilmiştir. Öğütülmüş yapraklardan infüze edilen çayların bütün halde infüze edilenlere göre daha yüksek antioksidan aktiviteye sahip oldukları saptanmıştır. Duyuşsal değerlendirmede, bütün halde yapraklardan buzda ve oda sıcaklığında infüze edilen çayların genel kabul edilebilirlik puanlarının en yüksek oldukları belirlenmiştir.

### ABSTRACT:

While olive fruit has been processed and consumed as food in different ways for centuries; Its leaves are also used for their therapeutic effects. Today, olive leaf, which has been the subject of many studies in terms of its health benefits, is most commonly consumed as tea. In this study, particle size and different infusion temperatures were used to determine some physical properties of infused tea, total phenolic substance (Folin-Ciocalteu method) and flavonoid amount, antioxidant capacity (ABTS<sup>+</sup>, DPPH, FRAP) and its effects on sensory properties were investigated. Particle size and infusion methods had a statistically significant effect on all analyzed properties (p<0.01). It has been determined that grinding olive leaves increases the L\* and b\* values and decreases the a\* value in the infusion. It was determined that the total phenolic substance amounts of infused teas varied between 128.87 and 58.04 mg GAE/L, and the total flavonoid substance amount was highest in hot infused tea (491.54 mg QE/L). It has been determined that teas infused from ground leaves have higher antioxidant activity than those infused whole. In sensory evaluation, it was determined that the overall acceptability of teas infused from whole leaves on ice and at room temperature was highest.

<sup>1</sup>Memnune ŞENGÜL ([Orcid ID: 0000-0003-3909-2523](https://orcid.org/0000-0003-3909-2523)), Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü, Erzurum, Türkiye

<sup>2\*</sup>Sefa AKSOY ([Orcid ID: 0000-0003-0849-8088](https://orcid.org/0000-0003-0849-8088)), <sup>2</sup>İsa Arslan KARAKÜTÜK ([Orcid ID: 0000-0002-0317-2882](https://orcid.org/0000-0002-0317-2882)), (<https://orcid.org/0000-0002-0317-2882>), Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Erzurum, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Sefa AKSOY, e-mail: sefa.aksoy14@ogr.atauni.edu.tr

Bu çalışma Sefa Aksoy'un Yüksek Lisans tezinden üretilmiştir.

## GİRİŞ

Zeytin (*Olea europaea* L.), 27 tür, 600'e yakın varyetesi bulunan Oleaceae familyasının bir üyesi olup dünya üzerinde Akdeniz ikliminin yaygın olduğu, tropikal ve subtropikal iklimin görüldüğü bölgelerde yetişmektedir (Efe ve ark., 2011). Zeytin ağaçları dört mevsim yeşil yapraklı olup, yaprakların alt kısımları mat yeşil renkte iken üst kısımları açık yeşil renktedir. Genç zeytin ağaçlarında yapraklar daha küçük ve daha koyu renkte olabilmektedir. Zeytin yapraklarının boyutları sapsız halde yaklaşık 8-86 mm x 4-24 mm olabilmekte, ancak yaprak boyutları ve yaprak şekilleri zeytin çeşidine bağlı olarak değişiklik gösterebilmektedir (Gürbüz ve Öğüt, 2018).

Zeytin yetiştiriciliğinde zeytin ağaçlarının budanması yaşam döngüsü açısından önemli ve gerekli bir işlemdir, bu işlem ağaca daha dayanıklı bir yapı kazandırmanın yanında hasadı kolaylaştırmakta ve üretimi dengelemektedir. Budama sonucunda toplanan atıklar (zeytin yaprağı, dal ve ince dallar) içerisinde zeytin yapraklarının toplam kuru ağırlığının %25'ini oluşturduğu tahmin edilmektedir (Espeso ve ark., 2021). Zeytin meyvelerinin hasadı ve budama aşamalarında yan ürün olarak ortaya çıkan zeytin yaprakları, zeytin işleme proseslerine gelen zeytin ağırlığının da yaklaşık %10'unu oluşturmaktadır (Talhoui ve ark., 2015). Üretilen her litre zeytinyağı için ise 6.23 kg budama atığı dal ve yaprak olduğu bildirilmiştir (Avraamides ve Fatta, 2008).

Genelde meyvesi ve yağından faydalanılmakta olan zeytin, antik çağlardan beri, barış, zafer ve sağlıklı yaşam gibi çeşitli sembolere konu olmuş bir bitkidir. Günümüzde zeytinin tüm kısımları hayatın her alanında kullanılmakta olup, çekirdeği ve yaprakları halk hekimliğinde önem arz etmektedir (Şekeroğlu ve Gezici, 2020). Pek çok kültürde hastalıkları tedavi amacıyla kullanılan, günümüzde çeşitli formlarda satışı bulunan zeytin yaprağı ve zeytin yaprağı içeren takviye edici ürünlerin diyabet, kronik yorgunluk, idrar yolu enfeksiyonları, kalp damar hastalıkları, soğuk algınlığı, yüksek tansiyon ile bağışıklık sistemini destekleyici etkileri olduğu bilinmektedir. Zeytin yaprağının sağlığa faydalı etkileri, fenoliklerden ve diğer antioksidan maddelerden kaynaklanmaktadır. Zeytin yaprağının içerdiği önemli fenolik bileşikler, ağaçların olgunluk derecesi, yetiştiği iklim ve toprak şartları ile depolama koşulları gibi etmenlere bağlı değişkenlik göstermektedirler (Arslan ve ark., 2021).

Fenolik bileşikler bitki metabolizmalarında bulunan sekonder ürünlerdir ve bitkiyi zararlı etkenlere karşı koruma görevi üstlenerek çeşitli böcek ve patojen saldırıları sırasında üretilmektedir. Çeşitli fenolik bileşiklerce zengin zeytin yaprağında tanımlanmış beş grup fenolik bileşen bulunmaktadır. Bunlar; oleuropeosidler (oleuropein ve verbaskozid), flavanoller (rutin), flavonlar (apigenin-7-glukozid, luteolin-7- glukozid, diosmetin-7-glukozid, luteolin ve diosmetin), flavan-3-oller (kateşin), ikame fenoller (vanilin, tirozol, hidroksitirozol, kaffeik asit ve vanillik asit) (Benavente-Garcia ve ark., 2000).

Başta oleuropein olmak üzere polifenolik bileşiklerce zengin zeytin yaprağı, antiinflamatuvar, antimikrobiyal, antioksidan, antitrombotik, antiviral, hipokolesterolemik etkileri bulundurmakta ve bu çok yönlü aktiviteleri sayesinde ilaç sanayi, kozmetik sektörü, alternatif tıp ve beslenme destekleyici ürünler gibi pek çok alanda kullanılabilir (Rodrigues ve ark., 2015).

Bitki çaylarında bulunan yararlı biyoaktif bileşiklerin suya geçiş miktarında değişikliklere neden olmaları sebebiyle infüzyon (demleme) koşulları tüketiciler açısından önem arz etmektedir (Fibrianto ve Kinsky, 2020). Kullanılan bitki materyalinin miktarı, partikül büyüklüğü, infüzyonda kullanılan su miktarı ve sıcaklığı, infüzyon süresi, karıştırma işleminin olup olmaması, süt veya şeker ilavesine bağlı olarak bitkilerde bulunan biyolojik olarak aktif bileşiklerin suya geçiş miktarı değişebilmektedir (da Silveira ve ark., 2014).

Daha önce yapılan çalışmalarda, Büyükbacı ve El (2008) bazı bitki çaylarıyla yaptıkları çalışmada zeytin yaprağı çayının *in vitro* antidiyabetik, antioksidan ve fenol içeriklerini, Işık (2017) zeytin yapraklarının farklı yöntemler ile kurutulması sonucu elde edilen bitki çaylarının çeşitli biyoaktif özelliklerini, Germek ve ark., (2021) Hırvat zeytin yapraklarının sıcak (75 °C/3 dk-100 °C/3 dk) ve soğuk (25 °C / 30 dk) infüzyonlarının fenolik bileşimini incelemişlerdir. Değirmencioğlu ve ark., (2020) zeytin yaprağı ekstraktı ilaveli fonksiyonel kombucha çayı üretmişlerdir.

Bu çalışma, Türkiye’de zeytin ağaçlarının budama atıklarından olup sağlığa faydalı etkileri bilinen zeytin yapraklarından elde edilen infüze çayın bazı fiziksel özellikleri (renk, pH), toplam fenolik ve toplam flavonoid madde miktarları ile antioksidan aktivitesi ve duyuşal özellikleri üzerine partikül büyüklüğü (bütün ve öğütülmüş) ve dört farklı infüzyon sıcaklığının (kaynama sıcaklığı, oda sıcaklığı, buzdolabı sıcaklığı, buz ile demleme) etkisini belirlemek amacıyla yapılmıştır. Böylece bahsedilen özellikler açısından daha iyi bir çay eldesi için uygun partikül büyüklüğü ve infüzyon sıcaklığı belirlenmiştir.

## MATERYAL VE METOT

### Materyal

Bu araştırmada kullanılan zeytin yaprakları (*Olea europaea* L.) İzmir ili Menderes ilçesinde yetişen zeytin ağaçlarından 2023 yılı ocak ayında elle hasat edilmiştir. Zeytin yaprakları, oda sıcaklığında (25±2 °C) gölgede 10 günde kurutulmuşlardır. Kurutulmuş zeytin yaprakları bütün halde plastik buzdolabı poşetlerine koyularak öğütülünceye ve infüzyon yapıncaya kadar buzdolabında muhafaza edilmişlerdir. Çay yaprakları blender (Waring HGB2WTS3, USA) ile öğütülmüş ve ardından 0.45 mm çaplı çelik elekten elenmiştir. İnfüzyonlarda kullanılan bütün ve öğütülmüş zeytin yapraklarına ait görseller Şekil 1’de verilmiştir.



Şekil 1. Kurutulmuş bütün (a) ve öğütülmüş (b) zeytin yaprakları

### Metot

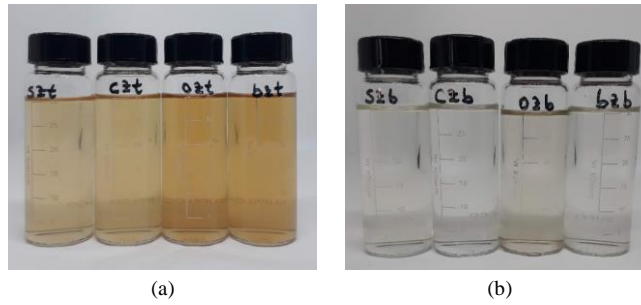
#### Çay İnfüzyonlarının Hazırlanması

Bütün veya öğütülmüş zeytin yaprakları infüzyonları Topdaş EF, (2022) tarafından belirtilmiş olan metot çeşitli modifikasyonlara uğratarak hazırlanmış ve infüzyon şartları Çizelge 1’de verilmiştir. Çay infüzyonlarının hazırlanması Sıcak ve soğuk infüzyonlarda, infüzyon süresi sonunda infüzyonlarda bulunan posa, kaba filtre kağıdı yardımıyla süzölmüş ve süzöntüye gerekli analizler uygulanmıştır.

#### Çizelge 1. Bütün veya öğütülmüş zeytin yapraklarından çay infüzyon şartları

| İnfüzyon Yöntemi                     | Sıcaklık        | Formülasyon   | İnfüzyon Süresi     |
|--------------------------------------|-----------------|---|---------------------|
| Sıcak İnfüzyon                       | 90 °C           | 1 g zeytin yaprağı (bütün/öğütülmüş) + 200 mL saf su                    | 5 dk                |
| Soğuk İnfüzyon (Oda Sıcaklığı)       | 25±2 °C         | 1 g zeytin yaprağı (bütün/öğütülmüş) + 200 mL saf su                    | 12 sa               |
| Soğuk İnfüzyon (Buzdolabı Sıcaklığı) | 4-6°C           | 1 g zeytin yaprağı (bütün/öğütülmüş) + 200 mL saf su                    | 12 sa               |
| Buz ile İnfüzyon/Soğuk Damlama       | Başlangıç; 0 °C | 1 g zeytin yaprağı (bütün/öğütülmüş) + 200 mL su-buz karışımı (%50/%50) | 8 sa<br>1 damla/5 s |

Buz ile demleme-soğuk damlama yöntemiyle çay eldesi için; laboratuvar ortamında bir soğuk damlama sistemi kurulmuştur. Bu sistemde erlenmayerler üzerine huniler konmuş ve huni içlerine uygun biçimde filtre kağıtları yerleştirilmiştir. Öğütülmüş ve bütün haldeki zeytin yapraklarından 1'er g tartılarak örnekler filtre kağıdı içerisine konulmuş, daha sonra damlama aşamasında suyun eşit dağılmasının sağlanması ve infüzyonun etkin geçişi için örneklerin üzerleri filtre kağıdı ile kaplanmıştır. Damlama sisteminin kurulumu için peristaltik pompa (Reglo MS-2/6, Ismatec, Germany) kullanılmış olup, cihaz 1 damla/5 s damlama sıklığı olacak şekilde ayarlanmıştır. Kullanılan su-buz karışımı ise %50 su / %50 buz olarak ayarlanmış olup cam beherlere bu karışım aktarılmış ardından damlama işlemi başlatılmıştır. Yaklaşık 8 saatlik süre sonunda damlama işlemi sonlanmış olup hazır hale gelen örnekler gerekli analizler uygulanmıştır.



Şekil 2. Öğütülmüş (a) ve bütün (b) halde çay yapraklarından elde edilen infüze örnekler

### Renk ve pH Analizi

İnfüze çay örneklerinin pH değerleri pH-metre (OHAUS Starter 3100, USA) ile, (Cemeroğlu, 2010) renk değerleri CIE (L\*, a\*, b\*) kolorimetre (Konica Minolta CR-400, Korea) cihazı ile (Zor ve Şengül, 2022) ölçülmüş, C\* (Chroma, renk yoğunluğu) ve H° (Heu açısı, renk tonu) değerleri a\* ve b\* değerlerinden yararlanılarak aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmıştır.

$$C^* = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2} \quad (1)$$

$$H^\circ = \arctan (b^*/a^*) \quad (2)$$

### Toplam Fenolik Madde (TFM), Toplam Flavanoid (TF) ve Antioksidan Aktivite Tayini

Bu araştırmada analiz edilen örnekler sıvı ve berrak olduğu için ekstraksiyon yapılmadan doğrudan toplam fenolik madde, toplam flavanoid madde ve antioksidan aktivite (DPPH, ABTS<sup>+</sup>, FRAP) analizleri yapılmıştır.

#### Toplam Fenolik Madde Tayini

İnfüze çay örneklerinin toplam fenolik madde miktarı Folin-Ciocalteu yöntemi ile belirlenmiştir (Meda ve ark., 2005; Karakütük ve ark., 2023). Analiz aşamasında ilk olarak cam tüplere 100 µl örnek ilave edilmiş ardından 2.5 mL 0.2 N Folin-Ciocalteu çözeltisi eklenerek tüpler vortex (Heidolph Reax Top, D-91126 Schwabach, Germany) yardımıyla vortekslenmiştir. 3 dakika bekleme süresinin ardından 2 mL % 7.5' luk Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> eklenerek tüpler yeniden vortekslenmiştir. Örnekler, karanlık ortamda ve oda sıcaklığında 2 saat bekletildikten sonra, köre karşı 760 nm dalga boyunda absorbans değerleri okunmuştur. Örneklerin toplam fenolik madde miktarları tespiti yapılırken gallik asit standardı ile hazırlanmış kalibrasyon eğrisi kullanılmıştır. Sonuçlar mg gallik asit eşdeğeri (mg GAE/L) cinsinden verilmiştir.

#### Toplam Flavanoid Tayini

İnfüze çay örneklerinin toplam flavanoid miktarını belirlemek amacıyla spektrofotometrik yöntem uygulanmıştır. Örneklerin kendisinden 0.25 mL alınmış üzerine 1.25 mL damıtık su ilave edilmiştir.

Ardından 0.075 mL 0.05 g/mL'lık NaNO<sub>2</sub> ilave edilmiş ve vortekslenerek 6 dakika bekletilmiştir. Daha sonra 0.15 mL 0.1 g/mL'lık AlCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O ilave edilerek vortekslenmiş ve 5 dakika bekletilmiştir. Son olarak 0.5 mL 1 mol/L'lık NaOH ilave edilmiş ve vorteks ile karıştırılarak 15 dakika boyunca inkübe edilmiştir. İnkübasyon süresi sonunda örnek absorpsansları spektrofotometrede (PG Instruments T60V, UK) 510 nm dalga boyunda okunmuştur. Örneklerin toplam flavanoid madde miktarları belirlenirken quercetin ile hazırlanan kalibrasyon eğrisi kullanılmış ve sonuçlar quercetin eşdeğeri (mg QE/L) olarak ifade edilmiştir (Koçak ve ark., 2018).

### DPPH Serbest Radikali Giderme Aktivitesi

İnfüze çay örneklerinin DPPH radikali süpürme aktivitesi analizi için örneklerden 10, 20, 30 µg/ml alınmış ardından etanol ile 2 mL'ye tamamlanmıştır. Etanol ilavesi ile 2 mL hacime tamamlanan örnekler üzerine 500 µl DPPH çözeltisi ilave edilerek vorteks ile homojen karışım sağlanıncaya kadar karıştırılmış ve 30 dakika süreyle karanlık bir ortamda oda sıcaklığında inkübasyona bırakılmıştır. İnkübasyon sonunda örneklerin absorpsansları spektrofotometre cihazında 517 nm dalga boyunda okunmuştur (Popović ve ark., 2012). Örneklerin % inhibisyon değerleri hesaplanırken absorpsans değerlerinden yararlanılarak aşağıdaki formülasyon kullanılmıştır.

$$\% \text{ İnhibisyon} = [(A_{\text{DPPH}} - A_{\text{örnek}}) / A_{\text{DPPH}}] \times 100 \quad (3)$$

$A_{\text{DPPH}}$  = DPPH şahit örneğinin absorpsans değeri

$A_{\text{örnek}}$  = Örneğin absorpsans değeri

İnhibisyon değerleri ve örnek hacimleri bir grafiğe aktararak lineer regrasyon analizi uygulanmış ve örneklere ilişkin eğri ve eşitlik tespit edilmiştir. Bu eşitlik sayesinde IC<sub>50</sub> (radikalin %50'sini inhibe eden konsantrasyon) değeri hesaplanmıştır (Zor ve ark., 2022).

### ABTS<sup>•+</sup> Radikali Giderme Aktivitesi

İnfüze çay örneklerinin ABTS<sup>•+</sup> (2,2'-Azino-bis (3-etilbenzotiazolin-6-sülfonik asit)) radikali giderme aktivitesi analizi için saf su ile 2 mM konsantrasyonda hazırlanan ABTS<sup>•+</sup> çözeltisine 2.45 nM potasyum persülfat çözeltisi ilave edilerek karanlık ortamda 16 saat bekletilerek hazırlanmıştır. Hazırlanan çözeltinin absorpsans değeri spektrofotometre cihazında 734 nm dalga boyunda ölçülerek 700±25 olacak şekilde seyreltilmiştir. Örneklerden 10-50 µl/mL alınıp toplam hacim 2 mL'ye tamamlanacak şekilde ABTS<sup>•+</sup> radikali ilave edilmiştir ardından vorteks ile homojen olacak biçimde karıştırılıp karanlık bir ortamda 6 dakika inkübasyona bırakılmıştır. İnkübasyon süresi sonunda örneklerin absorpsans değerleri 734 nm dalga boyunda okunmuştur (Zor ve ark., 2023).

$$\text{ABTS}^{\bullet+} \text{ İnhibisyonu (\%)} = [(A_{\text{ABTS}^{\bullet+}} - A_{\text{örnek}}) / A_{\text{ABTS}^{\bullet+}}] \times 100 \quad (4)$$

$A_{\text{ABTS}^{\bullet+}}$  = ABTS<sup>•+</sup> çözeltisinin absorpsans değeri

$A_{\text{örnek}}$  = Örneğin absorpsans değeri

IC<sub>50</sub> değeri örnek hacimlerine karşı inhibisyon değerlerinin bir grafiğe aktarılması ardından lineer regrasyon analizi uygulanması ile elde edilen eğri ve eşitlik yardımıyla hesaplanmıştır.

### FRAP

İnfüze çay örneklerinin antioksidan aktivitesinin FRAP yöntemiyle tespit edilmesinde Koçak ve ark., (2018)'nin kullanmış olduğu metot çeşitli modifikasyonlara uğratarak uygulanmıştır. Bu analiz kullanılacak olan radikalde bulunan Fe (TPTZ)<sup>3+</sup> karışımındaki Fe<sup>3+</sup> iyonlarının asidik ortam şartlarında mavi renkli Fe (TPTZ)<sup>2+</sup> kompleksine indirgenmesi esasına dayanmaktadır (Koçak ve ark., 2018).

Analizde kullanılacak FRAP reaktifi hazırlanırken, 1 L'lik balon içerisinde 3.1 g sodium asetat + 16 mL asetik asit olacak şekilde bir asetat tamponu (pH 3.6) hazırlanmış, 0.156 g TPTZ (2,4,6-tripyril-s-triazine) 50 mL etanol içerisinde çözündürülmüş ve 100 mL'lik balon içerisinde 0.5404 g  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  + 2 mL HCl (%37 m/m) olacak şekilde hazırlanmıştır. Daha sonra sırasıyla birinci çözeltilerden 80 mL, ikinci çözeltilerden 8 mL ve üçüncü çözeltilerden 8 mL eklenerek karıştırılmıştır. 0.1 mL örnek üzerine 0.9 mL FRAP reaktifi eklenerek vorteksleme işlemi yapılmış ardından 4 dakika inkübasyona bırakılmıştır. Süre sonunda 593 nm dalga boyunda absorbans değerleri ölçülmüştür. Absorbans değerlerinin hesaplaması yapılırken Troloksun farklı konsantrasyonları (5-25  $\mu M$ ) kullanılarak hazırlanmış olan kalibrasyon eğrisi kullanılmıştır. Sonuçlar  $\mu M$  TE/mL cinsinden verilmiştir.

### Duyusal Analiz

İnfüze çay örneklerinin duyuşal deęerlendirmeleri Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Gıda Mühendislięi Bölümü'nde, bölümün yarı uzman lisansüstü öğrencileri ve öğretim üyeleri tarafından yapılmış olup, panelistlerin örnekleri görünüş, renk, koku, ağızda bıraktığı his, lezzet ve genel kabul edilebilirlik parametrelerince deęerlendirmeleri sağlanmıştır. Çay örneklerinin duyuşal kalite karakteristiklerinin tespitinde hedonik tip skala kullanılmış ve deęerlendirme puanları 1 (en düşük), 9 (en yüksek) olmak üzere sıralanarak belirlenmiştir. Şeffaf bardaklara konulan çay numuneleri rastgele üç haneli kodlarla tanımlanmış ve karışık bir sırayla sunulmuştur (Zhang ve ark., 2021). Duyusal deęerlendirme sonuçları her parametrenin ortalaması alınarak yorumlanmıştır.

### İstatistik Analizi

İstatistiksel analiz SPSS 20.0 programı kullanılarak yapılmıştır. Veriler varyans analizine tabi tutulmuş ve korelasyon testi uygulanmıştır. Varyans analizi sonucunda önemli çıkan farklılıklar için ANOVA Çoklu Karşılaştırma testlerinden Duncan Çoklu Karşılaştırma Testi uygulanmıştır. Sonuçlar  $\pm$  standart sapma olarak verilmiş ve  $p < 0.05$  ve  $p < 0.01$  seviyesindeki tüm deęerler anlamlı kabul edilmiştir. Ayrıca örnekler arasındaki benzerlik ve farklılıkların belirlenmesini kolaylaştırmak amacıyla verilere temel bileşen analizi (PCA) uygulanmıştır (SIMCA-P + 14.1, UMETRICS).

### BULGULAR VE TARTIŞMA

İnfüze çay örneklerinin renk ve pH deęerleri Çizelge 2'de verilmiştir. Farklı infüzyon yöntemi ve partikül büyüklüğü, infüze çayların  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $C^*$  ve  $H^\circ$  deęerleri üzerine istatistiki olarak  $p < 0.01$  seviyesinde etkili olmuştur. Oda sıcaklığında, buzdolabı sıcaklığında ve buzda infüze edilmiş çay örneklerinin  $L^*$  deęerinin birbirine benzer ( $62.02 \pm 1.66$ - $61.77 \pm 1.49$ - $61.86 \pm 2.67$ ) ve sıcak infüzyon ile elde edilen çaylardan daha düşük olduęu belirlenmiştir (Çizelge 2).

$L^*$  deęeri Lightness (parlaklık) ölçütü olarak deęerlendirilmekte ve siyah (0) - beyaz (100) olarak ifade edilmektedir. Sıcak infüzyonda dięer yöntemlere göre infüzyon sıcaklığı daha yüksek olmasına rağmen, süre daha kısa olduęu için çay demine renk maddelerinin daha az geçtięi ve bu yüzden rengin daha açık olduęu söylenebilir. Buna göre sıcak infüzyon ile elde edilen çayların dięerlerine göre daha açık renkli olduęu görülmektedir. Benzer şekilde sarı rengin göstergesi olan  $b^*$  deęerinin de sıcak infüze edilmiş çaylarda en düşük, buzda infüze edilmiş çay örneklerinde ise en yüksek olduęu tespit edilmiştir (Çizelge 2). Bu durum soğukta renk maddelerinin daha iyi korunmasından kaynaklanabilir. Çizelge 2'de de görüldüğü gibi  $L^*$  deęeri ile  $b^*$  deęeri arasında negatif korelasyon ( $r = -0.97$ ) mevcuttur (Şekil 5). Örneklerin  $a^*$  deęerinin çok düşük olduęu, sıcakta infüze edilen örneklerin en yüksek  $a^*$  deęerine ( $0.13 \pm 0.41$ ) sahip olduęu, yani rengin kırmızılık düzeyinin fazla olduęu olduęu belirlenmiştir.

Renk yoğunluęunu ifade eden  $C^*$  deęeri en düşük sıcak infüzyon yönteminde ( $2.30 \pm 0.97$ ) tespit edilmiştir.  $H^\circ$  deęeri buzda infüzyon yönteminde en düşük ( $191.37 \pm 107.90$ ) belirlenmiş olup, sıcakta



## İnfüze Zeytin Yaprağı Çayının Bazı Fiziksel Özellikleri ve Antioksidan Aktivitesi Üzerine İnfüzyon Sıcaklığı ve Partikül Büyüklüğünün Etkisi

İnfüze edilmiş, oda sıcaklığında ve buzdolabı sıcaklığında infüze edilmiş çay örneklerinde birbirine benzer şekilde ( $192.75 \pm 107.73$ - $192.56 \pm 108.34$ - $192.38 \pm 108.43$ ) tespit edilmiştir.

Partikül büyüklüğü öğütülmüş halde infüze edilen örneklerin  $L^*$  değerinde bütün halde infüze edilen örneklere göre azalmaya neden olmuştur (Çizelge 2). Öğütülmüş yapraklardan renk maddeleri geçişi daha kolay olduğu için, infüze edilen çayların renginin daha koyu olmasına neden olmuştur. Stamatopoulos ve ark., (2013) tarafından yapılmış olan bir çalışmada da elde ettiğimiz sonuçlara benzer şekilde zeytin yaprağında partikül büyüklüğü azaldıkça demlenmiş çayda renk maddeleri geçişinin arttığı ve rengin koyulaştığı görülmüştür. Çizelge 2 incelendiğinde öğütülmüş yapraklardan infüze edilen çayların  $a^*$  değeri  $-0.42 \pm 0.11$ ,  $b^*$  değeri  $7.09 \pm 2.49$  olarak tespit edilmiş, yani bu çaylarda renk geçişinin fazla, yeşil ve sarı rengin daha belirgin olduğu tespit edilmiştir.  $C^*$  değeri öğütülmüş yapraklardan infüze edilen çaylarda  $7.10 \pm 2.49$  olarak tespit edilmiş ve renk yoğunluklarının daha fazla olduğu belirlenmiştir.  $H^\circ$  değeri ise bütün yapraklardan infüze edilen çaylarda daha yüksek olduğu  $290.94 \pm 0.78$  belirlenmiştir. Öğütme işlemi, renk maddelerinin geçişini artırmıştır (Zor ve ark., 2023).

**Çizelge 2.** İnfüze çayların renk ve pH değerleri

| İnfüzyon Sıcaklığı (İS) | $L^*$              | $a^*$              | $b^*$              | $C^*$             | $H^\circ$             | pH                |
|-------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|-------------------|-----------------------|-------------------|
| Sıcak (90°C)            | $62.59 \pm 1.41^a$ | $0.13 \pm 0.41^a$  | $0.92 \pm 2.46^d$  | $2.30 \pm 0.97^d$ | $192.75 \pm 107.73^a$ | $6.28 \pm 0.16^a$ |
| Oda (25±2 °C)           | $62.02 \pm 1.66^b$ | $0.01 \pm 0.59^c$  | $3.45 \pm 5.31^b$  | $4.91 \pm 3.74^b$ | $192.56 \pm 108.34^a$ | $5.30 \pm 0.62^c$ |
| Buzdolabı (4-6 °C)      | $61.77 \pm 1.49^b$ | $0.11 \pm 0.60^b$  | $2.88 \pm 4.98^c$  | $4.61 \pm 3.09^c$ | $192.38 \pm 108.43^a$ | $5.20 \pm 0.52^d$ |
| Buz (Başlangıç 0 °C)    | $61.86 \pm 2.67^b$ | $0.10 \pm 0.63^b$  | $3.81 \pm 6.20^a$  | $5.73 \pm 4.11^a$ | $191.37 \pm 107.90^b$ | $5.70 \pm 0.64^b$ |
| Önem Seviyesi           | **                 | **                 | **                 | **                | **                    | **                |
| Partikül Büyüklüğü (PB) |                    |                    |                    |                   |                       |                   |
| Bütün                   | $63.70 \pm 0.50^a$ | $0.59 \pm 0.07^a$  | $-1.56 \pm 0.23^b$ | $1.67 \pm 0.24^b$ | $290.94 \pm 0.78^a$   | $6.06 \pm 0.33^a$ |
| Öğütülmüş               | $60.42 \pm 0.71^b$ | $-0.42 \pm 0.11^b$ | $7.09 \pm 2.49^a$  | $7.10 \pm 2.49^a$ | $93.58 \pm 0.59^b$    | $5.18 \pm 0.60^b$ |
| Önem Seviyesi           | **                 | **                 | **                 | **                | **                    | **                |
| İS X PB                 | **                 | **                 | **                 | **                | *                     | **                |

Aynı sütunda bulunan farklı <sup>a-d</sup> simgeleri ortalamaların önemli ölçüde farklı olduğunu göstermektedir ( $p < 0.01$ ); \*\* $p < 0.01$ .

## pH

İnfüze çay örneklerinin pH değerleri Çizelge 2’de verilmiştir. Demleme yöntemi ve partikül büyüklüğü infüze çayların pH değerleri üzerine istatistiki olarak  $p < 0.01$  seviyesinde etkili olmuştur. Sıcak infüzyon yöntemiyle infüze edilen çaylarda pH değeri en yüksek ( $6.28 \pm 0.16$ ) olarak belirlenmiştir. Buzda infüze edilen çaylarda pH  $5.70 \pm 0.64$  oda sıcaklığında infüze edilen çaylarda  $5.30 \pm 0.62$  olarak tespit edilirken en düşük pH değeri buzdolabı sıcaklığında infüze edilen örneklerde  $5.20 \pm 0.52$  olarak tespit edilmiştir.

Partikül büyüklüğü örneklerin pH değeri üzerine istatistiki olarak çok önemli seviyede ( $p < 0.01$ ) etkili olmuştur. Öğütme işlemi, infüzyonda pH değerinin artışına neden olmuştur. Bu durum, öğütülen çay yapraklarından infüzyon sırasında daha fazla madde geçişi olduğunu, deme geçen maddelerin de asitliği artırarak pH değerini düşürdüğünü göstermektedir (Çizelge 2).

İnfüze çay örneklerinin toplam fenolik madde ve toplam flavonoid miktarları Tablo 3’de verilmiştir. İnfüzyon yöntemi ve partikül büyüklüğü, infüze çayların antioksidan aktiviteleri (DPPH, ABTS<sup>+</sup>, FRAP) üzerine istatistiki olarak çok önemli ( $p < 0.01$ ) seviyede etkili olmuştur. Bu durum partikül büyüklüklerinin değişmesi ve farklı infüzyon yöntemlerinde kullanılan sıcaklık ve süre parametrelerine bağlı olarak materyal içerisinde bulunan biyoaktif bileşiklerin geçiş miktarının değişkenlik göstermesiyle ilişkilendirilebilir.

Çizelge 3. İnfüze Çayların Toplam Fenolik Madde, Toplam Flavanoid ve Antioksidan Aktiviteleri

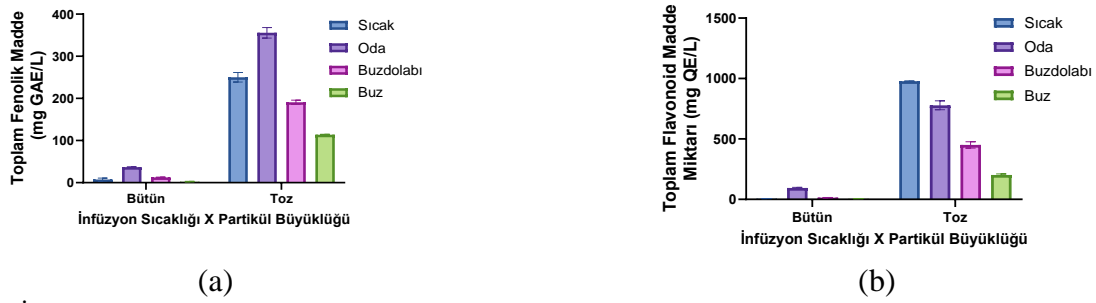
| İnfüzyon Sıcaklığı (İS)        | Toplam Fenolik Madde (mg GAE/L) | Toplam Flavanoid (mg QE/L) | DPPH, IC <sub>50</sub> (µl/ml) | ABTS <sup>+</sup> , IC <sub>50</sub> (µl/ml) | FRAP, % (mM TE/ml)         |
|--------------------------------|---------------------------------|----------------------------|--------------------------------|--|----------------------------|
| Sıcak (90°C)                   | 128.87±133.14 <sup>b</sup>      | 491.54±532.40 <sup>a</sup> | 378.84±396.21 <sup>b</sup>     | 66.12±67.84 <sup>b</sup>                     | 678.73±729.19 <sup>a</sup> |
| Oda (25±2 °C)                  | 196.29±174.84 <sup>a</sup>      | 436.44±375.41 <sup>b</sup> | 79.37±51.68 <sup>c</sup>       | 35.82±22.07 <sup>c</sup>                     | 379.71±251.71 <sup>b</sup> |
| Buzdolabı (4-6 °C)             | 101.58±97.80 <sup>c</sup>       | 232.58±239.19 <sup>c</sup> | 292.63±286.54 <sup>b</sup>     | 60.27±50.11 <sup>b</sup>                     | 362.99±350.94 <sup>b</sup> |
| Buz (Başlangıç 0 °C)           | 58.04±61.19 <sup>d</sup>        | 103.22±108.58 <sup>d</sup> | 1612.95±1712.27 <sup>a</sup>   | 186.01±176.44 <sup>a</sup>                   | 203.77±217.49 <sup>c</sup> |
| Önem Seviyesi                  | **                              | **                         | **                             | **   | **                         |
| <b>Partikül Büyüklüğü (PB)</b> |                                 |                            |                                |  |                            |
| Bütün                          | 14.73±13.94 <sup>b</sup>        | 29.73±39.30 <sup>b</sup>   | 1144.16±1248.98 <sup>a</sup>   | 159.15±116.67 <sup>a</sup>                   | 53.44±61.64 <sup>b</sup>   |
| Öğütülmüş                      | 227.67±92.57 <sup>a</sup>       | 602.16±311.77 <sup>a</sup> | 37.73±20.21 <sup>b</sup>       | 14.97±7.55 <sup>b</sup>                      | 759.16±369.83 <sup>a</sup> |
| Önem Seviyesi                  | **                              | **                         | **                             | **   | **                         |
| İS X PB                        | **                              | **                         | **                             | **   | **                         |

Aynı sütunda bulunan farklı <sup>a-d</sup> simgeleri ortalamaların önemli ölçüde farklı olduğunu göstermektedir (p<0.01); \*\*p<0.01.

### Toplam Fenolik Madde ve Toplam Flavanoid Miktarları

İnfüze çay örneklerinde en yüksek toplam fenolik madde içeriğinin oda sıcaklığında infüze edilmiş çaylarda (196.29±174.84 mg GAE/L), en düşük (58.04±61.19 mg GAE/L) ise buz ile infüzyon yöntemiyle elde edilen çaylarda bulunduğu tespit edilmiştir (Çizelge 3, Şekil 3 a). Bu durumda fenolik madde geçişinin en iyi oda sıcaklığında olduğu, buzdolabı sıcaklığı ve buzda infüzyonda ise TFM geçişinin daha düşük olduğu söylenebilir. Sıcak infüzyonda ise TFM miktarı geçişi buzdolabı ve buzda infüzyona göre daha iyi olmuştur. Fakat sıcak infüzyonda sürenin daha kısa olmasından ve fenolik maddelerde yüksek infüzyon sıcaklığında parçalanma olasılığından dolayı oda sıcaklığına göre daha düşük miktarda TFM geçişi olduğu söylenebilir. Damiani ve ark., (2014) yaptıkları bir çalışmada soğuk demleme (25 °C/30 dk) ile hazırlanan örneklerin fenolik madde içeriğinin sıcak demleme (75 °C/3 dk ve 100 °C/3 dk) ile hazırlanan örneklerle kıyasla daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Yaptığımız çalışmada sıcak infüzyona kıyasla daha düşük sıcaklık olan oda sıcaklığında infüzyon yönteminde en yüksek toplam fenolik madde miktarı belirlenmiştir (Çizelge 3, Şekil 3 a). Buna göre yaptığımız araştırmada elde edilen sonuçlar Damiani ve ark., (2014)'nin tespit ettiği sonuçlarla benzerlik göstermiştir.

İnfüze çay örneklerinde bulunan toplam flavonoid miktarı en yüksek (491.54±532.40 mg QE/L) sıcak demleme yöntemi ile elde edilen çay örneklerinde tespit edilmiştir. İnfüzyon sıcaklığı düştükçe, çayların toplam flavonoid miktarı da düşmüş, yani infüzyon sıcaklığı azaldıkça flavonoid geçişi azalmıştır (Çizelge 3). Debib ve Boukhatem (2017), yapmış oldukları bir çalışmada zeytin yapraklarını oda sıcaklığında 24 saat boyunca su ile bekleterek elde ettikleri ekstraksiyon sonucunda örneklerin toplam fenolik madde miktarını kuru ağırlıkta 10.5 mg GAE/g olarak tespit etmişlerdir. Abaza ve ark., (2011) yaptıkları çalışmada kurutulmuş zeytin yaprağının oda sıcaklığı koşullarında 24 saat süre ile hazırlanan su ekstraksiyonu sonucunda yaprakta bulunan toplam fenolik madde miktarını 16.52 mg GAE/g olarak, toplam flavonoid içeriğini ise 6.23 mg CE/g olarak belirlemişlerdir. Yapılan çalışmalar incelendiğinde toplam fenolik madde ve toplam flavonoid madde içeriklerinin geniş bir skalada farklı değer aralıklarında bulunabileceği tespit edilmiştir. Bu farklılıkların ekstraksiyon çözücüsü, yaprak çeşidi, hasat dönemi, ağaç cinsi ve yaşı, uygulanan yöntem ve teknolojilerin farklı olmasından kaynaklı olabileceği düşünülmektedir.



Şekil 3. İnfüze çayların infüzyon sıcaklığı x partikül büyüklüğüne göre toplam fenolik madde miktarı (a) ve toplam flavonoid madde miktarı (b)

Çizelge 3, Şekil 3a ve Şekil 3b incelendiğinde, bütün haldeki yaprakların infüzyonuyla elde edilen çayların TFM ve TF içeriklerinin öğütülmüş çaylardan elde edilenlere göre çok düşük olduğu görülmektedir. Coşkun (2022) tarafından rapor edilen çalışmada öğütme işlemi, bitki materyalleri içeriğinde bulunan biyolojik aktif bileşiklerin ekstraksiyon aşamasında daha hızlı ve kolay geçişini sağladığı belirtilmiştir.

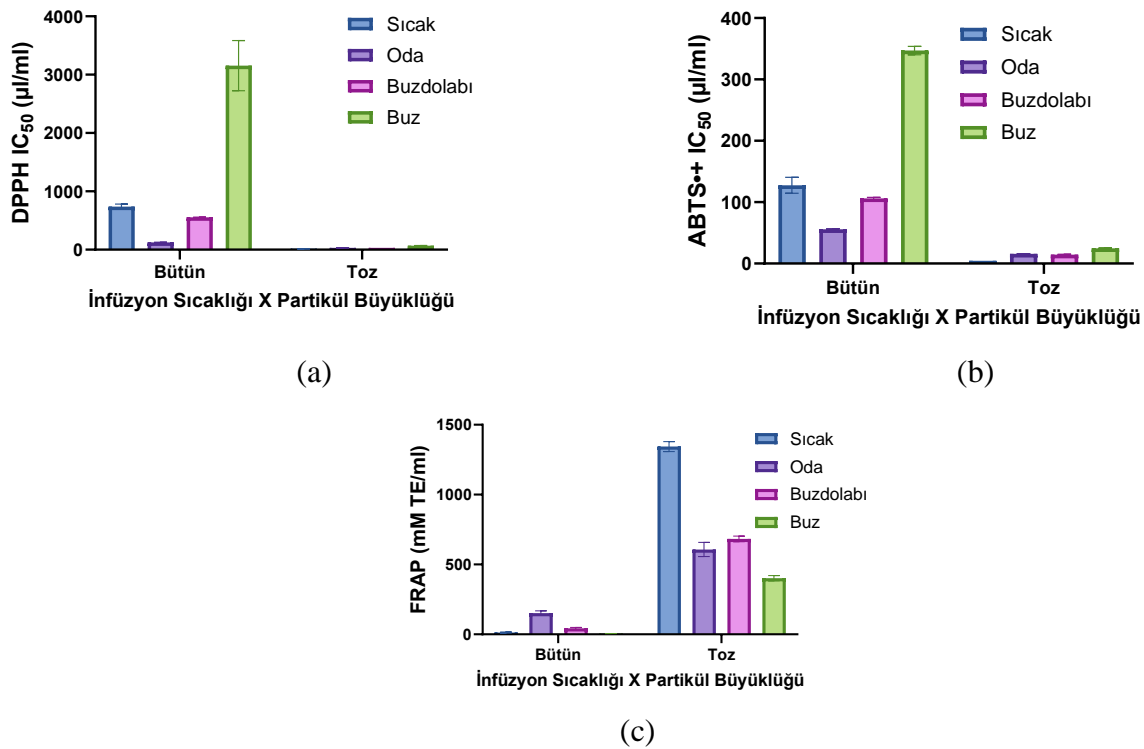
### Antioksidan Aktivite

Zeytin yaprağı çayı örneklerinin DPPH, ABTS<sup>+</sup>, FRAP yöntemleri ile belirlenen antioksidan aktiviteleri Çizelge 3 ve Şekil 4’de verilmiştir. İnfüze çayların antioksidan aktivitelerinin (DPPH ve ABTS<sup>+</sup> IC<sub>50</sub> değerleri) infüzyon sıcaklığına göre istatistiki olarak p<0.01 seviyesinde çok önemli olduğu belirlenmiştir. En düşük DPPH IC<sub>50</sub> ve ABTS<sup>+</sup> IC<sub>50</sub> değerleri oda sıcaklığında infüzyon yöntemi ile elde edilen çaylarda, en yüksek ise buzda infüzyonda tespit edilmiştir. IC<sub>50</sub> değeri ile antioksidan aktivite ters orantılı olduğu için (Pourmorad ve ark., 2006), bu durumda oda sıcaklığında infüze edilen çayların antioksidan aktivitesinin en yüksek, buzda infüze edilen çayların antioksidan aktivitesinin ise en düşük olduğu söylenebilir. Buzdolabı sıcaklığında infüze edilmiş çay örneklerinin sıcak infüzyon ve buzda infüzyona kıyasla daha yüksek antioksidan aktivite gösterdiği tespit edilmiştir (Çizelge 3, Şekil 4). DPPH ve ABTS<sup>+</sup> IC<sub>50</sub> değerleri arasında p<0.01 seviyesinde pozitif korelasyon (r= 0.99) tespit edilmiştir (Şekil 4). Damiani ve ark., (2014) yaptıkları bir çalışmada beyaz çay örneklerinde soğuk ve sıcak demleme yöntemlerinin antioksidan aktivite üzerine etkisini incelemiş ve soğuk demlenmiş çay örneklerinin antioksidan aktivitelerinin daha yüksek olduğu tespit edilmiştir.

DPPH (79.37±51.68 µl/mL) ve ABTS<sup>+</sup> (35.82±22.07 µl/mL) yöntemlerinde en yüksek antioksidan aktivite oda sıcaklığında infüze edilen çaylarda belirlenmiş, bunu buzdolabı, sıcak ve buzda infüzyon takip etmiştir. Sıcak infüzyonda hem sürenin kısa olması hem de yüksek sıcaklıkta antioksidan maddelerin parçalanmış olması nedeniyle antioksidan aktivitenin düşük olduğu düşünülmektedir. Buz da ise düşük sıcaklık nedeniyle, antioksidan maddeler infüzyona az geçmiş olabilir. FRAP yönteminde ise sıcak infüzyonla elde edilen çaylarda (678.73±73 mM TE/mL) en yüksek antioksidan aktivite tespit edilmiş ve infüzyon sıcaklığı düştükçe, antioksidan aktivite azalmıştır (Çizelge 3, Şekil 4). Aynı şekilde, TF miktarları da düşmüş, yani infüzyon sıcaklığı azaldıkça toplam flavonoid geçişi azalmıştır (Çizelge 3). Korelasyon değerleri incelendiğinde de FRAP antioksidan aktivitesi ile TF arasında p<0.01 seviyesinde pozitif korelasyon (r= 0.94) tespit edilmiştir (Şekil 5). Bu durum, antioksidan aktivite gösteren fenolik bileşiklerin miktarı arttıkça antioksidan aktivite miktarının artış göstermesinden kaynaklanabilmektedir.

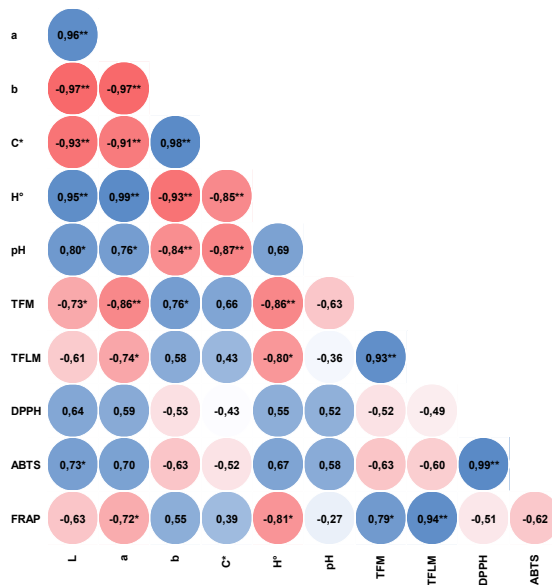
Partikül büyüklüğü, infüze çayların antioksidan aktiviteleri üzerinde istatistiki olarak p<0.01 seviyesinde etkili olmuştur. Öğütülmüş yapraklardan infüze edilen çayların antioksidan aktivitelerinin,

bütün yapraklardan elde edilen çaylara göre üç yöntemle (DPPH ABTS<sup>+</sup> ve FRAP) de oldukça yüksek olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 3, Şekil 4).



Şekil 4. İnfüze çayların infüzyon sıcaklığı x partikül büyüklüğüne göre antioksidan aktiviteleri (a) DPPH, (b) ABTS<sup>+</sup>, (c) FRAP

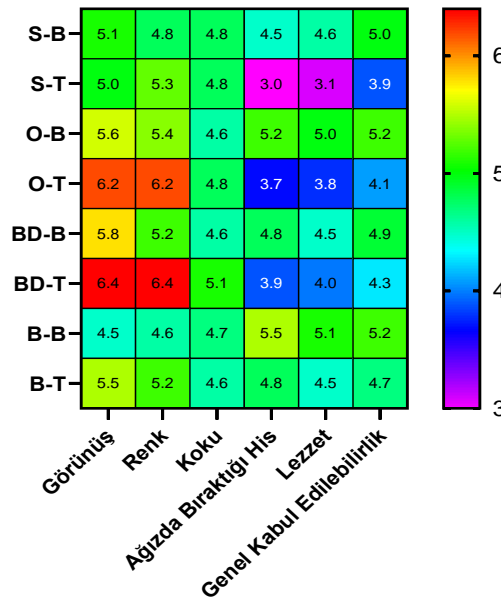
Bu çalışmada toplam flavanoid madde miktarı ile FRAP yöntemiyle belirlenen antioksidan aktivite arasında pozitif korelasyon ( $r=0.94$ ,  $p<0.01$ ) belirlenmiştir (Şekil 5). Bu sonuçlar, flavanoid madde miktarındaki artışın antioksidan aktiviteyi artırdığını göstermektedir. Ayrıca DPPH IC<sub>50</sub> değeri ile ABTS<sup>+</sup> IC<sub>50</sub> değeri arasında  $p<0.01$  seviyesinde pozitif korelasyon belirlenmiştir ( $r=0.99$ ) (Şekil 5).



Şekil 5. Farklı partikül büyüklüğü ve farklı infüzyon sıcaklığı uygulanmış zeytin yaprağı çaylarının bazı fiziksel özellikleri ve antioksidan kapasitelerine ait korelasyon değerleri

### Duyusal özellikler

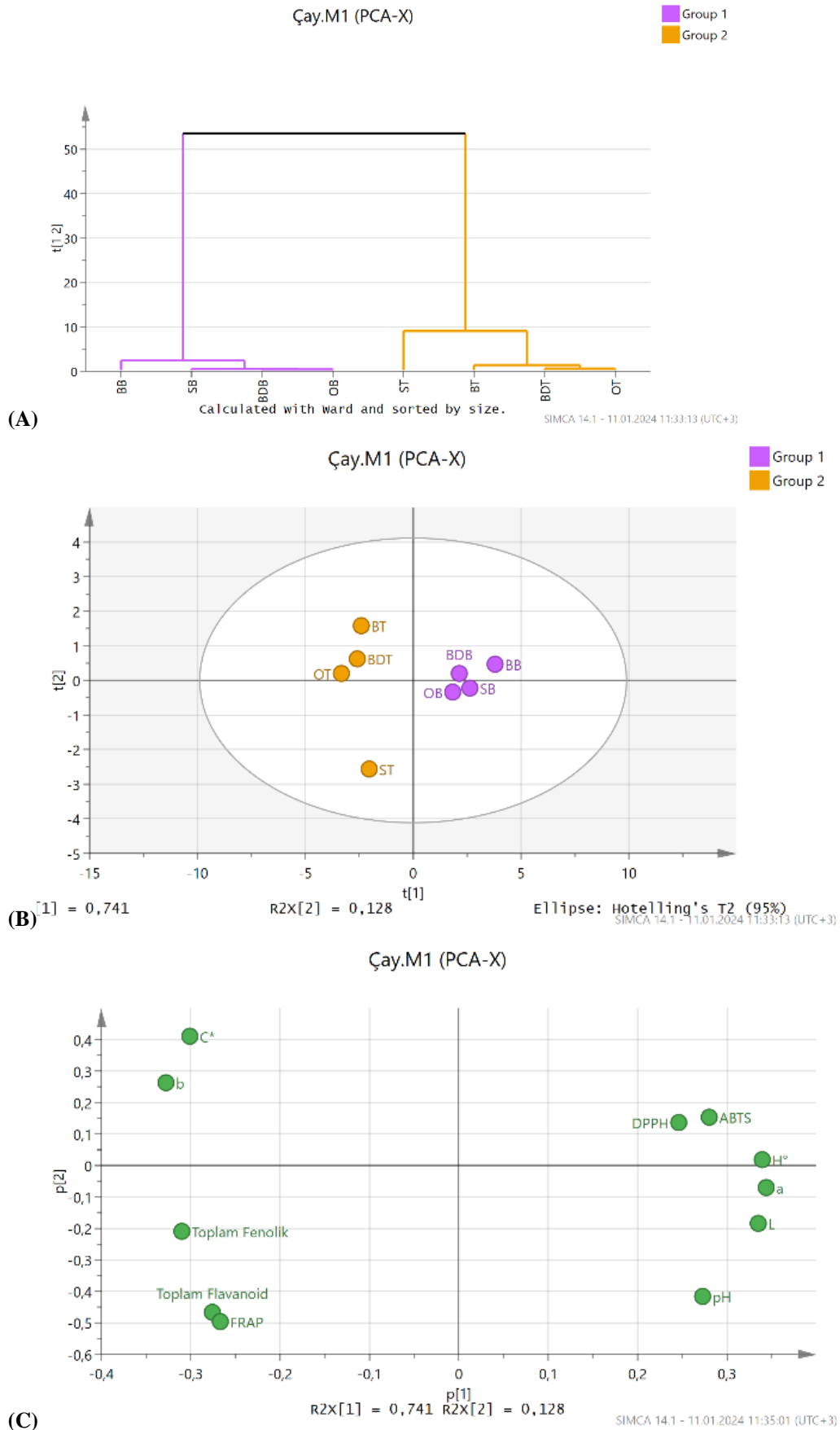
Tüketiciler, gıdanın sağlığa yararlarının yanı sıra tadını ve diğer duysal özelliklerini de ön planda tutmaktadırlar (Flores-Martínez ve ark., 2018). Bu yüzden, tüketici deneyiminin ve tercih önceliklerinin belirlenmesi açısından gıdanın duysal değerlendirmesini yapmak ve genel kabul edilebilirliğini araştırmak önemlidir (Viljoen ve ark., 2017). Bu araştırmada da farklı partikül büyüklüğünde zeytin yaprağı kullanılarak farklı infüzyon yöntemleri ile infüze edilen zeytin yaprağı çaylarının duysal değerlendirmesi yapılmış ve sonuçlar Şekil 3'te gösterilmiştir. Görünüş, renk ve koku özellikleri açısından sırasıyla en yüksek puan ortalamasını (6.4, 6.4, 5.1) alan çay örneği öğütülmüş halde ve buzdolabı sıcaklığında infüze edilmiş zeytin yaprağı çayı olurken, ağızda bıraktığı his (5.5) ve lezzet (5.1) açısından ise en yüksek puanı buzdolabı sıcaklığında infüze edilmiş zeytin yaprağı çayı almıştır. Bu durumun zeytin yaprağında bulunan ve kendine has acı tadı veren bileşiklerin geçiş farklılıklarından kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Genel kabul edilebilirlik özelliği puan ortalaması en yüksek oda sıcaklığında bütün halde infüze edilmiş zeytin yaprağı çayı ve buzdolabı sıcaklığında bütün halde infüze edilmiş zeytin yaprağı çayında tespit edilmiş olup, bu örnekleri bütün halde sıcak infüzyon uygulanmış zeytin yaprağı çayı takip etmiştir.



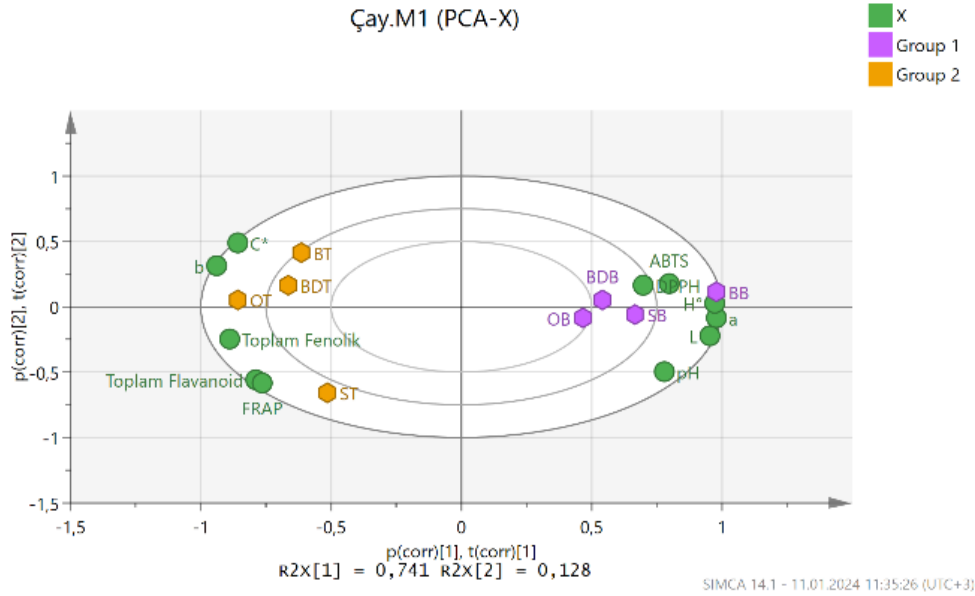
**Şekil 6.** İnfüze çayların duysal analiz sonuçları. Örnek kodlamaları; SB: Bütün ve sıcak infüze edilmiş, ST: Öğütülmüş ve sıcak infüze edilmiş, OB: Bütün ve oda sıcaklığında infüze edilmiş, OT: Öğütülmüş ve oda sıcaklığında infüze edilmiş, BDB: Bütün ve buzdolabı sıcaklığında infüze edilmiş, BDT: Öğütülmüş ve buzdolabı sıcaklığında infüze edilmiş, BB: Bütün ve buzdolabı sıcaklığında infüze edilmiş, BT: Öğütülmüş ve buzdolabı sıcaklığında infüze edilmiş çay örnekleri şeklindedir.

### Temel Bileşen Analizi (PCA)

Farklı partikül büyüklüklerinde zeytin yapraklarına farklı infüzyon yöntemleri uygulanarak elde edilen infüze çayların bazı fiziksel özellikleri, antioksidan aktiviteleri, toplam fenolik madde ve toplam flavanoid madde miktarı açısından değerlendirmeleri yapılarak örnekler arasındaki farklılıkları belirlemek için temel bileşen analizi (PCA) uygulanmıştır. Şekil 7'de (A- D), infüze zeytin yaprağı çaylarına ait hiyerarşik kümeleme, skor grafiği, yükleme grafiği ve birleştirilmiş (biplot) temel bileşen analizi skor ve yükleme grafikleri verilmiştir. İlk iki temel bileşen (PC1 = %74.10 ve PC2 = %12.80) varyansın %86.90'ını oluşturuyordu.



Şekil 7. Temel Bileşen Analizi Grafikleri (A- Hiyerarşik Kümeleme Grafiği, B- Skor Grafiği, C- Yükleme Grafiği, D- Birleştirilmiş (Biplot) Temel Bileşen Analizi Skor ve Yükleme Grafiği)



(D)

**Şekil 7.** Temel Bileşen Analizi Grafikleri (A- Hiyerarşik Kümeleme Grafiği, B- Skor Grafiği, C- Yükleme Grafiği, D- Birleştirilmiş (Biplot) Temel Bileşen Analizi Skor ve Yükleme Grafiği) (Devamı)

Analiz sonucunda zeytin yaprağı çaylarını 2 ana gruba ayırmak mümkün olmuştur (Şekil 7A, B). Öğütülmüş olan örnekler (ST, OT, BDT, BT) PC 1'in sol tarafında yer alırken bütün halde infüze edilmiş zeytin yaprağı çayları (SB, OB, BDB, BB) PC1'in sağ tarafında yer almıştır. (Şekil 7B). Diğer yandan öğütülmüş ve bütün halde sıcak infüzyon uygulanmış örnekler (ST, SB) PC2'nin sağ tarafında yer alırken öğütülmüş ve bütün halde buzdolabında ve buzda demleme yöntemleriyle infüze edilmiş çay örnekleri (BDB, BB, BDT, BT) PC2'nin sol tarafında bulunmaktadır. Öğütülmüş ve sıcak infüzyon uygulanmış çay örneği (ST) ile toplam fenolik madde, toplam flavanoid madde ve FRAP yöntemiyle belirlenen antioksidan aktivite analizi sonuçları yakın konumlanmışlardır. Analiz sonuçlarına göre öğütülmüş ve sıcak infüzyon uygulanmış zeytin yaprağı çayının (ST) bu analiz sonuçlarının diğer örneklere göre daha yüksek olduğu tespit edilmiştir (Şekil 7D). Bunun yanı sıra buzda bütün halde infüze edilmiş olan (BB) zeytin yaprağı çayının L\*, a\* ve H° değerleri yakın konumda yer almaktadır. Bu sonuçlara göre bütün halde buzda infüze edilen zeytin yaprağı çayının (BB) diğer örneklere göre renginin daha açık olduğu, kırmızılık değerinin daha düşük olduğu ve renk tonunun daha mavi olduğu belirlenmiştir (Şekil 7D).

## SONUÇ

Sonuç olarak bu araştırmada, atık kategorisinde değerlendirilen ve içeriğindeki biyolojik aktif bileşikler sayesinde pek çok sağlık yararı bulunan zeytin yapraklarından en sık tüketim yöntemi olan zeytin yaprağı çayı üretilmiş ve tüketim seçeneklerindeki alternatifleri arttırmak ve en uygun infüzyon sıcaklığını tespit etmek amacıyla iki farklı partikül büyüklüğü kullanılmış ve dört infüzyon sıcaklığı uygulanmıştır. Araştırma sonuçları zeytin yaprağı boyutunun ve infüzyon sıcaklığının infüze çayların fiziksel özelliklerini, toplam fenolik madde ve toplam flavanoid miktarı ile antioksidan kapasitelerini etkilediğini, öğütülmüş yapraklardan elde edilen çayların toplam fenolik madde ve toplam flavanoid miktarının ve antioksidan kapasitesinin daha yüksek olduğunu göstermiştir. Dolayısıyla, piyasada/aktarlarda genelde bütün halde satılan zeytin yapraklarının infüze edileceği zaman öğütülmesi önerilebilir. Ayrıca, çok yüksek sıcaklıkların infüze çayların fiziksel özellikleri, toplam fenolik madde ile antioksidan kapasiteleri açısından çok uygun olmadığı, sıcak infüzyon yöntemine bir alternatif olarak

giderek yagınlaşan soğuk infüzyon yöntemlerinin zeytin yaprağı çayında da kullanılabileceği tespit edilmiştir. Sonraki çalışmalarda bu çayların fenolik bileşik profillerinin incelenmesi uygun olacaktır.

## TEŞEKKÜR

İsa Arslan KARAKÜTÜK, TÜBİTAK BİDEB 2211/A Ulusal Doktora Burs Programı tarafından desteklenmektedir.

## Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

## Yazar Katkısı

Kavramsallaştırma: [Memnune ŞENGÜL], [Sefa AKSOY] Metodoloji: [Memnune ŞENGÜL], [Sefa AKSOY] ; Analiz ve araştırma: [Memnune ŞENGÜL], [İsa Arslan KARAKÜTÜK], [Sefa AKSOY] ; Yazma orijinal taslak hazırlama: [Memnune ŞENGÜL], [Sefa AKSOY] ; Yazma – inceleme düzenleme: : [Memnune ŞENGÜL], [Sefa AKSOY], Kaynaklar: [Memnune ŞENGÜL], [İsa Arslan KARAKÜTÜK], [Sefa AKSOY] ; Denetleme: [Memnune ŞENGÜL].

## KAYNAKLAR

- Abaza, L., Youssef, N. B., Manai, H., Haddada, F. M., Methenni, K., & Zarrouk, M. (2011). Chétoui olive leaf extracts: influence of the solvent type on phenolics and antioxidant activities. *Grasas y aceites*, 62(1), 96-104.
- Arslan, E. E., Karademir, G., Berktaş, S., & Mustafa, Ç. (2021). Zeytin Yaprağı Ekstraktı İçeren Soğuk Çay Üretimi. *Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi*, 9(3), 843-849.
- Avraamides, M., & Fatta, D. (2008). Resource consumption and emissions from olive oil production: a life cycle inventory case study in Cyprus. *Journal of Cleaner Production*, 16(7), 809-821.
- Benavente-García, O., Castillo, J., Lorente, J., Ortuño, A., & Del Rio, J. (2000). Antioxidant activity of phenolics extracted from *Olea europaea* L. leaves. *Food chemistry*, 68(4), 457-462.
- Büyükbacı, A., & El, S. N. (2008). Determination of in vitro antidiabetic effects, antioxidant activities and phenol contents of some herbal teas. *Plant foods for human nutrition*, 63, 27-33.
- Cemeroğlu, B. (2010). Gıda Analizleri. *Gıda Teknolojisi Derneği Yayınları* (34), 1-86.
- Coşkun, B. (2022). Use of some edible flowers as herbal tea. (PhD). *Selçuk University, Konya, Turkey*.
- da Silveira, T. F. F., Meinhardt, A. D., Ballus, C. A., & Godoy, H. T. (2014). The effect of the duration of infusion, temperature, and water volume on the rutin content in the preparation of mate tea beverages: An optimization study. *Food Research International*, 60, 241-245.
- Damiani, E., Bacchetti, T., Padella, L., Tiano, L., & Carloni, P. (2014). Antioxidant activity of different white teas: Comparison of hot and cold tea infusions. *Journal of Food Composition and Analysis*, 33(1), 59-66.
- Debib, A., & Boukhatem, M. N. (2017). Phenolic content, antioxidant and antimicrobial activities of “Chemlali” olive leaf (*Olea europaea* L.) extracts. *International Journal of Pharmacology, Phytochemistry and Ethnomedicine*, 6, 38-46.
- Değirmencioğlu, N., Yildiz, E., Guldas, M., & Gurbuz, O. (2020). Health benefits of kombucha tea enriched with olive leaf and honey. *J Obes Chronic Dis*, 4(1), 1-5.
- Efe, R., Soykan, A., Cürebal, İ., & Sönmez, S. (2011). Dünya’da Türkiye’de Edremit Körfezinde Zeytin ve Zeytinyağı. *Meta Basım*.



- Espeso, J., Isaza, A., Lee, J. Y., Sörensen, P. M., Jurado, P., Avena-Bustillos, R. d. J., Olaizola, M., & Arboleya, J. C. (2021). Olive leaf waste management. *Frontiers in Sustainable Food Systems*, 5, 660582.
- Fibrianto, K., & Kinsky, M. (2020). Sensory optimisation of lemongrass (*Cymbopogon citratus*) and pandan (*Pandanus amarylifolius* Roxb.) herbal tea on several brewing techniques. IOP Conference Series: Earth and Environmental Science,
- Flores-Martínez, D., Urías-Orona, V., Hernández-García, L., Rubio-Carrasco, W., Silva-Gutiérrez, K., Guevara-Zambrano, M., Prieto-Cadena, J., Serna-Méndez, T., Muy-Rangel, D., & Niño-Medina, G. (2018). Physicochemical parameters, mineral composition, and nutraceutical properties of ready-to-drink flavored-colored commercial teas. *Journal of Chemistry*, 2018.
- Germek, V. M., Žurga, P., Koprivnjak, O., Grozić, K., Previšić, I., Marcelić, Š., Ban, S. G., & Pasković, I. (2021). Phenolic composition of Croatian olive leaves and their infusions obtained by hot and cold preparation.
- Meda, A., Lamien, C.E., Romito, M., Millogo, J. & Nacoulma, O.G. (2005). Determination of the total phenolic, flavonoid and proline contents in Burkina Fasan honey, as well as their radical scavenging activity. *Food Chemistry*, 91(3), 571-577.
- Gürbüz, M., & Ögüt, S. (2018). Zeytin yaprağının potansiyel sağlık yararları. *Türkiye Klinikleri Sağlık Bilimleri Dergisi*.
- Işık, E. (2017). Farklı yöntemlerle kurutulan zeytin yaprağından üretilen bitki çayının biyoaktif bileşenleri, antioksidan kapasitesi ve duyuusal beğenisi. *Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Çanakkale, Türkiye*.
- Karakütük, İ. A., Şengül, M., Zor, M., & Aksoy, S. (2023). The effects of using different plant species and sweeteners (stevia and sucrose) in sherbet production on chemical and sensory quality of sherbet. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 17(5), 5308-5321.
- Koçak, E., Demircan, E., & Özçelik, B. (2018). Antioxidant capacities and phenolic profiles of Ottoman strawberry fruit and Ottoman strawberry jam. *Ecological Life Sciences*, 13(3), 119-130.
- Popović, B. M., Štajner, D., Slavko, K., & Sandra, B. (2012). Antioxidant capacity of cornelian cherry (*Cornus mas* L.)—Comparison between permanganate reducing antioxidant capacity and other antioxidant methods. *Food chemistry*, 134(2), 734-741.
- Pourmorad, F., Hosseinimehr, S., & Shahabimajd, N. (2006). Antioxidant activity, phenol and flavonoid contents of some selected Iranian medicinal plants. *African journal of biotechnology*, 5(11).
- Rodrigues F., Pimentel, F. B., & Oliveira, M. B. P. (2015). Olive by-products: Challenge application in cosmetic industry. *Industrial Crops and Products*, 70, 116-124.
- Stamatopoulos, K., Chatzilazarou, A., & Katsoyannos, E. (2013). Optimization of multistage extraction of olive leaves for recovery of phenolic compounds at moderated temperatures and short extraction times. *Foods*, 3(1), 66-81.
- Şekeroğlu, N., & Gezici, S. (2020). Koronavirüs pandemisi ve Türkiye'nin bazı şifalı bitkileri. *Anatolian Clinic the Journal of Medical Sciences*, 25(Special Issue on COVID 19), 163-182.
- Talhaoui, N., Taamalli, A., Gómez-Caravaca, A. M., Fernández-Gutiérrez, A., & Segura-Carretero, A. (2015). Phenolic compounds in olive leaves: Analytical determination, biotic and abiotic influence, and health benefits. *Food Research International*, 77, 92-108.
- Topdaş E. F., 2022. Bazı Bitkilerden Elde Edilen Liyofilize İnfüzyonlarda Demleme Süresi Faktörünün Antioksidan Özellikler ve Ağır Metal Kompozisyonu Üzerine Etkisi. *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 12(2): 769-790.

- Viljoen, M., Muller, M., De Beer, D., & Joubert, E. (2017). Identification of broad-based sensory attributes driving consumer preference of ready-to-drink rooibos iced tea with increased aspalathin content. *South African Journal of Botany*, 110, 177-183.
- Zhang, J., Van Mullem, J., Dias, D.R. & Schwan, R.F. (2021). The chemistry and sensory characteristics of new herbal tea-based kombuchas. *Journal of Food Science*, 86(3), 740-748. doi: 10.1111/1750-3841.15613
- Zor, M., & Őengül, M. (2022). Possibilities of using extracts obtained from *Rosa pimpinellifolia* L. flesh and seeds in ice cream production. *Journal of Food Processing and Preservation*, 46(2), e16225.
- Zor, M., Őengül, M., Karakütük, İ. A., & Odunkıran, A. (2022). Changes caused by different cooking methods in some physicochemical properties, antioxidant activity, and mineral composition of various vegetables. *Journal of Food Processing and Preservation*, 46(11), e16960.
- Zor, M., Őengül, M., Karakütük, İ. A., & Aksoy, S. (2023). Investigation about Various Infusion Conditions on Physical, Chemical and Antioxidant Properties of *Clitoria ternatea* L. Tea. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 13(3), 1738-1752.

**To Cite:** Adal, S. & Savlak, N. (2024). Rheological and Textural Characteristics of Functional Bread Fortified With Different Eggshell Powders. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1144-1163.

## Rheological and Textural Characteristics of Functional Breads Fortified with Different Eggshell Powders

Samiye ADAL<sup>1\*</sup>, Nazlı SAVLAK<sup>2</sup>

### Highlights:

- The highest level of eggshell fortification had no effect on the quality of bread
- The village eggshell-fortified bread had the greatest quality and the highest calcium content
- ESP can be used in bread to meet customer needs and bread manufacturing technologies

### Keywords:

- Bread
- Eggshell fortification
- Rheology
- Texture

### ABSTRACT:

This study explores the rheologic, textural, and sensory characteristics of bread that has been fortified with eggshell powder (ESP) obtained from various dietary and growing conditions (industrial, organic, free range, and village). The fortification of ESP led to a reduction in water absorption capacity, stability, softening degree, maximum resistance, energy, and resistance to extension, while the value of extensibility increased. The highest water absorption value was observed in bread flour with a percentage of 61.9, whereas among breads with ESP fortification, the highest water absorption value was 61.2% in S1 (23.5 g) and S2 (30 g) village ESP-added flours. Only the extensibility value increased when ESP was added, but the effects on water absorption, stability, softening degree, maximum resistance, energy, and resistance to extension declined. The addition of ESP results in significant changes in chewiness, springiness, resilience, and cohesiveness ( $p \leq 0.05$ ), but the gumminess value is found to be insignificant ( $p \geq 0.05$ ). Through sensory evaluation, all bread samples received scores of 3.77–4.46 on a 5-point scale. The rheological, textural and sensory analyses results obtained from the control and fortified bread samples demonstrated that the inclusion of calcium from egg shell powder improved the structural properties of the flour. In addition, the utilization of eggshell powder at its maximum concentration (30 g) did not yield any detrimental consequences for the dough or the bread production process. Based on a comprehensive analysis, it is concluded that including ESP in bread is an appropriate strategy for dealing with calcium deficiency and is in line with consumer acceptability and bread production technology.

<sup>1</sup> Samiye ADAL ([Orcid ID:0009-0003-6840-0705](https://orcid.org/0009-0003-6840-0705)), Afyon Kocatepe University, Food Engineering Department, Afyonkarahisar, 03030, Türkiye

<sup>2</sup> Nazlı SAVLAK ([Orcid ID:0000-0002-5139-4105](https://orcid.org/0000-0002-5139-4105)), Manisa Celal Bayar University, Food Engineering Department, Manisa 45140, Türkiye

\*Corresponding Author: Samiye ADAL, e-mail: smy.akn@gmail.com

This paper is a part of Samiye Adal's master thesis. This study has been presented as an oral presentation on 27-28 January in the 1th Bilsel International Korykos Scientific Researchers and Innovation Congress in Mersin, Turkey.

## INTRODUCTION

In recent years, there has been a growing interest in food fortification due to the recognition that micronutrient deficiency contributes to the global burden of disease. The consumption of vitamins and minerals below the estimated recommended daily limit is frequently used to describe micronutrient deficiency. Micronutrients are essential for the body's generation of hormones, enzymes, and other necessary components for healthy growth and development. One of the biggest micronutrient concerns is calcium deficiency. Calcium has many structural and physiological roles in all species. It is an essential ion (Flammini et al., 2016). It is a key micronutrient needed for the development, maintenance, and health of bones and teeth. It additionally supports vital body processes like muscular contraction, blood clotting, and nerve conduction (Mann & Truswell, 2017). Micronutrient deficiencies account for 7.3% of the worldwide burden of disease, making them a substantial public health problem, especially with regard to iron and calcium deficits (Mattar et al., 2022). One effective approach to addressing micronutrient deficiencies is by including food additives as fortificants. The goal of food fortification is to deal with and avoid demonstrated nutrient deficiencies in specific populations or groups. Concerning food fortification and the development of novel products, nutritional value is a critical factor from this point of view (Gómez-Alvarez & Zapata, 2024). Effective utilization of food additives and fortifiers is crucial in contemporary food industry. Food additives serve other purposes in addition to food preservation. They also contribute to enhancing specific characteristics of food, like color, flavor, and flexibility, while simultaneously improving its nutritional value. For instance, it is possible to incorporate appropriate food nutrition additives to compensate for the loss of nutrients that occurs during food preparation. They effectively prevent malnutrition and dietary deficiencies while supporting nutritional balance (Wiley & Nee, 2020).

The most common method of adding calcium to a food product is by using wheat flour as the primary means of fortification (Khan et al., 2021). It can be consumed either as a component in other culinary preparations or as a snack (Ameh et al., 2013). There is a growing need for various combinations of flour, which involves replacing wheat flour with alternative flours like maize, sweet potato, and undefatted rice bran flours. Bread fortification is a health approach that can reach a larger population without necessitating changes to their current consumption habits. It is a viable method of supplementing daily calcium consumption to reduce the likelihood of various deficiencies. Additionally, it is a cost-effective approach to maintaining adequate calcium levels in the body (Alsuhaibani, 2018). The projected volume in the bread market is estimated to reach 216.70 billion kg by the year 2028. In 2025, the bread market is projected to experience a volume rise of 3.8%. In 2024, the projected average volume per individual in the bread market is estimated to be 24.8 kg (Statista, 2024). Turkey has the highest daily bread consumption per capita worldwide, at an average of 319 g/day per person. Denmark has a daily consumption of 195 g, which is second only to Turkey. Finland and England have a daily consumption of 140 g and 89 g, respectively (Yurdatapan & Güngör, 2014). Bread is widely recognized as the primary food source in our country, with individuals consuming an average of 350–400 g per day (ranging from 100–800 g). Additionally, around 40% of daily energy requirements are fulfilled through bread intake. Thus, bread is regarded as the optimal vehicle for fortification (Dursun, 2006). Given that each gram of bread yields 2.7 kilocalories (kcal), the total energy intake from bread per individual per day is calculated as  $(350 \times 2.7) = 945$  kcal. The proportion of this in the average daily energy consumption is calculated as  $(945 \times (100/2200)) = 43\%$ . It is established that a 350 gram serving of bread, which provides 43% of the daily calorie requirement,

does not have nutrients in proportion to this value and does not fulfill 43% of the recommended daily allowance (Ekşi & Karadeniz, 1996). Bread is of great significance in the human diet because of its nutritious makeup. For example, a 100 gram serving of bread generally consists of roughly 59.8 grams of carbohydrate, 22.3 grams of moisture, 1.56 grams of total organic nitrogen, and approximately 8.9 grams of protein (Leung et al., 2012; Yusufoglu et al., 2021). Therefore, it is believed that the widespread use of fortified bread will deal with the vitamin-mineral deficiencies linked to inadequate and imbalanced diets in our country and other countries around the world.

Eggshell is a biomaterial primarily composed of a mineral component and intercellular membranes. Eggshell is rich in bioavailable calcium, which is present in the form of calcium carbonate ( $\text{CaCO}_3$ ) (Brun et al., 2013). The chemical composition of the substance is primarily calcium carbonate (94–95%), specifically in the form of calcite. Additionally, it comprises around 3% organic material, which corresponds to the protein structure of the membrane. The remaining material consists of magnesium carbonate and calcium phosphate (Baláž, 2018). Hence, the eggshell can function as a source of calcium for human nutrition by being added to calcium-fortified food. Furthermore, it has been demonstrated that powdered calcium carbonate ( $\text{CaCO}_3$ ) generated from eggshell is more readily absorbed in the small intestine of rats compared to commercially available  $\text{CaCO}_3$ . Eggshells possess remarkable nutritional value as a source of calcium that is amenable to conversion and thus contributes positively to human nutrition (Zulkeflee, Chompoorat, & Siva, 2020). Although eggshells actually constitute a valuable source of calcium, they are unfortunately largely discarded as waste by the egg industry. The global production of hen eggs in 2021 amounted to 86 million tons, representing a decline of 0.8 percent compared to 2020. However, this figure reflects a significant growth of 69 percent since the year 2000, resulting in an additional 36 million tons produced throughout this period (FAO, 2023). In light of the current focus on sustainability, repurposing this waste for multiple uses would be a beneficial approach, serving as a value-added product for the food industry and contributing to waste recycling efforts for environmental concerns. In addition to its potential as a valuable food additive, eggshell powder (ESP) has been proposed for use in breads and pizzas. It has been observed that the powder has a negligible impact on the texture of these foods without altering their flavor (Brun et al., 2013).

The main objective of this study was to develop calcium-enriched bread by incorporating eggshell powders obtained from different dietary and growing conditions: industrial, organic, free-range, and village eggshells. This study differs from other research because it utilized chicken eggshells from four different feeding and growing conditions, which were then used at four different levels to cater to the specific health and age requirements of various groups, including children, pregnant or breastfeeding women, teenagers (13–19 years old), and adults (20–60 years old) following a typical diet. The bread-flour formulations were designed to include different amounts of calcium per 150 g of bread. These amounts were 800 mg, 1000 mg, and 1300 mg, which correspond to 23.5 g ESP (S1), 30 g (S2), and 38.5 g (S3) for the specific target groups mentioned. The rheological properties of flour and dough samples enriched with eggshell powder were assessed in this study, along with the textural characteristics of bread fortified with ESP. In addition, this study aimed to deal with the problem of food waste, which presents a substantial challenge in environmental management, by employing eggshell powder in the current approach to sustainability goals.

## MATERIALS AND METHODS

### Raw Materials

The eggshells used for producing ESP were collected from Keskinoglu Poultry and Breeding Companies Industry and Trade Inc. in a sterilized form. The bread flour used in the bread recipe was sourced from the Yüksel Tezcan Flour Factory, while the wet yeast (Pakmaya), salt (Salina), and water (Hayat) were acquired from a local market.

### Preparation of eggshell powders

The eggshells were obtained in the form of coarse powdered, sterilized, and packaged in hermetically sealed 5 kg containers. Eggshells were collected from the pasteurized egg production line, covering the whole production process. The eggshells were subjected to drying and sterilizing using a vibratory fluidized bed drying machine (Scolari LFV 250) at temperatures ranging from 160 to 180 °C. The eggshells were ground into a fine powder using a bead mill (Retsch PM 100) with operating conditions of 600 rpm/min for a duration of 10 min. In the end, the eggshells underwent screening using a 40 µm mesh prior to their utilization. Eggshell powder with a particle size of 40 µm or lower was used in the bread baking process. The eggshells, which had been ground into a fine powder, were stored in hermetically sealed containers at a temperature of +4 °C, until they were ready for utilization. Table 1 represents the bread formulations of all samples analyzed in the study.

### Bread formulation and production

Breads were made in Manisa Celal Bayar University's Food Engineering Department lab. The KitchenAid mixer (5KSM150PS, KitchenAid, St. Joseph, Mich., USA) was used to blend bread formulations as shown in Table 1. Water and yeast were then added. The doughs were rotated at 40 rpm, and water at 30 °C was added until the appropriate development time was obtained. The dough was cut into 500 gram circles and placed on rectangular metal pans. For 30 min. at 30 °C and 80% humidity, the doughs were fermented in a fermentation cabinet (Inoksan FGM, Türkiye 100). After fermentation, the doughs were combined in a mixer for another minute to remove air. The final fermentation continued at 30 °C and 80% relative humidity until the specified time. The doughs were baked at 200 °C for 20 min. in a steam-heated oven (Inoksan FPE 110). After baking, the breads were cooled and stored for subsequent analysis.

**Table 1:** Bread formulations of control (S0) and ESP fortified flours

| ESP type   | ESP level | Flour (g) | Water (mL) | ESP (g) |
|------------|-----------|-----------|------------|---------|
| Industrial | S0        | 1000.0    | 619.0      | 0.0     |
|            | S1        | 976.5     | 608.0      | 23.5    |
|            | S2        | 970.0     | 608.0      | 30.0    |
|            | S3        | 961.5     | 604.0      | 38.5    |
| Village    | S0        | 1000.0    | 619.0      | 0.0     |
|            | S1        | 976.5     | 612.0      | 23.5    |
|            | S2        | 970.0     | 612.0      | 30.0    |
|            | S3        | 961.5     | 611.0      | 38.5    |
| Free range | S0        | 1000.0    | 619.0      | 0.0     |
|            | S1        | 976.5     | 607.0      | 23.5    |
|            | S2        | 970.0     | 607.0      | 30.0    |
|            | S3        | 961.5     | 599.0      | 38.5    |
| Organic    | S0        | 1000.0    | 619.0      | 0.0     |
|            | S1        | 976.5     | 608.0      | 23.5    |
|            | S2        | 970.0     | 603.0      | 30.0    |
|            | S3        | 961.5     | 602.0      | 38.5    |

\* Yeast: 30.0 g Salt: 12.0 g for all samples, S0: Control; S1: 23.5 g; S2: 30 g; S3: 38.5 g ESP fortification

## Determination of dough rheological properties (physical dough tests)

### Farinograph analysis

The flours' farinogram characteristics were assessed using a Brabender Farinograph, following the ICC method (ICC Standard, 2003). The farinographic water absorption value is the amount of water, measured in milliliters per 100 grams of flour at a moisture content of 14.0%, needed to achieve a dough with a maximum density of 500 Farinograph Units (FU) under the defined operating circumstances outlined in this standard (ICC Standard, 2003). The graph illustrates the measurement of the dough's resistance to the kneader paddles during the mixing process using a dynamometer. This test assesses the dough-forming characteristics of gluten proteins by quantifying the percentage of flour water absorption and analyzing the rheological properties of the dough during kneading, including stability, degree of softening, and valorimetry value.

### Extensograph analysis

The extensogram characteristics of the flours that were prepared were assessed using a Brabender Extensograph, following the ICC method (ICC Standard, 1992). Extensographic water absorption refers to the amount of water, measured in milliliters per 100 grams of flour at a moisture content of 14.0%, needed to create a dough with a consistency of 500 FU after being mixed for 5 minutes under the conditions described in this standard (ICC Standard, 1992). The dough's capacity to hold the carbon dioxide gas generated during fermentation is linked to its stretching capacity and resistance to stretching. These are crucial factors that influence the bread qualities of flour. The extensograms were utilized to estimate the resistance to stretch (R5 resistance) Brabender Unit (BU), extensibility (mm), and the ratio values of the two (Ercili, 2004).

### Color analysis

The color analysis of control and eggshell bread samples was conducted following the methodology reported in Ho et al. (2013) (Ho et al., 2013). The CIE  $L^*$  (lightness),  $a^*$  (redness/greenness), and  $b^*$  (yellowness/blueness) values of the inside surfaces of bread slices that were 2.5 cm thick were measured using the Konika Minolta CR5 Chromameter from Japan. Analyses were conducted by obtaining six measurements for each sample. The lightness ( $L^*$ ) is a measure of brightness, with  $0^\circ$  representing black and  $100^\circ$  representing white. The red/green value is denoted by  $a^*$ , where a positive value indicates redness and a negative value indicates greenness. The yellow/blue value is represented by  $b^*$ , with a positive value indicating yellowness and a negative value indicating blueness. The hue angle ranges from  $0^\circ$  to  $360^\circ$ , with  $0^\circ$  representing red,  $90^\circ$  representing yellow,  $180^\circ$  representing green, and  $270^\circ$  representing blue. The  $DE^*$  value, which represents the total color difference between control and the fortified breads, is calculated using the formula  $DE^*_{ab} = [(\text{difference in } L^* \text{ value})^2 + 283 * (\text{difference in } a^* \text{ value})^2 + (\text{difference in } b^* \text{ value})^2]^{1/2}$ .

### Texture profile analysis

The texture profile analysis was conducted utilizing a texture analyzer (TA-XT Plus Texture Analyzer, Stable Micro Systems, UK) with a 5 kg load cell using a 36 mm cylinder probe. Two slices of bread, each with a thickness of 2.5 cm, were placed on top and then subjected to two consecutive compressions. The test speed was adjusted to 100 mm/min (AACC, 1999). The gumminess, springiness, chewiness, cohesiveness, and resilience values of the bread samples were determined by the texture profile analysis.

### Sensory analysis

A sensory analysis was conducted to evaluate the acceptability of the bread. The analysis was carried out by 16 educated panelists who were between 25 and 35 years old. The sensory analysis was conducted by adapting the sensorial score test developed by (Dursun et al., 2009). The sensory characteristics of crumb color, pore, texture, odor, chewing, flavor, aroma, and overall acceptance were assessed using a 5-point scale, with 1 indicating strong dislike and 5 indicating strong liking.

### Statistical analysis

The bread baking experiments were replicated twice, with three parallels for each trial. The data were examined using a 4x4 factorial design. A completely randomized design was utilized to identify variances between the averages of the sample data. This was achieved through the application of one-way analysis of variance (ANOVA). The statistical analysis was performed using the SAS® System (SAS Institute Inc., Cary, NC, USA: SAS Proprietary Software Release 8.2) software, with a significance level set at  $\alpha = 0.05$ . The mixed and GLM techniques were employed. The variations among the samples were assessed utilizing the LSD multiple comparison test, while the associations between the outcomes were acquired by the PROC CORR approach (S.A.S., 1999).

## RESULTS AND DISCUSSION

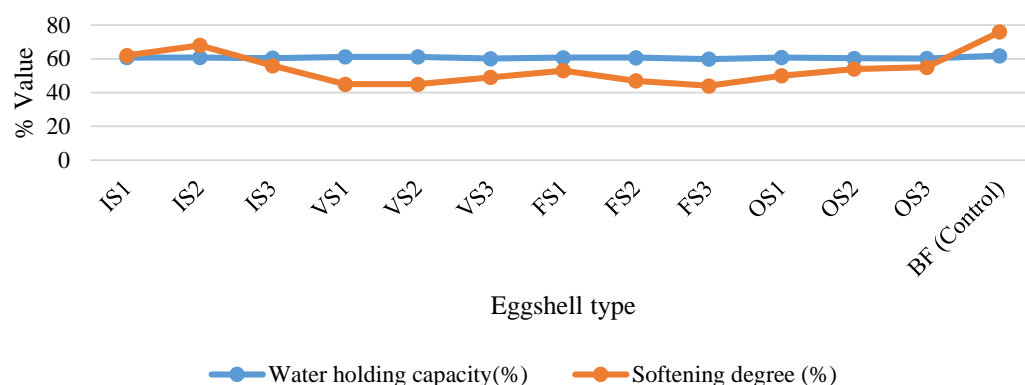
### Farinograph Analysis

Rheology is of the utmost importance to cereal scientists when it comes to assessing the quality of flour. Rheological examinations are utilized to assess the mechanical properties and behavior of materials during processing, as well as to evaluate the quality of the end result throughout the production chain. The Brabender Farinograph is a prominent piece of equipment utilized for analyzing dough is mostly employed to ascertain the physical properties of dough (Khan et al., 2021). The resistance exhibited by the dough against the mixing paddles is recorded on a graph using a dynamometer. This test aims to gather information about the dough-forming properties of gluten proteins by measuring the water absorption capacity (%) of the flour and the rheological characteristics (stability) of the dough during kneading, including the degree of softening and development time. Several parameters can be taken into consideration while evaluating farinograms. The parameters commonly used by cereal chemists today are dough development time, stability, dough tolerance index, softening degree, and valorimeter value (Ercili, 2004). The characteristics of a flour's farinogram are related to the quantity and quality of gluten proteins. It is stated that the flours to be used for bread production should not have high water absorption, and the kneading time should not be too long considering the energy and time loss. However, flours with a short kneading time generally have low bread-making quality (Köksel, Sivri, Özboy, Başman, & Karacan, 2000).

From Figure 1 and Table 2, it can be observed that, the water absorption value of all the flours with the addition of ESP varies according to the control. The highest water absorption value is seen in bread flour with a percentage of 61.9, whereas among breads with ESP fortification, the highest water absorption value is 61.2% in S1 (23.5 g) and S2 (30 g) village ESP-added flours, and the lowest water absorption value is 59.9% in S3 (38.5 g) free-range ESP-added flour. The water absorption values of the flours with ESP levels S1 and S2 were the same, whereas there was a decrease in the flour with the addition of ESP level S3. As a result, the addition of ESP has caused a minimal decrease in the water absorption value of the bread.



## Rheological and Textural Characteristics of Functional Breads Fortified with Different Eggshell Powders



**Figure 1.** Changes in water holding capacity and softening degree of flours varying by type and level of ESP, I:Industrial, V: Village, O: Organic, F: Free range, BF:Control; S1: 23.5 g; S2: 30 g; S3: 38.5 g ESP fortification

In contrast to our findings, the study conducted by Salem et al. (2012) examined the impact of adding ESP at concentrations of 10% and 20% on the rheology of cake dough in comparison to a control group. The researchers found that the addition of eggshell powder resulted in an increase in water absorption. However, there was a decrease in dough stability, dough development time, and time to breakdown (Salem, Ammar, & Habiba, 2012).

**Table 2:** Farinograph analysis results of bread flour and bread flour fortified with eggshell powder

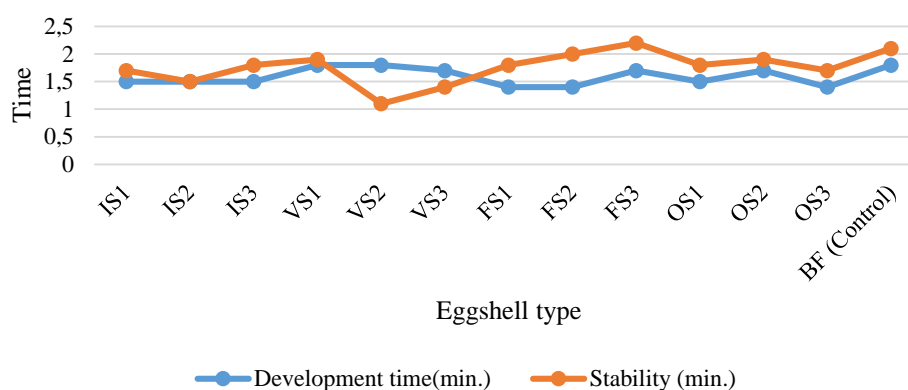
| ESP type              | Water holding capacity(%) | Development time(min.) | Stability (min.) | Softening degree |
|-----------------------|---------------------------|------------------------|------------------|------------------|
| IS1                   | 60.8                      | 1.5                    | 1.7              | 62               |
| IS2                   | 60.8                      | 1.5                    | 1.5              | 68               |
| IS3                   | 60.4                      | 1.5                    | 1.8              | 56               |
| VS1                   | 61.2                      | 1.8                    | 1.9              | 45               |
| VS2                   | 61.2                      | 1.8                    | 1.1              | 45               |
| VS3                   | 60.1                      | 1.7                    | 1.4              | 49               |
| FS1                   | 60.7                      | 1.4                    | 1.8              | 53               |
| FS2                   | 60.7                      | 1.4                    | 2                | 47               |
| FS3                   | 59.9                      | 1.7                    | 2.2              | 44               |
| OS1                   | 60.8                      | 1.5                    | 1.8              | 50               |
| OS2                   | 60.3                      | 1.7                    | 1.9              | 54               |
| OS3                   | 60.2                      | 1.4                    | 1.7              | 55               |
| Wheat flour (Control) | 61.9                      | 1.8                    | 2.1              | 76               |

I:Industrial, V: Village, O: Organic, F: Free range, S0:Control; S1: 23.5 g; S2: 30 g; S3: 38.5 g ESP fortification

Similarly, in a study where ESP was chemically extracted and used as a source of calcium for fortifying bread; water absorption ranged from 63.60 to 67.52. According to their study, the sample with 3% Ca fortification recorded the maximum water absorption rate of 67.52%, whereas the control group had the lowest value of 63.60%. Results indicate a positive correlation between the amount of fortificant added to wheat flour and the rate of water absorption (Khan et al., 2021). This phenomenon might be attributed to the utilization of ESP acquired through various extraction procedures or chemical treatments. The ESP utilized in our investigation is a natural source that has not undergone any chemical treatment.

In line with our results of farinograph, in the study conducted by (Kaur et al. 1994), the KCl, MgCl<sub>2</sub>, and CaCl<sub>2</sub> were substituted with MgSO<sub>4</sub> and Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> to examine the impact of sodium chloride and other mineral salts on the rheology of dough. The objective was to produce bakery products with a reduced sodium content. CaCl<sub>2</sub> was shown to exhibit a unique attenuating impact after MgCl<sub>2</sub> among the salts utilized for substitution. It was shown that the water holding capacity of the flours decreased when salt was added, compared to the control sample without salt. The reduction in water absorption occurred as a result of the alteration in the gluten structure induced by the salt's binding to the areas

where water was already bound (Srivastava, Patel, & Rao, 1994). Sudha & Leelavathi (2008) studied the influence of various iron and calcium salts, as well as their combination with vitamins, on bread quality for making and the rheological properties of wheat flour (Sudha & Leelavathi, 2008). According to their report, the inclusion of various iron salts in wheat flour had a minimal impact on the flour's ability to holding water. According to the study findings, the addition of iron in the form of ferrous sulfate and EDTA resulted in a progressive increase of 1–1.5% and 2% in the water holding value, respectively. However, the addition of iron in the form of ferrous fumarate did not have any impact on the water retention value. Similarly, the inclusion of several calcium salts at three different concentrations had minimal impact on the water retention value of the farinograph. According to their statement, the inclusion of a mineral-vitamin mixture resulted in a small increase in water absorbtion capacity, from 57.9% to 58.9%. Iron, in the form of ferrous sulfate, enhanced the stability of the dough, whereas both ferrous fumarate and ferrous EDTA had a modest negative impact on its stability. The incorporation of calcium salts had no impact on the duration of dough development, the stability of the dough, or the values of the mixing tolerance index. The inclusion of a vitamin-mineral mixture did not result in any notable alterations to dough development time, dough stability, or kneading tolerance index values.



**Figure 2.** Changes in development time and stability of flours varying by type and level of ESP, I:Industrial, V: Village, O: Organic, F: Free range, BF:Control, S1: 23.5 g , S2: 30 g, S3: 38.5 g ESP fortification

Figure 2 illustrates that the control and village ESP-added doughs had the highest development time values, which were 1.8 minutes. On the other hand, the dough with free-range had the lowest development time value. ESP incorporated doughs with a duration of 1.4 minutes. Overall, the inclusion of ESP led to a reduction in the dough's development time, similar to the line in previous studies. (Ranhotra et al. 1984), conducted a study on the impact of different mineral gluconates (Fe, Zn, Ca, and Mg) on the qualities of wheat and bread. They determined that, these minerals had no influence on rheological parameters, such as dough kneading time and development time

Figure 2 presents stability values that provide insight regarding the flour's kneading tolerance. The dough's resistance to the paddles during kneading remains constant at the 500 BU line for a period of time, depending on the protein content and quality of the flour. The stability value is determined by measuring the duration (in minutes) between the point at which the farinogram curve intersects the 500 BU line, and the point at which it separates from that line (D'Appolonia & Kunerth, 1984). According to Figure 2, the addition of ESP resulted in a reduction in the stability values of the flours. In comparison to the control, only the stability value of S3 free-range flour with ESP addition increased. In their study, Basset et al. explored stability values and the reduction in dough stability observed

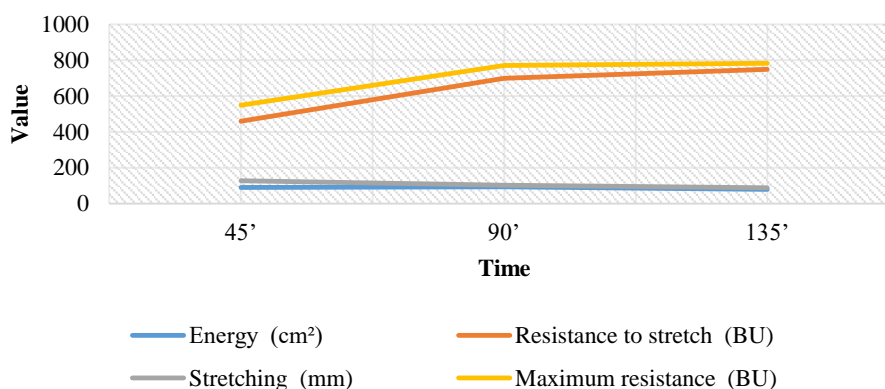
during a specific timeframe to gather insights regarding kneading tolerance. Control and 50% NaCl-replaced samples exhibited high stability values. The stability time of white bread decreased as the level of sodium chloride replacement rose (Bassett et al., 2014). Typically, the stability value serves as a measure of dough strength, reflecting its capacity to withstand strain at elevated levels. Upon analyzing the softening degree data, it was found that the doughs exhibited statistically significant differences ( $p < 0.05$ ). The control dough demonstrated a lower softening degree compared to the other experimental dough groups. The control dough exhibited the lowest softening degree, while the addition of calcium salts resulted in a progressive increase in the softening degree values. Nevertheless, there was no noticeable disparity between the doughs that had calcium salts added to them. According to the study, there is a correlation between low softening degree values and flours that have strong structure, require a long period for development, and have high stability values (Mohammed et al., 2012).

Figure 1 illustrates the variations in the degree of softening values for control and ESP-added flours. The degree of softening refers to the distance, measured in BU, between the point reached by the farinogram curve 20 minutes after water is added and the 500-BU line (Köksel et al., 2000). A significant level of softening is indicative of the low strength of the flour (Ercili, 2004). Upon analyzing the softening degree values in Figure 1, it is evident that all of the flours with added ESP exhibit lower softening degree values compared to bread flour. The S2 industrial ESP-added flour exhibited the maximum degree of softening value, whereas the S3 free-range ESP-added flour showed the lowest degree of softening value. The lower softening degree values observed in the ESP-added flours compared to the control suggest that ESP enhances the structural integrity of the flour. Ercili's investigation revealed that an excessive level of softening in flour is indicative of its weakness. (Bassett et al. 2014) and (Mohammed et al. 2012) found that, flours with strong structure, an extended development period, and good stability values tend to have low softening degrees (Bassett et al., 2014; Mohammed et al., 2012). In their investigation on dough development times, Bassett et al. (2014) found that the addition of Ca salts did not alter the time it took for the dough to attain 500 BU stability. Furthermore, all doughs exhibited a consistent development time of 120 sec. The control and village ESP-added doughs exhibited the highest development time values of 1.8 min, as depicted in Figure 2.

### Extensograph analysis

The extensograph is a device used to measure the dough's resistance to stretching and its ability to stretch. The dough's capacity to hold carbon dioxide gas generated during fermentation, its ability to stretch, and its resistance to stretching are crucial factors that influence the bread characteristics of flour. Extensograms provide insight into the overall quality of flour and its reaction to additives (AACC, 2000). The physical characteristics of dough can be determined using different extensograph values. The frequently used parameters include  $R_m$ , which represents the maximum resistance (measured at the point when the extensogram curve reaches its highest point, expressed in BU);  $R_5$ , indicating the resistance at 5 cm extension (also in BU);  $E$ , representing the extensibility (the total length of the curve, measured in cm);  $R_m/E$ , which is the ratio of maximum resistance to extensibility (known as the viscoelastic ratio); and  $A$ , which denotes the area under the curve (measured in  $\text{cm}^2$ ). The resistance to stretch and area values are regarded as indications of dough strength, while the ratio of resistance to extensibility can be seen as an indicator of the viscoelastic stability of the dough (Ercili, 2004).

Studies have shown that, extensograph parameters can be correlated to the qualitative attributes of bread. It is commonly accepted that there is a positive association between the area or resistance to stretching in the extensogram and the volume of bread (Preston & Hosney, 1991). Indeed, it was established that the breads exhibiting the greatest resistance to stretching also had the highest volume. The extensograph analysis of bread flour is presented in Figure 3. The resistance values measured from the flours range between 529 and 749 BU. The bread flour (control) had the greatest resistance value. Upon analyzing the data in the figures, it becomes evident that the flours containing village ESP had a behavior most similar to the resistance value of the control flour. The resistance to stretch value decreased in all of the flours containing ESP compared to the control. Furthermore, the resistance to stretch value exhibited a negative correlation with the ESP level. A study was conducted to examine the impact of various iron and calcium salts, along with certain vitamins, on the quality of bread made with wheat flour. The study found that calcium levels ranging from 800 to 1.600 ppm did not affect the mixing properties of the dough.



**Figure 3:** Bread flour (control) extensograph analysis results (S0)

The inclusion of a micronutrient premix containing vitamins such as ferrous sulfate, calcium carbonate, thiamine (thiamine hydrochloride), riboflavin, niacin, and folic acid at varying concentrations had a minimal impact on the rheological characteristics. The addition of a vitamin mineral premix to flour did not have any impact on the rheological qualities and bread manufacturing quality, even after storage (Sudha & Leelavathi, 2008). Upon analyzing the extensibility values, it was seen that the addition of ESP to the flours resulted in an increase in extensibility compared to the control. The control flour, characterized by its strongest resistance to stretching, consequently exhibited the lowest extensibility value. The S3 industrial ESP-added flour formulation exhibited the maximum extensibility value, as seen in Figure 4. In a study investigating the effects of reducing NaCl content in bread and adding Ca, it was found that, the control group exhibited higher values compared to the experimental group. The addition of Ca to the dough had a significant ( $p < 0.05$ ) impact on dough extensibility, rising, and deformation energy. Furthermore, the values of these parameters exhibited a tendency to diminish as the NaCl substitution rate increased.

Rheological and Textural Characteristics of Functional Breads Fortified with Different Eggshell Powders

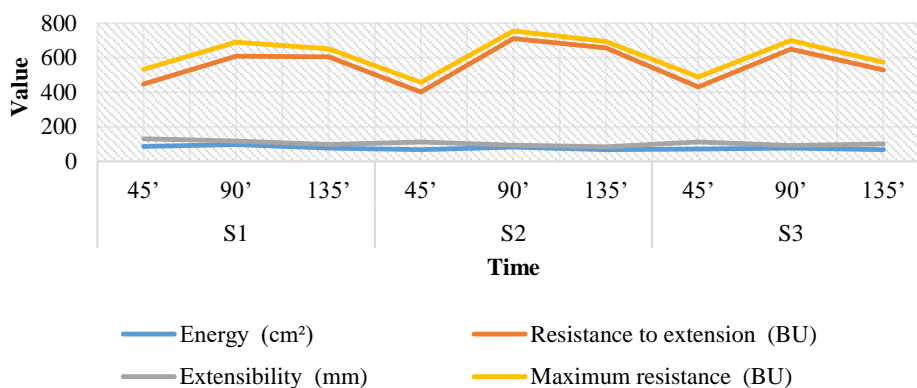


Figure 4. Industrial ESP-added bread flour extensograph analysis results, S1: 23.5 g; S2: 30 g; S3: 38.5 g ESP fortification

The dough with a 50% NaCl substitution exhibited the highest similarity to the control in comparison to the other doughs. The dough’s high extensibility values were found to correspond with high stretchability values when formed into a thin film. According to reports, a significant amount of deformation energy causes in the creation of larger bubbles in dough. This is because of the balanced values of elasticity and extensibility (Bassett et al., 2014).

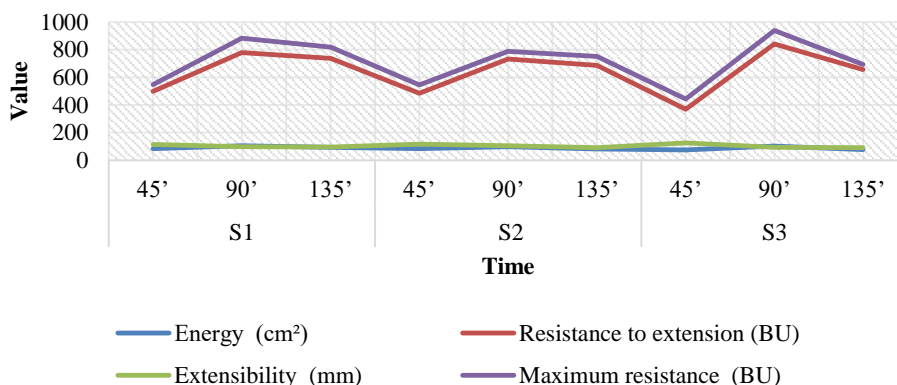
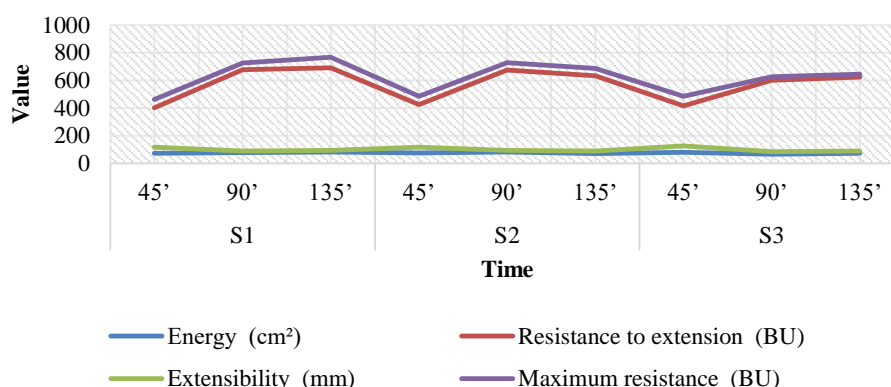


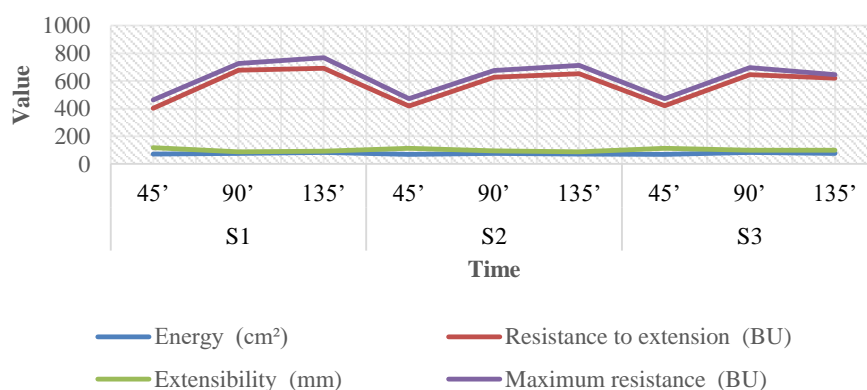
Figure 5. Village ESP-added bread flour extensograph analysis results, S1: 23.5 g; S2: 30 g; S3: 38.5 g ESP fortification

(Ercili 2004) reported that, the resistance values observed in flours enriched with minerals varied from 550 to 770 BU. Similar patterns were noted in the enriched flours compared to the control over the 12-week assessments. During storage, it was noted that the resistance to stretching of all flours increased. The study found that enriching flour with iron and zinc at the given levels did not have a statistically significant influence on extensibility values. The flours exhibited comparable extensibility patterns to the control over a period of 12 weeks (Ercili, 2004). Upon analyzing the maximum resistance values, it was found that the flours with S1 village ESP addition exhibited the highest maximum resistance value. Nevertheless, the highest resistance value exhibited a tendency to decline with a rise in the ESP level. The energy values of the dough exhibited a declining pattern with the increase in ESP level. Figure 5 indicates that, the S1 village flours had the highest energy value, whereas the S3 industrial flours had the lowest energy value.



**Figure 6.** Free range-ESP-added bread flour extensograph analysis results  
S1: 23.5 g; S2: 30 g, S3: 38.5 g ESP fortification

A study examining the impact of adding micronutrients to flour on its rheological properties and quality found that the inclusion of calcium in the form of calcium carbonate, calcium citrate, and calcium phosphate did not result in any notable alteration in maximum pressure. Nevertheless, it was discovered that the addition of calcium lactate resulted in a slight reduction in the maximum resistance value, decreasing it from 70 mm (in the control flour) to 63 mm (in the enriched flour). Similarly, the addition of calcium salts did not have an impact on any of the other alveographic indices, with the exception of calcium lactate (Sudha & Leelavathi, 2008).



**Figure 7:** Organic ESP-added bread flour extensograph analysis results, S1: 23.5 g; S2: 30 g; S3: 38.5 g ESP fortification

### Texture profile analysis results

Table 4 presents the results of the texture profile analysis conducted on the bread that was fortified with the addition of ESP, as well as the control bread. Through the evaluation of Table 3, it was determined that the interaction between the type of ESP and the level of ESP has a statistically significant effect on the chewiness value ( $p \leq 0.05$ ). It was found that, the breads made with industrial ESP type and S2 level exhibited the highest chewiness value among the breads that had ESP fortified. The addition of higher levels of ESP resulted in increased chewiness values. Zulkeflee et al. (2020) found that, adding eggshell powder to bread has a significant effect on its textural characteristics, specifically hardness, gumminess, and chewiness. The addition of 6% eggshell powder greatly increased the chewiness of the bread compared to other formulations. Gumminess refers to the amount of energy required to break down a semisolid substance into smaller pieces that can be easily swallowed. Chewiness, on the other hand, is the amount of energy needed to chew the substance until

it is ready to be swallowed. The addition of natural calcium disrupts the interaction between proteins or their solubility, thereby impacting the texture of gumminess and chewiness (Zulkeflee et al., 2020).

Salinas et al. (2015) investigated the rheology of calcium carbonate and inulin-fortified wheat dough. The dough's hardness, gumminess, and elasticity improved as calcium and inulin concentrations increased, with inulin having the greatest effect. Calcium did not affect structural elasticity in the absence of inulin. However, high inulin levels (6.5 g per 100 g) increase calcium levels while decreasing suppleness. Hardness and viscosity acted similarly. Calcium has no effect on crispness in the absence of inulin. In calcium carbonate samples, the bread crumb returned to its original shape with greater immediate flexibility. This demonstrates that calcium salts improve bread crumb structure (Salinas & Puppo, 2015).

Increased calcium levels can enhance bread chewiness by resulting in a softer bread crust. Upon examining Table 4, it is evident that the chewiness value we obtained exhibited a tendency to increase as the addition of ESP increased, in line with the findings of Salinas et al. (2015). This phenomenon can be elucidated by the correlation between elevated ESP levels and heightened calcium concentrations, resulting in the attainment of a more tender bread crust. Cohesiveness is the quality of the internal forces that bind the product together as a single unit. Cohesiveness is quantified by calculating the ratio of the areas under the graphs of the first and second compressions of the sample. In their study, Chilek et al. (2018) reported that the addition of eggshell does not impact the cohesiveness of the bread. The statistical analysis in Table 4 revealed that the interaction between ESP type and ESP level had no significant influence on the cohesiveness value of fortified breads generated with ESP ( $p \geq 0.05$ ). When the effects of ESP type and ESP level were examined individually, ESP level was shown to be statistically significant ( $p \leq 0.05$ ). Also, the type of ESP was determined to have a significant statistical impact ( $p \leq 0.05$ ). The cohesiveness of bread is determined by the combination of ingredients used, and it is preferable for this characteristic to have a high value in freshly baked bread (Salinas & Puppo, 2015). Upon analyzing Table 4, it becomes evident that breads produced at industrial ESP-S1 level exhibit the highest cohesiveness value.

In a study in which NaCl was reduced and substituted with Ca in bread samples, at an 80% substitution rate, the cohesiveness value was the highest compared to the other samples. When the top crust qualities were examined, all texture data revealed substantial variances. When compared to the other bread samples, the 80% substitution showed reduced elasticity and higher hardness, chewability, and cohesiveness ratings. However, it has been shown that, replacing NaCl with Ca at 70% and 50% has less of an effect on bread (Bassett et al., 2014). In our study, increased chewiness and cohesiveness values were obtained in bread samples fortified with eggshell powder, with Ca content increasing in direct proportion to ESP addition.

Springiness is a measure of how well a material returns to its original shape after being deformed. It is calculated by dividing the deformation of the material during the second compression by the deformation during the first compression (Chilek et al., 2018). The statistical analysis in Table 4 indicates that the interaction between the type of ESP and the level of ESP was found to be statistically significant ( $p \leq 0.05$ ). Upon analyzing the springiness values of the breads with the addition of ESP, it is evident that the springiness values of the breads with the addition of village ESP are nearly the same, whereas the springiness values of the breads with the addition of village ESP surpass those of the other breads. (Krupa-Kozak et al. 2012) found that, breads enriched with calcium exhibited increased softness and springiness, compared to breads without calcium enrichment. Furthermore, it was

## Rheological and Textural Characteristics of Functional Breads Fortified with Different Eggshell Powders

indicated that substituting 80% of NaCl resulted in different effects on the upper and lower crust of bread, leading to a more tender bottom crust and a more rigid top crust composition (Krupa-Kozak, Altamirano-Fortoul, Wronkowska, & Rosell, 2012). Overall, our investigation found that the springiness value generally rose when ESP was added, indicating a positive correlation with increasing Ca levels. It was determined that, the impact of the interaction between ESP type and ESP level on the resilience value of the fortified breads when ESP was added was not statistically significant ( $p \geq 0.05$ ). When the impacts of different types of ESP and different levels of ESP were examined individually, it was shown that the impact of the ESP level was not statistically significant ( $p \geq 0.05$ ). However, the ESP type showed a statistically significant result ( $p \leq 0.05$ ). The statistical analysis in Table 4 revealed that the interaction between ESP type and ESP level had no significant influence on the chewiness value of fortified breads made with ESP ( $p \geq 0.05$ ). When the impacts of ESP type and ESP level were examined individually, it was determined that both the effects of ESP level and ESP type were statistically negligible ( $p \geq 0.05$ ). Khan et al. (2021) reported that an increase in the level of calcium fortificant in wheat flour led to a noteworthy decrease in hardness values. In addition, the fortificant had a substantial impact on the chewiness of the bread, whereas the springiness was shown to be statistically similar. (Khan et al., 2021)

The correlations between the calcium level and texture profile analysis of the bread with the addition of ESP are shown in Table 3. There is a positive correlation between chewiness and elasticity ( $r^2 = 0.40$ ). There is a negative correlation between Ca level and elasticity ( $r^2 = -0.41$ ) and chewiness ( $r^2 = -0.42$ ) values.

**Table 3.** Correlations between texture values and Ca in eggshell

|           | Chewiness | Resilience      | Springiness    | Gumminess       |
|-----------|-----------|-----------------|----------------|-----------------|
| Chewiness |           |                 | 0.40<br>0.0212 |                 |
| Ca        |           | -0.41<br>0.0191 |                | -0.42<br>0.0156 |

**Table 4:** Texture profile analysis results of eggshell powder fortified breads

| ESP type       | Chewiness                   | Springiness                | Resilience                 | Gumminess                  | Cohesiveness               |
|----------------|-----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| IS0            | 541.60±0.414 <sup>ac</sup>  | 0.591±0.414 <sup>a</sup>   | 1.710 ±0.017 <sup>ac</sup> | 484.22±0.101 <sup>a</sup>  | 0.853±0.013 <sup>ac</sup>  |
| IS1            | 375.77±0.093 <sup>f</sup>   | 0.5605±0.093 <sup>bc</sup> | 1.060 ±0.019 <sup>c</sup>  | 354.11±0.336 <sup>ac</sup> | 0.8705±0.011 <sup>a</sup>  |
| IS2            | 624.24±0.034 <sup>ab</sup>  | 0.5605±0.344 <sup>bc</sup> | 1.340±0.024 <sup>adc</sup> | 446.90±0.421 <sup>ab</sup> | 0.858±0.020 <sup>ac</sup>  |
| IS3            | 575.75±0.023 <sup>ad</sup>  | 0.5695±0.234 <sup>ac</sup> | 1.265±0.021 <sup>dc</sup>  | 431.94±0.460 <sup>ab</sup> | 0.856±0.009 <sup>ac</sup>  |
| VS0            | 477.51±0.027 <sup>bf</sup>  | 0.5670±0.278 <sup>ac</sup> | 1.260±0.027 <sup>dc</sup>  | 407.58±0.534 <sup>ac</sup> | 0.857±0.017 <sup>ac</sup>  |
| VS1            | 479.49±0.043 <sup>bf</sup>  | 0.565±0.210 <sup>bc</sup>  | 1.760±0.012 <sup>a</sup>   | 270.33±0.311 <sup>c</sup>  | 0.861±0.018 <sup>ab</sup>  |
| VS2            | 533.99±0.270 <sup>ac</sup>  | 0.5535±0.472 <sup>bd</sup> | 1.750±0.024 <sup>a</sup>   | 318.49±0.358 <sup>bc</sup> | 0.853±0.011 <sup>ac</sup>  |
| VS3            | 497.71±0.021 <sup>bf</sup>  | 0.5675±0.250 <sup>ac</sup> | 1.600 ±0.023 <sup>ad</sup> | 334.62±0.316 <sup>ac</sup> | 0.8565±0.010 <sup>ac</sup> |
| OS0            | 590.514±0.046 <sup>ad</sup> | 0.5645±0.467 <sup>bc</sup> | 1.415±0.008 <sup>adc</sup> | 456.60±0.071 <sup>ab</sup> | 0.840±0.015 <sup>cd</sup>  |
| OS1            | 396.40±0.018 <sup>ef</sup>  | 0.5295±0.186 <sup>d</sup>  | 1.120±0.015 <sup>c</sup>   | 356.80±0.426 <sup>ac</sup> | 0.8275±0.010 <sup>d</sup>  |
| OS2            | 440.24±0.222 <sup>ef</sup>  | 0.5495±0.222 <sup>d</sup>  | 1.180±0.009 <sup>dc</sup>  | 365.41±0.412 <sup>ac</sup> | 0.8385±0.011 <sup>cd</sup> |
| OS3            | 435.92±0.034 <sup>df</sup>  | 0.5585±0.344 <sup>bc</sup> | 1.280 ±0.020 <sup>ec</sup> | 394.50±0.357 <sup>ac</sup> | 0.8385±0.006 <sup>cd</sup> |
| FS0            | 580.98±0.155 <sup>a</sup>   | 0.575±0.155 <sup>ab</sup>  | 1.330±0.054 <sup>adc</sup> | 479.93±0.072 <sup>a</sup>  | 0.854±0.015 <sup>ac</sup>  |
| FS1            | 530.54±0.041 <sup>abf</sup> | 0.5525±0.413 <sup>bd</sup> | 1.405±0.026 <sup>adc</sup> | 425.35±0.590 <sup>ac</sup> | 0.857±0.018 <sup>ac</sup>  |
| FS2            | 583.64±0.051 <sup>ad</sup>  | 0.549 ±0.321 <sup>cd</sup> | 1.730±0.012 <sup>ab</sup>  | 364.39±0.322 <sup>ac</sup> | 0.841±0.014 <sup>cd</sup>  |
| FS3            | 591.74±0.031 <sup>ac</sup>  | 0.547±0.317 <sup>cd</sup>  | 1.305±0.009 <sup>bc</sup>  | 388.23±0.387 <sup>ac</sup> | 0.850±0.010 <sup>bc</sup>  |
| LSD            | 155.28                      | 0.0249                     | 0.4372                     | 159.49                     | 0.0199                     |
| <i>p</i> value | <b>0.0333</b>               | <b>0.0269</b>              | <b>0.0371</b>              | 0.3182                     | <b>0.0308</b>              |

Values are the means of 2 replicates (with 3 parallels)± SD; samples in same column with the same subscripts are not significantly different at ( $p \leq 0.05$ ). Mean values with different superscript letter(s) within each row differ significantly ( $p < 0.05$ ). \* In dry matter, I: Industrial, V: Village, O: Organic, F: Free range, S0: Control; S1: 23.5 g; S2: 30 g; S3: 38.5 g ESP fortification



**Table 5.** Sensory evaluation results of ESP-fortified bread samples

| Sample         | Crumb colour               | Pore                       | Texture                  | Odor                     | Chewing                  | Flavour                  | Aroma                    | Overall acceptance       |
|----------------|----------------------------|----------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| IS0            | 4.50 ± 0.054 <sup>a</sup>  | 4.12 ± 0.381 <sup>ab</sup> | 4.04±0.054 <sup>c</sup>  | 4.00±0.000 <sup>ab</sup> | 4.19±0.054 <sup>ac</sup> | 4.08±0.109 <sup>ab</sup> | 4.04±0.054 <sup>ad</sup> | 4.16±0.218 <sup>ab</sup> |
| IS1            | 4.39 ± 0.109 <sup>ac</sup> | 4.31±0.326 <sup>a</sup>    | 4.00±0.326 <sup>c</sup>  | 4.12±0.163 <sup>ab</sup> | 4.27±0.054 <sup>ac</sup> | 4.31±0.109 <sup>ab</sup> | 4.00±0.326 <sup>ad</sup> | 4.35±0.381 <sup>a</sup>  |
| IS2            | 4.42 ± 0.054 <sup>ac</sup> | 4.24±0.544 <sup>ab</sup>   | 4.19±0.054 <sup>bc</sup> | 4.04±0.054 <sup>ab</sup> | 4.12±0.163 <sup>ac</sup> | 4.27±0.381 <sup>ab</sup> | 4.16±0.109 <sup>ad</sup> | 4.31±0.109 <sup>a</sup>  |
| IS3            | 4.66 ± 0.054 <sup>a</sup>  | 4.31±0.109 <sup>a</sup>    | 4.62±0.109 <sup>a</sup>  | 4.04±0.054 <sup>ab</sup> | 4.31±0.109 <sup>ab</sup> | 4.19±0.381 <sup>ab</sup> | 4.39±0.109 <sup>a</sup>  | 4.46±0.000 <sup>a</sup>  |
| VS0            | 4.39 ± 0.326 <sup>ac</sup> | 4.08±0.109 <sup>ab</sup>   | 4.16±0.218 <sup>bc</sup> | 4.12±0.054 <sup>ab</sup> | 4.20±0.163 <sup>ac</sup> | 4.12±0.054 <sup>ab</sup> | 4.31±0.109 <sup>ab</sup> | 4.23±0.109 <sup>a</sup>  |
| VS1            | 4.47 ± 0.218 <sup>ac</sup> | 3.39±0.054 <sup>ab</sup>   | 4.23±0.109 <sup>ac</sup> | 4.00±0.435 <sup>ab</sup> | 4.16±0.435 <sup>ac</sup> | 4.12±0.490 <sup>ab</sup> | 4.12±0.490 <sup>ad</sup> | 4.27±0.490 <sup>a</sup>  |
| VS2            | 4.43 ± 0.163 <sup>ac</sup> | 4.20±0.163 <sup>ab</sup>   | 4.39±0.326 <sup>ac</sup> | 4.12±0.163 <sup>ab</sup> | 4.27±0.163 <sup>ac</sup> | 4.38±0.000 <sup>a</sup>  | 4.31±0.109 <sup>ab</sup> | 4.27±0.054 <sup>a</sup>  |
| VS3            | 4.00 ± 0.109 <sup>cd</sup> | 3.89±0.163 <sup>ab</sup>   | 4.08±0.109 <sup>c</sup>  | 3.92±0.326 <sup>ab</sup> | 4.16±0.109 <sup>ac</sup> | 4.04±0.054 <sup>ab</sup> | 3.77±0.109 <sup>d</sup>  | 4.04±0.054 <sup>ab</sup> |
| OS0            | 4.16 ± 0.218 <sup>cd</sup> | 3.97±0.163 <sup>ab</sup>   | 4.15±0.000 <sup>bc</sup> | 4.16±0.109 <sup>a</sup>  | 4.15±0.000 <sup>ac</sup> | 4.23±0.218 <sup>ab</sup> | 4.12±0.163 <sup>ad</sup> | 4.04±0.054 <sup>ab</sup> |
| OS1            | 4.54 ± 0.000 <sup>ab</sup> | 4.12±0.163 <sup>ab</sup>   | 4.35±0.163 <sup>ac</sup> | 4.12±0.272 <sup>ab</sup> | 4.42±0.054 <sup>a</sup>  | 4.04±0.054 <sup>ab</sup> | 4.19±0.054 <sup>ac</sup> | 4.28±0.073 <sup>a</sup>  |
| OS2            | 4.62 ± 0.109 <sup>a</sup>  | 4.00±0.000 <sup>ab</sup>   | 4.19±0.272 <sup>bc</sup> | 3.96±0.054 <sup>ab</sup> | 4.27±0.272 <sup>ac</sup> | 4.00±0.109 <sup>ab</sup> | 3.93±0.109 <sup>bd</sup> | 4.04±0.054 <sup>ab</sup> |
| OS3            | 4.44 ± 0.272 <sup>ac</sup> | 3.77±0.000 <sup>b</sup>    | 4.35±0.054 <sup>ac</sup> | 4.04±0.163 <sup>ab</sup> | 4.15±0.000 <sup>ac</sup> | 4.04±0.054 <sup>ab</sup> | 3.96±0.054 <sup>bd</sup> | 4.15±0.000 <sup>ab</sup> |
| FS0            | 4.50 ± 0.054 <sup>ab</sup> | 3.96±0.381 <sup>ab</sup>   | 4.27±0.054 <sup>ac</sup> | 4.19±0.272 <sup>a</sup>  | 4.39±0.218 <sup>a</sup>  | 4.16±0.218 <sup>ab</sup> | 4.23±0.326 <sup>ac</sup> | 4.27±0.163 <sup>a</sup>  |
| FS1            | 4.70 ± 0.109 <sup>a</sup>  | 4.08±0.109 <sup>ab</sup>   | 4.50±0.054 <sup>ab</sup> | 4.16±0.109 <sup>a</sup>  | 4.39±0.109 <sup>a</sup>  | 4.16±0.109 <sup>ab</sup> | 4.23±0.218 <sup>ac</sup> | 4.42±0.054 <sup>a</sup>  |
| FS2            | 4.27 ± 0.054 <sup>bd</sup> | 4.04±0.054 <sup>a</sup>    | 4.04±0.381 <sup>c</sup>  | 3.96±0.272 <sup>ab</sup> | 3.96±0.272 <sup>bc</sup> | 3.97±0.163 <sup>a</sup>  | 3.85±0.109 <sup>cd</sup> | 3.77±0.435 <sup>b</sup>  |
| FS3            | 4.16 ± 0.218 <sup>cd</sup> | 3.97±0.163 <sup>ab</sup>   | 4.23±0.109 <sup>ac</sup> | 3.73±0.054 <sup>b</sup>  | 3.93±0.109 <sup>c</sup>  | 3.85±0.326 <sup>ab</sup> | 4.00±0.000 <sup>ad</sup> | 4.08±0.005 <sup>ab</sup> |
| LSD            | 0.3384                     | 0.4915                     | 0.4009                   | 0.4225                   | 0.3794                   | 0.4780                   | 0.4143                   | 0.4442                   |
| <i>p</i> value | <b>0.0237</b>              | 0.5951                     | 0.1712                   | 0.7827                   | 0.3532                   | 0.7309                   | 0.1804                   | 0.2694                   |

Values are the means of 2 replicates (with 3 parallels)± SD; samples in same column with the same subscripts are not significantly different at ( $p \leq 0.5$ )

Mean values with different superscript letter(s) within each row differ significantly ( $p < 0.05$ ). I:Industrial, V: Village, O: Organic, F: Free range, S0:Control; S1: 23.5 g; S2: 30 g; S3: 38.5 g ESP fortification

### Sensory evaluation of ESP fortified bread samples

The sensory evaluation results for the ESP-fortified breads are presented in Table 5. The sensory characteristics of ESP-fortified breads varied as follows: The crumb color ranged from 4.00 to 4.70, the pore values from 3.39 to 4.31, the texture values from 4.00 to 4.62, the odor values from 3.73 to 4.19, the chewing values from 3.93 to 4.39, the flavor values from 3.85 to 4.38, the aroma values from 3.77 to 4.39, and the overall acceptability values ranged from 3.77 to 4.46. The combination of ESP type and ESP level had a significant impact on the color of the crumb ( $p \leq 0.05$ ). The bread with the greatest crumb color score was found to be at the free-range ESP-S1 level. However, this bread was statistically similar in crumb color score to the industrial ESP-S3, organic ESP-S2, and industrial ESP-S0 fortified bread. Quispe et al. (2021) suggest that, the notable variations may be attributed to the baking procedure, as it has an impact on the color. This is linked to an intricate phenomenon widely referred to as 'browning' or the Maillard reaction (Quispe et al., 2021).

Upon analyzing the results of sensory metrics including pore, texture, odor, chewing, flavor, aroma, and overall acceptance evaluation, it was shown that the interaction of ESP type and ESP level and the separate effects of type and level had no statistically significant effect on these parameters ( $p \geq 0.05$ ). The addition of ESP to bread had no detrimental impact on the sensory characteristics of the bread, which is noteworthy. Consistent with our sensory results, Arnold et al. (2022) reported that the inclusion of 3% ESP had no significant impact on the visual appearance, aroma, texture, or taste of the gingerbread samples, as assessed by various descriptors (Arnold et al., 2022). In their study, Ali and Badaway (2017) found that, the inclusion of ESP in bread strips did not result in any notable differences in the hedonic appraisal of several qualities when compared to the control group (Ali & Badaway, 2017). Kobus-Cisowska (2020) reported that there were no notable disparities in the intensity of the sensory characteristics (Kobus-Cisowska et al., 2020). According to Bradauskiene et al. (2017), bread containing ESP exhibited superior characteristics in terms of crust color, flavor, and overall acceptance when compared to the control bread (Bradauskiene et al., 2017).

For overall acceptance, it was determined that the industrial, village, organic, and free-range ESP breads exceeded the overall acceptance score of 3.50/5 and were liked by the consumers. The highest overall acceptance score (4.46) was obtained by the industrial ESP-S3 fortified breads, and the lowest (3.77) was obtained by the breads of free-range ESP-S2, but no statistically significant difference was

observed with the others. In their study, Bradauskiene et al. (2017) investigated the potential to enhance bread baking by adding chicken eggshell powder. The sensory evaluation of the bread showed enhanced overall acceptability compared to the control; however, the taste and flavor remained the same or worse. Out of the many concentrations that were examined, the bread that was baked with the addition of 5 g of ESP was considered to be the best (Bradauskiene et al., 2017). From the obtained results, it can be concluded that, the use of ESP in bread as a functional food ingredient, which is a natural source of mineral substances, may be possible from a sensory point of view.

### Color analysis results

The color of food products is a significant factor that influences customer choices. It is a crucial quality indicator that significantly impacts the acceptability of bread. The color analysis of bread involved assessments based on the CIE  $L^* a^* b^*$  scale. The  $L^*$  scale measures the level of brightness, the  $a^*$  scale measures the level of redness or greenness, and the  $b^*$  scale measures the level of yellowness or blueness. The color of the crust is a significant factor in consumers' bread preferences; excessively pale or excessively dark colors are undesirable. The crust color of a loaf of bread is determined by various elements, including the type of flour, the quality and quantity of additions (Komlenić et al., 2010), the baking time (Shittu et al., 2007), and temperature (Salinas et al., 2012). The results of the investigations conducted for the crumb color of ESP-fortified breads are presented in Table 6.

Upon analyzing the brightness value in Table 6, it was determined that the interaction between ESP type and ESP level had no significant statistical effect ( $p \geq 0.05$ ). The separate effects of ESP type and ESP level were determined to be statistically significant ( $p \leq 0.05$ ). The fortified breads made with organic ESP exhibited the highest brightness value, while the brightness value of the breads made with S1, S2, and S3 ESP was higher than that of the control. Upon examination of the  $a^*$  and  $b^*$  values, it is evident that the values are highly close to each other. After analyzing the  $a^*$  and  $b^*$  data, it was determined that the interaction between ESP type and ESP level had no significant effect ( $p \geq 0.05$ ). Upon performing an analysis of the separate impacts of ESP type and ESP level, it was determined that both factors were statistically insignificant ( $p \geq 0.05$ ).

**Table 6.** Color analysis results of ESP-fortified bread samples

| Sample         | $L^*$                | $a^*$               | $b^*$               |
|----------------|----------------------|---------------------|---------------------|
| IS0            | 73.300 <sup>g</sup>  | 2.250 <sup>ac</sup> | 20.805 <sup>a</sup> |
| IS1            | 75.715 <sup>bd</sup> | 2.150 <sup>bc</sup> | 20.940 <sup>a</sup> |
| IS2            | 76.265 <sup>ac</sup> | 2.065 <sup>bc</sup> | 20.755 <sup>a</sup> |
| IS3            | 75.555 <sup>bc</sup> | 2.015 <sup>c</sup>  | 21.055 <sup>a</sup> |
| VS0            | 72.740 <sup>g</sup>  | 2.050 <sup>c</sup>  | 20.380 <sup>a</sup> |
| VS1            | 75.320 <sup>cc</sup> | 2.065 <sup>bc</sup> | 20.110 <sup>a</sup> |
| VS2            | 75.495 <sup>bc</sup> | 2.070 <sup>bc</sup> | 19.965 <sup>a</sup> |
| VS3            | 74.350 <sup>f</sup>  | 2.230 <sup>ac</sup> | 20.265 <sup>a</sup> |
| OS0            | 74.860 <sup>df</sup> | 2.010 <sup>c</sup>  | 20.230 <sup>a</sup> |
| OS1            | 76.715 <sup>a</sup>  | 2.260 <sup>ac</sup> | 20.595 <sup>a</sup> |
| OS2            | 76.440 <sup>ab</sup> | 2.285 <sup>ac</sup> | 20.430 <sup>a</sup> |
| OS3            | 76.265 <sup>ac</sup> | 2.405 <sup>ab</sup> | 20.765 <sup>a</sup> |
| FS0            | 72.670 <sup>g</sup>  | 2.010 <sup>c</sup>  | 20.230 <sup>a</sup> |
| FS1            | 75.300 <sup>df</sup> | 2.355 <sup>ac</sup> | 20.985 <sup>a</sup> |
| FS2            | 75.245 <sup>df</sup> | 2.250 <sup>ac</sup> | 20.160 <sup>a</sup> |
| FS3            | 74.605 <sup>ef</sup> | 2.500 <sup>a</sup>  | 20.290 <sup>a</sup> |
| LSD            | 0.9557               | 0.3464              | 1.225               |
| <i>p</i> value | <.0001               | 0.1345              | 0.7395              |

Values are the means of 2 replicates (with 3 parallels)  $\pm$  SD; samples in same column with the same subscripts are not significantly different at ( $p \leq 0.05$ ). Mean values with different superscript letter(s) within each row differ significantly ( $p < 0.05$ ) I: Industrial, V: Village, O: Organic, F: Free range, S0: Control; S1: 23.5 g; S2: 30 g; S3: 38.5 g ESP fortification

In a study that was undertaken to investigate the effect of adding chicken eggshell to bread, the results showed that there was no significant difference in the crumb color, as measured by the  $b^*$  value, between the control group and the group that had 2% eggshell powder added to it. Nevertheless, the  $b^*$  values exhibited an increase when 4% of eggshell powder was incorporated, as opposed to the 2% addition. Specifically, the  $b^*$  value rose from 13.05 to 15.00. Furthermore, the addition of 6% eggshell powder resulted in a  $b^*$  value of 18.6 in the formulation. The higher  $b^*$  values suggested the crumb was towards yellowness in color (Zulkeflee et al., 2020). According to Chilek et al. (2018), there was a notable difference in lightness between the control and eggshell-added bread samples. The addition of the eggshell affected the  $L^*$  value, but did not have an effect on the  $a^*$  and  $b^*$  values. They stated that this was because white bread, being an opaque product, exhibits a high level of lightness. Nevertheless, there are numerous additional parameters that impact the whiteness of bread, including wheat pigment, grain content, and grain fineness. Among these various factors, the size of the flour particles stands out as the most crucial. The variation in lightness could be attributed to the varying quantities of eggshell utilized, with the sample with the highest amount of eggshell powder exhibiting the lowest lightness (Chilek et al., 2018). Another study conducted on injera found that the lightness of injera decreased as the amount of eggshell powder increased. There was a 3% reduction in the brightness of injera samples, indicating no significant differences (Fekadu et al., 2022).

## CONCLUSION

The rheological, textural and sensory analyses results obtained from the control and fortified bread samples indicated that the incorporation of calcium derived from egg shell powder enhanced the structural characteristics of the flour. Furthermore, the incorporation of egg shell powder at its highest concentration did not result in any adverse effects on the dough or the bread production process. The study has determined that the most effective combination of ESP types is village ESP-S1 (23.5 g of ESP added). This ESP type and combination do not have any adverse impact on the technological and qualitative attributes of the bread's structure. Furthermore, it improves the overall quality of bread making. Nevertheless, the highest degree of ESP-S3 fortification did not adversely affect the physical and sensory characteristics of the ESP-fortified bread. The integration of ESP had no detrimental effect on the color of the bread. For overall acceptance, it was determined that the industrial, village, organic, and free-range ESP breads exceeded the overall acceptance score of 3.50/5 and were liked by the consumers. After a comprehensive investigation, it has been established that adding ESP in bread is a feasible approach to addressing calcium deficiency. This method is also compatible with customer preferences and bread manufacturing technology.

## ACKNOWLEDGEMENTS

This paper is part of Samiye Adal's master thesis. We express our gratitude to the Scientific Research Projects Coordination Unit of Manisa Celal Bayar University for their provision of financial assistance to project number 2015-137. Additionally, we acknowledge the contribution of Keskinöglü Tavukçuluk ve Damızlık İşletmeleri San. Tic. A. Ş. to our research endeavors.

## Conflict of Interest

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

### Author's Contributions

Formal analysis; Methodology, Conceptualization, Investigation Writing-original draft: Samiye ADAL. Conceptualization; Funding Acquisition; Methodology; Writing, Rewieving, and Editing: Nazlı SAVLAK

### REFERENCES

- AACC. (1999). Method 74-09.01. Measurement of Bread Firmness by Universal Testing Machine. In: Cereals & Grains Association St. Paul, MN, USA.
- AACC. (2000). Approved methods of the American association of cereal chemists.
- Ali, M., & Badawy, W. (2017). Utilization of eggshells by-product as a mineral source for fortification of bread strips. *Journal of Food and Dairy Sciences*, 8(11), 455-459.
- Ali, M., & Badawy, W. Z. (2017). Utilization of eggshells by-product as a mineral source for fortification of bread strips. *Journal of Food and Dairy Sciences*, 8(11), 455-459. <https://dx.doi.org/10.21608/jfds.2017.38960>
- Alsuhaibani, A. M. (2018). Rheological and nutritional properties and sensory evaluation of bread fortified with natural sources of calcium. *Journal of Food Quality*, 2018, 1-7.
- Ameh, M. O., Gernah, D. I., & Igbabul, B. D. (2013). Physico-chemical and sensory evaluation of wheat bread supplemented with stabilized undefatted rice bran. *Food and Nutrition Sciences*, 4(09), 43.
- Arnold, M., Rajagukguk, Y. V., Sidor, A., Kulczynski, B., Brzozowska, A., Suliburska, J., Wawrzyniak, N., & Gramza-Michalowska, A. (2022). Innovative Application of Chicken Eggshell Calcium to Improve the Functional Value of Gingerbread. *International Environmental Research and Public Health*, 19(7). <https://doi.org/10.3390/ijerph19074195>
- Baláž, M. (2018). Ball milling of eggshell waste as a green and sustainable approach: a review. *Advances in colloid and interface science*, 256, 256-275.
- Bassett, M. N., Pérez-Palacios, T., Cipriano, I., Cardoso, P., Ferreira, I. M. P. L. V. O., Samman, N., & Pinho, O. (2014). Development of Bread with NaCl Reduction and Calcium Fortification: Study of Its Quality Characteristics. *Journal of Food Quality*, 37(2), 107-116. doi:10.1111/jfq.12079
- Bradauskienė, V., Montrimaite, K., & Moscenkova, E. (2017). Facilities of bread enrichment with calcium by using eggshell powder. <https://doi.org/10.22616/foodbalt.2017.014>.
- Brun, L. R., Lupo, M., Delorenzi, D. A., Di Loreto, V. E., & Rigalli, A. (2013). Chicken eggshell as suitable calcium source at home. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 64(6), 740-743. doi:10.3109/09637486.2013.787399
- Chilek, T. Z. T., Kairuaman, N. A., Ahmad, F. I. S. A. L., Wahab, R. A., Zamri, A. I., & Mahmood, A. Z. I. Z. A. H. (2018). Development of white bread fortified with calcium derived from eggshell powder. *Malaysian Applied Biology*, 47(6), 29-39.
- D'Appolonia, B. L., & Kunerth, W. H. (1984). *Farinograph handbook: American association of cereal chemists. Inc. St. Paul, Minnesota, USA.*
- Dursun, S. (2006). Ekmek Zenginleştirmede Protein Kaynağı Olarak Balık Etinin Kullanımı. Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Denizli.
- Dursun, S., Yapar, A., & Çelik, İ. (2009). Kadife balığı (*Tinca tinca L.*, 1758) etiyle zenginleştirmenin hamurun reolojik özellikleri ve ekmeğin duyu özellikleri üzerine etkisi. *Gıda Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 4(3), 44-58.

- Ekşi, A., & Karadeniz, F. (1996). Gıda zenginleştirme yaklaşımı ve Türkiye’de uygulanma olanağı. *Beslenme ve Diyet Dergisi*, 25(2), 47-51.
- Ercili, D. (2004). Ekmeğin aminoasit şelatlı demir ve çinko bileşikleriyle zenginleştirilmesi. İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 86 s.
- FAO. 2023. *World Food and Agriculture – Statistical Yearbook 2023*. Rome.
- Flammini, L., Martuzzi, F., Vivo, V., Ghirri, A., Salomi, E., Bignetti, E., & Barocelli, E. (2016). Hake fish bone as a calcium source for efficient bone mineralization. *International journal of food sciences and nutrition*, 67(3), 265-273.
- Gómez-Alvarez, L. M., & Zapata, J. E. (2024). Effect of fortification with CaCO<sub>3</sub> nanoparticles obtained from eggshell on the physical and sensory characteristics of three food matrices. *Heliyon*.
- Ho, L. H., Abdul Aziz, N. A., & Azahari, B. (2013). Physico-chemical characteristics and sensory evaluation of wheat bread partially substituted with banana (*Musa acuminata* X *balbisiana* cv. Awak) pseudo-stem flour. *Food Chemistry*, 139(1-4), 532-539. doi:10.1016/j.foodchem.2013.01.039
- ICC Standard, N. (1992). 114/1 Method for Using Brabender Extensograph. International Association for Cereal Science and Technology: Vienna, Austria.
- ICC Standard, N. (2003). 115/1; Method for Using the Brabender Farinograph. International Association for Cereal Science and Technology: Vienna, Austria.
- Khan, F. A., Ameer, K., Qaiser, M. A., Pasha, I., Mahmood, Q., Anjum, F. M., Amir, R. M. (2021). Development and analysis of bread fortified with calcium extracted from chicken eggshells of Pakistani market. *Food Science and Technology*, 41, 14-20. <https://doi.org/10.1590/fst.07220>
- Kobus-Cisowska, J., Szymanowska-Powalowska, D., Szymandera-Buszka, K., Rezler, R., Jarzebski, M., Szczepaniak, O., Marciniak, G., Jedrusek-Golinska, A., & Kobus-Moryson, M. (2020). Effect of fortification with calcium from eggshells on bioavailability, quality, and rheological characteristics of traditional Polish bread spread. *Journal of Dairy Science*, 103(8), 6918-6929. <https://doi.org/10.3168/jds.2019-18027>
- Köksel, H., Sivri, D., Özboy, Ö., Başman, A., & Karacan, H. (2000). *Hububat laboratuvarı el kitabı*. Hacettepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Yayınları, 47.
- Komlenić, D. K., Ugarčić-Hardi, Ž., Jukić, M., Planinić, M., Bucić-Kojić, A., & Strelec, I. (2010). Wheat dough rheology and bread quality effected by *Lactobacillus brevis* preferment, dry sourdough and lactic acid addition. *International Journal of Food Science & Technology*, 45(7), 1417-1425. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2010.02282.x>
- Krupa-Kozak, U., Altamirano-Fortoul, R., Wronkowska, M., & Rosell, C. M. (2012). Breadmaking performance and technological characteristic of gluten-free bread with inulin supplemented with calcium salts. *European Food Research and Technology*, 235(3), 545-554. doi:10.1007/s00217-012-1782-z
- Leung, C. C. J., Cheung, A. S. Y., Zhang, A. Y.-Z., Lam, K. F., and Lin, C. S. K. (2012). Utilisation of waste bread for fermentative succinic acid production. *Biochemical Engineering J.* 65, 10–15. doi: 10.1016/j.bej.2012.03.010
- Mann, J., & Truswell, A. S. (2007). *Essentials of human nutrition* (No. Ed. 3, pp. 599-pp).

- Mattar, G., Haddarah, A., Haddad, J., Pujola, M., & Sepulcre, F. (2022). New approaches, bioavailability and the use of chelates as a promising method for food fortification. *Food chemistry*, 373, 131394. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.131394>
- Mohammed, I., Ahmed, A. R., & Senge, B. (2012). Dough rheology and bread quality of wheat-chickpea flour blends. *Industrial Crops and Products*, 36(1), 196-202. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.09.006>.
- Preston, K. R., & Hosene, R. C. (1991). Applications of the extensigraph. *The Extensigraph Handbook*, 13-19.
- Quispe, M., Aquipucho, K., Bellido, O., & Zegarra, J. (2021). Rheological, Physical and Sensory Characteristics of Bread Obtained by Partially Replacing Wheat Flour with Hen's Eggshell Powder. *Carpathian Journal of Food Science and Technology*, 13(2), 128-139. <https://doi.org/10.34302/crpfst/2021.13.2.12>
- Ranhotra, G., Gelroth, J., Dreese, P., & Blockcolsky, D. (1984). Effect of Mineral Gluconates on Quality Characteristics of Bread and Cookies. *Journal of Food Science*, 49(3), 913-915. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1984.tb13240.x>.
- Salem, I. S., Ammar, A., & Habiba, R. A. (2012). Effect of eggshell powder addition as a source of calcium fortification on butter cake quality. *Journal of Agricultural and Veterinary Sciences*, 5(2), 109-118.
- Salinas, M. V., & Puppo, M. C. (2015). Optimization of the formulation of nutritional breads based on calcium carbonate and inulin. *LWT-Food Science and Technology*, 60(1), 95-101. doi:10.1016/j.lwt.2014.08.019
- Salinas, M. V., Zuleta, A., Ronayne, P., & Puppo, M. C. (2011). Wheat Flour Enriched with Calcium and Inulin. *Food and Bioprocess Technology*, 5. <https://doi.org/10.1007/s11947-011-0691-7>
- Shittu, T. A., Raji, A. O., & Sanni, L. O. (2007). Bread from composite cassava-wheat flour: I. Effect of baking time and temperature on some physical properties of bread loaf. *Food research international*, 40(2), 280-290. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2006.10.012>
- Srivastava, A. K., Patel, V. R., & Haridas Rao, P. (1994). Effect of common salt substitution on the dough characteristics and bread quality. *Journal of Food Science and Technology*, 31(1), 15-18.
- Statista, (2024), Market Insights, Bread-Worldwide, (2024).
- Sudha, M. L., & Leelavathi, K. (2008). Influence of micronutrients on rheological characteristics and bread-making quality of flour. *International Journal of Food Sciences and Nutrition* 59(2), 105-115. doi:10.1080/09637480701497170
- Wiley, D., and C. N. Y. Nee. 2020. Food ingredients. In *Food and Society*, 377–91. Elsevier: UK.
- Yurdatapan, S., GÜNGÖR G., Türkiye’de Ekmek Sanayi ve Ekmek Tüketim Eğilimleri: Edirne İli Merkez İlçe Örneği. Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tarım Ekonomisi Anabilim Dalı, (Yüksek Lisans Tezi) Tekirdağ, 2014, 78 s.
- Yusufoğlu, B., Yaman, M., & Karakuş, E. (2021). Glycemic evaluation of some breads from different countries via in vitro gastrointestinal enzymatic hydrolysis system. *Food Science and Technology*, 42, e34920. doi: 10.1590/fst.34920
- Zulkeflee, W., Chompoorat, P., & Siva, R. (2020). Physicochemical and Sensory Properties of Bread Added with Chicken Eggshell Powder. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 24(6), 873-881.

**Atf İçin:** Alemdar, K.D. (2024). Çift Sıra Parklanma Durumunun Nesne Tespit YOLOv8 ile Tespit Edilmesi. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1164-1176.

**To Cite:** Alemdar, K.D. (2024). Detection of Double Parking Situation with Object Detection Algorithm YOLOv8. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1164-1176.

## **Çift Sıra Parklanma Durumunun Nesne Tespit Algoritması YOLOv8 ile Tespit Edilmesi**

Kadir Diler ALEMDAR<sup>1\*</sup>

### **Öne Çıkanlar:**

- YOLOv8
- Derin öğrenme
- Nesne tespiti

### **Anahtar Kelimeler:**

- Çift sıra parklanma
- YOLOv8
- Trafik güvenliği
- Akıllı ulaşım sistemleri
- Trafik sıkışıklığı

### **ÖZET:**

Çift sıra parklanma durumunun trafik sıkışıklığı, trafik akış koşulları, trafik güvenliği gibi trafik göstergeleri üzerinde birçok olumsuz etkisi vardır. Çift sıra parklanma sürücülerin davranışsal ve trafik alışkanlıklarını etkileyen parametreleri içermektedir. Park ihlalinin önüne geçmek için çeşitli denetim faaliyetleri ve cezai yaptırımlar uygulanmaktadır. Bu çalışma kapsamında çift sıra parklanmanın derin öğrenme algoritmalarından olan YOLOv8 modeliyle tespit edilmesi amaçlanmıştır. Bu doğrultuda, İzmit ve Erzurum'da bulunan ve trafik yoğunluğu yüksek caddeler dikkate alınarak toplam 891 görüntüden oluşan bir veri seti oluşturulmuştur. YOLO modeli sonucunda ölçüm parametresi F1 skor değeri 0.83 olarak elde edilmiştir. Modelin çift sıra parklanma, normal parklanma ve tüm veri setine ait mAP@0.5 değerleri sırasıyla 0.851, 0.922 ve 0.886 olarak elde edilmiştir. Diğer performans parametreleri de incelendiğinde modelin çift sıra parklanma durumunu başarılı bir şekilde tespit ettiği sonucuna varılmıştır. Model performans sonuçlarına göre çift sıra ve normal parklanma durumlarının %89'u doğru bir şekilde tespit edilmiştir. Çift sıra parklanma tespitine yönelik yapılacak çalışmalar için bir veri seti altyapısı oluşturulmuştur. Çalışma ile park ihlallerinin otomatik tespit edilmesi ve sürücülerin anlık uyarılması sistemlerinin ilk etap çalışması gerçekleştirilmiştir.

## **Detection of Double Parking Situation with Object Detection Algorithm YOLOv8**

### **Highlights:**

- YOLOv8
- Deep learning
- Object detection

### **Keywords:**

- Double parking
- YOLOv8
- Traffic safety
- Intelligent transportation systems
- Traffic congestion

### **ABSTRACT:**

Double parking has many negative effects on traffic indicators such as traffic congestion, traffic flow conditions, and traffic safety. Double parking includes parameters that affect drivers' behavioral and traffic habits. Various inspection activities and penal sanctions are implemented to prevent parking violations. Within the scope of this study, it is aimed to detect double parking with the YOLOv8 model, one of the deep learning algorithms. In this direction, a data set consisting of a total of 891 images was created, taking into account the streets with high traffic density in İzmit and Erzurum. As a result of the YOLO model, the measurement parameter F1 score value was obtained as 0.83. The mAP@0.5 values of the model for double parking, normal parking and the entire data set were obtained as 0.851, 0.922 and 0.886, respectively. When other performance parameters were examined, it was concluded that the model successfully detected the double parking situation. According to the model performance results, 89% of double and normal parking situations were detected correctly. A data set infrastructure has been created for studies on the detection of double parking. With this study, the initial work of the systems for automatic detection of parking violations and instant warning of drivers was carried out.

<sup>1</sup> Kadir Diler ALEMDAR ([Orcid ID: 0000-0002-8837-7640](https://orcid.org/0000-0002-8837-7640)), Erzurum Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, Erzurum, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Kadir Diler ALEMDAR, e-mail: kadir.alemdar@erzurum.edu.tr

## GİRİŞ

Trafik sıklığı dünya çapında genel ve kalıcı bir sorun olarak ön plana çıkmaktadır ve çeşitli ekonomik, sosyal ve çevresel problemlere yol açmaktadır (Alho ve ark., 2018). Araç sürücülerinin yolculuklarının sonlanması ile park etme ihtiyacı ortaya çıkmaktadır. Trafik talebinin yüksek olduğu bölgelerde yetersiz otopark kapasitesi bulunması sürücülerinin zamanlarının büyük bir bölümünü park yeri aramak için harcadığını göstermektedir. Sürücülerin uygun park yeri aramak için kaybettikleri zamana ek olarak “park yeri arama trafiği” özellikle kent merkezlerinde mevcut trafik problemlerine eklenerek trafik hareketliliğinin azalmasına ve trafik sıklığına neden olmaktadır (Dezi ve ark., 2010; Cherrett ve ark., 2012; Alho ve ark., 2018). Otopark yeri ve kapasitesi ile ilgili problemler kentsel ulaşım için bir döngü problemi olarak ele alınmaktadır. Bu nedenle, özellikle şehir merkezlerinde yeterli park alanlarının sağlanması bir zorunluluktur (Simićević ve ark., 2012; Arnott ve ark., 2015).

Cadde üzeri veya yol kenarı parklanmalar genel olarak kent merkezlerinde yoğun saatlerde meydana gelmektedir (Mannini ve ark., 2017). Yol kenarı park yerlerinin sayısı sınırlı olduğundan dolayı park etme isteği artabilir ve bu da trafik sıklığına daha da önemlisi trafik kazalarına sebebiyet verebilir (Hasnine ve Habib, 2020). Cadde üzerinde yeterli otopark kapasitesinin bulunmaması, otopark ücretlerinin yüksek olması ve otopark alanlarına ulaşım için seyir yapma zorunluluğu gibi bazı faktörler yol kenarlarında kural dışı parklanmanın yapılmasına neden olmaktadır (Simićević ve ark., 2012). Kural dışı parklanma genel olarak çift sıra park etme olarak meydana gelmektedir (Tzouras ve Lázaro, 2020). Çift sıra parklanma herhangi bir fiziksel alan olmamasına rağmen yol kenarı park alanlarının yanına ikinci bir aracın park etmesi anlamına gelmektedir. Çift sıra parklanma yol ağında dar boğaz oluşturduğundan dolayı trafik sıklığını ve gecikme sürelerini artırırken yol kapasitesini, trafik akışını ve trafik güvenliğini olumsuz etkilemektedir (Estepa ve ark., 2017; Gao ve ark., 2018; Chiara ve Goodchild, 2020). Bu nedenlerden dolayı kent merkezi bölgelerinde trafik koşullarının iyileştirilmesi için yol kenarı parklanmanın ve çift sıra park ihlallerinin mümkün olduğu kadar önlenmesi gerekmektedir (Kadkhodaei ve ark., 2022). Ancak, çift sıra parklanma önemli bir sorun olmasına rağmen bunun tespit edilmesi için uygun ve etkili bir çözüm bulunmamaktadır (Spiliopoulou ve Antoniou, 2012; Kadkhodaei ve ark., 2022). Genel olarak yol kenarı parklanmasının önlenmesi amacıyla etkili faktörlerin belirlenmesi ile ilgili çalışmalar yapılmıştır (Dezi ve ark., 2010; Simićević ve ark., 2012; Spiliopoulou ve Antoniou, 2012).

Bu çalışma kapsamında çift sıra parklanmanın tespit edilmesi amacıyla derin öğrenme tabanlı görüntü işleme tekniklerinden faydalanılmıştır. Çift sıra parklanmanın görüntü üzerinden tespit edilmesi ile birlikte kural dışı parklanmanın kısmen önüne geçileceği öngörülmektedir. Yaptırım yetkisine sahip otoritelerin bu problemle mücadele etmesine katkı sunmak amacıyla YOLOv8 algoritması kullanılarak çift sıra parklanma tespit modeli kurulmuştur. Çalışma alanı içerisinde çift sıra parklanmanın sıklıkla yaşandığı yol ağlarından veri setleri alınarak kurulan model sonuçlarının gerçeğe uygun olması hedeflenmiştir. Böylece, kent genelinde özellikle trafik yoğunluğunun yüksek olduğu bölgelerde dar boğaza neden olan çift sıra parklanmanın önlenmesine katkı sunan bu çalışma ile trafik sıklığının ve etkilerinin azaltılması amaçlanmaktadır.

Çalışma giriş bölümünün ardından altı bölüm halinde düzenlenmiştir. İkinci bölümde çift sıra parklanma ile ilgili literatürdeki çalışmalara yer verilmiştir. Üçüncü bölümde çalışmanın akışı çalışma alanı ve verilerin toplanması hakkında bilgi verilmiştir. Dördüncü bölümde görüntü işleme tekniklerinden olan YOLO algoritması hakkında kısa bir bilgilendirme sunulmaktadır. Beşinci bölümde YOLO algoritması sonucu elde edilen model eğitim sonuçları ve çalışmaya ilişkin tartışma bölümü yer



almaktadır. Son olarak çalışmanın sonucu ve gelecekte yapılabilecek potansiyel çalışma alanlarından bahsedilmiştir.

### Literatür Taraması

Kent merkezlerinde çift sıra parklanmanın YOLO algoritması ile tespit edilmesini içeren herhangi bir çalışma erişilebilir literatürde bulunmamaktadır. Çalışmalar genel olarak çift sıra parklanma nedeniyle trafik kurallarının ihlal edilmesinin trafik akışı üzerindeki etkisi ve çift sıra parklanma için etkili olan faktörler üzerine gerçekleştirilmiştir (Kladeftiras ve Antoniou, 2013; Khaliq ve ark., 2019; Nourinejad ve ark., 2020)

Kladeftiras ve Antoniou (2013) mikrosimülasyon kullanılarak çift sıra parklanmanın ortalama hız, gecikme ve durma süresi üzerindeki etkilerini incelemiştir. Çift sıra parklanmanın kısmen azaltılması ile ortalama hız parametresinde %10 – 15, gecikme ve durma sürelerinde sırasıyla %15 ve %20 iyileştirme gözlemlendiği belirlenmiştir. Çift sıra parklanmanın tamamen ortadan kaldırılması durumunda ortalama hız için %44, gecikme ve durma sürelerinde sırasıyla %33 ve %47 iyileştirme tespit edilmiştir.

Kobus ve ark. (2013) yol kenarı ve kapalı otoparkları seçme davranışlarında park ücretlerinin etkisi araştırılmıştır. Park ücretlerindeki düşüş eğiliminin yol kenarı park etme isteğini artırarak yol kenarı park alanlarındaki talebi artırdığı tespit edilmiştir. Sonuçlar, daha uzun süreli park durumlarında, araba sürücülerinin küçük (sokak ve garaj) fiyat farklarına oldukça duyarlı olduğunu, ancak kısa süreli park durumlarında bunun geçerli olmadığını göstermektedir.

Chrysostomou ve ark. (2019) mikrosimülasyon modellemesi kullanılarak kentiçi trafik ağı boyunca çift sıra park etme olayının etkilerini incelemiştir. Simülasyonda iki senaryo: çift sıra ve kural dışı parklanmanın olmadığı ve gerçek hayat koşullarına uygun bir şekilde çift sıra parklanmanın ve kural dışı parklanmanın mevcut olduğu modellemeler oluşturulmuştur. Çift sıra parklanmanın araç hızı, ortalama seyahat süresi, gecikme ve durma sürelerine ilişkin parametreleri etkilediği tespit edilmiştir. Ayrıca, yakıt tüketimini ve kirletici emisyonları artırdığı da belirlenmiştir.

Ho ve ark. (2019) görme tabanlı bir ağ aracılığıyla, yükleme veya boşaltma etkinliklerinin görüntüleri gibi gerçek zamanlı yol kenarı trafik verileri toplanmıştır. Verilerden yararlanılarak yol kenarı doluluk ve boşluklarına ilişkin karar desteği bulanık mantıkla değerlendirilip kullanıcılar için görselleştirilmiştir. CVROSS algoritması ile trafik ve filo yönetiminin kolaylaştırılmasını amaçlayan yol kenarı park alanlarının boşluklarının tespit edilmesi amaçlanmıştır.

Khaliq ve ark. (2019) sürücülerin yol kenarı parklanma seçim davranışlarını incelemiştir. Yol kenarı park ücreti, parklanma için kaybedilen zaman, bölgesel hız sınırı ve park alanlarının yeterli fiziksel özelliklere sahip olması yol kenarı parklanma seçim davranışını etkilediği tespit edilmiştir. Parametre tahminlerine göre, hız sınırı 40 km/s, beklenen park süresi 120 dakikadan fazla ve sokak dışı park tarifesi düşük (0.50 euro/saat) ise, bir araba sürücüsünün arabasını sokak dışı bir park yerine park etme olasılığı artmaktadır.

Kadkhodaei ve ark. (2022) çift sıra parklanma olasılığını tahmin etmek için NPC endeksi adı verilen bir endeks tanımlamışlardır. Çift sıra park ihlali yapan 275 sürücünden oluşan veri seti oluşturulmuştur. NPC parametresini etkileyen faktörler Mann-Whitney U ve Kruskal-Wallis istatistiksel testleri kullanılarak belirlenmiştir. Sonuçlara göre, eğitim durumu, yolculuk amacı, sürücünün bulunup bulunmaması ve park süresi değişkenleri cadde üzerinde uygun park yeri bulmak için görsel arama mesafesini etkileyen faktörler olarak tespit edilmiştir. Sonuçlara göre, park süresi 15 dakikadan az ve özellikle 5 dakikadan az olduğunda, NPC indeks değeri önemli ölçüde azalmakta ve sürücünün çift sıra park ihlali yapma olasılığı önemli ölçüde artmaktadır.

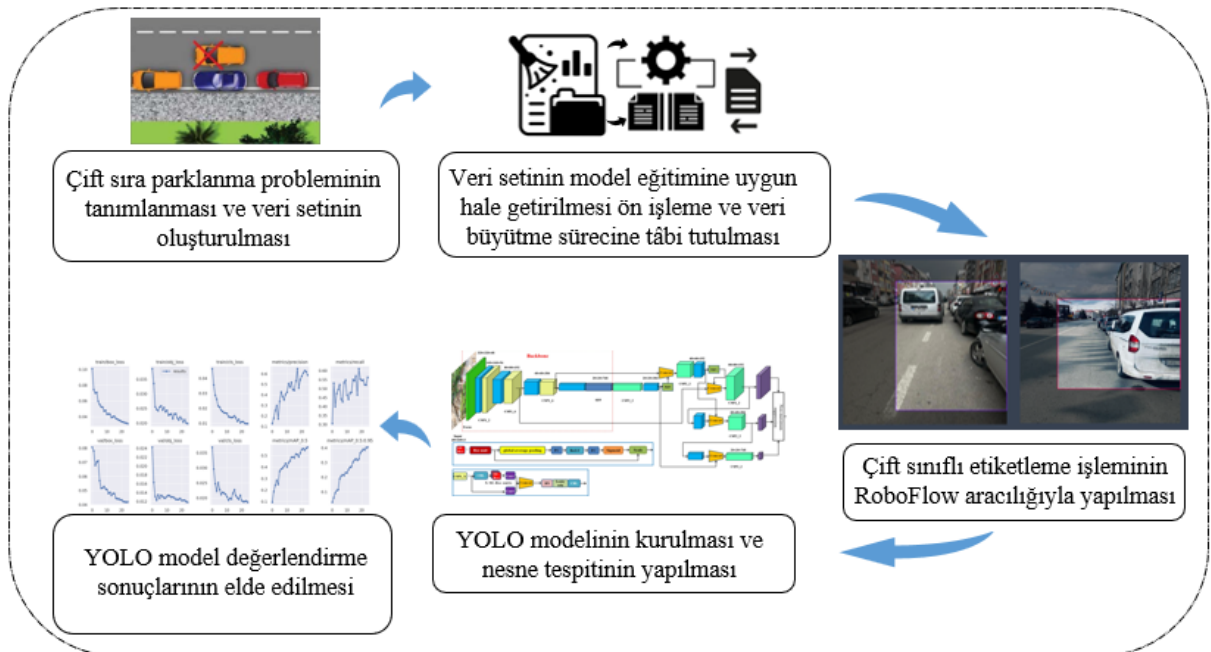
Uysal ve Alver (2022) İzmir ilinde merkez bölgelerinden biri olan Alsancak'ta iki yol kenarı otoparkı ve iki kapalı otopark kullanımı için sürücülerin davranışları araştırılmıştır. Davranış eğilimlerinin tespit edilebilmesi amacıyla sürücülerin sosyoekonomik özellikleri, otopark tercih etme sebepleri ve yolculuk bilgilerini içeren bir anket uygulaması yapılmıştır. Analiz süreçlerinde logit model kullanılmaktadır. Otoparkların konumları, yolculuk yapına gün, yolculuk amaçları ve trafik yoğunluğunun otopark seçimini etkileyen faktörler olarak tespit etmişlerdir.

Çift sıra parklanma ile ilgili yapılan çalışmalarda genellikle sürücü davranışları ve trafiğe etkisi incelenmiştir. Çift sıra parklanmanın önlenmesi için yapılan herhangi bir çalışmaya erişilebilir literatürde rastlanılmamıştır. Çalışmanın yenilik ve katkıları aşağıda sunulmaktadır.

- Çalışma kapsamında hem trafik hem de çevre parametrelerini derinden etkileyen çift sıra parklanmanın görüntü üzerinden tespit edilmesi için YOLO algoritması kullanılarak bir model tasarımı geliştirilmiştir.
- Erzurum ili, Yakutiye ve İzmit İli, Gebze ilçesinde trafik yoğunluğunun yüksek olduğu bölgelerden veriler toplanarak gerçek trafik koşullarına uygunluk ilkesinin sağlanması benimsenmiştir.
- Bu çalışma ile literatüre çift sıra parklanma konusunda yeni bir bakış açısı sunulmaktadır. Model tarafından kural dışı parklanmanın tespit edilmesi ile yaptırım yetkisine sahip yöneticilerin veya kişilerin iş yüklerinin azaltılması ve trafik akışının iyileştirilmesi amaçlanmıştır.

## MATERYAL VE METOT

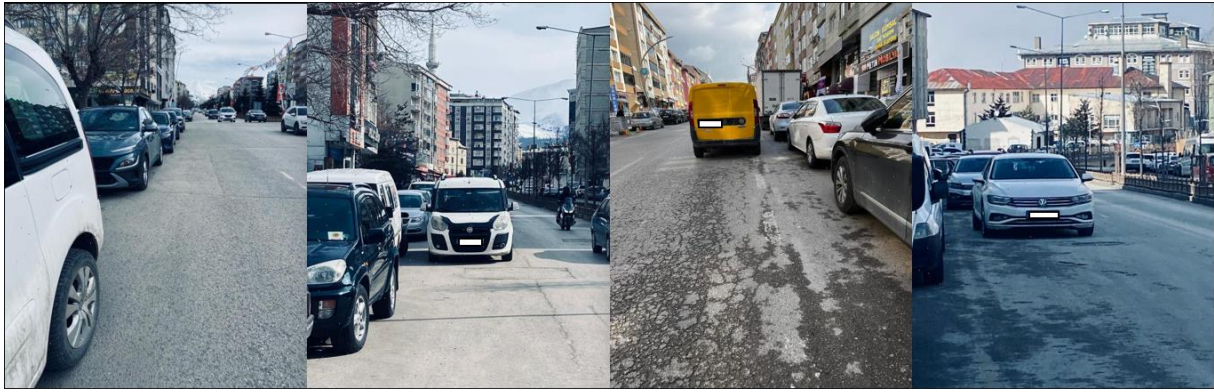
Çift sıra parklanma durumunun YOLO algoritması kullanılarak tespit edilebilmesi amacıyla bir veri seti oluşturulmuştur. Veri setinde yer alan görüntüler trafik yoğunluğu yüksek olan farklı caddelerinde parklanma durumlarını göstermektedir. Halka açık olarak yayınlanan vektör verileri bulunmasına rağmen gerçek hayat koşullarını yansıtmaması açısından yeni bir veri seti oluşturulmuştur. Çalışma kapsamında farklı il ve caddelerin kullanılması ile trafik koşullarına ve parklanma alışkanlıklarına duyarlı zengin bir veri seti oluşturulmuştur. Çift sıra parklanmanın tespit edilmesi amacıyla yürütülen bu çalışmanın akış şeması Şekil 1'de verilmiştir.



Şekil 1. Çalışmanın iş akış şeması

Çalışma kapsamında, daha önce herhangi bir model eğitiminde veri seti olarak kullanılmayan ve çift sınıflı eğitim ve test veri seti kullanılmıştır. Eğitim ve test veri seti sırasıyla 741 ve 150 adet görüntü içermektedir. Eğitim ve test verisi çalışmada 80/20 oranından ayrılmıştır. Bunun birkaç nedeni bulunmaktadır. İlk olarak makine öğrenimi üzerine yapılan çalışmalarda oldukça kabul görmüş ve yaygın olarak kullanılan bir standart olmasından kaynaklanmaktadır (Choo ve ark., 2020; Kim ve ark., 2021; Yang ve ark., 2021; Huang ve ark., 2022; Padalko ve ark., 2024). Bu oran, model eğitiminin geniş bir veri seti (%80) üzerinde öğrenmesini sağlarken, modelin genelleme yeteneğinin artırmak için yeterli büyüklükte (%20) bir veri seti üzerinde test edilmesini sağlamaktadır. Çalışmalarda 80/20 oranının model performansındaki etkinliğin ve dengesinin oldukça güçlü olduğu vurgulanmıştır (Goodfellow ve ark., 2016).

Şekil 2’de veri setine ilişkin temsili görüntüler yer almaktadır. Çalışma kapsamında dikkate alınan çalışma alanları Tablo 1’de sunulmaktadır. Veri setinde yer alan görüntülerin YOLO modeline uygunluğunun sağlanması amacıyla çeşitli ön işleme süreçleri gerçekleştirilmiştir. Veri setinin modele dahil edilebilmesi amacıyla etiketleme işlemi RoboFlow aracılığıyla yürütülmüştür.



Şekil 2. Veri setine ilişkin temsili görseller

Tablo 1. Çift sıra parklanma verilerinin toplandığı çalışma alanları

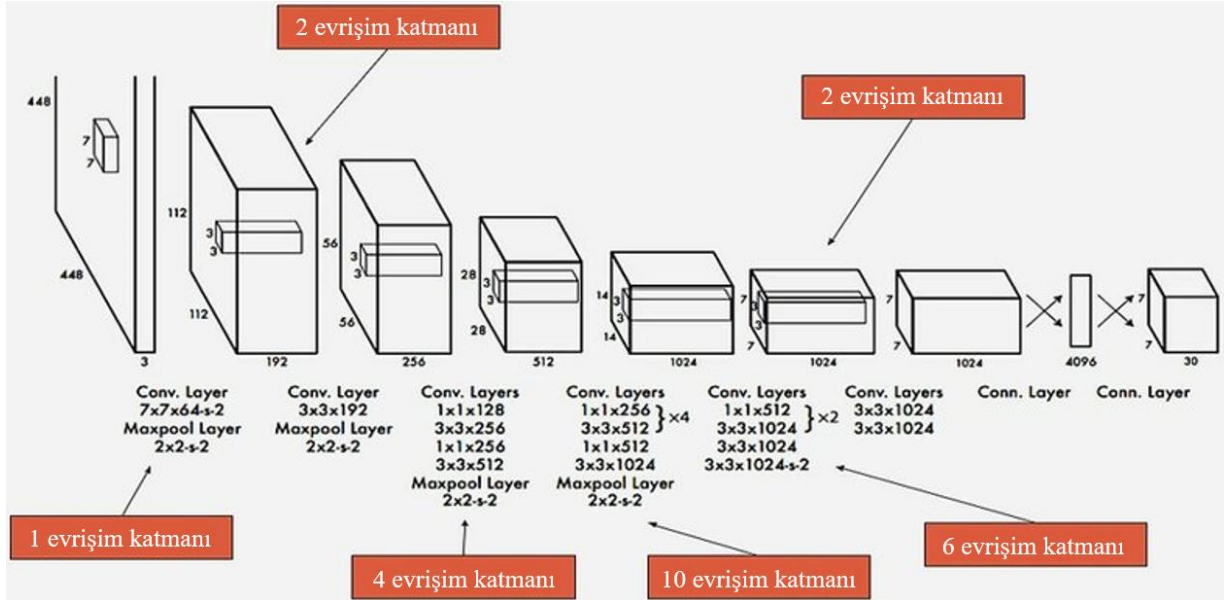
| İl      | İlçe     | Cadde/Sokak |
|---------|----------|-------------|
| Erzurum | Yakutiye | Terminal    |
| Erzurum | Yakutiye | Saray Bosna |
| İzmit   | Gebze    | Körfez      |
| İzmit   | Gebze    | Adliye      |

Model eğitimi sürecinde veri seti büyüklüğünün ve uygun verilerin kullanılmasının önemi büyüktür. Bu bağlamda, çalışma kapsamında veri setinin genişletilmesi amacıyla veri büyütme işlemi gerçekleştirilmiştir. Büyütme işleminde kullanılan teknikler döndürme, kırpma, bulanıklaştırma, gürültü ve parlaklık’dır. Veri setinin gerçek hayat koşullarına uygun olarak hazırlanması model eğitimin daha etkili bir şekilde yapılmasına olanak sağlar. Veri büyütme yöntemleri olan döndürme, kırpma, bulanıklaştırma, gürültü ekleme ve parlaklık ayarlamaları, makine öğrenimi modellerinin genelleme yeteneğini artırmak için kullanılır. Döndürme ve kırpma, verinin uzaysal çeşitliliğini artırarak modelin farklı perspektiflerden öğrenmesini sağlar. Bulanıklaştırma, modelin daha robust (sağlam) hale gelmesine ve gürültüye karşı direnç kazanmasına yardımcı olur. Gürültü ekleme, verinin doğal varyasyonlarını taklit ederek modelin aşırı öğrenme (overfitting) riskini azaltır. Parlaklık ayarlamaları ise modelin farklı aydınlatma koşullarında performansını artırır. Bu teknikler, eğitim verisini çeşitlendirerek daha dengeli ve genellenebilir bir model elde edilmesine katkıda bulunur.

### You Only Look Once (YOLO)

Evrişimsel sinir ağlarını kullanarak nesnelere tespit edebilen YOLO algoritması ilk olarak 2015 yılında tasarlanmıştır (Redmon ve ark., 2016). YOLO algoritması sürekli geliştirilen ve yeni

versiyonlarının kullanıma açıldığı bir nesne tespit modelidir. YOLOv8 modeli 2023 yılında geliştirilmiştir (Ultralytics, 2023). YOLO algoritması ile tek bir tarama yapılarak sınıf olasılıkları ve sınırlayıcı kutular içerisinde yer alan nesnelere ve sınırlayıcı kutuların konumları tahmin edilebilmektedir (Redmon ve Farhadi, 2017). Bölgesel öneriler sunulan evrişimsel sinir ağları mimarilerinden farklı olarak YOLO algoritması, girdi görüntüsünü evrişimli sinir ağından tek seferde ve bütün olarak geçirmektedir. Böylece, YOLO algoritması diğer nesne tespit algoritmalarına göre daha hızlıdır ve gerekli modifikasyonlar ile gerçek zamanlı olarak çalışabilmektedir (Ouyang ve Wang, 2019). YOLO algoritması temel olarak 24 evrişim katmanı, iki tamamen bağlantılı katman ve bir algılama (tespit) katmanından oluşmaktadır (Redmon ve ark., 2016). YOLO algoritmasına ilişkin ağ yapısı Şekil 3'de sunulmaktadır (Alemdar, 2023). YOLO algoritmasında yer alan bağlantılı katman kullanılarak model içerisinde doğrusal regresyon süreci yürütülmektedir. Algılama katmanı sınırlayıcı kutuların güven puanlarının yüksek olmasını sağlamak amacıyla kullanılmaktadır. Algoritmaya sunulan girdi görüntüsü  $N * N$  ızgara hücrelerine bölünerek ızgaralarda yer alan her bir görüntü katmanının tespiti amaçlanmaktadır. Sınırlayıcı kutunun konumlarının belirlenebilmesi için tespit edilen görüntünün merkez noktası dikkate alınmaktadır (Hendry ve Chen, 2019).



Şekil 3. YOLO model mimarisini

Nesne tespit süreçlerinin performansının analiz edilebilmesi için birçok parametrenin incelenmesi gerekmektedir. Ancak, bir modelin genel olarak başarılı olduğunun kabul edilmesi için birleşim üzerindeki kesişim (IoU) parametresinin 0.5'den büyük olması gerekmektedir. IoU, kesişim sınırlayıcı kutusunun birleşim sınırlayıcı kutusuna oranı olarak ifade edilmektedir. IoU iki küme veya alan arasındaki örtüşmenin ve ayrışmanın ölçülebilmesi için kullanılan bir metriktir. IoU hesaplanırken, iki alanın kesişim bölgesinin toplam alana oranı dikkate alınır. Nesne tespit modellerinde yerleştirme doğruluğunu ölçmek ve yerleştirme hatalarını hesaplamak için kullanılmaktadır. IoU ifadesi matematiksel olarak Eşitlik 1'deki gibi sunulmaktadır. İkili sınıflandırma ifadeleri dikkate alınır Eşitlik 2'deki gibi verilmektedir (Mu ve ark., 2023).

$$IoU = \frac{|A \cap B|}{|A \cup B|} \quad (1)$$

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

Burada; DP: Model tarafından doğru bir şekilde tespit edilen çift sıra parklanma görüntü sayısı, YN: Model tarafından normal parklanma olarak tespit edilmesine rağmen çift sıra parklanma olan görüntü sayısı, YP: Model tarafından çift sıra parklanma olarak tespit edilmesine rağmen yanlış tespit edilen görüntü sayısı, DN: Model tarafından normal parklanma olarak tespit edilen normal parklanma görüntü sayısı olarak ifade edilmektedir.

Model genel olarak değerlendirildiğinde IoU değerinin 0.5'den büyük olması gerekmektedir. Ancak, ek olarak kullanılan performans parametreleri bulunmaktadır. Doğruluk (Accuracy), modelin tespit doğruluğunu ifade etmektedir. Kesinlik (Precision), model tarafından pozitif olarak tahmin edilen girdi görüntülerinin gerçek veri setinin ne kadarının pozitif olduğunu göstermektedir. Duyarlılık (Recall), model tarafından pozitif olarak tahmin edilmesi gereken girdi görüntülerinin ne kadarının doğru tahmin edildiği ile bilgi sunmaktadır (Chen ve ark., 2023; Xiong ve ark., 2024). Kesinlik ve Duyarlılık değerlerinin harmonik ortalaması hesaplanarak F1 skor değeri elde edilmektedir. Performans parametrelerine ilişkin matematiksel ifadeler Eşitlik 3, 4, 5 ve 6'da verilmiştir (Chen ve ark., 2023; Chen ve ark., 2024; Xiong ve ark., 2024). Ek olarak Doğruluk değeri hesaplanarak genel olarak ortalama hassasiyet (mAP) parametresi performans ölçümü için kullanılmaktadır. Bir modelin doğruluğunun ve hassasiyetinin ölçülmesinde kullanılan kapsamlı bir performans ölçütüdür. Ölçüt, tüm sınıflar için ortalama doğruluk değerlerinin ortalamasını alarak modelin genel özeti ortaya koymaktadır. Modelin çeşitli öğeleri ne kadar doğru ve hassas bir şekilde tespit edildiğine bu metriktten bakarak fikir sahibi olunabilir.

$$\text{Doğruluk} = \frac{DP+DN}{DP+DN+YP+YN} \quad (3)$$

$$\text{Kesinlik} = \frac{DP}{DP+YP} \quad (4)$$

$$\text{Duyarlılık} = \frac{DP}{DP+YN} \quad (5)$$

$$\text{F1 skor} = 2 * \frac{(\text{Kesinlik} * \text{Duyarlılık})}{(\text{Kesinlik} + \text{Duyarlılık})} \quad (6)$$

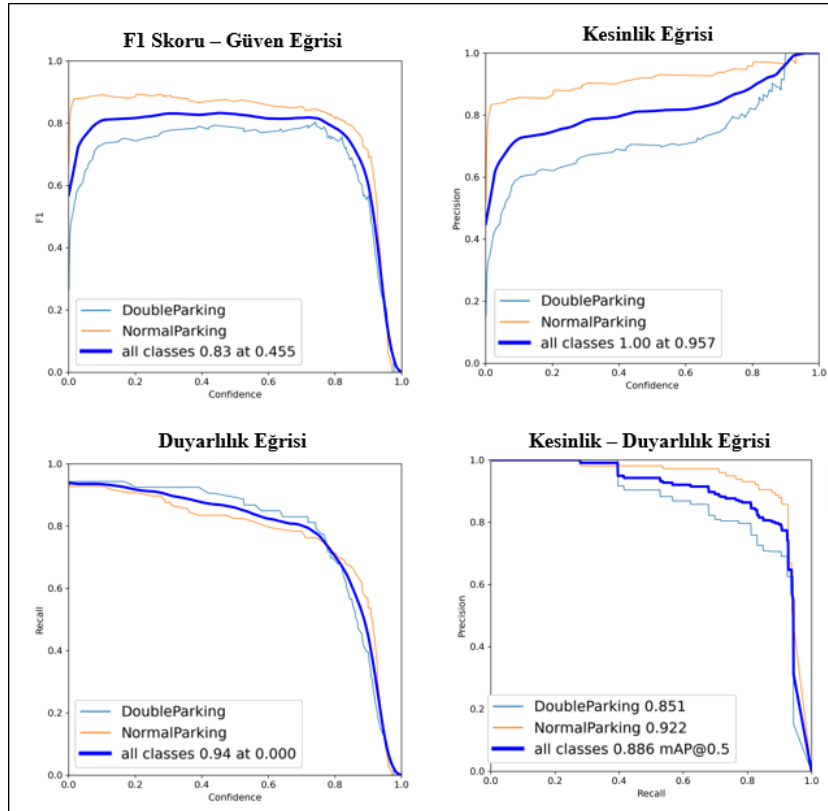
## BULGULAR VE TARTIŞMA

Çift sıra parklanmanın nesne tespiti yöntemi olan YOLO algoritması ortamında tespit edilebilmesi için model Google Colab altyapısı kullanılarak eğitilmiştir. Google Colab altyapısı TensorFlow, PyTorch, OpenCV, Keras vb. kütüphaneleri içerisinde barındırmaktadır (Çavdar ve Faryad, 2019). Modelim Google Colab ortamında eğitilmesinin temel nedeni Colab'ın ücretsiz GPU (Grafik İşlemci Birimi) desteği sağlamasıdır. Böylece, model eğitiminin ve çift sıra parklanmanın tespitinin daha hızlı yapılmasına olanak tanınmıştır. Model eğitimi sürecinde çalışma zamanı olarak Python 3 altlığı kullanılırken Tesla GPU hizmetine hızlandırıcı desteği sunan T4 GPU hizmeti kullanılmıştır. Eğitim sırasında tüm eğitim verilerinin oluşturulan ağa gösterilme sayısı "epoch (döngü)" olarak ifade edilmektedir. Model eğitimi sürecinde epoch değeri 200 olarak alınmıştır. Epoch değeri, modelin aşırı öğrenme veya yetersiz uyum durumları açısından modelin performansını etkileyen en önemli model parametrelerinden biridir. Çalışma kapsamında modele en uygun epoch değerinin belirlenmesi için model eğitimi defalarca tekrarlanmıştır.

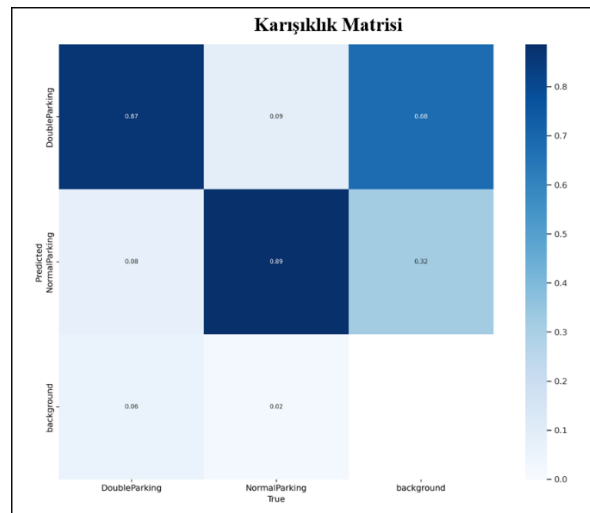
Model eğitimi her bir tekrar için yaklaşık 1 saat içerisinde gerçekleşmiştir. Model sonucu IoU değeri 0,5 olan görüntülerin doğruluk değerleri incelenmiştir. Buna göre çift sıra parklanma, normal parklanma ve tüm veri setine ait mAP değerleri sırasıyla 0.851, 0.922 ve 0.886 olarak elde edilmiştir.

Nesne tespit işleminin sağlık bir şekilde yapıldığını ve modele uygun olduğunu analiz edebilmek için doğruluk değerlerine ek olarak Eşitlik 3, 4, 5 ve 6'da yer alan ifadelerdeki ölçüm parametrelerinin incelenmesi gerekmektedir. Model sonucunda F1 skoru, Kesinlik ve Duyarlılık grafikleri elde edilmiştir ve Şekil 4'de sunulmaktadır.

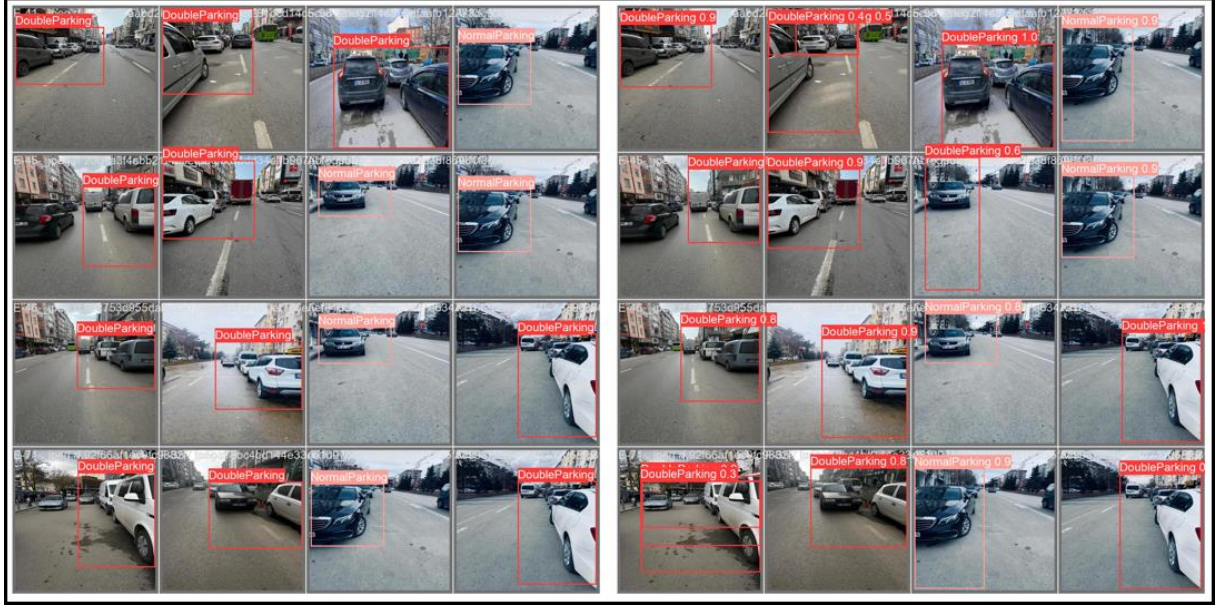
Sınıflandırma doğruluğu, F1 skoru değeri, Kesinlik ve Duyarlılık değerlerinin yanı sıra sınıflandırma algoritmasının performansını özetlemek için karışıklık matrisi kullanılmaktadır. Karışıklık matrisi sınıflandırma algoritmasında modelin hata oranları ve hatanın türü ile ilgili de bilgi sunmaktadır. Basit bir şekilde özetlemek gerekirse karışıklık matrisinde model tarafından tespit edilen görüntüler ile gerçek görüntülerin karşılaştırması verilmektedir. Modele ait karışıklık matrisi Şekil 5'de sunulmaktadır. Ek olarak, model eğitimi tamamlandıktan sonra test veri seti için nesne tespiti yapılmıştır ve ilgili tahmin ve katman görselleri Şekil 6'da sunulmaktadır.



Şekil 4. Çift sıra park modeli için elde edilen F1 skor eğrisi ve kesinlik-duyarlılık eğrisi



Şekil 5. YOLOv8 modeline ait karışıklık matrisi



Şekil 6. Test veri setinde tahmin ve katman görüntüleri

Sonuçlar incelendiğinde yukarıda da bahsedildiği üzere doğruluk değeriyle ilişkili olan mAP değeri 0.866 olarak elde edilmiştir. Ancak, mAP değerinde uç noktadaki görüntüler dikkate alınmadığından modelin değerlendirilmesi için F1 skor değerinin dikkate alınması daha doğru bir değerlendirme yapılmasına olanak sağlayacaktır. Literatürdeki çalışmalarda F1 skor değerinin >0.5 olması modelin kabul edilebilir aralıkta olduğunu göstermektedir (Buhl, 2023). Çift sıra parklanma için oluşturulan bu model sonucunda elde edilen F1 skor değeri 0.83'dür. Bu değer dikkate alındığında modelin oldukça başarılı bir şekilde oluşturulduğu ve sonuçlarının güvenilir olduğu anlamı çıkarılabilir. Kesinlik ve Duyarlılık değerleri sırasıyla %100 ve %94 olarak elde edilmiştir. Her iki performans parametre değerinin 1'e yaklaşması modelin doğruluğunu ortaya koymaktadır (Buhl, 2023). Ek olarak, kullanılan veri setinin model eğitimleri için gerekli nitelikleri taşıdığı söylenebilir. Bu sonuçlara bakıldığında modelin eğitim ve tahmin aşamasının başarılı bir şekilde tamamlandığı söylenebilir. Şekil 5'de sunulan karışıklık matrisi incelenerek modelin tahmin aşamasındaki doğruluk oranı hakkında bilgi sahibi olunabilir. Buna göre, çift sıra parklanma ve normal parklanma olayını doğru tahmin ettiği veriler toplam verilerin %89'unu oluşturmaktadır. Bu sonuca göre, veri setinin yüksek doğruluk oranıyla tahmin edildiğini göstermektedir. Erişilebilir literatür incelendiğinde çift sıra parklanmanın nesne tespit algoritmalarından olan YOLO model versiyonlarının herhangi biriyle çalışma gerçekleştirilmediği görülmektedir. Bu nedenle, mevcut literatürle herhangi bir karşılaştırma yapılamamıştır. Ancak, YOLO modeliyle yapılan çalışmalar ve sonuçları incelediğinde bu çalışmada elde edilen model sonuç parametrelerinin modelin sağlıklı ve doğru bir şekilde çalıştığını göstermektedir (Bayram ve Nabiye, 2023; Sevi ve Aydın, 2023; Nicancı Sinanoğlu ve Kaya, 2024).

Bu çalışma, Birleşmiş Milletler Sürdürülebilir Kalkınma Hedefleri (SDG) arasında yer alan SDG 3: Sağlık ve Kaliteli Yaşam hedefine doğrudan veya dolaylı yollardan hizmet etmektedir. Çift sıra parklanmanın sık yapıldığı bölgelerde trafik sıkışıklığının fazla olduğu gözlemlenmektedir. Ek olarak, acil durum araçlarının geçişinde yaşanan aksaklıklardan dolayı toplum sağlığının olumsuz etkilenmesi gözlemlenebilir. Bu nedenle, çift sıra parklanmanın tespiti ve önlenmesi, trafikte güvenliği artırarak kazaların ve acil durum müdahalesi gecikmelerinin azaltılmasına katkı sağlar. Ayrıca, bu çalışma, SDG 11: Sürdürülebilir Şehirler ve Topluluklar hedefine de katkıda bulunur. Trafik düzeninin iyileştirilmesi ve park alanlarının daha verimli kullanılması, şehir içi ulaşımın daha sürdürülebilir ve erişilebilir olmasını sağlar. Son olarak, bu tespit yöntemi SDG 9: Sanayi, Yenilikçilik ve Altyapı hedefini

destekleyerek, teknolojinin ve inovasyonun trafik yönetimine entegrasyonunu teşvik eder. Bu sayede, kentsel altyapının modernizasyonu ve daha akıllı şehir çözümlerinin uygulanması mümkün hale gelir.

Çalışma kapsamında çift sıra parklanmanın doğru bir şekilde tespit edilmesi süreçlerinde tartışılması gereken birkaç durum bulunmaktadır. İlk olarak, olumsuz hava koşullarından kaynaklı veri setlerinin kaliteli bir şekilde oluşturulamaması nedeniyle model performansının ciddi miktarda düşmesi önemli bir sorundur. Ancak, bu çalışmada bulunan veriler 2024 yılının Nisan ayında görüş mesafesinin yüksek olduğu günlerde toplandığı için böyle bir sorunla karşılaşılmamıştır. Diğer tartışılması gereken bir konu ise veri seti oluşturulurken hem sürücüler hem de çevredeki diğer insanlar tarafından görüntülerin nerede kullanılacağına dair oluşan şüpheleridir.

## SONUÇ

Çift sıra parklanma olayından dolayı meydana gelen dar boğaz durumu neticesinde trafik sıkışıklığı ve daha da önemlisi trafik kazaları meydana gelebilir. Literatürdeki çalışmalarda da yer aldığı üzere araçların yakıt tüketimi, durma süresi, gecikme süresi ve emisyon salınımında da bir artış görülmektedir. Bu tür olumsuzlukların kısmen önüne geçebilmek ve cezai yaptırım yetkisine sahip görevlilere yardımcı olabilmek amacıyla çalışma kapsamında çift sıra parklanmanın tespit edilebilmesi için YOLO algoritması kullanılarak bir model oluşturulmuştur. Çalışma kapsamında oluşturulan model sonucunda;

- F1 skor değeri, Kesinlik-Duyarlılık eğrisi, karışıklık matrisi ve mAP değerleri incelendiğinde çift sıra parklanma durumunun yüksek oranda doğru bir şekilde tahmin edildiği görülmektedir. Özellikle F1 skor değerinin literatürdeki birçok çalışma tarafından “sağlıklı bir şekilde oluşturulan model” olduğu ifade edilmektedir.
- Çift sıra parklanmanın nesne tespit yöntemleriyle tespit edilmesi ile ilgili literatürde herhangi bir çalışma bulunmadığından dolayı bu tür trafik ihlallerini içeren çalışmalara rehber niteliğinde bir çalışma olması öngörülmektedir.
- Farklı nesne tespit yöntemleri kullanılarak çift sıra parklanmanın tespitine yönelik yapılacak çalışmalarda kullanılacak veri setleri için bir altyapı oluşturulmuştur.

Bu çalışma dikkate alınarak çift sıra parklanmanın şehir kameraları, kolluk kuvvetleri araç kameraları vb. aracılığıyla tespit edilmesini içeren bir çalışmanın literatüre kazandırılması yazar tarafından planlanmaktadır. Böylece, dar boğaz oluşumuna ve neden olduğu olumsuzluklara kısmi bir çözüm getirilmesi hedeflenmektedir. Ayrıca, yetkili görevlilerin iş yükünü azaltarak daha etkin bir çalışma planı uygulanabilir. Bu çalışma ile park ihlallerinin otomatik tespit edilmesi ve sürücülerin veya ilgili görevlilerin anlık uyarılmasını içeren sistemler için öncü bir çalışma gerçekleştirilmiştir.

Çalışmanın sonuçları dikkate alınarak gelecek çalışmalarda, nesne tespit algoritmalarının performansını artırmak amacıyla daha karmaşık model yapılarının kullanılması olası bir çalışma alanıdır. Ayrıca, farklı şehir, farklı hava koşulları ve farklı saat dilimlerinde toplanacak veriler yardımıyla veri çeşitliliği kazandırılarak algoritmanın genelleme yeteneği artırılabilir. Çift sıra parklanmanın anlık olarak tespit edilebilmesi için algoritmaların donanım hızlandırmaları ve paralel işlem teknikleri optimize edilebilir. Otonom araç teknolojisi ile entegre bir tespit sistemi geliştirilebilir. Görüntü tabanlı tespit yöntemlerine ek olarak, ultrasonik sensörler gibi farklı tip sensörlerin entegrasyonu, LiDAR ve radar teknolojileri ile zorlu çevre koşullarında daha güvenilir sonuçlar elde edilebilir. Çift sıra parklanmanın önlenmesi için yasal çerçeve ve toplumsal kabuller üzerine bir çalışma gerçekleştirilerek ilgili paydaşlarla iş birliği sağlanabilir.



## TEŞEKKÜR

Yazar makalenin inceleme ve değerlendirme aşamasında yapmış/yapacak oldukları katkılardan dolayı editör ve hakem/hakemlere teşekkür eder.

## Çıkar Çatışması

Makale yazarı herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan eder.

## KAYNAKLAR

- Alemdar, K. D. (2023). *Sürücü dikkat dağınıklığının çevresel etkilerinin incelenmesi ve nesne tespit algoritmaları ile tespit edilmesi*. Doktora tezi. Erzurum Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Alho, A. R., de Abreu e Silva, J., de Sousa, J. P. ve Blanco, E. (2018). Improving mobility by optimizing the number, location and usage of loading/unloading bays for urban freight vehicles. *Transportation Research Part D: Transport and Environment*, 61, 3–18. <https://doi.org/10.1016/j.trd.2017.05.014>
- Arnott, R., Inci, E. ve Rowse, J. (2015). Downtown curbside parking capacity. *Journal of Urban Economics*, 86, 83–97. <https://doi.org/10.1016/j.jue.2014.12.005>
- Bayram, A. F. ve Nabiyev, V. (2023). Derin öğrenme tabanlı saklanan kamufle tankların tespiti: son teknoloji YOLO ağlarının karşılaştırmalı analizi. *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 13(4), 1082-1093. <https://doi.org/10.17714/gumusfenbil.1271208>
- Buhl, N. (2023). F1 Score in Machine Learning. Erişim adresi: <https://encord.com/blog/f1-score-in-machine-learning/#h1> (Erişim tarihi: 10.04.2024)
- Çavdar, I. H. ve Faryad, V. (2019). New design of a supervised energy disaggregation model based on the deep neural network for a smart grid. *Energies*, 12(7). <https://doi.org/10.3390/en12071217>
- Chen, Y., Xu, H., Zhang, X., Gao, P., Xu, Z. ve Huang, X. (2023). An object detection method for bayberry trees based on an improved YOLO algorithm. *International Journal of Digital Earth*, 16(1), 781–805. <https://doi.org/10.1080/17538947.2023.2173318>
- Chen, Z., Zhu, Q., Zhou, X., Deng, J. ve Song, W. (2024). Experimental Study on YOLO-Based Leather Surface Defect Detection. *IEEE Access*, 12, 32830–32848. <https://doi.org/10.1109/ACCESS.2024.3369705>
- Cherrett, T., Allen, J., McLeod, F., Maynard, S., Hickford, A. ve Browne, M. (2012). Understanding urban freight activity - key issues for freight planning. *Journal of Transport Geography*, 24, 22–32. <https://doi.org/10.1016/j.jtrangeo.2012.05.008>
- Chiara, G. D. ve Goodchild, A. (2020). Do commercial vehicles cruise for parking? Empirical evidence from Seattle. *Transport Policy*, 97, 26–36. <https://doi.org/10.1016/j.tranpol.2020.06.013>
- Choo, H., Kim, M., Choi, J., Shin, J., & Shin, S. Y. (2020). Influenza Screening via Deep Learning Using a Combination of Epidemiological and Patient-Generated Health Data: Development and Validation Study. *Journal of medical Internet research*, 22(10), e21369. <https://doi.org/10.2196/21369>
- Chrysostomou, K., Petrou, A., Aifadopoulou, G. ve Morfoulaki, M. (2019). Microsimulation Modelling of the Impacts of Double-Parking Along an Urban Axis. Nathanail, E.G. ve Karakikes, I. D. (Ed.), *Data Analytics: Paving the Way to Sustainable Urban Mobility* (s. 164–171). Yer: Springer International Publishing.
- Dezi, G., Dondi, G. ve Sangiorgi, C. (2010). Urban freight transport in Bologna: Planning commercial vehicle loading/unloading zones. *Procedia - Social and Behavioral Sciences*, 2(3), 5990–6001. <https://doi.org/10.1016/j.sbspro.2010.04.013>
- Estepa, R., Estepa, A., Wideberg, J., Jonasson, M. ve Stensson-Trigell, A. (2017). More Effective Use of Urban Space by Autonomous Double Parking. *Journal of Advanced Transportation*, 2017, 8426946. <https://doi.org/10.1155/2017/8426946>

- Gao, J., Xie, K. ve Ozbay, K. (2018). Exploring the Spatial Dependence and Selection Bias of Double Parking Citations Data. *Transportation Research Record*, 2672(42), 159–169. <https://doi.org/10.1177/0361198118792323>
- Goodfellow, I., Bengio, Y. ve Courville, A. (2016). Deep learning. MIT press. [www.deeplearningbook.org](http://www.deeplearningbook.org)
- Hasnine, M. S. ve Habib, K. N. (2020). Transportation demand management (TDM) and social justice: A case study of differential impacts of TDM strategies on various income groups. *Transport Policy*, 94, 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.tranpol.2020.05.002>
- Hendry ve Chen, R. C. (2019). Automatic License Plate Recognition via sliding-window darknet-YOLO deep learning. *Image and Vision Computing*, 87, 47–56. <https://doi.org/10.1016/j.imavis.2019.04.007>
- Ho, G. T. S., Tsang, Y. P., Wu, C. H., Wong, W. H. ve Choy, K. L. (2019). A computer vision-based roadside occupation surveillance system for intelligent transport in smart cities. *Sensors (Switzerland)*, 19(8). <https://doi.org/10.3390/s19081796>
- Kadkhodaei, M., Shad, R. ve Ziaee, S. A. (2022). Affecting factors of double parking violations on urban trips. *Transport Policy*, 120, 80–88. <https://doi.org/10.1016/j.tranpol.2022.02.015>
- Khaliq, A., Der Waerden, P. Van, Janssens, D. ve Wets, G. (2019). A Conceptual Framework for Forecasting Car Driver's On-Street Parking Decisions. *Transportation Research Procedia*, 37, 131–138. Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.trpro.2018.12.175>
- Kim, Y.J., Yoo, E.Y. ve Kim K.G. (2021) Deep learning based pectoral muscle segmentation on Mammographic Image Analysis Society (MIAS) mammograms. *Precision and Future Medicine*, 5(2), 77-82. <https://doi.org/10.23838/pfm.2020.00170>
- Kladefiras, M. ve Antoniou, C. (2013). Simulation-Based Assessment of Double-Parking Impacts on Traffic and Environmental Conditions. *Transportation Research Record*, 2390(1), 121–130. <https://doi.org/10.3141/2390-13>
- Kobus, M. B. W., Gutiérrez-i-Puigarnau, E., Rietveld, P. ve Van Ommeren, J. N. (2013). The on-street parking premium and car drivers' choice between street and garage parking. *Regional Science and Urban Economics*, 43(2), 395–403. <https://doi.org/10.1016/j.regsciurbeco.2012.10.001>
- Mannini, L., Cipriani, E., Crisalli, U., Gemma, A. ve Vaccaro, G. (2017). On-Street Parking Search Time Estimation Using FCD Data. *Transportation Research Procedia*, 27, 929–936. Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.trpro.2017.12.149>
- Mu, L., Xian, L., Li, L., Liu, G., Chen, M. ve Zhang, W. (2023). YOLO-Crater Model for Small Crater Detection. *Remote Sensing*, 15(20). <https://doi.org/10.3390/rs15205040>
- Nıncancı Sinanođlu, M. ve Kaya, Ő. (2024). Local Climate Zone Classification Using YOLOv8 Modeling in Instance Segmentation Method. *International Journal of Environment and Geoinformatics*, 11(2), 1-9. <https://doi.org/10.30897/ijegeo.1456352>
- Nourinejad, M., Gandomi, A. ve Roorda, M. J. (2020). Illegal parking and optimal enforcement policies with search friction. *Transportation Research Part E: Logistics and Transportation Review*, 141. <https://doi.org/10.1016/j.tre.2020.102026>
- Ouyang, L. ve Wang, H. (2019). Vehicle target detection in complex scenes based on YOLOv3 algorithm. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 569, 052018. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/569/5/052018>
- Padalko, H., Chomko, V. ve Chumachenko, D. (2024). A novel approach to fake news classification using LSTM-based deep learning models. *Frontiers in big data*, 6, 1320800. <https://doi.org/10.3389/fdata.2023.1320800>
- Redmon, J., Divvala, S., Girshick, R. ve Farhadi, A. (2016). You Only Look Once: Unified, Real-Time Object Detection. *IEEE Computer Society Conference on Computer Vision and Pattern Recognition*, 779–788.
- Redmon, J. ve Farhadi, A. (2017). YOLO9000: Better, faster, stronger. *30th IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition*, 6517–6525.

- Sevi, M. ve Aydın, İ. (2023). Detection of Foreign Objects Around the Railway Line with YOLOv8. *Computer Science, IDAP-2023 : International Artificial Intelligence and Data Processing Symposium(IDAP-2023)*, 19-23. <https://doi.org/10.53070/bbd.1346317>
- Simićević, J., Milosavljević, N., Maletić, G. ve Kaplanović, S. (2012). Defining parking price based on users' attitudes. *Transport Policy*, 23, 70–78. <https://doi.org/10.1016/j.tranpol.2012.06.009>
- Spiliopoulou, C. ve Antoniou, C. (2012). Analysis of Illegal Parking Behavior in Greece. *Procedia - Social and Behavioral Sciences*, 48, 1622–1631. <https://doi.org/10.1016/j.sbspro.2012.06.1137>
- Tzouras, P. G. ve Lázaro, C. P. (2020). Illegal parking in urban streets: connection with the geometric characteristics and its mitigation through traffic calming measures. *Aeihoros*, 30.
- Ultralytics. (2023). YOLOv8. Erişim adresi: <https://github.com/ultralytics/ultralytics>
- Uysal, M. ve Alver, Y. (2022). Factors Affecting Parking Choice Behaviors: The Case of Izmir. *Teknik Dergi/Technical Journal of Turkish Chamber of Civil Engineers*, 33(3), 11887–11901. <https://doi.org/10.18400/tekderg.766468>
- Yang, M. D., Tseng, H. H., Hsu, Y. C., Yang, C. Y., Lai, M. H., & Wu, D. H. (2021). A UAV open dataset of rice paddies for deep learning practice. *Remote Sensing*, 13(7), 1358.
- Xiong, J., Wu, J., Tang, M., Xiong, P., Huang, Y. ve Guo, H. (2024). Combining YOLO and background subtraction for small dynamic target detection. *Visual Computer*. <https://doi.org/10.1007/s00371-024-03342-1>

**Atf İçin:** Argon, M., Çalışkan, H., Çakır, C., Öztürk, M. ve Şabudak, T. (2024). *Alyssum sibiricum* Willd. Türünün Apolar Bileşenlerinin Belirlenmesi ve Antioksidan Aktivitesinin Tayini. *İğdir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1177-1185.

**To Cite:** Argon, M., Çalışkan, H., Çakır, C., Öztürk, M. & Sabudak, T. (2024). GC-MS Analysis and Determination of Antioxidant Activity *Alyssum sibiricum* Willd. Plant. . *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1177-1185.

### *Alyssum sibiricum* Willd. Bitkisinin GC-MS Analizi ve Antioksidan Aktivitesinin Tayini

Merve ARGON<sup>1\*</sup>, Hilmican ÇALIŞKAN<sup>1</sup>, Cansel ÇAKIR<sup>2</sup>, Mehmet ÖZTÜRK<sup>2</sup>, Temine ŞABUDAK<sup>1</sup>

#### **Öne Çıkanlar:**

- Alyssum sibiricum* Willd. türünün hekzan ekstresinin kimyasal bileşenlerinin GC-MS ile ilk kez tayin edilmesi
- Alyssum sibiricum* Willd. türünün hekzan, kloroform, etil asetat ekstralarında ilk kez antioksidan aktivite tayini yapılması
- Kullanım alanlarına göre, *Alyssum sibiricum* bitkisi eczacılık ve kozmetik gibi çeşitli endüstrilerde potansiyel bir kaynak olabilecektir

#### **Anahtar Kelimeler:**

- Alyssum sibiricum*
- Brassicaceae
- antioksidan aktivite
- GC-MS

#### **ÖZET:**

Bu çalışmanın amacı, Trakya Bölgesinde yetişen *Alyssum sibiricum* Willd. bitkisinin ham ekstralarında antioksidan aktivitelerini incelemek ve hekzan ekstresinin kimyasal içeriğini GC-MS ile tayin etmektir. Bu amaçla; *Alyssum sibiricum* sırasıyla hekzan, kloroform, etil asetat ve metanol ile ayrı ayrı ekstrakte edilmiş ve bu ekstralarda antioksidan aktivite; DPPH, ABTS,  $\beta$ -Karoten-linoleik asit renk giderim aktivitesi ve CUPRAC yöntemleri kullanılarak araştırılmıştır. Antioksidan aktivite sonuçlarına göre; tüm yöntemlerde, en yüksek antioksidan aktiviteyi metanol ekstresi göstermiştir. *A. sibiricum* bitkisinin hekzan ekstresinin GC-MS sonuçlarına göre, 41 bileşik tespit edilmiştir. Bu bileşikler arasında; n-Dokosan (%23.24), palmitik asit (%15.02), laurik asit (%7.67) ve 1-hekzadekanol (%5.82), hekzan ekstresinin temel bileşiklerini oluşturmuştur. Bu çalışmanın, antioksidan bileşiklerin izolasyonu ve yapılarının aydınlatılması konusunda gelecekteki araştırmalara ışık tutacak bilgiler sunması beklenmektedir.

### GC-MS Analysis and Determination of Antioxidant Activity *Alyssum sibiricum* Willd. Plant

#### **Highlights:**

- Determination of chemical constituents of hexane extract of *Alyssum sibiricum* Willd. by GC-MS for the first time
- Determination of antioxidant activity in hexane, chloroform, ethyl acetate extracts of *Alyssum sibiricum* Willd. for the first time
- According to its uses, *Alyssum sibiricum* could be a potential resource in various industries such as pharmaceuticals and cosmetics

#### **Keywords:**

- Alyssum sibiricum*
- Brassicaceae
- antioxidant activity
- GC-MS

#### **ABSTRACT:**

The antioxidant activity of all organic extracts of *Alyssum sibiricum* Willd. growing in Trakya Region was investigated and the chemical content of hexane extract was identified by GC-MS this study. For this purpose, *Alyssum sibiricum* was extracted with hexane, chloroform, ethyl acetate and methanol successively. The antioxidant activity of the extracts was investigated using DPPH, ABTS,  $\beta$ -Carotene-linoleic acid decolorization activity and CUPRAC methods. Methanolic extract showed the highest antioxidant activity in all methods. According to the GC-MS results of *A. sibiricum* plant, 41 components were detected. n-Docosan (23.24%), palmitic acid (15.02%), lauric acid (7.67%) and 1-hexadecanol (5.82%) were identified as the major components. It is anticipated that this study will provide insights that will inform future research on the isolation of antioxidant compounds and the elucidation of their structures.

<sup>1</sup> Merve ARGON (Orcid ID: 0000-0001-8108-5509), Hilmican ÇALIŞKAN (Orcid ID: 0000-0001-6356-0898), Temine ŞABUDAK (Orcid ID: 0000-0003-4384-4265) Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, Tekirdağ, Türkiye

<sup>2</sup> Cansel ÇAKIR (Orcid ID: 0000-0002-6175-9008), Mehmet ÖZTÜRK (Orcid ID: 0000-0001-8932-4535), Muğla Sıtkı Koçma Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, Üniversitesi, Muğla, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Merve ARGON, e-mail: merweozer92@gmail.com

## GİRİŞ

*Alyssum* L. cinsi, Avrupa, Asya ve Kuzey Afrika'ya özgü 230 türden oluşmaktadır. Tür zenginliği ve çeşitliliği Akdeniz ve Türkiye ile sınırlı olup, yalnızca birkaç tür Kuzey Afrika, Orta Asya, Sibirya ve Kuzey Amerika'da yayılış göstermektedir (Li vd., 2014). Bu bitki, özellikle, Trakya, Kuzey, Batı ve İç Anadolu, Balkanlar, Kırım ve Kafkaslarda, özellikle yamaçlarda, bozkırlarda ve açık alanlarda doğal olarak yayılış gösteren bir türdür (Al-Shehbaze ve Beilstein 2006). *Alyssum* türleri halk arasında; spazm ve ağrıların giderilmesinde (Saber Amoli vd., 2000), vezikal taşların düşürülmesinde (Souri vd., 2008), hemoroid tedavisinde (Savo vd., 2011; Raimondo ve Lentini 1990), idrar söktürücü ve ödem giderici olarak tüketilmektedir (Güngör 2013; Mart 2006).

Literatürde, *Alyssum* türleri ile ilgili çok az çalışma mevcuttur. Özay (2015)'ın yapmış olduğu tez çalışmasında Ege Bölgesinde yetişen 10 *Alyssum* türünün metanol ekstralarının (*A. strigosum* subsp. *strigosum*, *A. foliosum* var. *megalocarpum*, *A. virgatum*, *A. fulvescens* var. *fulvescens*, *A. cypricum*, *A. simplex*, *A. murale* var. *murale*, *A. corsicum*, *A. sibiricum*, *A. discolor*) antioksidan (metal şelatlama, DPPH,  $\beta$ -karoten ağartma, demir indirgeme, fosfomolibdenyum metodu), antibakteriyel ve sitotoksik aktiviteleri incelenmiş ve HPLC kullanılarak *Alyssum* türlerinin fenolik madde içerikleri araştırılmıştır. *A. discolor*, *A. virgatum* ve *A. simplex* türleri, gerçekleştirilen tüm deneylerde biyolojik olarak aktif taksonlar olarak belirlenmiştir. Eren vd. (2017)'nin yapmış olduğu çalışmada, *Alyssum virgatum* Nyar. bitkisinin su ekstresinde sitotoksik ve anti-sitotoksik özellikler araştırılmıştır. Lemraski ve Valadbeigi (2018) *A. homalocarpum* bitkisinin tohumları kullanılarak elde edilen metanol ekstresindeki kimyasal bileşenleri GC-MS metoduyla tayin ederek, ekstrenin antibakteriyel aktivesini incelemiştir.

Günümüzde tıbbi bitkiler ve bu bitkilerden kimyasal bileşenlerin elde edilmesi ve değerlendirilmesi bilimsel ve ekonomik açıdan oldukça önemlidir. Kimyasal bileşenler; anti-kanser (Jayaprakasha vd, 2002), antioksidan (Lee ve Shibamoto, 2002; Sezen vd., 2021; Vardar-Ünlü vd., 2003) ve antimikrobiyal (Hammer vd., 1999) özelliklere sahip olmasından dolayı farmakolojik etkileri günümüzde pek çok araştırmaya konu olmaktadır (Bayaz, 2014). Antioksidan aktiviteye sahip olan kimyasal bileşenler; sıklıkla tıbbi, farmasötik, kozmetik ve diğer kullanımlara sahip yeni biyoaktif bileşiklerin keşfi ve geliştirilmesinde potansiyel bir kaynak olarak gösterilmektedirler. Ayrıca; kimyasal bileşenler, gıda endüstrisinde alternatif katkı maddesi ve koruyucu olarak kullanılmaktadır. Kimyasal bileşenlerin sağlık üzerindeki olumlu etkileri ve doğal olmaları, onları sentetik antioksidanlara göre oldukça avantajlı hale getirmektedir (Gökşen ve Gümüş, 2021).

Bu çalışmada; Trakya Bölgesinde yetişen *A. sibiricum* bitkisinin hekzan ekstresinin GC-MS metodu ile kimyasal bileşenlerinin tayini ve hekzan, etil asetat, kloroform, metanol ekstralarının antioksidan etkilerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Yapılan literatür araştırmaları sonucunda; *A. sibiricum* bitkisinin Gaz Kromatografisi-Kütle Spektroskopisi (GC-MS) metodu ile kimyasal bileşenlerinin tayini ve üç ekstrede (hekzan, etil asetat ve kloroform) antioksidan aktivite tayiniyle ilgili çalışmaya rastlanmamıştır. Bu bağlamda, yapılan bu çalışma, literatüre ilk defa sunulmuş olacaktır.

## MATERYAL VE METOT

### Bitkinin Toplanması ve Ekstraksiyonu

*A. sibiricum* Willd. bitkisi çiçeklenme zamanı olan Mayıs ayında, Trakya bölgesinden toplanmıştır. Bitkinin tanımlanma işlemi Trakya Üniversitesi Biyoloji Bölümü Dr. Öğr. Üyesi Necmettin GÜLER tarafından yapılmış ve Herbaryum numarası (EDTU16813) verilmiştir. Bitki toplanıp gölgede kurutulduktan sonra küçük kısımlara ayrılmış ve toz haline getirilmiştir. Bitkinin

kuru ağırlığı 121.29 gram olarak tartılmıştır. Oda koşullarında, büyük cam kavanozlara koyulmuştur. Her seferinde 2 gün bekletilerek, toplamda 2 defa olmak üzere maserasyon yöntemi kullanılarak ekstraksiyon yapılmıştır. Ekstraksiyon işlemi, artan polarite sırasına göre hekzan, kloroform, etil asetat ve metanol kullanılarak ayrı ayrı gerçekleştirilmiştir. Daha sonra çözücüler evaporatörde uçurularak ham ekstratlar elde edilmiştir (Aydın Kurç, 2023).

### Uçucu bileşiklerin GC-MS ile tayini

Kromatografik analiz; kütle spektroskopisi ile bir araya getirilmiş bir Hewlett-Pack-ard HP 6890 serisi GC-MS cihazında ve HP-5MS (30m x 250 µm x 0.25 mm) kapiler kolon kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Helyum, 1 mL / dakika akış hızında ve 5 µL enjeksiyon hacmi ile taşıyıcı gaz olarak kullanılmıştır. Numuneler, cihaza enjeksiyon yapıldıktan sonra, başlangıçta 2 dakika boyunca 70°C'de tutulan kolona verilmiş ve daha sonra sıcaklık 10°C/dakika bir ısıtma rampası ile 300°C'ye yükseltilmiştir. Çalışma süresi 50 dakika olarak kaydedilmiştir. Enjeksiyon sıcaklığı 280°C'dir. Wiley 9 ve NIST kütüphanelerinden yararlanılarak bileşik tayinleri gerçekleştirilmiştir. Ayrılan bileşiklerin göreceli yüzdesi bilgisayarlı integratör kullanılarak, Toplam İyon Kromatografisinden hesaplanmıştır. Retensiyon indeksleri (RI) kapsamlı olacak şekilde, bir dizi n-alkan (C<sub>6</sub>-C<sub>22</sub>) serisi kullanılarak aynı kromatografik şartlar altında belirlenmiştir (Orhan vd., 2009).

### Ekstrelerde antioksidan aktivite tayini

#### *DPPH serbest radikal giderim aktivitesi yöntemi*

DPPH serbest radikal giderim aktivitesi Blois (1958) tarafından belirtilen yöntemle göre küçük değişimler yapılarak ölçülmüştür. Bitkiden elde edilen ham ekstratlar, 25, 50, 200 ve 400 µg/mL olmak üzere dört farklı konsantrasyon hazırlanmıştır. Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan örneklerden 40 µL alınarak 96 kuyucuklu plakalara konulmuş ve üzerine 160 µL 0.4 mM DPPH çözeltisi eklenmiştir. Oda sıcaklığında 30 dakika karanlıkta bekletilmiş ve 517 nm'de absorbansları ölçülmüştür. Negatif standart olarak etil alkol, pozitif standart olarak α-Tokoferol, BHA ve BHT kullanılmıştır. Sonuçlar % inhibisyon konsantrasyon grafiğinden %50 inhibisyona karşılık gelen (IC<sub>50</sub>) miktar olarak verilmiştir. DPPH radikali süpürücü etkisi aşağıdaki eşitlik kullanılarak hesaplanmıştır:

$$\text{İnhibisyon (\%)} = (A_{\text{Kontrol}} - A_{\text{Örnek}}) / A_{\text{Kontrol}} \times 100$$

#### *ABTS katyon radikal giderim aktivitesi yöntemi*

Ekstrelerin katyonik radikal giderim aktivitesi, ABTS radikal katyonu kullanılması ile belirlenmiştir (Re vd., 1999; Khatua vd., 2017). 7 mM ABTS<sup>+</sup> hazırlamak için 19.2 mg ABTS 5 mL su içerisinde çözülmüştür. Son konsantrasyon 2.45 mM olacak şekilde üzerine K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> eklenip, karıştırılarak oda sıcaklığında karanlık bir ortamda 12-16 saat bekletilmiştir. Çözelti bekletildikten sonra, absorbansı 0.70 olacak şekilde etanol ile seyreltilip deneyde kullanılmıştır. Bitkiden elde edilen ham ekstratlar, 25, 50, 200 ve 400 µg/mL olmak üzere dört farklı konsantrasyon hazırlanmıştır. Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan örneklerden 40 µL alınarak 96 kuyucuklu plakalara konularak üzerine 160 µL ABTS<sup>+</sup> çözeltisi eklenmiştir. Oda sıcaklığında 10 dakika bekletilmiş ve 734 nm'de absorbansları ölçülmüştür. Negatif standart olarak etil alkol, pozitif standart olarak α-Tokoferol, BHA ve BHT kullanılmıştır. Sonuçlar % inhibisyon konsantrasyon grafiğinden %50 inhibisyona karşılık gelen (IC<sub>50</sub>) miktar olarak verilmiştir. ABTS katyon radikali giderim aktivitesi aşağıda verilen eşitlik kullanılarak hesaplanmıştır:

$$\text{İnhibisyon (\%)} = (A_{\text{Kontrol}} - A_{\text{Örnek}}) / A_{\text{Kontrol}} \times 100$$

**CUPRAC yöntemiyle antioksidan aktivitenin belirlenmesi**

Apak ve arkadaşlarının geliştirdiği bakır (II) iyonu indirgeme yöntemi kullanılarak antioksidan kapasitesi belirlenmiştir (Apak vd., 2004). Bitkiden elde edilen ham ekstraktlardan, 25, 50, 200 ve 400 µg/mL olmak üzere dört farklı konsantrasyon hazırlanmıştır. Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan örneklerden 40 µL alınarak 96 kuyucuklu plakalara konularak üzerine 50 µL 10 mM CuCl<sub>2</sub>, 50 µL 7.5 mM neokuprin ve 60 µL amonyum asetat (NH<sub>4</sub>Ac) tampon (1 M, pH 7.0) çözeltileri eklenerek karıştırılmıştır. Oda sıcaklığında 60 dakika bekletilmiş ve 450 nm'de absorbansları ölçülmüştür. Negatif standart olarak etil alkol, pozitif standart olarak α-Tokoferol, BHA ve BHT kullanılmıştır. Sonuçlar, absorbans verilerine karşı konsantrasyon verileri kullanılarak grafiğe geçirilmiş ve elde edilen grafikte 0.500 absorbansa karşılık gelen derişimler bulunmuştur. Bakır (II) iyonlarının yarısını indirgeyebilen bu derişimler A<sub>0.5</sub> (µg/mL) olarak ifade edilmiştir.

**β-Karoten-linoleik asit sistemiyle toplam antioksidan aktivitenin belirlenmesi**

Toplam antioksidan aktivite tayini, linoleik asit oksidasyonu nedeniyle oluşan konjuge dien hidroperoksitlerinin inhibisyonunun ölçümü ile belirlenmiştir (Miller, 1971). 0.5 mg β-Karoten 1 mL kloroform içerisinde çözülmüş ve üzerine 200 mg Tween-40 ile 20 µL linoleik asit eklenerek homojen hale getirilmiştir. Sonrasında kloroform vakum altında uçurulmuştur. Daha sonra üzerine önceden oksijen ile doyurulmuş 50 mL su ilave edilerek kuvvetlice çalkalanmasıyla β-Karoten reaktifi hazırlanmıştır. Bitkiden elde edilen ham ekstraktlardan, 25, 50, 200 ve 400 µg/mL olmak üzere dört farklı konsantrasyon hazırlanmıştır. Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan 40 µL örneğin üzerine 160 µL hazırlanan β-karoten reaktifi ilave edilmiştir. Emülsiyon, ilavenin hemen ardından 96 kuyucuklu plaka okuyucu kullanılarak başlangıç absorbansları 470 nm'de ölçülmüştür. 50°C'de 180 dakika inkübasyona bırakılıp, kontrol tüpündeki β-karotenin rengi kayboluncaya kadar inkübasyona devam edilerek her 30 dakikada bir absorbansları ölçülmüştür. Negatif standart olarak etil alkol, pozitif standart olarak α-Tokoferol, BHA ve BHT kullanılmıştır. Sonuçlar % inhibisyon konsantrasyon grafiğinden %50 inhibisyona karşılık gelen (IC<sub>50</sub>) miktar olarak verilmiştir. β-karotenin renk açılım oranı (R), aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmıştır:

$$R = (\ln a/b)/t$$

ln: doğal logaritma, a: başlangıç absorbansı, b: inkübasyondan sonraki absorbans, t: inkübasyon süresi (dk). R<sub>Örnek</sub> örneğin renginin açılma hızı ve R<sub>Kontrol</sub> kontrolün renginin açılma hızıdır.

Antioksidan aktivitesi (AA) aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmıştır:

$$AA (\% \text{ İnhibisyon}) = (R_{\text{Kontrol}} - R_{\text{Örnek}}) / R_{\text{Kontrol}} \times 100$$

**BULGULAR VE TARTIŞMA**

Bu çalışmada elde edilen sonuçlara göre, *A. sibiricum* bitkisinin hekzan ekstresinin GC-MS analiziyle, 41 bileşik tayin edilmiştir (Çizelge 1). Bu bileşikler fonksiyonel gruplarına göre değerlendirildiğinde; ekstraktta temel bileşenler hidrokarbonlar (%29.91), doymuş yağ asitleri (%29.75), alkoller (%11.49) ve eterlerden (%10.1) oluşmaktadır (Çizelge 1). Özellikle, *A. sibiricum* bitkisinin hekzan ekstresi, n-dokosan (%23.24), palmitik asit (%15.02), laurik asit (%7.67) ve 1-hekzadekanol (%5.82) açısından potansiyel bir kaynak olabileceği düşünülmektedir.

Yapılan araştırmalara göre n-alkanların bitkiler için endojen olduğu düşünülmektedir (Iyer vd., 1998); C<sub>8</sub>-C<sub>35</sub> aralığındaki uzun zincirli yağ asitlerinin dekarboksilasyonunun bir sonucu olarak oluşurlar, en bol olanlar C<sub>21</sub> ve C<sub>35</sub> arasındadır (Lanzon vd., 1994; McGill vd., 1993). Bu çalışmada da %23.24 oranında tespit edilen n-dokosan bileşiği, hekzan ekstresinin temel bileşenini oluşturmaktadır.

Çizelge 1. A. sibiricum bitkisinin hekzan ekstresindeki bileşikler

| No                             | RT     | RI   | Bileşikler   | Yüzde miktarları (%) |
|--------------------------------|--------|------|--|----------------------|
| <b>Hidrokarbonlar</b>          |        |      |  |                      |
| 1                              | 21.613 | 1629 | Oktadekan  | 1.47                 |
| 2                              | 23.050 | 1700 | Heptadekan   | 0.25                 |
| 3                              | 23.354 | 1807 | 2-Metil nonadekan  | 0.36                 |
| 4                              | 24.676 | 1900 | Nonadekan  | 0.21                 |
| 5                              | 26.329 | 1945 | 2-Metil eikosan  | 3.75                 |
| 6                              | 26.699 | 2200 | n-Dokosan  | 23.24                |
| 7                              | 27.285 | 2300 | Trikosan   | 0.63                 |
| <b>Doymuş yağ asitleri</b>     |        |      |  |                      |
| 8                              | 11.069 | 1084 | Dekanoik asit (Kaprik asit)                              | 0.79                 |
| 9                              | 13.794 | 1265 | Dodekanoik asit (Laurik asit)                            | 7.67                 |
| 10                             | 16.139 | 1430 | Tetradekanoik asit (Miristik asit)                       | 2.18                 |
| 11                             | 18.392 | 1464 | Hekzadekanoik asit (Palmitik asit)                       | 15.02                |
| 12                             | 19.985 | 1488 | 14-Metil Pentadekanoik asit                              | 0.93                 |
| 13                             | 20.366 | 1494 | Heptadekanoik asit                                       | 2.95                 |
| 14                             | 25.177 | 1847 | 1-Monopalmitin   | 0.21                 |
| <b>Alkoller</b>                |        |      |  |                      |
| 15                             | 19.592 | 1482 | 1-Tetradekanol   | 0.30                 |
| 16                             | 20.105 | 1490 | 9,12-Tetradekadien-1-ol, (Z,E)-                          | 4.46                 |
| 17                             | 20.638 | 1498 | 1-Hekzadekanol   | 5.82                 |
| 18                             | 26.889 | 1998 | 2-Nonadekanol  | 0.91                 |
| <b>Eterler</b>                 |        |      |  |                      |
| 19                             | 22.505 | 1597 | Bis-(2-Etilheksil)eter                                   | 5.21                 |
| 20                             | 24.819 | 1819 | $\alpha$ -11-epi-dihidroartemisinin etil eteri           | 4.56                 |
| 21                             | 25.879 | 1903 | 1,4-Fendiol mono-tetra dekanil eter                      | 0.33                 |
| <b>Ketonlar</b>                |        |      |  |                      |
| 22                             | 17.086 | 1444 | 6,10-Dimetil undekanon                                   | 1.83                 |
| 23                             | 20.160 | 1491 | 13-Metil-Okzasiklotetradekan-2,11-dion                   | 3.69                 |
| <b>Doymamış hidrokarbonlar</b> |        |      |  |                      |
| 24                             | 11.406 | 1095 | 1-Dodesen  | 0.93                 |
| 25                             | 14.081 | 1372 | 1-Tetraadesen  | 1.16                 |
| 26                             | 16.482 | 1435 | 1-Pentadesen   | 0.90                 |
| 27                             | 18.656 | 1481 | 1-Hekzadesen (Keten)                                     | 0.52                 |
| 28                             | 20.570 | 1497 | 2-Metil-1-Pentadesen                                     | 0.32                 |
| <b>Amidler</b>                 |        |      |  |                      |
| 29                             | 25.696 | 1888 | 9-Oktadesenamid (oleoamid)                               | 3.28                 |
| <b>Yağ asidi esterleri</b>     |        |      |  |                      |
| 30                             | 17.936 | 1457 | Metil pentadekanoat                                      | 0.43                 |
| 31                             | 20.419 | 1495 | 10-Undekanoik asit bütül esterli                         | 0.80                 |
| 32                             | 21.288 | 1530 | Diizobütül adipat  | 0.30                 |
| 33                             | 25.550 | 1877 | 2-Okso-oktadekanoik asit metil esterli                   | 0.39                 |
| <b>Esterler</b>                |        |      |  |                      |
| 34                             | 16.393 | 1434 | İzobütül kaprat  | 0.58                 |
| 35                             | 23.405 | 1650 | dl-2-Etilheksil malonat                                  | 0.45                 |
| 36                             | 23.496 | 1656 | 2-Hidroksi-1-(hidroksimetil)etilester pentadekanoik asit | 0.39                 |
| <b>Aldehitler</b>              |        |      |  |                      |
| 37                             | 24.468 | 1803 | Oktadekanal  | 0.92                 |
| 38                             | 26.128 | 1927 | 10-Oktadesenal   | 0.40                 |
| <b>Fenolik bileşikler</b>      |        |      |  |                      |
| 39                             | 13.102 | 1173 | 2,4-Di-ter-bütülfenol                                    | 0.87                 |
| <b>Doymamış yağ asidi</b>      |        |      |  |                      |
| 40                             | 23.913 | 1681 | 9-Oktadesenoik asit (oleik asit)                         | 0.36                 |
| <b>Monoterpen</b>              |        |      |  |                      |
| 41                             | 18.005 | 1458 | 2,5-Sikloheksadien-1,4-dion,2,6-bis(1,1-Dimetiletil)     | 0.24                 |
| <b>Fonksiyonel grup</b>        |        |      |  | <b>Miktar (%)</b>    |
| Hidrokarbonlar                 |        |      |  | 29.91                |
| Doymuş Yağ asidi               |        |      |  | 29.75                |
| Alkol                          |        |      |  | 11.49                |



Çizelge 1. A. sibiricum bitkisinin hekzan ekstresindeki bileşikler (devamı)

|                         |               |
|-------------------------|---------------|
| Eter                    | 10.1          |
| Keton                   | 5.52          |
| Doymamış hidrokarbonlar | 3.83          |
| Amid                    | 3.28          |
| Yağ asidi esteri        | 1.92          |
| Ester                   | 1.42          |
| Aldehit                 | 1.32          |
| Fenolik bileşik         | 0.87          |
| Doymamış yağ asidi      | 0.36          |
| Monoterpen              | 0.24          |
| <b>Toplam</b>           | <b>100.01</b> |

Palmitik, stearik, oleik, laurik, miristik asitler; temel olarak, çeşitli kozmetik kremlerde, sabunlarda ve macunlarda emülgatör, yumuşatıcı ve yağlayıcı olarak kullanılan, ilgili alkali tuzların üretiminde ara ürün olan bileşiklerdir. Bu yağ asitleri, gıdalarda hamurlaştırıcı, yağlayıcı, bağlayıcı ve köpük giderici ajanlar olarak ve diğer gıda sınıfı katkı maddelerinin üretiminde reaktifler olarak da kullanılmaktadır (Çakmakçı ve Tahmas-Kahyaoğlu, 2012). Bu çalışma sonuçlarına göre, *A. sibiricum* bitkisinin hekzan ekstresinde, %15.02 palmitik asit tespit edilmiş olup, bitkinin palmitik asit açısından potansiyel bir kaynak olabileceği düşünülmektedir.

*A. sibiricum* bitkisinin hekzan ekstresinde, %7.67 laurik asit tayin edilmiştir. Laurik asit adı, defne ailesi *Lauraceae*'den türetilmiş, bir doymuş yağ asididir. Laurik asit, hayvansal veya bitkisel katı ve sıvı yağların genellikle sabunlaştırma yoluyla hidrolizi ve ardından fraksiyonel damıtma yoluyla üretilmektedir. Laurik asit yaygın olarak hindistan cevizi yağından izole edilmekte olup, literatürde, birçok patentli sentezi bulunmaktadır (Çelik ve Yılmaz, 1996; Altan Şallı vd., 2021).

Golkar ve Fotoohi (2019), İran'da yetişen *Alyssum* cinsine ait beş türde (*A. lepidotum*, *A. homolocarpum*, *A. minus* ve *A. Maritimum*), GC-MS metodu ile bitkilerin kimyasal bileşenlerini tayin etmiştir. Çalışmanın sonucuna göre; bitkilerde tayin edilen yağ asidi miktarları, *A. lepidotum* %24.43, *A. minus* %20.65 ve *A. maritimum* %30.02 olarak belirlenmiştir. Bizim çalışmamızda, *A. sibiricum*'dan %29.75 yağ asidi bileşenlerinin gözlenmesi, bizim çalışma sonuçlarının literatür ile uyumluluğunu kanıtlamıştır.

Çizelge 2'de *A. sibiricum* bitkisinin hekzan, etil asetat, kloroform ve metanol ekstralarının antioksidan aktivitelerinin sonuçları  $IC_{50}$  ( $\mu\text{g/mL}$ ) ve  $A_{0.5}$  ( $\mu\text{g/mL}$ ) olarak verilmiştir. Düşük  $IC_{50}$  değerleri, yüksek aktiviteyi ifade etmektedir. Antioksidan aktivite tayini sonuçlarına göre, metanol ekstresi; ABTS ( $IC_{50}$ : 54.77  $\mu\text{g/mL}$ ), DPPH ( $IC_{50}$ : 234.6  $\mu\text{g/mL}$ ), CUPRAC ( $A_{0.5}$ : 146.5  $\mu\text{g/mL}$ ) ve  $\beta$ -karoten-linoleik asit yönteminde ( $IC_{50}$ : 112.5  $\mu\text{g/mL}$ ), diğer ekstralere kıyasla daha yüksek aktivite göstermektedir. Etil asetat ekstresi; ABTS ( $IC_{50}$ : 87.13  $\mu\text{g/mL}$ ) ve DPPH ( $IC_{50}$ : 641.59) yöntemlerinde, metanol ekstresinden daha düşük aktivite göstermiştir. Birbirlerine karşı üstünlükleri olsa da ABTS, DPPH ve CUPRAC deneyleri; antioksidanların elektron verme kabiliyetlerini ölçmektedir (Albayrak vd., 2010).  $\beta$ -karoten-linoleik asit deneyinde ise, antioksidanın elektron verme kabiliyetinin yanı sıra, antioksidanın hidrojen radikali ( $H^{\cdot}$ ) verme ve radikalleri söndürme kabiliyetlerinin tamamı ölçülmektedir (Ayaz, 2021). Çalışmada kullanılan antioksidan tayin yöntemlerinin hepsi, *A. sibiricum* bitkisinin metanol ekstresinde bulunan kimyasal bileşiklerin, diğer ekstralarda bulunan kimyasal bileşiklerden daha fazla elektron verme kabiliyetine sahip olduğunu ve bu nedenle daha yüksek aktivite olduğunu göstermiştir.

Özay'ın 2015 yılında yapmış olduğu tez çalışmasında, Denizli ilinden topladığı *A. sibiricum* bitkisinin sadece metanol ekstresinde DPPH, fosfomolibdenyum, metal şelatlama,  $\beta$ -karoten/linoleik asit ve demir indirgeme yöntemleriyle antioksidan aktivite tayini gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada DPPH yöntemiyle metanol ekstresinin aktivitesi  $IC_{50}$ : 120  $\mu\text{g/mL}$  olarak bulunurken, bizim

çalışmamızda IC<sub>50</sub>: 234.6 µg/mL olarak tayin edilmiştir. Bu iki farklı sonuç değerlendirildiğinde; bitkinin yetiştiği toprak, topraktaki minerallerin etkisi, iklim değişikliği gibi sebeplerden kaynaklanabileceği öngörülmektedir. Literatüre bakıldığında, Tozyılmaz ve arkadaşları (2021), *A. sibiricum* bitkisinin etanol ekstresinde DPPH (EC<sub>50</sub>: 3.63 mg/mL) yöntemiyle antioksidan aktivite tayini gerçekleştirmiştir. Bizim çalışmamızda ise, *A. sibiricum* bitkisinin metanol ekstresinde DPPH (IC<sub>50</sub>: 234.61 µg/mL) yöntemiyle antioksidan aktivite tayini yapılmıştır. Bu iki çalışmanın sonuçları değerlendirildiğinde; sonuçların farklı olmasının sebebi, bu çalışmaların aynı bitkiyle, fakat farklı ekstreler kullanılarak antioksidan aktivite tayininin gerçekleştirilmiş olmasından kaynaklanmaktadır. *A. sibiricum* bitkisinin metanol ve etanol ekstreleri farklı fitokimyasal bileşenler içerdiğinden dolayı, DPPH yöntemiyle yapılan antioksidan aktivite tayininde farklı sonuçlar elde edilmiştir.

**Çizelge 2.** *A. sibiricum* bitkisinin ham ekstrelerinin antioksidan aktivite tayini sonuçları

| Ekstreler                | ABTS <sup>++</sup> Deneyi             | DPPH Deneyi                           | CUPRAC Deneyi                         | β-Karoten-linoleik asit Deneyi        |
|--------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|
|                          | IC <sub>50</sub> (µg/mL)<br><i>NT</i> | IC <sub>50</sub> (µg/mL)<br><i>NT</i> | A <sub>0.5</sub> (µg/mL)<br><i>NT</i> | IC <sub>50</sub> (µg/mL)<br><i>NT</i> |
| Hekzan ekstresi          |                                       |                                       |                                       |                                       |
| Kloroform ekstresi       | 299.83 ± 6.34                         | <i>NA</i>                             | 265.38 ± 3.08                         | 211.75 ± 14.85                        |
| Etil asetat ekstresi     | 87.13 ± 2.68                          | 641.59 ± 3.26                         | 268.00 ± 3.35                         | 276.75 ± 4.79                         |
| Metanol ekstresi         | 54.77 ± 1.05                          | 234.61 ± 3.04                         | 146.51 ± 1.42                         | 112.48 ± 6.35                         |
| α-Tokoferol <sup>b</sup> | 21.63 ± 0.45                          | 26.61 ± 0.21                          | 85.48 ± 1.64                          | 4.61 ± 0.45                           |
| BHT <sup>b</sup>         | 12.64 ± 0.21                          | 9.02 ± 0.11                           | 17.84 ± 0.31                          | 5.64 ± 0.21                           |
| BHA <sup>b</sup>         | 3.42 ± 0.06                           | 8.28 ± 0.17                           | 11.96 ± 0.27                          | 2.42 ± 0.06                           |

<sup>a</sup> Sonuçlar ortalama değer olarak hesaplanmıştır ve ortalama ± standart hata olarak verilmiştir (n = 3). p < 0.05,

<sup>b</sup> Referans bileşik, *NT*: Test edilemedi, *NA*: Aktivite yok, BHA: Bütillenmiş hidroksi anisol, BHT: Bütillenmiş hidroksi toluen

## SONUÇ

Bu çalışmada, *A. sibiricum* bitkisinin hekzan, etil asetat, kloroform ve metanol ekstrelerinde DPPH, ABTS, CUPRAC ve β-karoten/linoleik asit metotları kullanılarak antioksidan aktivitesi araştırılmış ve hekzan ekstresindeki kimyasal bileşiklerin tayini GC-MS metoduyla gerçekleştirilmiştir.

*A. sibiricum*'un hekzan ekstresinin GC-MS sonuçlarına bakıldığında; hekzan ekstresinin hidrokarbonlar, doymuş yağ asitleri ve esterler bakımından zengin olduğu görülmüş ve hekzan ekstresindeki temel bileşiklerin; *n*-dokosan (%23.24), palmitik asit (%15.02), laurik asit (%7.67) ve 1-hekzadekanol (%5.82) olduğu belirlenmiştir.

*A. sibiricum* bitkisinin ham ekstrelerinde antioksidan aktivite tayinin sonuçları Çizelge 2'de verilmiştir. Bu sonuçlara göre, metanol ekstresinin en yüksek aktiviteyi gösterdiği gözlenmiştir. Yapılan antioksidan aktivite çalışmalarında, metanol ekstresinin yüksek aktivite göstermesi, ekstrede bulunan bileşiklerinin elektron verme kabiliyetinin diğer ekstrelerde bulunan kimyasal bileşiklerden daha iyi olmasından kaynaklanmaktadır.

Yapılan araştırmalar ve bulgular; bitkilerden elde edilen uçucu/yarı uçucu bileşenlerin gıda sektöründe, kozmetikte, geleneksel tıpta kullanılmasında ve hangi spesifik hastalıklar için faydalı olabileceğinin anlaşılmasında önemli rol oynamaktadır. Temiz etiket ve kimyasal madde içermeyen alternatiflere yönelik tüketici tercihi arttıkça, doğal içeriklere olan ilgi de gün geçtikçe artmaktadır. Tüketiciler; sağlık bakımından daha yararlı olduğu düşüncesiyle doğal ürünlerden özellikle antioksidanlara yönelmektedir. Doğada yaygın olan ve doğal antioksidanlar açısından zengin olan türlerin veya ekstrelerinin tüketimi, güvenli antioksidan maddeler bakımından gittikçe önemli bir konu haline gelmiştir. Yapılan bu çalışmanın, antioksidan bileşikleri izole etmek ve aydınlatmak için gelecek çalışmalara ışık tutacağı düşünülmektedir.

### Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

### Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

### KAYNAKLAR

- Albayrak, S., Sağdıç, O. & Aksoy, A. (2010). Bitkisel ürünlerin ve gıdaların antioksidan kapasitelerinin belirlenmesinde kullanılan yöntemler. *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 26(4), 401-409.
- Al-Shehbaz, I., & Beilstein, M. A. (2006). Systematic and phylogeny of the Brassicaceae (Cruciferae): an overview. *Plant Systematic and Evolution*, 56, 89-120.
- Altan Şallı, G., Erdem, T. L., Ünlü, Ö., Demirci, M., Egil, E., Katiboğlu, A. B. & Özdal Zincir, Ö. (2021). Klorheksidin, flukonazol, laurik asit ve hindistan cevizi yağının *Kandida* türleri üzerindeki antimikrobiyal etkinliğinin değerlendirilmesi: In vitro çalışma. *Atatürk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi*, 31(3), 331-336.
- Apak, R., Güçlü, K., Özyürek, M. & Karademir, S. E. (2004). Novel total antioxidant capacity index for dietary polyphenols and vitamin C and E, using their cupric ion reducing capability in the presence of neocuproine: CUPRAC Method. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52, 7970-7981.
- Ayaz, E. (2021). Türkiye’de Yetişen *campanula lyrata* Lam. subsp. *lyrata*’nın enzim inhibe edici etkilerinin ve antioksidan aktivitelerinin belirlenmesi. *Türkiye Tarımsal Araştırmalar Dergisi*, 8(1), 100-108.
- Aydın Kurç, M., Orak, H. H., Gülen, D., Caliskan, H., Argon, M. & Sabudak, T. (2023). Antimicrobial and antioxidant efficacy of the lipophilic extract of *cirsium vulgare*. *Molecules*, 28, 7177.
- Bayaz, M. (2014). Esansiyel yağlar: Antimikrobiyal, antioksidan ve antimutajenik aktiviteleri. *Akademik Gıda*, 12, 45-53.
- Blois, M.S. (1958). Antioxidant determinations by the use of a stable free radical. *Nature*, 181, 1199-1200.
- Çakmakçı, S. & Tahmas-Kahyaoğlu, D. (2012). Yağ asitlerinin sağlık ve beslenme üzerine etkilerine genel bir bakış. *Akademik Gıda*, 10(1), 103-113.
- Çelik, S. & Yılmaz, Ö. (1996). Defne (*Laurus nobilis* L.) yaprak ve meyvesinin yağ asitleri bileşimi. *Gıda*, 21(3), 165-167.
- Eren, Y., Akyıl, D. & Çalık, İ. (2017). *Alyssum virgatum* Nyar. su ekstraktlarının sitotoksik ve antisitotoksik özellikleri. *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 7(3), 57-64.
- Golkar, P. & Fotoohi, A. (2019). Assessment of Essential Oils from Different Iranian Species of *Alyssum*. *Chemistry of Natural Compounds*, 55(5), 953-955.
- Gökşen, G. & Gümüş, P. (2021). The future trend natural preservatives in the food system: essential oils. *European Journal of Science and Technology, Special Issue* 28, 440-443.
- Güngör, M. E. (2013). *Ege lokman şifalı bitkiler ansiklopedisi-A*. Sertan Yayınları, Bursa, Türkiye.
- Hammer, K. A., Carson, C. F. & Riley, T. V. (1999). Antimicrobial activity of essential oils and other plant extracts. *Journal of Applied Microbiology*, 86(6): 985-990.
- Iyer, S., Millar, T., Clemens, S., Zachgo, S., Giblin, M., Taylor, D. M. & Kunts, L. (1998). Characterization of CUT1, a cuticular wax-specific condensing enzyme of *Arabidopsis thaliana*. Sanchez, J., Cerda-Olmedo, E., Martinez-Force, E. (Ed.). *Advances in Plant Lipid Research* (pp.87). Secretariado de publicaciones Universidad de Sevilla, Seville.
- Jayaprakasha, G. K., Negi, P. S. & Sakariah, K. K. (2002). Evaluation of antioxidant activities and antimutagenicity of turmeric oil: A byproduct from curcumin production. *Zeitschrift Fur Naturforschung C-A Journal of Biosciences*, 57(9-10): 828-835.
- Khatua, S., Ghosh, S. & Acharya, K. (2017). Simplified Methods for Microtiter Based Analysis of *in vitro* Antioxidant Activity. *Asian Journal of Pharmaceutics*, 11(2): 327-335.

- Lanzon, A., Albi, T., Cert, A. & Gracian, J. (1994) The hydrocarbon fraction of virgin olive oil and changes resulting from refining. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 71: 285–291.
- Lee, K. G. & Shibamoto, T. (2002). Determination of antioxidant potential of volatile extracts isolated from various herbs and spices. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(17): 4947-4952.
- Lemraski, E.G. & Valdbeigi, T. (2018). Evaluation of in vitro antimicrobial, antidiabetic and antioxidant potential of *Alyssum homalocarpum* and green synthesis of the silver nanoparticles. *Journal of Medicinal Plants and By-products*, 1, 1-8.
- Li, Y., Kong, Y., Zhang, Z., Yin, Y., Liu, B., Lv, G., & Wang, X. (2014). Phylogeny and Biogeography of *Alyssum* (Brassicaceae) Based on Nuclear Ribosomal ITS DNA Sequences. *Journal of Genetics*, 93(2), 313-323. <https://doi.org/10.1007/s12041-014-0362-3>
- Mart, S. (2006). *Bahçe ve Hasanbeyli (Osmaniye) halkının kullandığı doğal bitkilerin etnobotanik yönden araştırılması* (Yüksek lisans tezi). Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Biyoloji ABD, Adana, Türkiye.
- McGill, A. S., Moffat, C. F., Mavkie, P. R. & Cruickshank, P. (1993). The composition and concentration of n-alkanes in retail samples of edible oils. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 61, 357–362.
- Miller, H. E. (1971). A simplified method for the evaluation of antioxidants. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 48, 91.
- Orhan, I., Deliorman-Orhan, D. & Ozcelik, B. (2009). Antiviral activity and cytotoxicity of the lipophilic extracts of various edible plants and their fatty acids. *Food Chemistry*, 115, 701-705.
- Özay, C. (2015). *Ege Bölgesi'ndeki Bazı Alyssum L. Taksonlarının Biyolojik Aktivitelerinin İncelenmesi ve Aktif Bileşenlerinin Karakterizasyonu* (Doktora tezi). Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Biyoloji ABD, Denizli, Türkiye.
- Raimondo, F. M. & Lentini, F. (1990). Indagini etnobotaniche in Sicilia. I. Le piante della flora locale nella tradizione popolare delle Madonie (Palermo). *Naturalista siciliano* (Palermo), 4, 77-99.
- Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A., Pannala, A., Yang, M. & Rice-Evans, C. (1999). Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radical Biology and Medicine*, 26, 1231-1237.
- Saber Amoli, S., Kalirad, A., & Rahmani, Q. (2000). Presentation of special medicinal plants with interesting properties from province Kerman. Tehran 1st International Congress on Traditional Medicine and Materia Medica (Abstract Book), Tehran, Iran.
- Savo, V., Giulia, C., Maria, G. P. & David, R. (2011). Folk phytotherapy of the Amalfi Coast (Campania, Southern Italy). *Journal of Ethnopharmacology*, 135(2), 376-92.
- Sezen, S., Özer, S. & Çınar F. (2021). Turunç (*Citrus aurantium* L.) yaprak ve meyve kabuğu uçucu yağlarının kimyasal bileşenleri, antioksidan ve antibakteriyel etkinlikleri. *Mediterranean Fisheries and Aquaculture Research*, 4(3): 58-73.
- Souri, E., Amin, G., Farsam, H., & Barzandeh Tehrani, M. (2008). Screening of antioxidant activity and phenolic content of 24 medicinal plant extracts. *DARU Journal of Pharmaceutical Sciences*, 16(2), 83-87.
- Thayumanavan, B. & Sadasivam, S. (2003) Terpenoids. *Molecular host plant resistance to pests*. New York: CRC Press.
- Tozyılmaz, V., Ceylan, Y., & Bülbül, A. S. (2021). Determination of Antimicrobial, Antioxidant and Antibiofilm Activity of Some *Alyssum* L. Species in Anatolian Flora. *KSÜ Tarım ve Doğa Dergisi*, 24(4), 715-724.
- Vardar-Ünlü, G., Candan, F., Sökmen, A., Daferera, D., Polissiou, M., Sokmen, M., Donmez, E. & Tepe, B. (2003). Antimicrobial and antioxidant activity of the essential oil and methanol extracts of *Thymus pectinatus* fisch. et mey. var. *pectinatus* (Lamiaceae). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(1): 63–67.
- Yanishlieva, N. V. & Marinova, E. M. (2001) Stabilization of edible oils by natural antioxidants. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 103: 732–767.

**To Cite:** Gören, K., Bağlan, M. & Yıldiko, Ü. (2024). Melanoma Cancer Evaluation with ADME and Molecular Docking Analysis, DFT Calculations of (E)-methyl 3-(1-(4-methoxybenzyl)-2,3-dioxindolin-5-yl)-acrylate Molecule. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1186-1199.

## Melanoma Cancer Evaluation with ADME and Molecular Docking Analysis, DFT Calculations of (E)-methyl 3-(1-(4-methoxybenzyl)-2,3-dioxindolin-5-yl)-acrylate Molecule

Kenan GÖREN<sup>1\*</sup>, Mehmet BAĞLAN<sup>1</sup>, Ümit YILDIKO<sup>2</sup>

### Highlights:

- DFT Optimizations
- Melanoma Cancer
- Isatin

### Keywords:

- DFT
- Moleküler Docking
- MEP
- ADME
- NBO

### ABSTRACT:

In this study, we performed HOMO-LUMO energy calculations, molecular electrostatic potential surface (MEPS), optimized molecular geometry using B3LYP, B3PW91 methods and 6-311G(d,p) basis set of the target molecule (E)-methyl 3-(1-(4-methoxybenzyl)-2,3-dioxindolin-5-yl) acrylate (MMDA) that is an isatin derivative, nonlinear optics (NLO), NBO analysis to investigate the stability of the molecule as a function of both hyper-conjugative interactions, charge transfer within the molecule and charge delocalization, and Mulliken atomic charge structure were examined using the Gaussian 09 software, and the results were displayed. In this study, ADME analysis was performed to analyze the problem of our molecule finding application in the field, focusing on producing effective and harmless pharmacological drugs. Finally, molecular docking analysis of the examined compound on melanoma cancer were performed with two different enzymes (PDB:3OG7) and (PDB:5EG3), and docking scores and receptor models were given.

<sup>1</sup>Kenan GÖREN ([Orcid ID: 0000-0001-5068-1762](https://orcid.org/0000-0001-5068-1762)), <sup>1</sup>Mehmet BAĞLAN ([Orcid ID: 0000-0002-7089-7111](https://orcid.org/0000-0002-7089-7111)), Kafkas University, Department of Chemistry, Kars, Türkiye.

<sup>2</sup>Ümit YILDIKO ([Orcid ID: 0000-0001-8627-9038](https://orcid.org/0000-0001-8627-9038)), Kafkas University, Department of Bioengineering, Kars, Türkiye.

\*Corresponding Author: Kenan GÖREN, e-mail: kenangoren49@gmail.com

## INTRODUCTION

Cancer is a genetic disorder involving abnormal cell growth that attacks and spreads to other body parts. Cancer is also the second most prevalent reason for cardiovascular illness in developed nations and the third most common cause in different countries (Gyamfi et al., 2022). The World Health Organization's 2014 Worldwide Cancer Survey states that throughout the next 20 years, there will be a 57% rise in cancer cases globally. 26 Million new instances of cancer and 17 million cancer-related deaths are expected to occur each year by 2030 (Torre et al., 2015). The projected rise will mostly result from population aging and expansion, and it will be highest in nations with low and medium levels of resources. Various isatin derivatives have multiple biological anticancer properties. Widely present endogenously in human and other mammalian tissues and fluids is isatin, an indole derivative most likely the consequence of the tryptophan metabolic pathway. Because of its adaptable molecular architecture, isatin is a great candidate for structural modification and derivatization (Teng et al., 2016). Various isatin derivatives have multiple biological properties, including antifungal, anticancer, and antidepressant properties. Isatin and its analogs have a broad spectrum of antimicrobial, antitumor, antiviral, anti-inflammatory, and antioxidant activities. Isatin-containing heterocycles can also act as inhibitors of apoptosis by targeting proteases, caspases, kinases, and extracellular signal-regulated protein kinase (ERK) (Guo, 2019).

Because of its quick development, high death rate, and spread to other areas of the body, particularly when it is discovered too late, melanoma is considered one of the most deadly types of skin cancer. Even though a great deal of new treatment options have been developed recently, late-stage melanoma cancer remains incurable (Umar et al., 2020). Resistance to these treatments arises from the cancer's heterogeneity, alternative pathways (signaling), and some severe side effects that reduce the effectiveness of the new medication (Kızılbey & Akdeste, 2013). Therefore, new and effective melanoma-targeting medications still need to be developed, even if patients with advanced-stage melanoma now have better and more accessible therapy alternatives. Many tactics are being used, such as seeking out and assessing more effective delivery methods for already-existing chemicals (Özlük et al., 2017).

Today, it is possible to know the possible chemical properties of even an unsynthesized molecule with calculation programs (Kloeden et al., 2012). However, to obtain the best match between computational programs and real values, it is necessary to compare experimental values with those obtained with synthesized molecules (Saraç, 2018). This will be a guide for examining the similar properties of similar molecules in the future. Using the calculation programs, Density Functional Theory (DFT) is used to optimize the molecules, examine their geometric properties, analyze their orbital structures, and obtain detailed information about electronic transitions (Gümüş et al., 2015).

In this study, we drew the (E)-methyl-3-(1-(4-methoxybenzyl)-2,3-dioxindolin-5-yl) acrylate molecule (Teng et al., 2016) using the GaussView 6.0 drawing program. TD-DFT study is important in terms of the potential effect of chemical bonds in binding the enzyme in cancerous tissue in the docking interaction by making theoretical calculations of the potentially used molecule. B3LYP, B3PW91 methods and 6-311G(d,p) basis set were used for the bond angles, bond lengths, relative charges, HOMO-LUMO, MEPS, NLO, and NBO analyses of the molecule used in theoretical calculations. Finally, in our study, ADME analysis of the isatin derivative molecule was performed, and a molecular docking study was conducted for melanoma cancer.

## MATERIALS AND METHODS

Using TD-DFT techniques, quantum computations were performed to determine of structural and chemical characteristics MMDA molecule. The molecule's chemical computations were determined using B3LYP, B3PW91 methods and 6-311G(d,p) basis set, and the Gaussian 09 package program (T. Michael J. Frisch, 2016). Drawn molecule data was displayed in GaussView 6.0. The Discovery Studio 2021 client was used to illustrate the placement study data. The SwissADME (<http://www.swissadme.ch>) online database was utilized for ADME assessment of the MMDA molecule, and the Origin 2019b 64-bit program was used to compare Mulliken charges to the graphic figure. The Maestro 11.8 version was applied in the molecular docking studies (Release 2019).

## RESULTS AND DISCUSSION

### Structure Details and Analysis

The MMDA molecule was optimized with the B3LYP, B3PW91 methods and 6-311G(d,p) basis set, using the Gaussian 09 (T. Michael J. Frisch), 2016 calculation program to analyze the molecular structure. The most stable and lowest energy state of a molecule is known as geometry optimization (Kenan et al., 2022). All parameters for the MMDA molecule have been shown in Table 1. There are very minor differences here between the B3LYP, B3PW91 methods and 6-311G(d,p) basis set. This optimized structure showed minimal potential energy. Two optimized basis sets of the MMDA molecule were examined by comparison. The aromatic ring's optimal bond lengths and bond angles are between the usual limits. For B3LYP, the C–C bond lengths range from 1.34 to 1.50 Å, for B3PW91 C–O bond lengths range from 1.24 to 1.43 Å; whereas the oxygen atom connected to the aromatic ring has a length of 1.32 Å. C–H bond lengths in the aromatic ring vary between 1.080 and 1.083 Å. The range of all C-C-C bond angles is between 109° and 128°. In the compound, the C-H angle is 108°-122°, while the C-C-O angle is 110°-126°. When the atoms were viewed as dihedral bonds in the Gaussian 09 (T. Michael J. Frisch) program, we observed that some dihedral angles have negative results in angle degrees, while others have positive values. The theoretical bond lengths obtained are compatible with the experimental numerical data in the literature (Bhavani et al., 2024; Elangovan & Sowrirajan).

**Table 1.** Theoretically Obtained Some Bond Lengths (Å) and Bond Angles (°) of the MMDA Molecule

| Bond Lengths | B3LYP/<br>6-311G(d,p) | B3PW91/<br>6-311G(d,p) | Bond Lengths | B3LYP/<br>6-311G(d,p) | B3PW91/<br>6-311G(d,p) |
|--------------|-----------------------|------------------------|--------------|-----------------------|------------------------|
| C7-O1        | 1.43342               | 1.42613                | C15-O16      | 1.28188               | 1.24048                |
| O1-C2        | 1.36225               | 1.35622                | C14-C15      | 1.48191               | 1.48054                |
| C2-O4        | 1.21141               | 1.20986                | C14-O17      | 1.23992               | 1.23972                |
| C2-C3        | 1.46929               | 1.46652                | N13-C14      | 1.42548               | 1.41281                |
| C3-C5        | 1.34529               | 1.34415                | N13-C18      | 1.43969               | 1.43486                |
| C5-C6        | 1.45728               | 1.45399                | C18-C19      | 1.50564               | 1.50129                |
| C6-C12       | 1.40571               | 1.40291                | C22-O25      | 1.32634               | 1.32339                |
| C12-C11      | 1.38976               | 1.38829                | O25-C26      | 1.44004               | 1.43087                |
| C10-C11      | 1.41490               | 1.41244                | C5-H28       | 1.08753               | 1.08866                |
| C11-C15      | 1.46653               | 1.46268                | C18-H36      | 1.09648               | 1.09701                |
| Bond Angles  | B3LYP/<br>6-311G(d,p) | B3PW91/<br>6-311G(d,p) | Bond Angles  | B3LYP/<br>6-311G(d,p) | B3PW91/<br>6-311G(d,p) |
| C7-O1-C2     | 115.30024             | 115.02655              | C10-C11-C15  | 109.75742             | 109.71399              |
| O1-C1-C2     | 110.54813             | 110.57423              | C14-C15-O16  | 126.53234             | 126.51923              |
| C3-C5-C6     | 128.18155             | 128.13254              | C10-N13-C14  | 110.18839             | 110.39041              |
| C8-C6-C12    | 119.03662             | 119.12340              | N13-C14-O17  | 119.49613             | 119.43590              |
| C8-C9-C10    | 118.32570             | 118.22602              | N13-C18-C19  | 111.28477             | 110.79092              |

**Melanoma Cancer Evaluation with ADME and Molecular Docking Analysis, DFT Calculations of (E)-methyl 3-(1-(4-methoxybenzyl)-2,3-dioxindolin-5-yl)-acrylate Molecule**

**Table 1 (Countined).** Theoretically Obtained Some Bond Lengths (Å) and Bond Angles (°) of the MMDA Molecule

| Planar Bond Angles | B3LYP/6-311G(d,p) | B3PW91/6-311G(d,p) | Planar Bond Angles | B3LYP/6-311G(d,p) | B3PW91/6-311G(d,p) |
|--------------------|-------------------|--------------------|--------------------|-------------------|--------------------|
| C7-O1-C2-C3        | -179.92228        | -179.92239         | C12-C11-C15-O16    | 177.63836         | 1.57780            |
| O1-C2-C3-C5        | 179.76898         | 179.70856          | O16-C15-C14-O17    | -3.49549          | -3.49990           |
| C3-O5-C6-C12       | 179.18264         | 178.95261          | N13-C18-C19-C20    | -137.39150        | -136.48010         |
| C6-C12-C11-C15     | -49.21604         | 177.44926          | C21-C22-O25-C26    | 177.89865         | 177.89918          |

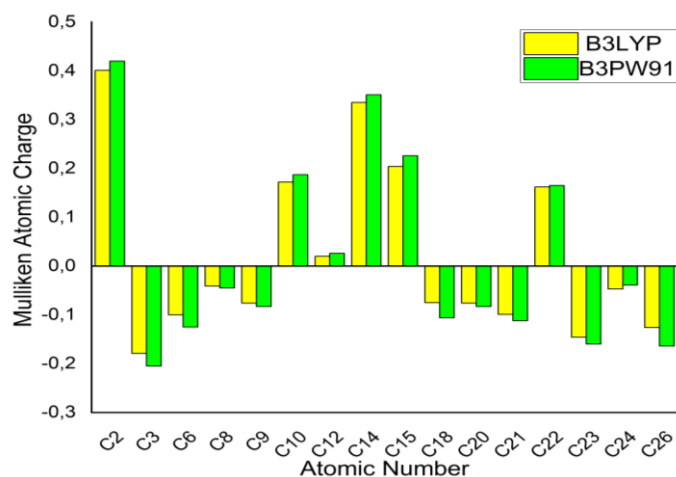
### Mulliken atomic charges

With the help of Mulliken analysis, the ionic and covalent character of the bonding in the structure can be questioned. Positive binding populations indicate binding, while negative values indicate anti-binding (Bağlan et al., 2023). As the population value approaches zero, the ionic character increases, and the population value of the ideal ionic bond is zero. As the population value grows in a positive direction, the covalency of the bond also increases. The fact that the atomic charges are different from zero indicates the presence of an ionic bond in addition to the existing bonding character. The most often used technique for population analysis is the Mulliken load distribution. The foundation of this technique is the linear combination of atomic orbitals to produce molecular orbitals. This distribution, however, does not accurately depict each element's electronegativity (Wang & Yao, 2017). In some extreme cases, it can give a negative population of electrons in an orbital or account for more than two electrons in an orbital. As a result, some qualitative predictions are made using Mulliken loads instead of statistically forecasting the outcomes of experiments (Arivazhagan et al., 2015). To calculate the atomic charges of the MMDA molecule, data using Mulliken density analysis using B3LYP, B3PW91 methods and 6-311G(d,p) basis set are given in Table 2. We observed that some C atoms are negative and some are positive. In mulliken analysis, the most negative atoms are O1, O4, N13, O16, O17, O25 due to their electronegativity. In Mulliken analysis, using the B3LYP/6-311G(d,p) method, a) Structure Optimization, b) Bond Lengths, c) Atomic Mass, d) Mulliken Charge have been given in Figure 1. Finally, in the Mulliken analysis, the mulliken charges of some C atoms in our compound were compared using the same methods as the graph in Figure 2.

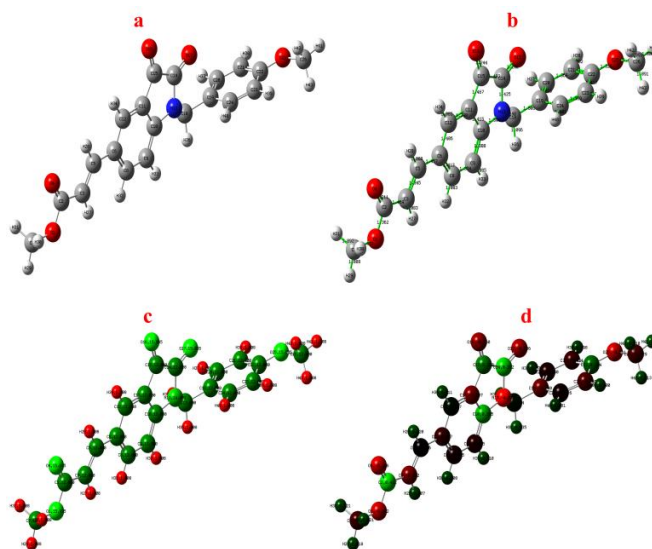
**Table 2.** Mulliken Atomic Charges of the MMDA Molecule

| ATOMS | B3LYP/6-311G(d,p) | B3PW91/6-311G(d,p) | ATOMS | B3LYP/6-311G(d,p) | B3PW91/6-311G(d,p) |
|-------|-------------------|--------------------|-------|-------------------|--------------------|
| C2    | 0.401             | 0.420              | O1    | -0.355            | -0.361             |
| C3    | -0.179            | -0.205             | O4    | -0.354            | -0.362             |
| C6    | -0.100            | -0.125             | N13   | -0.403            | -0.432             |
| C8    | -0.041            | -0.045             | O16   | -0.294            | -0.308             |
| C9    | -0.076            | -0.083             | O17   | -0.151            | -0.154             |
| C10   | 0.172             | 0.187              | O25   | -0.368            | -0.374             |
| C12   | 0.020             | 0.026              | H28   | 0.133             | 0.146              |
| C14   | 0.335             | 0.351              | H31   | 0.111             | 0.126              |
| C15   | 0.204             | 0.226              | H32   | 0.111             | 0.123              |
| C18   | -0.075            | -0.106             | H33   | 0.112             | 0.124              |
| C20   | -0.076            | -0.083             | H35   | 0.154             | 0.176              |
| C21   | -0.099            | -0.112             | H36   | 0.138             | 0.156              |
| C22   | 0.162             | 0.165              | H38   | 0.108             | 0.121              |
| C23   | -0.146            | -0.160             | H39   | 0.106             | 0.121              |
| C24   | -0.047            | -0.039             | H41   | 0.121             | 0.133              |
| C26   | -0.126            | -0.164             | H43   | 0.115             | 0.131              |





**Figure 1.** Mulliken Atomic Charge Comparison for the MMDA Molecule



**Figure 2.** The MMDA Molecule with B3LYP/6-311G(d,p) Basis Set a) Structure Optimization, b) Bond Lengths, c) Atomic Mass, d) Mulliken Charge

### HOMO and LUMO analysis

Frontier molecular orbitals (FMOs) are HOMOs and LUMOs. FMOs have a significant impact on quantum chemistry, UV-VIS spectra, optical, and electrical characteristics. The capacity to provide an electron is represented by HOMO, while the ability to receive an electron as an electron acceptor is represented by LUMO (Mehmet et al., 2023). A molecule's optical polarization, chemical hardness/softness, kinetic stability, and chemical reactivity are all determined by the energy gap between its HOMO and LUMO (Demir & Akman, 2017). The energy values of our compound's four primary molecular orbitals are as follows: B3LYP/6-311G(d,p) and B3PW91/6-311G(d,p) the lowest and second lowest empty MOs (LUMO and LUMO+1), and the second highest and highest occupied MOs (HOMO and HOMO-1). It is shown in Table 3 and was computed using TD-DFT. HOMO has an energy value of -5.5646 and -5.5741 eV, respectively, according to calculations. -3.5143 and -3.5679 eV, respectively, are the LUMOs. HOMO and LUMO have energy difference values of 2.0503 and 2.0062 eV, respectively. The last charge transfer interaction within the molecule, which influences the molecule's biological activity, is described by the HOMO-LUMO energy gap. In addition, the molecule becomes more stable, and the energy gap increases as it moves from the solvent phase to the gas phase. An electron density transfer is implied by the LUMO transition (Xavier & Gobinath, 2012).

The excitation of an electron from HOMO to LUMO is the primary characteristic of this electronic absorption, which reflects the change from the ground state to the first excited state. Consequently, the great electron-accepting capacity of the electron-accepting group leads to a substantial stabilization of the LUMO, which in turn causes a decrease in the HOMO-LUMO band gap. Figures 3 and 4 display the 3D graphs of the HOMO and LUMO orbitals for our compound that were estimated at the B3LYP/6-311G(d,p) and B3PW91/6-311G(d,p) levels.

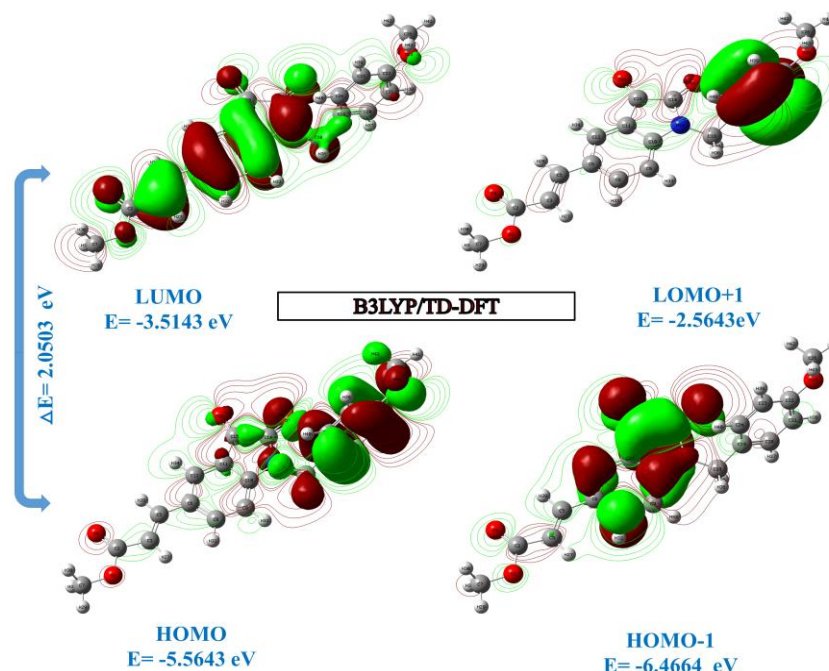


Figure 3. Boundary Molecular Orbitals of the MMDA Molecule According to the B3LYP/6-311G(d,p) Level

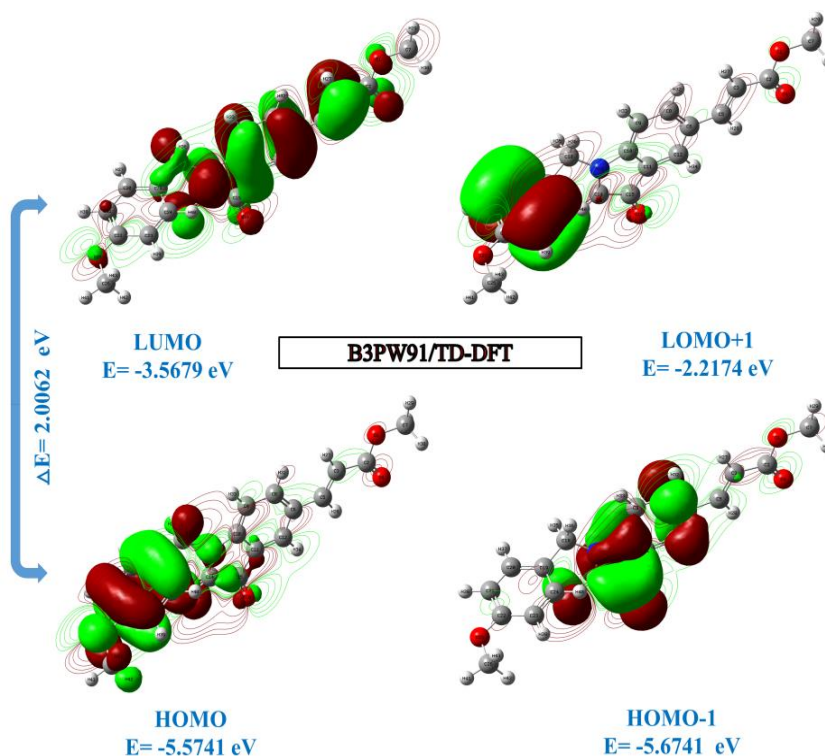


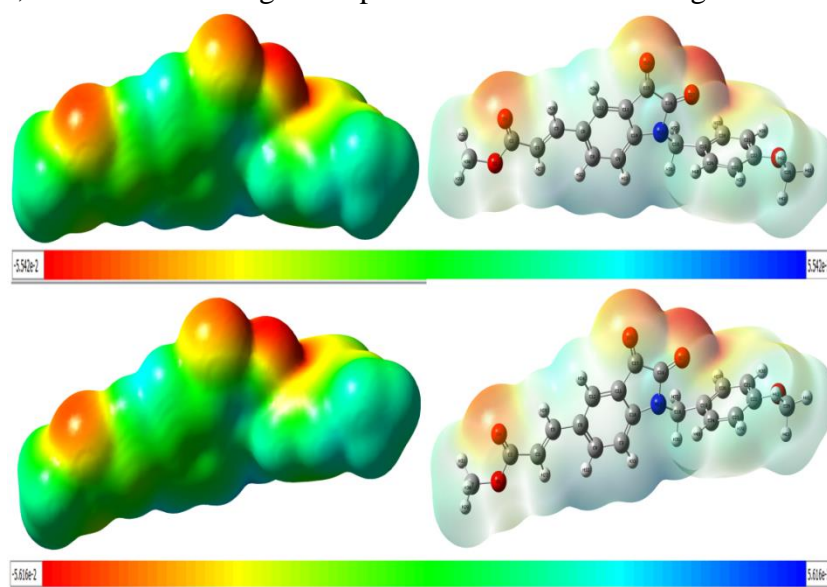
Figure 4. Boundary Molecular Orbitals of the MMDA Molecule According to the B3PW91/6-311G(d,p) Level

**Table 3.** Calculated Quantum Chemical Parameters\*(in eV) for Low Energy Compatibilities by B3LYP/6-311G(d,p)- B3PW91/6-311G(d,p) Methods of the MMDA Molecule

| Molecules Energy       |                                | B3LYP/<br>6-311G(d,p) | B3PW91/<br>6-311G(d,p) |
|------------------------|--------------------------------|-----------------------|------------------------|
| $E_{LUMO}$             |                                | -3.5143               | -3.5679                |
| $E_{HOMO}$             |                                | -5.5646               | -5.5741                |
| $E_{LUMO+1}$           |                                | -2.1643               | -2.2174                |
| $E_{HOMO-1}$           |                                | -6.4664               | -6.5447                |
| Energy Gap             | $(\Delta E)E_{HOMO}-E_{LUMO}/$ | 2.0503                | 2.0062                 |
| Ionization Potential   | $(I=-E_{HOMO})$                | 5.5646                | 5.5741                 |
| Electron Affinity      | $(A=-E_{LUMO})$                | 3.5143                | 3.5679                 |
| Chemical hardness      | $(\eta=(I-A)/2)$               | 1.0251                | 1.0031                 |
| Chemical softness      | $(s=1/2\eta)$                  | 0.5125                | 0.5015                 |
| Chemical Potential     | $(\mu=-(I+A)/2)$               | -4.5394               | -4.5712                |
| Electronegativity      | $(\chi=(I+A)/2)$               | 2.2571                | 2.2839                 |
| Electrophilicity index | $(\omega=\mu^2/2\eta)$         | 10.0508               | 10.4156                |

### Molecular electrostatic potential (MEP)

Figure 5 in this work displays 3D graphs of the MMDA molecule's molecular electrostatic potential (MEP). Hydrogen bond sites and directions have been accurately predicted in some systems using MEP, a plot of the electrostatic potential projected onto a constant electron density surface. The total energy density is covered by the MEP surface. Since an approaching electrophile will be drawn to negative regions (where the electron scattering effect predominates), MEP is a helpful feature for evaluating reactivity. The maximum negative region in our compound is red, indicating a preference for signals of electrophilic assault, whereas the maximum positive region is blue, indicating a preference for signs of nucleophilic attack (Raju et al., 2015). As seen in Figure 5, the significance of MEP lies in its ability to concurrently display the molecule size, shape, and areas of positive, negative, and neutral electrostatic potential in terms of color gradation. This makes MEP an invaluable tool for examining the molecular structure in relation to its physiochemical structure. The resultant surface shows the electrostatic potential value as well as the size, shape, and size of the molecules concurrently (Ramalingam et al., 2012). Different hues correspond to different electrostatic potential levels on the surface. In this case, red denotes the highest repulsion and blue the strongest attraction.

**Figure 5.** Molecular Electrostatic Potential Surface of the MMDA Molecule Using B3LYP/6-311G(d,p) and B3PW91/6-311G(d,p) Approximation and Basis Sets

### Non-linear optical properties (NLO)

Compared to more conventional inorganic materials, organic materials have demonstrated improved second-order nonlinear optical characteristics in recent years (Shokr et al., 2022). This characteristic has drawn a lot of research interest in organic nonlinear optical (NLO) materials, together with the organic materials' many structural variants and intrinsic ultrafast reaction time (Khan et al., 2021). The finite field approximation was utilized to determine the second-order polarizability, also known as first hyperpolarizability ( $\beta$ ), dipole moment ( $\mu$ ), and polarizability ( $\alpha$ ), using the B3LYP, B3PW91 methods and 6-311G(d,p) basis set. Using the x, y, and z components from the Gaussian 06W output, full equations 1-3 below were used to compute the average polarizability  $\alpha$ , the  $\beta$  anisotropy of the polarizability, and the average first polarizability. Table 4 displays the hyperpolarizability  $\beta$ , dipole moment  $\mu$ , and polarizability  $\alpha$ . It was discovered that the computed dipole moment values were 4.3488 and 4.3101 Debye, respectively. The component with the largest dipole moment value is the  $\mu_y$  component. Molecular hyperpolarization ( $\beta$ ) in this molecule has been determined to be  $2.44 \times 10^{-30}$  and  $2.70 \times 10^{-30}$  esu, respectively. Molecular hyperpolarizability ( $\beta$ ) magnitude is one of the critical elements of an NLO system.

$$\mu = (\mu_x^2 + \mu_z^2)^{1/2} \quad (1)$$

$$\beta_{Total} = (\beta^2x + \beta^2y + \beta^2z)^{1/2} \quad (2)$$

$$= [(\beta_{xxx} + \beta_{xyy} + \beta_{xzz})^2 + (\beta_{yyy} + \beta_{yxx} + yzz)^2 + (\beta_{zzz} + \beta_{zxx} + \beta_{zyy})^2]^{1/2} \quad (3)$$

**Table 4.** The Dipole Moments (Debye), Polarizability (au), Components, and Total Value of the MMDA Molecule are Computed Using B3LYP, B3PW91 Methods and 6-311G(d,p) Basis Set

| Parameters    | B3LYP/<br>6-311G(d,p) | B3PW91/<br>6-311G(d,p) | Parameters    | B3LYP/<br>6-311G(d,p)  | B3PW91/<br>6-311G(d,p) |
|---------------|-----------------------|------------------------|---------------|------------------------|------------------------|
| $\mu_x$       | -0.6437               | -0.5890                | $\beta_{xxx}$ | -68.1296               | -67.0998               |
| $\mu_y$       | -4.2616               | -4.3085                | $\beta_{yyy}$ | -60.9997               | -62.2721               |
| $\mu_z$       | -0.0255               | -0.0455                | $\beta_{zzz}$ | -1.8166                | -1.8888                |
| $\mu(D)$      | 4.3101                | 4.3488                 | $\beta_{xyy}$ | 4.6516                 | 5.2480                 |
| $\alpha_{xx}$ | -153.4995             | -150.3677              | $\beta_{xxy}$ | -6.8049                | -7.4862                |
| $\alpha_{yy}$ | -155.2319             | -153.3795              | $\beta_{xxz}$ | 5.4541                 | 6.3762                 |
| $\alpha_{zz}$ | -154.1727             | -153.6725              | $\beta_{yzz}$ | -9.8202                | -9.5895                |
| $\alpha_{xy}$ | 15.5583               | 15.5416                | $\beta_{yzz}$ | 7.6692                 | 7.4579                 |
| $\alpha_{xz}$ | 14.0293               | 14.3091                | $\beta_{yyz}$ | 4.2220                 | 3.9121                 |
| $\alpha_{yz}$ | 4.4770                | 4.5252                 | $\beta_{xyz}$ | 3.8967                 | 4.2756                 |
| $\alpha$ (au) | -169.169              | -165.8233              | $\beta$ (esu) | $2.44 \times 10^{-30}$ | $2.70 \times 10^{-30}$ |

### NBO analysis

The most accurate "Natural Lewis Structure" image is produced by NBO analysis because every orbital feature is mathematically selected to have the maximum percentage of electron density. The NBO method's ability to offer information about interactions in both virtual and occupied orbital spaces is a helpful feature that can enhance the investigation of intra, and intermolecular interactions (Weinhold et al., 2016). The NBO approach used the quadratic Fock matrix to assess donor-recipient interactions. The interactions lead to an empty non-Lewis orbital and the loss of occupancy of the localized NBO of the idealized Lewis structure (Zaboli & Raissi, 2015). The stabilization energy  $E(2)$  related to delocalization  $i \rightarrow j$  for each donor (i) and acceptor (j) is given by, where  $F(i, j)$  is anticipated,  $\epsilon_j$  and  $\epsilon_i$  are diagonal elements, and  $q_i$  is the donor orbital occupancy. The degree of conjugation of the entire system increases with a bigger value of  $E(2)$ , indicating a stronger connection between electron donors and electron acceptors, or a greater propensity for donors to contribute to acceptors (Sakr et al., 2022). A stabilizing donor-acceptor interaction is represented by the delocalization of electron density between the occupied Lewis-type (bonding or lone pair) NBO orbital and the formally unoccupied

**Melanoma Cancer Evaluation with ADME and Molecular Docking Analysis, DFT Calculations of (E)-methyl 3-(1-(4-methoxybenzyl)-2,3-dioxindolin-5-yl)-acrylate Molecule**

(antibonding) non-Lewis NBO orbital (Bouachrine et al., 2021). NBO analysis was carried out on the molecule at the B3LYP/6-311G(d,p) level to clarify the intramolecular, rehybridization, and delocalization of electron density inside the molecule. The process of intramolecular contact takes place when the orbitals of  $\pi(\text{C-C})$  and  $^*\pi(\text{C-C})$  bonds intersect. This leads to intramolecular charge transfer (ICT), which stabilizes the system. The relevant bonds in the C-C antibonding orbital are weakened by these interactions, which are manifested as a rise in electron density (ED). Table 5 clearly illustrates the significant stabilization energy of 25.49 kJ/mol and provides evidence of intramolecular charge transfer from (C2-C3) to  $^*(\text{C4-C5})$  antibonding orbitals. Furthermore, the charge distribution of all hydrogen atoms is the same, with the exception of hydrogen atoms H27, H28, H33, and H34.

**Table 5.** Selected NBO Results of the MMDA Molecule are Computed Using B3LYP/6-311G(d,p) Technique and Basis Set

| NBO(i)  | Type     | Occupancies | NBO(j)  | Type       | Occupancies | E(2) <sup>a</sup><br>(Kcal/mol) | E(j)-E(i) <sup>b</sup><br>(a.u.) | F(i, j) <sup>c</sup><br>(a.u.) |
|---------|----------|-------------|---------|------------|-------------|---------------------------------|----------------------------------|--------------------------------|
| C2-C3   | $\sigma$ | 1.97289     | C5-C6   | $\sigma^*$ | 1.97238     | 4.67                            | 1.16                             | 0.066                          |
| C2-O4   | $\sigma$ | 1.99613     | C3-C5   | $\sigma^*$ | 1.97986     | 3.59                            | 0.41                             | 0.035                          |
| C3-C5   | $\pi$    | 1.85634     | C2-O4   | $\pi^*$    | 1.98489     | 20.92                           | 0.30                             | 0.073                          |
| C3-H27  | $\sigma$ | 1.97862     | C5-H28  | $\sigma^*$ | 1.97370     | 4.11                            | 0.97                             | 0.056                          |
| C5-H28  | $\sigma$ | 1.97370     | C3-H27  | $\sigma^*$ | 1.97862     | 5.54                            | 0.95                             | 0.065                          |
| C6-C8   | $\pi$    | 1.59137     | C11-C12 | $\pi^*$    | 1.64670     | 24.20                           | 0.28                             | 0.075                          |
| C6-C12  | $\sigma$ | 1.97159     | C11-C15 | $\sigma^*$ | 1.97257     | 4.33                            | 1.14                             | 0.063                          |
| C8-C9   | $\sigma$ | 1.97453     | C10-N13 | $\sigma^*$ | 1.98098     | 6.21                            | 1.13                             | 0.075                          |
| C9-C10  | $\pi$    | 1.62454     | C6-C8   | $\pi^*$    | 1.59137     | 24.75                           | 0.29                             | 0.076                          |
| C9-H33  | $\sigma$ | 1.97749     | C10-C13 | $\sigma^*$ | 1.98098     | 4.78                            | 1.06                             | 0.064                          |
| C10-C11 | $\sigma$ | 1.95993     | N13-C18 | $\sigma^*$ | 1.98121     | 4.94                            | 1.05                             | 0.064                          |
| C11-C12 | $\pi$    | 1.64670     | C9-C10  | $\pi^*$    | 1.62454     | 24.73                           | 0.28                             | 0.074                          |
| C11-C15 | $\sigma$ | 1.97257     | C14-O17 | $\sigma^*$ | 1.99430     | 4.18                            | 1.23                             | 0.064                          |
| C12-H34 | $\sigma$ | 1.97875     | C10-C11 | $\sigma^*$ | 1.95993     | 4.76                            | 1.05                             | 0.063                          |
| N13-C14 | $\sigma$ | 1.98116     | C9-C10  | $\sigma^*$ | 1.97472     | 4.45                            | 1.33                             | 0.069                          |
| C14-C15 | $\sigma$ | 1.98144     | C11-C12 | $\sigma^*$ | 1.97364     | 4.51                            | 1.26                             | 0.067                          |
| C14-O17 | $\pi$    | 1.95884     | C15-O16 | $\pi^*$    | 1.94332     | 7.43                            | 0.37                             | 0.048                          |
| C15-O16 | $\pi$    | 1.94332     | C14-O17 | $\pi^*$    | 1.95884     | 8.48                            | 0.37                             | 0.052                          |
| C18-H36 | $\sigma$ | 1.96945     | N13-C14 | $\sigma^*$ | 1.98116     | 4.44                            | 0.88                             | 0.057                          |
| C19-C20 | $\sigma$ | 1.97214     | C19-C24 | $\sigma^*$ | 1.65923     | 3.49                            | 1.23                             | 0.058                          |
| C19-C24 | $\pi$    | 1.65923     | C20-C21 | $\pi^*$    | 1.71432     | 20.69                           | 0.28                             | 0.069                          |
| C20-C21 | $\pi$    | 1.97504     | C22-C23 | $\pi^*$    | 1.64062     | 20.40                           | 0.27                             | 0.069                          |
| C20-H37 | $\sigma$ | 1.97783     | C21-C22 | $\sigma^*$ | 1.96942     | 4.14                            | 1.05                             | 0.059                          |
| C21-C22 | $\sigma$ | 1.96942     | O25-C16 | $\sigma^*$ | 1.99107     | 4.48                            | 0.94                             | 0.058                          |
| C21-H38 | $\sigma$ | 1.97674     | C19-C20 | $\sigma^*$ | 1.97214     | 4.33                            | 1.07                             | 0.061                          |
| C22-C23 | $\pi$    | 1.97895     | C20-C21 | $\pi^*$    | 1.71432     | 25.49                           | 0.28                             | 0.076                          |
| C23-C24 | $\sigma$ | 1.97334     | C19-C24 | $\sigma^*$ | 1.65923     | 4.29                            | 1.26                             | 0.066                          |
| C23-H40 | $\sigma$ | 1.97777     | C19-C20 | $\sigma^*$ | 1.97214     | 4.44                            | 1.07                             | 0.062                          |

### Molecular docking studies

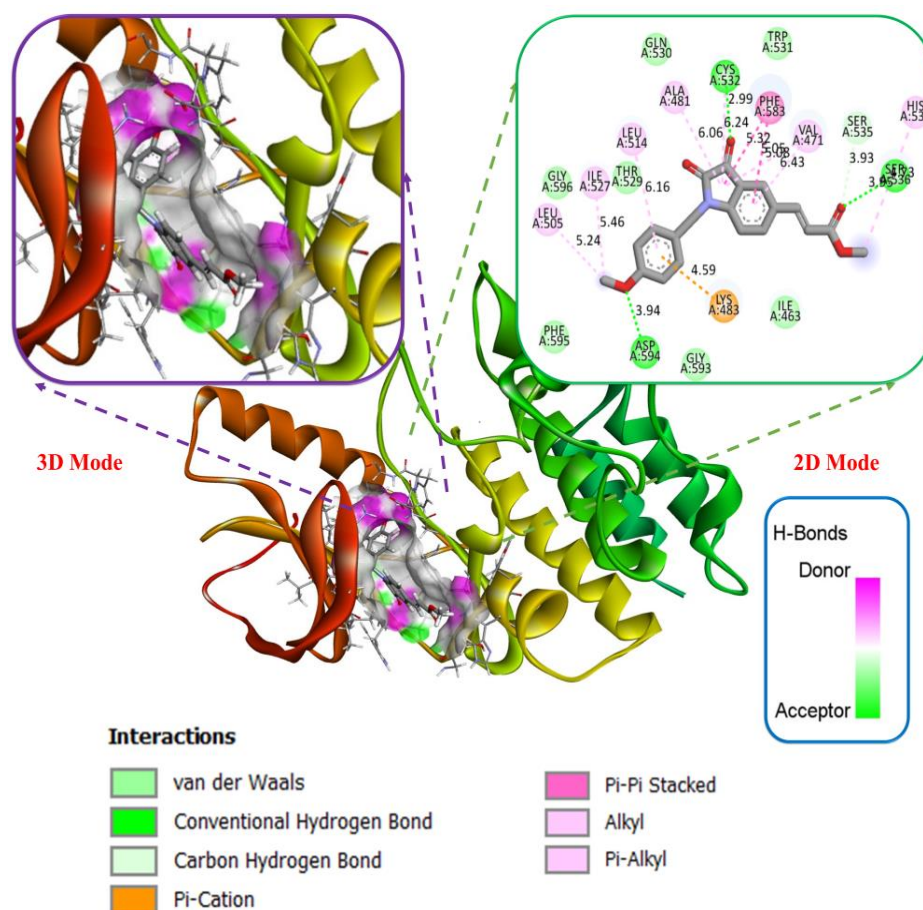
Molecular docking studies facilitate the creation of novel, highly effective inhibitors by providing a complete understanding of the many interactions that occur between ligands and enzyme-active sites. The Maestro 11.8 version was applied in the molecular docking studies (Release 2019). The proteins responsible for melanoma cancer (PDB-CODE:3OG7) and (PDB-CODE:5EG3) were selected from the Protein Data Bank (<http://www.rcsb.org>) as protein receptors. The MMDA molecule was imported into Discovery Studio Visualizer, the hydrogen atoms were updated, and the extra water molecules in the X-ray structure were eliminated to create a PDB file. The MMDA molecule's binding affinity to the enzyme gave good results of -8.33 (PDB-CODE:3OG7) and -6.83 (PDB-CODE:5EG3) kcal, as shown in Table 6. This suggests that the chemical was intended to have anti-melanoma properties.

**Melanoma Cancer Evaluation with ADME and Molecular Docking Analysis, DFT Calculations of (E)-methyl 3-(1-(4-methoxybenzyl)-2,3-dioxindolin-5-yl)-acrylate Molecule**

**Table 6.** Binding Scores (kcal/mol) of the Most Active Inhibitors in the Catalytic Domains of 3OG7 and 5EG3 Enzymes

| Compound          | Docking Score |             |
|-------------------|---------------|-------------|
|                   | (PDB: 3OG7)   | (PDB: 5EG3) |
| The MMDA molecule | -8.33         | -6.83       |

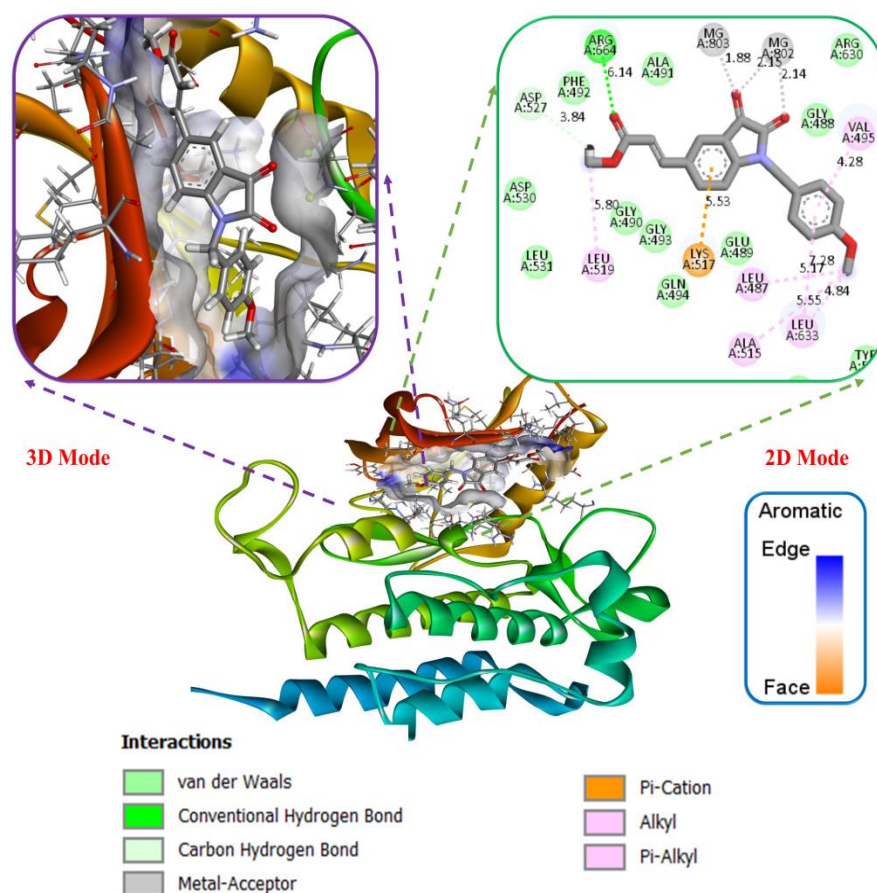
The 2D and 3D docking poses obtained from the Discovery Studio visualizer for the enzyme of the compound (PDB-CODE:3OG7) have been shown in Figure 6. As shown in Table 6 the MMDA molecule with a binding free energy of  $-8.33$  kcal mol docks with the domain of the molecule. When the molecule-ligand interaction is evaluated, the strongest bindings are as follows: conventional hydrogen bonds SER-536 (3.95 Å) in the oxygen of methyl formate and CYS-532 (2.99 Å) in the oxygen of pyrrolidine, LYS-483 (4.59 Å) pi-cation bond in the benzene ring, HIS-539 (4.73 Å), VAL-471 (6.43 Å), ALA-481 (6.06 Å) and THR-529 (6.16 Å) pi-alkyl bonds, ILE-527 (5.46 Å) and LEU-505 (5.24 Å) alkyl bonds, PHE-583 (6.43 Å) pi-pi stacked bond in the pyrrolidine ring, ILE-463, GLY-593, PHE-595 and GLN-530 van der Waals bonds.



**Figure 6.** Ligand-3OG7 Mode of Interaction with Enzymes; 3D View of the Donor/Acceptor Surface of Hydrogen Bonds on the Receptor and 2D View of Ligand Enzyme Interactions

2D and 3D docking poses obtained from the Discovery Studio Visualizer for another enzyme of the compound (PDB-CODE:5EG3) are shown in Figure 7. As shown in Table 6, the MMDA molecule with a binding free energy of  $-8.33$  kcal mol docks with the domain of the molecule. with a binding free energy of  $-6.83$  kcal mol docks with the domain of the molecule. When the molecule-ligand interaction is evaluated, the strongest bindings are as follows: ARG-664 (6.14 Å) conventional hydrogen bonds in the oxygen of methyl formate, LYS-517 (5.53 Å) pi-cation bond in the benzene ring, LEU-633 (7.28 Å) and VAL-495 (4.28 Å) pi-alkyl bonds, LEU-519 (5.80 Å), ALA-515 (5.55 Å)

and LEU-487 (5.17 Å) alkyl bonds, LYS-517 (5.53 Å) metal acceptor bond in the pyrrolidine ring, ASP-527 (3.84 Å) carbon-hydrogen bond, ASP-530, ALA-491, ARG-630 and TYR-566 van der Waals bonds.



**Figure 7.** Molecule-5EG3 Mode of Interaction with Enzymes; a) 3D View of the Donor/Acceptor Surface of Aromatic Bonds on the Receptor b) 2D View of Ligand Enzyme Interactions

### ADME analysis

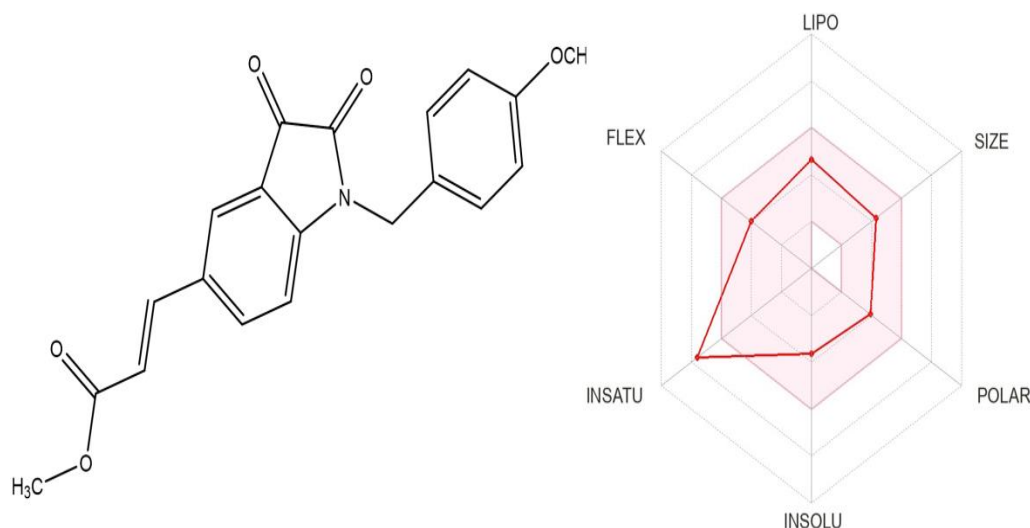
The structural and physicochemical characteristics of the drug, such as its shape, lipophilicity, solubility, dissociation constant, protein binding, hydrogen bonding, and molar fractionation, greatly influence the degree of the ADME process (Sehout et al., 2021). A key factor that determines a drug candidate's usefulness and can significantly affect its pharmacokinetic characteristics is lipophilicity (Khodja et al., 2020). The connection between lipophilicity and pharmacokinetic characteristics has been explained by several studies. Because biological targets are lipid-based, there is a growing need for the creation of highly lipophilic medicines to attain the required selectivity and effectiveness of medications (Cetin et al., 2022). The Internet-based server SwissADME (<http://www.swissadme.ch/index.php>) was used to examine this ligand molecule's biological and chemo-informatic characteristics. Table 7 illustrates compliance with 91<140 requirements for Lipinski's MW 351.35 g/mol (<500), lipophilicity coefficient LogP 2.50 ( $\leq 5$ ), H-acceptor 5 ( $\leq 5$ ), H-bond donor 0 (<10), and Topological PSA 72. The physicochemical properties and color areas of the MMDA molecule are displayed in Figure 8. The polar surface area maps displayed in Figure 8 corroborate it. Red indicates polar regions, and gray indicates non-polar regions on TPSA maps. As a result, it is evident that when (1) and (2) change, the red-colored patches get progressively smaller.

**Table 7.** Physicochemical and Lipophilicity of the MMDA Molecule

## Melanoma Cancer Evaluation with ADME and Molecular Docking Analysis, DFT Calculations of (E)-methyl 3-(1-(4-methoxybenzyl)-2,3-dioxindolin-5-yl)-acrylate Molecule

| Code        | Lipophilicity consensus log P | Physico-chemical properties |                |                            |              |                    |                 |                 |                                     |                       |
|-------------|-------------------------------|-----------------------------|----------------|----------------------------|--------------|--------------------|-----------------|-----------------|-------------------------------------|-----------------------|
|             |                               | MW <sup>a</sup><br>/mol     | Heavy<br>Atoms | Aromatic<br>heavy<br>atoms | Rot.<br>bond | H-acceptor<br>bond | H-donor<br>bond | MR <sup>b</sup> | TPSA <sup>c</sup> (Å <sup>2</sup> ) | %<br>ABS <sup>d</sup> |
| The<br>MMDA | 2.50                          | 351.35                      | 26             | 12                         | 6            | 5                  | 0               | 99.03           | 72.91                               | 83.84                 |

<sup>a</sup>MW, molecular weight; <sup>c</sup>TPSA, topological polar surface area; <sup>b</sup>MR, molar refractivity; <sup>d</sup>ABS%: absorption percent  $ABS\% = 109 - [0.345 \times TPSA]$ .



**Figure 8.** Color Regions and Physicochemical Parameters of the MMDA Molecule

## CONCLUSION

In this study, theoretical calculations have been made for the MMDA molecule using the B3LYP, B3PW91 methods and 6-311G(d,p) basis set, and the theoretical calculation results have been reported. Structural theoretical calculations of bond lengths, bond angles and dihedral angles have been made using the B3LYP, B3PW91 methods and 6-311G(d,p) basis set. Following the theoretical calculations, NLO, MEP, HOMO-LUMO, Mulliken loads were calculated using the same method and basis sets. Using the same method and basis in theoretical calculations, polarite ( $\alpha=-169.16$  au and  $\alpha=-165.8233$  au) and static high-grade polarite ( $\beta=2.44 \times 10^{-30}$  esu and  $\beta=2.70 \times 10^{-30}$  esu) values were calculated. Additionally, ADME analysis was performed in our study, highlighting significant changes in TPSA and logPow values. It gave positive results for ADME analysis in accordance with Lipinski's rules. Finally, in our study, molecular docking analysis was performed to examine the specific binding position and ligand activity on the protein (PDB-CODE: 3OG7) and (PDB-CODE: 5EG3) responsible for melanoma cancer. To better understand inhibitory processes, binding approaches were investigated after determining the appropriate position for total ligand-enzyme docking. In the study, the shift scores in binding affinity with 3OG7 and 5EG3 were determined as -8.33 kcal/mol and -6.83 kcal/mol. In molecular docking analysis, we found that 3OG7 was more effective with a binding receptor score of -8.33 kcal/mol. Because this molecular structure has therapeutic potential, we believe that a new enzyme inhibitor option can be used to produce innovative drugs for melanoma cancer treatment.

## Conflict of Interest

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

## Author's Contributions

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



## REFERENCES

- Arivazhagan, M., Manivel, S., Jeyavijayan, S., & Meenakshi, R. (2015). Vibrational spectroscopic (FTIR and FT-Raman), first-order hyperpolarizability, HOMO, LUMO, NBO, Mulliken charge analyses of 2-ethylimidazole based on Hartree-Fock and DFT calculations. *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc*, *134*, 493-501.
- Bağlan, M., Gören, K., & Yıldıkıo, Ü. (2023). HOMO-LUMO, NBO, NLO, MEP analysis and molecular docking using DFT calculations in DFPA molecule. *Int. J. Chem. Technol*, *7*(1), 38-47.
- Bhavani, R., Kanagathara, N., Marchewka, M. K., Janczak, J., Senthilkumar, K., & Azam, M. (2024). Single crystal analysis and DFT studies of the novel hybrid material-based on 2-hydroxypyridine and selenic acid. *Results in Chemistry*, *7*, 101239.
- Bouachrine, M., Azaid, A., Abram, T., Kacimi, R., Raftanı, M., Sbai, A., & Lakhlifi, T. (2021). DFT/TDDFT studies of the structural, electronic, NBO and non-linear optical properties of triphenylamine functionalized tetrathiafulvalene. *J. Turkish chem. soc*, *5*(2), 24-34.
- Cetin, A., Toptas, M., & Türkan, F. (2022). Synthesis, biological evaluation, and bioinformatics analysis of indole analogs on AChE and GST activities. *Med. Chem. Res.*, *31*(12), 2119-2131.
- Demir, P., & Akman, F. (2017). Molecular structure, spectroscopic characterization, HOMO and LUMO analysis of PU and PCL grafted onto PEMA-co-PHEMA with DFT quantum chemical calculations. *J. Mol. Struct.*, *1134*, 404-415.
- Elangovan, N., & Sowrirajan, S. (2021). Synthesis, single crystal (XRD), Hirshfeld surface analysis, computational study (DFT) and molecular docking studies of (E)-4-((2-hydroxy-3,5-diodobenzylidene)amino)-N-(pyrimidine-2-yl) benzenesulfonamide. *Heliyon*, *7*(8), e07724.
- Guo, H. (2019). Isatin derivatives and their anti-bacterial activities. *Eur. J. Med*, *164*, 678-688.
- Gümüő, H. P., Tamer, Ö., Avcı, D., & Atalay, Y. (2015). 4-(Metoksümetil)-1, 6-dimetil-2-okso-1, 2-dihidropiridin-3-karbonitril molekülünün teorik olarak incelenmesi. *Sakarya University Journal of Science*, *19*(3), 303-311.
- Gyamfi, J., Kim, J., & Choi, J. (2022). Cancer as a metabolic disorder. *Int. J. Mol. Sci*, *23*(3), 1155.
- Kenan, G., Bağlan, M., & Çakmak, İ. (2022). Theoretical Investigation of <sup>1</sup>H and <sup>13</sup>C NMR Spectra of Diethanol Amine Dithiocarbamate RAFT Agent. *TJST*, *12*(3), 1677-1689.
- Khan, A. U., Khera, R. A., Anjum, N., Shehzad, R. A., Iqbal, S., Ayub, K., & Iqbal, J. (2021). DFT study of superhalogen and superalkali doped graphitic carbon nitride and its non-linear optical properties. *RSC Adv*, *11*(14), 7779-7789.
- Khodja, I. A., Boulebd, H., Bensouici, C., & Belfaitah, A. (2020). Design, synthesis, biological evaluation, molecular docking, DFT calculations and in silico ADME analysis of (benz) imidazole-hydrazone derivatives as promising antioxidant, antifungal, and anti-acetylcholinesterase agents. *J. Mol. Struct*, *1218*, 128527.
- Kızılbey, K., & Akdeste, Z. M. (2013). Melanoma cancer. *SIGMA J ENG NAT SCI*, *31*(4), 555-569.
- Kloeden, P. E., Platen, E., & Schurz, H. (2012). *Numerical solution of SDE through computer experiments*. Springer Sci. Rev.
- Mehmet, B., Yıldıkıo, Ü., & Gören, K. (2023). DFT Calculations And Molecular Docking Study In 6-(2''-pyrrolidinone-5''-yl)-(-) epicatechin Molecule From Flavonoids. *Eskiőehir Teknik Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi B-Teorik Bilimler*, *11*(1), 43-55.
- Özlük, A. A., Oytun, M. G., & Günenç, D. (2017). Kanser immünoterapisi. *İstanbul Bilim Üniversitesi Florence Nightingale Transplantasyon Dergisi*, *2*(1), 21-23.

- Raju, R., Panicker, C. Y., Nayak, P. S., Narayana, B., Sarojini, B., Van Alsenoy, C., & Al-Saadi, A. A. (2015). FT-IR, molecular structure, first order hyperpolarizability, MEP, HOMO and LUMO analysis and NBO analysis of 4-[(3-acetylphenyl) amino]-2-methylidene-4-oxobutanoic acid. *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc*, 134, 63-72.
- Ramalingam, S., Karabacak, M., Periandy, S., Puviarasan, N., & Tanuja, D. (2012). Spectroscopic (infrared, Raman, UV and NMR) analysis, Gaussian hybrid computational investigation (MEP maps/HOMO and LUMO) on cyclohexanone oxime. *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc*, 96, 207-220.
- Release, S., (2019). 3: Maestro Schrödinger. LLC, New York
- Sakr, M. A., Sherbiny, F. F., & El-Etrawy, A.-A. S. (2022). Hydrazone-based materials; DFT, TD-DFT, NBO analysis, Fukui function, MESP analysis, and solar cell applications. *J. Fluoresc.*, 32(5), 1857-1871.
- Saraç, K. (2018). 4-Klorometil-6, 8-dimetilkumarin Bileşiğinin Sentezi ve Teorik Kimyasal Hesaplamaları. *Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 7(2), 311-319.
- Sehout, I., Boulebd, H., Boulcina, R., Nemouchi, S., Bendjeddou, L., Bramki, A., Merazig, H., & Debache, A. (2021). Synthesis, crystal structure, Hirshfeld surface analysis, biological evaluation, DFT calculations, and in silico ADME analysis of 4-arylidene pyrazolone derivatives as promising antibacterial agents. *J. Mol. Struct.*, 1229, 129586.
- Shokr, E. K., Kamel, M. S., Abdel-Ghany, H., Ali, M. A. E. A. A., & Abdou, A. (2022). Synthesis, characterization, and DFT study of linear and non-linear optical properties of some novel thieno [2, 3-b] thiophene azo dye derivatives. *Mater. Chem. Phys*, 290, 126646.
- T. Michael J. Frisch, G. W., Bernhard Schlegel, Gustavo Scuseria. (2016). (Version In Revision E.01 )
- Teng, Y.-O., Zhao, H.-Y., Wang, J., Liu, H., Gao, M.-L., Zhou, Y., Han, K.-L., Fan, Z.-C., Zhang, Y.-M., & Sun, H. (2016). Synthesis and anti-cancer activity evaluation of 5-(2-carboxyethenyl)-isatin derivatives. *Eur. J. Med. Chem*, 112, 145-156.
- Torre, L. A., Bray, F., Siegel, R. L., Ferlay, J., Lortet-Tieulent, J., & Jemal, A. (2015). Global cancer statistics, 2012. *CA: CA Cancer J*, 65(2), 87-108.
- Umar, A. B., Uzairu, A., Shallangwa, G. A., & Uba, S. (2020). QSAR modelling and molecular docking studies for anti-cancer compounds against melanoma cell line SK-MEL-2. *Heliyon*, 6(3).
- Wang, X., & Yao, J. (2017). Improvement of the self-consistent-charge density-functional-tight-binding theory by a modified Mulliken charge. *Theor. Chem. Acc*, 136(10), 124.
- Weinhold, F., Landis, C., & Glendening, E. (2016). What is NBO analysis and how is it useful? *Int Rev Phys Chem*, 35(3), 399-440.
- Xavier, R. J., & Gobinath, E. (2012). FT-IR, FT-Raman, ab initio and DFT studies, HOMO–LUMO and NBO analysis of 3-amino-5-mercapto-1, 2, 4-triazole. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 86, 242-251. *Molecular and Biomolecular Spectroscopy*
- Zaboli, M., & Raissi, H. (2015). The analysis of electronic structures, adsorption properties, NBO, QTAIM and NMR parameters of the adsorbed hydrogen sulfide on various sites of the outer surface of aluminum phosphide nanotube: a DFT study. *Structural Chemistry*, 26, 1059-1075.

**To Cite:** Kocabaş, S. & Topal. (2024). Determination of Antioxidant Capacities of Extracts of *Sorbus subfusca* (ledeb. ex. nordm.) boiss. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1200-1208.

## Determination of Antioxidant Capacities of Extracts of *Sorbus subfusca* (ledeb. ex. nordm.) boiss

Selahattin KOCABAŞ<sup>1</sup>, Fevzi TOPAL<sup>2,3\*</sup>

### Highlights:

- Water (WESS) and ethyl alcohol (EESS) lyophilized extracts showed significant antioxidant potential
- The high antioxidant capacity of *Sorbus subfusca* suggests its potential in natural product-based antioxidants
- Total phenolic compounds measured at 43.5 µg GAE/mg extract for WESS and 43.0 µg GAE/mg extract for EESS

### Keywords:

- Antioxidant
- Phenolic content,
- Reducing capacity
- Rosaceae,
- *Sorbus subfusca*

### ABSTRACT:

*Sorbus subfusca* (ledeb. ex. nordm.) boiss. (*Sorbus subfusca*) belongs to the Rosaceae family. It is commonly referred to as highland rowan. It is an endemic species found only in the eastern Black Sea Region of Turkey and in a few countries on the Asian Continent. Both water (WESS) and ethyl alcohol (EESS) lyophilized forms were used as extracts. Different reducing capacity methods and radical scavenging activity methods were used to study the antioxidant activities of the extracts. Total phenolic compounds were calculated as 43.5 (WESS) and 43.0 (EESS) µg GAE/mg extract. This value is an indication that it can take place in plants with high phenolic content. Peroxidation inhibition percentages of linoleic acid emulsion at 20 µg mL<sup>-1</sup> concentration for WESS and EESS; WESS was calculated as 70.93% and EESS as 82.63%. The high antioxidant capacity of *Sorbus subfusca*, an endemic species, brings up the preference of natural products as antioxidants. It is thought that these studies will draw a new path to the literature, especially alternative medicine and pharmacological studies.

<sup>1</sup> Selahattin KOCABAŞ ([Orcid ID: 0000-0002-0360-4809](https://orcid.org/0000-0002-0360-4809)), Gumushane University, Gumushane University, Graduate Education Institute, Gumushane, Türkiye .

<sup>2</sup> Fevzi TOPAL ([Orcid ID: 0000-0002-2443-2372](https://orcid.org/0000-0002-2443-2372)), Gumushane University, Department of Chemical and Chemical Processing Technologies, Laboratory Technology Program, Gumushane, Türkiye;

<sup>3</sup>Gumushane University, Faculty of Engineering and Natural Sciences, Department of Food Engineering, Gumushane, Türkiye.

\*Corresponding Author: Fevzi TOPAL, e-mail: topalfevzi@hotmail.com

## INTRODUCTION

12 species and 17 taxa of *Sorbus* grow naturally in our country. 12 species and 17 taxon of *Sorbus* grow naturally in our country. *Sorbus* species are used in many areas. *Sorbus species are used in many areas*. In landscaping, its leaves are used with care because of their aesthetics. *Sorbus* has also found a place for itself in the pharmacology sector. In addition to these properties, it can be used against some diseases (Gültekin, Gülcü, Çelik, Gürlevik, & Öztürk, 2007).

*Sorbus subfusca* mostly grows at altitudes between 1200 and 2400 m (Akkemik, 2018). *Sorbus subfusca* is 2-6 m tall and has a densely branched structure. Within the genus *Sorbus*, the *subfusca* species is the last to bloom. The fruits of this species are dark red in color and elliptical in shape. These elliptical fruits are 10-13 mm long (Gökşin, 1982).

Oxygen consumption inherent in cell growth leads to the formation of a number of reactive oxygen species (ROS) (Topal, 2020; Türkan, Huyut, Basbugan, & Gülçin, 2020). High levels of ROS may occur as a result of endogenous metabolic reactions in the human body (Türkeş, 2019).

If ROS is not excreted effectively by cellular components, it leads to disease conditions and is involved in more than 100 diseases (Mutlu et al., 2023; Topal & Gülçin, 2022). ROS causes cell death and oxidizes biomolecules by leading up to tissue damage (Topal, Ozturk Sarikaya, & Topal, 2021). ROS can form from all aerobic organisms and readily react with many biomolecules, including proteins, lipoproteins, lipids, and DNA (Han, Yılmaz, & Gülçin, 2018; Sarikaya & Gulcin, 2013; Topal, Öztürk Sarikaya, & Topal, 2021).

Alzheimer's disease is a neurodegenerative disease that causes memory deficit and some behavioral disorders in daily life (M. Topal, 2019). The brain is one of the organs affected by unstable redox states and oxidative damage by overproduction of ROS. This oxidative stress causes the irregular functioning of the endogenous antioxidant system, which plays a critical role in Alzheimer's pathology (Özaslan et al., 2022; F. Topal, 2019b).

Recently, the possible toxicity and undesirable effects of synthetic antioxidants have been considered. Thus, the increasing popularity of natural food additives has increased the interest in natural antioxidants and decreased the interest in synthetic antioxidants. In addition, studies on natural additives have gained momentum strongly, as they do not pose any health risks to consumers (Göçer, Akıncıoğlu, Öztaşkın, Göksu, & Gülçin, 2013; F. Topal, 2019a).

Plants and other natural resources, as a result of studies; has always served humanity as a medical resource (Gulcin, 2020; Zehiroglu & Ozturk Sarikaya, 2019). Rosaceae family, of which *Sorbus subfusca* is a member, is used in medicinal drugs; It is also known to be aromatic. For this reason, it has an important place in terms of economy (Ekin, Gokbulut, Aydin, Donmez, & Orhan, 2016; Kalkman, 2004).

ROS formation is more evident during mitochondrial respiration. To reduce this situation, the need for antioxidant molecules increases (Apak et al., 2022). In view of this, it is important to examine potential antioxidant plants, fruits and vegetables and to determine their antioxidant properties. It was aimed to investigate the antioxidant capacities of *Sorbus subfusca*, which is found only in one region in our country and is very open to research. By evaluating the literature, it is thought that natural antioxidant foods can be supported by looking at the antioxidant capacities of *Sorbus subfusca*.

## MATERIALS AND METHODS

### Materials and Methods

#### Preparation of plant extracts

*Sorbus subfusca* fruit (0.5 kg) was collected from Çaykara region of Trabzon province of Turkey during September. Plants, Erzincan Binali Yıldırım University, Faculty of Arts and Sciences, Department of Biology, was diagnosed by Dr. Ali Kandemir. Herbarium registration number (Kandemir 11307).

#### Extraction procedures

To prepare the water-soluble extract (WESS) from 50 grams of *Sorbus subfusca* fruit, the fruit was first crushed in a blender and then mixed with 100 mL of water. This mixture was left overnight at room temperature on a magnetic stirrer. The resulting solution was filtered through cheese-cloth and Whatman No.1 paper. The filtrate was then transferred to a flask and placed in a deep freezer. Subsequently, it underwent lyophilization to obtain a dry extract.

For the ethanolic extract (EESS) determination, 100 mL of ethanol was added to the same 50-gram sample and left for 12 hours. Afterward, the mixture was filtered using Whatman No. 1 paper, and the filtrate was collected. Ethanol was removed from the collected filtrate using a rotary evaporator at 40°C until a dry extract was obtained. Both extracts were stored in a plastic bottle at -20°C until further use.

#### Total flavonoid and phenolic contents

To quantify the phenolic content using the Folin-Ciocalteu method (Kalın, Gülçin, & Gören, 2015), 500 µL of Folin-Ciocalteu reagent was added to the mixture, followed by the addition of 1.5 mL of 2% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> after 3 minutes. The samples were then stirred at room temperature for 2 hours in a shaker. Subsequently, the absorbance of the samples was measured at 760 nm against a blank composed of distilled water. The amount of gallic acid equivalent (GAE) corresponding to the absorbance values was determined using an equation derived from a prepared standard curve.

For the determination of total flavonoids in the extracts, the method outlined by Park et al. (1997) was employed. Specifically, 750 µL of highland mountain ash extract was added to a vezin cup and transferred to a test tube. The extract was then diluted with 4550 µL of an ethanol solution containing 100 µL (1 M) of CH<sub>3</sub>COOK and 100 µL (10%) Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> solutions. The mixture was thoroughly mixed using a vortex and incubated at room temperature for 40 minutes. Following incubation, the absorbance at 415 nm was recorded. Quercetin served as the standard for determining the total flavonoid concentration, expressed as microgram quercetin equivalent (QE), calculated from the equation obtained from the standard quercetin plot.

#### Reducing ability assay

For the Ferric Reducing Antioxidant Power (FRAP) method (F. Topal *et al.*, 2016), 2.25 mL of 20 mM FeCl<sub>3</sub> solution and 2.25 mL of FRAP reagent were combined to reach a final volume of 5000 µL. The prepared tubes were vortexed thoroughly. After a 10-minute incubation period, the absorbances were measured at 593 nm.

For the Cupric Reducing Antioxidant Capacity (CUPRAC) method (Apak, Güçlü, Özyürek, Esin Karademir, & Erçağ, 2006), 7.5x10<sup>-3</sup> M neocuprine, 0.01 M CuCl<sub>2</sub> solution and 1 M CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub> buffer were added to tubes containing both EESS and WESS. The absorbance of the mixture was assessed at 450 nm.

Additionally, for iron reduction using the Oyaizu method, a solution with pH 6.6 and 0.2 mM phosphate buffer containing 1%  $K_3Fe(CN)_6$  was added to tubes containing EESS and WESS. The mixture was then incubated at 50°C for 20 minutes. Subsequently, 10% trichloroacetic acid (TCA) and 0.1%  $FeCl_3$  were added to the mixture, and the absorbance was measured at 700 nm (Oyaizu, 1986).

### Radical scavenging assay

0.5 mL of a stock solution of DPPH was utilized for assessing DPPH free radical scavenging activity. Various concentrations of EESS and WESS extracts were subsequently introduced. The absorbance was then measured at 517 nm (Gülçin et al. 2011).

For the DMPD radical scavenging activity assay,  $DMPD^{+}$  was generated. Different concentrations of EESS and WESS were added to the assay tubes, followed by the addition of 1 L of  $DMPD^{+}$  solution. After incubating for 50 minutes in the absence of light, absorbance was measured at 505 nm, following the methodology described by Hendek Ertop & Öztürk Sarıkaya in 2017.

In the assessment of ABTS radical scavenging activity, a 7 mM ABTS radical solution was prepared using persulfate solution. Various concentrations of EESS and WESS were added to achieve a final volume of 1.5 mL, with ethanol serving as the solvent. Subsequently, 0.5 mL of ABTS radical solution was added, and the mixture was allowed to incubate in darkness for thirty minutes. Absorbances were then recorded at 734 nm, as per the protocol detailed by Kalın et al. in 2020 (Kalın et al., 2020).

### Total antioxidant activity

The thiocyanate method was used for this method (Yen & Chen, 1995). Buffer solution and stock solutions were added. Then, 2.5 mL of linoleic acid emulsion was added to them. Absorbance was measured at 500 nm every 12 hours at 37°C in the dark.

## RESULTS AND DISCUSSION

Antioxidants are crucial substances that directly scavenge reactive oxygen species (ROS) or indirectly regulate antioxidant defenses, inhibiting ROS production. These compounds play a vital role in extending the shelf life of various products by delaying lipid peroxidation, a significant source of deterioration during storage or processing (Özler, Topal, Topal, & Öztürk Sarıkaya, 2023). They've become indispensable food additives, preserving sensory and nutritional properties without any adverse effects. Ideally, food-grade antioxidants should be cost-effective, potent at low concentrations, non-toxic, and possess stable structures, with neutral odor and taste. Ease of incorporation into products and good solubility are also advantageous (Topal, 2020).

Moreover, antioxidants offer protective benefits to the human body against free radicals and ROS-induced damage, potentially slowing the progression of chronic diseases. The quest for natural, safe antioxidant sources has surged, with plant-derived antioxidants garnering significant research attention. Incorporating antioxidants into foods helps thwart radical chain reactions of oxidation (Gulcin, 2020; Gülçin, 2012).

The plant extracts are listed in Table 1 and with standart antioxidants compared. High absorbance values indicate high reducing capacity.

Comparison was made between the absorbance values corresponding to the same concentration ( $20 \mu\text{g mL}^{-1}$ ) of each standard antioxidant, WESS, and EESS. The comparison revealed the relative reduction capacities of ferrous ions ( $Fe^{3+}$ ) among WESS, EESS, and standard antioxidants as follows: BHA ( $1.986 \pm 0.039$ ) > Trolox ( $1.426 \pm 0.037$ ) > BHT ( $1.286 \pm 0.050$ ) >  $\alpha$ -Tocopherol ( $0.710 \pm 0.023$ ) > EESS ( $0.199 \pm 0.025$ ) > WESS ( $0.128 \pm 0.014$ ).

Furthermore, the reduction activities of WESS and EESS were compared with standard antioxidants using the FRAP method, resulting in the following ranking: BHA ( $1.941 \pm 0.039$ ) > Trolox ( $1.821 \pm 0.086$ ) >  $\alpha$ -Tocopherol ( $1.191 \pm 0.058$ ) > BHT ( $0.915 \pm 0.121$ ) > EESS ( $0.354 \pm 0.030$ ) > WESS ( $0.313 \pm 0.027$ ).

When the reduction activities of cupric ions ( $\text{Cu}^{2+}$ ) were compared between WESS and EESS, an increasing order was observed as follows: BHA ( $2.141 \pm 0.017$ ) > BHT ( $1.166 \pm 0.118$ ) > Trolox ( $0.974 \pm 0.080$ ) >  $\alpha$ -Tocopherol ( $0.688 \pm 0.065$ ) > EESS ( $0.245 \pm 0.013$ ) > WESS ( $0.180 \pm 0.001$ ).

**Table 1.** Absorbance Values of Reduction Studies

| Antioxidants         | FRAP (593 nm)     | $\text{Cu}^{2+}$ (450 nm) | $\text{Fe}^{3+}$ (700 nm) |
|----------------------|-------------------|---------------------------|---------------------------|
| BHT                  | $0.915 \pm 0.121$ | $1.166 \pm 0.118$         | $1.286 \pm 0.050$         |
| BHA                  | $1.941 \pm 0.039$ | $2.141 \pm 0.017$         | $1.986 \pm 0.039$         |
| Trolox               | $1.821 \pm 0.086$ | $0.974 \pm 0.080$         | $1.426 \pm 0.037$         |
| $\alpha$ -Tocopherol | $1.191 \pm 0.058$ | $0.688 \pm 0.065$         | $0.710 \pm 0.023$         |
| WESS                 | $0.313 \pm 0.027$ | $0.180 \pm 0.001$         | $0.128 \pm 0.014$         |
| EESS                 | $0.354 \pm 0.030$ | $0.245 \pm 0.013$         | $0.199 \pm 0.025$         |

Since there was a direct proportional relationship observed between concentration and reduction capacities in all three determination methods, it can be said that the three methods are interrelated. When evaluated separately in each method, it was determined that the antioxidant activities of the utilized WESS and EESS used were lower than those of the standard antioxidants.

When DPPH free radical scavenging determination was evaluated,  $\text{IC}_{50}$  ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ ) values for WESS and EESS, DPPH free radical scavenging activity are given in Table 2. Accordingly, it is as follows; Trolox (4.98) > BHA (7.70) >  $\alpha$ -Tocopherol (10.83) > BHT (43.31) > EESS (138.60) > WESS (173.25).

When the results obtained were compared with some studies, WESS and EESS were found to have high  $\text{IC}_{50}$  values. High  $\text{IC}_{50}$  values indicate low antioxidant activity. The  $\text{IC}_{50}$  values related to DPPH free radical scavenging activity of lyophilized water extracts of gooseberry fruit and leaves were found to be for gooseberry fruit ( $36.47 \mu\text{g mL}^{-1}$ ) and gooseberry leaves ( $38.50 \mu\text{g mL}^{-1}$ ). Again,  $\text{IC}_{50}$  values of lyophilized water and alcohol extracts of flaxseed were found as: flaxseed for water ( $53.30 \mu\text{g mL}^{-1}$ ), flaxseed for alcohol ( $49.50 \mu\text{g mL}^{-1}$ ) (Han 2012; Han et al. 2018). When WESS and EESS  $\text{IC}_{50}$  values were compared with standard antioxidants, it was determined that BHA,  $\alpha$ -tocopherol and trolox had a high effect, but BHT, WESS and EESS had a lower interaction. In addition, EESS showed a slightly higher effect than WESS. Unlike the ABTS procedure, the  $\text{DMPD}^{+}$  method guarantees a stable endpoint. This is an important point, especially when large-scale scanning is required. The main disadvantage of the  $\text{DMPD}^{+}$  method is that its sensitivity and reproducibility are significantly reduced when hydrophobic antioxidants such as  $\alpha$ -tocopherol or BHT are used (Gulcin, 2020). Therefore, these two standard antioxidants, BHT and  $\alpha$ -tocopherol, were not used in this radical scavenging experiment.

When the  $\text{DMPD}^{+}$  scavenging activity is evaluated; For WESS and EESS, the  $\text{IC}_{50}$  values for  $\text{DMPD}^{+}$  radical scavenging activity were compared with standard antioxidants, with trolox showing the highest efficacy. WESS and EESS showed close values, BHA showed lower antioxidant effect than Trolox, and WESS showed higher antioxidant effect than EESS. A low  $\text{IC}_{50}$  ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ ) value indicates high antioxidant activity. Accordingly, it is as follows; Trolox (9.90) > BHA (24.75) > EESS (46.20) > WESS (49.14).

Considering the data on the ABTS radical scavenging capacity of EESS and WESS within the scope of the study, when the  $\text{IC}_{50}$  ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ ) values were evaluated from decreasing to increasing,

standard antioxidants gave very close results. In this case, it indicated high antioxidant activity. It can be said that the highland rowan extracts used show low antioxidant activity compared to the standards. Accordingly, it is as follows; BHA (2.74) > Trolox (3.14) > BHT (3.61) >  $\alpha$ -Tocopherol (4.95) > EESS (33.00) > WESS (36.47).

**Table 2.** Comparison of the IC<sub>50</sub> ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ ) Values of the Radical Scavenging Activities

| Antioxidants         | ABTS <sup>+</sup> scavenging | DMPD <sup>+</sup> scavenging | DPPH <sup>•</sup> scavenging |
|----------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|
| BHT                  | 3.61                         | *                            | 43.31                        |
| BHA                  | 2.74                         | 24.75                        | 7.70                         |
| Trolox               | 3.14                         | 9.90                         | 4.98                         |
| $\alpha$ -Tocopherol | 4.95                         | *                            | 10.83                        |
| WESS                 | 36.47                        | 49.14                        | 173.25                       |
| EESS                 | 33.00                        | 46.20                        | 138.60                       |

\*It does not show activity in the DMPD<sup>+</sup> removal method (Mutlu et al., 2023).

Lipid peroxidation is a common occurrence during food harvesting, storage, and processing, leading to chemical deterioration and resulting in rancidity, diminished nutritional value, altered aroma, compromised safety, and changes in texture in various food products such as milk, dairy, meat, fruits, vegetables, and pharmaceuticals. To combat this, food manufacturers utilize antioxidants to stabilize food lipids, which is considered the most effective method to control lipid oxidation (Kiziltas, Goren, Alwasel, & Gülçin, 2022). Antioxidants play a crucial role in inhibiting lipid peroxidation and protecting against cellular damage caused by free radicals (Öztürk Sarıkaya, 2015).

Undesirable properties like unpleasant taste and rancidity in food are often linked to non-enzymatic peroxidation or lipid peroxidation triggered by lipoxygenase enzymes in plants. Consequently, antioxidants are commonly regarded by food scientists as inhibitors of lipid peroxidation and subsequent food spoilage (M. Topal, 2018). For instance, a study revealed that the consumption of black currant and apple juice by human volunteers decreased lipid peroxidation but increased oxidative protein damage (Young et al., 1999).

The initiation of lipid peroxidation involves the attack on the side chain of a fatty acid by a radical, leading to the removal of a hydrogen atom from a methylene carbon. Fatty acids with more double bonds are more susceptible to radical attack, making monounsaturated and saturated fatty acids more resilient to radicals compared to polyunsaturated fatty acids (Apak et al., 2022). Consequently, the removal of lipid peroxides has proven to be significantly effective. These values are given in Table 3.

**Table 3.** Peroxidation Inhibition Percentage Amounts of Linoleic Acid Emulsion

| Antioxidants         | Lipid Peroxidation (%) Inhibitions |
|----------------------|------------------------------------|
| BHT                  | 99.00                              |
| BHA                  | 98.67                              |
| Trolox               | 98.00                              |
| $\alpha$ -Tocopherol | 91.26                              |
| WESS                 | 70.93                              |
| EESS                 | 82.63                              |

As a result, it was found that the percentage of inhibition of lipid peroxidation of the extracts was lower than that of all the standard antioxidants.

Considering the amount of phenolic compounds, there is no significant difference between WESS (43.5  $\mu\text{g GAE mg}^{-1}$  extract) and EESS (43.0  $\mu\text{g GAE mg}^{-1}$  extract) of highland rowan. On the contrary, almost the same amount of phenolic compounds was detected with each other (Table 4).



**Table 4.** Total Phenolic and Flavonoids in WESS and EESS

| Extract | Total Phenolic<br>( $\mu\text{g GAE/mg extract}$ ) | Total Flavonoid<br>( $\mu\text{g QE/mg extract}$ ) |
|---------|--|--|
| WESS    | 5.64   | 43.50  |
| EESS    | 10.69  | 43.00  |

Flavonoids, a prominent subgroup of plant phenolics, are abundant in various plant-based foods (Shahidi, Janitha, & Wanasundara, 1992). They constitute a diverse group of polyphenolic compounds renowned for their efficacy in combating chronic diseases (Baxter, Puri, Harborne, Hall, & Moss, 1998; Gulcin, 2020). Despite their prevalence, flavonoids are typically poorly absorbed from dietary sources (Formica & Regelson, 1995).

These compounds serve as potent antioxidants, playing a pivotal role in shielding against cardiovascular diseases by mitigating the oxidation of low-density lipoproteins. Fruits, vegetables, and herbal teas are rich sources of flavonoids, making them integral components of our diet. On average, daily flavonoid intake reaches several hundred milligrams, with over 4000 naturally occurring flavonoids identified to date (Ghosh et al., 2015). The flavonoid content of this fruit is also quite high, as seen in Table 4. Accordingly, the total flavonoid content of the plant extracts was calculated as 43.50  $\mu\text{g QE/mg extract}$  for WESS and 43  $\mu\text{g QE/mg extract}$  for EESS. This amount is quite high for antioxidant plants. It is thought that its effectiveness in other antioxidant results is due to its high flavonoid content.

## CONCLUSION

In recent years, the antioxidant properties of many fruits, plants and purified substances have been investigated by different experiments. In this study, which was carried out to support antioxidant foods, it was determined that the highland mountain ash showed an average antioxidant property. Although there are plants and fruits with much better antioxidant properties in the current situation, it was considered appropriate to be used in the food industry if preferred. Its slightly sour taste and red color make it attractive for use in red fruit juices such as sour cherry. However, like all antioxidants, it needs to be tested, although it may have synergistic or antisnergistic properties in food. Although there is not much information about the antioxidant capacity of the *Sorbus subfusca*, it is important to investigate its vitamin, mineral and other properties.

## ACKNOWLEDGEMENTS

This study was studied as a master's thesis at Gümüşhane University

## Conflict of Interest

The authors declare no conflict of interest.

## Author's Contributions

The authors declare that they have contributed equally to the article

## REFERENCES

- Akkemik, Ü. (2018). Natural-exotic trees and bushes of Türkiye. General Directorate of Forestry Publications, *Ankara*, 684.
- Apak, R., Calokerinos, A., Gorinstein, S., Segundo, M. A., Hibbert, D. B., Gülçin, İ., . . . Çelik, S. E. (2022). Methods to evaluate the scavenging activity of antioxidants toward reactive oxygen and nitrogen species (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*, 94(1), 87-144.

- Ekin, H. N., Gokbulut, A., Aydin, Z. U., Donmez, A. A., & Orhan, I. E. (2016). Insight into anticholinesterase and antioxidant potential of thirty-four Rosaceae samples and phenolic characterization of the active extracts by HPLC. *Industrial Crops and Products*, 91, 104-113.
- Göçer, H., Akıncıoğlu, A., Öztaşkın, N., Göksu, S., & Gülçin, İ. (2013). Synthesis, Antioxidant, and antiacetylcholinesterase activities of sulfonamide derivatives of dopamine-related compounds. *Archiv der Pharmazie*, 346(11), 783-792.
- Gökşin, A. (1982). Research on the Distribution and Some Important Morphological and Anatomical Characteristics of Rowan (*Sorbus* L.) Taxa Growing Naturally in Türkiye. *Forestry Research Institute Publications, Technical Bulletin*, 120, 84.
- Gulcin, İ. (2020). Antioxidants and antioxidant methods: An updated overview. *Archives of Toxicology*, 94(3), 651-715.
- Gülçin, İ. (2012). Antioxidant activity of food constituents: an overview. *Archives of Toxicology*, 86(3), 345-391.
- Gülçin, İ., Topal, F., Çakmakçı, R., Bilsel, M., Gören, A. C., & Erdogan, U. (2011). Pomological features, nutritional quality, polyphenol content analysis, and antioxidant properties of domesticated and 3 wild ecotype forms of raspberries (*Rubus idaeus* L.). *Journal of Food Science*, 76(4), C585-C593.
- Gültekin, H., Gülcü, S., Çelik, S., Gürlevik, N., & Öztürk, G. (2007). Katlama Sürelerinin Üvez (*Sorbus* L.) Tohumlarının Çimlenmesi Üzerine Etkisi. *Turkish Journal of Forestry*, 8(2), 42-50.
- Han, H., Yılmaz, H., & Gülçin, I. (2018). Antioxidant activity of flaxseed (*Linum usitatissimum* L.) shell and analysis of its polyphenol contents by LC-MS/MS. *Records of Natural Products*, 12(4), 397-402.
- Hendek Ertop, M., & Öztürk Sarıkaya, S. B. (2017). The Relations Between Hydroxymethylfurfural Content, Antioxidant Activity and Colorimetric Properties of Various Bakery Products. *The Journal of Food*, 42(6).
- Kalın, R., Koksall, Z., Kalin, P., Karaman, M., Gulcin, İ., & Ozdemir, H. (2020). In vitro effects of standard antioxidants on lactoperoxidase enzyme-A molecular docking approach. *Journal of Biochemical and Molecular Toxicology*, 34(1), e22421.
- Kalkman, C. (2004). *Rosaceae Flowering Plants-Dicotyledons* (pp. 343-386): Springer.
- Mutlu, M., Bingol, Z., Uc, E. M., Köksal, E., Goren, A. C., Alwasel, S. H., & Gulcin, İ. (2023). Comprehensive Metabolite Profiling of Cinnamon (*Cinnamomum zeylanicum*) Leaf Oil Using LC-HR/MS, GC/MS, and GC-FID: Determination of Antiglaucoma, Antioxidant, Anticholinergic, and Antidiabetic Profiles. *Life*, 13(1), 136.
- Oyaizu, M. (1986). Studies on products of browning reaction antioxidative activities of products of browning reaction prepared from glucosamine. *The Japanese Journal of Nutrition and Dietetics*, 44(6), 307-315.
- Özaslan, M. S., Sağlamtaş, R., Demir, Y., Genç, Y., Saraçoğlu, İ., & Gülçin, İ. (2022). Isolation of Some Phenolic Compounds from *Plantago subulata* L. and Determination of Their Antidiabetic, Anticholinesterase, Antiepileptic and Antioxidant Activity. *Chemistry & Biodiversity*, 19(8), e202200280.
- Özler, E., Topal, F., Topal, M., & Öztürk Sarıkaya, S. B. (2023). LC-HRMS Profiling and Phenolic Content, Cholinesterase, and Antioxidant Activities of *Terminalia citrina*. *Chemistry & Biodiversity*, 20(6), e202201250.
- Sarıkaya, S., & Gülçin, I. (2013). Radical scavenging and antioxidant capacity of serotonin. *Current Bioactive Compounds*, 9(2), 143-152.

- Topal, F. (2019a). Anticholinergic and antidiabetic effects of isoeugenol from clove (*Eugenia caryophyllata*) oil. *International Journal of Food Properties*, 22(1), 583-592.
- Topal, F. (2019b). Inhibition profiles of Voriconazole against acetylcholinesterase,  $\alpha$ -glycosidase, and human carbonic anhydrase I and II isoenzymes. *Journal of Biochemical and Molecular Toxicology*, 33(10), e22385.
- Topal, M. (2019). The inhibition profile of sesamol against  $\alpha$ -glycosidase and acetylcholinesterase enzymes. *International Journal of Food Properties*, 22(1), 1527-1535.
- Topal, M. (2020). Secondary metabolites of ethanol extracts of pinus sylvestris cones from eastern anatolia and their antioxidant, cholinesterase and  $\alpha$ -glucosidase activities. *Records of Natural Products*, 14, 129-138.
- Topal, M., & Gülçin, İ. (2022). Evaluation of the in vitro antioxidant, antidiabetic and anticholinergic properties of rosmarinic acid from rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.). *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology*, 43, 102417.
- Topal, M., Öztürk Sarıkaya, S. B., & Topal, F. (2021). Determination of *Angelica archangelica*'s Antioxidant Capacity and Mineral Content. *ChemistrySelect*, 6(31), 7976-7980.
- Topal, M., Öztürk Sarıkaya, S. B., & Topal, F. (2021). COVID 19: The relationship among angiotensin-converting enzyme 2 (ACE 2), renin-angiotensin-aldosterone system (RAS), and chronic diseases. *KTO Karatay Üniversitesi Sağlık Bilimleri Dergisi*, 2(2), 61-72.
- Türkan, F., Huyut, Z., Basbugan, Y., & Gülçin, İ. (2020). Influence of some  $\beta$ -lactam drugs on selected antioxidant enzyme and lipid peroxidation levels in different rat tissues. *Drug and Chemical Toxicology*, 43(1), 27-36.
- Türkeş, C. (2019). Investigation of potential paraoxonase-I inhibitors by kinetic and molecular docking studies: chemotherapeutic drugs. *Protein and Peptide Letters*, 26(6), 392-402.
- Yen, G.-C., & Chen, H.-Y. (1995). Antioxidant activity of various tea extracts in relation to their antimutagenicity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 43(1), 27-32.
- Zehiroglu, C., & Ozturk Sarikaya, S. B. (2019). The importance of antioxidants and place in today's scientific and technological studies. *Journal of Food Science and Technology*, 56(11), 4757-4774.

**To Cite:** Yumak, T. & Sinağ, A. (2024). Chemical and Combustion Characteristics of Hydrochars Obtained from Various Biomasses by Hydrothermal Carbonization. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1209-1217.

## Chemical and Combustion Characteristics of Hydrochars Obtained from Various Biomasses by Hydrothermal Carbonization

Tuğrul YUMAK<sup>1\*</sup>, Ali SINAĞ<sup>2</sup>

### **Highlights:**

- Waste biomasses were subjected to hydrothermal carbonization.
- Hydrochars have higher HHV compared to lignite and raw biomass.
- Hydrochars can be assessed as an effective and environmentally friendly solid fuels.

### **ABSTRACT:**

In this work, various waste biomasses were subjected to hydrothermal carbonization under mild conditions. The effect of operating temperature, duration time, and biomass-to-water ratio on the chemical and combustion characteristics of the hydrochars were determined. The results were compared to MKP Alpagut lignite to understand the future of hydrochars as an effective and environmentally friendly solid fuel. It was found that the temperature dominantly affects the yield and the chemical characteristics of the hydrochars compared to the duration time and biomass-to-water ratio for real biomasses. Hydrochars obtained from real biomasses showed higher combustion temperatures and slightly higher ignition temperatures. Moreover, the HHV of hydrochar is significantly higher than the MKP lignite and raw biomass. Our results prove that the hydrothermal carbonization process can be assessed as one of the best techniques for the thermochemical conversion of waste biomass into high-value-added valuable solid fuels.

### **Keywords:**

- Biomass
- Hydrochar
- Hydrothermal Carbonization
- Combustion Properties
- Solid Fuels

<sup>1</sup> Tuğrul YUMAK ([Orcid ID: 0000-0002-3688-3525](https://orcid.org/0000-0002-3688-3525)), Sinop University, Faculty of Arts and Science, Department of Chemistry, Sinop, Türkiye

<sup>2</sup> Ali SINAĞ ([Orcid ID: 0000-0002-1415-8576](https://orcid.org/0000-0002-1415-8576)), İstanbul Aydın University, Faculty of Engineering, Department of Food Engineering, İstanbul, Türkiye

\*Corresponding Author: Tuğrul YUMAK, e-mail: tyumak@sinop.edu.tr

This study was produced from Tuğrul Yumak's Ph.D. thesis.

## INTRODUCTION

Hydrothermal carbonization (HTC) is a type of thermochemical conversion processed under mild conditions compared to torrefaction, pyrolysis, or gasification for the treatment/pretreatment of high moisture-content biomass (Heidari et al., 2019). Water-submerged biomass is subjected to thermal treatment at a temperature range of 180–260°C in a closed system usually under an autogenous pressure (2-6 MPa) in HTC (Libra et al., 2011; Hoekman et al., 2012). After decades by the first report of HTC by Bergius in 1913, the process has gained much more attention not only for producing solid fuels or coal-like materials but also for synthesizing important chemicals and recovering liquid and gaseous fuels (Sinag et al., 2003; Kruse et al., 2013; Tekin et al., 2014; Kambo & Dutta, 2015). The exothermic process in HTC lowers the oxygen and hydrogen content via hydrolysis, dehydration, decarboxylation, polymerization, poly-condensation, and aromatization mechanisms (Funke & Ziegler, 2010; Pauline & Joseph, 2020). Besides owning the advantages of environmentally friendly, mild operating conditions, and easy controllable operating parameters, its ability to convert the wet feedstock at relatively high yields without prior dewatering and drying make HTC the most promising technique to produce hydrochar or bio-coal (Sharma et al., 2020). Hydrochar from waste biomass has significant advantages over fossil fuels (coal or lignite) such as being sustainable, carbon neutral and unlimited supply of waste carbon resources (Nizamuddin et al., 2017). Due to the high carbon content, high energy density, low fiber structure, and higher heating value (HHV), hydrochar has a high potential to be used as a solid fuel instead of coal. However, it should be noted that some other parameters such as ignition temperature, combustion temperature, and particle size are quite important from the point of fuel view.

Recent works focused on the effect of experimental parameters on the physicochemical and combustion parameters of hydrochar derived from such waste biomass, animal waste, agricultural wastes, and household wastes. Liang et al. have compared the combustion characteristics of forest waste-derived hydrochar and raw feedstock (Liang et al., 2022). They found that the HHV of the hydrochar obtained at 280°C is 1.46 times that of the raw material (Liang et al., 2022). Also, it is reported that an increase in the temperature led to an increase in the yield of gaseous and liquid products resulting in the decrease in the mass yield of hydrochar (Liang et al., 2022). Assis and Chirwa reported the fuel characteristics and combustion performance of hydrochars obtained from recycling paper mill wastes (Assis & Chirwa, 2023). They concluded that the increasing temperatures promoted dehydration and decarboxylation mechanism, leading to hydrochars with reduced H/C and O/C ratios, reducing the burnout temperature, thereby improving overall fuel properties (Assis & Chirwa, 2023). Rather than the temperature, Brachi et al. focused on the influence of other experimental parameters on the mass yields of solid, liquid, and gaseous products obtained from HTC and found that the water-to-feedstock ratio has a significant effect on the distribution between solid and liquid fractions (Brachi et al., 2017). In terms of the economy of the HTC process, reports indicate that hydrochar can replace conventional coal (Saari et al., 2016; Mazumder et al., 2022). It appears feasible to aim for a unit price of hydrochar that achieves a positive economic balance (breakeven selling price), enabling comparison with conventional coal prices (González-Arias et al., 2022).

In this work, the thermal and chemical properties of hydrochar obtained from waste biomasses via hydrothermal carbonization under mild conditions were investigated. Hazelnut shell and olive oil pomace were selected as real waste biomasses due to their annually huge waste potential as nearly 133000 t and 670000 t, respectively. The effect of the experimental parameters such as operating temperature, biomass-to-water ratio, and duration time, were discussed on the yield, thermal and

chemical properties of the obtained hydrochar. In addition, the obtained results were compared to Bursa-Mustafakemalpaşa Alpagut (MKP) lignite. As a result, it is determined that the hydrochar obtained from olive oil pomace and hazelnut shells had a higher upper calorific value and lower sulfur and mineral content than MKP lignite. Thus, it has been revealed that hazelnut shells and olive oil pomace can be used as environmentally friendly solid fuel sources.

## MATERIALS AND METHODS

Hazelnut shell (procured from Gürsoy Fındık, Ordu, Türkiye) (HS) and olive oil pomace (supplied from local producers in Muğla, Türkiye) (OP) were used as received without any processing except powdering.

The hydrothermal carbonization experiments were conducted in an SS316 stainless steel pressure reactor with an inner volume of 75 mL under different reaction conditions. The proper amount of biomass was dispersed in 40 mL of distilled water in each experiment and transferred into the reactor. The reactor was heated to the desired temperature and held at different reaction times under stirring. After the process, the hydrochar samples were collected by vacuum filtration, washed with distilled water, and dried in an oven at 80°C overnight. The samples were labeled as BiomassTemperature-Duration Time-Biomass-to-Water Ratio. For example, the label HS200-6-1:20 refers to the hydrochar sample obtained from hazelnut shell at 200°C for a duration of 6 hours and with a biomass-to-water ratio of 1:20.

Temperature (150°C -175°C -200°C), duration time (2-4-6 hours), and biomass-to-water ratio (1:10, 1:20, 1:50) as primary variables (Román et al., 2012) were examined on hydrochar yield. The effect of primary variables on the combustion characteristics were also investigated as well, and compared to MKP lignite.

The thermal characteristics of the hydrochars were investigated by TG-DT analysis (Setaram Labsys) at a temperature range of 25-800°C with a heating rate of 20°C/min under airflow. The real HHV of the hydrochars was obtained by a bomb calorimeter. The elemental composition (C, H, N, S, and O content) was determined by LECO, CHNS-932 elemental analyzer and the results were used to calculate the theoretical HHV by using the formula given somewhere else (Mahinpey et al., 2009).

## RESULTS AND DISCUSSION

### Effect of Primary Variables on the Hydrochar Yield

The solid product obtained by HTC can be classified into three groups: primary char, secondary char, and carbon nanoparticles (Titirici & Antonietti, 2009). Primary char refers to the solid phase deriving from the solid–solid conversion of biomass, while secondary char is the fraction forming via the condensation and polymerization of the dissolved organics in the liquid phase derived from the primary biomass (Nicolae et al., 2020). Regardless of this classification, the term “solid product” is used since the investigation of the thermal and combustion characteristics of the resultant hydrochars is aimed in this work.

Fig. 1 represents the change in the mass yield of synthesized hydrochars at 6 hours at a biomass-to-water ratio of 1:10 with the change in the temperature. The increase in the operating temperature led to a slight decrease in the mass yield of water-insoluble biomass-derived hydrochars.

The decrease in the mass yield is less sharp compared to cellulose (X. Lu et al., 2013; L. Wang et al., 2019) at the given temperature range. This is attributed to the presence of lignin, which may stabilize the cellulose, thus preventing the disruption of the crystalline structure at lower temperatures (Falco et al., 2011). In addition, the hemicellulose with the lowest thermal stability present in the real

biomass can be responsible for the lower mass yield compared to cellulose at lower temperatures. Since the total hemicellulose and organics content of olive oil pomace (%41.8) is higher than the hazelnut shell (%25.6), lower mass yields of hydrochar resulting from the faster decomposition of hemicellulose for olive oil pomace are as expected in Fig.1. As a result, it is obvious that the temperature has a significant effect on the mass yield of solid product obtained by HTC of biomasses.

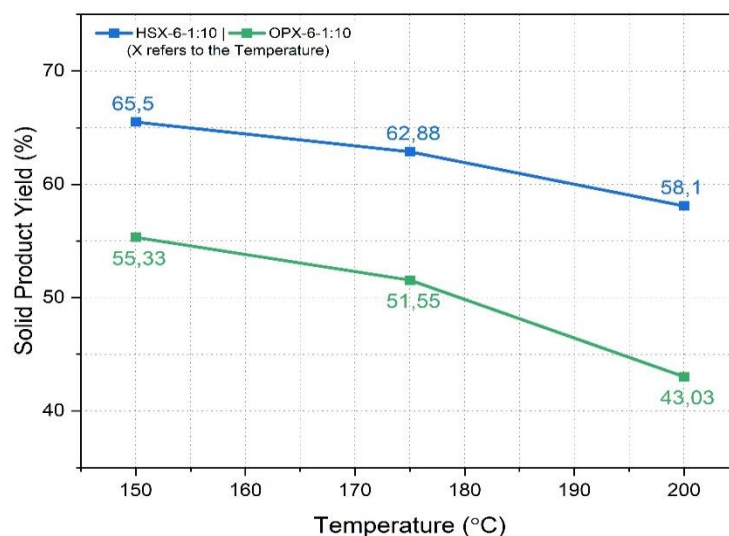


Figure 1. The Effect of Temperature on the Mass Yield of Hydrochars

The effect of duration time on the mass yield of hydrochars at 200°C at a biomass-to-water ratio of 1:10 can be seen Fig. 2. For the olive oil pomace derived hydrochars, the mass yield decreased with the increasing duration time. This may be a result of the increasing degradation rate of the raw biomass due to the increased heat transfer. It is also thought that the parameters selected in this work seems to be insufficient for the formation of secondary char formation. The mass yield change trend for hazelnut shell-derived samples closely mirrors that of glucose (Titirici et al. 2008). For the real biomass derived hydrochars, the data obtained at different temperatures reveal interesting results (Yumak, 2016). For this reason, again, it is seen that the temperature has dominantly affected the solid mass yield. Our results are in good match with the early reported data (X. Lu et al., 2013).

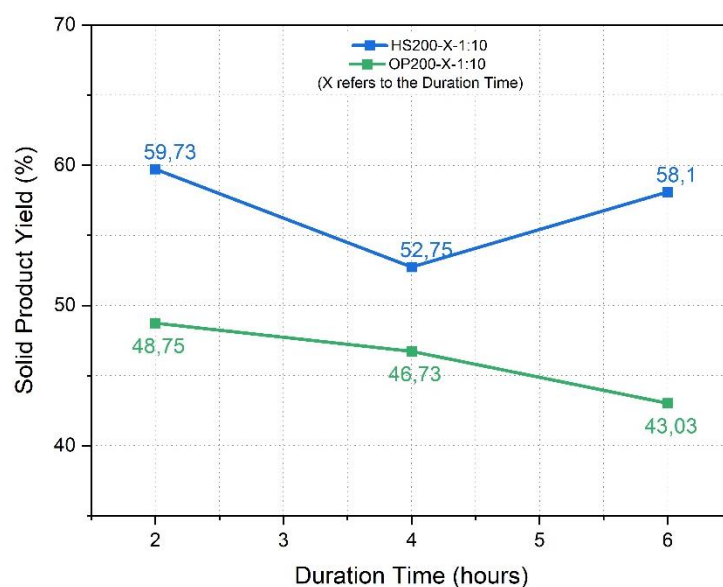


Figure 2. The Effect of Duration Time on the Mass Yield of Hydrochars

The impact of biomass-to-water ratio on the mass yield of hydrochars is depicted in Figure 3. Under the specified parameters, a decrease in mass yield was noted for the HTC of olive oil pomace. Conversely, heterogeneous changes were observed in hazelnut Shell samples. First, there's an increase step, followed by a decrease step, or vice versa trend was observed. (Yumak, 2016). Therefore, it can be said that the temperature, similar to the duration time, dominated the effect of biomass-to-water ratio.

Under the chosen experimental conditions, temperature stands as the sole independent parameter. However, the impact of duration time and biomass-to-water ratio on the resulting mass yield is significantly contingent upon temperature.

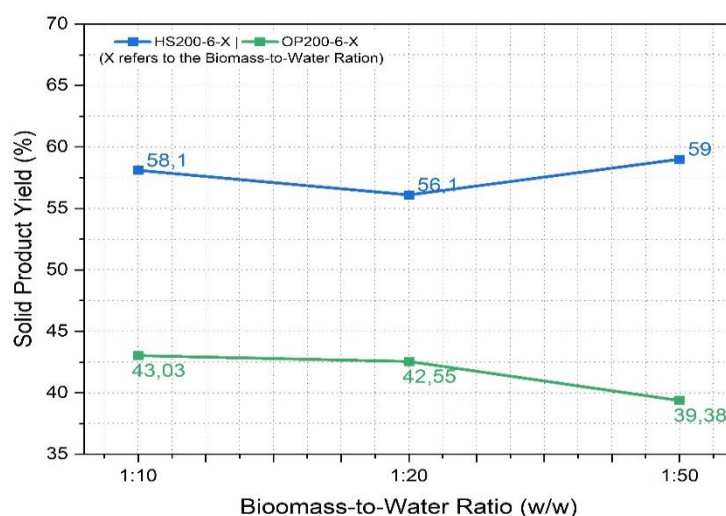


Figure 3. The Effect of Biomass-to-Water Ratio on the Mass Yield of Hydrochars

### Elemental composition and HHV of hydrochars

The ultimate analysis, calculated HHV and measured HHV of the raw materials, synthesized hydrochars, and MKP lignite are given in Table 1. HHV which is one of the most important parameters for the comparison of solid fuels were calculated by Eq.1 (Mahinpey et al., 2009) and determined by a bomb calorimeter in kJ/kg.

$$HHV(kJ/kg) = 1.87C^2 - 1.44C - 2802H + 63.8CH + 129N + 20147 \quad (1)$$

It is seen that the carbon and hydrogen contents of hydrochars are higher than both MKP lignite and the relevant raw material, while the oxygen content is less. For this reason, the calculated HHV of hydrochars are higher than MKP lignite and raw materials, as expected. No sulfur was detected in the hydrochars obtained from hazelnut shells and olive oil pomace; however, a trace amount of sulfur was found by XRF analysis (data not shown here) which is more sensitive than elemental analysis. More detailed data can be found elsewhere (Yumak, 2016). The sulfur content of hydrochars obtained from real biomass is considerably lower than MKP lignite. This reveals that biochars are much more environmentally friendly than lignite.

In addition, the increase in the temperature causes an increase in the carbon and hydrogen content and a decrease in the oxygen content resulting in an increase in the calculated HHV. However, it seems that the duration time and biomass/water ratio do not create a significant change in element content. It was determined that increasing the amount of biomass used did not have a significant effect on the carbon and hydrogen content but caused a decrease in the oxygen content.

Moreover, the measured HHV of hydrochars obtained from real biomass was significantly higher than the calculated HHV. This can be explained by the fact that the structure of the real biomass is



disrupted with the HTC process, the percentage of carbon content increases through dehydration and decarboxylation steps, and a more homogeneous structure occurs. At the same time, the increase in the amount of fixed carbon with the HTC process indicates that an increase in the measured HHV is expected. As the temperature increases, the measured HHV of hydrochars obtained from hazelnut shells and olive oil pomace increases. The increase in hydrochars obtained from hazelnut shells is higher than those of olive oil pomace that can be attributed to carbon content of biochars. The measured HHV of hydrochars is also considerably higher than MKP lignite. This is attributed to the lower moisture and ash content, higher carbon, and hydrogen of hydrochars compared to MKP lignite.

**Table 1.** Ultimate Analysis (% content of C, H, N, S, and O), and the Heating Values of the Hydrochars

| Sample           | C     | H    | N    | S    | O*    | HHV <sup>c</sup> | HHV <sup>m</sup> |
|------------------|-------|------|------|------|-------|------------------|------------------|
| MKP lignite      | 42.96 | 3.00 | 1.13 | 2.70 | 11.92 | 17374.27         | 15850            |
| Hazelnut Shell   | 49.96 | 6.13 | 1.64 | 0.06 | 42.21 | 20194.64         | 19220            |
| HS200-4-1:20     | 54.67 | 5.56 | 0.86 | 0.00 | 38.91 | 21788.39         | 27490            |
| HS175-4-1:20     | 54.22 | 5.89 | 1.01 | 0.00 | 38.88 | 21838.17         | nd               |
| HS150-4-1:20     | 52.29 | 5.26 | 1.12 | 0.00 | 41.33 | 20684.13         | 24120            |
| HS200-6-1:20     | 55.38 | 5.19 | 1.00 | 0.00 | 38.43 | 21831.62         | nd               |
| HS200-2-1:20     | 55.03 | 5.31 | 1.05 | 0.00 | 38.61 | 21785.39         | 24882            |
| HS200-6-1:50     | 54.69 | 5.14 | 0.88 | 0.00 | 39.29 | 21510.64         | nd               |
| Olive oil pomace | 46.02 | 4.96 | 1.78 | 0.07 | 47.17 | 18375.12         | 19800            |
| OP200-6-1:10     | 56.29 | 5.68 | 1.75 | 0.00 | 36.28 | 22675.44         | 23961            |
| OP175-6-1:10     | 54.00 | 6.14 | 1.63 | 0.00 | 38.23 | 21983.44         | 23613            |
| OP150-6-1:10     | 50.24 | 6.04 | 1.65 | 0.00 | 42.07 | 20281.28         | nd               |
| OP200-2-1:10     | 54.80 | 5.89 | 1.60 | 0.00 | 37.71 | 22166.96         | 23582            |
| OP200-6-1:50     | 51.41 | 5.77 | 1.18 | 0.00 | 41.64 | 20596.39         | nd               |

O\*: Oxygen content is calculated from the difference; HHV<sup>c</sup>: Calculated HHV from the elemental analysis results; HHV<sup>m</sup>: Measured by bomb calorimeter; nd: Not determined

### Proximate analysis and combustion characteristics of hydrochars

The proximate analysis, and combustion characteristics of hydrochars are presented in Table 2. The combustion characteristics of the hydrochars are determined by Thermogravimetric analysis (TGA) data as explained somewhere else (C. Wang et al., 2009; J. J. Lu & Chen, 2015).

For the hydrochars obtained from hazelnut shells, the moisture content is higher compared to hazelnut shells themselves. However, as the temperature increases, the moisture content of the resulting hydrochars significantly decreases, reaching a lower value compared to MKP lignite. Similarly, an increase in the temperature leads to an increase in volatile matter content and a decrease in fixed carbon content. Additionally, the temperature increase also results in an increase in ignition temperature. As the amount of biomass used decreases, the moisture content, volatile matter content, and ignition temperature of the resulting hydrochar decrease, while the fixed carbon content and combustion temperature increase. The olive oil pomace derived hydrochars have significantly lower moisture content compared to both MKP lignite and raw olive oil pomace itself. An increase in the temperature did not show a consistent effect on volatile and fixed carbon content, the hydrochars obtained at 175°C exhibit the highest fixed carbon content and combustion temperature. It is observed that an increase in duration time led to an increase in moisture content, and a decrease in fixed carbon content and ignition temperature.

Having slower reaction times between gas and solid phases compared to gas-gas phases, high content of fixed carbon is preferred for achieving a longer-lasting combustion. From the Table 2, it is seen that the HTC process for waste biomasses results in a significant increase in the fixed carbon content. Also, considering the high ash content (~15-20%) of MKP lignite and the considerably low

ash content of hydrochars, it is obvious that the hydrochars represent much better solid fuel properties. The ignition temperature, defined as the temperature necessary to provide the activation energy for combustion, is proximate to MKP lignite for hydrochars derived from hazelnut shells, surpassing MKP lignite for hydrochars derived from olive oil pomace. A low ignition temperature is preferred for easier combustion from the perspective of application and combustion process design. A low ignition temperature indicates that solid fuels are more active.

**Table 2.** Proximate Analysis and Combustion Characteristics of Hydrochars

| Sample           | Moisture content % | Volatile matter% | Ash + Fixed Carbon % | Ignition Temperature (°C) | Combustion Temperature (°C) |
|------------------|--------------------|------------------|----------------------|---------------------------|-----------------------------|
| MKP lignite      | 8.16               | 24.05            | 67.79                | 256                       | 509+                        |
| Hazelnut shell   | 5.06               | 68.46            | 26.48                | 245                       | 514                         |
| HS200-2-1:20     | 7.89               | 59.47            | 51.58                | 257                       | 480                         |
| HS200-4-1:20     | 7.33               | 32.67            | 60.00                | 271                       | 503                         |
| HS175-4-1:20     | 8.35               | 29.95            | 62.70                | 264                       | 628                         |
| HS150-4-1:20     | 8.82               | 24.45            | 66.73                | 255                       | 571                         |
| HS200-6-1:20     | 8.47               | 31.14            | 60.39                | 267                       | 541                         |
| HS200-6-1:50     | 6.31               | 26.49            | 67.20                | 234                       | 550                         |
| Olive oil pomace | 9.22               | 45.3             | 45.48                | 238                       | 626                         |
| OP200-2-1:10     | 4.64               | 34.28            | 61.08                | 286                       | 381+                        |
| OP200-6-1:10     | 5.66               | 41.48            | 52.86                | 261                       | 554                         |
| OP175-6-1:10     | 5.41               | 34.09            | 60.50                | 290                       | 570                         |
| OP150-6-1:10     | 6.25               | 41.93            | 51.82                | 267                       | 532                         |
| OP200-6-1:50     | 4.14               | 30.68            | 65.18                | 278                       | 368+                        |

## CONCLUSION

Hydrothermal carbonization was successfully applied to the waste biomasses. The effect of primary experimental variables such as temperature, duration time, and biomass/water ratio were discussed on the yield, chemical composition, and combustion characteristics of the obtained solid products as fuel. The results were compared to MKP Alpagut lignite to understand the future of hydrochars as an effective and environmentally friendly solid fuels. It is found that the process temperature dominantly affects the yield and the chemical characteristics of the hydrochars compared to the duration time and biomass-to-water ratio. Therefore, it is thought that the reaction steps are determined and controlled by the temperature for real biomasses. HTC process led to an increase in the carbon and hydrogen content resulting in higher HHV compared to MKP lignite. Also, lower ignition temperature and higher combustion temperature of hydrochars were found indicating that the HTC process is one of the best techniques for thermochemical conversion of waste biomass into high value added valuable solid fuels. It is considered that the synthesis of sulfur-free and high-calorific-value hydrochars from waste biomasses through HTC process will be an important application area for meeting future energy needs, especially for urban and industrial purposes. Therefore, future works should be focus on the economic feasibility of the HTC process.

## Conflict of Interest

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

## Author's Contributions

The authors confirm contribution to the paper as follows: study conception and design: AS, TY; data collection: TY; analysis and interpretation of results: TY, AS; draft manuscript preparation: TY; supervision: AS. All authors reviewed the results and approved the final version of the manuscript.

## REFERENCES

- Assis, E. I. N. C., & Chirwa, E. M. N. (2023). Fuel properties and combustion performance of hydrochars prepared by hydrothermal carbonization of different recycling paper mill wastes. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 101(3), 1123–1137. <https://doi.org/10.1002/CJCE.24708>
- Brachi, P., Miccio, F., Ruoppolo, G., & Miccio, M. (2017). Pressurized steam torrefaction of biomass: Focus on solid, liquid, and gas phase distributions. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 56(42), 12163–12173. [https://doi.org/10.1021/ACS.IECR.7B02845/ASSET/IMAGES/MEDIUM/IE-2017-02845P\\_0015.GIF](https://doi.org/10.1021/ACS.IECR.7B02845/ASSET/IMAGES/MEDIUM/IE-2017-02845P_0015.GIF)
- Falco, C., Baccile, N., & Titirici, M. M. (2011). Morphological and structural differences between glucose, cellulose and lignocellulosic biomass derived hydrothermal carbons. *Green Chemistry*, 13(11), 3273–3281. <https://doi.org/10.1039/C1GC15742F>
- Funke, A., & Ziegler, F. (2010). Hydrothermal carbonization of biomass: A summary and discussion of chemical mechanisms for process engineering. *Biofuels, Bioproducts and Biorefining*, 4(2), 160–177. <https://doi.org/10.1002/BBB.198>
- González-Arias, J., Sánchez, M. E., Cara-Jiménez, J., Baena-Moreno, F. M., & Zhang, Z. (2022). Hydrothermal carbonization of biomass and waste: A review. *Environmental Chemistry Letters*, 20(1), 211–221. <https://doi.org/10.1007/S10311-021-01311-X/TABLES/2>
- Heidari, M., Dutta, A., Acharya, B., & Mahmud, S. (2019). A review of the current knowledge and challenges of hydrothermal carbonization for biomass conversion. *Journal of the Energy Institute*, 92(6), 1779–1799. <https://doi.org/10.1016/J.JOEL.2018.12.003>
- Hoekman, S. K., Broch, A., Robbins, C., Zielinska, B., & Felix, L. (2012). Hydrothermal carbonization (HTC) of selected woody and herbaceous biomass feedstocks. *Biomass Conversion and Biorefinery* 2012 3:2, 3(2), 113–126. <https://doi.org/10.1007/S13399-012-0066-Y>
- Kambo, H. S., & Dutta, A. (2015). A comparative review of biochar and hydrochar in terms of production, physico-chemical properties and applications. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 45, 359–378. <https://doi.org/10.1016/J.RSER.2015.01.050>
- Kruse, A., Funke, A., & Titirici, M. M. (2013). Hydrothermal conversion of biomass to fuels and energetic materials. *Current Opinion in Chemical Biology*, 17(3), 515–521. <https://doi.org/10.1016/J.CBPA.2013.05.004>
- Liang, W., Wang, G., Xu, R., Ning, X., Zhang, J., Guo, X., Ye, L., Li, J., Jiang, C., Wang, P., Wang, C. (2022). Hydrothermal carbonization of forest waste into solid fuel: Mechanism and combustion behavior. *Energy*, 246, 123343. <https://doi.org/10.1016/J.ENERGY.2022.123343>
- Libra, J. A., Ro, K. S., Kammann, C., Funke, A., Berge, N. D., Neubauer, Y., Titirici, M.M., Fühner, O.B., Kern, J., Emmerich, K. H. (2011). Hydrothermal carbonization of biomass residuals: a comparative review of the chemistry, processes and applications of wet and dry pyrolysis. *Biofuels*, 2(1), 71–106. <https://doi.org/10.4155/BFS.10.81>
- Lu, J. J., & Chen, W. H. (2015). Investigation on the ignition and burnout temperatures of bamboo and sugarcane bagasse by thermogravimetric analysis. *Applied Energy*, 160, 49–57. <https://doi.org/10.1016/J.APENERGY.2015.09.026>
- Mahinpey, N., Murugan, P., Mani, T., & Raina, R. (2009). Analysis of Bio-Oil, Biogas, and Biochar from Pressurized Pyrolysis of Wheat Straw Using a Tubular Reactor. *Energy and Fuels*, 23(5), 2736–2742. <https://doi.org/10.1021/EF8010959>
- Mazumder, S., Saha, P., McGaughy, K., Saba, A., & Reza, M. T. (2022). Technoeconomic analysis of co-hydrothermal carbonization of coal waste and food waste. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 12(1), 39–49. <https://doi.org/10.1007/S13399-020-00817-8/FIGURES/3>

- Nicolae, S. A., Au, H., Modugno, P., Luo, H., Szego, A. E., Qiao, M., Li, L., Yin, W., Heeres, H.J., Berge, N., Titirici, M. M. (2020). Recent advances in hydrothermal carbonisation: from tailored carbon materials and biochemicals to applications and bioenergy. *Green Chemistry*, 22(15), 4747–4800. <https://doi.org/10.1039/D0GC00998A>
- Nizamuddin, S., Baloch, H. A., Griffin, G. J., Mubarak, N. M., Bhutto, A. W., Abro, R., Mazari, S.A., Ali, B. S. (2017). An overview of effect of process parameters on hydrothermal carbonization of biomass. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 73, 1289–1299. <https://doi.org/10.1016/J.RSER.2016.12.122>
- Pauline, A. L., & Joseph, K. (2020). Hydrothermal carbonization of organic wastes to carbonaceous solid fuel – A review of mechanisms and process parameters. *Fuel*, 279, 118472. <https://doi.org/10.1016/J.FUEL.2020.118472>
- Román, S., Nabais, J. M. V., Laginhas, C., Ledesma, B., & González, J. F. (2012). Hydrothermal carbonization as an effective way of densifying the energy content of biomass. *Fuel Processing Technology*, 103, 78–83. <https://doi.org/10.1016/J.FUPROC.2011.11.009>
- Saari, J., Sermiyagina, E., Kaikko, J., Vakkilainen, E., & Sergeev, V. (2016). Integration of hydrothermal carbonization and a CHP plant: Part 2 –operational and economic analysis. *Energy*, 113, 574–585. <https://doi.org/10.1016/J.ENERGY.2016.06.102>
- Sharma, H. B., Sarmah, A. K., & Dubey, B. (2020). Hydrothermal carbonization of renewable waste biomass for solid biofuel production: A discussion on process mechanism, the influence of process parameters, environmental performance and fuel properties of hydrochar. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 123, 109761. <https://doi.org/10.1016/J.RSER.2020.109761>
- Sinag, A., Kruse, A., & Schwarzkopf, V. (2003). Key Compounds of the Hydrothermal Carbonization of Glucose in Supercritical Water in the Presence of K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 42(15), 3516–3521. <https://doi.org/10.1021/IE030079R>
- Tekin, K., Karagöz, S., & Bektaş, S. (2014). A review of hydrothermal biomass processing. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 40, 673–687. <https://doi.org/10.1016/J.RSER.2014.07.216>
- Titirici, M. M., & Antonietti, M. (2009). Chemistry and materials options of sustainable carbon materials made by hydrothermal carbonization. *Chemical Society Reviews*, 39(1), 103–116. <https://doi.org/10.1039/B819318P>
- Titirici, M. M., Antonietti, M., & Baccile, N. (2008). Hydrothermal carbon from biomass: a comparison of the local structure from poly- to monosaccharides and pentoses/hexoses. *Green Chemistry*, 10(11), 1204–1212. <https://doi.org/10.1039/B807009A>
- Wang, C., Wang, F., Yang, Q., & Liang, R. (2009). Thermogravimetric studies of the behavior of wheat straw with added coal during combustion. *Biomass and Bioenergy*, 33(1), 50–56. <https://doi.org/10.1016/J.BIOMBIOE.2008.04.013>
- Wang, L., Chang, Y., & Li, A. (2019). Hydrothermal carbonization for energy-efficient processing of sewage sludge: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 108, 423–440. <https://doi.org/10.1016/J.RSER.2019.04.011>
- Yumak, T. (2016). *Çeşitli Biyokütlelerden Hidrotermal Karbonizasyon Yöntemi ile Biyokömür Eldesi ve Karakterizasyonu* (Doktora Tezi). Ankara Üniversitesi, Ankara.

**To Cite:** Canpolat, M. (2024). Effectively Removing Methyl Orange From Aqueous Solutions Using Sulphuric Acid Modified Midyat Stone. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1218-1227.

## Effectively Removing Methyl Orange From Aqueous Solutions Using Sulphuric Acid Modified Midyat Stone

Mutlu CANPOLAT

### **Highlights:**

- Physical Chemistry
- Purification of wastewater
- Dye Removal

### **Keywords:**

- Modified Midyat stone
- Adsorption
- Methyl orange
- Kinetic models
- Isotherm models

### **ABSTRACT:**

In this research, the efficiency of Midyat stone modified with sulphuric acid ( $H_2SO_4$ ) in the removal of Methyl Orange (MO) from wastewater is evaluated. Various factors such as contact time, initial MO concentration, and adsorbent dosage were investigated to understand their influence on adsorption efficiency. The optimal conditions for MO removal were as follows: initial concentration 300 mg/L, contact time 70 min, adsorbent dosage 0.5 g. The surface properties of modified Midyat stone (MMS) were investigated using methods such as Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) and Brunauer, Emmett, and Teller (BET). According to the findings, the isotherm data agreed with the Langmuir isotherm model, indicating both chemical sorption and irreversibility potential. The adsorption capacity of MO at 298, 308 and 318 K was calculated to be 50.02, 54.05 and 58.48 mg/g, respectively. In addition, adsorption kinetics data supported the pseudo-second-order (PSO) kinetic model for MO removal. The research identified MMS as a capable and adaptable substance for capturing MO ions from the aqueous environment due to its significant removal capacity, easy availability, and cost-effectiveness.

<sup>1</sup>Mutlu CANPOLAT ([Orcid ID: 0000-0002-3771-6737](https://orcid.org/0000-0002-3771-6737)), Department of Chemistry and Chemical Processing Technologies, Vocational School of Technical Sciences, Batman University, Batman, Türkiye

\*Corresponding Author: Mutlu CANPOLAT, e-mail: mutlu.canpolat@batman.edu.tr

## INTRODUCTION

Natural resources are rapidly depleting due to rapid developments in industry, urbanization, and population growth. As a result of this loss of resources, the quality of air and water deteriorates. Activities such as textile production, drug production, heavy metal use, and fertilization cause pollution of water resources. These pollutants pose significant threats to both the environment and human health (Ekinici, 2023; Pandey and Ramontja, 2016; Iwuzor et al., 2021; Liu et al., 2020). Under anaerobic conditions, dyes can emit toxic and carcinogenic metabolites. Physical and chemical treatment methods can be used to prevent dye pollution in the water environment; however, these methods are costly, and some of them may cause sludge production (Saygılı et al., 2015; Hasanbeigi and Price, 2015; Zhul-quarantine et al., 2018; Onat and Ekinici, 2024). Alternative methods are required to remove the color of the wastewater. The treatment of pollutants in aqueous media is a well-known and influential process; in-depth research in this field continues. Methyl orange is an azo colorant with the chemical formula  $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$  and is widely used as an acid-base indicator. It gives red color in acidic medium and yellow color in basic medium. Due to these properties, it is used in titration and chemical analyses. However, methyl rhodamine can be found in industrial wastes and can harm to the environment. It can cause toxicity in aquatic ecosystems, negatively affect biodiversity and cause colouration of water resources. Global efforts are underway to combat MO pollution, which is an urgent problem among environmental issues. For these reasons, the adsorption of MO from wastewater is of great importance. Several approaches have been created to combat the removal of colorants. Comparatively, adsorption has proven to be a more practical and advantageous method due to its effectiveness and cost-effectiveness in removing dyes (Güzel et al., 2015; Tural et al., 2017; Tamjidi et al. 2019; Ren et al. 2017). Researchers have looked into using different adsorbents to extract colors from wastewater (Zhul-quarnain et al., 2018; Tural et al., 2017; Kaushal et al. 2020). Utilizing different physical-chemical reactions, each adsorbent exhibits selectivity for specific dyes. There is a continuous search for new adsorbents that can reduce the concentration of dyes such as MO in aqueous solutions to permissible limits.

In recent years, the use of industrial wastes in the removal of dyestuffs has attracted great interest, primarily because of their affordability and minimal secondary waste production. Materials with  $CaCO_3$  in their composition have the capacity to adsorb dyes (Canpolat, 2023; Teğın et al. 2023; Onursal et al. 2020). However, calcite in calcareous soils acts as an effective adsorbent for dyestuff ions and contributes positively to environmental metal removal processes (Altunkaynak, 2022; Kahvecioğlu et al. 2023). The build-up of stone fragments is a serious environmental issue for stone processing facilities, which continue to grow and increase their production capacity in line with the industry's growth, and increasing demand (Bakalár et al. 2023). Midyat stone, a whitish-yellow limestone variety, stands out for its easy cutting, drilling, carving and shaping. This natural quality makes it a popular choice for construction materials in the region's architectural projects, capitalizing on the stone's attractive properties.

This study examines the modification of effective Midyat stone (MMS) using sulfuric acid ( $H_2SO_4$ ) and its subsequent application as an adsorbent to remove MO dye from wastewater. The research focuses on evaluating various parameters that influence the efficiency of MO removal, including the starting dye amount, temperature, interaction time, and dosage of adsorbent. Additionally, the study assesses the adsorption process's kinetics and isotherms, ultimately determining the adsorption capacity of the modified Midyat stone (MMS).

## MATERIALS AND METHODS

The Midyat Stone (MS), employed as an adsorbent in this investigation, came from quarries in the Midyat district of Mardin's Barış Tepe area. The stone pieces were first crushed in a jaw crusher, then ground in a ball mill and sieved to reduce the particle size below 75 microns. To prepare the modified Midyat stone, 10 g MS was first dissolved in 50 mL aqueous solution containing 1 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. After that, the mixture was agitated at room temperature for 24 hours. After the agitation, centrifugation was used to remove the modified Midyat stone (MMS) components from the mixture. The separated MMS was repeatedly purged with distilled water until the pH of the purged solution reached seven to guarantee the removal of residual acid and other contaminants. After final drying at 105°C, the MMS product was used in adsorption experiments.

A concentration of 1000 mg/L was prepared to create the MO stock solution for the adsorption investigation. The resulting stock solution was then used to produce the lower concentration MO solutions required for the investigation. Every adsorption study was carried out with freshly prepared dilutions. All chemicals used in the research were obtained from Sigma-Aldrich.

### Adsorbent Description

Midyat stone's functional groups' binding behavior was examined using FTIR spectroscopy. Low temperature N<sub>2</sub> sorption measurements were used to calculate the specific surface area using BET analysis.

### Adsorption study

Adsorption studies were conducted using 250 mL conical flasks with 100 rpm swirling. MO concentrations ranged from 50 to 500 mg/L. Subsequently, the bottles were agitated in a shaker equipped with time and temperature controls. After the combination had had time to acclimate, it was centrifuged. The amount of remaining unadsorbed MO was determined using UV-Vis Spectroscopy (Shimadzu-1900 model). The initial MO ion concentration and contact time were considered while calculating the optimal parameters for adsorption studies. The quantity of adsorbed MO ions was determined using equation (1) (Canpolat et al., 2023; Lima et al., 2020).

$$q_e = \frac{C_i - C_e}{W} V \quad (1)$$

Where C<sub>i</sub> and C<sub>e</sub> (mg/L) denote the starting and equilibrium concentrations of MO, the MO solution's volume is indicated by V (L), while the MMS's mass is indicated by W (g).

## RESULTS AND DISCUSSION

### FT-IR Analysis

Figure 1 displays the FTIR spectra of MS, MMS, and MMS-MO. The FTIR spectrum of MS was determined in our previous studies (Canpolat, 2023). In the FTIR spectrum of MS; 1415 1/cm out-of-plane stretching, 875 1/cm asymmetric stretching (degenerate) vibration bands and 726 1/cm plane bending (double degenerate) vibration bands prove the existence of the calcite. The positions and intensities of the peaks of these groups changed slightly after modification (1440, 878 and 722 1/cm) and after MMS and MO adsorption (1440, 878 and 722 1/cm).

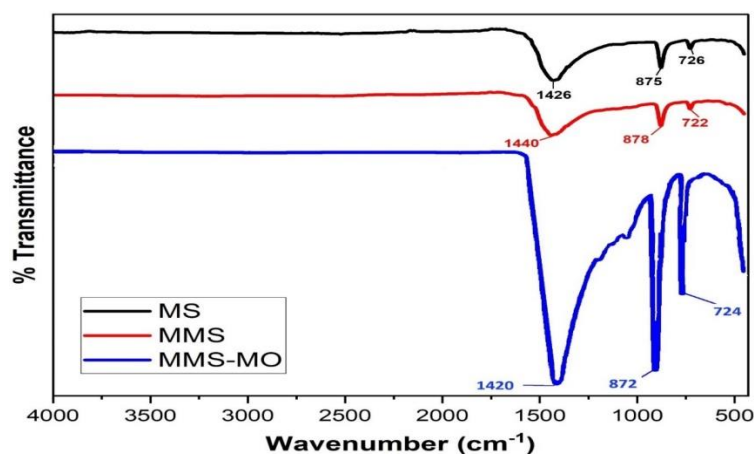


Figure 1. FTIR Spectra of MS, MMS and MMS-MO (after adsorption)

### The impact of starting concentration

The solution's starting concentration has a significant impact on the adsorption process. In this investigation, potential changes in adsorption rates with adsorption time and initial concentration are indicated by kinetic parameters. To study this effect, solutions containing MO (from 50 to 500 mg/L) were prepared in volumes of 25 mL. These solutions were then combined with 0.5 g MMS and shaken for 120 minutes at 298, 308, and 318 K temperatures on a shaker. The amount of MO remaining in the solution after adsorption was then measured using a UV spectrophotometer. Every measure was made three times on the same or different days to ensure consistency. The resulting data averages were used for calculations. Figure 2 shows the correlation between the starting concentration and the removal of MO from wastewater by MMS. It was observed that as the MO concentration increased, the MO adsorption increased up to a certain concentration and remained constant after this concentration. This behavior is most likely caused by MO saturation of the MMS active sites. In light of these results, a 350 mg/L concentration of MO solution was chosen for the following stages of the study.

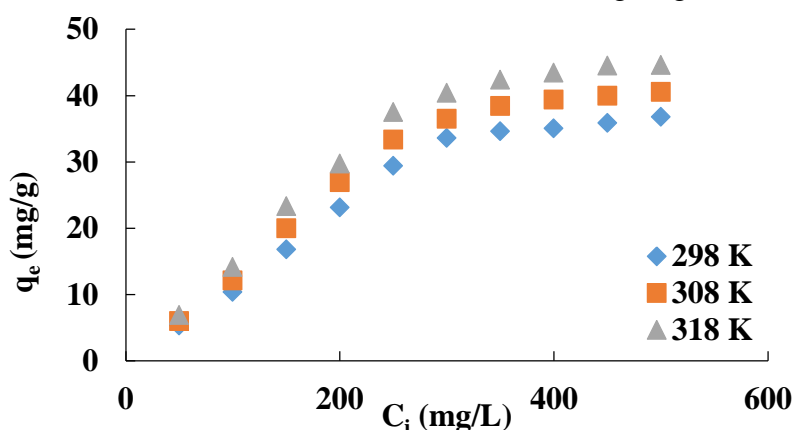


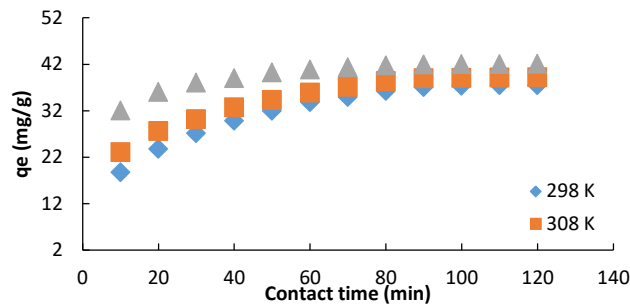
Figure 2. MMS was used to examine the effect of starting concentration on MO removal (0.5 g adsorbent mass,  $C_0$  varying from 50 to 500 mg/L and  $V$ : 25 mL)

### Contact time's impact

The duration of MO's solution-to-adsorbent contact is critical to the adsorption process. The equilibrium point of the MO solution at a 350 mg/L starting concentration was found to be 70 min, covering a range of temperature (298, 308, and 318 K) and time (10-120 min) (Figure 3). During the removal of MO, the elimination rate exhibited a sharp rise in the first phases due to the expansive area available. Subsequently, the removal rate slowed down when the surface of the sorbent reached saturation to reach equilibrium. As shown in Figure 3, the amounts of MO reaching equilibrium at a



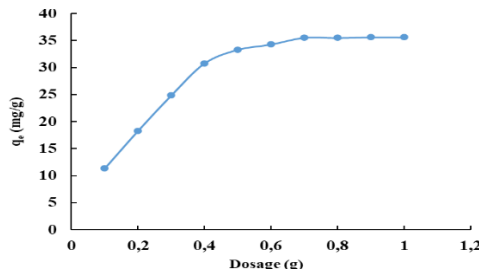
350 mg/L starting concentration were calculated as 34.61, 38.43, and 42.35 mg/g for the respective operating temperatures. Furthermore, the information obtained from this study was used to evaluate the kinetics of the extraction procedure.



**Figure 3.** Contact time impacts on MO ion adsorption using MMS removal (0.5 g adsorbent mass,  $C_0$ : 500 mg/L, V: 25 mL)

### Adsorbent's dosage effect

To evaluate the effect of the adsorbent amount, 350 mg/L MO (25 mL) was added to MMS in amounts ranging from 0.1 g to 1 g. In separate investigations carried out at 298 K with a stirring speed of 150 rpm for 120 min, it was found that the adsorption of MO ions onto MMS increased until the amount of adsorbent reached 0.5 g, after which it stabilized (Figure 4). This stabilisation is attributed to the existing adsorption sites' saturation. It was then determined that it would be appropriate to use 0.5 g MMS in the later stages of the study. This decision was based on the expectation that the adsorbent capacity would either remain consistent or decrease with further increases in the amount of adsorbent, rendering additional adsorbent ineffective.



**Figure 4.** The impact of varying dosages on the adsorption of MO onto MMS

### Kinetic study

Kinetic studies were performed to understand the mechanisms underlying the adhesion of MO ions to MMS and to determine the step in the process where the rate of progression is most limited. As shown in Figure 3, the adsorption capacity of MMS showed a rapid increase in the initial phase of the contact time. Within the first 70 min, a significant fraction of MO ions were adsorbed, attributed to the abundance of empty adsorption sites at shorter contact intervals. As the contact time increased, these empty sites were filled with target ions, causing the adsorption process to slow down gradually. For a more comprehensive understanding of the kinetic aspects, non-linear kinetic modelling was applied. Pseudo-First Order (PFO), Pseudo-Second Order (PSO) and Elovich kinetic models were used to analyse the adsorption data. The corresponding non-linear kinetic equations for PFO, PSO, Elovich, and Weber-Morris are given as Equations 2, 3, 4, and 5 (Akpomie et al., 2015; Altunkaynak, 2023; Altunkaynak and Canpolat, 2022; Canpolat and Topal, 2023).

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - k_1 t \quad (2)$$

$$\frac{t}{q_t} = \frac{t}{q_e} + \frac{1}{k_2 q_e^2} \quad (3)$$

$$q_t = \frac{1}{\beta} \ln(\alpha\beta) + \frac{1}{\beta} \ln t \quad (4)$$

$$q_t = k_d t^{0.5} + C \quad (5)$$

In this context, 'q<sub>t</sub>' refers the capacity for adsorption at time 't', while 'q<sub>e</sub>' represents the cumulative amount of MO. The adsorption rate constants for PFO, and PSO are denoted by k<sub>1</sub> and k<sub>2</sub>, where α denotes the initial adsorption rate. In addition, β represents the adsorption constant related to the surface coverage. Furthermore, K<sub>d</sub> represents the reaction rate constant and C corresponds to the intersection point determined by the boundary layer thickness formed.

Table 1 and Figure 5 show the kinetic parameters that were derived from the models' non-linear graphs. According to Table 1, the q<sub>e</sub> values over time can be determined for temperatures of 298, 308 and 318 K. The relatively high R<sup>2</sup> coefficients as well as the q<sub>max</sub> values calculated with respect to the experimental counterparts indicate that the PSO model effectively characterises the kinetics of MO ion adsorption on MMS. Temperature-dependent increases in the computed k<sub>2</sub> values imply a temperature-dependent relationship in the processes.

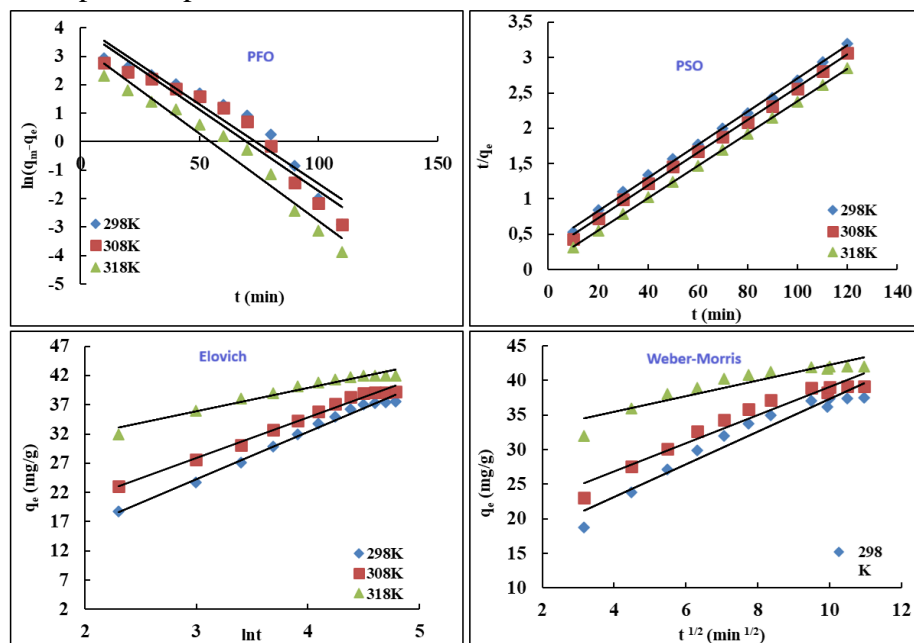


Figure 5. For the MO adsorption onto MMS, the kinetic model graphs

Table 1. Kinetic constants for the elimination of MO with MMS

| (K) | PFO                 |                |                |                | PSO                |                |                |        |
|-----|---------------------|----------------|----------------|----------------|--------------------|----------------|----------------|--------|
|     | Line Eq.            | R <sup>2</sup> | k <sub>1</sub> | qm             | Line Eq.           | R <sup>2</sup> | k <sub>2</sub> | qm     |
| 298 | y=-0.0559x + 4.1156 | 0.9215         | 0.0559         | 61.29          | y=0.0234x + 0.3661 | 0.9984         | 0.0015         | 42.74  |
| 308 | y=-0.0569x + 3.9759 | 0.9338         | 0.0569         | 53.30          | y=0.0231x + 0.2647 | 0.9986         | 0.0020         | 43.29  |
| 318 | y=-0.0614x + 3.3735 | 0.9586         | 0.0614         | 29.18          | y=0.0229x + 0.0955 | 0.9999         | 0.0055         | 43.67  |
| (K) | Weber- Morris       |                |                |                | Elovich            |                |                |        |
|     | Line Eq.            | R <sup>2</sup> | K <sub>d</sub> | C <sub>b</sub> | Line Eq.           | R <sup>2</sup> | β              | α      |
| 298 | y= 2.3592x+13.764   | 0.9444         | 2.3592         | 13.764         | y=8.0885x+0.0472   | 0.9899         | 0.124          | 8.112  |
| 308 | y= 2.0364x+18.749   | 0.9463         | 2.0364         | 18.749         | y=6.9697x+6.9581   | 0.9885         | 0.143          | 18.91  |
| 318 | y= 1.1404x+30.867   | 0.8667         | 1.1404         | 30.867         | y=4.0211x+23.795   | 0.9609         | 0.249          | 1503.1 |

### Adsorption isotherms study

An investigation was conducted to find out how the concentration of MO ions influences adsorption, based on the findings displayed in Figure 1. As MO concentrations increased, the initial removal rate decreased, and this was explained by the MMS surface being saturated. Once equilibrium was attained, the removal rate did not change.

MMS used four isotherm equations (Equations 6-9) to evaluate the elimination of MO (Altunkaynak et al., 2022; Kara et al., 2018).

The Langmuir model is expressed as in equation 6.

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_{max}K_L} + \frac{C_e}{q_{max}} \quad (6)$$

The symbol  $K_L$  stands for the adsorption constant.

All of the molecular interactions that occur between the adsorbent and adsorbate are considered by the Freundlich isotherm model.

$$\log q_e = \log K_F + \left(\frac{1}{n}\right) \log C_e \quad (7)$$

Here,  $n$  and  $K_F$  represent the intensity and adsorption capacity, respectively.

The D-R model is expressed as in equation 8.

$$\ln q_e = \ln q_{max} - K_{DR} \varepsilon^2 \quad (8)$$

$K_{DR}$  is the equilibrium constant in the equation, while  $\varepsilon$  is the Polanyi.

The Temkin model is expressed as in equation 9.

$$q_e = \frac{RT}{b_T} + \ln(K_T C_e) \quad (9)$$

The equilibration constant in this case is represented by  $K_T$ , and the heat of adsorption by  $b_T$ . Table 2 provides a full breakdown of the variables that depend on adsorption, and Figure 6 displays the graphs that show the adsorption isotherms.

Two basic adsorption mechanisms, physical and chemical, can be defined based on the bonds that develop between the adsorbed material and the adsorbent. Adsorption equilibrium data for MO ions are shown in Figure 6. Table 2 summarizes the isotherm parameters that were computed. When Table 2 is analyzed, it becomes clear that the Langmuir model stands out as the most suitable isotherm model for MO adsorption and proves the possibility of chemical adsorption and the potential irreversibility of the process. Under the assumption of valid Langmuir conditions, the maximum removal capacity of MO on MMS was determined as 50.02, 54.05 and 58.48 mg/g at temperatures of 298, 308, and 318 K, respectively. This implies a monolayer coating of MMS, indicating a commendable adsorption capacity for MO ions.

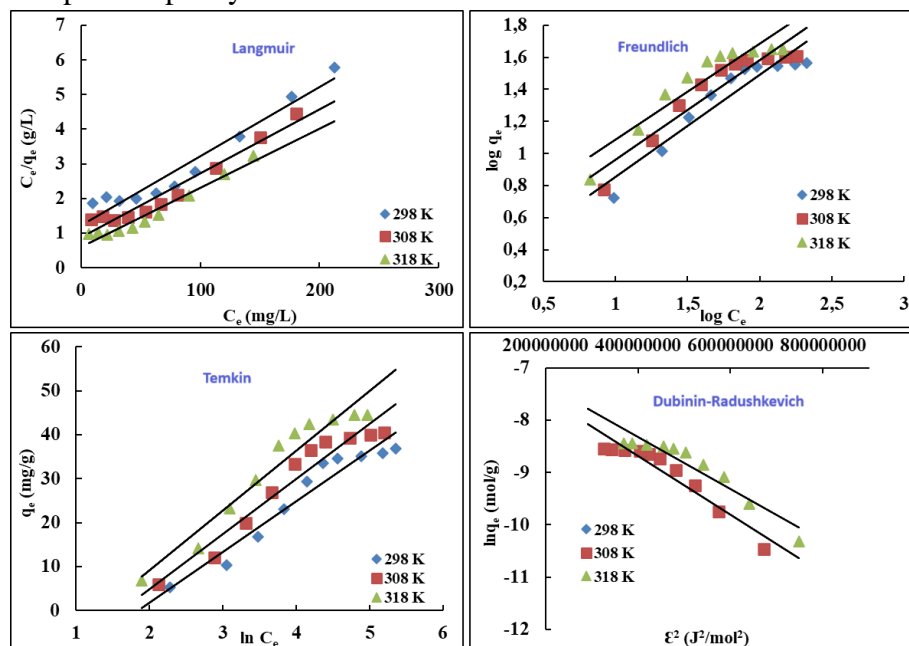


Figure 6. The adsorption of MO ions onto MMS is represented by isotherm models

**Table 2.** Adsorption of MO Ions on MMS: Isotherm Parameters

|                   | Constants         | 298 K       | 308 K       | 318 K       |
|-------------------|-------------------|-------------|-------------|-------------|
| <b>Langmuir</b>   | $K_L$ (L/mg)      | 0.0164      | 0.0213      | 0.0290      |
|                   | $q_{max.}$ (mg/g) | 50.02       | 54.05       | 58.48       |
|                   | $R^2$             | 0.9456      | 0.9514      | 0.9594      |
| <b>Freundlich</b> | $n$               | 1.57        | 1.61        | 1.67        |
|                   | $K_f$             | 1.65        | 2.20        | 3.07        |
|                   | $R^2$             | 0.8907      | 0.8798      | 0.8758      |
| <b>Temkin</b>     | $A_T$ (L/g)       | 0.157       | 0.199       | 0.264       |
|                   | $b_T$ (j/mol)     | 215.07      | 204.01      | 194.06      |
|                   | $R^2$             | 0.9365      | 0.9396      | 0.9861      |
| <b>D-R</b>        | $K_{DR}$          | $6.10^{-9}$ | $5.10^{-9}$ | $5.10^{-9}$ |
|                   | $E$ (kj/mol)      | 9.13        | 10          | 10          |
|                   | $R^2$             | 0.9216      | 0.8527      | 0.9084      |

### Desorption studies

Enhancing the separation processes' economics through material regeneration is crucial. It is possible to employ a material with strong desorption potential in later adsorption processes. To verify reusability, experiments were conducted using MO-loaded MMS with identical experimental settings. The analytical materials were loaded with preset MO concentrations, washed with 250 mL of pure water, and dried for 24 hours at 80 °C in an oven. After that, the components were put in 100 milliliters of 0.1 mol/L NaOH to remove MO. Its stability and reusability were assessed by repeating four consecutive tests. The adsorbent was dried at 80 °C for one hour before being reused, and it was soaked in 0.1 mol/L NaOH after each cycle. Table 3 demonstrates that MMS demonstrated a strong MO removal capacity throughout four cycles.

**Table 3.** Desorption results

| Adsorbent | Adsorbate | Cycle 1 | Cycle 2 | Cycle 3 | Cycle 4 |
|-----------|-----------|---------|---------|---------|---------|
| MMS       | MO        | 92.4%   | 86.3%   | 67.4%   | 52.2%   |

### CONCLUSION

In this study, waste Midyat stone was modified with  $H_2SO_4$  and applied as an adsorbent for removing MO from wastewater. Remarkably, MMS exhibited an impressive removal efficiency for MO ions (50.02 mg/g at 298 K, 54.05 mg/g at 308 K, and 58.48 mg/g at 318 K). The equilibrium investigation showed that the Langmuir model provided a superior fit to the system. Kinetic investigations showed that the removal of MO was by the PSO equation. FT-IR and BET analyses confirmed that the MMS showed visible differences before and after the removal process. These structural and morphological changes suggest that adsorption and sedimentation reactions contribute significantly to the mechanism of MO removal from aqueous solutions. Considering the data, it can be concluded that Midyat stone shows efficiency and economic viability as a solution for the removing of MO from wastewater due to its abundant availability, significant adsorption capacity and cost effectiveness.

### Conflict of Interest

The author of the article declares that he has no conflict of interest.

### REFERENCES

Akpomie, K. G., Dawodu, F. A., & Adebawale, K. O. (2015). Mechanism on the sorption of heavy metals from binary-solution by a low cost montmorillonite and its desorption potential. *Alexandria Engineering Journal*, 54(3), 757-767.

- Altunkaynak, Y. (2022). Effectively removing Cu (II) and Ni (II) ions from aqueous solutions using chemically non-processed Midyat stone: equivalent, kinetic and thermodynamic studies. *Journal of the Iranian Chemical Society*, 19(8), 3357-3370.
- Altunkaynak, Y. (2023). Using chemically unprocessed orange peel to effectively remove Hg (II) ions from aqueous solutions: equivalent, thermodynamic, and kinetic investigations. *Sakarya University Journal of Science*, 27(1), 189-203.
- Altunkaynak, Y., & Canpolat, M. (2022). Ham Portakal Kabuğu ile Sulu Çözeltilerden Mangan (II) İyonlarının Uzaklaştırılması: Denge, Kinetik ve Termodinamik Çalışmalar. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 22(1), 45-56.
- Altunkaynak, Y., Canpolat, M., & Aslan, M. (2023). Adsorption of lead (II) ions on kaolinite from aqueous solutions: isothermal, kinetic, and thermodynamic studies. *Ionics*, 29(10), 4311-4323.
- Bakalár, T., Kaňuchová, M., Girová, A., Pavolová, H., Hromada, R., & Hajduová, Z. (2020). Characterization of Fe (III) adsorption onto zeolite and bentonite. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 17(16), 5718.
- Canpolat, M. (2023). Removing Co (II) and Mn (II) ions effectively from aqueous solutions by means of chemically non-processed Mardin stone waste: Equivalent, kinetic, and thermodynamic investigations. *Environmental Progress & Sustainable Energy*, 42(3), e14042.
- Canpolat, M., & Topal, G. (2023). Synthesis, characterization of cross-linked poly (ethylene glycol dimethacrylate-methyl methacrylate-N-(1-phenylethyl) acrylamide) copolymer and removal of copper (II), cobalt (II) ions from aqueous solutions via this copolymer. *Environmental Progress & Sustainable Energy*, 42(6), e14197.
- Ekinci, S. (2023). Elimination of Methylene Blue from Aqueous Medium Using an Agricultural Waste Product of Crude Corn Silk (*Stylus maydis*) and Corn Silk Treated with Sulphuric Acid. *ChemistrySelect*, 8(18), e202300284.
- Güzel, F., Saygılı, H., Saygılı, G. A., & Koyuncu, F. (2015). New low-cost nanoporous carbonaceous adsorbent developed from carob (*Ceratonia siliqua*) processing industry waste for the adsorption of anionic textile dye: Characterization, equilibrium and kinetic modeling. *Journal of Molecular Liquids*, 206, 244-255.
- Hasanbeigi, A., & Price, L. (2015). A technical review of emerging technologies for energy and water efficiency and pollution reduction in the textile industry. *Journal of Cleaner Production*, 95, 30-44.
- Iwuozor, K. O., Ighalo, J. O., Emenike, E. C., Ogunfowora, L. A., & Igwegbe, C. A. (2021). Adsorption of methyl orange: A review on adsorbent performance. *Current Research in Green and Sustainable Chemistry*, 4, 100179.
- Kahvecioğlu, K., Teğın, İ., Yavuz, Ö., & Saka, C. (2023). Phosphorus and oxygen co-doped carbon particles based on almond shells with hydrothermal and microwave irradiation process for adsorption of lead (II) and cadmium (II). *Environmental Science and Pollution Research*, 30(13), 37946-37960.
- Kara, I., Tunc, D., Sayin, F., & Akar, S. T. (2018). Study on the performance of metakaolin based geopolymer for Mn (II) and Co (II) removal. *Applied clay science*, 161, 184-193.
- Kaushal, S., Kaur, N., Kaur, M., & Singh, P. P. (2020). Dual-Responsive Pectin/Graphene Oxide (Pc/GO) nano-composite as an efficient adsorbent for Cr (III) ions and photocatalyst for degradation of organic dyes in waste water. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 403, 112841.

- Lima, E. C., Hosseini-Bandegharai, A., Moreno-Piraján, J. C., & Anastopoulos, I. (2019). A critical review of the estimation of the thermodynamic parameters on adsorption equilibria. Wrong use of equilibrium constant in the Van't Hoof equation for calculation of thermodynamic parameters of adsorption. *Journal of molecular liquids*, 273, 425-434.
- Liu, Q., Li, Y., Chen, H., Lu, J., Yu, G., Möslang, M., & Zhou, Y. (2020). Superior adsorption capacity of functionalised straw adsorbent for dyes and heavy-metal ions. *Journal of Hazardous Materials*, 382, 121040.
- Onat, E., & Ekinçi, S. (2024). A new material fabricated by the combination of natural mineral perlite and graphene oxide: Synthesis, characterization, and methylene blue removal. *Diamond and Related Materials*, 110848.
- Pandey, S., & Ramontja, J. (2016). Natural bentonite clay and its composites for dye removal: current state and future potential. *American Journal of Chemistry and Applications*, 3(2), 8-19.
- Saygılı, H., Güzel, F., & Önal, Y. (2015). Conversion of grape industrial processing waste to activated carbon sorbent and its performance in cationic and anionic dyes adsorption. *Journal of Cleaner Production*, 93, 84-93.
- Tamjidi, S., Esmaili, H., & Moghadas, B. K. (2019). Application of magnetic adsorbents for removal of heavy metals from wastewater: a review study. *Materials Research Express*, 6(10), 102004.
- Teğin, İ., Batur, M. Ş., Yavuz, Ö., & Saka, C. (2023). Removal of Cu (II), Pb (II) and Cd (II) metal ions with modified clay composite: kinetics, isotherms and thermodynamics studies. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 20(2), 1341-1356.
- Tural, B., Ertaş, E., & Tural, S. (2016). Removal of phenolic pollutants from aqueous solutions by a simple magnetic separation. *Desalination and water treatment*, 57(54), 26153-26164.
- Tural, B., Ertaş, E., Enez, B., Fincan, S. A., & Tural, S. (2017). Preparation and characterization of a novel magnetic biosorbent functionalized with biomass of *Bacillus Subtilis*: Kinetic and isotherm studies of biosorption processes in the removal of Methylene Blue. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 5(5), 4795-4802
- Zhul-quarnain, A., Ogemdi, I. K., Modupe, I., Gold, E., & Chidubem, E. E. (2018). Adsorption of malachite green dye using orange peel. *Journal of Biomaterials*, 2(2), 10.

**Atf İçin:** Değirmenci, Ü. (2024). Nimonic-60 Süper Alaşımının Sürdürülebilir Koşullar Altında İşlenebilirlik Özelliklerinin Belirlenmesi. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1228-1239.

**To Cite:** Değirmenci, Ü. (2024). Determination of Machinability Properties of Nimonic-60 Superalloy Under Sustainable Conditions. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1228-1239.

## **Nimonic-60 Süper Alaşımının Sürdürülebilir Koşullar Altında İşlenebilirlik Özelliklerinin Belirlenmesi**

Ünal DEĞİRMENCİ<sup>1\*</sup>

### **Öne Çıkanlar:**

- Süper alaşımların işlenebilirliği
- Sürdürülebilir İşleme koşullarının belirlenmesi
- Taguchi istatistiksel analiz ile optimizasyon

### **Anahtar Kelimeler:**

- Nimonic-60
- Frezeleme
- İşlenebilirlik
- MQL
- Takım aşınması

### **ÖZET:**

Sürdürülebilir işleme, endüstriyel üretim süreçlerinde çevresel etkileri en aza indirmeyi ve kaynak kullanımını optimize etmeyi amaçlayan bir yaklaşımdır. Bu yaklaşımın temeli, işleme yöntemlerinin kullanımıyla ilişkili çevresel ve ekonomik etkilerin azaltılmasında yatmaktadır. İşleme, metal parçaları şekillendirmek için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir ve bu işlem genellikle enerji yoğun ve israfa neden olur. Sürdürülebilir işleme çeşitli stratejiler içerir. Bunlar arasında yenilenebilir enerji kaynaklarının kullanılması, enerji ve malzeme verimliliğinin artırılması, geri dönüşüm ve atık yönetiminin iyileştirilmesi, üretim süreçlerinde kesme sıvılarının ve çevresel etkilerin azaltılmasına yönelik malzeme seçimi gibi yöntemler yer almaktadır. Bu çalışmada sanayi alanında önemli bir malzeme olan Nimonic-60 süper alaşımının işlenebilirlik özellikleri incelenmiştir. İşlenebilirlik denemelerinin yapılabilmesi için üç farklı kesme hızı ( $V_c$ , 40-50-60 m/dak), dış başına üç farklı ilerleme ( $f_n$ , 0.050-0.075-0.100 mm/dev) ve üç farklı soğutma/yağlama koşulu (kuru, hava, MQL) kullanıldı. Deneyler bilgisayar kontrollü üç eksenli bir freze makinesi kullanılarak gerçekleştirildi. Ayrıca deney sayısını ve maliyetleri azaltmak amacıyla Taguchi analizi yapılmıştır. Sonuç olarak yüzey pürüzlülüğü, yan aşınma ve kesme sıcaklığı açısından en uygun seçimin Minimum Miktar Yağlama (MQL) ortamı olduğu sonucuna varılmıştır. Minimum Miktar Yağlama ortamında en düşük yüzey pürüzlülüğü, takım aşınması ve kesme sıcaklığı sırasıyla 0.499 $\mu$ m, 0.201mm ve 66.4 C° olarak ölçülmüştür. Taguchi çalışmasının bulguları, soğutma/yağlamanın yüzey pürüzlülüğü (%56.66), yan aşınma (%87.96) ve kesme sıcaklığı (%78.68) üzerinde en fazla etkiye sahip olduğunu ortaya çıkardı.

## **Determination of Machinability Properties of Nimonic-60 Superalloy Under Sustainable Conditions**

### **Highlights:**

- Machinability of Super alloys
- Determination of Sustainable Processing conditions
- Optimization with Taguchi statistical analysis

### **Keywords:**

- Nimonic-60
- The milling
- Machinability
- MQL
- Tool wear

### **ABSTRACT:**

Sustainable machining is an approach that aims to minimize environmental impacts and optimize resource use in industrial production processes. The basis of this approach lies in reducing the environmental and economic impacts associated with the use of machining methods. Machining is a widely used method for shaping metal parts, and this process is often energy-intensive and wasteful. Sustainable machining involves various strategies. These include methods such as the use of renewable energy resources, increasing energy and material efficiency, improving recycling and waste management, and selecting materials to reduce cutting fluids and environmental impacts in production processes. In this study, the machinability properties of Nimonic-60 superalloy, which is an important material in the field of industry, were examined. In order to conduct machinability trials, three different cutting speeds ( $V_c$ , 40-50-60 m/min), three different feed rates per tooth ( $f_n$ , 0.050-0.075-0.100 mm/rev), and three different cooling/lubrication conditions (dry-air-MQL) were used. The trials were conducted using a computer-controlled three-axis milling machine. Additionally, Taguchi analysis was performed to reduce the number of experiments and costs. Consequently, it was concluded that the most optimal choice for surface roughness, flank wear, and cutting temperature was the Minimum Quantity Lubrication (MQL) environment. Minimum surface roughness, tool wear and cutting temperature in the MQL environment were measured as 0.499 $\mu$ m, 0.201mm and 66.4 C° respectively. The Taguchi study findings revealed that cooling/lubrication had the most impact on surface roughness (56.66%), flank wear (87.96%), and cutting temperature (78.68%).

<sup>1</sup> Ünal DEĞİRMENCİ (Orcid ID: 0000-0003-1480-2488), Department of Machinery and Metal Technologies, Bingöl University, Bingöl, Türkiye

\*Corresponding Author: Ünal DEĞİRMENCİ, e-mail: udegirmenci@bingol.edu.tr

## INTRODUCTION

Machining is a prevalent manufacturing technique used in several industrial production processes. This method involves operations such as cutting, drilling, and milling to obtain the required shape and size from a piece of material (Akgün et al., 2023; Cantero et al., 2018; Şap, 2023b). Machining has a wide range of applications in various sectors, such as automotive, aviation and machinery manufacturing (Değirmenci et al., 2023; Elbah et al., 2013; Özlü et al., 2023; Usca et al., 2024). While machining has traditionally been used primarily for metal materials, it has increasingly become significant in the processing of other materials such as plastics, composite materials, and ceramics (Gupta & Laubscher, 2016). This method has become an indispensable part of industrial production processes as it provides high precision, surface quality and production efficiency (Gupta et al., 2017). The basic principle of machining is to create chips of the desired shape and size on the material with the help of a cutting tool. This process is characterized by cutting forces and thermal effects applied to the material (Hsiao et al., 2020; Şap, 2023a). Choosing the right cutting parameters and using the appropriate tool material is of great importance for the efficiency and quality of the process (Hussain et al., 2020). Cutting fluids used in machining operations provide crucial tasks, including enhancing the surface quality of the workpiece and prolonging the lifespan of the tools (Islam et al., 2017; S. Şap et al., 2022). However, traditional cutting fluids raise sustainability concerns due to their environmental impact and health risks. In this context, sustainable cutting fluids are defined as formulations that consist of environmentally friendly ingredients and keep the waste generated during the process to a minimum (Kulkarni & Dabhade, 2019). Alternatives such as biodegradable oils, water-based cutting fluids and oils used in minimum quantities have begun to replace traditional cutting fluids (Makhesana et al., 2022; Usca, 2023; Usca et al., 2023). The use of sustainable cutting fluids represents an important step towards the sustainability of machining processes by contributing to reducing environmental impacts and improving occupational health and safety standards (Marques et al., 2015). One of these modern lubrication strategies is the minimum quantity lubrication (MQL) system. In this system, a better cooling process is achieved by sending pressurized oil to the cutting area (Mia et al., 2018; Usca et al., 2022). At the same time, it can be more economical since less amount of coolant is used.

In the manufacturing industry, improving product quality, reducing costs and increasing process efficiency are constantly sought goals. To achieve these goals, various quality control and improvement methods have been developed. One of these methods is the Taguchi technique (Bagci, 2016). Taguchi Technique is a statistical method used in quality improvement and process optimization and provides significant advantages in manufacturing processes (Bilga et al., 2016). Taguchi technique offers a systematic approach to identify the effects of process variables and factors that need to be optimized (Canyılmaz & Kutay, 2003). Using experimental design matrices, the effects of process variables are statistically analyzed and critical factors are identified. In this way, uncertainties in the process are reduced and undesirable variations are controlled (Cetin et al., 2011).

This work included the milling of Nimonic-60 superalloy utilizing various cutting settings and different cooling/lubrication processes. To achieve this objective, we conducted analyses on surface roughness ( $R_a$ ), flank wear ( $V_b$ ), and cutting temperature ( $T_c$ ). In addition, the Taguchi analysis was used to minimize the number of tests and associated expenses.

## MATERIALS AND METHODS

Nimonic-60 superalloy was used as the test sample. Materials were purchased from Birçelik company. Test samples were prepared by cutting them to have a diameter of 50 mm and a thickness of 20 mm. Table 1 displays the precise chemical makeup of the Nimonic-60 superalloy.



**Table 1.** Chemical composition of Nimonic-60 superalloy

| Ni | Cr | Mo   | C   | Si  | Mn | S    | P    | N    | Fe      |
|----|----|------|-----|-----|----|------|------|------|---------|
| 9  | 18 | 0.75 | 0.1 | 4.5 | 9  | 0.03 | 0.06 | 0.08 | Balance |

The experiments were carried out on a Dahlih MCV-860 model three-axis computer-controlled milling machine. In milling experiments, MAS 403 BT 40 ER 32x70 coded holder was used as the tool holder, and Al-TiN coated HM90 APKT 1003PDR IC908 coded cutting tool tip was used as the cutting tool tip. The cutting inserts were mounted on the face milling tool coded APKTHM10 12-1-120. The milling process was carried out with the down milling strategy using the CAM program with the “Zig” tool path. The processing width is 12mm and the processing length is 45mm. Three  $V_c$  (40-50-60 m/min), three  $f_n$  (0.050-0.075-0.100 mm/rev), a single cutting depth (0.2 mm) and three cooling/lubrication environments (dry-air-MQL) were selected in the experiments.  $R_a$ ,  $V_b$  and  $T_c$  analyses were performed as output parameters. The use of Taguchi analysis aimed to minimize the number of tests conducted and associated expenditures. Table 2 shows the experimental design (Taguchi  $L_9$ ).

**Table 2.** Taguchi experimental design ( $L_9$ )

| Exp. No | $V_c$ (m/min) | $f_n$ (mm/rev) | Cooling/lubrication |
|---------|---------------|----------------|---------------------|
| 1       | 40            | 0.05           | Dry                 |
| 2       | 50            | 0.075          | Dry                 |
| 3       | 60            | 0.1            | Dry                 |
| 4       | 40            | 0.075          | Air                 |
| 5       | 50            | 0.1            | Air                 |
| 6       | 60            | 0.05           | Air                 |
| 7       | 40            | 0.1            | MQL                 |
| 8       | 50            | 0.05           | MQL                 |
| 9       | 60            | 0.075          | MQL                 |

Three distinct cooling/lubrication methods (dry-air-MQL) were used to decrease the temperatures in the cutting zone during processing. The cooling of the cutting area is achieved by means of the air system that is linked to the machine tool. Within the MQL environment, a nozzle is used to disperse cutting fluid into the cutting region. The liquid outlet diameter of the MQL nozzle is 3 mm. The MQL nozzle is fixed at a distance of approximately 300 mm from the cutting area and at a 45° angle. MQL was applied to the cutting area using a Werte STN 15 model spray device. For the MQL system, air pressure was set to 8 bar and cutting fluid flow rate was set to 35 mL/h. KT2000, which has a hydrodynamic lubrication feature, was used as cutting fluid. The density of this cutting fluid at 20°C is 0.85g/m<sup>3</sup> and its viscosity is 12cst at 40°C.

The quality of the sample surfaces was assessed using a TIME3200 model  $R_a$  instrument.  $R_a$  measurements were taken five times from each sample and average  $R_a$  values were obtained. The temperatures occurring in the cutting zone during processing were recorded with a BOSCH GTC 400C model thermal camera. The thermal camera was positioned at a distance of roughly 350 mm from the workpiece. Following the studies, the wear processes taking place on the cutting tool were identified using an Insize ISM PM200SB type optical microscope. Figure 1 displays the processing center and the equipment used in the studies.

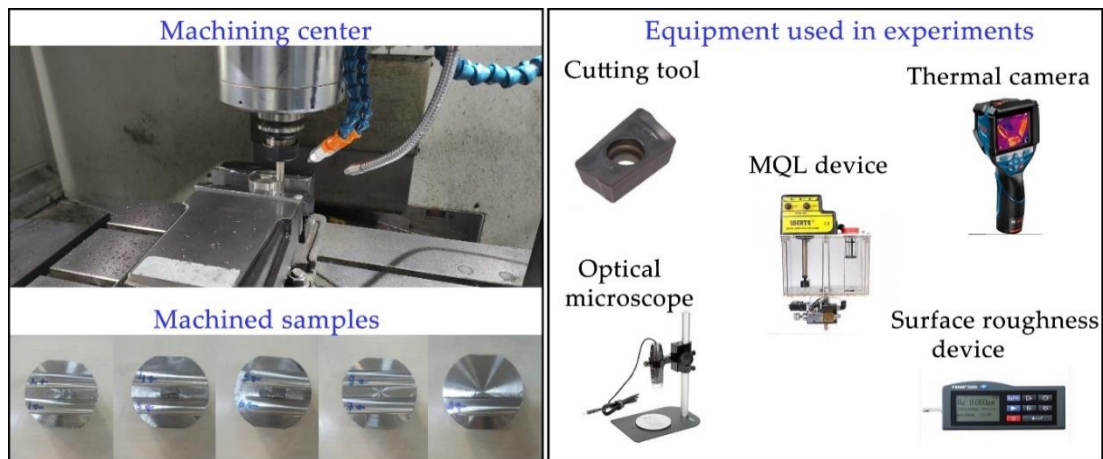


Figure 1. Experimental scheme

## RESULTS AND DISCUSSION

### Surface roughness

The surface quality of components in the manufacturing business has a substantial influence on the functional performance, longevity, and aesthetic look of the product (Musfirah et al., 2017; ÖZİÜ, 2022). Thus, it is crucial to guarantee and enhance the surface quality in industrial manufacturing operations. Surface quality directly affects the performance of the product. Especially in the production of precision parts,  $R_a$  and smoothness are critical for the functionality and compatibility of the part (Nimel Sworna Ross & Manimaran, 2019; Özlü et al., 2021). Surface irregularities or defects can affect the functionality of the part, complicate assembly processes and reduce the durability of the product (Öndin et al., 2020; Özlü, 2021). The durability of the product is significantly influenced by the surface quality. A smooth and homogeneous surface increases the part's resistance to wear and tear. Additionally, surface defects or cracks can adversely affect the mechanical properties of the part and cause loss of strength over time (Patel et al., 2021).

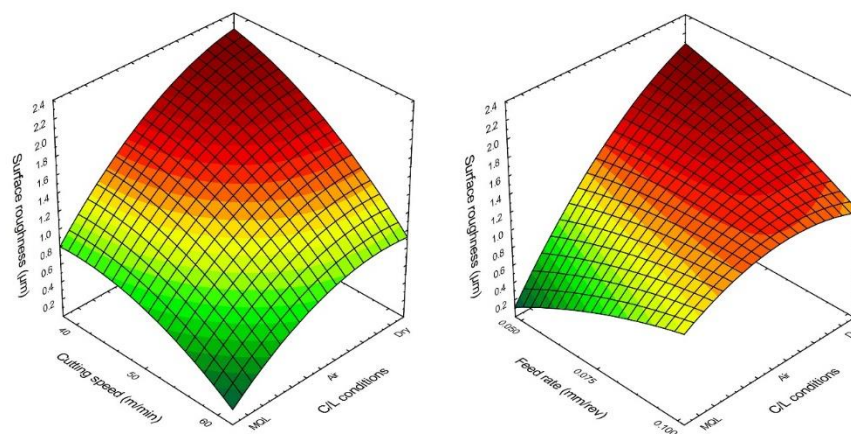


Figure 2. The impact of various cutting settings and environmental conditions on the roughness of a surface

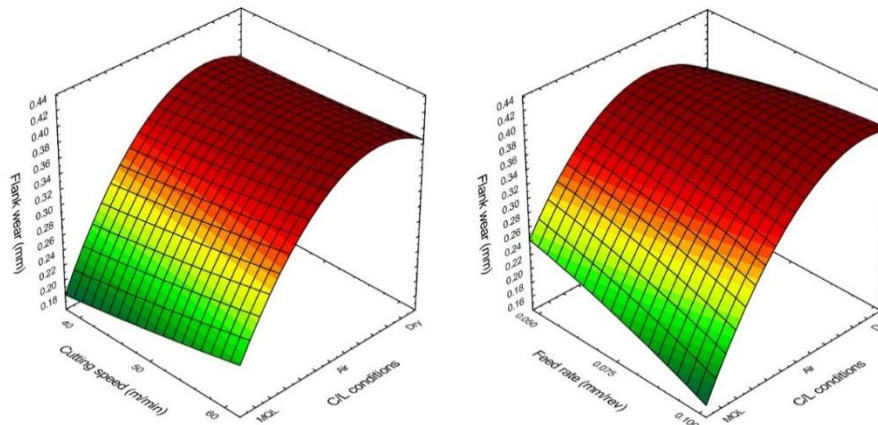
Surface quality is important from an aesthetic point of view. Customers often care about the appearance and texture of products. A smooth, homogeneous and attractive surface makes the product more attractive in the market and increases customer satisfaction. Particularly in the automotive, electronics and consumer products industries, high-quality surface treatment can strengthen the product's brand image and provide a competitive advantage. Figure 2 illustrates the impact of various cutting settings on  $R_a$ , as measured by the  $R_a$  value. From the graphs, the highest surface roughness was obtained as  $2.137 \mu\text{m}$  in a dry environment, at a cutting speed of  $40 \text{ m/min}$  and a feed rate of  $0.05 \text{ mm/rev}$ . It can

be seen that the surface quality increases when we move from a dry environment to a compressed air condition. The minimum surface roughness obtained was  $0.499 \mu\text{m}$  at a cutting speed of 60 m/min, a feed rate of 0.075 mm/rev and in the MQL environment. The study found that surface roughness decreased when the cutting speed increased, but the increase in feed rate led to an increase in surface roughness.

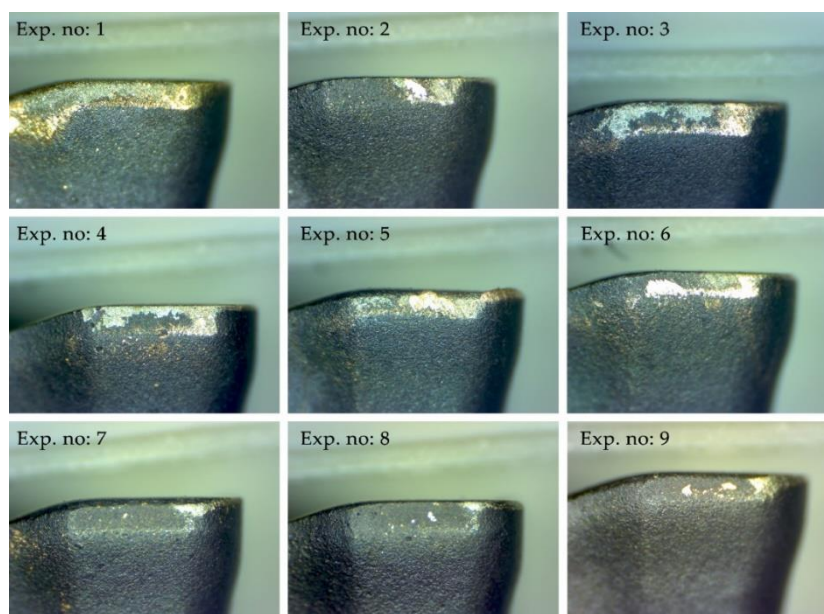
### Flank wear

In the manufacturing industry, cutting tool wear is a common problem that has a significant impact on the efficiency, quality and costs of production processes. Wear of cutting tools can reduce the material processing efficiency in the cutting process, negatively affect the surface quality of processed parts and increase production costs (Pusavec et al., 2014). For this reason, various researches have been conducted on cutting tool wear and solution strategies have been developed. Various strategies have been developed to reduce or control cutting tool wear. These include optimizing cutting parameters, selection of appropriate cutting tool materials, use of advanced coating technologies and design of effective cooling and lubrication systems (Salur, 2022). Additionally, high-tech machine tools and automation solutions such as cutting tool monitoring systems can be used to monitor and continuously optimize wear levels (E. Şap et al., 2022). Research on cutting tool wear and developed solution strategies play an important role in increasing productivity, improving quality and reducing costs in the manufacturing industry (Sarıkaya & Güllü, 2015). These studies make a valuable contribution to minimizing cutting tool wear in industrial processes and ensuring the sustainability of production processes. Figure 3 shows the effect of various cutting parameters on flank wear. When the graphs were analyzed, the highest flank wear was obtained in a dry environment (0.411 mm) at a cutting speed of 60 m/min and a feed rate of 0.100 mm/rev. It has been observed that tool wear improves in the compressed air environment. The best flank wear was detected in the MQL environment compared to other environments. The smallest wear on the side of the tool (0.201 mm) was obtained in the cutting process at 40 m/min cutting speed, 0.100 mm/rev feed rate and MQL environment. It was observed that the increase in cutting speed caused a partial increase in flank wear, while the increase in feed led to a decrease in flank wear.

Wear on cutting tools is generally a complex process and occurs through the interaction of various mechanisms (Sharma et al., 2015). These mechanisms are affected by factors such as various forces, temperature, material properties and processing conditions to which the tool is exposed during the cutting process. Adhesive wear occurs when the cutting surface and the tool come into contact at elevated temperatures and pressures. In this scenario, the surface of the material being worked on sticks to the cutting tool and results in changes to the tool's surface. High temperature and friction increase this adhesion process and lead to tool wear (Singh et al., 2018). Hard or abrasive particles on the workpiece can create friction and wear on the surface of the cutting tool. These particles hit the cutting tool during the material processing process, creating scratches and grooves on its surface (Thakur et al., 2015). Under some machining conditions, chemical interactions may occur between the workpiece material and the cutting tool. These interactions can create chemical wear or erosion on the surface of the cutting tool. Figure 4 shows optical images showing the wear mechanisms occurring on the cutting tool.



**Figure 3.** The impact of various cutting settings and environmental conditions on the development of  $V_b$ .

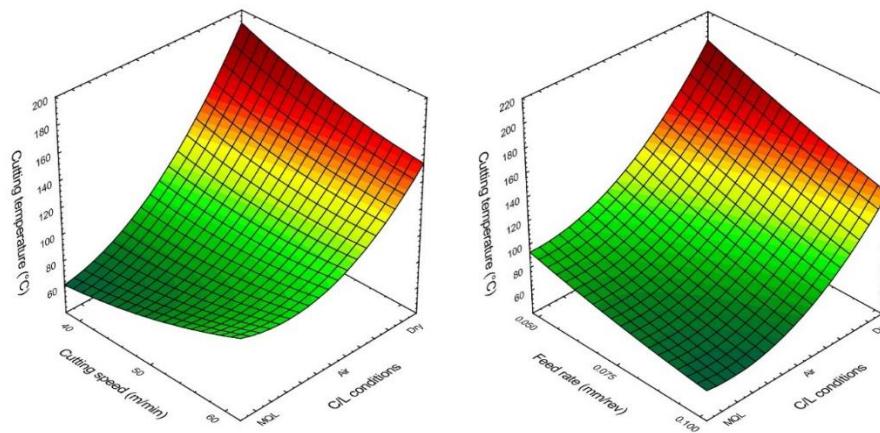


**Figure 4.** Photographs depicting the physical damage on the cutting tool

### Cutting temperature

High temperatures are generated in the contact zone between the cutting tool and the workpiece during the cutting process. The elevated temperatures arise as a result of the cutting process's inherent characteristics and are influenced by elements such as the workpiece's material qualities, cutting circumstances, and the cutting tool's shape (Tu et al., 2023). Elevated temperatures in the cutting zone may induce alterations in the material structure of the workpiece and impact the physical and chemical characteristics of the interaction between the workpiece and the cutting tool. The primary factors contributing to elevated temperatures in the cutting zone are cutting forces, friction, and deformation. Cutting forces are the forces applied by the cutting tool in the process of cutting the workpiece, and these forces can cause plastic deformation and high temperatures in the material structure of the workpiece. Friction is a phenomenon that generates energy at the interface between the cutting surface and the tool, which may then be transformed into elevated temperatures. Deformation encompasses the plastic deformation that takes place in the material structure of the workpiece as it is being cut, leading to the generation of high temperatures (Wang et al., 2015). The effects of elevated temperatures in the cutting zone are varied. Primarily, elevated temperatures may induce thermal distortions in the material composition of the workpiece, thereby impacting the surface integrity of the workpiece. In addition, high temperatures may alter the thermal characteristics of the material being worked on and impact the

ultimate qualities of the workpiece. Furthermore, elevated temperatures may have a substantial influence on the deterioration of tools and the efficiency of cutting operations. Figure 5 illustrates the impact of various cutting settings on the  $T_c$ .



**Figure 5.** The impact of various cutting settings and environmental conditions on  $T_c$ .

Analyzed were the temperatures captured from the cutting zone during processing using a thermal camera. The highest temperatures were measured as 173.4 °C at 40 m/min cutting speed, 0.05 mm/rev feed rate and dry environment. Based on this investigation, it has been shown that the cutting temperature decreases in the transition from a dry environment to a compressed air environment. Minimum temperatures were reached in the MQL cutting environment. The cutting temperature was minimized to 66.4 °C using a cutting speed of 40 m/min, feed rate of 0.100 mm/rev, and MQL environment. It was found that the cutting temperature increased with the increase in cutting speed and decreased with the increase in feed rate.

### Statistical analysis

Taguchi technique is a widely used optimization method to increase quality and minimize process variations in manufacturing processes (Özlü & Akgün, 2024). This method includes steps such as determining process parameters and factors, creating experimental plans, and collecting and analyzing data. The importance of the Taguchi technique is closely related to the quality improvement and cost savings achieved in manufacturing processes. An important aspect of using the Taguchi technique in manufacturing processes is that it allows the effects of process parameters to be determined and these parameters to be optimized. Taguchi's experimental plans provide maximum information with a minimum number of experiments and make it possible to evaluate the effects of process parameters quickly and effectively. In this way, by adjusting the process parameters correctly, quality is improved, defective product rates are reduced and productivity is increased. The data obtained from the experiments were evaluated with signal-to-noise (S/N) according to the smallest better result for each parameter. Experimental results and S/N ratios are given in Table 3.

**Table 3.** Experimental results and signal-to-noise (S/N) ratios

| Exp. No | Ra ( $\mu\text{m}$ ) | Vb (mm) | $T_c$ (°C) | S/N (dB) for Ra | S/N (dB) for Vb | S/N (dB) for $T_c$ |
|---------|----------------------|---------|------------|-----------------|-----------------|--------------------|
| 1       | 2.137                | 0.384   | 173.4      | -6.596          | 8.3134          | -44.781            |
| 2       | 1.765                | 0.375   | 154.8      | -4.935          | 8.5194          | -43.795            |
| 3       | 1.104                | 0.411   | 131.7      | -0.859          | 7.7232          | -42.392            |
| 4       | 1.707                | 0.388   | 90.9       | -4.645          | 8.2234          | -39.171            |
| 5       | 1.612                | 0.357   | 76.9       | -4.147          | 8.9466          | -37.719            |
| 6       | 0.881                | 0.376   | 123.6      | 1.100           | 8.4962          | -41.840            |
| 7       | 1.065                | 0.201   | 66.4       | -0.547          | 13.9361         | -36.443            |
| 8       | 0.732                | 0.271   | 88.8       | 2.710           | 11.3406         | -38.968            |
| 9       | 0.499                | 0.256   | 78.2       | 6.03799         | 11.8352         | -37.8641           |

Taguchi methodology is a widely used technique for optimizing manufacturing processes and improving quality. Main effect plots are an important tool for analyzing the results of Taguchi experiments and determining the effects of process parameters. These graphs are used to visually represent the impact of the amounts of factors (often process parameters) employed in experiments on output variables. Figure 6 illustrates the impact of control variables on the outcome variables.

ANOVA, or Analysis of Variance, is a statistical technique used to ascertain whether there are significant differences in means across groups. ANOVA assesses variations among groups by analyzing variance. This method is often used to compare the mean values of groups and to determine how groups vary according to an independent variable. The basic hypothesis of ANOVA assumes that there is no difference between groups, and this hypothesis is tested by comparing the between-group variance with the within-group variance. If the difference between groups is above the within-group variance, then it is considered a statistically significant difference between groups. Table 4 displays the ANOVA findings and the percentage of influence that the control variables have on the response parameters. If the P value shown in the table is below 0.05, it may be concluded that the analysis is statistically significant. The findings indicated that cooling/lubrication had the most impact on  $R_a$  (56.66%),  $V_b$  (87.96%), and  $T_c$  (78.68%). The second highest effect on surface roughness belongs to the cutting speed (41.83%), and on the cutting temperature, the feed rate (19.58%). On flank wear, cutting speed and feed rate have almost the same effect.

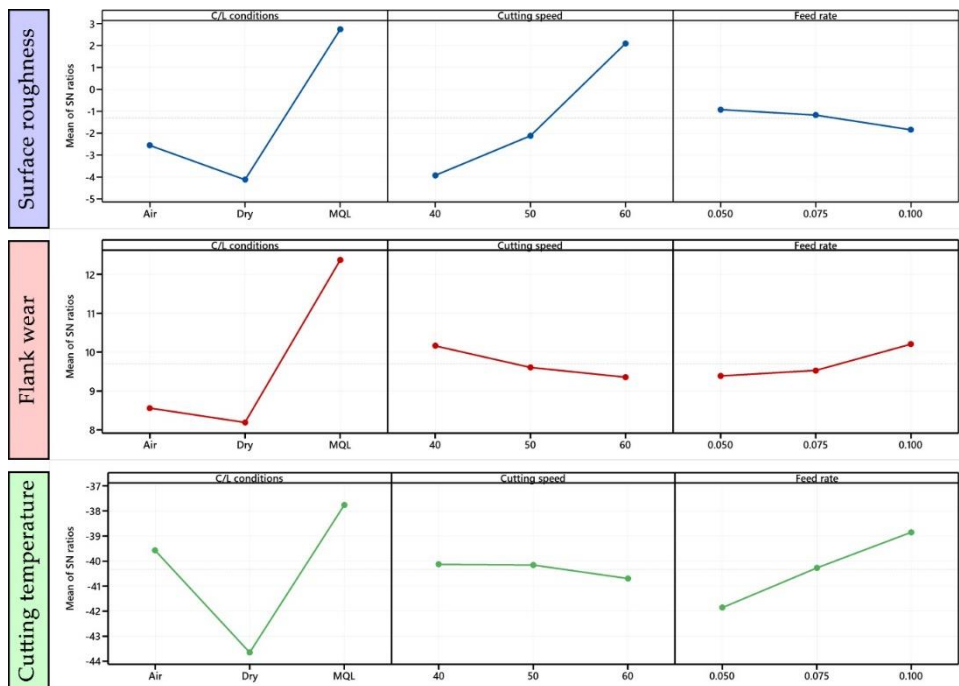


Figure 6. Main impact charts

Table 4. ANOVA results and contribution rates

| Source                  | DF       | Seq SS         | Adj SS | Adj MS  | F     | P     | Contribution rate (%) |
|-------------------------|----------|----------------|--------|---------|-------|-------|-----------------------|
| <b><math>R_a</math></b> |          |                |        |         |       |       |                       |
| Cooling/lubrication     | 2        | 77.627         | 77.627 | 38.8133 | 111.3 | 0.009 | <b>56.662</b>         |
| Cutting speed           | 2        | 57.311         | 57.311 | 28.6554 | 82.18 | 0.012 | 41.833                |
| Feed rate               | 2        | 1.365          | 1.3645 | 0.6823  | 1.96  | 0.338 | 0.996                 |
| Residual error          | 2        | 0.697          | 0.6974 | 0.3487  |       |       | 0.509                 |
| <b>Total</b>            | <b>8</b> | <b>136.999</b> |        |         |       |       | <b>100.000</b>        |
| <b><math>V_b</math></b> |          |                |        |         |       |       |                       |
| Cooling/lubrication     | 2        | 32.21          | 32.21  | 16.1049 | 14.39 | 0.065 | <b>87.967</b>         |
| Cutting speed           | 2        | 1.021          | 1.021  | 0.5105  | 0.46  | 0.687 | 2.788                 |

**Table 4.** ANOVA results and contribution rates (Continued)

|                      |          |                |        |         |       |       |                |
|----------------------|----------|----------------|--------|---------|-------|-------|----------------|
| Feed rate            | 2        | 1.147          | 1.147  | 0.5736  | 0.51  | 0.661 | 3.133          |
| Residual error       | 2        | 2.238          | 2.238  | 1.1191  |       |       | 6.112          |
| <b>Total</b>         | <b>8</b> | <b>36.616</b>  |        |         |       |       | <b>100.000</b> |
| <b>T<sub>c</sub></b> |          |                |        |         |       |       |                |
| Cooling/lubrication  | 2        | 54.7264        | 54.726 | 27.3632 | 91.77 | 0.011 | <b>78.680</b>  |
| Cutting speed        | 2        | 0.6116         | 0.6116 | 0.3058  | 1.03  | 0.494 | 0.879          |
| Feed rate            | 2        | 13.6211        | 13.621 | 6.8106  | 22.84 | 0.042 | 19.583         |
| Residual error       | 2        | 0.5963         | 0.5963 | 0.2982  |       |       | 0.857          |
| <b>Total</b>         | <b>8</b> | <b>69.5555</b> |        |         |       |       | <b>100.000</b> |

## CONCLUSION

This research aimed to examine the machinability characteristics of the Nimonic-60 superalloy under various cutting settings and cutting conditions. Furthermore, the use of Taguchi analysis resulted in a reduction in both the number of trials conducted and the associated expenditures. The outcomes are as stated.

- The highest surface roughness was obtained in experiments in dry environments. Although the use of air medium reduces the roughness, the lowest Ra values were obtained in the MQL environment. The minimum R<sub>a</sub> achieved was 0.499 µm, which occurred when the V<sub>c</sub> was set at 60 m/min, the f<sub>n</sub> was 0.075 mm/rev, and the machining was performed in a MQL environment.
- Research has shown the most significant wear in trials conducted in dry conditions. It has been observed that tool wear decreases in the air environment. However, the lowest tool wear occurred in the MQL environment. The minimum V<sub>b</sub> of 0.201 mm was achieved by using a V<sub>c</sub> of 40 m/min, a f<sub>n</sub> of 0.100 mm/rev, and a MQL environment.
- Research has shown that T<sub>c</sub> drop while transitioning from a dry environment to a MQL environment. The maximum temperatures were achieved in a cutting environment with low humidity, followed by a cutting environment with compressed air. The T<sub>c</sub> reached its minimum value of 66.4 °C when the V<sub>c</sub> was set at 40 m/min, the f<sub>n</sub> was 0.100 mm/rev, and the cutting process was carried out in a MQL environment.
- Based on the findings of the Taguchi study, it was concluded that cooling/lubrication had the most impact on R<sub>a</sub> (56.66%), V<sub>b</sub> (87.96%), and T<sub>c</sub> (78.68%)

## REFERENCES

- Akgün, M., Özlü, B., & Kara, F. (2023). Effect of PVD-TiN and CVD-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Coatings on Cutting Force, Surface Roughness, Cutting Power, and Temperature in Hard Turning of AISI H13 Steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 32(3), 1390-1401. <https://doi.org/10.1007/s11665-022-07190-9>
- Bagci, M. (2016). Determination of solid particle erosion with Taguchi optimization approach of hybrid composite systems. *Tribology International*, 94, 336-345. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2015.09.032>
- Bilga, P. S., Singh, S., & Kumar, R. (2016). Optimization of energy consumption response parameters for turning operation using Taguchi method. *Journal of Cleaner Production*, 137, 1406-1417. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.07.220>
- Cantero, J. L., Díaz-Álvarez, J., Infante-García, D., Rodríguez, M., & Criado, V. (2018). High Speed Finish Turning of Inconel 718 Using PCBN Tools under Dry Conditions. *Metals*, 8(3), 192. <https://www.mdpi.com/2075-4701/8/3/192>
- Canyılmaz, E., & Kutay, F. (2003). Taguchi Metodunda Varyans Analizine Alternatif Bir Yaklaşım. *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 18(3).

- Cetin, M. H., Ozcelik, B., Kuram, E., & Demirbas, E. (2011). Evaluation of vegetable based cutting fluids with extreme pressure and cutting parameters in turning of AISI 304L by Taguchi method. *Journal of Cleaner Production*, 19(17), 2049-2056. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2011.07.013>
- Değirmenci, Ü., Usca, Ü. A., & Şap, S. (2023). Machining characterization and optimization under different cooling/lubrication conditions of Al-4Gr hybrid composites fabricated by vacuum sintering. *Vacuum*, 208, 111741. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2022.111741>
- Elbah, M., Yallese, M. A., Aouici, H., Mabrouki, T., & Rigal, J.-F. (2013). Comparative assessment of wiper and conventional ceramic tools on surface roughness in hard turning AISI 4140 steel. *Measurement*, 46(9), 3041-3056. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.measurement.2013.06.018>
- Gupta, K., & Laubscher, R. F. (2016). Sustainable machining of titanium alloys: A critical review. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 231(14), 2543-2560. <https://doi.org/10.1177/0954405416634278>
- Gupta, M. K., Sood, P. K., Singh, G., & Sharma, V. S. (2017). Sustainable machining of aerospace material – Ti (grade-2) alloy: Modeling and optimization. *Journal of Cleaner Production*, 147, 614-627. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.01.133>
- Hsiao, T.-C., Vu, N.-C., Tsai, M.-C., Dang, X.-P., & Huang, S.-C. (2020). Modeling and optimization of machining parameters in milling of INCONEL-800 super alloy considering energy, productivity, and quality using nanoparticle suspended lubrication. *Measurement and Control*, 54(5-6), 880-894. <https://doi.org/10.1177/0020294020925842>
- Hussain, S. A. I., Sen, B., Das Gupta, A., & Mandal, U. K. (2020). Novel Multi-objective Decision-Making and Trade-Off Approach for Selecting Optimal Machining Parameters of Inconel-800 Superalloy. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 45(7), 5833-5847. <https://doi.org/10.1007/s13369-020-04583-7>
- Islam, A. K. M. K., Mia, M., & Dhar, N. R. (2017). Effects of internal cooling by cryogenic on the machinability of hardened steel. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 90(1), 11-20. <https://doi.org/10.1007/s00170-016-9373-y>
- Kulkarni, H., & Dabhade, V. V. (2019). Green machining of powder-metallurgy-steels (PMS): an overview. *Journal of Manufacturing Processes*, 44, 1-18.
- Makhesana, M. A., Patel, K. M., & Khanna, N. (2022). Analysis of vegetable oil-based nano-lubricant technique for improving machinability of Inconel 690. *Journal of Manufacturing Processes*, 77, 708-721. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2022.03.060>
- Marques, A., Narala, S. K. R., Machado, A. R., Gunda, R. K., Josyula, S. K., Da Silva, R. B., & Da Silva, M. B. (2015). Performance assessment of MQSL: Minimum quantity solid lubricant during turning of Inconel 718. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 231(7), 1144-1159. <https://doi.org/10.1177/0954405415592128>
- Mia, M., Dey, P. R., Hossain, M. S., Arafat, M. T., Asaduzzaman, M., Shoriat Ullah, M., & Tareq Zobaer, S. M. (2018). Taguchi S/N based optimization of machining parameters for surface roughness, tool wear and material removal rate in hard turning under MQL cutting condition. *Measurement*, 122, 380-391. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.measurement.2018.02.016>
- Musfirah, A. H., Ghani, J. A., & Haron, C. H. C. (2017). Tool wear and surface integrity of inconel 718 in dry and cryogenic coolant at high cutting speed. *Wear*, 376-377, 125-133. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.wear.2017.01.031>
- Nimel Sworna Ross, K., & Manimaran, G. (2019). Effect of cryogenic coolant on machinability of difficult-to-machine Ni–Cr alloy using PVD-TiAlN coated WC tool. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, 41(1), 44. <https://doi.org/10.1007/s40430-018-1552-3>
- Öndin, O., Kivak, T., Sarıkaya, M., & Yıldırım, Ç. V. (2020). Investigation of the influence of MWCNTs mixed nanofluid on the machinability characteristics of PH 13-8 Mo stainless steel. *Tribology International*, 148, 106323. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.triboint.2020.106323>



- Özlu, B. (2021). Investigation of the effect of cutting parameters on cutting force, surface roughness and chip shape in turning of Sleipner cold work tool steel. *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 36(3), 1241-1251.
- Özlu, B. (2022). Evaluation Of Energy Consumption, Cutting Force, Surface Roughness And Vibration In Machining Toolox 44 Steel Using Taguchi-Based Gray Relational Analysis. *Surface Review and Letters*, 29(08), 2250103. <https://doi.org/10.1142/S0218625X22501037>
- Özlu, B., & Akgün, M. (2024). Evaluation of the machinability performance of PH 13-8 Mo maraging steel used in the aerospace industry. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part E: Journal of Process Mechanical Engineering*, 238(2), 687-699. <https://doi.org/10.1177/09544089231216035>
- Özlu, B., Akgün, M., & Demir, H. (2023). Evaluation of the effect of hot forging and cooling conditions on the microstructure, hardness and machinability of medium carbon DIN 41Cr4 steel. *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 38(1), 231-243.
- Özlu, B., Demir, H., Türkmen, M., & Gündüz, S. (2021). Examining the machinability of 38MnVS6 microalloyed steel, cooled in different mediums after hot forging with the coated carbide and ceramic tool. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science*, 235(22), 6228-6239. <https://doi.org/10.1177/0954406220984498>
- Patel, T., Khanna, N., Yadav, S., Shah, P., Sarikaya, M., Singh, D., Gupta, M. K., & Kotkunde, N. (2021). Machinability analysis of nickel-based superalloy Nimonic 90: a comparison between wet and LCO<sub>2</sub> as a cryogenic coolant. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 113(11), 3613-3628. <https://doi.org/10.1007/s00170-021-06793-1>
- Pusavec, F., Deshpande, A., Yang, S., M'Saoubi, R., Kopac, J., Dillon, O. W., & Jawahir, I. S. (2014). Sustainable machining of high temperature Nickel alloy – Inconel 718: part 1 – predictive performance models. *Journal of Cleaner Production*, 81, 255-269. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2014.06.040>
- Salur, E. (2022). Understandings the tribological mechanism of Inconel 718 alloy machined under different cooling/lubrication conditions. *Tribology International*, 174, 107677. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.triboint.2022.107677>
- Sarikaya, M., & Güllü, A. (2015). Multi-response optimization of minimum quantity lubrication parameters using Taguchi-based grey relational analysis in turning of difficult-to-cut alloy Haynes 25. *Journal of Cleaner Production*, 91, 347-357. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2014.12.020>
- Sharma, A. K., Tiwari, A. K., & Dixit, A. R. (2015). Improved Machining Performance with Nanoparticle Enriched Cutting Fluids under Minimum Quantity Lubrication (MQL) Technique: A Review. *Materials Today: Proceedings*, 2(4), 3545-3551. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.matpr.2015.07.066>
- Singh, G., Gupta, M. K., Mia, M., & Sharma, V. S. (2018). Modeling and optimization of tool wear in MQL-assisted milling of Inconel 718 superalloy using evolutionary techniques. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 97(1), 481-494. <https://doi.org/10.1007/s00170-018-1911-3>
- Şap, E., Usca, Ü. A., & Uzun, M. (2022). Machining and optimization of reinforced copper composites using different cooling-lubrication conditions. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, 44(9), 399. <https://doi.org/10.1007/s40430-022-03678-6>
- Şap, S. (2023a). Machining and Energy Aspect Assessment with Sustainable Cutting Fluid Strategies of Al-12Si Based Hybrid Composites. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology*, 11, 33-53. <https://doi.org/10.1007/s40684-023-00544-1>
- Şap, S. (2023b). Understanding the Machinability and Energy Consumption of Al-Based Hybrid Composites under Sustainable Conditions. *Lubricants*, 11(3), 111. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/lubricants11030111>

- Şap, S., Uzun, M., Usca, Ü. A., Pimenov, D. Y., Giasin, K., & Wojciechowski, S. (2022). Investigation of machinability of Ti–B–SiCp reinforced Cu hybrid composites in dry turning. *Journal of Materials Research and Technology*, 18, 1474-1487. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.03.049>
- Thakur, A., Gangopadhyay, S., & Mohanty, A. (2015). Investigation on Some Machinability Aspects of Inconel 825 During Dry Turning. *Materials and Manufacturing Processes*, 30(8), 1026-1034. <https://doi.org/10.1080/10426914.2014.984216>
- Tu, L., Lin, L., Liu, C., Zheng, T., Deng, Y., Han, L., An, Q., Ming, W., & Chen, M. (2023). Tool wear characteristics analysis of cBN cutting tools in high-speed turning of Inconel 718. *Ceramics International*, 49(1), 635-658. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.09.034>
- Usca, Ü. A. (2023). The Effect of Cellulose Nanocrystal-Based Nanofluid on Milling Performance: An Investigation of Dillimax 690T. *Polymers*, 15(23), 4521. <https://www.mdpi.com/2073-4360/15/23/4521>
- Usca, Ü. A., Şap, S., & Uzun, M. (2023). Evaluation of Machinability of Cu Matrix Composite Materials by Computer Numerical Control Milling under Cryogenic LN2 and Minimum Quantity Lubrication. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 32(5), 2417-2431. <https://doi.org/10.1007/s11665-022-07262-w>
- Usca, Ü. A., Şap, S., Uzun, M., & Değirmenci, Ü. (2024). Assessment of the machinability and energy consumption characteristics of Cu–6Gr hybrid composites under sustainable operating. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, 46(4), 221. <https://doi.org/10.1007/s40430-024-04815-z>
- Usca, Ü. A., Uzun, M., Şap, S., Giasin, K., Pimenov, D. Y., & Prakash, C. (2022). Determination of machinability metrics of AISI 5140 steel for gear manufacturing using different cooling/lubrication conditions. *Journal of Materials Research and Technology*, 21, 893-904. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.09.067>
- Wang, C., Li, K., Chen, M., & Liu, Z. (2015). Evaluation of minimum quantity lubrication effects by cutting force signals in face milling of Inconel 182 overlays. *Journal of Cleaner Production*, 108, 145-157. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.06.095>

**Atf İçin:** Şenel, M.C. ve Şenbaş, T. (2024). Karbon Nanotüp Takviyeli Al6061 Matrisli Kompozitlerin Aşınma ve Sürtünme Davranışının Araştırılması. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1240-1252.

**To Cite:** Şenel, M.C. & Şenbaş, T. (2024). Investigation of Wear and Friction Behavior of Carbon Nanotube Reinforced Al6061 Matrix Composites. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1240-1252.

## **Karbon Nanotüp Takviyeli Al6061 Matrisli Kompozitlerin Aşınma ve Sürtünme Davranışının Araştırılması**

Mahmut Can ŞENEL<sup>1\*</sup>, Tülin ŞENBAŞ<sup>1</sup>

### **Öne Çıkanlar:**

- Belli bir orana kadar (ağırlıkça %0,1) karbon nanotüp katkısı Al6061 matrisli kompozitin aşınma direncini artırmıştır
- Karbon nanotüpün katı yağlayıcılık özelliği sayesinde kompozit yapıda sürtünme düşmüştür

### **Anahtar Kelimeler:**

- Karbon nanotüp
- Al6061 alaşımı
- Aşınma
- Sürtünme
- Kompozit

### **ÖZET:**

Yürütülen çalışma kapsamında, toz metalürjisi ve sıcak preslemeyle üretilen karbon nanotüp katkılı (ağırlıkça %0.1, 0.3, 0.5) Al6061 esaslı kompozitlerin aşınma ve sürtünme davranışı araştırılmıştır. Üretim süreci; tozların karıştırılması, filtreleme, kurutma, presleme, sinterleme ve sıcak presleme işlem adımlarından oluşmaktadır. Üretilen numunelerin aşınma ve sürtünme özellikleri pin-on disk aşınma test düzeneği yardımıyla incelenmiştir. Numunelerin aşınmış ve kırık yüzeyleri, taramalı elektron mikroskopuyla analiz edilmiştir. Yürütülen testler neticesinde en yüksek sertlik değeri (118 HV), minimum aşınma oranı ( $5.1 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{Nm})$ ) ve minimum kütle kaybı (0.0033 g) Al6061-%0.1 karbon nanotüp kompozit yapıda elde edilmiştir. Al6061 alaşımına kıyasla Al6061-%0.1 karbon nanotüp kompozitin sertliğinin %10.2 ve aşınma oranının %17.6 oranında iyileştiği tespit edilmiştir. Karbon nanotüp katkısının ağırlıkça %0.1 oranına kadar Al6061 matrisli kompozitin tribolojik özelliklerini iyileştirdiği belirlenmiştir. Ağırlıkça %0.1'in üzerindeki katkı oranlarında ise karbon nanotüpün kümelenmesi sebebiyle kompozitin sertliği ve aşınma oranı düşmüştür.

## **Investigation of Wear and Friction Behavior of Carbon Nanotube Reinforced Al6061 Matrix Composites**

### **Highlights:**

- Carbon nanotube contribution up to a certain amount (0.1wt.%) increased the wear resistance of Al6061 matrix composite
- Friction decreased in the composite structure thanks to the solid lubricating property of carbon nanotube

### **Keywords:**

- Carbon nanotube
- Al6061 alloy
- Wear
- Friction
- Composite

### **ABSTRACT:**

In the present study, wear and friction behavior of Al6061-based composites reinforced with carbon nanotube (0.1, 0.3, 0.5wt.%) fabricated via the powder metallurgy and hot-pressing were investigated. Production process consists of the process steps of mixing powders, filtering, drying, pressing, sintering and hot pressing. The wear and friction behavior of the produced samples were examined with the help of a pin-on-disc wear test device. The worn and fracture surfaces of the samples were researched by scanning electron microscopy. As a result of the tests conducted, the highest hardness value (118 HV), minimum wear rate ( $5.1 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{Nm})$ ), and minimum mass loss (0.0033 g) were obtained in the Al6061-0.1% carbon nanotube composite structure. It was determined that the hardness and wear rate of the Al6061-0.1% carbon nanotube improved by 10.2% and 17.6% compared to the Al6061 alloy. It has been determined that carbon nanotube reinforcement up to 0.1wt.% amount improves the tribological properties of Al6061 matrix composite. Hardness and wear rate of the composite were decreased due to the clustering of carbon nanotube after 0.1wt.% reinforcement ratio.

<sup>1</sup>Mahmut Can ŞENEL ([Orcid ID: 0000-0001-7897-1366](https://orcid.org/0000-0001-7897-1366)), Tülin ŞENBAŞ ([Orcid ID: 0009-0006-7676-2660](https://orcid.org/0009-0006-7676-2660)), Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Samsun, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Mahmut Can ŞENEL, e-mail: mahmutcan.senel@omu.edu.tr

## GİRİŞ

Günümüzde yaşanan teknolojik gelişmeler dikkate alındığında ileri teknolojik malzemelerin geliştirilmesi üzerine yapılan Ar-Ge faaliyetleri her geçen gün artmaktadır. Özellikle metal, seramik veya polimer esaslı malzemelerden istenen performanslar günümüz şartlarında yeterli olmamaktadır. Bu sebeple de kompozit malzemeler üzerine yoğun araştırma çalışmaları yürütülmektedir (Chawla, 2006).

Kompozit malzemeler, birbiri içerisinde çözünmeyen iki veya daha fazla materyalin üstün olan özelliklerini tek bir malzeme içerisinde birleştirmek amacıyla üretilen yeni bir malzeme türüdür. Bu tür malzemeler matris malzeme ve takviye elemanlarından oluşmaktadır. Matris malzeme, takviye elemanlarının dağılımını kontrol ederek onları bir arada tutmaktadır. Ayrıca kompozit malzemenin boyutunu ve şeklini de matris malzeme korumaktadır. Takviye elemanı ise kompozit malzemelerin dağılmış fazını oluşturmada olup kompozit malzemeye gelen yükün önemli bir kısmını taşımaktadır. Bu sayede malzemenin sertliğinin, dayanımının ve ısıl direncinin artırılmasında önemli rol oynamaktadır. Kompozitler takviye elemanının şekline göre tabakalı, parçacık takviyeli ve elyaf takviyeli; ana malzemeye göre ise seramik, metal ve polimer matrisli kompozitler şeklinde sınıflandırılabilir (Şahin, 2006; Erdoğan, 2005).

Metal matrisli kompozit (MMK) malzemeler, en az biri metal olan iki veya daha fazla malzemenin sistematik birleşimiyle üretilen malzemelerdir. Bu tür kompozitlerde matris malzeme olarak titanyum, magnezyum, bakır, alüminyum ve alaşımları kullanılmaktadır. Takviye elemanı olarak ise; seramik ( $B_4C$ ,  $SiC$ ,  $Si_3N_4$ , vb.) veya karbon esaslı bir malzeme (karbon nanotüp (KNT), grafen nanotabaka (GNT), fulleren, vb.) tercih edilmektedir. MMK malzemelerin geleneksel malzemelere kıyasla; daha üstün dayanıma, aşınma direncine, korozyon direncine ve ısıl iletkenliğe sahip olduğu bilinmektedir. Bu sebeple de MMK'leuçak gövdelerinde, fren disklerinde, süspansiyon parçalarında, rüzgâr türbinlerinde, güneş panellerinde, golf sopalarında ve tenis raketlerinde yoğun bir şekilde kullanılmaktadır (Erdoğan, 2005; Macke et al., 2012).

Matris malzeme olarak kullanılan Al6061 alaşımı, içerisinde Al, Mg, Si, Zn, Cu, Cr gibi elementleri içeren saf alüminyuma kıyasla daha iyi mukavemet-ağırlık oranına, korozyon ve oksidasyon direncine sahip en çok tercih edilen alüminyum alaşımlarından biridir. Bu sebeple uçak ve helikopterlerin gövde ve kanat parçalarında, gemilerin gövde ve güverte parçalarında, köprülerin ve binaların yapısal parçalarında, bisiklet, motosiklet ve diğer spor malzemelerinde kullanılmaktadır (Pul, 2010; Şahin, 2014; Koli et al., 2012). Takviye malzeme olarak kullanılan KNT, karbon atomlarının altıgen formda düzenlenmesiyle oluşan silindirik yapıya sahip bir malzemedir. Bu sıradışı yapı da KNT'ye yüksek mukavemet ve esneklik kazandırmaktadır. Sahip olduğu bu üstün özellikler KNT'nin; yapısal malzemelerde, elektronik endüstrisinde, yakıt hücrelerinde ve sensör teknolojisinde kullanımını sağlamaktadır (Topçu, 2018).

Kompozit malzemeler; karıştırmalı döküm, sıvı metal infiltrasyonu veya toz metalürjisi gibi yöntemlerle üretilebilmektedir. Toz metalürjisi (TM) yöntemi, diğer üretim yöntemlerine kıyasla; yüksek malzeme kullanım oranı, yüksek üretim hızı, karmaşık şekilli parçaların imalatı ve yüksek mukavemetli parça üretimi gibi avantajlara sahiptir. Bu avantajları sayesinde TM yöntemi, otomotiv, havacılık, savunma, enerji ve inşaat gibi birçok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır (Demir, 2022). TM üretim yöntemi; karıştırma, presleme, sinterleme ve ikincil işlem (sıcak presleme, dövme, haddeleme, ekstrüzyon vb.) adımlarından oluşmaktadır. Tozların karıştırılması işlemi için yüksek enerjili bilyalı değirmen veya mekanik karıştırıcı gibi çeşitli karıştırma ekipmanları kullanılmaktadır. Bu sayede toz karışımları belli bir sürede ve karıştırma hızında karıştırılarak homojen karışım elde edilebilmektedir. Sonrasında ise sıcak izostatik presleme, soğuk izostatik presleme veya hidrolik presle

tozlar sıkıştırılarak ham numuneler üretilmektedir. Numunelere yoğunluk kazandırmak ve mikroyapıdaki gözenekliliği azaltmak için numuneler belli bir sıcaklıkta ve sürede vakum altında veya koruyucu gaz atmosferinde sinterlenmektedir. Sinterlenen numunelere ikincil işlem (sıcak presleme, ekstrüzyon, haddeleme, vb.) uygulanarak numunelerin dayanımı arttırılmaktadır (German, 2005; Şenel ve ark., 2017). Bu çalışma kapsamında ikincil işlem olarak indüksiyon altında sıcak presleme işlemi uygulanmıştır.

Literatürde yapılmış çalışmalar incelendiğinde; karbon nanotüp katkılı alüminyum matrisli kompozitlerin tribolojik özelliklerinin incelendiği birtakım çalışmaların yapıldığı görülmüştür (Sridhar&Narayanan, 2009; Mansoor&Shadid, 2016). Omid ve ark. yaptıkları çalışmada mekanik öğütme ve ekstrüzyon yöntemiyle üretilen Al6061 alaşımının ve Al6061-%1.25KNT mekanik ve tribolojik özelliklerini incelemiştir. En yüksek sertlik değeri ve aşınma direnci Al6061-%1.25KNT kompozit yapıda tespit edilmiştir. Aşınma testlerinde düşük yükleme durumlarında abrasif aşınma mekanizmasının, yüksek yükleme durumlarında ise adhesif aşınma mekanizmasının etkili olduğu belirtilmiştir (Omid et al., 2009). Preethi ve ark. yaptıkları çalışmada, ağırlıkça %1-2 oranlarında KNT katkılı Al6061 matrisli kompozitleri toz metalürjisi yöntemiyle üreterek numunelerin mikroyapılarını taramalı elektron mikroskopuyla (SEM) incelemiştir. Analizler sonucunda; karbon nanotüplerin matrisle iyi dağıldığını gözlemlemiştir. KNT takviyesiyle kompozitin aşınma direncinin ve sertliğinin arttığını tespit etmişlerdir (Preethi et al., 2023). Mohammed ve Chen yaptıkları çalışmada, alüminyum esaslı karbon nanotüp katkılı kompozitlerin KNT ve Al arasında gözlenen arayüz mekanizmalarını analiz etmişlerdir. Sonuç olarak kompozitin dayanımını arttırmak için karbon nanotüpün etkili bir takviye malzemesi olduğunu ve mikro yapıda karbon nanotüpün homojen dağıtılmasının önemli olduğunu belirtmişlerdir (Mohammed&Chen, 2019). Shivaramu ve ark., alüminyum-silisyum alaşımına ağırlıkça %0.25-1 oranında KNT takviyesi yaparak toz metalürjisi yöntemiyle kompozitler üretmişlerdir. Aşınma karakteristikleri incelendikten sonra kayma mesafesi 500 m'den 1000 m'ye arttırıldığında aşınma oranının azaldığı tespit edilmiştir. Ayrıca maksimum aşınma direnci ağırlıkça %0.75KNT eklenmiş kompozit yapıda elde edilmiştir (Shivaramu et al., 2020).

Literatürdeki çalışmalara bakıldığında; karbon nanotüp katkılı alüminyum esaslı kompozitlerin tribolojik özelliklerinin incelendiği çalışmaların olduğu görülebilmektedir. Tüm bu çalışmalardan farklı olarak yürütülen mevcut çalışmada, üretim prosesi olarak indüksiyon altında sıcak presleme ve toz metalürjisi yöntemleri birlikte uygulanmıştır. Bu sayede, numune yüzeyinde oksidasyon oluşumuna fırsat vermeden hızlı bir üretim prosesiyle yüksek aşınma direncine sahip numuneler üretilebilmiştir.

Yürütülen çalışmada, toz metalürjisi ve indüksiyon altında sıcak presleme yöntemiyle ilk defa karbon nanotüp katkılı Al6061 matrisli kompozitlerin üretimi gerçekleştirilerek numunelerin sertliği, yoğunluğu, aşınma oranı, kütle kaybı, faz yapısı ve mikro yapısı incelenmiştir.

## MATERYAL VE METOT

### Materyal

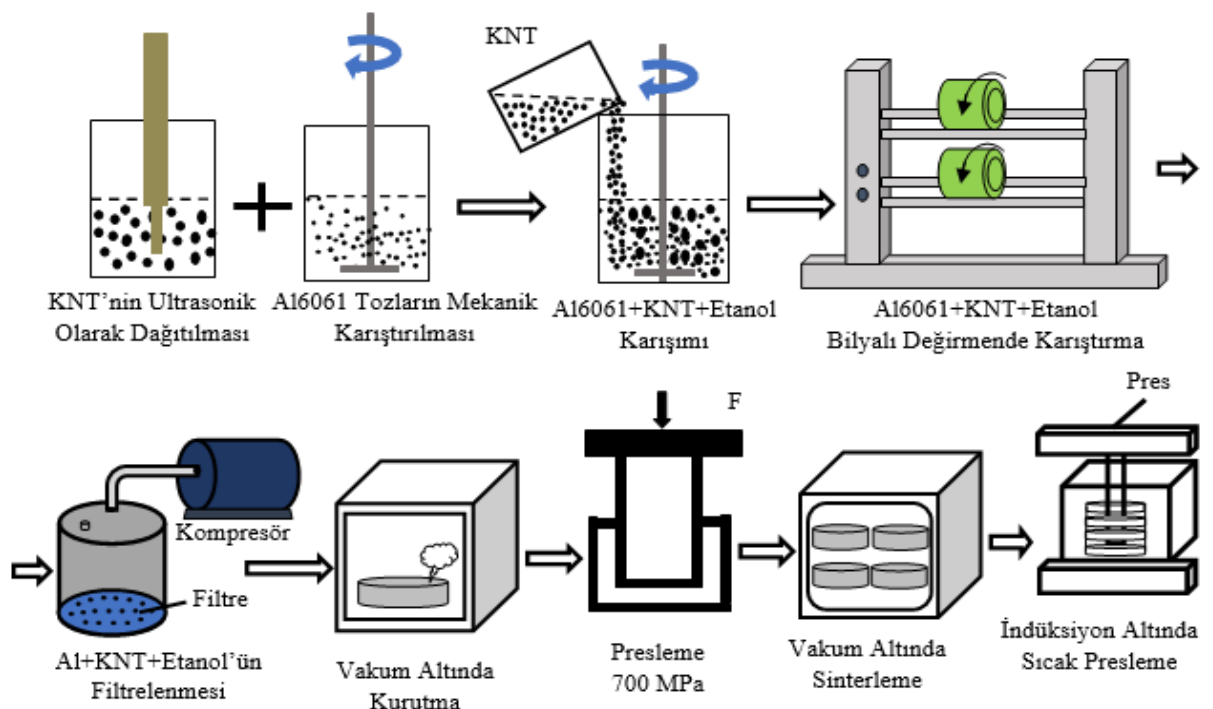
Bu çalışma kapsamında, Al6061 matrisli karbon nanotüp katkılı kompozitler sıcak presleme ve toz metalürjisi yöntemleriyle üretilmiştir. Matris elemanı olarak Al6061 alaşım tozu, takviye elemanı olarak çok duvarlı karbon nanotüp tozu kullanılmıştır. Kullanılan Al6061 alaşım tozu ortalama 10 µm tanecik boyutuna, %98 saflık derecesine sahip olup Nanografi firmasından temin edilmiştir. Takviye elemanı olarak tercih edilen karbon nanotüp tozu ise %96 saflığa, 48-68 nm dış çapa ve çok duvarlı bir yapıya sahip olup Nanografi firmasından satın alınmıştır. Ticari olarak temin edilen tozlara ait diğer özellikler Çizelge 1'de sunulmuştur.

Çizelge 1. Üretimde kullanılan tozların özellikleri

| Tozlar         | Safılık (%) | Morfolojisi | Çap      | Yoğunluğu (g/cm <sup>3</sup> ) |
|----------------|-------------|-------------|----------|--------------------------------|
| Al6061 alaşım  | %98         | Küresel     | 10 µm    | 2.7                            |
| Karbon nanotüp | %96         | Silindirik  | 48-68 nm | 1.9                            |

### Metot

Al6061 esaslı karbon nanotüp katkılı kompozitler sıcak presleme ve toz metalürjisi yöntemleriyle bu çalışma kapsamında üretilmiştir (Şekil 1). Öncelikle Al6061 alaşım tozu etil alkol içerisinde 1 saat süresince mekanik olarak karıştırılmış ve eş zamanlı olarak karbon nanotüp tozu etil alkol içerisinde ultrasonik dağıtıcıyla dağıtılmıştır. Sonrasında Al6061-etanol karışımı karbon nanotüp-etanol karışımına eklenip mekanik karıştırıcıyla 30 dk süresince karıştırıldı. Homojen bir karışım elde etmek amacıyla Al6061-KNT-etanol karışımı, yüksek enerjili bilyalı değirmene aktarılarak 15 dk süresince 600 dev/dk hızda karıştırılmıştır. Bilyalı değirmende karıştırma haznesine, hacimce 1/3 oranında karışım ve 1/3 oranında zirkon bilya eklenerek karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Karışım içerisinden etil alkolü ayırtmak için karışım filtrelenip vakum altında etüvde 45°C sıcaklıkta 16 saat süresince kurutulmuştur. Kurutma sonrası toz karışımı paslanmaz çelik kalıp içerisinde 700 MPa basınç altında tek eksenli presle sıkıştırılmıştır. Preslenmiş numuneler 10×10×6 mm boyutlarındadır. Sonrasında ham numuneler 600°C sıcaklıkta 60 dk boyunca sürekli vakum altında sinterlenmiştir. Numunelere ikincil işlem olarak indüksiyon altında sıcak presleme işlemi uygulanmıştır. Sıcak presleme işlemi için hidrolik pres ve indüksiyonla ısıtma makinesi eş zamanlı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. İndüksiyonla ısıtma makinesinde ısıtma süresi 40 sn, bekleme süresi 30 sn ve soğutma süresi 10 sn olarak belirlenmiştir. Bu aşamadaki presleme basıncı 25 MPa olup sıcaklık 500 °C olarak ayarlanmıştır. Bu işlemle daha yoğun bir mikro yapıya ve daha üstün mekanik, tribolojik özelliklere sahip kompozit malzeme üretiminin gerçekleştirilmesi hedeflenmektedir. Numunelerin yüzeyindeki oksit tabakayı uzaklaştırmak amacıyla numuneler sırasıyla 240, 1200, 2400 gritlik zımpara kağıtlarıyla 5 dk süresince zımparalanmıştır. Numunelere sertlik ve aşınma testleri uygulayabilmek için numune yüzeylerinin parlatılması gerekmektedir. Parlatma işlemi, elmas çuha üzerine elmas solüsyon sıkılıp numunelerin çuha üzerinde 30 dk süresince parlatılmasıyla gerçekleştirilmiştir.



Şekil 1. Karbon nanotüp takviyeli Al6061 matrisli kompozitlerin üretimine ait akış şeması

Numunelerin sertlik ölçümü için mikro Vickers sertlik ölçme cihazı kullanılmıştır. Numune üst yüzeyinden minimum sekiz sertlik ölçümünün ortalaması alınıp ortalama sertlik değeri tespit edilmiştir. Sertlik ölçümü 15 sn süresince 200 gf yük altında gerçekleştirilmiştir. Yoğunluk ölçümü için Arşimet yoğunluk ölçüm kiti kullanılarak deneysel yoğunluk değeri belirlenmiştir.

Numunelerin deneysel yoğunluğu ( $\rho_D$ ) Eşitlik 1'den hesaplanabilmektedir. Bu eşitlikte;  $m_A$  kompozit malzemelerin suyun içindeki asılı kütlelerini,  $m_K$  kurumuş haldeki kütlelerini,  $m_D$  suya doymuş kütlelerini ve  $\rho_{su}$  suyun yoğunluğunu ifade etmektedir (Şenel&Gürbüz, 2020).

$$\rho_D = [m_K / (m_D - m_A)] \rho_{su} \quad (1)$$

Numunelerin teorik yoğunluğu ( $\rho_T$ ), Eşitlik 2 kullanılarak hesaplanmaktadır. Eşitlikte  $\rho_M$  matris malzemesi olarak kullanılan Al6061 alaşımının yoğunluğunu ( $2.7 \text{ g/cm}^3$ ), %M matris malzemesinin ağırlıkça takviye oranını, ( $\rho_{TK}$ ) takviye elemanı olarak kullanılan karbon nanotüpün yoğunluğunu ( $1.9 \text{ g/cm}^3$ ) ve %TK ise takviye elemanının ağırlıkça katkı oranını göstermektedir.

$$\rho_T = (\rho_M \times \%M) + (\rho_{TK} \times \%TK) \quad (2)$$

Toz metalürjisi yöntemiyle üretimi gerçekleştirilen ürünler için çok önemli bir parametre olan bağıl yoğunluk ( $\% \rho_D$ ) Eşitlik 3'den hesaplanabilmektedir (Şenel&Gürbüz, 2020).

$$\% \rho_D = (\rho_D / \rho_T) \times 100 \quad (3)$$

Numunelerin gözeneklilik oranı (%G) Eşitlik 4 yardımıyla tespit edilebilmektedir (Şenel&Gürbüz, 2020).

$$\%G = (1 - (\rho_D / \rho_T)) \times 100 \quad (4)$$

Numunelerin aşınma ve sürtünme davranışını incelemek için pin-on-disk aşınma test düzeneği kullanılmıştır. Aşınma testlerinde abrasif aşınmanın etkin olduğunu ifade edebiliriz. Aşınma testlerinde aşındırıcı disk olarak 20 mm yarıçapa ve 50 HRC sertliğe sahip 440C paslanmaz çelik disk kullanılmıştır. Aşınma testleri kuru şartlar altında 5 N yükte gerçekleştirilmiştir. Aşınma test düzeneğinden elde edilen sürtünme kuvveti verileri, kuvvet sensörü ve PICO 4424 veri kaydedicisi aracılığıyla saniyede bir olmak üzere bilgisayara aktarılmıştır. Sürtünme kuvveti verileri uygulanan yüke bölünerek sürtünme katsayısı verisine dönüştürülmüş ve bu sayede her bir numune için test süresince (20 dk) 1200 sürtünme katsayısı verisi elde edilmiştir. Aşınma testleri neticesinde numunelerin kütle kaybı, aşınma oranı ve sürtünme katsayısı verilerine ulaşılmıştır.

Kütle kaybı ( $\Delta m$ ), Eşitlik 5'den hesaplanmakta olup malzemenin aşınma öncesi kütlelerinden ( $m_i$ ) aşınma sonrası kütlesi ( $m_s$ ) çıkarılarak elde edilmektedir.

$$\Delta m = m_i - m_s \quad (5)$$

Aşınma testlerinde test süresi (t) 20 dk, diskin dönüş hızı (n) 200 dev/dk ve disk yarıçapı (r) 20 mm olup kayma mesafesi (L) Eşitlik 6'dan yaklaşık 500 m olarak hesaplanmaktadır (Şenel et al., 2018).

$$L = 2\pi r n t \quad (6)$$

Aşınma oranını (W) tespit etmek amacıyla kayma mesafesi (L), numunelere uygulanan yük (F), kütle kaybı ( $\Delta m$ ) ve deneysel yoğunluk ( $\rho_D$ ) değerlerinin bilinmesi gerekmektedir (Eşitlik 7) (Şenel et al., 2018).

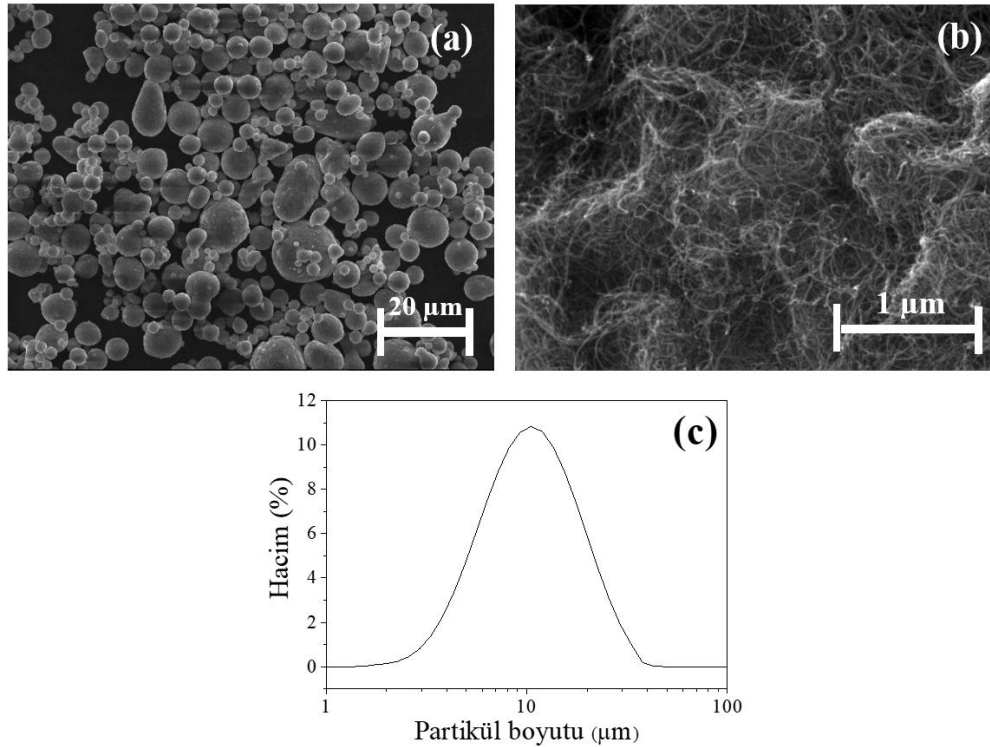
$$W = \Delta m / (\rho_D F L) \quad (7)$$

Temin edilen tozların tane boyut dağılımı için tane boyut ölçüm cihazı (Malvern Mastersizer 3000) kullanılmıştır. Üretilen numunelerin faz yapısı X-ışını kırınımı (XRD) cihazıyla (Rigaku Smartlab), kırılmış yüzey ve aşınmış yüzey görüntüleri ise taramalı elektron mikroskopuyla (SEM, Jeol JSM-7001F) incelenmiştir. SEM cihazında yer alan Enerji Dağılımı X-Işını (EDX) dedektörü kullanılarak numuneye ait element dağılım haritaları elde edilmiştir.

## BULGULAR VE TARTIŞMA

### Tozların Analizi

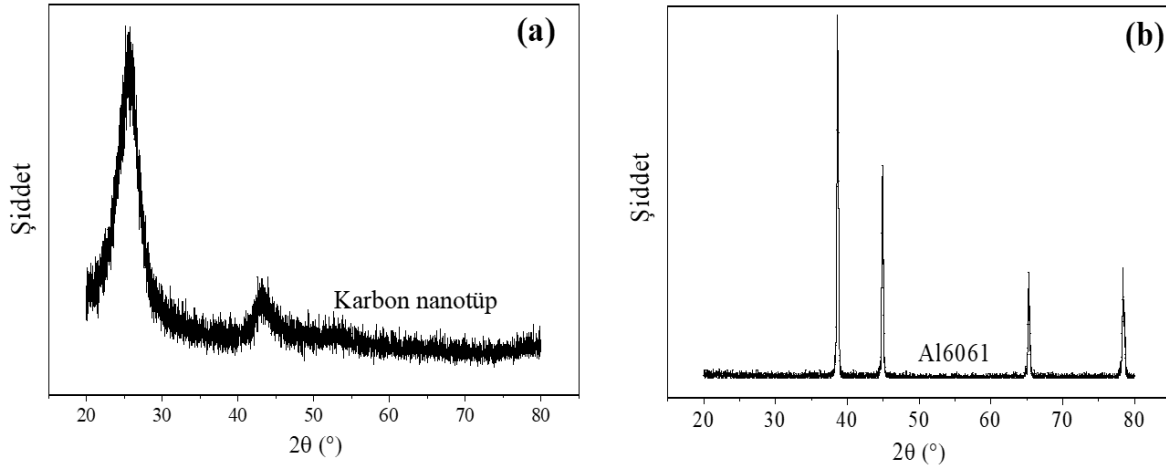
Bu bölümde, ticari olarak temin edilen tozların XRD faz analizleri, SEM görüntüleri ve tane boyut analizleri değerlendirilmiştir. Tozların SEM görüntüleri ve Al6061 alaşım tozunun tanecik boyut dağılımı Şekil 2’de verilmiştir. 1000 büyütme SEM görüntüsünden Al6061 alaşım tozunun küresel bir formda olduğu ve 20 µm altı bir ortalama tanecik boyutuna sahip olduğu görülebilmektedir (Şekil 2a). 30000 büyütme SEM görüntüsünden karbon nanotüp tozlarının ise silindirik bir formda ve mikron altı bir uzunlukta olduğu tespit edilmiştir (Şekil 2b). Partikül boyut dağılımı analizinden; Al6061 alaşım tozlarının ortalama tanecik boyutunun 10 µm olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 2c).



Şekil 2. Tozlara ait SEM görüntüleri: (a) Al6061 alaşım, (b) karbon nanotüp tozları; (c) Al6061 alaşım tozlarına ait partikül boyut dağılımı

Şekil 3’de karbon nanotüp ve Al6061 alaşım tozlarına ait XRD faz analizleri sunulmuştur. Bu analizler değerlendirildiğinde; karbon nanotüpün kırınım açısının 27° ve Al6061 alaşım tozunun kırınım açılarının 38°, 45°, 65°, 78° olduğu gözlemlenmiştir. Bu analizlerle ticari olarak temin edilen tozların karbon nanotüp ve alüminyum tozu olduğu doğrulanmıştır. Ayrıca üretilen kompozitlerdeki faz yapılarının tespiti için de bu analizler önem arz etmektedir.





Şekil 3. X-ışını kırınımı faz analiz sonuçları: (a) karbon nanotüp ve (b) Al6061 alaşım tozları

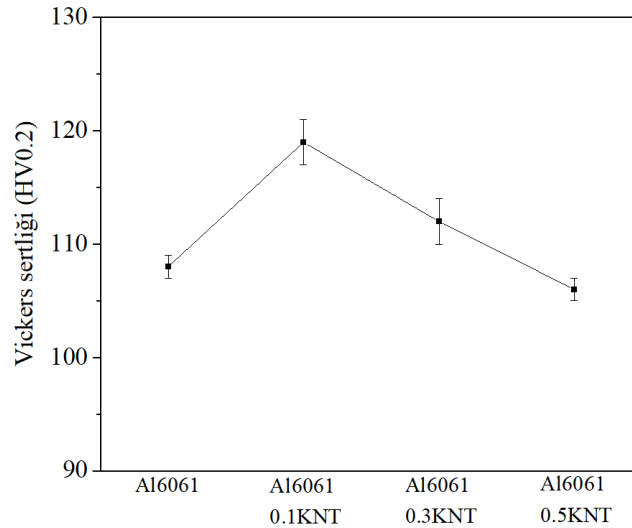
### Sertlik ve Yoğunluk Ölçüm Sonuçları

Karbon nanotüp katkıli Al6061 matrisli kompozitlerin yoğunluk, bağıl yoğunluk ve gözeneklilik oranı değerleri Çizelge 2’de verilmiştir. Sinterleme öncesi Al6061 alaşımının yoğunluk ve gözeneklilik oranı sırasıyla; 2.55 g/cm<sup>3</sup> ve %6.3 iken; sinterleme ve sıcak preslemenin etkisiyle Al6061 alaşımının yoğunluğu 2.59 g/cm<sup>3</sup> ve gözeneklilik oranı ise %4,9 olarak belirlenmiştir. En yüksek yoğunluk (2.60 g/cm<sup>3</sup>), bağıl yoğunluk (%95.3) ve en düşük gözeneklilik oranı (%4.7) sinterlenmiş ve sıcak preslenmiş Al6061-%0.1KNT kompozit yapıda elde edilmiştir. Hem sinterlemenin hem de sıcak preslemenin numunelerin gözeneklilik oranını düşürmede etkili olduğu görülmüştür. Ağırlıkça %0.3 ve %0.5 KNT katkıli Al6061 matrisli kompozit yapılarda ise KNT’nin muhtemel topaklanması sebebiyle yoğunluğun ve bağıl yoğunluğun düştüğü görülmüştür. Sinterleme ile sıcak presleme işlemlerinin ve karbon nanotüp katkısının (ağırlıkça %0.1’e kadar) kompozitin yoğunluğunu ve gözenekliliğini olumlu yönde etkilediği sonucuna varılmıştır.

Çizelge 2. Karbon nanotüp takviyeli Al6061 matrisli kompozitlerin yoğunluk, bağıl yoğunluk ve gözeneklilik oranı değerleri

|               | Sinterleme Öncesi             |                    |                        | Sinterleme Sonrası            |                    |                        | Sinterleme ve Sıcak Presleme Sonrası |                    |                        |
|---------------|-------------------------------|--------------------|------------------------|-------------------------------|--------------------|------------------------|--------------------------------------|--------------------|------------------------|
|               | Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> ) | Bağıl yoğunluk (%) | Gözeneklilik oranı (%) | Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> ) | Bağıl yoğunluk (%) | Gözeneklilik oranı (%) | Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )        | Bağıl yoğunluk (%) | Gözeneklilik oranı (%) |
| Al6061        | 2.55                          | 93.8               | 6.3                    | 2.57                          | 94.5               | 5.5                    | 2.59                                 | 95.1               | 4.9                    |
| Al6061 0.1KNT | 2.56                          | 94.1               | 5.9                    | 2.57                          | 94.5               | 5.4                    | 2.60                                 | 95.3               | 4.7                    |
| Al6061 0.3KNT | 2.53                          | 93                 | 6.9                    | 2.55                          | 93.8               | 6.2                    | 2.56                                 | 94.1               | 5.9                    |
| Al6061 0.5KNT | 2.50                          | 91.9               | 8                      | 2.51                          | 92.3               | 6.8                    | 2.53                                 | 93.6               | 6.4                    |

Karbon nanotüp katkıli Al6061 matrisli kompozitlerin Vickers sertlikleri Şekil 4’de verilmiştir. Yürütülen testler ışığında; Al6061 alaşımının sertliği 108±1 HV iken; Al6061-%0.1KNT kompozitin sertliği 119±2 HV’ye yükselmiştir. Al6061 alaşımına kıyasla Al6061-%0.1KNT kompozitin sertliğinin %10 oranında arttığı görülmüştür. Bu artış dağılım sertleşmesi mekanizmasına dayanmaktadır. Matris yapı içerisine matristen daha sert ince yapıli tanecikler eklenmesi durumunda kompozitin sertliği artmaktadır. Ağırlıkça %0.1’in üzerinde KNT katkısında ise sertliğin hızla düştüğü tespit edilmiştir. Bu durum, karbon nanotüpün üst üste istiflenmesinden ve birbiri üzerinde kolay kaymasından kaynaklandığı öngörülmektedir.



Şekil 4. Karbon nanotüp takviyeli Al6061 matrisli kompozitlerin Vickers sertlik değerleri

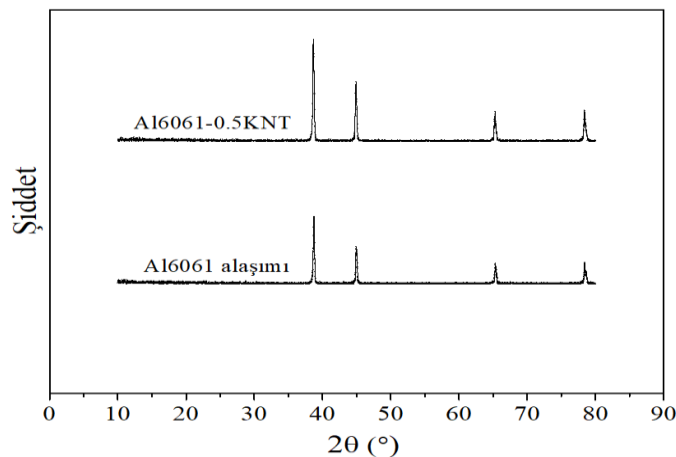
Kompozit yapıların sertliği ( $H_c$ ), Eşitlik 8'de sunulan dislokasyon yoğunluk mekanizması ile iyileştirilebilmektedir. Kompozitlerde dislokasyon yoğunluğunun artması dislokasyonların hareketini kısıtlamakta ve malzemenin şekil değiştirmeye karşı gösterdiği direnç artmaktadır. Böylece, kompozitin sertliği artmaktadır (Dieter, 1961).

$$H_c = Gb\alpha\sqrt{\rho} + h\sqrt{td} \quad (8)$$

Bu eşitlikte  $\alpha$ ,  $h$ ,  $G$  malzeme sabitlerini,  $\rho$  dislokasyon yoğunluğunu ve  $b$  Burger vektörünü ifade etmektedir.

#### Numunelerin Mikroyapı ve Faz Analizleri

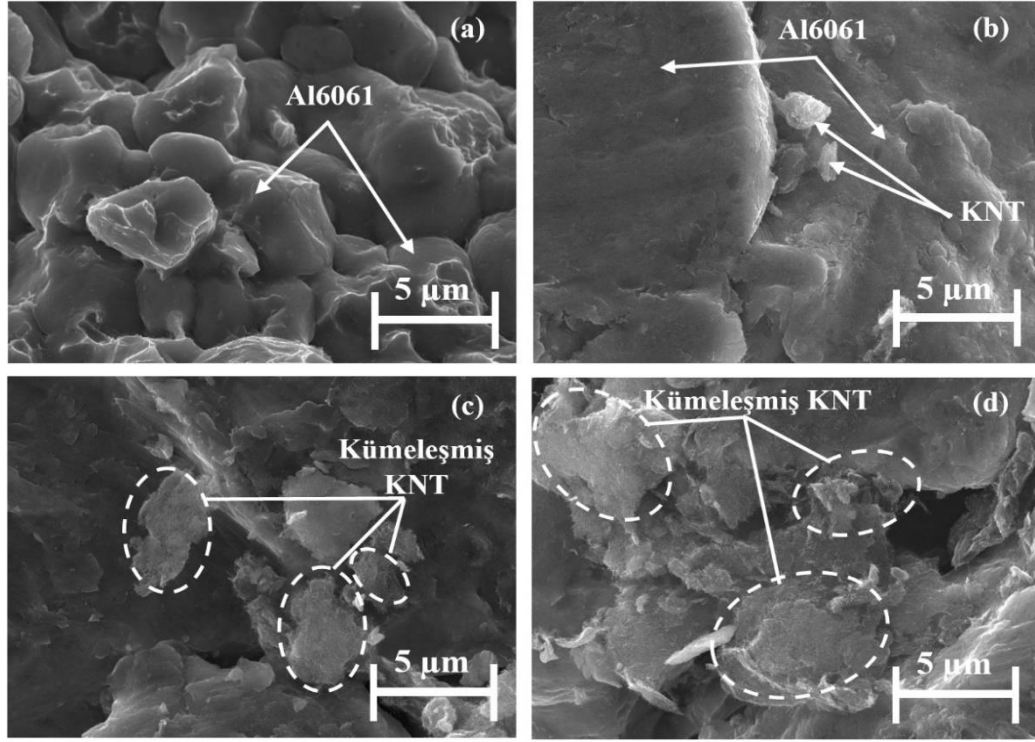
Şekil 5'de Al6061 alaşımına ve Al6061-%0.5KNT kompozite ait X-ışını dağılımı faz analizi sonuçları verilmiştir. Faz analizi sonuçlarına göre tüm piklerin ( $2\theta=38^\circ, 45^\circ, 65^\circ, 78^\circ$ ) alüminyuma ait olduğu görülmüştür. Al6061-%0.5KNT kompozit yapıda KNT'nin düşük katkı oranı (ağırlıkça %0.5) ve XRD cihazının düşük hassasiyeti sebebiyle karbon nanotüp pikine rastlanılmamıştır.



Şekil 5. Karbon nanotüp takviyeli Al6061 matrisli kompozitlerin XRD faz analizleri

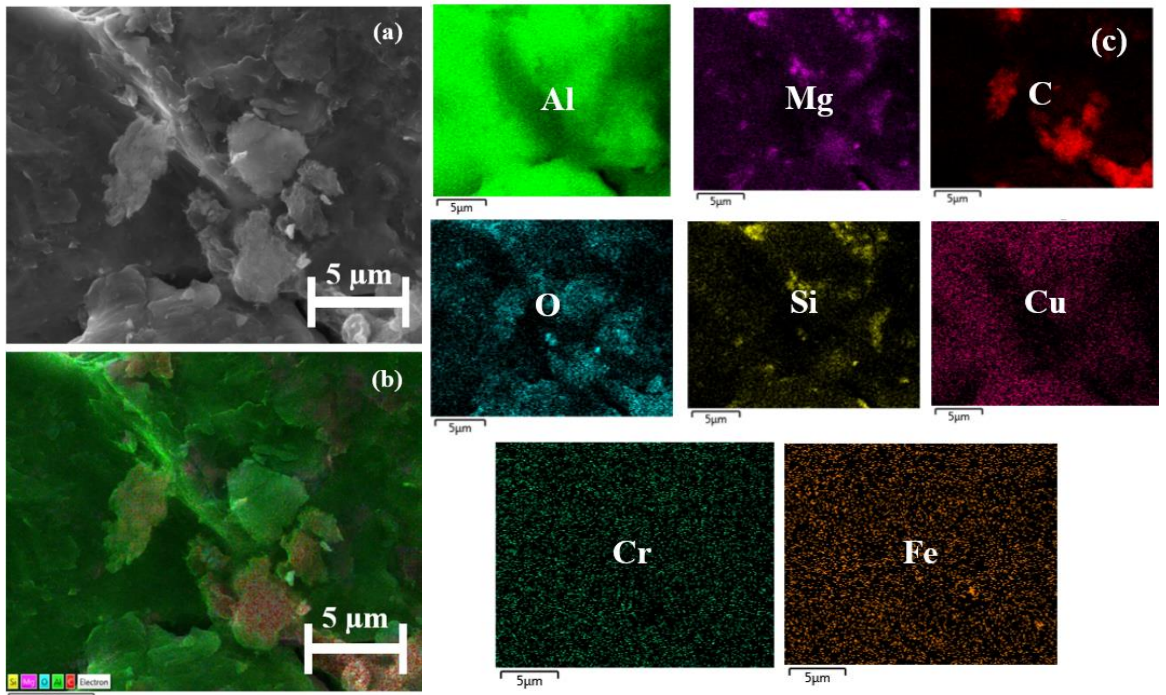
Al6061 alaşımına ve Al-KNT kompozitlere ait kırılmış yüzey SEM görüntüleri Şekil 6'da gösterilmiştir. Kırılmış yüzey SEM görüntülerinden; özellikle alüminyum taneler arasında karbon nanotüp partiküllerin varlığı net bir şekilde görülebilmektedir. Mikroyapının oldukça yoğun olduğu ve numunelerin boyun vererek etkin bir şekilde sinterlendiği belirlenmiştir. Karbon nanotüp partiküllerin Al6061-%0.1KNT kompozit yapıda diğer kompozit yapılarla kıyasla daha homojen bir dağılım sergilediği gözlenmiştir. Al6061-%0.5KNT ve Al6061-%0.3KNT kompozit yapılarda karbon

nanotüpün kümeleştiği ve bu sebeple de Al-KNT arasındaki arayüzey bağının zayıfladığı tespit edilmiştir. Bu durumun da kompozitin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilediği görülmüştür.



Şekil 6. Numunelere ait kırık yüzey SEM görüntüleri: (a) Al6061 alaşımı, (b) Al6061-%0.1KNT, (c) Al-%0.3KNT, (d) Al6061-%0.5KNT kompozitler

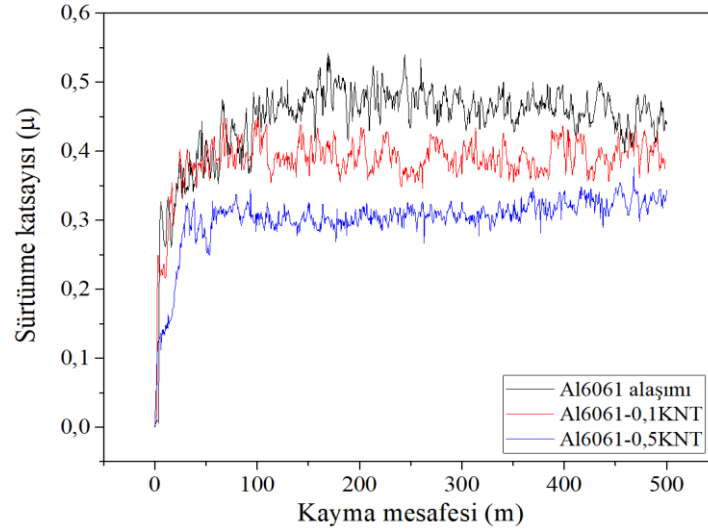
Şekil 7’de Al6061-%0.5KNT kompozit yapıya ait SEM-EDX görüntüsü sunulmuştur. Şekilden Al6061 alaşımına ait elementler olan Al yeşil renkte, Mg mor renkte, Si sarı renkte, Cu pembe renkte, Cr koyu yeşil renkte ve Fe kahverengi renkte gözlemlenmiştir. Kırmızı renkli karbon elementi dağılımı, karbon nanotüpün varlığını göstermektedir. Bu analizden topaklanmış karbon nanotüp partiküllerinin alüminyum tanecikler arasındaki tane sınırlarında yer aldığı görülebilmektedir.



Şekil 7. Al6061-%0.5KNT kompozite ait (a) SEM, (b) SEM-EDX analizleri ve (c) element dağılım haritaları

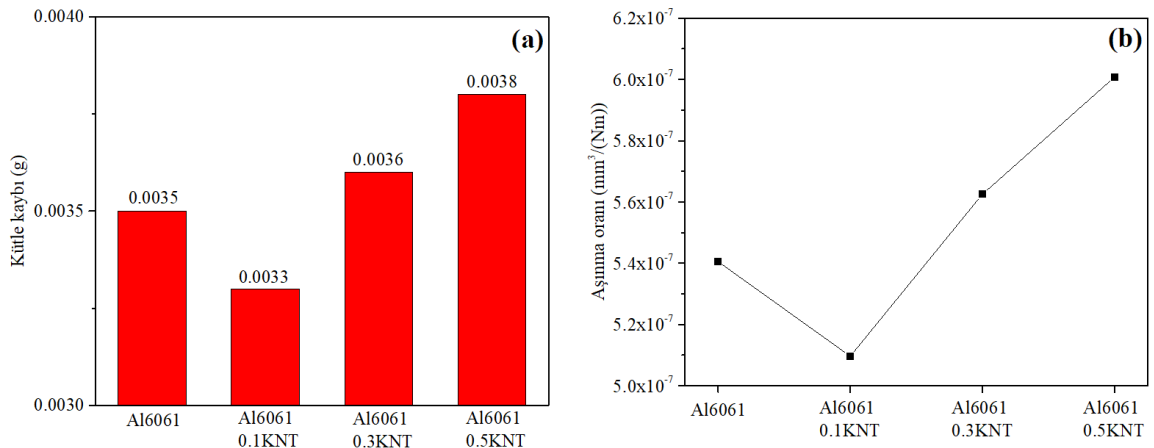
### Numunelerin Sürtünme ve Aşınma Davranışı

Bu bölümde, ağırlıkça %0.1-0.5KNT katkılı Al6061 matrisli kompozitlerin P=5 N yük altında kuru şartlarda gerçekleştirilen sürtünme ve aşınma testi sonuçları incelenmiştir. Böylece üretilen numunelerin kütle kaybı, aşınma oranı, sürtünme katsayısı değişimleri ile aşınma izleri analiz edilmiştir. Üretilen numunelerle paslanmaz çelik disk arasındaki sürtünme durumunu incelemek için her bir numuneden saniyede bir sürtünme kuvveti verisi (1200 veri) alınarak sürtünme katsayısı eğrileri elde edilmiştir (Şekil 8). En yüksek sürtünme katsayısı (0.45) Al6061 alaşımı ile aşındırıcı disk arasında, en düşük sürtünme katsayısı (0.23) ise Al6061-0.5KNT kompozit ile aşındırıcı disk arasında tespit edilmiştir. Artan karbon nanotüp katkısıyla sürtünme katsayısının düştüğü belirlenmiştir. Bu durumun, karbon nanotübün katı yağlayıcılık özelliğinden kaynaklandığı düşünülmektedir.



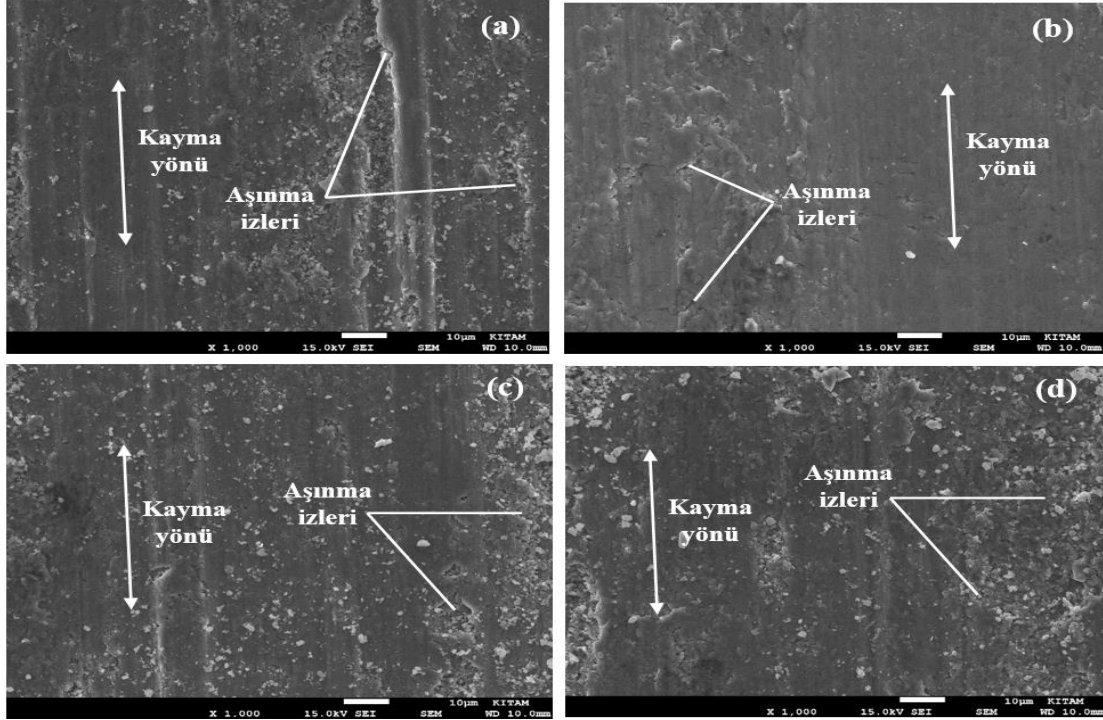
Şekil 8. Karbon nanotüp takviyeli Al6061 matrisli kompozitlerin sürtünme katsayısı eğrileri

Sinterlenmiş ve sıcak preslenmiş Al6061 alaşımının ve Al6061-KNT kompozitlerin kütle kaybı ve aşınma oranı değerleri Şekil 9'da verilmiştir. En düşük aşınma oranı ( $5.1 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{Nm})$ ) ve kütle kaybı (0.0033 g) Al6061-%0.1KNT kompozitte elde edilmiştir. En yüksek kütle kaybı (0.0038 g) ve aşınma oranı ( $6 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{Nm})$ ) ise Al6061-%0,5KNT kompozitte belirlenmiştir. Ağırlıkça %0.1'den daha fazla takviye oranında ise KNT partikülleri Al matris içerisinde üniform dağılmadığından matris malzemeler arasındaki bağı zayıflatmıştır. Ayrıca kompozit yapı içerisinde yer alan kümeleşmiş karbon nanotüpler deformasyon sırasında kolaylıkla hareket edebilmekte ve bu durum da plastik deformasyonu kolaylaştırmaktadır. Bu sebeple de Al6061-0.3KNT ve Al6061-0.5KNT kompozitlerdeki kütle kaybı ve aşınma oranı artmaktadır.



Şekil 9. Karbon nanotüp takviyeli Al6061 matrisli kompozitlerin (a) kütle kaybı ve (b) aşınma oranı

Aşınma testleri neticesinde Al6061 alaşımına ve Al6061-KNT kompozitlere ait aşınma izleri Şekil 10'da sunulmuştur. Tüm aşınmış yüzeylerde abrasif aşınma izleri gözlenmiştir. Bu durum, aşındırıcı diskin sertliğinin tüm numunelerin sertliğinden daha yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. Maksimum yüzey deformasyonu ve hasarı, Al6061 alaşımında görülmüş olup alaşımın yüzeyinde derin aşınma olukları tespit edilmiştir. Minimum aşınma ise Al6061-%0.1KNT kompozit yapıda görülmüştür. Bu durum, mikroyapı içerisinde karbon nanotüp partiküllerinin homojene yakın dağılmasından ve aşınma testi sürecinde iyi bir katı yağlayıcı olarak davranmasından kaynaklanmaktadır. Ağırlıkça %0.1 katkı oranına kadar karbon nanotübün aşınmayı azaltmada olumlu etkisinin olduğu, bu katkı oranından sonra ise muhtemel topaklanma etkisiyle aşınmayı olumsuz yönde etkilediği belirlenmiştir.



Şekil 10. Numunelere ait aşınma izleri: (a) Al6061 alaşımı, (b) Al6061-%0.1KNT, (c) Al6061-%0.3KNT ve (d) Al6061-%0.5KNT kompozitler

## SONUÇ

Yürütülen çalışmada, farklı takviye oranlarında (%0.1-0.5) üretilen karbon nanotüp takviyeli Al6061 matrisli kompozitlerin tribolojik özellikleri ve mikroyapısı araştırılmıştır. Sonuçlar aşağıda özetlenmiştir:

- 1) Yürütülen mekanik ve fiziksel testler neticesinde; en yüksek yoğunluk, minimum gözeneklilik oranı ve maksimum sertlik değeri Al6061-%0,1KNT kompozitte ölçülmüştür. Özellikle homojene yakın dağılan KNT partiküllerin dislokasyonların hareketini engelleyerek mekanik özellikleri olumlu yönde etkilediği düşünülmektedir. Sıcak presleme ve sinterleme işlemlerinin numunelerin gözenekliliğinin azaltılmasında etkili işlemler olduğu belirlenmiştir. Ağırlıkça %0.1 karbon nanotüp katkı oranından sonra ise kompozitin yoğunluğunun ve sertliğinin karbon nanotübün kümeleşmesi ve Al tanecikler arasındaki arayüzey bağının zayıflaması sebebiyle düştüğü öngörülmektedir.
- 2) Aşınma testleri incelendiğinde; minimum aşınma oranı ve kütle kaybı Al6061-%0.1 karbon nanotüp kompozit yapıda tespit edilmiştir. Bu katkı oranının üzerinde karbon nanotübün kümeleşmesi sebebiyle tribolojik özelliklerinin olumsuz yönde etkilendiği görülmüştür. Sürtünme verileri incelendiğinde ise minimum sürtünme katsayısı Al6061-%0.5 karbon nanotüp kompozit

yapıda tespit edilmiştir. Bu durum, karbon nanotüpün katı yağlayıcılık özelliğinden kaynaklanmaktadır. Aşınmış yüzey izleri değerlendirildiğinde, minimum aşınma ve plastik deformasyon izleri Al6061-%0.1KNT kompozit yapıda gözlenmiştir. Tüm numunelerde aşınma mekanizması olarak abrasif aşınmanın etkin olduğu tespit edilmiştir.

3) Al6061 alaşımıyla kıyaslandığında Al6061-%0.1 karbon nanotüp kompozitin sertliğinin (%10.2) ve aşınma oranının (%17.6) oranında iyileştiği belirlenmiştir.

4) Al6061-%0.1 karbon nanotüp kompozite ait kırık yüzey SEM ve SEM-EDX incelemelerinden; karbon nanotüpün tane sınırlarına yakın yerleştiği görülmüştür. Tane sınırlarında yer alan KNT'nin ısı işlem esnasında tane büyümesini engelleyerek kompozitlerin tribolojik ve mekanik özelliklerini olumlu yönde etkilediği düşünülmektedir.

5) Al6061 alaşım matrisine ağırlıkça belli bir orana kadar (%0.1) katı yağlayıcılık özelliğine sahip nano yapıları karbon nanotüp katkısının kompozitlerin tribolojik özelliklerini iyileştirdiği sonucuna varılmıştır.

## TEŞEKKÜR

Bu çalışma PYO.MOH.1901.22.008 kodlu proje ile Ondokuz Mayıs Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir.

## Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

## Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

## KAYNAKLAR

- Chawla, K.K. (2006). *Composite materials*. New York: Springer.
- Demir, M. (2022). *İndüksiyonla Sıcak İşlemin Grafen ve/veya Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/B<sub>4</sub>C Takviyeli Al6061 Esaslı Kompozitlerin Mekanik, Tribolojik Özelliklerine ve Mikroyapısına Olan Etkisi* (Yüksek Lisans Tezi), Erişim adresi: <https://tez.yok.gov.tr/UlusalTezMerkezi>
- Dieter, G.E. (1961). *Mechanical Metallurgy*, UK: McGraw-Hill.
- Erdoğan, M. (2005). *Çelik Takviyeli Alüminyum Kompozit Üretimi ve Mekanik Özelliklerinin Deneysel İncelenmesi* (Yüksek Lisans Tezi). Erişim adresi: <https://tez.yok.gov.tr/UlusalTezMerkezi>
- German, R.M. (2005). *Powder metallurgy and particulate materials processing*. New Jersey:Princeton University Press.
- Koli, D.K., Agnihotri, G. & Purohit, R. (2012). Advanced aluminium matrix composites: the critical need of automotive and aerospace engineering fields. *Materials Today: Proceedings*, 2(4-5), 3032-3041.
- Macke, A., Schultz, B.F. & Rohatgi, P. (2012). Metal matrix composites offer the automotive industry an opportunity to reduce vehicle weight. improve performance. *Advanced Materials&Proceedings*, 170, 19-23.
- Mansoor, M. & Shahid, M. (2016). Carbon nanotube-reinforced aluminum composite produced by induction melting. *Journal of Applied Research and Technology*, 14(4), 215-224.
- Mohammed, S.M.A.K. ve Chen, D.L. (2019). Carbon nanotube reinforced aluminum matrix composites. *Advanced Engineering Materials*, 1901176, 1-26.
- Omidi, M., Khodabandeh, A., Nategh, S. & Khakbiz, M. (2018). Microstructural and tribological properties of nanostructured Al6061-CNT produced by mechanical milling and extrusion. *Advanced Powder Technology*, 29(3), 543-554.

- Preethi, K., Raju, T.N., Shivappa, H.A., Shashidhar, S. & Nagral, M. (2023). Processing, microstructure, hardness and wear behavior of carbon nanotube particulates reinforced Al6061 alloy composites. *Materials Today: Proceedings*, 81(2), 449-453.
- Pul, M. (2010). *Al Matrisli MgO Takviyeli Kompozitlerin Infiltrasyon Yöntemi ile Üretilmesi ve İşlenebilirliğinin Değerlendirilmesi* (Doktora Tezi). Erişim adresi: <https://tez.yok.gov.tr/UlusalTezMerkezi>
- Shivaramu, H.T., Vignesh Nayak, U. & Umashankar, K.S. (2020). Dry sliding wear characteristics of multi-walled carbon nanotubes reinforced Al-Si (LM6) alloy nanocomposites produced by powder metallurgy technique. *Materials Research Express*, 7(4), 1-12.
- Sridhar, I. & Narayanan, K.R. (2009). Processing and characterization of MWCNT reinforced aluminum matrix composites, *Journal of Materials Science*, 44, 1750-1756.
- Şahin, İ. (2014). Alüminyum matrisli kompozit malzemelerin matkap ile delinmesi konusunda yapılan çalışmaların incelenmesi. *Mühendis ve Makina Dergisi*, 55(649), 9-16.
- Şahin, Y. (2006). *Kompozit malzemelere giriş*. Ankara: Seçkin Yayınevi.
- Şenel, M.C., Gürbüz, M. & Koç, E., (2017). Grafen takviyeli alüminyum esaslı kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*. 23(8), 974-978.
- Şenel M.C. & Gürbüz, M. (2021). Investigation on mechanical properties and microstructure of B<sub>4</sub>C/graphene binary particles reinforced aluminum hybrid composites. *Metals and Materials International*, 27, 2438-2449.
- Şenel, M. C., Gürbüz, M. & Koç, E. (2018). Mechanical and tribological behaviors of aluminum matrix composites reinforced by graphene nanoplatelets. *Journal of Materials Science and Technology*, 34(16), 1980-1989.
- Topcu, İ. (2018). Karbon nanotüp takviyeli alüminyum matrisli AlMg/KNT kompozitlerinin mekanik davranışlarının incelenmesi. *Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 4(1), 99-109.

**Atf İçin:** Yakın, A., Uçkan, İ. ve Cabir, B. (2024). Ftalosiyanın Benzinli Motor Performansı ve Emisyonlar Üzerine Etkilerinin Deneysel Olarak Araştırılması. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1253-1264.

**To Cite:** Yakın, A., Uçkan, İ. & Cabir, B. (2024). Experimental Investigation of the Effects of Phthalocyanine on Gasoline Engine Performance and Emissions. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1253-1264.

## Ftalosiyanın Benzinli Motor Performansı ve Emisyonlar Üzerine Etkilerinin Deneysel Olarak Araştırılması

Ahmet YAKIN<sup>1\*</sup>, İrfan UÇKAN<sup>2</sup>, Beyza CABİR<sup>1</sup>

### Öne Çıkanlar:

- Ftalosiyanın benzin yakıtına eklenerek FS7.5, FS12.5 ve FS17.5 karışım yakıtları oluşturulmuştur
- Ftalosiyanın benzinli motorun özgül yakıt tüketimini azaltmıştır
- Ftalosiyanın motor moment ve gücünü artırmıştır

### Anahtar Kelimeler:

- Ftalosiyanın
- Motor performansı
- Egzoz emisyonu

### ÖZET:

Fosil yakıtların yanmasından kaynaklanan sera gazı emisyonlarının neden olduğu küresel ısınmanın ve bu yakıtların sınırlı doğasının farkına varılması, otomotiv mühendislerini alternatif enerji kaynaklarını ve araç tasarımlarını keşfetmeye yöneltmiştir. Hibrit ve elektrikli araçların (HEV'ler ve EV'ler) benimsenmesi artarken, içten yanmalı motorlu (İYM) araçlar yaygınlığını korumaktadır. İYM'lerle ilgili çevresel kaygıları gidermek için bilim insanları, fosil yakıtlara bağımlılığı daha da azaltmak için hidrojen yakıt hücreli elektrikli araçlar (FCEV'ler) ve bataryalı elektrikli araçlar (BEV'ler) gibi tamamen yeni araç tasarımlarına yönelik araştırmalara devam etmektedirler. Ayrıca günümüz araçlarında kullanılan motorların, motor verimliliğini artırmak ve emisyonları en aza indirmek için potansiyel çözümler olarak nano yakıtların ve yakıt katkı maddelerinin kullanımını araştırmaktadırlar. Benzin-ftalosiyanın karışımlarının içten yanmalı benzinli bir motordaki performans ve emisyonlarını değerlendirmek için deneysel bir araştırma yapılmıştır. FS7.5 (hacimsel olarak %92.5 benzin %7.5 ftalosiyanın), FS12.5 (hacimsel olarak %87.5 benzin %12.5 ftalosiyanın), FS17.5 (hacimsel olarak %82.5 benzin %17.5 ftalosiyanın) hazırlanmış ve daha sonra motorda değerlendirilmiştir. Deneysel çalışma sonuçlarına göre, benzin yakıtına kıyasla F17.5 karışım yakıtı kullanıldığında motor momenti %1.38 ve motor gücü %1.64 oranında artmıştır. Buna karşın, FS7.5 karışım yakıtı CO emisyonunda %55.89 oranında bir düşüşe yol açmıştır. FS17.5 karışım yakıtı ise egzoz gaz sıcaklığında %2.27 oranında bir azalma yaratırken, tüm karışım yakıtlarının HC, CO<sub>2</sub> ve NO<sub>x</sub> emisyonlarında artış gözlenmiştir. Özgül yakıt tüketimleri ise FS7.5, FS12.5 ve FS17.5 karışım yakıtları için sırasıyla %5.51, %4.23 ve %2.83 oranlarında azalmıştır.

## Experimental Investigation of the Effects of Phthalocyanine on Gasoline Engine Performance and Emissions

### Highlights:

- FS7.5, FS12.5 and FS17.5 blend fuels were formed by adding phthalocyanine to gasoline fuel
- Phthalocyanine reduced the specific fuel consumption of the gasoline engine
- Phthalocyanine increased engine torque and power

### Keywords:

- Phthalocyanine
- Engine performance
- Exhaust emission

### ABSTRACT:

Global warming caused by greenhouse gas emissions from the combustion of fossil fuels and the realization of the finite nature of these fuels has led automotive engineers to explore alternative energy sources and vehicle designs. While the adoption of hybrid and electric vehicles (HEVs and EVs) is increasing, internal combustion engine (ICE) vehicles remain prevalent. To address the environmental concerns associated with ICEs, scientists continue research into entirely new vehicle designs such as hydrogen fuel cell electric vehicles (FCEVs) and battery electric vehicles (BEVs) to further reduce dependence on fossil fuels. They are also investigating the use of nanofuels and fuel additives as potential solutions to improve engine efficiency and minimize emissions from the engines used in today's vehicles. An experimental investigation was conducted to evaluate the performance and emissions of gasoline-phthalocyanine blends in an internal combustion gasoline engine. FS7.5 (92.5% gasoline and 7.5% phthalocyanine by volume), FS12.5 (87.5% gasoline and 12.5% phthalocyanine by volume), FS17.5 (82.5% gasoline and 17.5% phthalocyanine by volume) were prepared and then evaluated in the engine. According to the results of the experimental study, engine torque increased by 1.38% and engine power increased by 1.64% when using F17.5 blend fuel compared to gasoline fuel. On the other hand, FS7.5 blend fuel led to a 55.89% reduction in CO emissions. FS17.5 blend fuel resulted in a 2.27% decrease in exhaust gas temperature, while HC, CO<sub>2</sub> and NO<sub>x</sub> emissions of all blend fuels increased. Specific fuel consumption decreased by 5.51%, 4.23% and 2.83% for FS7.5, FS12.5 and FS17.5 blend fuels, respectively..

<sup>1</sup>Ahmet YAKIN ([Orcid ID: 0000-0001-6716-2811](https://orcid.org/0000-0001-6716-2811)), Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Van Meslek Yüksekokulu, Motorlu Araçlar ve Ulaştırma Teknolojileri Bölümü, Van Türkiye.

<sup>2</sup>İrfan Uçkan ([Orcid ID: 0000-0003-3679-5661](https://orcid.org/0000-0003-3679-5661)), Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Van Türkiye.

<sup>3</sup>Beyza CABİR ([Orcid ID: 0000-0003-4735-4511](https://orcid.org/0000-0003-4735-4511)) Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Van Meslek Yüksekokulu, Tekstil, Giyim, Ayakkabı ve Deri Bölümü, Van Türkiye.

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Ahmet YAKIN, e-mail: ahmetyakin@yyu.edu.tr



## GİRİŞ

Küresel ısınmaya neden olan araçlardan kaynaklanan zararlı egzoz emisyonlarını azaltmak için bilim insanları hem alternatif araçlar hem de alternatif yakıtlar üzerinde çalışıyor. Hibrit araçlar, güneş enerjisiyle çalışan araçlar, elektrikli araçlar ve hidrojen yakıtlı araçlar alternatif araçlar olarak kullanılmaktadır. Alternatif yakıt olarak ise nanoyakıtlar, biyoyakıtlar, alkoller ve yakıt katkı maddeleri kullanılmaktadır. Literatür taramasında, içten yanmalı motorlarda motor performansını artırmak ve araçlardan kaynaklanan zararlı egzoz emisyonlarını azaltmak için benzin veya dizel yakıtta eklenen çeşitli yakıt katkı maddeleri,

Solmaz ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada, araştırmacılar atık kızartma yağı biyodizeline (B20) çok duvarlı karbon nanotüpler (MWCNTs) eklemenin doğrudan enjeksiyonlu sıkıştırma ateşlemeli bir motorda motor performansı, yanma ve egzoz emisyonları üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Deneyler dört farklı motor yükü altında maksimum motor tork hızında gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar, MWCNT katkısı içermeyen B20 yakıtının motor performansını saf dizel yakıtla kıyasla biraz düşürdüğünü göstermiştir. Bununla birlikte, B20'ye MWCNT'lerin eklenmesi yakıt özelliklerini ve motor performansını iyileştirmiştir. Örneğin, 100 ppm MWCNT katkısının kullanılması, saf dizel yakıtla kıyasla yanma süresini kısaltmış, bu da ısı kayıplarının azalması nedeniyle termal verimlilikte bir artışa işaret etmiştir. Belirtilen en yüksek termal verimlilik, B20 yakıtında 100 ppm MWCNT katkısı kullanılarak 15 Nm motor yükünde %33.16 olmuştur. Ayrıca, MWCNT'nin yakıtta eklenmesiyle emisyonlar saf dizel yakıtla kıyasla azalmıştır (Solmaz ve ark.,2023).

Literatür çalışmalarında, yakıt katkı maddesi olarak konvansiyonel yakıtlara nano boyutlu olarak manganez (Mn) ve berilyum (Be) gibi elementlerinin ilave edilmesi yakıtların hem yoğunlukları ve tutuşması hem de gravimetrik ve hacimsel özelliklerini geliştirmektedir (Beach ve diğ, 2007; Abu-Hamed ve diğ, 2007; Mandilas ve diğ, 2014; Shkolnikov ve diğ, 2011; Steinfeld ve diğ, 1998; Wen, 2010).

Küçültülmüş, turbo şarjlı GDI motorların yükselişi, olağandışı yanma olayları olan LSPI ve süper vuruntu üzerine yoğun araştırmalara yol açmıştır. LSPI, yağ-yakıt damlacıkları tarafından tetiklenen erken ateşlemeyi içerirken, nadir bir tırmanma olan süper vuruntu, şok dalgaları veya sıcak noktalar yoluyla yüksek yoğunluklu patlamaya kadar ilerler. Gözlem ve metodolojik tutarsızlıklardaki zorluklara rağmen, özel motorlar ve geliştirilmiş vekiller dâhil olmak üzere ilerlemeler bu olayların modellenmesine ve analiz edilmesine izin vermektedir. Bu derlemede LSPI ve süper vuruntu mekanizmaları, deneysel yöntemler ve azaltma stratejileri ele alınmakta, yağ-yakıt damlacığı etkisine odaklanılmakta ve bu zararlı etkileri en aza indirmek için gelecekteki araştırma ihtiyaçları belirlenmektedir (Rönn ve ark.,2023).

Nanoboyutlu maddeler, yakıtlara katkı maddesi olarak katıldıklarında, yanma esnasında yakıtın katalitik rolünü iyileştirdiğinden dolayı verimli bir tam yanma meydana geldiği ve motor performansının iyileştiği için içten yanmalı motor yakıtlarının içerisine ilave edilebildiği ifade edilmektedir (Gürü ve diğ, 2002; Kasper ve diğ, 1999; Lissianski ve diğ, 2001). Ayrıca blok kalınlığının artırılması ve blok mesafesinin azaltılması tüm akışkan türleri ve geometrilerinde termal direnç üzerinde olumlu bir etkiye sahiptir (Göksu, 2024a; Göksu, 2024b; Göksu ve Tılmaz, 2021).

Artan enerji ihtiyacı ve çevresel kaygılar, elektrik üretimi ve ulaşımda fosil yakıt bağımlılığının azaltılmasını gerektirmektedir. Yeşil çözümlere yönelik bu yarışta, biyogaz umut verici bir rakip olarak ortaya çıkmaktadır. Çok yönlülüğü, kolayca bulunabilen tarımsal veya evsel biyokütle kullanılarak kırsal alanlarda, evlerde ve hatta endüstrilerde enerji üretimi için kullanılmasına olanak sağlamaktadır. Bununla birlikte, biyogaz bileşimi kaynağına bağlı olarak dalgalanmakta, yüksek karbondioksit içeriği

istikrarlı motor çalışması ve motor ömrünün kısılması için bir zorluk oluşturmaktadır. Bu derleme, biyogazın sürdürülebilir kalkınma için potansiyelini araştırmakta ve özellikle kıvılcım ateşlemeli motorlardaki uygulamasına odaklanmaktadır. Biyogaz üretimi ve yükseltme tekniklerindeki son gelişmeleri inceleyerek, motor stabilitesi ve performans sınırlamalarının üstesinden gelmeye yönelik stratejileri vurguluyoruz. Bunlar arasında hem motor modifikasyonları hem de biyometan üretimi veya hidrojen karışımı yoluyla yakıt kalitesinin iyileştirilmesi yer almaktadır. İnceleme, bu yaklaşımların motor performansı, yanma özellikleri ve emisyonlar üzerindeki etkilerini titizlikle analiz etmekte ve çalışma parametrelerinin rolünü vurgulamaktadır. Bu yolları keşfederek, temiz ve sürdürülebilir biyogazla çalışan bir geleceğin önünü açıyoruz (Gupta ve ark.,2023).

Kurien ve Mittal çalışmalarında (2023), Fosil yakıtlar sürdürülebilirliği tehdit ederken, temiz alternatifler ortaya çıkıyor. Karbonsuzlaştırma için umut verici olan hidrojen, altyapı engelleriyle karşı karşıyadır. Amonyak, yerleşik ulaşım altyapısı ve yeşil üretim potansiyeli ile hem otomotiv hem de enerji sektörleri için cazip bir alternatif sunmaktadır. Bu çalışma, amonyağın buji ateşlemeli motorlarda yanmasını araştırmakta, saf amonyak ve diğer yakıtlarla karışımlarla beslenen motorları analiz etmektedir. Daha yüksek otomatik tutuşma sıcaklığı, daha düşük yanıcılık ve daha yavaş alev hızı zorluklara yol açmaktadır, ancak motor modifikasyonları ve yakıt kalitesindeki iyileştirmeler bu zorlukları azaltabilir. Sıkıştırma oranlarının artırılması ve hidrojen karışımlarının eklenmesi önemli performans artışları göstermiştir. Tartışmada, amonyağın yanma yakıtı olarak kullanılmasına yönelik zorluklar ve stratejiler ele alınmakta, teknik ilerlemeler ve sosyal kabul vurgulanmaktadır. Yeşil amonyak üretiminin enerji verimliliği de ele alınmakta, hava ve sudan doğrudan sentezin umut verici sürdürülebilir bir yol olduğu vurgulanmaktadır.

Alkol bazlı yakıtlar, zararlı emisyonları azaltmanın yanı sıra motor performansını ve yanma verimliliğini artırmaktadır. Bu yakıtlar, yapısında barındırdıkları yüksek oksijen seviyesi, yüksek alev hızı ve yüksek gizli buharlaşma ısısı gibi özelliklerinden dolayı kıvılcım ateşlemeli motorda yakıt olarak kullanılmaktadır (Kocakulak ve diğ. 2022; Solmaz 2020, Ardebili ve diğ. 2020; Ağbulut 2021, Yakın ve diğ. 2022).

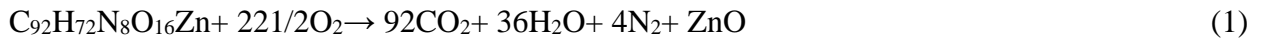
Yang Hua'nın çalışması, IC motorlar için umut verici, yenilenebilir ve karbon-nötr biyoyakıtlar, alternatif yakıtlar olarak yüksek alkollerini araştırmaktadır. Bilimsel çalışma, 1) çeşitli karışımların (dizel, biyodizel, atık yağ, bunların kombinasyonları ve daha düşük alkol ilaveleri) motor performansı, yanma ve emisyonlar üzerindeki etkisini; 2) çift yakıt modunda yüksek alkol kullanan RCCI ve PCCI motorlarının geliştirilmesini; ve 3) setan sayısı iyileştiricilerin kullanılması, EGR'nin ayarlanması ve enjeksiyonun değiştirilmesi gibi optimizasyon stratejilerini araştırmaktadır. Motorlarda kullanılan yüksek alkoller tipik olarak BSFC'yi artırırken, Partikül Madde emisyonlarını önemli ölçüde azaltır, PM-NOx dengesini iyileştirir ve dizele benzer BTE'yi korur. CO, HC ve NOx emisyonları üzerindeki etkileri karışıma göre değişir. Düşük alkollerle karşılaştırıldığında, dizel emisyonlarını iyileştirmede daha az etkilidirler, ancak biyodizel ve atık yağ performansı ve emisyonları için önemli avantajlar sunarlar. Çift yakıt modunda daha yüksek alkoller kullanan RCCI motorları, eş zamanlı PM ve NOx azaltımı ve bazı performans iyileştirmeleri için umut vaat etmektedir, ancak verimlilik kazanımları enjeksiyon oranına bağlıdır. Geliştirilmiş enjeksiyon stratejileri, EGR uygulaması ve hidrojen ilavesi ile bu motorlar için daha fazla iyileştirme sağlanabileceği tespit edilmiştir (Hua, 2024).

Markiewicz'in çalışması, sıkışan emisyon düzenlemeleri ve azalan fosil yakıtların, kıvılcım ateşlemeli motorlarda E100 etanol gibi biyoyakıtların araştırılmasını teşvik ettiğini araştırıyor. Çevre için faydalı olsa da, E100 güç ve torktan ödün vermektedir. Bu çalışma, güç, tork, emisyonlar, gürültü ve yazılım ayarlamaları dahil olmak üzere E100 yakıtlı bir motorun performansını analiz etmektedir. Çeşitli kontrol sistemi yazılım değişikliklerinin test edilmesi, E100 performansını optimize etmedeki

etkinliklerini doğrulamış ve alternatif yakıtlarla yanmalı araç performansı hakkındaki kullanıcı endişelerini giderirken emisyonları azaltmak için değerli bir araç sunmuştur (Markiewicz, 2024).

De Simio ve arkadaşları (2024) tarafından yapılan çalışmada, araştırmacılar ağır hizmet tipi kıvılcım ateşlemeli bir motorda sıkıştırılmış doğal gaz (CNG) hidrojen eklemenin etkisini test etmişlerdir. 15 ve %25 hidrojen içeren karışımlar kararlı durum ve geçici koşullarda yakılarak yanma ve emisyonlar analiz edilmiştir. Daha düşük kıvılcım avansı ile azot oksitlerin azaldığı, karbon oksitlerin ve hidrokarbonların azaldığı ve özellikle saf CNG ile aynı motor kontrol ayarlarına sahip geçici durumlarda tutarlı karbondioksit azalması olduğu görülmüştür. Çalışmanın en önemli yeniliği, farklı yakıtlara karşı geçici performans ve motor yönetimi tepkisinin analiz edilmesidir. Bu, hidrojen-metan karışımlarının karbonsuzlaştırma için gelecekte potansiyel bir yakıt seçeneği olarak kullanılmasına ilişkin değerli bilgiler sunmakta ve ayrıca bu karışımlarla partikül emisyonları hakkında yeni bulgular ortaya koymaktadır.

Formülü  $C_{92}H_{72}N_8O_{16}Zn$  ve molekül ağırlığı 1739.24 g/mol olan ftalosiyanın, aşağıdaki denkleme göre yanmaya uğrar:



Burada, bileşik karbondioksit ( $CO_2$ ), su ( $H_2O$ ), nitrojen gazı ( $N_2$ ) ve çinko oksit ( $ZnO$ ) üretmek için oksijenle reaksiyona girer. Yanma tipik olarak karbon ve hidrojenin oksijenle reaksiyona girmesini içerirken, nitrojen gibi diğer elementler de ürünlerde görülebilir.

Karşılaştırma yapmak gerekirse, aseton ( $C_3H_6O$ , molekül ağırlığı 58.08 g/mol) bu denkleme göre yanar:



Ftalosiyanine benzer şekilde, aseton da karbondioksit ve su oluşturmak üzere oksijenle reaksiyona girer. Yanma genellikle bir bileşiğin karbon ve hidrojeninin oksijenle reaksiyona girmesini içerir ve ortaya çıkan ürünler denkleme gösterilir.

Benzin gibi hidrokarbon çözücüler tipik olarak organik bileşiklerle daha iyi karışır. Ancak bazı inorganik çözücüler de belirli koşullar altında benzinle karışabilir. İşte benzinle karışabilen bazı organik ve inorganik çözücüler (Dahlen ve Miles, 1939).

Ftalosiyaninler, motor odasında daha temiz yanmayı teşvik ederek benzin için ilgi çekici faydalar sunar. Kalıntı oluşumunu azaltarak motorun daha düzgün çalışmasını sağlayabilir ve potansiyel olarak genel performansı artırabilirler (Ma ve ark., 2021). Ayrıca ftalosiyaninler, düşük kaliteli bileşenler mevcut olsa bile benzinin oktan derecesini yükseltme potansiyeline sahiptir (Kouwenhoven ve de Kroes, 2001). Bu, daha verimli yakıt kullanımı ve aracınızın egzozundaki zararlı emisyonların potansiyel olarak daha da azalması anlamına gelebilir.

Bu çalışmada, FS7.5 (%95 benzin + %5 ftalosiyanın), PHT10 (%90 benzin + %10 ftalosiyanınler), PHT15 (%85 benzin + %15 ftalosiyanınler) ftalosiyanın katkı maddelerinin farklı oranlarda homojen olarak benzin yakıtına karıştırılmasıyla elde edilmiştir.

Bu yakıtlar hacimsel oranlarda (%5, %10, %15) test edilmiş ve harmanlanmış yakıtların performansını ve egzoz emisyonlarını belirlemek için deneysel bir motorda test edilmiştir. FS7.5, FS12.5, FS17.5 ve saf benzin olmak üzere toplam dört yakıt, deneysel bir motorda performans ve emisyonlar açısından test edilmiştir.

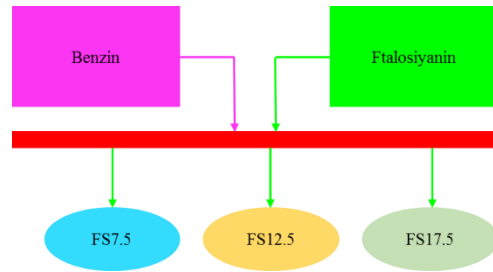
## MATERYAL VE METOT

### Ftalosiyanın ile Güçlendirilmiş Harmanlanmış Yakıtlar

İki farklı yakıt kullanılmıştır: saf benzin ve FS7.5, FS12.5 ve FS17.5 adı verilen karışımları oluşturmak için yakıt katkısı olarak ftalosiyanın ile karıştırılmış benzin. Yakıtlar Şekil 1'de gösterildiği

gibi benzinli bir motorda test edilmek üzere tasarlanmıştır. Bu yöntemde kullanılan ftalosiyanın bileşiği, "[Tetrakis(4-((4-izopropoksifenil)sülfonil)fenoksi)ftalosiyanimato]çinko(II)," sentezlediğimiz yöntemle benzer bir şekilde elde edilmiştir (Ağırtaş ve ark., 2022).

Çalışmamızda kullanılan [Tetrakis (4-((4-isopropoxyphenyl)sulfonyl) phenoxy) phthalocyaninato] zinc(II) bileşiği benzinde çözünmüyordu. Bunun yerine, Çinko(II) ftalosiyanın bileşiği asetonitril adı verilen bir çözücüde çözülmüştür. Asetonitril benzinle karışabilen bir çözücüdür. Elde edilen çözelti daha sonra çalışmada kullanılan farklı benzin-ftalosiyanın karışımlarının temelini oluşturmak üzere benzinle karıştırılmıştır. Yeni yakıt karışımları, asetonitril içinde çözülmüş ftalosiyanın içeren 2 litrelik benzin/ftalosiyanın çözeltisi karışımının hacimce %7.5, %12.5 ve %17.5'inden oluşmaktadır. Hazırlanan harmanlanmış yakıtlar, biri saf benzin ve diğer üçü sırasıyla %7.5, %12.5 ve %17.5 ftalosiyanın ve %92.5, %87.5 ve %82.5 benzin içeren FS7.5, FS12.5 ve FS17.5 olarak adlandırılan üç farklı tipten oluşmaktadır. Böylece testlerde kullanılmak üzere toplam üç test yakıtı hazırlanmıştır.



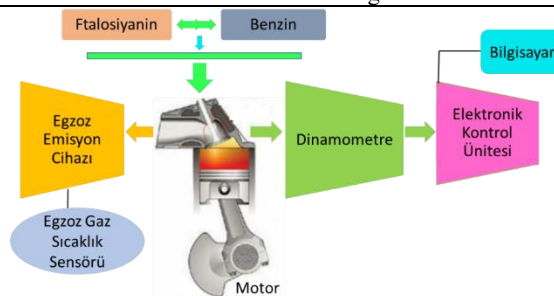
Şekil 1. Deney Yakıtları

## Motor Testleri

Deneyler Gazi Üniversitesi Otomotiv Mühendisliği motor test laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir. Deneylerde içten yanmalı, tek silindirli, buji ateşlemeli, su soğutmalı, değişken sıkıştırma oranına sahip bir test motoru kullanılmıştır. Test motorunun teknik özellikleri Çizelge 1'de verilmiştir. Deneyler, test motoru benzin yakıtıyla çalıştırıldıktan sonra, motorun soğutma suyu sıcaklığı ve yağlama yağı sıcaklığı stabil hale geldikten sonra başlatılmıştır. Motor testleri 1400 d/d, 1800 d/d, 2200 d/d, 2600 d/d ve 3000 d/d olmak üzere beş farklı motor devrinde ve tam yükte gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 1. Test motorunun özellikleri

| Özellik              | Motor                  |
|----------------------|------------------------|
| Marka                | Ricardo Hydra          |
| Silindir sayısı      | 1                      |
| Sıkıştırma oranı     | 10:1                   |
| Maksimum hız (1/min) | 5400                   |
| Maksimum güç (kW)    | 15kW, 5400 1/min de    |
| Minimum hız (1/min)  | 1200                   |
| Silindir çapı (mm)   | 80.26                  |
| Silindir kurs (mm)   | 88.90                  |
| Supap sistemi        | Üstten kamlı iki supap |
| Yakıt sistemi        | Port tipi enjeksiyon   |
| Soğutma sistemi      | Sıvı soğutmalı         |



Şekil 2. Deney Düzenliği

Çalışmada kullanılan deney düzeneği Şekil 2'de gösterilmiştir. Deney motoru, 6500 d/d motor devrinde 30 kW gücü absorbe edebilen McClure marka elektrikli dinamometreye bağlanmıştır. Motor performansı, motor yağı sıcaklığı, motor moment ve egzoz sıcaklığı dijital olarak kaydedilirken, yakıt tüketimi analog olarak belirlenmiştir. Yakıt deposu 1 g hassasiyetindeki dijital terazi üzerine yerleştirilmiş ve motorun bir dakikada tükettiği yakıt verisi kaydedilmiştir.

Egzoz emisyonları, BEA 060 model egzoz gaz analiz cihazı ile ölçülmüştür. Cihazın teknik özellikleri Çizelge 2'de verilmiştir. Deneyler sırasındaki ölçüm hassasiyeti ve belirsizlikler ise Çizelge 3'te gösterilmiştir. Deney düzeneğinin fotoğrafı Şekil 3'te verilmiştir.



Şekil 3. Yakıtların test edildiği deney düzeneğinin fotoğrafı

Çizelge 2. Egzoz gazı analiz cihazının teknik özellikleri

| Parametre       | Ölçme aralığı  | Hassasiyet  | Doğruluk |
|-----------------|----------------|-------------|----------|
| CO              | 0-10 % vol     | 0.001 % vol | ± 5 %    |
| CO <sub>2</sub> | 0-18 % vol     | 0.01 % vol  | ± 5 %    |
| HC              | 0-9999 ppm vol | 1ppm vol    | ± 5 %    |
| O <sub>2</sub>  | 0-22 % vol     | 0.010 % vol | ± 5 %    |
| NO              | 0-5000 ppm vol | 1ppm vol    | ± 4 %    |
| Lambda          | 0.5-9.9999     | 0.001       |          |

Çizelge 3. Ölçülen doğruluklar ve hesaplanan belirsizlikler

| Ölçüm              | Çalışma aralığı                         | Ölçüm hassasiyeti | Belirsizlik (%)    |
|--------------------|---|-------------------|--------------------|
| Moment (Nm)        | 0-80Nm                                  | 0.01 Nm           | Belirsizlik ± 0.25 |
| Yakıt tüketimi (g) | ----                                    | 0.01g             | Doğruluk ± 0.1     |
| Motor hızı (1/min) | 0-7000 1/min                            | 1 1/min           | Doğruluk ± 1       |
| Sıcaklık (°C)      | ----                                    | ----              | Doğruluk ± 1       |
| Ateşleme zamanı    | 70° ÜÖN' dan önce<br>20° ÜÖN' dan sonra | 1° KMA            | ----               |

Bir ölçüm değerinin toplam hatası, imalat ve sabit hatalar ile rastgele hataların birleşimi olarak hesaplanır. Bu hesaplamada (3) numaralı denklem kullanılır. Farklı bağımsız değişkenlerin neden olduğu  $W_R$  belirsizliği ise tarafından sunulan aşağıdaki eşitlik elde edilir (Holman 1971).

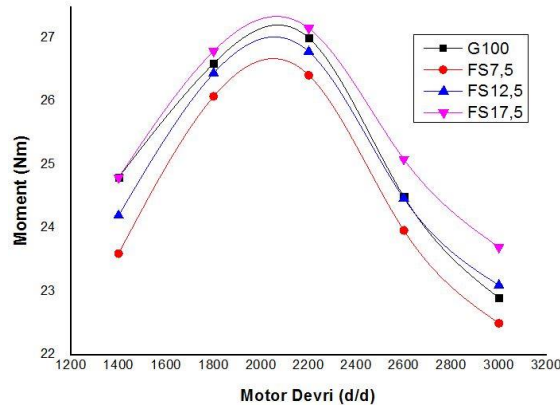
$$W_R = \left[ \left( \frac{\partial R}{\partial x_1} w_1 \right)^2 + \left( \frac{\partial R}{\partial x_2} w_2 \right)^2 + \dots + \left( \frac{\partial R}{\partial x_n} w_n \right)^2 \right]^{1/2}, \quad (3)$$

Formülden bağımsız değişkenlerinin bir fonksiyonu olarak  $R$ ,  $x_1, x_2, \dots, x_n$  kullanılmıştır. Bağımsız değişkenlerin belirsizliği ise  $w_1, w_2, \dots, w_n$  'dir.

$w_{BSFC}$  BSFC (özellik yakıt tüketimindeki) 'deki belirsizliği gösterir. Moment, motor hızı ve emisyon belirsizlikleri üretici firma tarafından belirlenmiştir. Değerleri sırasıyla, moment için  $\pm 0.25$ , motor hızı

için  $\pm\%1$ , emisyon değerleri için CO, CO<sub>2</sub>, HC için  $\pm\%5$ , NO<sub>x</sub> için  $\pm\%4$  olarak belirlenmiştir. Hava sıcaklıkları için belirsizlik  $\pm\%1$  °C, özgül yakıt tüketimindeki belirsizlik ise  $\pm\%1.04$  olarak hesaplanmıştır.

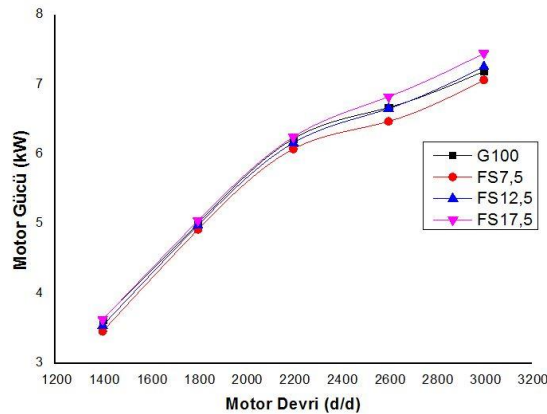
## BULGULAR VE TARTIŞMA



Şekil 3. Motor momentinin motor hızına bağlı değişimi

Taşıtların ilk kalkışta hava direnci, yuvarlanma direnci ve yokuş direnci gibi etkenleri yenerek hızlanması için yüksek motor momentine ihtiyaç duyulduğu bilinmektedir. Şekil 3'te gösterilen motor momentleri - motor hızı grafiğine göre, FS17.5 karışım yakıtı hariç diğer karışım yakıtların motor momentleri benzine kıyasla düşüş göstermiştir. FS17.5 karışım yakıtında ise benzin yakıtına göre %1.38'lik bir artış gözlemlenmiştir.

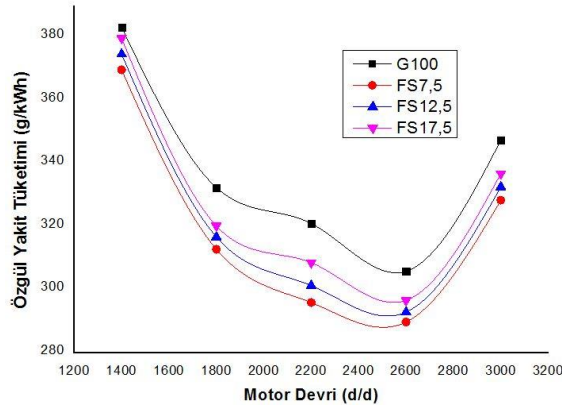
Bu artışın sebebi ftalosiyenin benzin katkı maddesi olarak kullanılmasıdır. Ftalosiyenin, motorun tork değerini artırabilir. Bu artış, ftalosiyenin benzinin yanma odasında daha temiz yanmasını sağlamasıyla ilişkilendirilebilir (Khajone, 2020). Daha temiz yanma, yanma odasındaki kirlenmelerin azalması ve silindirlerin daha temiz kalması anlamına gelir. Bu da daha iyi bir sıkıştırma oranı ve daha yüksek bir tork üretimi sağlar. Ayrıca ftalosiyenin, benzinin oktan sayısını artırarak yanma sürecini optimize eder ve bu da daha yüksek tork üretimine katkıda bulunur.



Şekil 4. Motor gücünün motor hızına bağlı değişimi

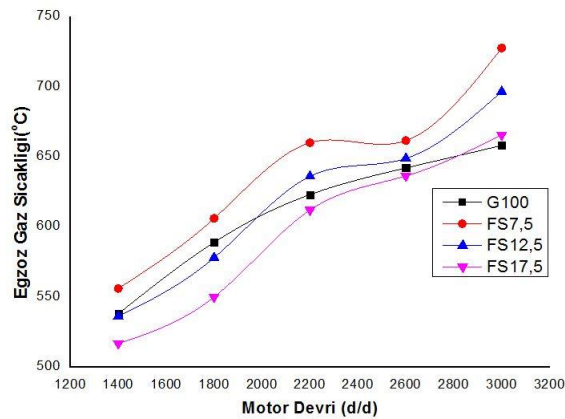
Şekil 4, motor gücünün motor hızına bağlı değişimini gösterir. Grafiğe göre, FS17.5 karışım yakıtı, motor hızına bağlı olarak benzin yakıtına kıyasla motor gücünü %1.64 oranında artırırken, diğer karışım yakıtların motor güçleri benzine kıyasla düşmüştür. Bu ftalosiyenin benzin katkı maddesi olarak kullanılmasından kaynaklanabilir. Ftalosiyenin, benzinin yanma odasında daha verimli yanmasını sağlayarak motor gücünün artmasına katkıda bulunabilir. Daha verimli yanma, mevcut yakıtın daha iyi kullanılması anlamına gelir ve bu da daha fazla güç üretir. Ftalosiyenin ayrıca benzinin oktan sayısını

da artırarak daha iyi yanma koşulları sağlar ve bu da daha yüksek bir güç çıkışına neden olabilir (Kadish, 2000).



Şekil 5. Özgül yakıt tüketiminin motor hızına bağlı değişimi

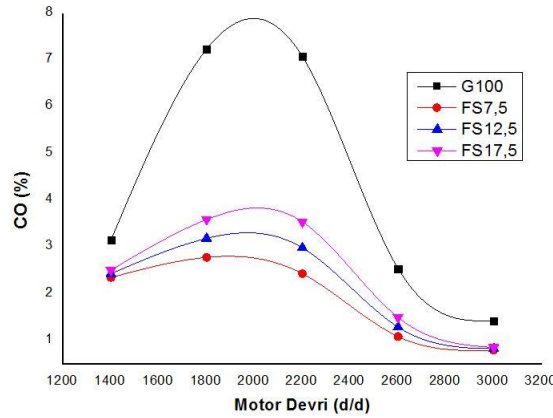
Hem sürücüler hem de otomotiv üreticileri, araçların daha az yakıt tüketerek daha uzun menzile sahip olmasını ister. Günümüz ekonomisinde yüksek yakıt fiyatları göz önüne alındığında, taşıtların yakıt tüketimi her zamankinden daha önemli hale gelmiştir. Şekil 5, özgül yakıt tüketiminin motor hızına bağlı değişimini gösterir. Grafiğe göre, tüm karışım yakıtların özgül yakıt tüketimleri, tüm motor devirlerinde benzine kıyasla düşmüştür. Deneysel yakıtları arasında en fazla azalma %5.51 oranında FS7.5 karışım yakıtıyla gerçekleşmiştir. Ftalosiyenin benzin katkı maddesi olarak kullanıldığında özgül yakıt tüketimini düşürmesinin sebebi, bu bileşiklerin oksidasyon ve korozyon direncini artırıcı özellikleridir. Ftalosiyenler, metal iyonlarıyla kompleksler oluşturan organik bileşiklerdir. Bu kompleksler metal yüzeyleri korur ve yanma odasında oluşan yüksek sıcaklıklarda bile bu koruyucu tabakanın bozulmasını önler (Verma, 2021). Bu sayede motor parçalarının ömrü uzar ve daha verimli bir yakıt tüketimi sağlanır. Ayrıca, fталosiyenlerin temizleme özellikleri de vardır, bu da yanma odasındaki tortu ve kalıntıların temizlenmesine yardımcı olur. Bu da motorun daha iyi çalışmasını ve daha az yakıt tüketmesini sağlar.



Şekil 6. Egzoz gaz sıcaklığının motor hızına bağlı değişimi

Şekil 6, egzoz gaz sıcaklığının motor hızına bağlı değişimini göstermektedir. Grafiğe bakıldığında, tüm karışım yakıtların yüksek motor devirlerinde egzoz gaz sıcaklıkları benzine kıyasla artmıştır. FS7.5, FS12.5 ve FS17.5 karışım yakıtlarının egzoz gaz sıcaklıkları benzine kıyasla sırasıyla %5.27 artış, %1.49 artış ve %2.27 azalma göstermiştir. Ftalosiyenin benzin katkı maddesi olarak kullanılması, motor hızına bağlı egzoz gazı sıcaklığını düşürmeye yardımcı olur. Bu durum, fталosiyenlerin katalitik özelliklerinden kaynaklanmaktadır. Ftalosiyenler, egzoz gazlarındaki zararlı bileşiklerin oksidasyonunu katalize ederek daha temiz bir egzoz sistemi sağlarlar. Bu oksidasyon reaksiyonu,

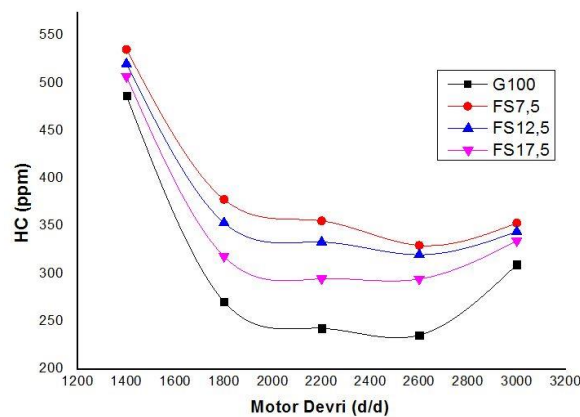
ftalosiyanın moleküler yapılarında bulunan metal merkezlerinin redoks özelliklerinden kaynaklanmaktadır (Tian, 2022).



Şekil 7. CO emisyonunun motor hızına bağlı değişimi

Karbon monoksit emisyonu, silindir içerisindeki yakıtın tam yanmamasından kaynaklanır. Şekil 7, karbon monoksit emisyonunun motor hızına bağlı değişimini göstermektedir. Yanma ürünlerinde CO emisyonunun bulunmasının temel sebebi oksijen eksikliğidir. Yeterli tutuşma süresi olmaması da silindirdeki kısmi alev cephelerinin sönmeye ve CO emisyonunun artmasına neden olabilir. Karbon monoksit (CO), yanma işlemi sırasında oluşan bir gazdır. Hava-yakıt oranındaki değişimlerden doğrudan etkilenir ve genellikle yetersiz oksijen veya tam yanma eksikliği sonucu ortaya çıkar. Yanma odasındaki düşük sıcaklık da CO oluşumunu tetikler. CO emisyonları, türbülans yoğunluğundan da etkilenir. Homojen bir karışım oluşumuna yardımcı olan türbülans, CO emisyonlarını düşürmede önemli bir rol oynar. CO solunumu oldukça tehlikelidir. Hemoglobinin ile birleşerek oksijen taşınımını engeller ve birçok sağlık sorununa yol açar. Felç riskini artırır, öğrenme yeteneğini zayıflatır ve uyku düzensizliklerine neden olur. Ftalosiyaninler, yanma odasındaki kimyasal reaksiyonları hızlandıran katalitik özelliğe sahiptir. Bu sayede, havadaki oksijenin daha verimli kullanılmasını sağlayarak daha tam yanma gerçekleşmesine katkıda bulunurlar. Tam yanma sonucunda CO emisyonu azalır. Ftalosiyaninlerin yüksek termal iletkenliği, yanma odasındaki sıcaklığı düşürmeye yardımcı olur. Düşük sıcaklıkta yanma, CO ve diğer zararlı emisyonların oluşumunu engeller (Agarwal ve ark.,2006; Amin, 2009).

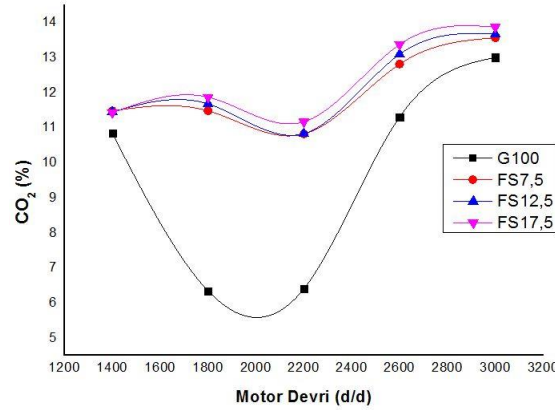
HC emisyonunun motor hızına bağlı değişimini Şekil 8 göstermektedir. Grafiğe göre tüm deney yakıtlarının HC emisyonları benzin yakıtına kıyasla artmıştır. HC emisyonları, yanma sırasında hava-yakıt karışımındaki yakıt miktarındaki değişikliklerden etkilenir. Benzinli ve dizel motorlarda ideal hava/yakıt oranının sağlanamaması, tam yanma için gerekli oksijenin eksik kalmasına ve HC emisyonlarının artmasına neden olur.



Şekil 8. HC emisyonunun motor hızına bağlı değişimi

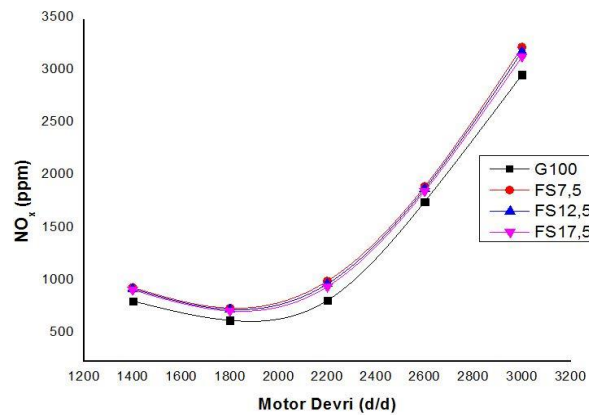


Bu artışın sebebi, ftalosiyenin katalitik özelliklerinden kaynaklanmaktadır. Yüksek motor hızlarında, ftalosiyenin yüzeyindeki HC molekülleri daha kolay ayrışarak serbest radikaller oluşturur. Bu serbest radikaller, HC moleküllerinin daha fazla oksitlenmesine ve HC emisyonlarında artışa yol açar (Abdulkareem-Alsultan, 2019).



Şekil 9. CO<sub>2</sub> emisyonunun motor hızına bağlı değişimi

Karbon monoksit emisyonu, eksik yanma sonucu oluşur. Aksine, CO<sub>2</sub> emisyonu tam yanma sonucu oluşan bir emisyonudur. Küresel ısınmaya sebep olan emisyonlardan biridir. Şekil 9, CO<sub>2</sub> emisyonunun motor hızına bağlı değişimini göstermektedir. Grafiğe göre, tüm karışım yakıtların CO<sub>2</sub> emisyonları tüm motor devirlerinde benzin yakıtına kıyasla daha artmıştır. Ftalosiyenin, yanma odasındaki oksijenin daha verimli kullanılmasını sağlayarak daha tam yanma gerçekleşmesine katkıda bulunurlar. Tam yanma sonucunda CO<sub>2</sub> emisyonu artar. Ftalosiyenin, yanma odasında karbonlu partiküllerin oluşumunu artırabilir. Karbonlu partiküller, CO<sub>2</sub> emisyonunun artmasına katkıda bulunan bir kirlenici türüdür.



Şekil 10. NO<sub>x</sub> emisyonunun motor hızına bağlı değişimi

Azot oksitler, azot ve oksijen atomlarının bir araya gelmesiyle oluşan bir grup gazdır. Taşıt egzoz emisyonları, NO<sub>x</sub> emisyonlarının en önemli kaynaklarından biridir. Dizel ve benzinli motorlu araçlardan çıkan egzoz gazları, atmosferdeki NO<sub>x</sub> seviyesini önemli ölçüde artırmaktadır. NO<sub>x</sub> emisyonlarının oluşumunda, yanma sıcaklığı, hava-yakıt karışımı, motor tipi, dizel motorlar benzinli motorlara göre daha fazla NO<sub>x</sub> emisyonu üretir. Taşıtlarda kullanılan katalitik konvertör gibi sistemlerde NO<sub>x</sub> emisyonunu azaltmada etkilidir. NO<sub>x</sub> emisyonunun motor hızına bağlı değişimi Şekil 10'da gösterilmektedir. Grafiğe göre, FS7,5, FS12,5 ve FS17,5 karışım yakıtların benzin yakıtına kıyasla sırasıyla % 11,90, % 10,22 ve % 8,49 oranında artmıştır. Ayrıca karışım yakıt içerisindeki ftalosiyenin oranının arttıkça NO<sub>x</sub> emisyonu azalmaktadır. Bunun nedeni bu etki, ftalosiyenin yüzey özellikleriyle ilişkilendirilebilir. Ftalosiyenin yüzey özellikleri, reaksiyon ortamına bağlı olarak

değişebilir. Yüksek sıcaklık ve oksijen varlığı, ftalosiyenin yüzeyinde NO<sub>x</sub> moleküllerinin adsorpsiyonuna ve nitrasyon reaksiyonlarının gerçekleşmesine neden olabilir (Souto, 1993).

## SONUÇ

Bu çalışmada, FS7.5, FS12.5 ve FS17.5 karışım yakıtların dört zamanlı ve tek silindirli benzinli bir motordaki performansı ve egzoz emisyonları deneysel olarak incelenmiştir. Deneyler, farklı motor hızı ve tam yük koşullarında gerçekleştirilmiştir. Fren gücü, tork, özgül yakıt tüketimi, CO, HC, CO<sub>2</sub> ve NO<sub>x</sub> emisyonları ölçülmüş ve karşılaştırılmıştır.

- Motor momenti ve gücü, benzin yakıtına kıyasla FS7.5, FS12.5 karışım yakıtlarında azalırken FS17.5 karışım yakıtında ise artmıştır.
- Özgül yakıt tüketimi, FS7.5, FS12.5 ve FS17.5 karışım yakıtlarının benzin yakıtına kıyasla sırasıyla, %5.51, %4.23 ve %2.83 oranında azalmıştır.
- CO emisyonu FS7.5, FS12.5 ve FS17.5 yakıtlarının benzin yakıtına kıyasla %55.89, %49.95 ve %44.03 oranında azalmıştır.
- Tüm karışım yakıtların HC, CO<sub>2</sub> ve NO<sub>x</sub> emisyonları benzin yakıtına kıyasla artmıştır.

Egzoz gaz sıcaklığı FS7.5, FS12.5 ve FS17.5 karışım yakıtlarının benzin yakıtına kıyasla sırasıyla %5.27 artma, %1.49 artma ve %2.27 azalma meydana gelmiştir.

## Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

## Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

## KAYNAKLAR

- Abu-Hamed, T., Karni, J., & Epstein, M. (2007). The use of boron for thermochemical storage and distribution of solar energy. *Solar Energy*, 81(1), 93-101.
- Agarwal, D., Sinha, S., & Agarwal, A. K. (2006). Experimental investigation of control of NO<sub>x</sub> emissions in biodiesel-fueled compression ignition engine. *Renewable energy*, 31(14), 2356-2369.
- Ağbulut, Ü. (2021). Well to Wheel: A life-cycle based analysis of CI engine powered with diesel and various alcohol blends. *International Journal of Automotive Science And Technology*, 5(4), 289-298.
- Ağırtaş, M. S., Cabir, B., Gonca, S., & Ozdemir, S. (2022). Antioxidant, antimicrobial, DNA cleavage, fluorescence properties and synthesis of 4-(3, 4, 5-trimethoxybenzyloxy) phenoxy substituted zinc phthalocyanine. *Polycyclic Aromatic Compounds*, 42(8), 5029-5043.
- Amin, A. N. (2009). Reducing Emissions from Private Cars: Incentive measures. *UNEP-Green Economy Initiative*, Jakarta.
- Ardebili, S. M. S., Solmaz, H., Ipci, D., Calam, A., & Mostafaei, M. (2020). A review on higher alcohol of fusel oil as a renewable fuel for internal combustion engines: Applications, challenges, and global potential. *Fuel*, 279, 118516.
- Beach, D. B., Rondinone, A. J., Sumpter, B. G., Labinov, S. D., & Richards, R. K. (2007). Solid-state combustion of metallic nanoparticles: new possibilities for an alternative energy carrier.
- Dahlen, M. A. (1939). The phthalocyanines a new class of synthetic pigments and dyes. *Industrial & Engineering Chemistry*, 31(7), 839-847.
- De Simio, L., Iannaccone, S., Guido, C., Napolitano, P., & Maiello, A. (2024). Natural Gas/Hydrogen blends for heavy-duty spark ignition engines: Performance and emissions analysis. *International Journal of Hydrogen Energy*, 50, 743-757.
- Göksu, T. T. (2024a). Investigation of pin and perforated heatsink cooling efficiency and temperature distribution. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 1-13.

- Göksu, T. T. (2024b). Enhancing cooling efficiency: Innovative geometric designs and mono-hybrid nanofluid applications in heat sinks. *Case Studies in Thermal Engineering*, 104096.
- Göksu, T. T., & Yılmaz, F. (2021). Numerical comparison study on heat transfer enhancement of different cross-section wire coils insert with varying pitches in a duct. *Journal of Thermal Engineering*, 7(7), 1683-1693.
- Gupta, P., Kurien, C., & Mittal, M. (2023). Biogas (a promising bioenergy source): A critical review on the potential of biogas as a sustainable energy source for gaseous fuelled spark ignition engines. *International Journal of Hydrogen Energy*, 48(21), 7747-7769.
- Gürü, M., Karakaya, U., Altıparmak, D., & Alicılar, A. (2002). Improvement of diesel fuel properties by using additives. *Energy conversion and Management*, 43(8), 1021-1025.
- Hua, Y. (2024). Research progress of higher alcohols as alternative fuels for compression ignition engines. *Fuel*, 357, 129749.
- Kadish, K., Smith, K. M., & Guillard, R. (Eds.). (2000). *The Porphyrin Handbook*, 3.
- Kasper, M., Sattler, K., Siegmann, K., Matter, U., & Siegmann, H. C. (1999). The influence of fuel additives on the formation of carbon during combustion. *Journal of Aerosol Science*, 30(2), 217-225.
- Khajone, V. B., & Bhagat, P. R. (2020). Brønsted acid functionalized phthalocyanine on perylene diimide framework knotted with ionic liquid: an efficient photo-catalyst for production of biofuel component octyl levulinate at ambient conditions under visible light irradiation. *Fuel*, 279, 118390.
- Kocakulak, T., Babagiray, M., Nacak, Ç., Ardebili, S. M. S., Calam, A., & Solmaz, H. (2022). Multi objective optimization of HCCI combustion fuelled with fusel oil and n-heptane blends. *Renewable Energy*, 182, 827-841.
- Kouwenhoven, H. W., & de Kroes, B. (2001). Preparation of zeolite catalysts. *In Studies in Surface Science and Catalysis*, 137, 673-706.
- Kurien, C., & Mittal, M. (2023). Utilization of green ammonia as a hydrogen energy carrier for decarbonization in spark ignition engines. *International Journal of Hydrogen Energy*.
- Lissianski, V. V., Maly, P. M., Zamansky, V. M., & Gardiner, W. C. (2001). Utilization of iron additives for advanced control of NO<sub>x</sub> emissions from stationary combustion sources. *Industrial & engineering chemistry research*, 40(15), 3287-3293.
- Ma, Y., Wang, X. R., Li, T., Zhang, J., Gao, J., & Sun, Z. Y. (2021). Hydrogen and ethanol: production, storage, and transportation. *International journal of hydrogen energy*, 46(54), 27330-27348.
- Mandilas, C., Karagiannakis, G., Konstandopoulos, A. G., Beatrice, C., Lazzaro, M., Di Blasio, G., ... & Gil, A. (2014). Study of basic oxidation and combustion characteristics of aluminum nanoparticles under engine-like conditions. *Energy & fuels*, 28(5), 3430-3441.
- Markiewicz, M. (2024). Analysis of Performance Parameters of Engines with Spark Ignition with Variable Regulations of the Fuel-Injection System, Powered by E100 Fuel. *Energies*, 17(3), 601.
- Rönn, K., Swarts, A., Kalaskar, V., Alger, T., Tripathi, R., Keskinvääli, J., ... & Larmi, M. (2023). Low-speed pre-ignition and super-knock in boosted spark-ignition engines: A review. *Progress in Energy and Combustion Science*, 95, 101064.
- Shkolnikov, E. I., Zhuk, A. Z., & Vlaskin, M. S. (2011). Aluminum as energy carrier: Feasibility analysis and current technologies overview. *Renewable and sustainable energy reviews*, 15(9), 4611-4623.
- Solmaz, H. (2020). A comparative study on the usage of fusel oil and reference fuels in an HCCI engine at different compression ratios. *Fuel*, 273, 117775.
- Solmaz, H., Calam, A., Yılmaz, E., Şahin, F., Ardebili, S. M. S., & Aksoy, F. (2023). Evaluation of MWCNT as fuel additive to diesel-biodiesel blend in a direct injection diesel engine. *Biofuels*, 14(2), 147-156.
- Steinfeld, A., Kuhn, P., Reller, A., Palumbo, R., Murray, J., & Tamaura, Y. (1998). Solar-processed metals as clean energy carriers and water-splitters. *International Journal of Hydrogen Energy*, 23(9), 767-774.
- Taymaz, İ., & Benli, M. (2009). Metanolün taşıtlarda enerji kaynağı olarak farklı kullanım yöntemlerinin incelenmesi. *Engineer & the Machinery Magazine*, (596).
- Wen, D. (2010). Nanofuel as a potential secondary energy carrier. *Energy & Environmental Science*, 3(5), 591-600.
- Yakin, A., Behcet, R., Solmaz, H., & Halis, S. (2022). Testing sodium borohydride as a fuel additive in internal combustion gasoline engine. *Energy*, 124300.

**Atf İçin:** Ocak, N. ve Özkan, A. (2024). Borsa İstanbul'da İşlem Gören Gayrimenkul Şirketlerinin Nötrosofik AHP ve TOPSIS Yöntemiyle Performanslarının Sıralanması. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1265-1279.

**To Cite:** Özkan, A. & Ocak, N. (2024). Ranking The Performance Of Real Estate Companies Listed On Borsa Istanbul Using Neutrosophic AHP And TOPSIS Methods. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1265-1279.

## Borsa İstanbul'da İşlem Gören Gayrimenkul Şirketlerinin Nötrosofik AHP ve TOPSIS Yöntemiyle Performanslarının Sıralanması

Alkan ÖZKAN<sup>1</sup>, Nurettin OCAK<sup>2\*</sup>

### **Öne Çıkanlar:**

- Borsada hisse senedi seçimi
- alternatifleri sıralama
- karar verme

### **Anahtar Kelimeler:**

- Belirsizlik,
- çok kriterli karar verme
- nötrosofik AHP
- nötrosofik TOPSIS
- BİST

### **ÖZET:**

Hayatta birçok alanda belirsizlikler vardır ve belirsizlikler altında karar verilmesi gerektiği zamanlarda insanlar matematiksel verilere ihtiyaç duymaktadır. Bu çalışmada, Borsa İstanbul (BİST)'de işlem gören gayrimenkul şirketlerin, geçmiş finansal performansları dikkate alınarak çok kriterli karar verme yöntemlerinden AHP ve TOPSIS yönteminin nötrosofik kümelerle entegre edilmesi ve bütünlük bir modelle, yatırım için uygunlukları değerlendirilmiştir. Bu çalışma, belirsizliğin çok fazla görüldüğü bir alanda karar vermek isteyen yatırımcıların risklerini en aza indirmeleri ve verilebilecek optimum kararı vermelerinde matematiksel verilerden yararlanmalarını sağlamak amacıyla yapılmıştır. Bu kapsamda, nötrosofik kümelerin tanımı ve temel özellikleri, nötrosofik AHP ve TOPSIS bütünlük modeli verilmiş bu modele göre BİST'e işlem gören gayrimenkul şirketlerinin geçmiş performansları ele alınarak şirketlerin yatırıma uygunlukları için bir sıralama yapılmıştır. Bu işlemler yapılırken borsa yatırım analistlerinden üç karar vericiden kriterlerin önem derecelerini ve şirketlerin bu kriterlere göre durumlarını sözel ifadelerle belirtmeleri sağlanmış bu sözel ifadeler nötrosofik skorlara dönüştürülmüştür. Nötrosofik AHP yöntemi ile kriterlerin önem ağırlıkları hesaplanmış nötrosofik TOPSIS yöntemiyle de şirketlerin kriterlere göre durumları hesaplanıp şirketlerin optimum yatırıma uygunlukları sıralanmıştır. Çalışmanın özgünlüğü; elde edilen bulguların diğer çalışmalardan farklı olarak belirsizlik durumlarının büyük oranda hesaba katılmasıyla riskleri en aza indirmiş olmasıdır. Aynı zamanda karar vericilerin belirsizlik değeri için bir kısıtlama olmadan sözel ifade kullanabiliyor olmalarıdır. Dış faktörlerin borsa için çok önemli olduğu açıktır ve karar verici bunu göz önüne alarak belirsizlik oranını yüksek tutabilir. Buda belirsizliklerden doğacak riskleri en aza indirmek için yeni bir yöntem sunmaktadır.

## Ranking The Performance Of Real Estate Companies Listed On Borsa Istanbul Using Neutrosophic AHP And TOPSIS Methods

### **Highlights:**

- The selection of stocks in the stock market
- listing the alternatives
- decision making

### **Keywords:**

- Uncertainty
- multi-criteria decision making
- neutrosophic AHP
- neutrosophic TOPSIS
- BİST

### **ABSTRACT:**

In many areas of life, uncertainties exist, and decisions under these uncertainties require mathematical data. This study evaluates the investment suitability of real estate companies listed on Borsa Istanbul (BIST) by integrating neutrosophic sets with AHP and TOPSIS methods. The aim is to help investors minimize risks and make optimal decisions in highly uncertain environments. The study defines neutrosophic sets and presents an integrated neutrosophic AHP and TOPSIS model. The past performance of BIST-listed real estate companies was analyzed for investment suitability. Three stock market analysts indicated the importance of various criteria and expressed company statuses using verbal terms, which were converted into neutrosophic scores. Criteria importance weights were calculated with neutrosophic AHP, and company statuses were evaluated with neutrosophic TOPSIS, resulting in a ranking of companies. The study's uniqueness lies in significantly accounting for uncertainty to minimize risks, allowing decision-makers to use unrestricted verbal expressions for uncertainty. This method considers external factors crucial to the stock market, offering a new approach to minimize risks from uncertainties.

<sup>1</sup>Alkan ÖZKAN ([Orcid ID: 0000-0002-8824-9163](https://orcid.org/0000-0002-8824-9163)), İğdır University, Faculty of Arts and Sciences, Department of Mathematics, İğdır, Türkiye

<sup>2</sup>Nurettin OCAK ([Orcid ID: 0009-0004-6434-8994](https://orcid.org/0009-0004-6434-8994)), İğdır University, Faculty of Arts and Sciences, Department of Mathematics, İğdır, Türkiye

\***Sorumlu Yazar/Corresponding Author:** Nurettin OCAK, e-mail: kafren\_34@hotmail.com

## INTRODUCTION

Companies have various objectives, but one of the most important goals is to make a profit. Publicly traded companies listed on the Borsa Istanbul (BIST) also aim to make a profit. At the same time, individuals with fixed incomes need an investment instrument to evaluate their savings. One of these investment instruments is stocks in the Turkish stock market. In today's competitive markets, both companies and individual investors need to make the right decisions to make a profit. The aim of the stock market is also to have a small share in large companies, support their investments, and receive profits and dividends from their shares.

Throughout history, people have always faced decision-making situations. Decision-making can be defined as determining the best-described situation. If there is only one criterion in the decision-making process, the most suitable candidate/candidates can be easily selected. However, decision-making is difficult in multi-criteria situations. Like in any choice problem, the selection of an investment instrument is also a type of decision-making problem. Such decision-making problems pose significant risks to ensuring solution accuracy due to their inclusion of personal judgments and subjectivity. This leads decision-makers to systematic methods in problem-solving. Numerous literature studies have attempted to solve decision-making problems in many areas. Major application areas include personnel selection by human resources, economic choices, career-related decisions, and so on. Some studies have also been conducted in the field of decision-making under uncertainty using neutrosophic sets. The aim of this study is to rank companies based on their past financial performance among real estate companies listed on the stock exchange using two multi-criteria decision-making (MCDM) methods, Analytic Hierarchy Process (AHP), and Technique for Order of Preference by Similarity to Ideal Solution (TOPSIS), which are widely applied in various fields in the literature. The selection of real estate companies is influenced by the advanced construction sector in our country and significant investments made by companies domestically and internationally. Neutrosophic set theory has been used to ensure more effective results in the solution of real-life problems involving uncertainty. With the neutrosophic AHP method, the most important criteria for pre-selected companies were determined, and the weights of these criteria were ranked. The weights of these ranked criteria were used in the neutrosophic TOPSIS method to determine and rank the performance of companies. It is more important to choose the appropriate solution tool than to solve a problem. Therefore, the frequent application of neutrosophic AHP and neutrosophic TOPSIS methods in the literature in different fields and the suitability of the solution steps to the existing problem structure have been effective in the selection of these methods. It was determined that these methods have been used in different stock selections in the past, but a study using neutrosophic sets has not been conducted. Unlike previously used sets, uncertainty has been included in the criteria here, and uncertainty has been addressed in the decisions to be made.

The stock market can be influenced by many different factors and has a highly complex structure. Growth data, inflation rates, unemployment rates, political instability, wars, natural disasters, company performance, and profitability can deeply affect stock markets. Particularly, geopolitical tensions related to energy resources and developments in international markets can increase uncertainties in the stock market. The significant impact of these uncertainties on stock markets makes the purpose of this study highly important.

### Literature Review

A literature review was conducted on studies utilizing decision-making methods involving neutrosophic sets and decision-making methods related to the stock market.

According to Karataş (2019), the selection of personnel by companies is also a decision-making problem. It is anticipated that personnel selection, due to its inclusion of personal judgments and subjectivity, may lead to serious risks in outcomes. Therefore, for the personnel selection process, AHP and TOPSIS methods from multi-criteria decision-making (MCDM) methods were used, and at the same time, the aim was to solve the problem using interval-valued neutrosophic sets to achieve more effective handling of uncertain situations.

According to Boltürk (2019), decision-making methods were employed in the selection of renewable energy using interval-valued neutrosophic AHP and cosine similarity method, and the results were compared after two applications. In the application, both cost and benefit criteria were utilized.

According to Özcan (2020), one of the most important problems for logistics companies is selecting a warehouse location. In order to make this selection, some alternatives from Arab Gulf countries were identified, and the most suitable warehouse location was chosen using the Interval Valued Neutrosophic method, a multi-criteria decision-making (MCDM) method.

According to Erdem (2021), in the telecommunications sector, analyses of the criteria causing customer churn were conducted using an integrated model of single-valued neutrosophic sets and multi-criteria decision-making (MCDM) methods. Criteria were evaluated, and the most important criterion was identified in this assessment, determining it to be the most significant factor contributing to customer churn.

According to Kurtul (2021), the ratio analysis method was used for performance measurement on manufacturing sector companies listed on the Borsa Istanbul (BIST), while multi-criteria decision-making (MCDM) methods were employed for comparison and evaluation. The aim was to determine the best alternative using MCDM methods and to rank the alternatives.

According to Şahin (2023), various sector indices belonging to the Borsa Istanbul (BIST) and some criteria of these sectors were considered. Rankings were made from the sector with the highest importance degree to the one with the lowest. It was noted that investors could use multi-criteria decision-making (MCDM) methods when making sector selections based on these importance degrees. An application regarding this matter was also presented.

Upon reviewing the existing research, it is observed that decision-making problems often arise in situations where corporate decisions are involved, such as determining the location and staffing of companies or identifying criteria that lead to customer loss. Consequently, efforts have been made to assist firms in making the right decisions, yielding successful outcomes. However, in studies focusing on investment, Multi-Criteria Decision Making (MCDM) problems have been employed without leveraging the uncertainty provided by neutrosophic sets. This is where the significance of this study and its distinction from others become evident. The study aims not only to address the needs of companies or institutions but also to cater to individuals or legal entities interested in investing in the stock market. Furthermore, it considers verbal uncertainty in the decision-making process. As previous studies have shown, selecting stocks in the stock market is a decision-making problem. A review of the literature indicates that there has not been a decision-making problem that integrates neutrosophic sets with MCDM approaches. This study seeks to address this gap in the literature.

## **MATERIALS AND METHODS**

### **Neutrosophic Set Theory**

Neutrosophic set theory was introduced by Smarandache in 1995. One of the reasons for the emergence of neutrosophic set theory is the quest to deal with uncertainties and effectively model

complex problems. This theory aims to mathematically express situations involving uncertainty, particularly. Neutrosophic set theory extends the intuitive fuzzy set theory by considering situations where elements are partially members, in addition to being fully or not fully members. Neutrosophic set is a generalized form of fuzzy set and intuitionistic fuzzy set (Smarandache, 1998; Smarandache, 2004).

Neutrosophic set theory is defined through three independent functions, namely the truth, falsity, and indeterminacy functions, within the interval  $]0^-, 1^+[$  (Smarandache, 1998). For a neutrosophic set  $\tilde{A}$  derived from the universal set  $X$ ,  $T_{\tilde{A}}(x): X \rightarrow ]0^-, 1^+[$ ,  $I_{\tilde{A}}(x): X \rightarrow ]0^-, 1^+[$  and  $F_{\tilde{A}}(x): X \rightarrow ]0^-, 1^+[$  are the truth, indeterminacy, and falsity membership functions, respectively.  $T_{\tilde{A}}(x), I_{\tilde{A}}(x)$  ve  $F_{\tilde{A}}(x)$  functions are the real standard or non-standard subset of the non-standard  $]0^-, 1^+[$  interval, with no limitation on their sum (Smarandache, 1998; Can and Özgüven, 2017). Therefore,  $0^- \leq \inf T_{\tilde{A}} + \inf I_{\tilde{A}} + \inf F_{\tilde{A}} \leq \sup T_{\tilde{A}}(x) + \sup I_{\tilde{A}}(x) + \sup F_{\tilde{A}}(x) \leq 3^+$  holds (Smarandache, 1998). Single valued neutrosophic sets are a subset type of neutrosophic sets and were developed by (Wang et al. 2010) for the application of neutrosophic sets in real-life problems.

Let  $\tilde{A}$  be a single valued neutrosophic set derived from the universal set  $X$ . For the set  $\tilde{A}$ , let the functions be defined as follows:  $T_{\tilde{A}}(x): X \rightarrow [0,1]$ ,  $I_{\tilde{A}}(x): X \rightarrow [0,1]$  and  $F_{\tilde{A}}(x): X \rightarrow [0,1]$ :

It is considered that  $0 \leq T_{\tilde{A}}(x) + I_{\tilde{A}}(x) + F_{\tilde{A}}(x) \leq 3$  (Wang, vd., 2010; Can ve Özgüven, 2017).

$\tilde{A}_1 = (T_1(x), I_1(x), F_1(x))$  and  $\tilde{A}_2 = (T_2(x), I_2(x), F_2(x))$  The operations defined for two single valued neutrosophic sets are given below. (Smarandache, vd., 2016).

$\tilde{A}_1$  and  $\tilde{A}_2$  The sum of two neutrosophic sets

$$\tilde{A}_1 + \tilde{A}_2 = (T_1(x) + T_2(x) - T_1(x) \cdot T_2(x), I_1(x) \cdot I_2(x), F_1(x) \cdot F_2(x)),$$

$\tilde{A}_1$  and  $\tilde{A}_2$  The product of two neutrosophic sets;

$$\tilde{A}_1 * \tilde{A}_2 = (T_1(x) \cdot T_2(x), I_1(x) + I_2(x) - I_1(x) \cdot I_2(x), F_1(x) + F_2(x) - F_1(x) \cdot F_2(x)),$$

$\tilde{A}_1$  The multiplication of a neutrosophic set by a scalar  $k$

$$k * \tilde{A}_1 = (1 - (1 - T_1(x))^k, (I_1(x))^k, (F_1(x))^k), \quad k > 0,$$

$\tilde{A}_1$  The  $k$  th power of a neutrosophic set;

$$\tilde{A}_1^k = ((T_1(x))^k, 1 - (1 - I_1(x))^k, 1 - (1 - F_1(x))^k), \quad k > 0,$$

$\tilde{A}_1$  The complement of a neutrosophic set;

$$\tilde{A}_1^c = \{(T_1(x))^c, (I_1(x))^c, (F_1(x))^c\},$$

$\tilde{A}_1$  and  $\tilde{A}_2$  The union of two neutrosophic sets;

$$\tilde{A}_1 \cup \tilde{A}_2 = \{x, T_{\tilde{A}_1 \cup \tilde{A}_2}(x), I_{\tilde{A}_1 \cup \tilde{A}_2}(x), F_{\tilde{A}_1 \cup \tilde{A}_2}(x) : x \in X\}.$$

Here  $T_{\tilde{A}_1 \cup \tilde{A}_2}(x) = \max\{T_{\tilde{A}_1}(x), T_{\tilde{A}_2}(x)\}$ ,  $I_{\tilde{A}_1 \cup \tilde{A}_2}(x) = \min\{I_{\tilde{A}_1}(x), I_{\tilde{A}_2}(x)\}$ ,  $F_{\tilde{A}_1 \cup \tilde{A}_2}(x) = \min\{F_{\tilde{A}_1}(x), F_{\tilde{A}_2}(x)\}$ .

$\tilde{A}_1$  and  $\tilde{A}_2$  The intersection of two neutrosophic sets;

$$\tilde{A}_1 \cap \tilde{A}_2 = \{x, T_{\tilde{A}_1 \cap \tilde{A}_2}(x), I_{\tilde{A}_1 \cap \tilde{A}_2}(x), F_{\tilde{A}_1 \cap \tilde{A}_2}(x) : x \in X\},$$

It is defined as follows.

Here  $T_{\tilde{A}_1 \cap \tilde{A}_2}(x) = \min\{T_{\tilde{A}_1}(x), T_{\tilde{A}_2}(x)\}$ ,  $I_{\tilde{A}_1 \cap \tilde{A}_2}(x) = \max\{I_{\tilde{A}_1}(x), I_{\tilde{A}_2}(x)\}$ ,  $F_{\tilde{A}_1 \cap \tilde{A}_2}(x) = \max\{F_{\tilde{A}_1}(x), F_{\tilde{A}_2}(x)\}$ .

### Neutrosophic AHP Method

The Analytic Hierarchy Process (AHP) method, one of the multi-criteria decision-making (MCDM) methods, was developed by Saaty (1980). Neutrosophic AHP aims to obtain more realistic

results by addressing uncertainty in complex decision-making processes and taking into account participants' subjective responses to uncertainty. This method involves evaluating the relationships between a series of criteria and sub-criteria and attempts to determine the preference ranking using neutrosophic evaluations provided by participants. The goal of Neutrosophic AHP is to manage uncertainty and subjective evaluations better to make more robust and informative decisions. In the AHP method, pairwise comparison matrices are used to determine the importance weights of the identified criteria and sub-criteria. A scale from 1 (equally important) to 9 (absolutely important) is used in the pairwise comparison matrix. In Neutrosophic AHP theory, neutrosophic set theory is integrated into the AHP method. The data for the pairwise comparison matrix are determined using the neutrosophic score scale proposed by Radwan et al. (2016). The neutrosophic scale is shown in Table 1.

**Table 1.** Verbal variables and neutrosophic importance scale

| Verbal Importance            | (T,I,F) for Neutrosophic Scale | (T,I,F) for Neutrosophic Correspondence Scale |
|------------------------------|--------------------------------|---|
| Equally important (E)        | (0.50 0.50 0.50)               | (0.50 0.50 0.50)                              |
| Intermediate value (EO)      | (0.55 0.40 0.45)               | (0.45 0.60 0.55)                              |
| Moderately important (O)     | (0.60 0.35 0.40)               | (0.40 0.65 0.60)                              |
| Intermediate value (OK)      | (0.65 0.30 0.35)               | (0.35 0.70 0.65)                              |
| Strongly important (K)       | (0.70 0.30 0.30)               | (0.30 0.70 0.70)                              |
| Intermediate value (KCK)     | (0.75 0.25 0.25)               | (0.25 0.75 0.75)                              |
| Very Strongly important (CK) | (0.80 0.25 0.20)               | (0.20 0.75 0.80)                              |
| Intermediate value (CKKe)    | (0.85 0.20 0.15)               | (0.15 0.80 0.85)                              |
| Definitely important (Ke)    | (0.90 0.10 0.10)               | (0.10 0.90 0.90)                              |

Source: Radwan, vd.,2016

The calculation steps of Neutrosophic AHP are shown below. The steps of the neutrosophic AHP method used in the study are taken from the article (Toptancı, Ş., et al., 2018).

Step 1: A pairwise comparison matrix among the identified criteria is formed by decision-makers using the relevant neutrosophic scores based on the verbal opinions in Table 1. Equation 1 provides the neutrosophic pairwise comparison matrix.

$$\tilde{A}_{NKM} = [\tilde{A}_{ij}]_{n \times n} \quad (1)$$

(NKM: Neutrosophic Decision Matrix)

In Equation (1), assuming there are n criteria,  $\tilde{A}_{ij}$  i. represents the weight of criterion i in the j. th column. Here, when  $i = j$ , indicating the weight of the same criterion itself, it takes the value  $\tilde{A}_{ij} = (0.50, 0.50, 0.50)$  since the weight is equal.

Step 2: In cases where there are multiple decision-makers, the evaluation results of all decision-makers are combined using the geometric mean to assess without information loss. This process can be calculated using Equation 2 below.

$$\widetilde{k}_{ijNKM} = (\hat{k}_{ij}^1 * \hat{k}_{ij}^2 * \hat{k}_{ij}^3 * \dots * \hat{k}_{ij}^m)^{1/n} = (T_{ij}, I_{ij}, F_{ij}) \quad (k: \text{Decision makers}) \quad (2)$$

Step 3: To verify the consistency of the neutrosophic decision matrix resulting from the combination of decision-makers' evaluations, consistent preference relations are calculated using the method developed by Xu and Liao (2014) and further enhanced by (Radwan et al. 2016). In this study, the method proposed by Radwan and colleagues (2016) was employed to establish a consistent pairwise comparison matrix based on the values of the pairwise comparison matrix. The Consistency Ratio (C.R.) is calculated using the equation provided in Equation 3. For the comparison matrix to be consistent, the consistency ratio should be less than 0.10.



$$C.R. = \frac{1}{2(n-1)(n-2)} \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n (|T'_{ij} - T_{ij}| + |I'_{ij} - I_{ij}| + |F'_{ij} - F_{ij}|) \quad (3)$$

Step 4: After checking the consistency of the comparison matrix, the totals of each column are calculated. Then, the weights of the criteria within the column are calculated by dividing each element of the matrix by the total in its respective column using the following equation 4.

$$\widetilde{c}_{IJNA} = \frac{(T,I,F)}{\sum_j^n (T,I,F)} \quad (NA: \text{Neutrosophic Weights}) \quad (4)$$

Step 5: In this step, the neutrosophic criterion weights are calculated by taking the averages of each row using the following equation (5).

$$\widetilde{w}_{JNA} = \frac{\sum_{j=1}^n \widetilde{c}_{IJNA}}{n} \quad (JNA: \text{Neutrosophic Weights of Criteria}) \quad (5)$$

### Neutrosophic TOPSIS Method

The TOPSIS (Technique for Order of Preference by Similarity to Ideal Solution) method was developed by Hwang and Yoon in 1981 to solve multi-criteria decision-making (MCDM) problems. This method is used to select the best alternative among alternatives. To determine the best alternative, it identifies the most suitable alternative that is closest to the positive ideal solution and furthest from the negative ideal solution.

The initiation of combining neutrosophic set theory with the TOPSIS (Technique for Order of Preference by Similarity to Ideal Solution) method aims to transform evaluative assessments made by decision-makers using verbal expressions into neutrosophic scores, as illustrated in Table 2 below.

**Table 2.** Verbal expressions used for evaluating alternatives and corresponding neutrosophic scores

| Verbal expressions  | (T, I, F) for Neutrosophic scale |
|---------------------|----------------------------------|
| Extremely weak (AZ) | (0.10 0.90 0.90)                 |
| Too weak (CZ)       | (0.20 0.85 0.80)                 |
| Weak (Z)            | (0.30 0.75 0.70)                 |
| Below middle (OA)   | (0.40 0.65 0.60)                 |
| Middle (O)          | (0.50 0.50 0.50)                 |
| Above middle (OU)   | (0.60 0.35 0.40)                 |
| Good (I)            | (0.70 0.25 0.30)                 |
| Very good (CI)      | (0.80 0.15 0.20)                 |
| Extremely good (AI) | (0.90 0.10 0.10)                 |

Source: Şahin ve Yiğider, 2014

The steps of the Single-Valued Neutrosophic TOPSIS method for n alternatives (candidates) and m criteria can be summarized as follows (Şahin and Yiğider, 2014; Biswas et al., 2016).

Step 1: In the first step, a neutrosophic decision matrix is created for decision-makers.

Step 2: In the case of multiple decision-makers, the geometric mean of the neutrosophic score values provided by the decision-makers for the relevant alternative (candidate-criterion) comparison is taken to obtain the aggregated neutrosophic decision matrix.

Step 3: Using the criteria weights obtained from Neutrosophic AHP, a weighted aggregated decision matrix is created.

Step 4: To indicate the J1 beneficial criteria and J2 non-beneficial criteria, create the neutrosophic positive ideal (NPI) and neutrosophic negative ideal (NNI) solutions.

Step 5: The distance between the positive ideal solution and the negative ideal solution with alternatives is calculated using the vertex formula method for the distance between two triangular fuzzy numbers.

Step 6: Calculate the closeness coefficients (CC<sub>i</sub>) for each alternative.

$$CC_i = \frac{s_i^-}{s_i^+ + s_i^-} \quad (\text{Distance to the negative ideal solution}) \quad 0 \leq CC_i \leq 1 \quad (6)$$

Step 7: Ranking of alternatives is performed based on the calculated distance coefficients.

### Application

In this study, the aim is to rank some of the real estate companies traded on the Borsa Istanbul (BIST) based on their past financial performances for investment suitability under optimal conditions. Following discussions with stock market investment experts, it was asked which financial ratios are important for real estate companies and why they are important. They were also asked to rank these ratios in order of importance. Six ratios that were commonly identified as important were selected as the criteria for the problem. A summary of the analyses conducted by experts for these selected criteria is as follows: A high current ratio shows a company can cover short-term liabilities, indicating financial stability, while a low ratio may signal liquidity risk. The price-to-earnings ratio helps determine if a stock is overvalued or undervalued and can reflect growth expectations. The market value-to-book value ratio assesses asset valuation. The net profit margin measures profitability and cost management efficiency. The return on equity indicates efficient use of equity and profitability, while the return on assets measures the effectiveness of asset utilization. These criteria are essential for comprehensive financial analysis, and hence were chosen by stock market experts. Additionally, experts were asked to select the importance ratios provided in Table 1 for the prioritization of these criteria. As a result of these discussions, 6 criteria were identified, namely Current Ratio, Price/Earnings Ratio, Market Value/Book Value, Net Profit Margin, Return on Equity, and Return on Assets. These identified criteria are presented in Table 3.

**Table 3.** Criteria determining financial conditions for real estate companies

| Cod     | Criteria                |
|---------|-------------------------|
| (CO)    | Current rate            |
| (F/K)   | Price/Earnings          |
| (PD/DD) | Market value/Book value |
| (NK)    | Net profit margin       |
| (ÖK)    | Return on equity        |
| (AK)    | Return on assets        |

After the criteria were determined, the verbal expressions provided by the decision-makers for the criteria are given in Table 4.

**Table 4.** Verbal expressions provided by decision-makers for criteria

| Criteria | Decider 1 (KV1) | Decider 2 (KV2) | Decider 3 (KV3) |
|----------|-----------------|-----------------|-----------------|
| (CO)     | K               | OK              | O               |
| (F/K)    | KCK             | CK              | CK              |
| (PD/DD)  | KCK             | O               | K               |
| (NK)     | E               | EO              | EO              |
| (ÖK)     | Ke              | CKKe            | Ke              |

To convert the ratios determined by decision-makers using verbal expressions into neutrosophic scores, the neutrosophic importance scale of the verbal variables provided in Table 1 was used. The neutrosophic values corresponding to the verbal expression are presented in Table 5.

**Ranking The Performance Of Real Estate Companies Listed On Borsa Istanbul Using Neutrosophic AHP And TOPSIS Methods**

**Table 5.** Neutrosophic scores of the criteria

| Criteria | Decider 1 (KV1)  | Decider 2 (KV2)  | Decider 3 (KV3)  |
|----------|------------------|------------------|------------------|
| (CO)     | (0.70 0.30 0.30) | (0.60 0.35 0.40) | (0.60 0.35 0.40) |
| (F/K)    | (0.75 0.25 0.25) | (0.80 0.25 0.20) | (0.80 0.25 0.20) |
| (PD/DD)  | (0.75 0.25 0.25) | (0.60 0.35 0.40) | (0.70 0.30 0.30) |
| (NK)     | (0.50 0.50 0.50) | (0.55 0.40 0.45) | (0.55 0.40 0.45) |
| (ÖK)     | (0.90 0.10 0.10) | (0.85 0.20 0.15) | (0.90 0.10 0.10) |
| (AK)     | (0.60 0.35 0.40) | (0.60 0.35 0.40) | (0.65 0.30 0.35) |

In the conducted study, the evaluation scores of 3 decision-makers were combined using the geometric mean, and they are presented in Table 6 below.

**Table 6.** Combined neutrosophic scores of the criteria

| Criteria | Aggregated neutrosophic scores |
|----------|--------------------------------|
| (CO)     | (0.63 0.33 0.36)               |
| (F/K)    | (0.78 0.25 0.21)               |
| (PD/DD)  | (0.68 0.29 0.31)               |
| (NK)     | (0.53 0.43 0.46)               |
| (ÖK)     | (0.88 0.12 0.11)               |
| (AK)     | (0.61 0.33 0.38)               |

Decision-makers determined which criterion is more important than another criterion based on the neutrosophic scores, and a pairwise comparison matrix was created. The matrix is presented in Table 7.

**Table 7.** Pairwise comparison matrix

| Criteria | (CO)           | (F/K)          | (PD/DD)        | (NK)           | (ÖK)           | (AK)           |
|----------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| (CO)     | 0.50 0.50 0.50 | 0.30 0.70 0.70 | 0.40 0.65 0.60 | 0.75 0.25 0.25 | 0.25 0.75 0.75 | 0.55 0.40 0.45 |
| (F/K)    | 0.70 0.30 0.30 | 0.50 0.50 0.50 | 0.60 0.35 0.40 | 0.85 0.20 0.15 | 0.25 0.75 0.75 | 0.55 0.40 0.45 |
| (PD/DD)  | 0.60 0.35 0.40 | 0.40 0.65 0.60 | 0.50 0.50 0.50 | 0.80 0.25 0.20 | 0.25 0.75 0.75 | 0.60 0.35 0.40 |
| (NK)     | 0.25 0.75 0.75 | 0.15 0.80 0.85 | 0.20 0.75 0.80 | 0.50 0.50 0.50 | 0.10 0.90 0.90 | 0.15 0.80 0.85 |
| (ÖK)     | 0.75 0.25 0.25 | 0.75 0.25 0.25 | 0.75 0.25 0.25 | 0.90 0.10 0.10 | 0.50 0.50 0.50 | 0.85 0.20 0.15 |
| (AK)     | 0.45 0.60 0.55 | 0.45 0.60 0.55 | 0.40 0.65 0.60 | 0.85 0.20 0.15 | 0.15 0.80 0.85 | 0.50 0.50 0.50 |

The consistency ratio (C.R.) of the pairwise comparison matrix for the criteria has been calculated as 0.05. Since the consistency ratio is less than 0.10, the pairwise comparison matrix is consistent. Therefore, the estimated weight values for the criteria by decision-makers are considered acceptable. In the next step, the columns of the pairwise comparison matrix are summed up, and the total is presented in Table 8.

**Table 8.** Sum of columns of the pairwise comparison matrix

| Criteria | (CO)           | (F/K)          | (PD/DD)        | (NK)           | (ÖK)           | (AK)           |
|----------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| (CO)     | 0.50 0.50 0.50 | 0.30 0.70 0.70 | 0.40 0.65 0.60 | 0.75 0.25 0.25 | 0.25 0.75 0.75 | 0.55 0.40 0.45 |
| (F/K)    | 0.70 0.30 0.30 | 0.50 0.50 0.50 | 0.60 0.35 0.40 | 0.85 0.20 0.15 | 0.25 0.75 0.75 | 0.55 0.40 0.45 |
| (PD/DD)  | 0.60 0.35 0.40 | 0.40 0.65 0.60 | 0.50 0.50 0.50 | 0.80 0.25 0.20 | 0.25 0.75 0.75 | 0.60 0.35 0.40 |
| (NK)     | 0.25 0.75 0.75 | 0.15 0.80 0.85 | 0.20 0.75 0.80 | 0.50 0.50 0.50 | 0.10 0.90 0.90 | 0.15 0.80 0.85 |
| (ÖK)     | 0.75 0.25 0.25 | 0.75 0.25 0.25 | 0.75 0.25 0.25 | 0.90 0.10 0.10 | 0.50 0.50 0.50 | 0.85 0.20 0.15 |
| (AK)     | 0.45 0.60 0.55 | 0.45 0.60 0.55 | 0.40 0.65 0.60 | 0.85 0.20 0.15 | 0.15 0.80 0.85 | 0.50 0.50 0.50 |
| Total    | 3.25 2.75 2.75 | 2.55 3.50 3.45 | 2.85 3.15 3.15 | 4.65 1.50 1.35 | 1.50 4.45 4.50 | 3.20 2.65 2.80 |

To determine the weight of each criterion relative to the other criteria in the same column, a normalized matrix was created by dividing each value in the column by the sum of the column's values. This normalized matrix is presented in Table 9.

**Ranking The Performance Of Real Estate Companies Listed On Borsa Istanbul Using Neutrosophic AHP And TOPSIS Methods**

**Table 9.** Normalized matrix

| Criteria | (CO) |      |      | (F/K) |      |      | (PD/DD) |      |      | (NK) |      |      | (ÖK) |      |      | (AK) |      |      |
|----------|------|------|------|-------|------|------|---------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
|          | T    | I    | F    | T     | I    | F    | T       | I    | F    | T    | I    | F    | T    | I    | F    | T    | I    | F    |
| (CO)     | 0.15 | 0.18 | 0.18 | 0.11  | 0.20 | 0.20 | 0.14    | 0.20 | 0.19 | 0.16 | 0.16 | 0.18 | 0.16 | 0.16 | 0.16 | 0.17 | 0.15 | 0.16 |
| (F/K)    | 0.21 | 0.10 | 0.10 | 0.19  | 0.14 | 0.14 | 0.21    | 0.11 | 0.12 | 0.18 | 0.13 | 0.11 | 0.16 | 0.16 | 0.16 | 0.17 | 0.15 | 0.16 |
| (PD/DD)  | 0.18 | 0.12 | 0.14 | 0.15  | 0.18 | 0.17 | 0.17    | 0.15 | 0.15 | 0.17 | 0.16 | 0.14 | 0.16 | 0.16 | 0.16 | 0.18 | 0.13 | 0.14 |
| (NK)     | 0.07 | 0.27 | 0.27 | 0.05  | 0.22 | 0.24 | 0.07    | 0.23 | 0.25 | 0.10 | 0.33 | 0.37 | 0.06 | 0.20 | 0.20 | 0.04 | 0.30 | 0.30 |
| (ÖK)     | 0.23 | 0.09 | 0.09 | 0.29  | 0.07 | 0.07 | 0.26    | 0.07 | 0.07 | 0.19 | 0.06 | 0.07 | 0.33 | 0.11 | 0.11 | 0.26 | 0.07 | 0.05 |
| (AK)     | 0.13 | 0.21 | 0.20 | 0.17  | 0.17 | 0.15 | 0.14    | 0.20 | 0.19 | 0.18 | 0.13 | 0.11 | 0.01 | 0.17 | 0.18 | 0.15 | 0.18 | 0.17 |

To transform the data in the matrix into a single parameter for determining the weights of the given criteria, the averages of the truth values, indeterminacy values, and falsity values of each criterion's rows in the normalized matrix are taken separately, and the normalized matrix is transformed into a single-valued matrix. The single-valued version of the normalized matrix is presented in Table 10.

**Table 10.** Single-valued transformation of the normalized matrix

| Criteria | T    | I    | F    |
|----------|------|------|------|
| (CO)     | 0.14 | 0.17 | 0.17 |
| (F/K)    | 0.18 | 0.13 | 0.13 |
| (PD/DD)  | 0.16 | 0.15 | 0.15 |
| (NK)     | 0.06 | 0.25 | 0.27 |
| (ÖK)     | 0.26 | 0.07 | 0.07 |
| (AK)     | 0.13 | 0.17 | 0.16 |

The final step of the Neutrosophic AHP method involves converting the criterion weights from their neutrosophic state to a single-valued form. This conversion process is performed according to the formula below.

$$A_K(x) = \left( 1 - \sqrt{\frac{\{(1-T_N(x)^2)+I_N(x)^2+F_N(x)^2\}}{3}} \right) \quad (7)$$

According to the transformation, the weights of the criteria are shown in Table 11.

**Table 11.** Criterion weights

|       |        |
|-------|--------|
| CO    | 0.4844 |
| F/K   | 0.5148 |
| PD/DD | 0.4998 |
| NK    | 0.4171 |
| ÖK    | 0.5689 |
| AK    | 0.4799 |

According to the results obtained in Table 11, the highest value is identified as ÖK. Following this, the values are ranked as PD/DD, F/K, CO, AK, and NK, respectively. Therefore, the most important criterion among the given criteria emerges as equity. Based on these results, when examining the financial performance of companies for investment purposes, alternatives can be evaluated according to the importance ranking mentioned above. In the next stage, when applying the neutrosophic TOPSIS method, we will use these results to find the best alternative.

After calculating the weights of the criteria, the final stage of the application will involve ranking the designated companies. In this process, the neutrosophic TOPSIS method has been utilized. At this stage, a separate evaluation form has been prepared for stock market experts to assess the companies based on the criteria. The verbal expressions provided by the experts for the companies are given in Table 12 below.

**Ranking The Performance Of Real Estate Companies Listed On Borsa Istanbul Using Neutrosophic AHP And TOPSIS Methods**

**Table 12.** Verbal evaluations of decision makers in comparing companies according to criteria

| Criteria | Alternatives |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |     |
|----------|--------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
|          | A1           |     |     | A2  |     |     | A3  |     |     | A4  |     |     |
|          | Kv1          | Kv2 | Kv3 | Kv1 | Kv2 | Kv3 | Kv1 | Kv2 | Kv3 | Kv1 | Kv2 | Kv3 |
| CO       | CZ           | Z   | CZ  | O   | OU  | OU  | CI  | CI  | AI  | AZ  | CZ  | Z   |
| F/K      | OA           | O   | O   | OU  | O   | OA  | OU  | I   | I   | O   | OA  | OA  |
| PD/DD    | O            | OA  | OA  | CI  | I   | CI  | CI  | CI  | CI  | CZ  | Z   | OA  |
| NK       | OA           | OA  | O   | OU  | OU  | O   | OU  | O   | OU  | O   | OU  | OU  |
| ÖK       | Z            | OA  | OA  | O   | OU  | OU  | I   | I   | CI  | OA  | O   | OA  |
| AK       | OU           | O   | OA  | OU  | OU  | O   | I   | OU  | O   | OU  | OU  | O   |

The verbal expressions given in Table 12 were first converted into neutrosophic scores. Subsequently, to avoid data loss, the decision makers' data was combined using the geometric mean, and the neutrosophic decision matrix was created as shown in Table 13 below.

**Table 13.** Combined neutrosophic decision matrix

| Criteria | Alternatives |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
|----------|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
|          | A1           |      |      | A2   |      |      | A3   |      |      | A4   |      |      |
|          | T            | I    | F    | T    | I    | F    | T    | I    | F    | T    | I    | F    |
| CO       | 0.22         | 0.81 | 0.76 | 0.56 | 0.39 | 0.43 | 0.83 | 0.13 | 0.12 | 0.18 | 0.83 | 0.79 |
| F/K      | 0.46         | 0.54 | 0.53 | 0.49 | 0.48 | 0.49 | 0.66 | 0.27 | 0.33 | 0.43 | 0.59 | 0.56 |
| PD/DD    | 0.43         | 0.59 | 0.56 | 0.76 | 0.17 | 0.22 | 0.80 | 0.15 | 0.20 | 0.28 | 0.74 | 0.69 |
| NK       | 0.43         | 0.59 | 0.56 | 0.56 | 0.39 | 0.43 | 0.53 | 0.44 | 0.46 | 0.56 | 0.39 | 0.43 |
| ÖK       | 0.36         | 0.68 | 0.63 | 0.56 | 0.39 | 0.43 | 0.73 | 0.21 | 0.26 | 0.43 | 0.59 | 0.56 |
| AK       | 0.49         | 0.48 | 0.49 | 0.56 | 0.39 | 0.43 | 0.59 | 0.35 | 0.39 | 0.56 | 0.39 | 0.43 |

The difference between the TOPSIS and AHP methods arises during the creation of the decision matrix. In the AHP method, pairwise comparison matrices are formed among the criteria, whereas the TOPSIS method involves scoring and assigning values.

In the next step, to determine the importance weights of companies according to the criteria, the criterion weights calculated in the neutrosophic AHP method are used to create the weighted normalized matrix by multiplying each relevant element of the decision matrix. The weighted normalized matrix is shown in the table below as Table 14.

**Table 14.** Weighted normalized matrix

|           | CO   |      |      | F/K  |      |      | PD/DD |      |      | NK   |      |      | ÖK   |      |      | AK   |      |      |
|-----------|------|------|------|------|------|------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
|           | T    | I    | F    | T    | I    | F    | T     | I    | F    | T    | I    | F    | T    | I    | F    | T    | I    | F    |
| <b>A1</b> | 0.10 | 0.39 | 0.36 | 0.23 | 0.27 | 0.27 | 0.2   | 0.29 | 0.27 | 0.17 | 0.24 | 0.23 | 0.20 | 0.38 | 0.35 | 0.23 | 0.23 | 0.23 |
| <b>A2</b> | 0.27 | 0.18 | 0.20 | 0.25 | 0.24 | 0.25 | 0.37  | 0.08 | 0.10 | 0.23 | 0.16 | 0.17 | 0.31 | 0.22 | 0.24 | 0.26 | 0.18 | 0.20 |
| <b>A3</b> | 0.40 | 0.06 | 0.05 | 0.33 | 0.13 | 0.16 | 0.39  | 0.07 | 0.09 | 0.22 | 0.18 | 0.19 | 0.41 | 0.11 | 0.14 | 0.28 | 0.16 | 0.18 |
| <b>A4</b> | 0.08 | 0.40 | 0.38 | 0.22 | 0.30 | 0.28 | 0.13  | 0.36 | 0.34 | 0.23 | 0.16 | 0.17 | 0.24 | 0.33 | 0.31 | 0.26 | 0.18 | 0.20 |

The aim was to identify the alternative closest to the positive ideal solution among alternatives in order to determine how close other alternatives are to this ideal by finding their degrees of proximity. In the negative ideal solution, the aim is to identify the alternative furthest from the ideal and determine how distant other alternatives are from this ideal. The alternative closest to the positive ideal solution is considered the best alternative, whereas the alternative closest to the negative ideal solution is considered the least preferred. Similarly, the alternative furthest from the positive ideal solution is considered the least preferred, while the alternative furthest from the negative ideal solution is identified as the best alternative.

In the TOPSIS method, similar to investors having both profit and risk, there are positive ideal and negative ideal. The best alternatives or decisions are those closest to the positive ideal and furthest from the negative ideal. The best investments are those that provide the highest profit while avoiding the

most risk (Lai, et al., 1994). To determine the positive ideal solution and negative ideal solution, we can select the best values for each attribute from all alternatives. When making this selection, we choose the values for the virtual positive ideal solution by selecting the highest  $T$  value with the lowest  $I$  and  $F$  values for each criterion. Similarly, for the virtual negative solution, we select the values with the lowest  $T$  value and the highest  $I$  and  $F$  values. This selection is made according to the formula below.

$$y_i^+ = ([\max_i T_{ij}], [\min_i I_{ij}], [\min_i F_{ij}]) \quad (8)$$

$$y_i^- = ([\min_i T_{ij}], [\max_i I_{ij}], [\max_i F_{ij}]) \quad (9)$$

The positive ideal and negative ideal values obtained as a result of selections made among alternatives are provided below.

$$y_i^+ = \{ \langle 0.40 \ 0.06 \ 0.05 \rangle, \langle 0.33 \ 0.13 \ 0.16 \rangle, \langle 0.39 \ 0.07 \ 0.09 \rangle, \langle 0.23 \ 0.16 \ 0.17 \rangle, \langle 0.41 \ 0.11 \ 0.14 \rangle, \langle 0.28 \ 0.16 \ 0.18 \rangle \}$$

$$y_i^- = \{ \langle 0.08 \ 0.40 \ 0.38 \rangle, \langle 0.22 \ 0.30 \ 0.28 \rangle, \langle 0.13 \ 0.36 \ 0.34 \rangle, \langle 0.17 \ 0.24 \ 0.23 \rangle, \langle 0.20 \ 0.38 \ 0.35 \rangle, \langle 0.23 \ 0.23 \ 0.23 \rangle \}$$

**Table 15.** Positive ideal and negative ideal values

| Criteria | Neutrosophic positive ideal values   | Neutrosophic negative ideal values   |
|----------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| CO       | $\langle 0.40 \ 0.06 \ 0.05 \rangle$ | $\langle 0.08 \ 0.40 \ 0.38 \rangle$ |
| F/K      | $\langle 0.33 \ 0.13 \ 0.16 \rangle$ | $\langle 0.22 \ 0.30 \ 0.28 \rangle$ |
| PD/DD    | $\langle 0.39 \ 0.07 \ 0.09 \rangle$ | $\langle 0.13 \ 0.36 \ 0.34 \rangle$ |
| NK       | $\langle 0.23 \ 0.16 \ 0.17 \rangle$ | $\langle 0.17 \ 0.24 \ 0.23 \rangle$ |
| ÖK       | $\langle 0.41 \ 0.11 \ 0.14 \rangle$ | $\langle 0.20 \ 0.38 \ 0.35 \rangle$ |
| AK       | $\langle 0.28 \ 0.16 \ 0.18 \rangle$ | $\langle 0.23 \ 0.23 \ 0.23 \rangle$ |

The distance between alternatives and the positive ideal solution and negative ideal solution can be calculated using the vertex formula method between two triangular fuzzy numbers (Chen, 2003:3). This formula is provided below.

$$d_i^+ = \sum_{j=1}^n d(y_{ij}, y_j^+) \quad d_i^- = \sum_{j=1}^n d(y_{ij}, y_j^-) \quad (i = 1, 2, \dots, m) \quad (10)$$

$$d_v(\tilde{m}, \tilde{n}) = \sqrt{\frac{1}{3} [(a_1 - b_1)^2 + (a_2 - b_2)^2 + (a_3 - b_3)^2]} \quad (v: \text{vertex}) \quad (11)$$

According to the formula above, the distances of alternatives to positive ideal and negative ideal, and their relative distance values are as follows.

**Table 16.**  $d_i^+$ ,  $d_i^-$  and  $RCC_i$  values

|                 | $A_1$ | $A_2$ | $A_3$ | $A_4$ |
|-----------------|-------|-------|-------|-------|
| $d_i^+$         | 1.585 | 0.574 | 0.047 | 1.120 |
| $d_i^-$         | 0.109 | 0.754 | 1.077 | 0.104 |
| $d_i^+ + d_i^-$ | 1.694 | 1.328 | 1.124 | 1.224 |
| $RCC_i$         | 0.064 | 0.565 | 0.958 | 0.084 |

For ranking alternatives based on proximity coefficients is the final step of the neutrosophic TOPSIS method. Relative closeness coefficients can be calculated using the formula below:

$$RCC = \frac{d_i^-}{d_i^+ + d_i^-} \quad (i = 1, 2, \dots, m) \quad (12)$$

(RCC: Relative Closeness Coefficient)

The relative closeness coefficient has been calculated using the formula above and is indicated below. Since in this study the proximity coefficients to the negative ideal are calculated, the alternative

farthest from the negative ideal will be the best alternative. Therefore, the larger the relative closeness coefficient, the alternative's

$$RCC_1=0.064, \quad RCC_2=0.565 \quad RCC_3=0.958 \quad RCC_4=0.084$$

As seen from the results, the alternative farthest from the negative ideal solution is A3. According to the relative closeness coefficients, the ranking of alternatives based on their financial conditions can be determined. In this case, if we rank the alternatives, it will be as follows:

$$A_3 > A_2 > A_4 > A_1$$

According to this ranking, the company with the best historical financial ratios is identified as company A<sub>3</sub>. This company can be considered the most suitable for investment based on its financial performance.

To verify the consistency of the results, one can refer to the outcomes in Table 11, where the importance of criteria is determined using only the neutrosophic AHP method among the decision-making methods. In this table, it can be observed that the most important criteria are ranked as equity, price/earnings ratio, and market value/book value ratio, among others. It is not a coincidence that the companies with the best values in these criteria are also ranked as the best alternatives. In the next step, when selecting among the alternatives using the neutrosophic TOPSIS method, the companies with the highest criterion weights also rank highest in terms of investment suitability. This suggests that using these two different decision-making methods in an integrated manner yields results similar to using them separately. However, there may be cases where using the neutrosophic AHP and neutrosophic TOPSIS methods separately yields different results, particularly when decision-makers use high degrees of uncertainty in their verbal expressions.

## RESULTS AND DISCUSSION

Investors must make decisions regarding the extent to which a company's financial performance is good for investment in the stock market. However, making this decision is not easy due to the presence of uncertainties. The neutrosophic sets used in the study provide clear and numerical values to cope with these uncertainties. One crucial point to note is that the stock market is rapidly influenced by various factors such as wars, pandemics, current news, etc. The decision-making problem in this study serves as an important source of data to make optimal decisions about a company's future based on past financial values. The findings openly present the situation of financial companies based on past criteria and their investments for the future. It was observed that the company with the highest weight criterion and the best situation according to this criterion could be the most suitable for investment, which perfectly corresponds to the results obtained, indicating that the problem was correctly solved optimally in the study. Studies in the literature have also examined the situations of companies in the stock market, and similar rankings to those in this study have been made. The most important aspect that distinguishes this study from others is the integration of the methods used in the study with neutrosophic sets. These methods provide the opportunity to make choices under uncertainty, allowing decision-makers to make more flexible decisions. While decision-makers used verbal expressions for criteria, they also had the opportunity to use verbal expressions for uncertainty functions by considering factors other than financial data.

To transparently explain the application part of the study and ensure it can be replicated, we can proceed as follows. First, certified stock market experts specializing in the economy should be selected as decision-makers. While an individual can act as the decision-maker, using experts ensures consistency in the decisions made. The individual must choose the sector they wish to invest in (in this study, the

real estate sector was chosen), and the stock market experts must identify the important criteria for this sector. The importance of these criteria for the sector should be verbally rated by the experts. The status of alternative companies within the selected sector should also be verbally rated by the experts based on these criteria. The aim here is to determine the status of each alternative according to each criterion. These assessments can then be converted into neutrosophic scores, as described in the methodology, and the necessary steps can be applied. This allows the decision-maker to rank alternatives within the selected sectors based on their status, aiding in solving different decision-making problems.

## CONCLUSION

One of the investment instruments today is to invest in publicly traded companies through initial public offerings (IPOs) and become a shareholder in those companies. To do this, it is important to choose the right sector and identify the company with the highest profit potential in order to increase profit margins in the future. If an investor can make their selection effectively, the likelihood of profiting from their investment increases.

The aim of this study is to select the right company in the stock market by considering companies' past financial conditions using Analytic Hierarchy Process (AHP) and Technique for Order of Preference by Similarity to Ideal Solution (TOPSIS) methods, and to make the most accurate decisions for future investments. The goal is to integrate the methods used for these processes with neutrosophic sets to make the most suitable company selection.

In this study, economists have identified the most important criteria according to their significance. The importance weights of these criteria have been calculated, and by selecting four companies from the same sector, their potentials have been determined based on these criteria. The selected four companies have been evaluated using neutrosophic Analytic Hierarchy Process (AHP) and Technique for Order of Preference by Similarity to Ideal Solution (TOPSIS) methods according to the established selection criteria for companies. As a result, the companies have been ranked, and the company with the potential to be the best investment vehicle has been selected.

The importance rankings obtained from the AHP and TOPSIS applications have been exactly the same. That is, the companies that received the highest and lowest scores in the performance evaluation rankings are the same companies with the highest and lowest importance rankings in both AHP and TOPSIS rankings. The conclusion to be drawn from this is that AHP and TOPSIS provide consistent results in determining importance rankings.

It has been observed in practice that AHP is a method that directly incorporates personal judgments, enables group decision-making, and takes into account the consistency of the evaluation results. Additionally, the simplicity of TOPSIS's content, the mathematical simplicity of the evaluation steps, and the ability to evaluate alternatives on different scales for each criterion constitute the positive aspects of this method. Moreover, integrating neutrosophic sets when using AHP and TOPSIS methods has enabled decision-makers to consider uncertainty situations more thoroughly and has facilitated finding a more detailed solution to this problem.

When ranking companies in the stock market, the importance of past performance is significant. Since there are many past financial data, evaluating all of them together in a systematic manner to determine which company has the best financial performance is not easy. With this study, however, selections can yield much more systematic and rapid results. Thus, verbal evaluations are quantified, and time and costs are efficiently utilized. However, there are always certain risks involved in investing in the stock market. Past performance is not a guarantee of future results. While methods help analyze



data and structure your decision-making process, it is important to be cautious when investing and consider market conditions, news, and other variables.

This study aims to minimize risks and make optimal decisions in a field filled with uncertainties. It is believed that this research will contribute to future studies on uncertainty and decision-making problems. For subsequent research, the sectors in which investments are made can be changed, criteria can be determined based on the selected sector, and efforts can be made to obtain consistent results by using neutrosophic sets in conjunction with different decision-making methods. While the Istanbul Stock Exchange was used as the investment vehicle in this study, the approach can be applied to other areas as well. For example, new research could be conducted to help investors minimize risks or make the most profitable decisions according to market conditions if they wish to invest in areas such as gold, real estate, foreign currency, deposit accounts, or land instead of the stock market. These alternatives and criteria can be expanded, and the sets used can be further developed. These suggestions are intended for future research.

## ACKNOWLEDGEMENTS

We extend our sincere gratitude to the esteemed professors who dedicated their time and expertise to the review process of this article.

## Conflict of Interest

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

## Author's Contributions

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

## REFERENCES

- Biswas, P., Pramanik S. & Giri, B.C., (2016). TOPSIS method for multi-attribute group decision-making under single- valued neutrosophic environment. *Neural Comput. Applic.*, 27, 727-737.
- Boltürk, E., (2019). *Sezgisel Bulanık ve Nötrosifik Kümelere Dayalı Karar Verme*, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü. 126.
- Can, M. & Özgüven, Ö.F. (2017). Nötrosifik Üyelik Fonksiyonlu Bulanık Mantık-PID (NBMD-PID) ve Geleneksel Bulanık Mantık-PID (BMD-PID) Denetleyicinin Gerçek Zamanlı Karşılaştırılması. *Çukurova Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 32(4), 135-146.
- Chen, C.T. (2000). Extensions of the TOPSIS for Group Decision-Making under Fuzzy Environment, *Fuzzy Sets and Systems*, 114, 1-9.
- Erdem, S., (2021). *Telekom Sektöründe Müşteri Kaybına Neden Olan Kriterlerin Nötrosifik Ahp Yöntemi ile Analizi*, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü. 100.
- Gibney, R. & Shang, J., (2007). Decision Making in Academia: A Case of the Dean Selection Process, *Mathematical and Computer Modelling*, 46: 1030-1040
- Hwang, C. L. & Yoon, K., Multiple Attribute Decision Making: Methods and Applications, *Springer-Verlag*, New York, USA, 1981.
- Karataş, Ç., (2019). *Aralık Değerli Nötrosifik Ahp ve Aralık Değerli Nötrosifik Topsis Yöntemleri İle Personel Seçimi*, Yüksek Lisans Tezi, Çankaya Üniversitesi, Sosyal Bilimler Enstitüsü. 83.
- Kurtul, B., (2021). *ÇKKV Yöntemleri ile Finansal Performans Analizi: Bist 100 Endeksinde Bir Uygulama*, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, Sosyal Bilimler Enstitüsü, İzmir. 80.
- Lai, Y. J., Liu, T. Y., Hwang, C. L. (1994). TOPSIS for MCDM, *European Journal of Operational Research*, 76, 486-500.

- Özcan, B., (2020). *Warehouse Location Selection For 3pl Cold Chain Suppliers In Gulf Countries Using Neutrosophic Fuzzy Edas*, Yüksek lisans tezi, Galatasaray University, Graduate School Of Science And Engineering. 114.
- Radwan, N. M., Senousy, M. B. & Riad, A. E. D. M., (2016). Neutrosophic AHP Multi Criteria Decision Making Method Applied on the Selection of Learning Management System. *International Journal of Advancements in Computing Technology*, 8, 95-105.
- Saaty, T., (1994). How to Make A Decision: The Analytic Hierarchy Process. *Interfaces*, Vol. 24(No. 6), s. 19-43.
- Smarandache, F., (1995). Neutrosophic Logic and Set, mss., <http://fs.gallup.unm.edu/neutrosophy.htm>, 1995.
- Smarandache, F., (1998). A unifying field in logics. Neutrosophy: Neutrosophic probability, set and logic: analytic synthesis & synthetic analysis, *American Research Press*, Rehoboth.
- Smarandache, F., (2004). A generalization of the intuitionistic fuzzy set. *International journal of Pure and Applied Mathematics*, 24, 287-297.
- Smarandache, F., (2016). Subtraction and Division of Neutrosophic Numbers. *Critical Review*, Creighton University, *The Society for Mathematics of Uncertainty (SMU)*, Vol. XIII, 103-110.
- Şahin, A., (2023). Portföy Çeşitlendirmesinde Sektör Seçimi: ÇKKV Yöntemleri ile Borsa İstanbul'da Bir Uygulama. *İzmir iktisat dergisi*, 38(3), 772-785.
- Şahin, R., Yiğider, M., (2014). A Multi-criteria neutrosophic group decision-making method based TOPSIS for supplier selection. *arXiv*, arXiv:1412.5077.
- Toptancı, Ş., Karamaşa, Ç., AYTEKİN, A. & Orakçı, E. (2018). *Nötrosofik AHP ve Nötrosofik TOPSIS Bütünleşik Modeli: Personel Seçiminde Bir Uygulama*. 19. Uluslararası Ekonometri, Yöneylem Araştırması ve İstatistik Sempozyumu.
- Wang, H., Smarandache, F., Zhang, Y. & Sunderraman, R. (2010). Single Valued Neutrosophic Sets. *Multispace & Multistructure*, (4), 410-413.
- Wang, H., Smarandache, F., Zhang, Y. Q., & Sunderraman, R. (2005). Single valued neutrosophic sets. In: *Proceedings of 10<sup>th</sup> 476 international conference on fuzzy theory and technology*, Salt Lake City, Utah.
- Wang, T. C. & Chang, T. H., (2007). *Application of TOPSIS In Evaluating Initial Training Aircraft Under a Fuzzy Environment*. *Expert Systems With Applications*, Vol. 33, s. 870-880.
- Xu, Z. & Liao, H., (2014). Intuitionistic Fuzzy Analytical Hierarchy Process. *IEEE Transactions on Fuzzy Systems*, 22(4), 749-761.

**To Cite:** Altındağ, Ö., Kara, M. & Aydoğdu, H. (2024). Estimation in  $\alpha$ -Series Processes with Exponential Inter-Arrival Times under Censored Data. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1280-1290.

### Estimation in $\alpha$ -Series Processes with Exponential Inter-Arrival Times under Censored Data

Ömer ALTINDAĞ<sup>1\*</sup>, Mahmut KARA<sup>2</sup>, Halil AYDOĞDU<sup>3</sup>

#### **Highlights:**

- Maximum likelihood estimation of model parameters under censored data
- Asymptotic properties of the estimators
- Efficiencies of the estimators

#### **Keywords:**

- $\alpha$ -series process
- Maximum likelihood method
- Exponential distribution
- Multi-sample
- Censored data

#### **ABSTRACT:**

The  $\alpha$ -series process is an important counting process commonly used to model data sets having monotonic trend. It is especially utilized in reliability analysis of deteriorating systems and warranty analysis of repairable systems. When a data set is compatible with the  $\alpha$ -series process, it is important to make inference for model parameters of the process. All the studies in the literature only consider single realization of the process which only has complete samples. However, multi-sample of the process may be observed. In this situation, the data set includes both complete and censored samples. In this study, estimation problem for an  $\alpha$ -series process under censored data is studied by assuming inter-arrival times of the process have exponential distribution and all samples are homogeneous. Maximum likelihood estimators of the model parameters are obtained and their asymptotic properties such as asymptotic normality and consistency are proved. Also, their small sample performances have been investigated by a simulation study.

<sup>1</sup> Ömer ALTINDAĞ ([Orcid ID: 0000-0002-7035-9612](https://orcid.org/0000-0002-7035-9612)), Bilecik Şeyh Edebali University, Faculty of Science, Department of Statistics and Computer Sciences, Bilecik, Türkiye

<sup>2</sup> Mahmut KARA ([Orcid ID: 0000-0001-7678-8824](https://orcid.org/0000-0001-7678-8824)), Van Yüzüncü Yıl University, Faculty of Economics and Administrative Sciences, Department of Econometrics, Van, Türkiye

<sup>3</sup> Halil Aydoğdu ([Orcid ID: 0000-0001-5337-5277](https://orcid.org/0000-0001-5337-5277)), Ankara University, Faculty of Science, Department of Statistics, Ankara, Türkiye

\*Corresponding Author: Ömer ALTINDAĞ, e-mail: omer.altindag@bilecik.edu.tr

## INTRODUCTION

Counting processes are basic examples of stochastic processes modeling the number of events randomly occurring in a specified period. One of the well-known counting processes is homogeneous Poisson process (HPP) in which the inter-arrival times of randomly occurred consecutive events are independent and identical exponentially distributed. For most data sets representing the inter-arrival times of certain events, the independency condition may hold but the exponential distribution assumption may be restrictive. So, it can be assumed that they have a general distribution. In such a case, the counting process turns out to a renewal process (RP) in which the inter-arrival times are independent and identically distributed with a general distribution function  $F$ . If  $F$  is chosen as exponential distribution, the RP reduces to an HPP. Therefore, the RP is a generalization of HPP. The RP has been widely used in the fields of applied probability such as reliability analysis, warranty analysis, risk analysis etc. since its introduction in the 1950s. For basics and recent applications of RP, see (Barlow and Proschan, 1996; Chukova and Hayakawa, 2004; Blischke and Murthy, 2011; Fleming and Harrington, 2013; Jiang, 2020; Altındağ and Aydoğdu, 2021). If a data set representing the inter-arrival times of consecutive events doesn't hold identically distributed feature, the non-homogenous Poisson process (NHPP), in which the inter-arrival times are neither independent nor identically distributed, may be used. The non-identical property of inter-arrival times of NHPP allows us to model data sets having trend properly. However, the dependency between inter-arrival times of consecutive events may result in some difficulties in modeling the data set. To overcome the difficulty of dependency, (Lam, 1988) introduced a monotonic counting process model in which the inter-arrival times are assumed to be independent but may be stochastically monotone rather than identically distributed. This monotonic counting process model proposed by (Lam, 1988) is called as geometric process (GP). The formal definition of GP is given below.

Let  $X_1, X_2, \dots$  be non-negative random variables representing the inter-arrival times of consecutive events, then the process  $\{X_k, k = 1, 2, \dots\}$  said to be a GP with trend parameter  $a > 0$ , if the random variables  $a^{k-1}X_k, k = 1, 2, \dots$  are independent and identically distributed with a general distribution function  $F$ . The GP reduces to RP when  $a = 1$ . Therefore, it may be considered as a generalization of RP allowing the inter-arrival times may not to be identically distributed. The GP is stochastically increasing when  $a < 1$  and, stochastically decreasing when  $a > 1$ . This feature allows the GP to model data sets having monotonic trend in time. The GP has been utilized for many fields of applied probability such as reliability analysis, warranty analysis, medicine applications etc. For a comprehensive consideration of GP and its recent applications, we refer to (Lam, 2007; Aydoğdu and Altındağ, 2016; Pekalp and Aydoğdu, 2021).

Although the GP is easily applicable for data sets having monotonic trend, it has some disadvantages. Let  $N(t) = \sup\{n: X_1 + X_2 + \dots + X_n \leq t\}$ . Then,  $E[N(t)]$ , which gives the expected number of events occurring in  $(0, t]$ , is not defined when the GP is stochastically increasing, i.e.  $a < 1$ . Further, the monotonic trend exhibited by GP is either logarithmically slow or exponentially fast. To overcome these disadvantages of GP, (Braun et al., 2005) introduced a monotonic counting process model, called as  $\alpha$ -series process (ASP), as an alternative to GP. The ASP is defined as follows.

Let  $X_1, X_2, \dots$  be non-negative random variables representing the inter-arrival times of consecutive events, then the process  $\{X_k, k = 1, 2, \dots\}$  said to be an ASP with trend parameter  $\alpha \in \mathbb{R}$  if the random variables  $k^\alpha X_k, k = 1, 2, \dots$  are independent and identically distributed with a general distribution function  $F$ . It is obvious that, the ASP reduces to RP when  $\alpha = 0$ . So, the ASP is another generalization of RP like the GP. Note that, the ASP is stochastically increasing when  $\alpha < 0$  and,

stochastically decreasing when  $\alpha > 0$ . But, unlike the GP, the  $E[N(t)]$  is defined for an ASP either the ASP is stochastically increasing or stochastically decreasing. Furthermore, the monotonic trend exhibited by ASP is moderate compared to GP, see for details (Braun et al., 2005; 2008).

Let  $\{X_k, k = 1, 2, \dots\}$  be an ASP with trend parameter  $\alpha$  and  $E(X_1) = \mu, Var(X_1) = \sigma^2$ . Then,  $E(X_k) = \mu k^{-\alpha}$  and  $Var(X_k) = \sigma^2 k^{-2\alpha}$  for  $k = 1, 2, \dots$ . From a statistical point of view, it is important to estimate the parameters  $\alpha, \mu$  and  $\sigma^2$  when there exists a data set compatible with ASP. The estimation problem of these parameters is well studied in the literature. (Aydoğdu and Kara, 2012) considered non-parametric estimation of the parameters by utilizing the linear regression method. (Kara et al., 2017a) studied statistical inference for ASP with gamma distributed inter-arrival times. (Kara et al., 2017b) considered statistical inference for ASP with inverse-Gaussian distributed inter-arrival times. (Kara et al., 2019) studied parameter estimation for ASP with log-normal distributed inter-arrival times. In these studies, the data sets are assumed to consist of only complete observations coming from a single realization of the process. However, the data may come from multiple processes which yields that some inter-arrival times may be observed as censored. The data structure with censored observations is illustrated in Figure 1 below.

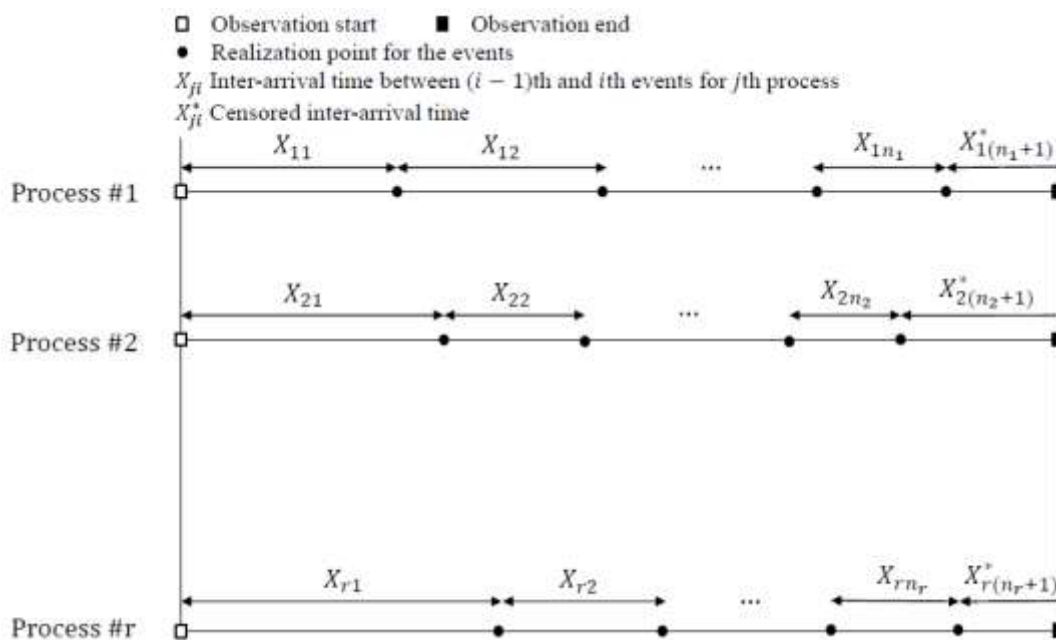


Figure 1. Data structure for ASP with both complete and censored observations

It is important to estimate the parameters  $\alpha, \mu$  and  $\sigma^2$  based on both complete observations  $X_{ji}, i = 1, \dots, n_j, j = 1, \dots, r$  and censored observations  $X_{ji}^*, i = n_j + 1, j = 1, \dots, r$ . There is no study in the literature considering this type of data structure for ASP. For this reason, we consider the censored data to estimate the model parameters of ASP by assuming the inter-arrival times are distributed as exponential and all the processes are homogeneous.

### MATERIALS AND METHODS

Let  $r$  homogeneous ASPs with common trend parameter  $\alpha$  are observed until a pre-determined time, say  $T$ , and  $\{X_{ji}, i = 1, \dots, n_j + 1\}, j = 1, \dots, r$  be the inter-arrival times of  $j$ th process,  $X_{j1}$  has distribution function  $F(x) = 1 - e^{-\lambda x}, x \geq 0; \lambda > 0, \mu := E(X_{j1}) = 1/\lambda, \sigma^2 := Var(X_{j1}) = 1/\lambda^2$  for  $j = 1, \dots, r$ . Then, distribution function and probability density function of  $X_{ji}$  are given as  $F_i(x) = 1 - e^{-i\alpha\lambda x}, x \geq 0; \lambda > 0, f_i(x) = i\alpha\lambda e^{-i\alpha\lambda x}, x \geq 0; \lambda > 0, i = 1, \dots, n_j + 1$  for  $j = 1, \dots, r$ . Therefore,

mean and variance of  $X_{ji}$  are  $\mu_i := E(X_{ji}) = \mu/i^\alpha$ ,  $\sigma_i^2 := Var(X_{ji}) = \sigma^2/i^{2\alpha}$ ,  $i = 1, \dots, n_j + 1$  for  $j = 1, \dots, r$ . Note that, the inter-arrival times  $\{X_{ji}, i = 1, \dots, n_j\}$  for  $j = 1, \dots, r$  are complete while  $\{X_{j(n_j+1)}\}$  for  $j = 1, \dots, r$  are right censored as demonstrated in Figure 1.

To estimate the parameters  $\alpha$ ,  $\mu$  and  $\sigma^2$  based on the observations  $\{X_{ji}, i = 1, \dots, n_j + 1, j = 1, \dots, r\}$ , we will use maximum likelihood method due to its easy implementation and asymptotically well-behaviour.

**Maximum Likelihood Estimators**

Let's denote the complete inter-arrival times as  $\mathbf{X}_{com} = \{X_{ji}, i = 1, \dots, n_j, j = 1, \dots, r\}$ , censored inter-arrival times as  $\mathbf{X}_{cens} = \{X_{j(n_j+1)}, j = 1, \dots, r\}$  and total data as  $\mathbf{X}_t = (\mathbf{X}_{com}, \mathbf{X}_{cens})$ . Let  $\mathbf{x}_t$  be the sample points of  $\mathbf{X}_t$ . Then, the likelihood function based on the sample  $\mathbf{x}_t$  is obtained as

$$L(\alpha, \lambda; \mathbf{x}_t) = \prod_{j=1}^r \left[ \prod_{i=1}^{n_j} f_i(x_{ji}) \left[ 1 - F_{n_j+1}(x_{j(n_j+1)}) \right] \right] \tag{1}$$

$$= \prod_{j=1}^r \left[ \prod_{i=1}^{n_j} i^\alpha \lambda e^{-i^\alpha \lambda x_{ji}} \left[ e^{-i^\alpha \lambda x_{j(n_j+1)}} \right] \right].$$

Therefore, the log-likelihood function is

$$\ln L(\alpha, \lambda; \mathbf{x}_t) = \alpha \sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j} \ln(i) + \lambda \sum_{j=1}^r n_j - \lambda \sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j+1} i^\alpha x_{ji}. \tag{2}$$

By taking partial derivatives of the log-likelihood function with respect to  $\alpha$  and  $\lambda$  and equating them to zero, we obtain the following equations:

$$\frac{1}{\lambda} \sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j} \ln(i) - \sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j+1} i^\alpha \ln(i) x_{ji} = 0 \tag{3}$$

$$\sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j+1} i^\alpha x_{ji} - \frac{1}{\lambda} \sum_{j=1}^r n_j = 0 \tag{4}$$

The common solution of these equations gives maximum likelihood estimators of the parameters  $\alpha$  and  $\lambda$ . If we take  $\lambda$  as  $(\sum_{j=1}^r n_j) / (\sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j+1} i^\alpha x_{ji})$  in Equation (3), the following non-linear equation is obtained for  $\alpha$ :

$$\sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j+1} i^\alpha x_{ji} \left[ \frac{\sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j} \ln(i)}{\sum_{j=1}^r n_j} - \ln(i) \right] = 0 \tag{5}$$

Solution of Equation (5) gives the maximum likelihood estimator of  $\alpha$ . It is clear that, this equation can't be solved analytically. So, it must be solved numerically. To solve this non-linear equation, the Newton-Raphson method can be applied. Let

$$g(\alpha) = \sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j+1} i^\alpha x_{ji} \left[ \frac{\sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j} \ln(i)}{\sum_{j=1}^r n_j} - \ln(i) \right]. \tag{6}$$

Then, the first derivate of  $g(\alpha)$  is obtained as

$$g'(\alpha) = \sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j+1} i^\alpha \ln(i) x_{ji} \left[ \frac{\sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j} \ln(i)}{\sum_{j=1}^r n_j} - \ln(i) \right]. \tag{7}$$

Let  $\alpha(1) = 0$  and  $\alpha(k + 1) = \alpha(k) - \frac{g(\alpha(k))}{g'(\alpha(k))}$  for  $k = 1, 2, \dots$ . Then, numerical solution of Equation (5) is obtained by repeating the iterative steps until the condition  $|\alpha(k + 1) - \alpha(k)| < \varepsilon$  holds where  $\varepsilon > 0$  is a pre-defined tolerance level. Once the condition  $|\alpha(k + 1) - \alpha(k)| < \varepsilon$  holds, the maximum likelihood estimator of  $\alpha$  is obtained as

$$\hat{\alpha} = \alpha(k + 1). \tag{8}$$

Hence, the maximum likelihood estimator of  $\lambda$  is

$$\hat{\lambda} = \frac{\sum_{j=1}^r n_j}{\sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j+1} i^{\hat{\alpha}} x_{ji}}. \tag{9}$$

Further, maximum likelihood estimators of the parameters  $\mu$  and  $\sigma^2$  are obtained as

$$\hat{\mu} = \frac{1}{\hat{\lambda}}, \tag{10}$$

$$\hat{\sigma}^2 = \frac{1}{\hat{\lambda}^2}. \tag{11}$$

The asymptotic properties of the estimators are given below.

**Theorem 1.** Let  $\hat{\alpha}$  and  $\hat{\lambda}$  be maximum likelihood estimators of the parameters  $\alpha$  and  $\lambda$  based on the data  $\mathbf{X}_t$ . Then,

$$\begin{bmatrix} \hat{\alpha} \\ \hat{\lambda} \end{bmatrix} \sim AN \left( \begin{bmatrix} \alpha \\ \lambda \end{bmatrix}, I^{-1}(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_t) \right), \tag{12}$$

as  $T \rightarrow \infty$ , where AN stands for asymptotically normal and  $I^{-1}(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_t)$  is inverse of Fisher information such that

$$I(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_t) = \begin{bmatrix} \sum_{j=1}^r \left[ \sum_{i=1}^{n_j} \ln^2(i) + \ln^2(n_j + 1) F_{n_j+1}(t_j) \right] & \frac{1}{\lambda} \sum_{j=1}^r \left[ \sum_{i=1}^{n_j} \ln(i) + \ln(n_j + 1) F_{n_j+1}(t_j) \right] \\ \frac{1}{\lambda} \sum_{j=1}^r \left[ \sum_{i=1}^{n_j} \ln(i) + \ln(n_j + 1) F_{n_j+1}(t_j) \right] & \frac{1}{\lambda^2} \sum_{j=1}^r [n_j + F_{n_j+1}(t_j)] \end{bmatrix}. \tag{13}$$

Here,  $t_j$  is the censoring time of  $X_{j(n_j+1)}$  such that  $t_j := x_{j(n_j+1)} = T - \sum_{i=1}^{n_j} x_{ji}$  given  $X_{ji} = x_{ji}$  and  $F_{n_j+1}(t_j) = 1 - e^{-(n_j+1)\alpha t_j}$  for  $j = 1, \dots, r$ .

**Proof of Theorem 1.** Let  $I(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{com})$  be the Fisher information based on  $\mathbf{X}_{com}$  and  $I(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{cens})$  be the Fisher information based on  $\mathbf{X}_{cens}$ . Then,  $I(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_t) = I(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{com}) + I(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{cens})$ . So, we need to calculate  $I(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{com})$  and  $I(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{cens})$  separately. Let  $L(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{com})$  be the likelihood function based on  $\mathbf{X}_{com}$ . Then, it is obtained that,

$$L(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{com}) = \prod_{j=1}^r \left[ \prod_{i=1}^{n_j} i^\alpha \lambda e^{-i^\alpha \lambda x_{ji}} \right], \tag{14}$$

and

$$\ln L(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{com}) = \alpha \sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j} \ln(i) + \lambda \sum_{j=1}^r n_j - \lambda \sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j} i^\alpha x_{ji}. \tag{15}$$

If we take partial derivatives of  $\ln L(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{com})$ , it is obtained that,

$$\frac{\partial^2 L(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{com})}{\partial \alpha^2} = -\lambda \sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j} i^\alpha \ln^2(i) X_{ji}, \tag{16}$$

$$\frac{\partial^2 L(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{com})}{\partial \lambda^2} = -\frac{1}{\lambda^2} \sum_{j=1}^r n_j, \tag{17}$$

$$\frac{\partial^2 L(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{com})}{\partial \alpha \partial \lambda} = -\sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j} i^\alpha \ln(i) X_{ji}. \tag{18}$$

Therefore, negative expectations of partial derivatives are obtained as

$$E \left[ -\frac{\partial^2 L(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{com})}{\partial \alpha^2} \right] = \sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j} \ln^2(i), \tag{19}$$

$$E \left[ -\frac{\partial^2 L(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{com})}{\partial \lambda^2} \right] = \frac{1}{\lambda^2} \sum_{j=1}^r n_j, \tag{20}$$

$$E \left[ -\frac{\partial^2 L(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{com})}{\partial \alpha \partial \lambda} \right] = \frac{1}{\lambda} \sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j} \ln(i), \tag{21}$$

since  $E[i^\alpha X_{ji}] = 1/\lambda$ . Hence,

$$I(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{com}) = \begin{bmatrix} \sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j} \ln^2(i) & \frac{1}{\lambda} \sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j} \ln(i) \\ \frac{1}{\lambda} \sum_{j=1}^r \sum_{i=1}^{n_j} \ln(i) & \frac{1}{\lambda^2} \sum_{j=1}^r n_j \end{bmatrix}. \tag{22}$$

As for the  $I(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{cens})$ , we first introduce the Fisher information for a non-negative right censored random variable. Let  $h_{n_j+1}(x)$  be the hazard function and  $t_j$  be the censoring time of censored variable  $X_{j(n_j+1)}$  for  $j = 1, \dots, r$ . Then,

$$I(\alpha, \lambda; X_{j(n_j+1)})_{11} = \int_0^{t_j} \left( \frac{\partial}{\partial \alpha} \ln(h_{n_j+1}(x)) \right)^2 f_{n_j+1}(x) dx = \ln^2(n_j + 1) F_{n_j+1}(t_j), \tag{23}$$

$$I(\alpha, \lambda; X_{j(n_j+1)})_{22} = \int_0^{t_j} \left( \frac{\partial}{\partial \lambda} \ln(h_{n_j+1}(x)) \right)^2 f_{n_j+1}(x) dx = \frac{1}{\lambda^2} F_{n_j+1}(t_j), \tag{24}$$

$$\begin{aligned} I(\alpha, \lambda; X_{j(n_j+1)})_{12} &= \int_0^{t_j} \left( \frac{\partial}{\partial \alpha} \ln(h_{n_j+1}(x)) \right) \left( \frac{\partial}{\partial \lambda} \ln(h_{n_j+1}(x)) \right) f_{n_j+1}(x) dx \\ &= \frac{1}{\lambda} \ln(n_j + 1) F_{n_j+1}(t_j), \end{aligned} \tag{25}$$

since  $\ln(h_{n_j+1}(x)) = \alpha \ln(n_j + 1) + \ln(\lambda)$ . For the Fisher information of right censored non-negative random variables, see (Zheng and Gastwirth, 2001; Park et al., 2008.) Therefore, it is obtained that,



$$I(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_{cens}) = \begin{bmatrix} \sum_{j=1}^r \ln^2(n_j + 1) F_{n_j+1}(t_j) & \frac{1}{\lambda} \sum_{j=1}^r \ln(n_j + 1) F_{n_j+1}(t_j) \\ \frac{1}{\lambda} \sum_{j=1}^r \ln(n_j + 1) F_{n_j+1}(t_j) & \frac{1}{\lambda^2} \sum_{j=1}^r F_{n_j+1}(t_j) \end{bmatrix}. \tag{26}$$

Consequently, the result is clear, and the proof is completed.

**Corollary 1.** Let  $\hat{\alpha}$  and  $\hat{\lambda}$  be maximum likelihood estimators of the parameters  $\alpha$  and  $\lambda$  based on the data  $\mathbf{X}_t$ . Then, as  $T \rightarrow \infty$ ,

$$\hat{\alpha} \sim AN(\alpha, \vartheta_{11}), \tag{27}$$

$$\hat{\lambda} \sim AN(\lambda, \vartheta_{22}), \tag{28}$$

where

$$\vartheta_{11} = \frac{D}{AD - B^2}, \tag{29}$$

$$\vartheta_{22} = \lambda^2 \frac{A}{AD - B^2}, \tag{30}$$

$$A = \sum_{j=1}^r \left[ \sum_{i=1}^{n_j} \ln^2(i) + \ln^2(n_j + 1) F_{n_j+1}(t_j) \right], \tag{31}$$

$$B = \sum_{j=1}^r \left[ \sum_{i=1}^{n_j} \ln(i) + \ln(n_j + 1) F_{n_j+1}(t_j) \right], \tag{32}$$

$$D = \sum_{j=1}^r [n_j + F_{n_j+1}(t_j)]. \tag{33}$$

**Proof of Corollary 1.** The result is easily obtained by inverting the Fisher information matrix  $I(\alpha, \lambda; \mathbf{X}_t)$ .

**Corollary 2.** Let  $\hat{\alpha}$  and  $\hat{\lambda}$  be maximum likelihood estimators of the parameters  $\alpha$  and  $\lambda$  based on the data  $\mathbf{X}_t$ . Then,

$$\hat{\alpha} \xrightarrow{P} \alpha, \tag{34}$$

$$\hat{\lambda} \xrightarrow{P} \lambda, \tag{35}$$

as  $T \rightarrow \infty$ , where  $\xrightarrow{P}$  denotes convergence in probability, that is, the estimators  $\hat{\alpha}$  and  $\hat{\lambda}$  are consistent.

**Proof of Corollary 2.** To prove consistencies of the estimators, it is sufficient to show that the asymptotic variances  $\vartheta_{11}$  and  $\vartheta_{22}$  converge to zero as  $T \rightarrow \infty$ . It is clear that, the number of completely observed inter-arrival times  $n_j$  for each process increases as the observation ending time  $T$  increases. That is,  $n_j \rightarrow \infty$  for  $j = 1, \dots, r$  as  $T \rightarrow \infty$ . Then,  $F_{n_j+1}(t_j)$  converges to 1 if  $\alpha > 0$ , or it converges to 0 if  $\alpha < 0$  as  $T \rightarrow \infty$ , regardless of the value of censoring time  $t_j$ , for  $j = 1, \dots, r$ . It is obvious that,  $n_j \simeq n_j + 1$ , where " $\simeq$ " denotes asymptotic equivalence. (Kara et al., 2019) showed that,

$$\sum_{i=1}^n \ln(i) \simeq n(\ln(n) - 1), \tag{36}$$

$$\sum_{i=1}^n \ln^2(i) \simeq n(2 + \ln^2(n) - 2\ln(n)). \tag{37}$$

Furthermore, all  $n_j$ 's are asymptotically equal as  $T \rightarrow \infty$ . Let  $n^*$  denotes an asymptotical equivalent of  $n_j$ 's. Then,

$$\vartheta_{11} \simeq \frac{rn^*}{[r \sum_{i=1}^{n^*} \ln^2(i)]rn^* - [r \sum_{i=1}^{n^*} \ln(i)]^2} \tag{38}$$

$$\vartheta_{22} \simeq \lambda^2 \frac{r \sum_{i=1}^{n^*} \ln^2(i)}{[r \sum_{i=1}^{n^*} \ln^2(i)]rn^* - [r \sum_{i=1}^{n^*} \ln(i)]^2} \tag{39}$$

By considering the asymptotic equivalences given in Equation (36) and (37),  $\vartheta_{11} \rightarrow 0$  and  $\vartheta_{22} \rightarrow 0$  as  $T \rightarrow \infty$ , since the denominators of both terms are of higher order than the numerators. So, the proof is concluded.

Asymptotic distributions of the maximum likelihood estimators of  $\mu$  and  $\sigma^2$  are given below.

**Corollary 3.** Let  $\hat{\mu}$  and  $\hat{\sigma}^2$  be maximum likelihood estimators of the parameters  $\mu$  and  $\sigma^2$  based on the data  $\mathbf{X}_t$ . Then, as  $T \rightarrow \infty$ ,

$$\hat{\mu} \sim AN(\mu, \mu^4 \vartheta_{22}), \tag{40}$$

$$\hat{\sigma}^2 \sim AN(\sigma^2, 4(\sigma^2)^3 \vartheta_{22}). \tag{41}$$

**Proof of Corollary 3.** It is known that,  $\hat{\mu} = 1/\hat{\lambda}$  and  $\hat{\sigma}^2 = 1/\hat{\lambda}^2$ . Let  $g_1(x) = 1/x$  and  $g_2(x) = 1/x^2$ . Then,  $\hat{\mu} = g_1(\hat{\lambda})$  and  $\hat{\sigma}^2 = g_2(\hat{\lambda})$ . First derivatives of the functions  $g_1(x)$  and  $g_2(x)$  are obtained as  $g_1'(x) = -1/x^2$  and  $g_2'(x) = -2/x^3$ . The result is clear via the well-known delta method since  $[g_1'(\lambda)]^2 = 1/\lambda^4$  and  $[g_2'(\lambda)]^2 = 4/\lambda^6$ ,  $\mu = 1/\lambda$  and  $\sigma^2 = 1/\lambda^2$ .

**Corollary 4.** Let  $\hat{\mu}$  and  $\hat{\sigma}^2$  be maximum likelihood estimators of the parameters  $\mu$  and  $\sigma^2$  based on the data  $\mathbf{X}_t$ . Then, as  $T \rightarrow \infty$ ,

$$\hat{\mu} \xrightarrow{P} \mu, \tag{42}$$

$$\hat{\sigma}^2 \xrightarrow{P} \sigma^2, \tag{43}$$

that is, the estimators  $\hat{\mu}$  and  $\hat{\sigma}^2$  are consistent.

**Proof of Corollary 4.** The result is obvious by continuous mapping theorem since the estimators  $\hat{\mu}$  and  $\hat{\sigma}^2$  are functions of  $\hat{\lambda}$ , which is proved to be consistent in Corollary 2.

It should be noted that, the maximum likelihood estimators of the parameters are derived under the ASP model. However, the goodness-of-fit of the ASP model for the data  $\mathbf{X}_t$  must be tested. For this purpose, the hypothesis  $H_0: \alpha = 0$  against  $H_1: \alpha \neq 0$  may be tested with the following test statistic  $S = \hat{\alpha}/\hat{\vartheta}_{11}$  to distinguish the ASP from its non-monotonic counterpart RP. Here,  $\hat{\vartheta}_{11}$  is obtained by replacing  $F_{n_{j+1}}(t_j)$  with its estimation  $\hat{F}_{n_{j+1}}(t_j) = 1 - e^{-(n_{j+1})^{\hat{\alpha}} \hat{\lambda} t_j}$ . From Slutsky and continuous mapping theorem,  $S \sim AN(0,1)$  under  $H_0$ . Therefore, the hypothesis  $H_0: \alpha = 0$  is rejected at significance level  $\alpha^*$  if  $|S| > z_{\alpha^*/2}$ , where  $z_{\alpha^*/2}$  denotes upper  $\alpha^*/2$  tail of the standard normal distribution. Then, it is concluded that the data  $\mathbf{X}_t$  has a trend and it can be modelled by the ASP.

### Simulation Study

In this section, we carry out a Monte Carlo simulation to observe small sample performances of the maximum likelihood estimators  $\hat{\alpha}$ ,  $\hat{\mu}$  and  $\hat{\sigma}^2$ . All the results are given in Table 1 below.

In simulations, the number of replications is chosen as  $N = 1000$ . The simulation has been conducted under different parameter settings but, for sake of simplicity, some of them are summarized in Table 1 since the results are similar. The number of independent samples is chosen as  $r = 2, 3, 4$  and the observation ending time is chosen as  $T = 20, 30, 50$ . In the numerical computation of  $\hat{\alpha}$  while utilizing the Newton-Raphson algorithm, the tolerance level is chosen as  $\varepsilon = 1/1000$ .

**Table 1.** Results for the maximum likelihood estimators under different settings of parameters

| $\alpha = -0.8, \lambda = 5, \mu = 0.2, \sigma^2 = 0.04$ |       |                |                 |             |                  |
|--|-------|----------------|-----------------|-------------|------------------|
|  | $n^*$ | $\hat{\alpha}$ | $\hat{\lambda}$ | $\hat{\mu}$ | $\hat{\sigma}^2$ |
| $r = 2, T = 20$  | 18    | -0.7964        | 5.4748          | 0.2317      | 0.1063           |
|  |       | 0.0448         | 4.4986          | 0.0527      | 0.5252           |
| $r = 3, T = 20$  |       | -0.7993        | 5.3398          | 0.2153      | 0.0647           |
|  |       | 0.0287         | 2.9050          | 0.0184      | 0.0806           |
| $r = 4, T = 20$  |       | -0.8056        | 5.2779          | 0.2073      | 0.0480           |
|  |       | 0.0189         | 2.2302          | 0.0050      | 0.0019           |
| $r = 2, T = 30$  | 22    | -0.8008        | 5.4757          | 0.2351      | 0.1449           |
|  |       | 0.0372         | 4.0617          | 0.0898      | 1.4882           |
| $r = 3, T = 30$  |       | -0.8095        | 5.3567          | 0.2073      | 0.0496           |
|  |       | 0.0178         | 2.6159          | 0.0067      | 0.0047           |
| $r = 4, T = 30$  |       | -0.8029        | 5.2474          | 0.2073      | 0.0474           |
|  |       | 0.0145         | 2.0981          | 0.0044      | 0.0014           |
| $r = 2, T = 50$  | 30    | -0.8007        | 5.3340          | 0.2153      | 0.0587           |
|  |       | 0.0191         | 3.0708          | 0.0124      | 0.0216           |
| $r = 3, T = 50$  |       | -0.7997        | 5.2027          | 0.2096      | 0.0485           |
|  |       | 0.0123         | 2.1538          | 0.0046      | 0.0014           |
| $r = 4, T = 50$  |       | -0.8031        | 5.1916          | 0.2059      | 0.0457           |
|  |       | 0.0096         | 1.6487          | 0.0033      | 0.0009           |
| $\alpha = 0.2, \lambda = 1, \mu = 1, \sigma^2 = 1$       |       |                |                 |             |                  |
|  | $n^*$ | $\hat{\alpha}$ | $\hat{\lambda}$ | $\hat{\mu}$ | $\hat{\sigma}^2$ |
| $r = 2, T = 20$  | 34    | 0.1504         | 1.1485          | 0.9203      | 0.8970           |
|  |       | 0.0082         | 0.0804          | 0.0555      | 0.2332           |
| $r = 3, T = 20$  |       | 0.1668         | 1.1179          | 0.9748      | 1.0475           |
|  |       | 0.0090         | 0.1040          | 0.1080      | 0.5880           |
| $r = 4, T = 20$  |       | 0.1845         | 0.9774          | 1.0365      | 1.0885           |
|  |       | 0.0025         | 0.0135          | 0.0158      | 0.0697           |
| $r = 2, T = 30$  | 56    | 0.1929         | 1.0855          | 1.0333      | 1.2119           |
|  |       | 0.0115         | 0.1274          | 0.1602      | 0.9905           |
| $r = 3, T = 30$  |       | 0.1949         | 0.9996          | 1.0316      | 1.1005           |
|  |       | 0.0022         | 0.0305          | 0.0402      | 0.1984           |
| $r = 4, T = 30$  |       | 0.2029         | 1.0533          | 0.9749      | 0.9748           |
|  |       | 0.0027         | 0.0338          | 0.0272      | 0.1052           |
| $r = 2, T = 50$  | 102   | 0.2065         | 1.0152          | 1.0707      | 1.2457           |
|  |       | 0.0077         | 0.0925          | 0.1102      | 0.6089           |
| $r = 3, T = 50$  |       | 0.1941         | 1.0432          | 1.0242      | 1.1153           |
|  |       | 0.0050         | 0.0801          | 0.0736      | 0.3123           |
| $r = 4, T = 50$  |       | 0.1977         | 1.0299          | 1.0117      | 1.0667           |
|  |       | 0.0033         | 0.0467          | 0.0480      | 0.2144           |

It should be noted that, the number of inter-arrival times for each sample is random due to randomness of inter-arrival times although the observation ending time is pre-defined. That is, the sample sizes in each simulation are random. So, we give mean number of inter-arrival times in each sample as  $n^*$ . It is obvious that, the number of inter-arrival times in each sample increases as the observation ending time  $T$  increases. In Table 1, the first rows give simulation mean of the estimators and the second rows give simulation variance of the estimators.

### RESULTS AND DISCUSSION

The ASP is an important monotonic stochastic model commonly used in applied probability fields. It is more convenient than its some counterparts due to its moderate trend behaviour. When a data set having monotonic trend is analysed, it is important to estimate the parameters of model. In the literature, estimation problem for an ASP is well studied. All existing studies consider single realization of the process, that is, there is only one sample of data. However, there may occur multi-sample of the process. There isn't any study in the literature dealing with this situation. It should be

noted, all the existing studies only consider complete sample case though the multi-sample may include both complete and censored samples. For this purpose, the multi-sample case for an ASP has been considered statistically.

When the results given in Table 1 are analysed, it is seen that the maximum likelihood estimators  $\hat{\alpha}$ ,  $\hat{\mu}$  and  $\hat{\sigma}^2$  perform well regardless of the different parameter settings. All the estimators have small biases even if the observation ending time  $T$  is relatively short. However, they seem to be asymptotically unbiased as the biases decrease as observation ending time  $T$  or number of independent samples  $r$  increases. Further, their variances decrease as  $T$  or  $r$  increases. Because the number of observed inter-arrival times increases as  $T$  or  $r$  increases. These results support the consistencies of the estimators which is theoretically proved above.

It has been observed that, the model parameters of an ASP can be effectively estimated based on the multiple homogeneous samples which may include both complete and censored inter-arrival times. The maximum likelihood estimators perform well with different parameter settings.

## CONCLUSION

In this study, the ASP has been analysed statistically by assuming that the inter-arrival times have exponential distribution and that the data available consists of multiple homogeneous samples which have both complete and censored samples. The maximum likelihood estimators for the parameters of ASP have been obtained and their asymptotic properties have been established. Asymptotic distributions have been derived and consistencies of the estimators have been proved. Besides the asymptotic properties of the estimators, their small sample behaviours have been investigated. Also, a test statistic to distinguish ASP from a RP has been introduced. It has been exhibited that, statistical estimation for an ASP based on multi-sample is quite efficient. It should be noted that, the multiple samples of an ASP have been assumed to be homogeneous. However, if there is not enough evidence to assume homogeneity, it must be tested statistically whether the samples are homogeneous. Further, the inter-arrival times are assumed to have exponential distribution. To widen the present study, some general distributions such as gamma distribution, Weibull distribution, log-normal distribution, etc. may be taken as the distribution of inter-arrival times. These cases should be considered as a future study.

## ACKNOWLEDGEMENTS

The authors thank the anonymous reviewers for their careful reading and contribution.

## Conflict of Interest

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

## Author's Contributions

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

## REFERENCES

- Altındağ, Ö., & Aydoğdu, H. (2021). Estimation of renewal function under progressively censored data and its applications. *Reliability Engineering & System Safety*, 216, 107988.
- Aydoğdu, H., & Altındağ, Ö. (2016). Computation of the mean value and variance functions in geometric process. *Journal of Statistical Computation and Simulation*, 86(5), 986-995.
- Aydoğdu, H., & Kara, M. (2012). Nonparametric estimation in  $\alpha$ -series processes. *Computational statistics & data analysis*, 56(1), 190-201.

- Barlow, R. E., & Proschan, F. (1996). *Mathematical theory of reliability*. Society for Industrial and Applied Mathematics.
- Blischke, W. R., & Murthy, D. P. (2011). *Reliability: modeling, prediction, and optimization*. John Wiley & Sons.
- Braun, W. J., Li, W., & Zhao, Y. Q. (2005). Properties of the geometric and related processes. *Naval Research Logistics (NRL)*, 52(7), 607-616.
- Braun, W. J., Li, W., & Zhao, Y. Q. (2008). Some theoretical properties of the geometric and  $\alpha$ -series processes. *Communications in Statistics—Theory and Methods*, 37(9), 1483-1496.
- Chukova, S., & Hayakawa, Y. (2004). Warranty cost analysis: Non-zero repair time. *Applied Stochastic Models in Business and Industry*, 20(1), 59-71.
- Fleming, T. R., & Harrington, D. P. (2013). *Counting processes and survival analysis* (Vol. 625). John Wiley & Sons.
- Jiang, R. (2020). A novel two-fold sectional approximation of renewal function and its applications. *Reliability Engineering & System Safety*, 193, 106624
- Kara, M., Aydoğdu, H., & Şenoğlu, B. (2017a). Statistical inference for  $\alpha$ -series process with gamma distribution. *Communications in Statistics-Theory and Methods*, 46(13), 6727-6736.
- Kara, M., Türkşen, Ö., & Aydoğdu, H. (2017b). Statistical inference for  $\alpha$ -series process with the inverse Gaussian distribution. *Communications in Statistics-Simulation and Computation*, 46(6), 4938-4950.
- Kara, M., Altındağ, Ö., Pekalp, M. H., & Aydoğdu, H. (2019). Parameter estimation in  $\alpha$ -series process with lognormal distribution. *Communications in Statistics-Theory and Methods*, 48(20), 4976-4998.
- Lam, Y. (1988). Geometric processes and replacement problem. *Acta Mathematicae Applicatae Sinica*, 4, 366-377.
- Lam, Y. (2007). *The geometric process and its applications*. World Scientific.
- Park, S., Balakrishnan, N., & Zheng, G. (2008). Fisher information in hybrid censored data. *Statistics & probability letters*, 78(16), 2781-2786.
- Pekalp, M. H., & Aydoğdu, H. (2021). Power series expansions for the probability distribution, mean value and variance functions of a geometric process with gamma interarrival times. *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 388, 113287.
- Zheng, G., & Gastwirth, J. L. (2001). On the Fisher information in randomly censored data. *Statistics & probability letters*, 52(4), 421-426.

## On Oresme Numbers and Their Geometric Interpretations

Serpil HALICI<sup>1</sup>, Elifcan SAYIN<sup>2\*</sup>

### Highlights:

- 11B37
- 11B39

### Keywords:

- Recurrences
- Fibonacci generalizations
- Oresme numbers

### ABSTRACT:

In this study, we examined the Oresme sequences defined by Nicole Oresme. We examined the geometric interpretation of Oresme sequences with rational coefficients which are defined by A.F. Horadam as  $O_{n+2} = O_{n+1} - \frac{1}{4}O_n$  with initial conditions  $O_0 = 0$  and  $O_1 = \frac{1}{2}$ . We defined the  $n$ th vector of the Oresme sequence. We calculated the area and volume. We gave the general solution for four squares equation involving Oresme vectors. We calculated the Heron Formula of Oresme sequences. We defined the angle value between these sequences. We also obtained a relationship between the Oresme sequence and the generalized Fibonacci sequence in vector space. We calculated the area and volume of these sequence. We obtained important definitions and theorems for these sequences.

<sup>1</sup> Serpil Halıcı ([Orcid ID: 0000-0002-8071-0437](https://orcid.org/0000-0002-8071-0437)), Pamukkale University, Faculty of Science, Department of Mathematics, Denizli, Türkiye

<sup>2</sup> Elifcan SAYIN ([Orcid ID: 0000-0001-5602-7681](https://orcid.org/0000-0001-5602-7681)), Pamukkale University, Institute of Science, Denizli, Türkiye

\*Corresponding Author: Elifcan SAYIN, e-mail: elifcan7898@gmail.com

This study was produced from Elifcan Sayın's Master's thesis.

## INTRODUCTION

Integer sequences have been studied in many fields of science. Among them, the most widely used and studied sequences is Horadam sequence. These sequences are a generalization of many sequences and have an important place in the literature. For  $n \geq 0$ , the initial conditions of the sequence Horadam, shown as  $\{w_n(a, b; p, q)\}$ , are  $a = w_0$  and  $b = w_1$ . This sequence is given by the following recurrence relation (Horadam, 1965).

$$w_n = pw_{n-1} - qw_{n-2}. \quad (1)$$

Many new sequences were studied by changing the initial conditions of the Horadam sequence. Some of them are Fibonacci, Pell, Lucas, Jacobsthal, Jacobsthal-Lucas, Pell-Lucas and Oresme sequences.

Among these sequences, Oresme (Oresme, 1961) was the first to introduce a sequence defined differently as initial conditions. In 1974, Horadam discussed this sequence and gave its recursive relation and related identities (Horadam, 1974). For  $n \geq 0$  and  $O_0 = 0$ ,  $O_1 = \frac{1}{2}$  the recurrence relation is given by

$$O_{n+2} = O_{n+1} - \frac{1}{4}O_n. \quad (2)$$

Many authors have done some studies on Oresme numbers. Cook (Cook, 2004) is one of those who do these studies. Cook obtained some fundamental equations related to these numbers such as

$$O_{n+1}O_{n-1} - O_n^2 = \left(\frac{1}{4}\right)^n, \quad (3)$$

$$O_{n+r}O_{n-r} - O_n^2 = \left(\frac{1}{4}\right)^{n-r+1} F_{r-1}^2, \quad (4)$$

$$\frac{1}{2}O_{2n-1} = O_n^2 - \frac{1}{4}O_{n-1}, \quad (5)$$

$$O_{n+1}^2 - \frac{1}{16}O_{n-1}^2 = \frac{1}{2}O_{2n+1} + \frac{1}{8}O_{2n-1}. \quad (6)$$

In (Cook, 2004), the author, for  $k > 2$ ,  $n \geq 2$ , defined a different generalization which is called  $k$ -Oresme:

$$O_{n+2}^{(k)} = O_{n+1}^{(k)} - \frac{1}{k^2}O_n^{(k)} \quad (7)$$

where the initial conditions are  $O_0^{(k)} = 0$  and  $O_1^{(k)} = \frac{1}{k}$ . It can be clearly seen that  $w_n\left(0, \frac{1}{k}; 1, \frac{1}{k^2}\right) = O_n^{(k)}$  and  $O_n^{(2)} = O_n$ . In (Halici, 2022), Halici et al. defined the  $n$ th  $k$ -Oresme polynomial by the following recurrence relation. With initial condition  $O_0^{(k)}(x) = 0$ ,  $O_1^{(k)}(x) = \frac{1}{kx}$ , this sequence is

$$O_{n+2}^{(k)}(x) = O_{n+1}^{(k)}(x) - \frac{1}{k^2x^2}O_n^{(k)}(x), \quad (8)$$

where  $x \in \mathbb{R}$  and  $n \in \mathbb{N}$ . For  $z \in \mathbb{R}$ , by the aid of the equation (8), its generating function can be written as

$$f(z) = \sum_{i \geq 0} O_i^{(k)}(x)z^i = \frac{\frac{z}{kx}}{1 - z + \frac{z^2}{k^2x^2}}. \quad (9)$$

In (Halici and Gur, 2023), the authors examined some sum formulas and derivatives of these polynomials.

$$\sum_{i=0}^n O_i^{(k)}(x) = k^2x^2 \left( \frac{1}{kx} - O_{n+2}^{(k)}(x) \right). \quad (10)$$

For  $p = 1$ ,  $q = \frac{1}{4}$  Horadam gave the following equation (Horadam, 1974).

$$O_n = \frac{1}{2}U_{n-1}. \quad (11)$$

The most commonly used sequence among the sequences examined is the Fibonacci sequence.

$$F_{n+1} = F_n + F_{n-1}. \quad (12)$$

This sequence is

$$\{\dots, F_{-n}, \dots, -1, 1, 0, 1, 1, 2, 3, 5, \dots, F_n, \dots\}.$$

This sequence is used in many areas of mathematics. Some of these are the number theory, cryptology, and geometry. Fibonacci vector geometry is a study of the properties of vectors that accept sequences of integers produced in linear recurrence relations as their coordinates. In general, the vectors consist of triplets of integers taken from an integer sequence. Since geometrically, these vectors can be represented as points in  $\mathbb{Z}^3$ , vector sequences are connected with polygons. That is, polygons are on planes and various geometric objects associated with these polygons can be defined as

$$\vec{F}_n = [F_{n-1} \quad F_n \quad F_{n+1}]^T. \quad (13)$$

In (Salter, 2005), the author defined the vector version of closed formula for all integers  $F_n$  as follows:

$$\vec{F}_n = \frac{1}{\alpha - \beta} (\alpha^n \vec{a} - \beta^n \vec{b}) \quad (14)$$

where  $\vec{a} = [1 \quad \alpha \quad \alpha^2]^T$  and  $\vec{b} = [1 \quad \beta \quad \beta^2]^T$ . For all integers  $n$ , the Fibonacci  $r$ -vector  $F_n$  is defined by

$$\vec{F}_n = [F_n \quad F_{n+1} \quad F_{n+2} \quad \dots \quad F_{n+r-2} \quad F_{n+r-1}]^T \quad (15)$$

where  $F_n$  is  $n$ th Fibonacci number (Salter, 2005). The matrix related to these vectors was defined by Cetinberk et al. This matrix is a  $3 \times 3$  anti-symmetric matrix (Cetinberk et al, 2020).

$$\mathbb{F}_n = \begin{bmatrix} 0 & -F_{n+2} & F_{n+1} \\ F_{n+2} & 0 & -F_n \\ -F_{n+1} & F_n & 0 \end{bmatrix}. \quad (16)$$

By the vector  $\vec{F}_n$ , a triangle for the Fibonacci sequence can be created (Atanassov, 2002). The area of this triangle is

$$\Delta_n = \frac{1}{2} \sqrt{(F_n F_{n-1})^2 + (F_n F_{n+1})^2 + (F_{n-1} F_{n+1})^2}. \quad (17)$$

The other different representation for the area of this triangle is

$$\Delta_n = \frac{1}{2} (F_{2n-1} + F_n F_{n-1}). \quad (18)$$

Using these representations, the general solution for Fibonacci vector sequences can be obtained. The general solution is the sum of the four squares of the points (Atanassov, 2002):

$$(F_n F_{n-1})^2 + (F_n F_{n+1})^2 + (F_{n-1} F_{n+1})^2 = (F_{n-1}^2 + F_n^2 + F_n F_{n-1})^2. \quad (19)$$

The equations with Fibonacci triangles are shown on the plane and their geometric properties are examined (Atanassov, 2002). The vector  $F_n$  is studied by many authors and they also gave some new results (see Munarini, 1997; Hilton and Pedersen, 1994).

In (Kızılateş, 2021), the author investigated new families of Horadam numbers associated with finite operators.

In our current study, we define Oresme vectors and give some geometric properties of Oresme triangles.



## MATERIALS AND METHODS

In this study, some geometric interpretations of Oresme sequence were examined. Geometric properties of Oresme triangles were given and some geometric equations were obtained. Also, a relationship between the Oresme sequence and the generalized Fibonacci sequence was obtained.

**Definition 1.** We define the  $n$ th Oresme vector as

$$\mathbf{O}_n = (-O_{n-1}, 4O_n, 4O_{n+1}). \quad (13)$$

The Oresme vector is denoted by the letter  $\vec{O}$ . By using the recurrence relation and initial conditions of the Oresme sequence, we can write

$$A = (-O_{n-1}, 0, 0), B = (0, 4O_n, 0), C = (0, 0, 4O_{n+1}), n \geq 1.$$

The points  $A, B, C$  are

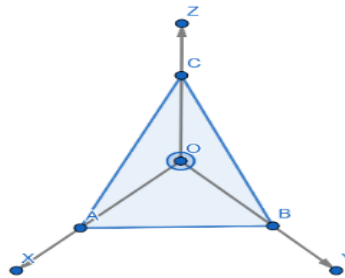


Figure 1. The Points  $A, B, C$

**Theorem 1.** For the points  $A, B, C$  the following equality is satisfied.

$$\Delta_n = 2\sqrt{(O_n O_{n-1})^2 + 16(O_n O_{n+1})^2 + (O_{n-1} O_{n+1})^2}. \quad (14)$$

**Proof.** The vectors  $\vec{AC}$  and  $\vec{BC}$  are

$$\vec{AC} = (O_{n-1}, 0, 4O_{n+1}), \vec{BC} = (0, -4O_n, 4O_{n+1}).$$

Then, we calculate the area  $|\vec{AC} \times \vec{BC}|$ .

$$|\vec{AC} \times \vec{BC}| = \begin{vmatrix} O_{n-1} & 0 & 4O_{n+1} \\ 0 & -4O_n & 4O_{n+1} \end{vmatrix} = (16O_n O_{n+1}, -4O_{n-1} O_{n+1}, -4O_n O_{n-1}).$$

So, we get the following equation.

$$\Delta_n = \frac{1}{2} \sqrt{16(O_n O_{n-1})^2 + 256(O_n O_{n+1})^2 + 16(O_{n-1} O_{n+1})^2}.$$

Thus, the proof is completed.

The calculation of the first three values  $\Delta_n$  is as follows. For  $n = 1, 2, 3$  we have

$$\Delta_1 = 2\sqrt{(O_1 O_0)^2 + 16(O_1 O_2)^2 + (O_0 O_2)^2} = 2,$$

$$\Delta_2 = 2\sqrt{(O_3 O_1)^2 + 16(O_2 O_3)^2 + (O_1 O_3)^2} = \frac{13}{8},$$

$$\Delta_3 = 2\sqrt{(O_3 O_2)^2 + 16(O_3 O_4)^2 + (O_2 O_4)^2} = \frac{1}{2}$$

respectively.

In the next Corollary, using the areas  $\Delta_n$ , the relationship between consecutive areas is given.

**Corollary 1.** The ratio of areas  $\Delta_n$  is as follows.

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{\Delta_{n+1}}{\Delta_n} = \alpha^2. \quad (15)$$

**Proof.** First, let us calculate the limit for the ratios of the areas  $\Delta_n$  and  $\Delta_{n+1}$ .

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{\Delta_{n+1}}{\Delta_n} = \lim_{n \rightarrow \infty} \sqrt{\frac{(O_{n+1} O_n)^2 + (O_{n+1} O_{n+2})^2 + (O_n O_{n+2})^2}{(O_n O_{n-1})^2 + (O_n O_{n+1})^2 + (O_{n-1} O_{n+1})^2}}$$

$$\begin{aligned}
&= \lim_{n \rightarrow \infty} \sqrt{\frac{(O_{n+1}O_n)^2 + \left(1 + \left(\frac{O_n O_{n+2}}{O_n O_{n+1}}\right)^2 + \left(\frac{O_{n+1} O_{n+2}}{O_n O_{n+1}}\right)^2\right)}{(O_n O_{n-1})^2 + \left(1 + \left(\frac{O_{n+1} O_{n-1}}{O_n O_{n-1}}\right)^2 + \left(\frac{O_n O_{n+1}}{O_n O_{n-1}}\right)^2\right)}} \\
&= \lim_{n \rightarrow \infty} \sqrt{\frac{O_{n+1}^2 \left(1 + \alpha^2 + \left(\frac{O_{n+2}}{O_n}\right)^2\right)}{O_{n-1}^2 \left(1 + \alpha^2 + \left(\frac{O_{n+1}}{O_{n-1}}\right)^2\right)}}.
\end{aligned}$$

Using by the recurrence relation, we get

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{\Delta_{n+1}}{\Delta_n} = \lim_{n \rightarrow \infty} \sqrt{\frac{O_{n+1}^2 \left(1 + \alpha^2 + \left(\frac{O_{n+1} - \frac{1}{4}}{O_n}\right)^2\right)}{O_{n-1}^2 \left(1 + \alpha^2 + \left(\frac{O_n - \frac{1}{4}}{O_{n-1}}\right)^2\right)}}.$$

The limit of consecutive terms of Oresme numbers is  $\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{O_{n+1}}{O_n} = \frac{1}{2} = \alpha$  and so, we define

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{\Delta_{n+1}}{\Delta_n} = \lim_{n \rightarrow \infty} \sqrt{\frac{O_{n+1}^2 \left(1 + \alpha^2 + \left(\alpha - \frac{1}{4}\right)^2\right)}{O_{n-1}^2 \left(1 + \alpha^2 + \left(\alpha - \frac{1}{4}\right)^2\right)}} = \alpha^2.$$

Thus, the proof is completed.

In the theorem below, we have calculated the four square equation using Oresme identities.

**Theorem 2.** The four square equation is

$$(O_n O_{n-1})^2 + 16(O_n O_{n+1})^2 + (O_{n-1} O_{n+1})^2 = (4O_n^2 + 4O_{n+1}^2 - 4O_n O_{n+1})^2. \quad (16)$$

**Proof.** Let us take  $w^2$  as  $w^2 = (-4O_n O_{n-1})^2 + (16O_n O_{n+1})^2 + (-4O_{n-1} O_{n+1})^2$ .

Then, we write

$$\begin{aligned}
w^2 &= 16(O_n O_{n-1})^2 + 256(O_n O_{n+1})^2 + 16(O_{n-1} O_{n+1})^2, \\
&= 16(O_n(4O_n - 4O_{n+1}))^2 + 256(O_n O_{n+1})^2 + 16(O_{n+1}(4O_n - 4O_{n+1}))^2, \\
&= 16(4O_n^2 - 4O_n O_{n+1})^2 + 256(O_n O_{n+1})^2 + 16(4O_n O_{n+1} - 4O_{n+1}^2)^2, \\
&= 256O_n^4 - 512O_n^3 O_{n+1} + 768(O_n O_{n+1})^2 - 512O_{n+1}^3 O_n + 256O_{n+1}^4, \\
&= 16(16O_n^4 + 16O_{n+1}^4 - 32O_{n+1}^3 O_n - 32O_n^3 O_{n+1} + 48(O_n O_{n+1})^2).
\end{aligned}$$

If the needed operations are completed, then we get

$$w^2 = 16(4O_n^2 + 4O_{n+1}^2 - 4O_n O_{n+1})^2.$$

That is  $w = 4(O_n^2 + O_{n+1}^2 - O_n O_{n+1})$ .

**Theorem 3.** The area formula of the shape formed by the points  $A, B, C$  is

$$\Delta_n = 32O_{n+1}^2 + 8O_n O_{n-1}. \quad (17)$$

**Proof.** Using the equality (16), we have

$$\Delta_n = 2 \left( 16(O_n^2 + O_{n+1}^2 - O_n O_{n+1}) \right),$$

$$\Delta_n = 32O_n^2 + 32O_{n+1}^2 - O_n O_{n+1},$$

By the aid the recurrence relation related of the Oresme numbers, we get

$$\Delta_n = 32 \left[ O_n^2 + \left( O_n - \frac{1}{4} O_{n-1} \right)^2 - O_n \left( O_n - \frac{1}{4} O_{n-1} \right) \right],$$

$$\Delta_n = 32 \left[ O_n^2 + O_n^2 - \frac{1}{2} O_n O_{n-1} + \frac{1}{16} O_{n-1}^2 - O_n^2 + \frac{1}{4} O_n O_{n-1} \right].$$

Using the equations (5) and (6), we write

$$\Delta_n = 32 \left[ \frac{3}{8} O_{2n-1} - \frac{1}{2} O_{2n+1} + O_n^2 - \frac{1}{2} O_{2n-1} + O_{n+1}^2 - \frac{1}{4} O_n O_{n-1} \right],$$

$$\Delta_n = 32 \left[ \left( O_n - \frac{1}{4} O_{n-1} \right)^2 + \frac{1}{2} O_n O_{n-1} \right],$$

$$\Delta_n = 32 O_{n+1}^2 + 16 O_n O_{n-1}.$$

Thus, the proof is completed.

Using the information obtained, the general solution of the four square equation was given. Moreover, for the equation  $U_n$ , if the generalized Fibonacci numbers are written instead of Oresme numbers in equation (16), a similar solution to this equation can be found.

**Theorem 4.** The four squares equation of generalized Fibonacci numbers is

$$(U_{n-1}U_{n-2})^2 + 16(U_nU_{n-1})^2 + (U_{n-2}U_n)^2 = (4U_{n-1}^2 + 4U_n^2 - 4U_{n-1}U_n)^2. \quad (18)$$

**Proof.** The proof of the theorem can be easily seen.

For  $m = 3, 4, \dots$ , the general  $m$ -squares equation can be represented by

$$x_1^2 + x_2^2 + x_3^2 + \dots + x_{m-1}^2 = x_m^2$$

The two squares equation is as follows.

**Theorem 5.** The two squares equation is

$$(16O_{n+1}^2 + 16O_n^2)^2 - 256O_{n+1}O_n(2O_{n+1}^2 + 2O_n^2 - O_{n+1}O_n) = (16O_n^2 - 4O_nO_{n-1})^2. \quad (19)$$

In the next section, we give some geometric properties of Oresme triangles.

## RESULTS AND DISCUSSION

In this section, some geometric results related to the  $ABC$  triangle are given.

**Definition 2.** The general solution of generalized Fibonacci triangles is

$$\frac{-2x}{U_{n-2}} + \frac{y}{2U_{n-1}} + \frac{z}{2U_n} = 1. \quad (20)$$

Where,  $A = \left(-\frac{1}{2}U_{n-2}, 0, 0\right)$ ,  $B = (0, 2U_{n-1}, 0)$  and  $C = (0, 0, 2U_n)$ .

Specifically, if we use the equation (7) in the last equation above, then the general solution is as follows.

$$\frac{-x}{O_{n-1}} + \frac{y}{4O_n} + \frac{z}{4O_{n+1}} = 1. \quad (21)$$

Where,  $A = (-O_{n-1}, 0, 0)$ ,  $B = (0, 4O_n, 0)$  and  $C = (0, 0, 4O_{n+1})$ .

Now, let's take the line PN as the normal line descending from the point  $U_n$  to the plane ABC. The length of this normal line is given in the next theorem.

**Theorem 6.** For the points  $U_n$ , we have

$$|PN| = \frac{U_{n-2}U_{n-1}U_n}{U_{n-1}^2 + U_n^2 - U_nU_{n-1}}. \quad (22)$$

**Proof.** Let  $(x_0, y_0, z_0) = \left(-\frac{1}{2}U_{n-2}, 2U_{n-1}, 2U_n\right)$ , where  $a = \frac{1}{-\frac{1}{2}U_{n-2}}$ ,  $b = \frac{1}{2U_{n-1}}$ ,  $c = \frac{1}{2U_n}$  and  $d = -1$ .

$$|PN| = \frac{|1+1+1-1|}{\sqrt{\left(\frac{-2}{U_{n-2}}\right)^2 + \left(\frac{1}{2U_{n-1}}\right)^2 + \left(\frac{1}{2U_n}\right)^2}} = \frac{2}{\sqrt{\frac{4}{U_{n-2}^2} + \frac{1}{4U_{n-1}^2} + \frac{1}{4U_n^2}}},$$

$$|PN| = \frac{8U_nU_{n-1}U_{n-2}}{2\sqrt{16(U_nU_{n-1})^2 + (U_nU_{n-2})^2 + (U_{n-1}U_{n-2})^2}}.$$

If we use the equation (18), then we get the following equation.

$$|PN| = \frac{U_{n-2}U_{n-1}U_n}{U_{n-1}^2 + U_n^2 - U_nU_{n-1}}.$$

Thus, the proof is completed.

In the next theorem, we give similar a result for the Oresme number sequence.

**Theorem 7.** For the points  $O_n$ , we have

$$|PN| = \frac{2O_{n-1}O_nO_{n+1}}{O_n^2+O_{n+1}^2-O_nO_{n+1}}. \tag{23}$$

**Proof.** Let us take the desired point as  $(x_0, y_0, z_0) = (-O_{n-1}, 4O_n, 4O_{n+1})$ ,

where  $a = \frac{-1}{O_{n-1}}$ ,  $b = \frac{1}{4O_n}$ ,  $c = \frac{1}{4O_{n+1}}$  and  $d = -1$ .

$$|PN| = \frac{|1+1+1-1|}{\sqrt{\left(\frac{-1}{O_{n-1}}\right)^2 + \left(\frac{1}{4O_n}\right)^2 + \left(\frac{1}{4O_{n+1}}\right)^2}} = \frac{2}{\sqrt{\frac{1}{O_{n-1}^2} + \frac{1}{16O_n^2} + \frac{1}{16O_{n+1}^2}}}$$

$$|PN| = \frac{32O_{n-1}O_nO_{n+1}}{\sqrt{256(O_nO_{n+1})^2 + 16(O_nO_{n-1})^2 + 16(O_{n+1}O_{n-1})^2}}.$$

If we substitute equation (19), then we get the following equation.

$$|PN| = \frac{2O_{n-1}O_nO_{n+1}}{O_n^2+O_{n+1}^2-O_nO_{n+1}}.$$

In the continuation of this section, we defined the angle between the  $n$ th Oresme and generalized Fibonacci triangles.

**Theorem 8.** The angle between the vectors  $O_n$  and  $U_n$  is

$$\cos \theta = 1. \tag{24}$$

**Proof.** For the  $n$ th generalized Fibonacci triangle we can write as

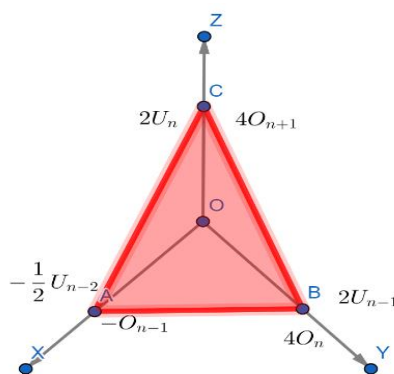
$$D_U = \frac{1}{4}U_{n-2}^2 + 4U_{n-1}^2 + 4U_{n-2}^2.$$

Similarly, for the Oresme triangles we write  $D_O = O_{n-1}^2 + 16O_n^2 + 16O_{n+1}^2$ . Then, we get.

$$\cos \theta = \frac{O_n U_n}{|D_O||D_U|},$$

$$\cos \theta = \frac{\frac{1}{2}O_{n-1}U_{n-2} + 8O_nU_{n-1} + 8O_{n+1}U_n}{\sqrt{\left(\frac{1}{4}U_{n-2}^2 + 4U_{n-1}^2 + 4U_{n-2}^2\right) \left(O_{n-1}^2 + 16O_n^2 + 16O_{n+1}^2\right)}}.$$

If we write the relation between the generalized Fibonacci sequence and the Oresme sequence and the Oresme sequence, then we get  $\cos \theta = 1$ . This case is shown in the following figure.



**Figure 2.** Oresme Triangle and Generalized Fibonacci Triangle

**Corollary 2.** For the areas of two consecutive Oresme triangles, we have

$$\Delta_{n+1} - \Delta_n = -O_n^2 \left(1 + \frac{7}{n}\right). \tag{25}$$

**Proof.** It can be easily seen by substituting the Binet formula for the Oresme numbers.

Let us define triangle O to use in the corollary below. One of the sides of the  $O$  triangle is the hypotenuse of a right triangle formed by two of the reference axes. Using the Pisagor theorem and Oresme identities, the following equations can be given. Where,  $a = -O_{n-1}$ ,  $b = 4O_n$  and  $c = 4O_{n+1}$ .

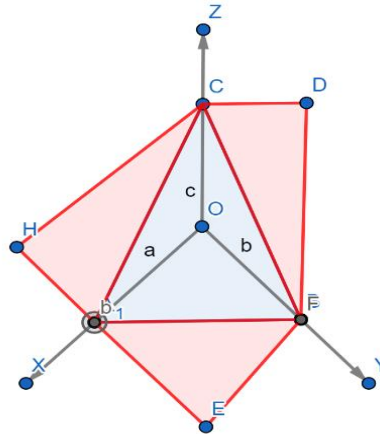


Figure 3. Right Triangle

**Corollary 3.** For the values  $|AB| = k = \sqrt{a^2 + b^2}$ ,  $|BC| = l = \sqrt{b^2 + c^2}$  ve  $|AC| = m = \sqrt{a^2 + c^2}$ , the following results are satisfied.

i)  $k = \sqrt{20O_n^2 - 2O_{2n-1}}$ . (26)

ii)  $l = \sqrt{20O_n^2 + 8O_{2n+1}}$ . (27)

iii)  $m = \sqrt{8O_n^2 - 4O_{2n-1} + 8O_{n-1}O_{n+1}}$ . (28)

The following equation is known as Heron's Formula for the areas  $\Delta_n$ . Now let us give this formula.

**Corollary 4.** The following equation is satisfied..

$$\Delta_n = \sqrt{s \left( s - \sqrt{20O_n^2 - 2O_{2n-1}} \right) \left( s - \sqrt{20O_n^2 + 8O_{2n+1}} \right) \left( s - \sqrt{8O_n^2 - 4O_{2n-1} + 8O_{n-1}O_{n+1}} \right)},$$

(29)

where  $s = \frac{u+v+w}{2}$ .

Let's consider the tetrahedron formed when we connect the corners of triangle  $O$  to the starting the point  $Q(0, 0, 0)$  and examine its volume.

**Theorem 9.** For the Oresme vectors, we have

$$V_n = Vol(T_n) = \frac{8}{3} O_{n+1} O_n O_{n-1}. \tag{30}$$

**Proof.** Let us calculate the equation  $V_n$ .

$$V_n = \frac{1}{6} \begin{vmatrix} 0 & 0 & 0 & 1 \\ -O_{n-1} & 0 & 0 & 1 \\ 0 & 4O_n & 0 & 1 \\ 0 & 0 & 4O_{n+1} & 1 \end{vmatrix},$$

$$V_n = \frac{8}{3} O_{n+1} O_n O_{n-1}.$$

Thus, the proof is completed.

**Corollary 4.** The limit and difference of the ratio of consecutive terms are as follows.

i)  $\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{V_{n+1}}{V_n} = \alpha^3$ . (31)

ii)  $V_{n+1} - V_n = \frac{1}{6} O_{n+1} O_n (6O_{n+1} - 5O_n)$ . (32)

Now, let us calculate the volume of the generalized Fibonacci sequence from the equality of the Oresme sequence and the generalized Fibonacci sequence.

**Theorem 10.** For the generalized Fibonacci vectors, we have

$$V_n = \text{Vol}(T_n) = \frac{1}{3} U_n U_{n-1} U_{n-2}. \quad (33)$$

**Proof.** The proof can be seen easily.

$$V_n = \frac{1}{6} \begin{vmatrix} 0 & 0 & 0 & 1 \\ -\frac{1}{2} U_{n-2} & 0 & 0 & 1 \\ 0 & 2U_{n-1} & 0 & 1 \\ 0 & 0 & 2U_n & 1 \end{vmatrix},$$

$$V_n = \text{Vol}(T_n) = \frac{1}{3} U_n U_{n-1} U_{n-2}.$$

**Corollary 5.** For the generalized Fibonacci numbers, the following equations are satisfied.

$$\text{i) } \lim_{n \rightarrow \infty} \frac{V_{n+1}}{V_n} = \alpha^3. \quad (34)$$

$$\text{ii) } V_{n+1} - V_n = \frac{1}{3} U_{n-1} U_n (U_n - U_{n-1}). \quad (35)$$

**Definition 3.** In general system of linear equations, for the Oresme sequence, when the initial values are  $x_1 = a$  and  $x_2 = b$ , the following vector can be defined.

$$\vec{O}_n = a, b, O_1 a + O_2 b, O_2 a + O_3 b, O_3 a + O_4 b, \dots, O_{n-2} a + O_{n-1} b, \dots \quad (36)$$

**Theorem 11.** For the generalized Oresme vectors, we have

$$l_i = \frac{a_i + \alpha b_i}{\sum_{j=1}^3 (a_j + \alpha b_j)^2}, \quad i = 1, 2, 3, \dots \quad (37)$$

**Proof.** For generalized Oresme vectors, the number L consisting of the limit values of consecutive terms is  $L = (l_1, l_2, l_3) = (a_1 + \alpha b_1, a_2 + \alpha b_2, a_3 + \alpha b_3)$ . Thus,

$$GO_n = (a_1, a_2, a_3) O_{n-2} + (b_1, b_2, b_3) O_{n-1} = (k_1, k_2, k_3).$$

can be written. If we use the knowledge of the equation of a line passing through two points then, then we write

$$\frac{x-x_1}{x_2-x_1} = \frac{y-y_1}{y_2-y_1} = \frac{z-z_1}{z_2-z_1}. \quad (38)$$

From the formula (38), we write

$$\frac{x-0}{k_1-0} = \frac{y-0}{k_2-0} = \frac{z-0}{k_3-0}, \quad \frac{x}{a_1 O_{n-2} + b_1 O_{n-1}} = \frac{y}{a_2 O_{n-2} + b_2 O_{n-1}} = \frac{z}{a_3 O_{n-2} + b_3 O_{n-1}}, \quad \frac{x}{a_1 + b_1 \frac{O_{n-1}}{O_{n-2}}} = \frac{y}{a_2 + b_2 \frac{O_{n-1}}{O_{n-2}}} = \frac{z}{a_3 + b_3 \frac{O_{n-1}}{O_{n-2}}}.$$

Then, we obtain that

$$\vec{QPN} = \frac{x}{a_1 + b_1 \frac{O_{n-1}}{O_{n-2}}} = \frac{y}{a_2 + b_2 \frac{O_{n-1}}{O_{n-2}}} = \frac{z}{a_3 + b_3 \frac{O_{n-1}}{O_{n-2}}}.$$

In the case  $n \rightarrow \infty$ ,  $\frac{O_{n-1}}{O_{n-2}} \rightarrow \frac{1}{2} = \alpha$  is obtained. Then, the desired formula is

$$(l_1, l_2, l_3) = \frac{(a_1 O_{n-2} + b_1 O_{n-1}, a_2 O_{n-2} + b_2 O_{n-1}, a_3 O_{n-2} + b_3 O_{n-1})}{\sqrt{(a_1 O_{n-2} + b_1 O_{n-1})^2 + (a_2 O_{n-2} + b_2 O_{n-1})^2 + (a_3 O_{n-2} + b_3 O_{n-1})^2}} \quad (39)$$

## CONCLUSION

In this study, we give a geometric interpretation for Oresme sequences. For this purpose, we defined the  $n$ th vector related with the Oresme sequence and its the formulas area, volume. Moreover,

we obtain the general solution of the four-squares equation involving Oresme vectors. We also obtain an important relationship between the Oresme sequence and the generalized Fibonacci sequence.

### ACKNOWLEDGEMENTS

This work was supported by Scientific Research Projects (BAP) Coordination Unit of Pamukkale University. Project No. 2023FEBE002

### Conflict of Interest

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

### Author's Contributions

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

### REFERENCES

- Atanassov K., 2002. New visual perspectives on Fibonacci numbers. World Scientific.
- Cetinberk K., Yuce, S., 2020. On Fibonacci Vectors. Hagia Sophia Journal of Geometry, 2(2), 12-25.
- Cook C. K., 2004. Some sums related to sums of Oresme numbers. In Applications of Fibonacci
- Halici S., Gur Z., 2023. On Some Derivatives of  $k$ - Oresme Polynomials. Bulletin of The International Mathematical Virtual Institute, 13(1), 41-50.
- Halici S., Gur Z., Sayin E., 2022.  $k$ - Oresme Polynomials and Their Derivatives, Third International Conference on Mathematics and Its Applications in Science and Engineering, Bucharest, Romania, 4-7 July.
- Hilton P., Pedersen J., 1994. A note on a geometrical property of Fibonacci numbers, The Fibonacci Quarterly, 32, 386-388.
- Horadam A. F., 1965. Basic properties of a certain generalized sequence of numbers, The Fibonacci Quarterly 3(3), 161–176.
- Horadam A. F., 1974. Oresme Numbers, The Fibonacci Quarterly 12(3), 267– 271.
- Kızılates C., 2021. New families of Horadam numbers associated with finite operators and their applications. Mathematical Methods in the Applied Sciences, 44(18), 14371-14381.
- Munarini E., 1997. A combinatorial interpretation of the generalized Fibonacci numbers. Advances in Applied Mathematics, 19(3), 306-318.
- Numbers and Their Applications , 87-99.
- Numbers: Volume 9: Proceedings of The Tenth International Research Conference on Fibonacci
- Oresme N., 1961. Quaestiones super geometriam Euclidis, ed. by HLL Busard, 2 Vols.
- Salter E., 2005. Fibonacci Vectors. Graduate Theses and Dissertations, University of South Florida, USA.

**Atıf İçin:** Durmaz, M. E. (2024). Singüler Pertürbe Özellikli Fredholm İntegro Diferansiyel Denklemi için Katman Davranışının Analizi. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1301-1309.

**To Cite:** Durmaz, M. E. (2024). Analysis of the Layer Behavior for the Singularly Perturbed Fredholm Integro Differential Equation. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1301-1309.

## Singüler Pertürbe Özellikli Fredholm İntegro Diferansiyel Denkleminin Katman Davranışının İncelenmesi

Muhammet Enes DURMAZ

### **Öne Çıkanlar:**

- Singüler pertürbe özellikli Fredholm integro diferansiyel denklemde katman davranışının analizi,
- Singüler pertürbe özellikli bir problemin katman analizi,
- İntegro diferansiyel denklem

### **ÖZET:**

Çalışma, ikinci mertebeden lineer singüler pertürbe özellikli Fredholm integro diferansiyel denklemini ele almaktadır. Bu tür problemlerin niteliksel analizi, çözümün sınır katmanlarındaki davranışının hızlı değişmesi nedeniyle oldukça zordur. Bu çalışmada sınır katmanlı Fredholm integro diferansiyel denkleminin çözümü ve çözümün birinci ve ikinci türevleri için asimptotik değerlendirmeler sunulmuştur. Elde edilen değerlendirmeler, matematiksel modelleme ve analizde uygun yaklaşık yöntemlerin geliştirilmesine ve değerlendirilmesine katkı sağlaması açısından önem taşımaktadır. Ayrıca sunulan örnek, teorik sonuçların geçerliliğine ve değerlendirmelerin doğruluğuna destek sağlamaktadır.

### **Anahtar Kelimeler:**

- Asimptotik değerlendirme,
- Sınır katmanı,
- Singüler pertürbasyon

## Survey of the Layer Behaviour of the Singularly Perturbed Fredholm Integro-Differential Equation

### **Highlights:**

- Analyzing of the layer behavior in a singularly perturbed Fredholm integro differential equation,
- A layer analysis of a singularly perturbed problem,
- Integro differential equation

### **ABSTRACT:**

The work handles a second order linear singularly perturbed Fredholm integro differential equation. The qualitative analysis of such problems is quite difficult due to the rapid change in behavior of the solution within the boundary layer. In this study, asymptotic estimates for the solution and its first and second derivatives of the Fredholm integro differential equation with a boundary layer have been presented. The obtained estimates have significance in their contribution to the development and evaluation of appropriate approximate methods in mathematical modeling and analysis. Furthermore, the presented example provides support for the validity of the theoretical results and the accuracy of the estimates.

### **Keywords:**

- Asymptotic estimate,
- Boundary layer,
- Singular perturbation

<sup>1</sup> Muhammet Enes DURMAZ ([Orcid ID: 0000-0002-6216-1032](https://orcid.org/0000-0002-6216-1032)), Digital Transformation Office, Kırklareli University, Kırklareli, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Muhammet Enes DURMAZ, e-mail: menesdurmaz025@gmail.com



## INTRODUCTION

When the largest derivative term in a differential equation (DE) is multiplied by a tiny parameter  $\varepsilon \in (0,1]$ , this parameter is called to be a singular perturbation parameter and the DE is called as a singularly perturbed differential equation (SPDE). Due to the presence of the perturbation parameter, layers appear at the boundaries, which are called as boundary layers. SPDEs express a wide variety of mathematical models, ranging from mathematical engineering to problems in chemical reactions, fluid dynamics, heat transfer, population dynamics, control theory, biology, aerodynamics, electrical networks and neuroscience. Further information on SPDEs can be found in the publications (Nayfeh, 1993; Kevorkian & Cole, 1981) and their references. Due to the behaviour of the boundary layer of the solution, the numerical analysis of SPDEs has always been a challenge. Such problems exhibit rapid changes in thin layers at the interior or boundary of the problem domain (Schmisser & Weiss, 1986; O'Malley, 1991; Miller et al., 2012). Standard numerical methods for solving these types of problems are widely accepted to be unsteady and fail to give accurate results when the  $\varepsilon$ -parameter is small. For this reason, it is crucial to develop suitable numerical techniques that converge uniformly with respect to the  $\varepsilon$ -parameter. A number of approaches to the numerical solution of these forms of differential equations are covered in the literature (Farrell et al., 2000; Reddy & Chakravarthy, 2004; Roos et al., 2008; Kadalbajoo & Gupta, 2010; El-Zahar, 2020).

In mathematics, physics and engineering, there are sometimes problems that cannot be expressed by a single equation. Therefore, such problems can be expressed as integral, differential or integro-differential equations, which contain more than one unknown function.

This study will focus on the Fredholm integro-differential equation (FIDE). FIDEs can be encountered in a wide range of mathematical applications and scientific fields, including electromagnetic theory, fluid mechanics, oceanography, plasma physics, biology, artificial neural networks and financial mathematical processes (see, for example, (Abdulghani et al., 2019; Hamoud & Ghadle, 2019)). As a result, a considerable number of researchers have devoted their attention to the study of FIDEs over the years. Because exact solutions to these types of problems are difficult to obtain, researchers use appropriate analytical techniques. Some of the methods include reproducing kernel Hilbert space method (Arqub et al., 2013), Tau method (Hosseini & Shahmorad, 2003), Nyström method (Tair et al., 2021), Touchard polynomials method (Abdullah, 2021), Boole Collocation method (Dag & Bicer, 2020), Galerkin method (Chen et al., 2020), Collocation and Kantorovich methods (Tair et al. 2022), variational iteration technique (Hamoud & Ghadle, 2019), Legendre collocation matrix method (Yalcinbas et al., 2009) and parameterization method (Dzhumabaev et al., 2020).

In addition, some existence and uniqueness of the solution for both SPDEs and FIDEs are discussed in (Vougalter & Volpert, 2018; Lin et al., 2020). In (Amiraliyev et al., 2020; Amiraliyev et al., 2021) the authors have discussed an asymptotic approach for singularly perturbed Fredholm integro-differential equations (SPFIDEs). Furthermore, some numerical perspectives of these types of problems with a small term are considered in (Durmaz et al., 2022a; Durmaz et al., 2022b; Amirali et al., 2023; Panda et al., 2024). In (Cimen & Cakir, 2021) it is shown for the linear SPFIDE that the difference scheme constructed using interpolating quadrature rules converges uniformly with respect to the perturbation parameter. In research on the initial value problem for nonlinear SPFIDE, the authors proved uniform convergence with respect to the  $\varepsilon$ -parameter for a new difference scheme (Cakir et al., 2022). In (Cakir & Cimen, 2023), for the singularly perturbed second order Volterra

integro-differential equation, it was shown that the difference scheme is uniformly convergent in the first order with respect to the perturbation parameter.

In the present paper, we provide the asymptotic estimates for the solution of (2.1)-(2.2) and its first and second derivatives. The results obtained are very important for the analysis of suitable approximation methods. To support the predicted theory, an example is given.

This study is presented in the following format: Section 1 presents the introduction, Section 2 evaluates the main findings and Section 3 illustrates the theoretical results with an example.

**MATERIALS AND METHODS**

In this paper, the following SPFIDE is being analyzed:

$$Lu := \varepsilon v''(\eta) + a(\eta)v'(\eta) - b(\eta)v(\eta) + \lambda \int_0^\ell M(\eta, \gamma)v(\gamma) d\gamma = f(\eta), \quad 0 < \eta < \ell, \tag{1}$$

$$v(0) = A, \quad v(\ell) = B, \tag{2}$$

where  $0 < \varepsilon \ll 1$  is a perturbation and  $\lambda$  is a real parameter. A and B are given invariables. We presume that  $M(\eta, \gamma) ((\eta, \gamma) \in [0, \ell] \times [0, \ell])$ ,  $f(\eta)$ ,  $a(\eta) \geq \alpha > 0$ ,  $b(\eta) \geq 0$ , ( $\eta \in [0, \ell]$ ) are the sufficiently smooth functions satisfying certain regularity conditions to be specified. The solution  $v(\eta)$  of (1)-(2) has in general boundary layer near  $\eta = 0$ . We denote the maximum norm of any continuous function  $q(\eta)$  on the interval by  $\|q\|_\infty$ .

**Definition 1. (Maximum Principle)** Assume that  $u(0) \geq 0$  and  $u(\ell) \geq 0$ . Then  $Lu(\eta) \geq 0$ ,  $0 < \eta < \ell$ , implies that  $u(\eta) \geq 0$ , for all  $0 < \eta < \ell$ .

**Lemma 1.** For any  $u(\eta)$  function, let  $u(\eta) \in C[0, \ell] \cap C^2(0, \ell)$ . Then the following estimate is true.

$$|u(\eta)| \leq |u(0)| + |u(\ell)| + \alpha^{-1} \max_{1 \leq i \leq N} |Lu(\eta)|, \quad 0 \leq \eta \leq \ell.$$

**Proof.** Let us define the  $\Upsilon(\eta)$  function as follows:

$$\Upsilon(\eta) = \pm u(\eta) + |u(0)| + |u(\ell)| + \alpha^{-1} \max_{1 \leq i \leq N} |Lu(\eta)|, \quad 0 \leq \eta \leq \ell.$$

Then the following inequalities are satisfied

$$\Upsilon(0) \geq 0, \quad \Upsilon(\ell) \geq 0$$

and

$$L\Upsilon(\eta) \geq 0.$$

The maximum principle gives  $\Upsilon(\eta) \geq 0$ , for all  $0 < \eta < \ell$  and so inequality Lemma 1 holds.

**RESULTS AND DISCUSSION**

In this section, we give a priori bounds on the solution and its derivatives for the given problem (1)-(2).

**Theorem 1.** Assume that  $a, b, f \in C^1[0, \ell]$  and  $\frac{\partial^s M}{\partial \eta^s} \in C[0, \ell]^2$ , ( $s = 0, 1$ ). Moreover

$$\lambda < \frac{\alpha \ell^{-1}}{\max_{0 \leq \eta \leq \ell} \int_0^\ell |M(\eta, \gamma)| d\gamma}. \tag{3}$$

The solution  $v(\eta)$  of the problem (1)-(2) satisfies the bounds

$$\|v\|_\infty \leq C, \tag{4}$$

$$|v^{(\tau)}(\eta)| \leq C \left\{ 1 + \frac{1}{\varepsilon^\tau} e^{-\frac{\alpha \eta}{\varepsilon}} \right\}, \quad \eta \in [0, \ell], \quad \tau = 1, 2. \tag{5}$$

**Proof.** First we show the validity of (1). By virtue of  $a, f \in C^1[0, \ell]$  and  $\frac{\partial^s M}{\partial \eta^s} \in C[0, \ell]^2$ , according to maximum principle from (1)-(2) we have

$$\begin{aligned} \|v\|_\infty &\leq |A| + |B| + \alpha^{-1} \ell \|f\|_\infty + \alpha^{-1} \ell |\lambda| \max_{0 \leq \eta \leq \ell} \int_0^\ell |M(\eta, \gamma)| |v(\gamma)| d\gamma \\ &\leq |A| + |B| + \alpha^{-1} \ell \|f\|_\infty + \alpha^{-1} \ell |\lambda| \max_{0 \leq \eta \leq \ell} \int_0^\ell |M(\eta, \gamma)| d\gamma \|v\|_\infty. \end{aligned}$$

So, we obtain

$$\begin{aligned} \|v\|_\infty &\leq \frac{|A| + |B| + \alpha^{-1} \ell \|f\|_\infty}{1 - \alpha^{-1} \ell |\lambda| \max_{0 \leq \eta \leq \ell} \int_0^\ell |M(\eta, \gamma)| d\gamma} \\ &\leq C. \end{aligned}$$

Thus, taking into account (3), the correctness of the expression (4) has shown. Now, we show the proof of (5). We can rewrite the problem (1)-(2) as

$$\varepsilon v''(\eta) + a(\eta)v'(\eta) = F(\eta), \tag{6}$$

where

$$F(\eta) = f(\eta) + b(\eta)u(\eta) - \lambda \int_0^\ell M(\eta, \gamma)u(\gamma) d\gamma.$$

Taking into account (4) evidently we get relation

$$\begin{aligned} |F(\eta)| &\leq \left| f(\eta) + b(\eta)v(\eta) - \lambda \int_0^\ell M(\eta, \gamma)v(\gamma) d\gamma \right| \\ &\leq |f(\eta)| + |b(\eta)v(\eta)| + |\lambda| \int_0^\ell |M(\eta, \gamma)| |v(\gamma)| d\gamma \\ &\leq C. \end{aligned}$$

From the equation (6), we can write

$$v'(\eta) = v'(0) e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta a(\gamma) d\gamma} + \frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta F(\zeta) e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_\zeta^\eta a(\gamma) d\gamma} d\zeta. \tag{7}$$

We need an estimate in (7) for  $v'(0)$ . For this reason, integrating this equality over  $(0, \ell)$ , we have

$$v(\ell) - v(0) = v'(0) \int_0^\ell e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta a(\gamma) d\gamma} d\eta + \frac{1}{\varepsilon} \int_0^\ell \int_0^\eta F(\zeta) e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_\zeta^\eta a(\gamma) d\gamma} d\zeta d\eta,$$

$$B - A = v'(0) \int_0^\ell e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta a(\gamma) d\gamma} d\eta + \frac{1}{\varepsilon} \int_0^\ell \int_0^\eta F(\zeta) e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_\zeta^\eta a(\gamma) d\gamma} d\zeta d\eta.$$

Rearranging this equality we obtain

$$v'(0) = \frac{B - A - \frac{1}{\varepsilon} \int_0^\ell \int_0^\eta F(\zeta) e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_\zeta^\eta a(\gamma) d\gamma} d\zeta d\eta}{\int_0^\ell e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta a(\gamma) d\gamma} d\eta}. \tag{8}$$

For integral in the denominator, we acquire

$$\begin{aligned} \int_0^\ell e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta a(\gamma) d\gamma} d\eta &\geq \int_0^\ell e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta \tilde{a}(\gamma) d\gamma} d\eta \\ &= \int_0^\ell e^{-\frac{\tilde{a}\eta}{\varepsilon}} d\eta \\ &= \frac{\varepsilon}{\tilde{a}} \left( 1 - e^{-\frac{\tilde{a}\ell}{\varepsilon}} \right) \\ &\equiv c_1 \varepsilon, \end{aligned} \tag{9}$$

where is  $\tilde{a} = \max_{\eta \in (0,1]} a(\eta)$ . Applying the mean value theorem to integral term in the numerator in (8), we

get

$$\begin{aligned} \left| \frac{1}{\varepsilon} \int_0^\ell \int_0^\eta F(\zeta) e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_\zeta^\eta a(\gamma) d\gamma} d\zeta d\eta \right| &\leq \frac{1}{\varepsilon} \int_0^\ell \int_0^\eta |F(\zeta)| e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_\zeta^\eta a(\gamma) d\gamma} d\zeta d\eta \\ &\leq \frac{\|F\|_\infty}{\varepsilon} \int_0^\ell \int_0^\eta e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_\zeta^\eta a(\gamma) d\gamma} d\zeta d\eta \\ &\leq \frac{\|F\|_\infty}{\varepsilon} \int_0^\ell \int_0^\eta e^{-\frac{\alpha(\eta-\zeta)}{\varepsilon}} d\zeta d\eta \\ &= \frac{\|F\|_\infty}{\varepsilon} \frac{\varepsilon}{\alpha} \int_0^\ell \left( 1 - e^{-\frac{\alpha\eta}{\varepsilon}} \right) d\eta \\ &\leq \frac{\|F\|_\infty \ell}{\alpha} \\ &\equiv c_2. \end{aligned} \tag{10}$$

By considering the estimates (9) and (10) in (8), we can write

$$\begin{aligned}
 |v'(0)| &\leq \frac{|A|+|B|+\frac{1}{\varepsilon} \int_0^\ell \int_0^\eta |F(\zeta)| e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_\zeta^\eta a(\gamma) d\gamma} d\zeta d\eta}{\int_0^\ell e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta a(\gamma) d\gamma} d\eta} \\
 &\leq \frac{|A|+|B|+c_2}{c_1} \\
 &\equiv \frac{C_1}{\varepsilon}.
 \end{aligned}$$

By taking the absolute value in (7), we get

$$\begin{aligned}
 |v'(\eta)| &\leq |v'(0)| e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta a(\gamma) d\gamma} + \frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta |F(\zeta)| e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_\zeta^\eta a(\gamma) d\gamma} d\zeta \\
 &\leq \frac{C_1}{\varepsilon} e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta a(\gamma) d\gamma} + \frac{1}{\varepsilon} \|F\|_\infty \int_0^\eta e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_\zeta^\eta a(\gamma) d\gamma} d\zeta \\
 &= \frac{C_1}{\varepsilon} e^{-\frac{\alpha\eta}{\varepsilon}} + \frac{\|F\|_\infty}{\alpha} \\
 &\leq C \left( 1 + \frac{1}{\varepsilon} e^{-\frac{\alpha\eta}{\varepsilon}} \right)
 \end{aligned}$$

which reach at the proof of (5) for  $\tau = 1$ .

Now, to obtain (5) estimation for  $\tau = 2$ , differentiating (1) we get

$$\varepsilon v'''(\eta) + a(\eta)v''(\eta) = \Psi(\eta), \tag{11}$$

where

$$\Psi(\eta) = f'(\eta) + b'(\eta)v(\eta) + b(\eta)v'(\eta) - a'(\eta)v'(\eta) - \lambda \int_0^\ell \frac{\partial}{\partial \eta} M(\eta, \gamma)v(\gamma) d\gamma.$$

It is obvious that

$$|\Psi(\eta)| \leq C \left( 1 + \frac{1}{\varepsilon} e^{-\frac{\alpha\eta}{\varepsilon}} \right).$$

From the relation (11), we get

$$v''(\eta) = v''(0) e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta a(\gamma) d\gamma} + \frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta \Psi(\zeta) e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_\zeta^\eta a(\gamma) d\gamma} d\zeta. \tag{12}$$

We need an estimate in (12) for  $v''(0)$ . From (1) we have

$$\begin{aligned}
 |v''(0)| &= \frac{1}{\varepsilon} \left| f(0) + b(0)v(0) - a(0)v'(0) - \lambda \int_0^\ell M(0, \gamma)v(\gamma) d\gamma \right| \\
 &\leq \frac{C_1}{\varepsilon^2}.
 \end{aligned}$$

Taking the absolute value in (12), we get

$$|v''(\eta)| \leq |v''(0)| e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta a(\gamma) d\gamma} + \frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta |\Psi(\zeta)| e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_\zeta^\eta a(\gamma) d\gamma} d\zeta$$

$$\leq \frac{C_1}{\varepsilon^2} e^{-\frac{1}{\varepsilon} \int_0^\eta a d\gamma} + \frac{C_1}{\varepsilon} \int_0^\eta \left(1 + \frac{1}{\varepsilon} e^{-\frac{\alpha\zeta}{\varepsilon}}\right) e^{-\frac{\alpha(\eta-\zeta)}{\varepsilon}} d\zeta.$$

Therefore, we obtain

$$|v''(\eta)| \leq \frac{C_1}{\varepsilon^2} e^{-\frac{\alpha\eta}{\varepsilon}} + C_1 \alpha^{-1} \left(1 - e^{-\frac{\alpha\eta}{\varepsilon}}\right) + \frac{C_1}{\varepsilon^2} \int_0^\eta e^{-\frac{\alpha\eta}{\varepsilon}} d\zeta$$

$$\leq C_1 \left(1 + \frac{1}{\varepsilon^2} e^{-\frac{\alpha\eta}{\varepsilon}}\right) + \frac{C_1 \eta}{\varepsilon^2} e^{-\frac{\alpha\eta}{\varepsilon}},$$

which proves (5) for  $\tau = 2$ .

**Example 1.** We contemplate the special problem with

$$\varepsilon v''(\eta) + v'(\eta) - (1 + 2\eta)v(\eta) + \frac{1}{2} \int_0^1 \eta v(\gamma) d\gamma = \delta_1 \eta, \quad 0 < \eta < 1,$$

$$A = 0, \quad B = 1 + \delta_1,$$

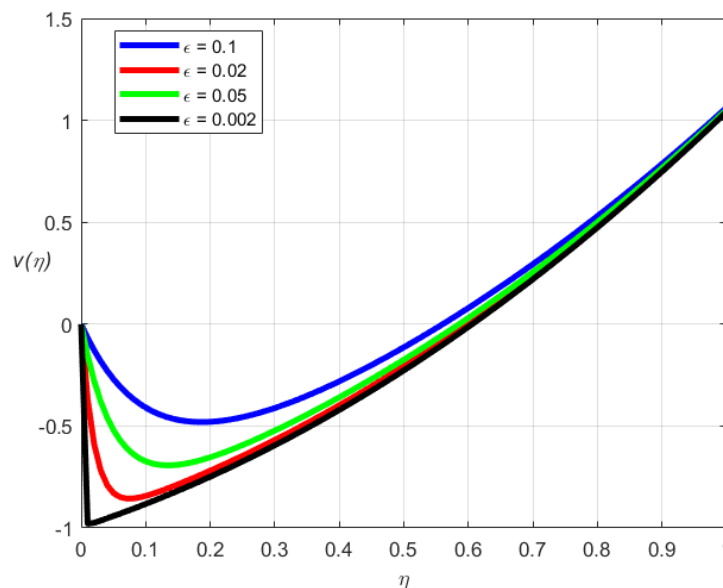
where

$$\delta_1 = \varepsilon^2 \left(\frac{1}{2} - \varepsilon\right) + \frac{1}{6} \left(\varepsilon + \frac{1}{4}\right) + \frac{\varepsilon^2 - \frac{1}{4}}{e^\varepsilon - 1}.$$

The exact solution is given by

$$v(\eta) = \eta^2 + \eta - 2\eta\varepsilon + \frac{(2\varepsilon - 1) \left(1 - e^{-\frac{\eta}{\varepsilon}}\right)}{1 - e^{-\frac{1}{\varepsilon}}} + \delta_1 \eta$$

which is in agreement with the theoretical bounds described above. Below is the graph of the exact solution for  $\varepsilon = 0.1, 0.05, 0.02, 0.002$  values.



**Figure 1.** Solution of example for different values  $\varepsilon$

## CONCLUSION

In this work, a boundary value problem for FIDEs with a boundary layer has been taken considered. It has been determined how the solution behaves in the boundary layer and how its first and second derivatives behave. These estimates are important because they contribute to the development and evaluation of appropriate approximation methods in mathematical modelling and analysis. By understanding the details of the behaviour of the solution and its derivatives, researchers can design more accurate and efficient numerical methods to solve similar problems in applied mathematics. An example is given that is consistent with the theoretical analysis and demonstrates the practical applicability of the theoretical results. Future work could extend these results to more complex systems and explore the effect of different types of boundary conditions on the solution and its derivatives.

## Conflict of Interest

The author of the article declares that he has no conflict of interest.

## REFERENCES

- Abdulghani, M., Hamoud, A., & Ghandle, K., (2019). The effective modification of some analytical techniques for Fredholm integro-differential equations. *Bulletin of the International Mathematical Virtual Institute*, 9, 345-353.
- Abdullah, J. T., (2021). Numerical solution for linear Fredholm integro-differential equation using Touchard polynomials. *Baghdad Science Journal*, 18(2), 330-337.
- Amirali, I., Durmaz, M. E., Acar, H., & Amiraliyev G. M., (2023). First-order numerical method for the singularly perturbed nonlinear Fredholm integro-differential equation with integral boundary condition. *Journal of Physics: Conference Series*, 2514, 012003.
- Amiraliyev, G. M., Durmaz, M. E., & Kudu, M., (2020). Fitted second order numerical method for a singularly perturbed Fredholm integro-differential equation. *Bulletin of the Belgian Mathematical Society - Simon Stevin*, 271, 71-88.
- Amiraliyev, G. M., Durmaz, M. E., & Kudu, M., (2021). A numerical method for a second order singularly perturbed Fredholm integro-differential equation. *Miskolc Mathematical Notes*, 221, 37-48.
- Arqub, O. A., Al-Smadi, M., & Shawagfeh, N., (2013). Solving Fredholm integro-differential equations using reproducing kernel Hilbert space method. *Applied Mathematics and Computation*, 219(17), 8938-8948.
- Cakir, M., Ekinici, Y., & Cimen, E., (2022), A numerical approach for solving nonlinear Fredholm integro-differential equation with boundary layer. *Computational and Applied Mathematics*, 41, 259.
- Cakir, M., & Cimen, E., (2023), A Novel Uniform Numerical Approach to Solve a Singularly Perturbed Volterra Integro-Differential Equation. *Computational Mathematics and Mathematical Physics*, 63, 1800-1816.
- Chen, J., He, M., & Huang, Y., (2020), A fast multiscale Galerkin method for solving second order linear Fredholm integro-differential equation with Dirichlet boundary conditions. *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 364, 112352.
- Cimen, E., & Cakir, M., (2021), A uniform numerical method for solving singularly perturbed Fredholm integro-differential problem. *Computational and Applied Mathematics*, 40, 42.
- Dag, H. G., & Bicer, K. E., (2020). Boole collocation method based on residual correction for solving linear Fredholm integro-differential equation. *Journal of Science and Arts*, 3(52), 597-610.

- Durmaz, M. E., Amiraliyev, G., & Kudu, M., (2022). Numerical solution of a singularly perturbed Fredholm integro differential equation with Robin boundary condition. *Turkish Journal of Mathematics*, 46(1), 207-224.
- Durmaz, M. E., Çakır, M., & Amirali, G., (2022). Parameter uniform second-order numerical approximation for the integro-differential equations involving boundary layers. *Communications Faculty of Sciences University of Ankara Series A1 Mathematics and Statistics*, 71(4), 954-967.
- Dzhumabaev, D. S., Nazarova, K. Z., & Uteshova, R. E., (2020). A modification of the parameterization method for a linear boundary value problem for a Fredholm integro-differential equation. *Lobachevskii Journal of Mathematics*, 41, 1791-1800.
- El-Zahar, E. R., (2020). Approximate analytical solution of singularly perturbed boundary value problems in MAPLE. *AIMS Mathematics*, 53, 2272-2284.
- Farrell, P. A., Hegarty, A. F., Miller, J. J. H., O’Riordan, E., & Shishkin, G. I., (2000). Robust computational techniques for boundary layers. *Chapman Hall/CRC, New York*.
- Hosseini, S. M., & Shahmorad, S., (2003). Tau numerical solution of Fredholm integro-differential equations with arbitrary polynomial bases. *Applied Mathematical Modelling*, 27(2), 145-154.
- Hamoud, A. A., & Ghadle, K. P., (2019). Usage of the variational iteration technique for solving Fredholm integro-differential equations. *Journal of Applied and Computational Mechanics*, 50(2), 303-307.
- Kadalbajoo, M. K., & Gupta, V., (2010). A brief survey on numerical methods for solving singularly perturbed problems. *Applied Mathematics and Computation*, 217, 3641-3716.
- Kevorkian, J., & Cole, J. D., (1981). Perturbation methods in applied mathematics. *Springer, New York*.
- Lin, X., Liu, J., & Wang, C., (2020). The existence, uniqueness and asymptotic estimates of solutions for third-order full nonlinear singularly perturbed vector boundary value problems. *Boundary Value Problems*, 14.
- Miller, J. J., O’Riordan, H. E., & Shishkin, G. I., (2012). Fitted numerical methods for singular perturbation problems. *Rev. Ed., World Scientific, Singapore*.
- Nayfeh, A. H., (1993). Introduction to perturbation techniques. Wiley, New York
- O’Malley, R. E., (1991). Singular perturbations methods for ordinary differential equations. *Applied Mathematical Sciences*, 89, Springer-Verlag, New York.
- Panda, A., Mohapatra, J., Amirali, I., Durmaz, M. E., Amiraliyev, G. M., (2024). A numerical technique for solving nonlinear singularly perturbed Fredholm integro-differential equations. *Mathematics and Computers in Simulation*, 220, 618-629.
- Reddy, Y. N., & Chakravarthy, P. P., (2004). An initial-value approach for solving singularly perturbed two-point boundary value problems. *Applied Mathematics and Computation*, 1551, 95-110.
- Roos, H. G., Stynes, M., & Tobiska, L., (2008). Robust numerical methods for singularly perturbed differential equations. *Springer-Verlag, Berlin Heidelberg*.
- Schmisser, C., & Weiss, R., (1986). Asymptotic analysis of singularly perturbed boundary value problems. *SIAM Journal on Mathematical Analysis*, 17, 560-579.
- Tair, B., Guebbai, H., Segni, S., & Ghiat, M., (2022). An approximation solution of linear Fredholm integro-differential equation using Collocation and Kantorovich methods. *Journal of Applied Mathematics and Computing*, 68, 3505-3525.
- Tair, B., Guebbai, H., Segni, S., & Ghiat, M., (2021). Solving linear Fredholm integro-differential equation by Nyström method. *Journal of Applied Mathematics and Computational Mechanics*, 20(3), 53-64.
- Vougalter, V., & Volpert, V., (2018). On the existence in the sense of sequences of stationary solutions for some systems of non-Fredholm integro-differential equations. *Mediterranean Journal of Mathematics*, 15(5), 205.
- Yalcinbas, S., Sezer, M., & Sorkun, H. H., (2009). Legendre polynomial solutions of high-order linear Fredholm integro-differential equations. *Applied Mathematics and Computation*, 210(2), 334-349.



**Atf İçin:** Ulutaş, E. ve Taşdemir, M. (2024). Polipropilenin Mekanik Özelliklerine Muz ve Pirinç Kabuğu Tozlarının Etkilerinin İncelenmesi. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1310-1319.

**To Cite:** Ulutaş, E. & Taşdemir, M. (2024). Investigation of the Effects of Banana and Rice Husk Powders on the Mechanical Properties of Polypropylene. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1310-1319.

## **Polipropilenin Mekanik Özelliklerine Muz ve Pirinç Kabuğu Tozlarının Etkilerinin İncelenmesi**

Elif ULUTAŞ<sup>1\*</sup>, Münir TAŞDEMİR<sup>1</sup>

### **Öne Çıkanlar:**

- Doğal katkı içeren kompozitler ekstrüzyonda hazırlandı.
- Takviye oranının mekanik özelliklere etkisi incelendi.
- MK/PK tozlarının matris içerisindeki davranışı mikroyapı analizi ile incelendi.

### **Anahtar Kelimeler:**

- Polipropilen
- Kompozit
- Muz kabuğu
- Pirinç kabuğu
- Mekanik özellikler

### **ÖZET:**

Üretimde doğal malzemelerin kullanımına büyük ilgi vardır ve bu durum ekolojik kaygılardan kaynaklanmaktadır. Atık değerlendirme ve iyi ekonomik getirilerin sağlanması, doğal kompozitlerin geliştirilmesindeki iki temel dayanaktır. Doğal dolgu malzemelerinin biyolojik olarak parçalanabilirliği, doğal elyaf takviyeli kompozitlerde kullanımlarının genişletilmesindeki faktörlerden biridir. Tasarım ve inşaat endüstrilerinin yanı sıra otomotiv, havacılık ve denizcilik gibi farklı uygulamalarda etkin bir şekilde kullanılan doğal katkılı kompozitler, malzemeye geliştirilmiş mekanik ve tribolojik özellikler sunmaktadır. Doğal katkıların polimer üzerindeki mekanik etkilerin incelendiği çalışmada atık muz kabuğu tozu ve pirinç kabuğu tozu polipropilen içerisine farklı konsantrasyonlarda ilave edilmiştir. Kompoziti oluşturan bileşenlerin eriyik olarak karıştırılmasının ardından enjeksiyonda kalıplama yapılmıştır. Mekanik özelliklerin belirlenmesi amacıyla çekme, sertlik, Izod darbe mukavemeti, yoğunluk testleri yapılmış olup kompozitlerin mikroyapı incelemesi taramalı elektron mikroskopu ile gerçekleştirilmiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda polimere doğal katkı eklenmesi darbe özelliğinin, uzama miktarının ve kopma mukavemetinin bozulmasına neden olmuştur. Bunun yanı sıra takviye oranının artışıyla polimer kompozitlerin yoğunluğu, sertlik miktarı ve elastiklik modülü artış göstermiştir.

## **Investigation of the Effects of Banana and Rice Husk Powders on the Mechanical Properties of Polypropylene**

### **Highlights:**

- Composites containing natural additives were prepared by extrusion.
- The effect of reinforcement ratio on mechanical properties was examined.
- The behavior of MK/PK powders in the matrix was examined by microstructural analysis

### **Keywords:**

- Polypropylene
- Composite
- Banana peel
- Rice husk
- Mechanical properties

### **ABSTRACT:**

There is great interest in using natural materials in production, and this is due to ecological concerns. The two main pillars in developing natural composites are waste utilization and ensuring good economic returns. The biodegradability of natural fillers is one of the factors in expanding their use in natural fiber-reinforced composites. Naturally added composites, which are effectively used in different applications such as automotive, aviation, and maritime as well as design and construction industries, offer improved mechanical and tribological properties to the material. In the study where the mechanical effects of natural additives on the polymer were examined, waste banana peel powder and rice peel powder were added to polypropylene at different concentrations. After melt mixing of the components forming the composite, injection molding was performed. To determine the mechanical properties, tensile, hardness, Izod impact strength and density tests were carried out, and the microstructure examination of the composites was carried out with a scanning electron microscope. As a result of the studies, adding natural additives to the polymer caused the impact properties, elongation amount and tensile strength to deteriorate. In addition, with the increase in the reinforcement ratio, the density, hardness and elastic modulus of polymer composites increased.

<sup>1</sup> Elif ULUTAŞ (Orcid ID: 0000-0001-7753-8878), Münir TAŞDEMİR (Orcid ID: 0000-0001-8635-7251), Marmara Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Bölümü, İstanbul, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Elif ULUTAŞ, e-mail: elif.ulutas@marmara.edu.tr

## GİRİŞ

Geçtiğimiz yıllarda artan çevresel kaygılar ve yenilenebilir kaynaklara ilişkin farkındalık neticesinde, sorunlara uzun vadeli bir çözüm bulunması amacıyla; çevre dostu, sürdürülebilir ve biyolojik olarak parçalanabilen yüksek performanslı sahip çeşitli biyo bazlı ürünlere olan talep artmaktadır. Bu talep doğrultusunda; doğal katkılar ve lifler mükemmel fizikokimyasal ve mekanik özelliklerinden dolayı kompozit endüstrisinde önemli bir yer tutmaktadır. Biyoyoumlu, çevre dostu ve yenilenebilir kaynaklardan üretilmeleri sebebiyle birçok uygulamada cam elyaf, karbon elyaf ve aramit elyaf gibi pahalı ve yenilenemeyen sentetik elyafların yerine yaygın olarak kullanılırlar (Syduzzaman ve ark., 2020; Asyraf ve ark., 2022; Taşgın ve Kandemir, 2023). Bununla birlikte 1930'lu yıllardan bu yana birçok uygulamada yer alan ve spesifik sertlik ve mukavemete sahip sentetik elyaflar cilt dostu olmaması ve yol açtığı çevresel dengesizlikler sebebiyle kullanımını her geçen gün azalmaktadır (Prakash ve ark., 2022). Farklı boyutlarda, şekillerde ve ağırlıklarda kullanılabilen doğal katkı malzemeleri kompozitlere daha az maliyet, düşük takım aşınması, birim hacim başına daha az yoğunluk ve arzu edilen mekanik mukavemet gibi özellikler kazandırması nedeniyle sentetik dolgular yerine kullanılmasında bilim insanları ve sanayiciler tarafından büyük ilgi görmektedir (Saba ve ark., 2014; Jagadeesh ve ark., 2022).

Biyokütleden, doğal kaynaklardan ve doğada mevcut olan gıda ürünlerinden elde edilen çok büyük miktardaki kalıntılar, birçok endüstriyel üniteye yenilenebilir enerji için uygun kaynaklar olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır. Ekolojik güvenliğe yönelik artan ilgi ve daha yeşil bir toplum için yenilenebilir bileşenlerin kullanılması nedeniyle, doğal katkı ve liflerin dolgu maddesi/takviye olarak uygulanması önemli ölçüde iyileştirilmiştir (Altun ve ark., 2017; Güçlüer, 2020; Koruyucu ve Balaban, 2021). Bitkilerin yaprak, meyve kabukları, tohumları ve köklerinden elde edilen doğal elyaflar selüloz, lignin ve hemiselüloz yapıtaşlarından oluşmaktadır (Fuqua, Huo ve Ulven, 2012). Bu tip dolgular tarım alanındaki temel işlevlerini yerine getirdikten sonra atık oluşumuna sebep olmaktadır. Polimer matrislerde dolgu maddesi olarak kullanılmasıyla özellikler kenevir katkılı polimerler gibi yüksek mekanik özelliklere sahip kompozit malzemeler elde edilmektedir (Kalia ve ark., 2009; Sunmaz ve ark., 2023). Doğal elyafların termoplastiklere dahil edilmesi düşük yoğunluk, düşük maliyet, kolay temin edilebilme, yenilenebilirlik, hafiflik, atık değerlendirme gibi iyileştirilmiş özellikler sunar (Mohammed ve ark., 2015). Özellikle otomobillerin iç kısımlarda yer alan gövde panelleri, konsollar, depolama aygıtları, bina ve endüstriyel paneller, bölme panelleri ve asma tavanlar gibi uygulamalar için uygun maliyetli alternatif bir malzeme olmaktadır (Karthi ve diğerleri, 2020). Doğal elyaf takviyeli polimer kompozitler, ahşap, metal ve çelik gibi diğer geleneksel yapı malzemelerine kıyasla gelişmiş modülleri ve hafiflikleri nedeniyle birçok araştırmacı tarafından geniş çapta araştırılmıştır. Literatürde polimerler üzerindeki etkisi incelenen doğal elyaflar ile ilgili pirinç kabuğu (PK), mısır koçanı, odun lifi, pamuk lifi, ayçiçeği çekirdeği kabuğu, muz kabuğu (MK) ve fındık kabuğu katkılı kompozitlere ait çalışmalar yer almaktadır (Mistik ve Merdan, 2011; Arjmandi ve ark., 2015; Adeniye ve ark., 2019; Barczewski ve ark., 2019; Demir ve Elmalı, 2020; Taşdemir ve Şen, 2022).

Kim ve arkadaşlarının ait bir çalışmada ayrı ayrı ağırlıkça %10, 20 ve 30 odun lifi ve pamuk lifi katkılı polipropilen (PP) matrisli kompozitlerin mekanik davranışı incelenmiştir. Her iki lif türü için çekme özelliklerinin karşılaştırıldığı bu çalışmada, odun lifi oranının artmasıyla çekme dayanımında azalma görülmüştür. Bunun aksine pamuk lifi oranının artmasıyla çekme dayanımında artış gözlenmiştir. Bu durum; pamuk liflerinin odun liflerine kıyasla birbiri içerisine geçmiş daha karmaşık bir yapıya sahip olması ile açıklanmıştır (Kim ve ark., 2008). Taşdemir ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada, ağaç lifi takviyeli HDPE kompozitleri üretilmiş ve ara yüzey etkileşimini artırmak amacıyla maleik anhidrit kullanılmıştır. Ağaç lifi ilavesiyle sertlik ve elastiklik modülü artmıştır, bunun

aksine uzama miktarı çekme dayanımı azalma göstermiştir (Taşdemir ve ark., 2009). Shalwan ve arkadaşlarının yapmış oldukları bir çalışmada doğal elyaflarla takviyelendirilmiş polimer kompozitlerin tribolojik özelliklerini incelemişlerdir. Doğal elyaflar polimerlerin sürtünme katsayısını artırdığından bunu önlemek amacıyla grafit dolgunun yağlayıcı özelliğinden faydalanılmıştır. Kompozitlerin performansını etkileyen en önemli faktör matris ve elyaf arasındaki bağlantının zayıflığıdır. Bu sebeple doğal elyaflara NaOH kimyasal işlemi uygulayarak ara yüzey yapışmasını artırmışlardır (Shalwan ve Yousif, 2013). Yapılan çalışma kapsamında atık değerlendirme ve polimere kazandırabileceği özellikler (hafiflik, maliyet, kolay işlenebilirlik, sürdürülebilirlik vb.) açısından doğal katkı malzemesi olarak PK ve MK tercih edilmiştir. Pirinç işleme esnasında pirinç tanelerinden ayrılan PK yüksek kullanılabilirliğe, tokluğa ve hava koşullarına karşı dirence sahiptir ve yalıtım malzemesi olarak kullanılma potansiyeli mevcuttur (Arjmandi ve ark., 2015). Buna ek olarak muz yetiştiriciliği sırasında atık ürün olarak oluşan kabuklar lif bakımından zengindir ve bu lifler endüstriyel uygulama ürünleri için de kullanılırken ortaya çıkan herhangi bir ek maliyetten yoksundur (Deepan ve ark., 2023). Bu deneysel çalışmada kurutulmuş MK ve PK, PP ile karıştırılarak bir polimer kompozit elde edilmiştir ve mekanik özelliklerin incelenmesi için kalıplanan numunelere çekme, sertlik, izod darbe mukavemeti ve yoğunluk testi uygulanmıştır. Bunlara ek olarak taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile mikroyapı analizleri ve elek analizi yapılmıştır.

## MATERYAL VE METOT

### Kompozisyon ve malzemeler

Yapılan çalışma kapsamında hazırlanan PP/MK/PK polimer kompozitlerine ait karışım oranları Çizelge 1’de verilmiştir. Kompozit üretiminde matris malzemesi olarak kullanılan PP (Moplen EP 3307) Lyondell Basell tarafından temin edilmiştir ve polimerin yoğunluğu  $0.9 \text{ g/cm}^3$  ve erime akış indeksi 15 g/10 dk (230 °C, 2.16 kg)’dır. Katkı malzemesi olarak kullanılan MK Granny’s Waffle’dan (Kadıköy-İstanbul) ve PK ise Trakya bölgesinden temin edilmiştir.

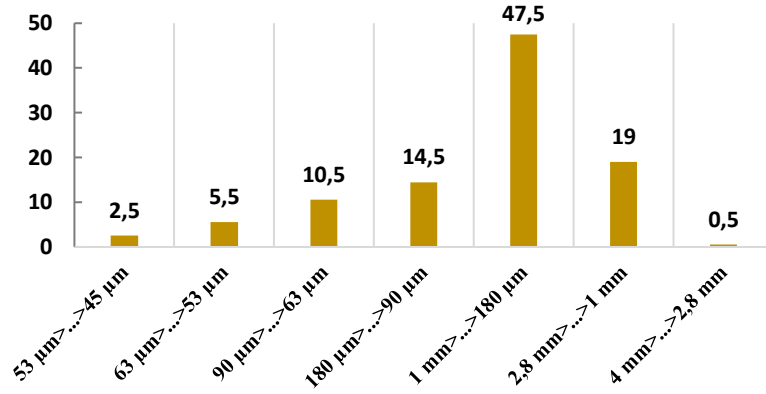
Çizelge 1. PP/MK/PK polimer kompozitlerinin karışım oranları

| Gruplar | PP (% ağırlıkça) | MK/PK karışımı (% ağırlıkça 50:50) |
|---------|------------------|------------------------------------|
| 1       | 100              | -                                  |
| 2       | 90               | 10                                 |
| 3       | 80               | 20                                 |
| 4       | 70               | 30                                 |

### Numune Hazırlama

Kompozit üretiminin ilk aşamasında atık MK su ile temizlenerek yüzeyindeki kirlere arındırılmıştır. Ardından MK, PK ve PP 24 saat boyunca 80 °C sıcaklıktaki etüvde kurutulmuştur. MK ve PK bilyalı öğütücü yardımı ile toz haline getirilerek ağırlıkça eşit oranlarda karıştırılarak bir PK/MK karışım tozu hazırlanmıştır. Hazırlanan karışımdan ağırlıkça %10, 20, 30 oranında PP içerisine ilave edilmiştir. MK/PK karışımının partikül boyut dağılımını gösteren elek analizi sonuçları Şekil 1’de verilmiştir.

Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan polimer-katki malzemesi karışımları çift vidalı bir ekstrüzyon makinesinde (Mikrosan Makine A.Ş., Türkiye) eriyik olarak harmanlanmıştır. Uygun akışın sağlanabilmesi için ekstrüzyon çalışma sıcaklığı 180-210 °C, basınç 50-55 bar ve vida dönme hızı 60 dev/dk olarak ayarlanmıştır. Elde edilen kompozit lifleri granül haline getirilerek 24 saat boyunca 105 °C sıcaklıktaki etüvde kurutulmuştur. Mekanik incelemelerin yapılması için gerekli test numuneleri enjeksiyon makinesinde (Yonca Makine A.Ş., Türkiye) kalıplanmıştır. Enjeksiyon ocak sıcaklığı 180-210 °C, nozul sıcaklığı 220 °C ve enjeksiyon basıncı 800 bar olarak ayarlanmıştır.



Şekil 1. Katkı malzemesi olarak kullanılan MK/PK karışımının partikül boyut dağılımı

### Test Yöntemleri ve Mikroyapı İncelemesi

PP/MK/PK polimer kompozitlerinin elastiklik modülü, çekme mukavemeti, kopma mukavemeti, elastiklik modülü ve % uzama değerlerini belirlemek için yapılan çekme testleri ASTM D638 standardına uygun olarak 10 kN kapasiteli Zwick Z010 (Almanya) marka cihaz ile 50 mm/dk çekme hızında gerçekleştirilmiştir. Çekme tesine ait sonuçlar 6 adet numunenin ortalaması alınarak hesaplanmıştır. Çalışma kapsamında yapılan sertlik testi Zwick marka bir D durometresi kullanılarak ASTM D2240 standardına uygun gerçekleştirilmiştir ve 8 adet ölçümün ortalaması alınarak hesaplanmıştır. Ani yük altında numunelerin darbe mukavemetini belirlemek için Zwick B5113 marka cihaz kullanılmıştır ve darbe testi ASTM D256 standardına göre oda sıcaklığında ve çentikli olarak gerçekleştirilmiştir. Darbe testi sonuçları 6 adet numunenin ortalaması alınarak hesaplanmıştır. Yoğunluk testi ISO 2781 test standardına göre yapılmıştır ve 3 adet numuneye uygulama yapılarak sonuçlar hesaplanmıştır. PP/MK/PK polimer kompozitlerinin ara yüzey özelliklerini incelemek için FEI Sirion XL30 FEG (Hollanda) marka bir SEM kullanılmıştır. Görüntü alınmasından önce Polaron (İngiltere) marka cihaz ile darbe test numunelerinin kırık yüzeyleri altın-paladyum karışımı ile kaplanmıştır ve daha sonra 5 kV voltaj altında elektron mikroskobisi ile yüzeylerin fotoğrafları çekilmiştir.

### BULGULAR VE TARTIŞMA

#### PP/muz ve Pirinç Kabuğu Polimer Kompozitinin Mekanik Değerleri

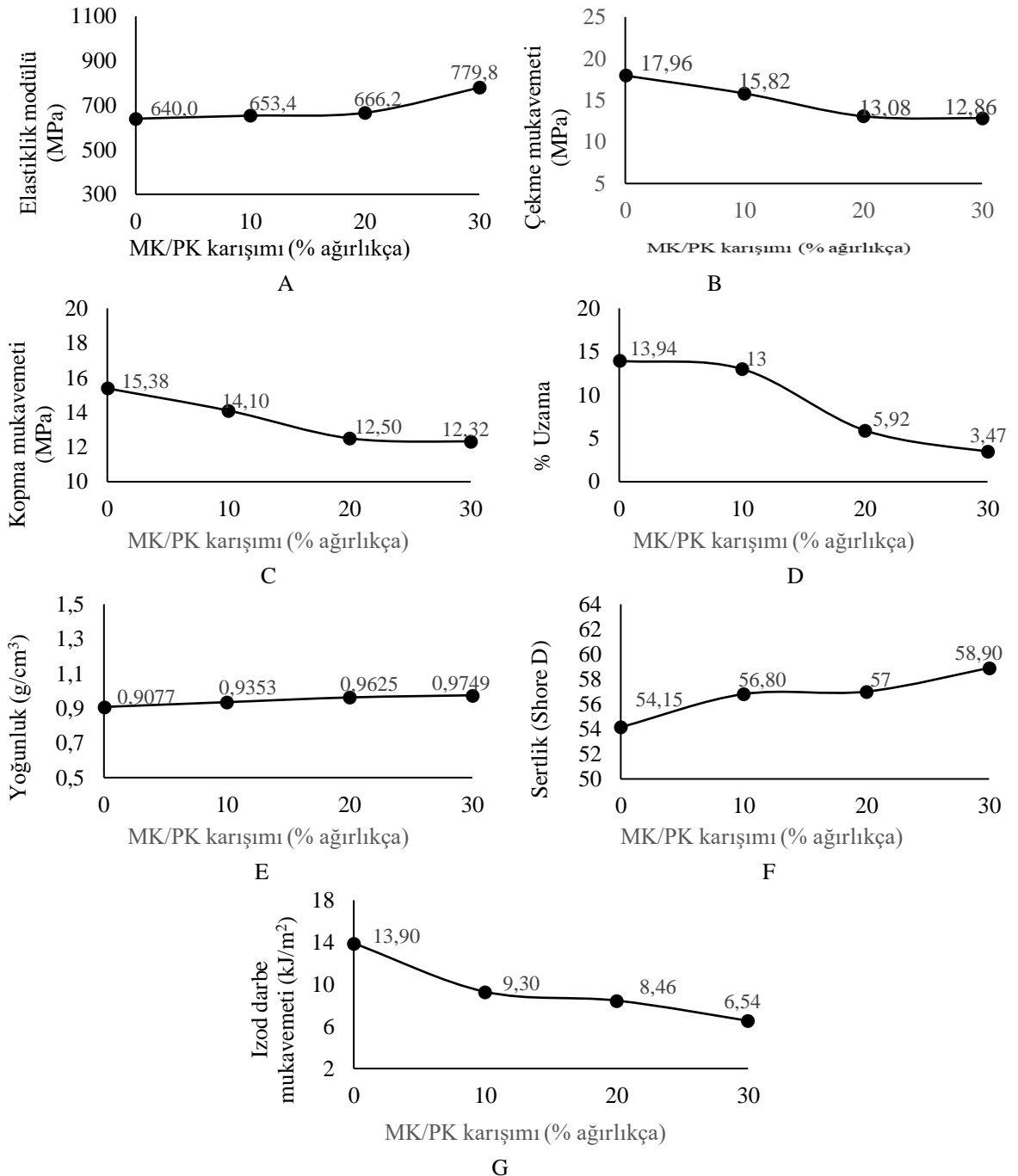
PP/MK/PK polimer kompozitlerinin mekanik değerlerindeki değişim Şekil 2'de verilmiştir. Kompozitlerin elastiklik modülü sonuçlarının yer aldığı Şekil 2A incelendiğinde MK/PK oranının artması ile elastiklik modül değerinin arttığı görülmektedir. Saf PP, %10 %20 ve %30 MK/PK takviyeli kompozitlere ait elastiklik modül değerleri sırasıyla 640, 653.4, 666.2, 779.8 MPa olarak ölçülmüştür. En yüksek artışın %30 MK/PK karışımı ilavesinde olduğu görülmektedir. Saf PP, %30 MK/PK ilaveli grup ile karşılaştırıldığında elastiklik modül değerinin %21.8 oranında arttığı tespit edilmiştir. Ayrılmış ve arkadaşları ağırlıkça %40 oranında kayın ve çam ağacı tozlarını PP içerisine ilave ederek iki farklı kompozit malzeme üretmişlerdir. Her bir kompozit karışımı için ağırlıkça %3 oranında uyumlaştırıcı malzeme kullanmışlardır. Yapmış oldukları çekme testi sonucunda her iki katkı malzemesi için elastiklik modülü yaklaşık olarak %190 oranında artış göstermiştir (Ayrılmış ve ark., 2017). Kompozitlerin çekme mukavemeti sonuçlarının yer aldığı Şekil 2B incelendiğinde MK/PK oranının artması ile bu değer azaldığı görülmektedir. Saf PP, %10 %20 ve %30 MK/PK takviyeli kompozitlere ait çekme mukavemeti değerleri sırasıyla 17.96, 15.82, 13.08, 12.86 MPa olarak ölçülmüştür. En düşük çekme mukavemeti %30 MK/PK karışımı ilaveli numunelerde görülmektedir. Saf PP, %30 MK/PK ilaveli grup ile karşılaştırıldığında çekme mukavemeti değerinin %28,4 oranında azaldığı tespit edilmiştir. Özsoy'a ait

ağırlıkça %6, 8, 10 oranında bambu lifinin epoksi üzerindeki mekanik etkilerinin incelendiği bir çalışmada çekme testi sonucunda benzer sonuçlara ulaşılmıştır. Saf epoksiye kıyasla bambu konsantrasyonunun artmasıyla çekme dayanımı %54 oranında düşüş göstermiştir (Özsoy, 2015). Bunun aksine Ayrılmış ve Taşdemir doğal katkıların PP üzerinde etkisi incelediği çalışmada ağırlıkça %40 kayın ağacı tozunun çekme mukavemetini artırdığını rapor etmişlerdir. Bu artış PP ve kayın ağacı tozu arasındaki uyumlaştırmayı artırmak amacıyla maleik anhidrit graft polipropilen kullanılmasından kaynaklanmaktadır (Ayrılmış ve ark., 2017). Kompozitlerin kopma mukavemeti sonuçlarının yer aldığı Şekil 2C incelendiğinde çekme mukavemeti ile benzer şekilde MK/PK oranının artması ile bu değer azaldığı görülmektedir. Saf PP, %10 %20 ve %30 MK/PK takviyeli kompozitlere ait kopma mukavemeti değerleri sırasıyla 15.38, 14.1, 12.5, 12.32 MPa olarak ölçülmüştür. En yüksek kopma mukavemeti değerinin saf PP'ye ait olduğu görülmektedir. Saf PP, %30 MK/PK ilaveli grup ile karşılaştırıldığında kopma mukavemeti değerinin %19.9 oranında azaldığı tespit edilmiştir. Kompozitlerin % uzama sonuçlarının yer aldığı Şekil 2D incelendiğinde MK/PK oranının artması ile bu değer azaldığı görülmektedir. Saf PP, %10 %20 ve %30 MK/PK takviyeli kompozitlere ait % uzama değerleri sırasıyla % 13.94, % 13, %5.92, %3.47 olarak ölçülmüştür. En düşük % uzama değeri %30 MK/PK karışımı ilaveli numunelerde görülmektedir. Saf PP %30 MK/PK ilaveli grup ile karşılaştırıldığında % uzama değerinin %75 oranında azaldığı tespit edilmiştir. Taşdemir ve arkadaşlarına ait bir çalışmada enjeksiyon ile kalıpladıkları poliolefin ve odun lifi karışımının özellikleri incelenmiştir. Yapılan bu çalışmada matris olarak düşük yoğunluklu polietilen (AYPE) ve PP kullanılmıştır. Ağırlıkça %8-18-28 ve 38 oranında odun lifi ilave ederek yapmış oldukları çekme testi sonucunda her iki matris için de % uzama değerinin azaldığını gözlemlemişlerdir (Taşdemir ve ark, 2009). MK/PK oranının artmasıyla çekme özelliklerinde meydana gelen değişiklikler şu şekilde açıklanabilir: Saf PP'ye kıyasla üretilen kompozitlerin dayanımın ve uzamanın azalması bunun aksine elastiklik modülünün artması takviye sonucunda yapının gevrekleşmesinden kaynaklanmaktadır.

Kompozitlerin yoğunluk değerlerinin yer aldığı Şekil 2E incelendiğinde MK/PK oranının artması ile bu değer arttığı görülmektedir. Saf PP, %10 %20 ve %30 MK/PK takviyeli kompozitlere ait yoğunluk değerleri sırasıyla 0.9077, 0.9353, 0.9625, 0.9746 g/cm<sup>3</sup> olarak ölçülmüştür. En yüksek yoğunluk %30 MK/PK karışımı ilaveli numunelerde görülmektedir. Saf PP %30 MK/PK ilaveli grup ile karşılaştırıldığında yoğunluğun %7,4 oranında arttığı tespit edilmiştir. Literatürde verilen değerler incelendiğinde genel olarak doğal katkı malzemelerinin (kenevir elyaf, muz elyaf, jüt elyaf, kenaf elyaf vb.) PP'ye kıyasla daha yüksek yoğunluğa sahip olduğu görülmüştür (Kandemir ve ark., 2023). PP/MK/PK polimer kompozitlerinde yoğunluktaki artış doğal katkı malzemenin yoğunluğundan kaynaklanmaktadır (Muz: 1.35 g/cm<sup>3</sup>, PK: 1.19-0.98 g/cm<sup>3</sup>). Kompozitlerin sertlik değerlerinin yer aldığı Şekil 2F incelendiğinde MK/PK oranının artması ile bu değer arttığı görülmektedir. Saf PP, %10 %20 ve %30 MK/PK takviyeli kompozitlere ait sertlik değerleri sırasıyla 54.15, 56.80, 57, 58.90 Shore D olarak ölçülmüştür. En yüksek sertlik %30 MK/PK karışımı ilaveli numunelerde görülmektedir. Saf PP %30 MK/PK ilaveli grup ile karşılaştırıldığında sertliğin %8.8 oranında arttığı tespit edilmiştir. Malzemelerin birim şekil değişiminin ölçüsü olan elastiklik modülü sertlik ile doğru orantılı olarak değişim göstermektedir. PP/MK/PK polimer kompozitlerin sertliğinde meydana gelen değişiklik elastiklik modülü sonuçları ile desteklenmektedir. Taşdemir ve Kaştan'a ait bir çalışmada ağırlıkça %5, 10, 15, 20 zeytin çekirdeği tozunun (ZÇT) doğal katkı olarak kullanıldığı bir çalışmada PP polimer kompozitlerin özellikleri incelenmiştir. ZÇT konsantrasyonunun artmasıyla kompozitlerin sertliğinde artış görülmüştür (Taşdemir ve Kaştan, 2022).

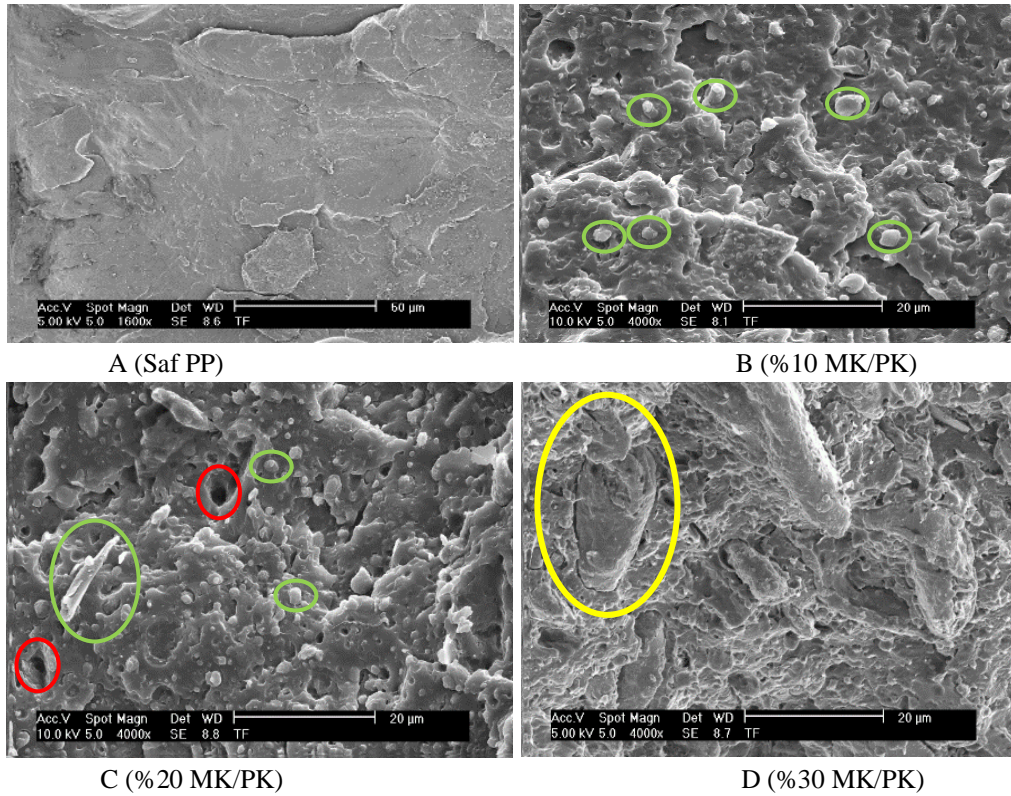
Kompozitlerin Izod darbe mukavemeti değerlerinin yer aldığı Şekil 2G incelendiğinde MK/PK oranının artması ile bu değer azaldığı görülmektedir. Saf PP, %10 %20 ve %30 MK/PK takviyeli

kompozitlere ait Izod darbe mukavemeti değerleri sırasıyla 13,90, 9,30, 8,46, 6,54 kJ/m<sup>2</sup> olarak ölçülmüştür. En düşük Izod darbe mukavemeti %30 MK/PK karışımı ilaveli numunelerde görülmektedir. Saf PP %30 MK/PK ilaveli grup ile karşılaştırıldığında Izod darbe mukavemetinin %53 oranında azaldığı tespit edilmiştir. Darbe testi sonuçları dolgu maddesinin dağılımı ve polimerin parçacıkları ıslatma yeteneğine bağlı olarak değişiklik göstermektedir (Balasuriya ve Ye, 2001; Salasinska ve Ryszkowska, 2015; Sunmaz ve ark, 2023). Yapılan test sonucunda bu faktörlerin etkisi açıkça görülmektedir ki; MK/PK karışımı oranının artması, gözenekliliğin artmasına ve aglomerasyona neden olmuştur ve darbe özellikleri olumsuz etkilenmiştir. Test uygulama esnasında belirtilen sebepler neticesinde polimerde meydana gelen gerilmeler malzemede elastiklik ve sürekliliğin kaybolmasına yol açmıştır.



Şekil 2. PP/MK/PK polimer kompozitlerinin mekanik özellikleri

Şekil 3A saf PP ve Şekil 3B ağırlıkça %10 MK/PK karışımı içeren polimer kompozitin morfolojik yapısını göstermektedir. Ağırlıkça %20 oranında MK/PK karışımı içeren polimer kompozitlerin morfolojileri Şekil 3C’de verilmiştir. Kırmızı işaretli bölgede takviye elemanı matris içeresinden kolaylıkla ayrıldığı ve boşluk oluşturmuştur. Şekillerde bulunan yeşil bölgeler partikülleri göstermektedir. Şekil 3D’de ağırlıkça %30 MK/PK karışımı içeren polimer kompozite ait mikroyapı görüntülerinde sarı ile işaretli bölgede matris ve partikül arasında boşluklar açıkça görülmektedir. Matris-takviye arasında meydana gelen bu boşluk yapışmanın iyi olmamasından kaynaklanmaktadır. İç yapı kusurları gibi hareket eden bu boşluklar herhangi bir yük altında gerilme oluşturur. Takviye elemanı bu durumda görevini yapamaz ve matrise yük dağılımını gerçekleştiremez. Bunun sonucunda malzemede beklenenden daha erken kırılma görülür. Görsellerde parçacıkların şekil bakımından düzensiz olduğu anlaşılmaktadır, bu durum öğütme esnasında kabuk parçalarının kırılmasından kaynaklanmaktadır. Mekanik özelliklerde meydana gelen olumsuz değişiklikler SEM görüntüleri ile desteklenmektedir.



Şekil 3. PP/MK/PK polimer kompozitlerinin SEM fotoğrafları

## SONUÇ

Bu çalışmada ucuz ve kolay işlenebilirliğe sahip PP'nin doğal katkı ilavesiyle mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi hedeflenmiştir. Polimer kompozitlerin geliştirilmesinde bir diğer husus sentetik katkı maddesi kullanmadan atık geri kazanımının sağlanmasıdır. Ektrüzyon eriyik harmanlama metoduyla üretilen polimer kompozitlerin enjeksiyon kalıplama sonucunda; çekme, darbe, sertlik, yoğunluk özellikleri ve mikroyapı görüntüleri incelenmiştir. Elde edilen kompozit yapıda mekanik özelliklerde bilhassa çekme ve darbe dayanımında düşüş görülürken, sertlik ve elastik modülünde ise artış tespit edilmiştir.

Çalışmamızda; polimer kompozitlerin mekanik özellikleri, kullanılan katkının şekli ve matris-takviye ara yüzeyi yapışmasından büyük oranda etkilenmiştir. Parçacık boyutu ve şeklinin düzenli olmayışı mekanik özelliklerin olumsuz etkilenmesine yol açmıştır. Bu durum özellikle sertlik, darbe

mukavemeti ve çekme özelliklerinde etkisini göstermiştir. Matris-takviye arasındaki yapışmanın zayıflığı yük dağılımını etkilediğinden dolayı çekme özelliklerinde büyük rol oynamaktadır. Yapılan çekme testi sonucunda MK/PK karışımının ilavesiyle kopma ve çekme mukavemetinin azaldığı görülmüştür. Ara yüzeyin zayıf olması uygulanan yükün homojen bir şekilde aktarılmasını önlemiştir ve bunun sonucunda uzama miktarı azalmıştır. Elastiklik modülü ile doğru orantılı değişim gösteren sertlik miktarı MK/PK oranının artmasıyla artış göstermiştir. Darbe testi bir malzemenin ani yük altında sergileyeceği davranışın belirlenmesinde kullanılır. Yapılan çalışmalar sonucunda beklendiği gibi MK/PK karışımının eklenmesi test edilen darbe özelliğinin saf PP'ye kıyasla bozulmasına neden olmuştur. Kompozitlerde bitkisel bazlı dolgu/katkı maddelerinin kullanımı düşük darbe dayanımına yol açmaktadır. Literatürde polimerlere kıyasla doğal katkıların genellikle daha yüksek yoğunluğa sahip olduğu belirtilmiştir. MK/PK oranının artmasıyla polimer kompozitlerin yoğunluğu artmıştır.

Sonuç olarak MK/PK karışımı, kompozit plakaların mekanik özellikleri üzerinde değişikliklere sebep olmuştur. Doğal katkıları, sentetik katkılara kıyasla mekanik açıdan daha dezavantajlı olarak görülseler de maliyet, üretilebilirlik, atık geri kazanımı açısından daha avantajlı olduğu söylenebilir.

### Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

### Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan ederler.

### KAYNAKLAR

- Adeniyi, A. G., Ighalo, J. O. ve Onifade, D. V. (2019). Banana and plantain fiber-reinforced polymer composites. *Journal of Polymer Engineering*, 39(7), 597-611. doi:10.1515/polyeng-2019-0085
- Altun, M., Karteri, İ. ve Güneş, M. (2017). Grafen katkılı odun-plastik nanokompozitlerinin elektromanyetik özellikleri ve elektromanyetik kalkanlama etkinliği karşılaştırmalı çalışması. *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 20(1), 38-38. doi:10.17780/ksujes.304082
- Arjmandi, R., Hassan, A., Majeed, K. ve Zakaria, Z. (2015). Rice husk filled polymer composites. *International Journal of Polymer Science*, 2015, 1-32. doi:10.1155/2015/501471
- Asyraf, M. R. M., Syamsir, A., Zahari, N. M., Supian, A. B. M., Ishak, M. R., Sapuan, S. M., Rashid, M. Z. A. (2022). Product development of natural fibre-composites for various applications: design for sustainability. *Polymers*, 14(5), 920. doi:10.3390/polym14050920
- Ayrılmış, N., Taşdemir, M. ve Akbulut, T. (2017). Water absorption and mechanical properties of PP/HIPS hybrid composites filled with wood flour. *Polymer Composites*, 38(5), 863-869. doi:10.1002/pc.23647
- Balasuriya, P. W. ve Ye, L. (2001). Mechanical properties of wood flake-polyethylene composites. Part I: effects of processing methods and matrix melt flow behaviour.
- Barczewski, M., Sałasińska, K. ve Szulc, J. (2019). Application of sunflower husk, hazelnut shell and walnut shell as waste agricultural fillers for epoxy-based composites: A study into mechanical behavior related to structural and rheological properties. *Polymer Testing*, 75, 1-11. doi:10.1016/j.polymertesting.2019.01.017
- Deepan, S., Jeyakumar, R., Mohankumar, V. ve Manojkumar, A. (2023). Influence of rice husk fillers on mechanical properties of banana/epoxy natural fiber hybrid composites. *Materials Today: Proceedings*, 74(4), 575-580.



- Demir, İ. ve Elmalı, M. (2020). Organik atıkların yapı malzemesi olarak kullanılabilirliğinin araştırılması. *Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi*, 8(4), 1303-1311. doi:10.21923/jesd.781554
- Fuqua, M. A., Huo, S. ve Ulven, C. A. (2012). Natural fiber reinforced composites. *Polymer Reviews*, 52(3), 259-320. doi:10.1080/15583724.2012.705409
- Güçlüer, K. (2020). Polimer katkılı harçların mekanik ve elektriksel özdirenç özelliklerinin araştırılması. *Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 9(4), 1649-1654. doi:10.17798/bitlisfen.660610
- Jagadeesh, P., Puttegowda, M., Thyavihalli Girijappa, Y. G., Rangappa, S. M. ve Siengchin, S. (2022). Effect of natural filler materials on fiber reinforced hybrid polymer composites: An Overview. *Journal of Natural Fibers*, 19(11), 4132-4147. doi:10.1080/15440478.2020.1854145
- Kalia, S., Kaith, B. S. ve Kaur, I. (2009). Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites—A review. *Polymer Engineering & Science*, 49(7), 1253-1272. doi:10.1002/pen.21328
- Kandemir, Y., Varol, T. ve Aslan, M. (2023). Silah gövdeleri için geliştirilen polimer kompozit malzemeler için çok kriterli karar verme yöntemleri ile doğal takviye malzemesinin seçimi. *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*. doi:10.17714/gumusfenbil.1215620
- Karthi, N., Kumaresan, K., Sathish, S., Gokulkumar, S., Prabhu, L. ve Vigneshkumar, N. (2020). An overview: Natural fiber reinforced hybrid composites, chemical treatments and application areas. *Materials Today: Proceedings*, 27, 2828-2834. doi:10.1016/j.matpr.2020.01.011
- Kim, S.-J., Moon, J.-B., Kim, G.-H. ve Ha, C.-S. (2008). Mechanical properties of polypropylene/natural fiber composites: Comparison of wood fiber and cotton fiber. *Polymer Testing*, 27(7), 801-806. doi:10.1016/j.polymertesting.2008.06.002
- Koruyucu, A. ve Balaban, F. Ç. (2021). Muz kabuğu ekstraktının pamuk ve pamuk-poliester karışımli kumaşlarda güç tutuşurluğa etkisinin incelenmesi. *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 14(2), 66-83.
- Mistik, S. İ. ve Merdan, N. (2011). Dokuma bazalt-cam ve fındık kabuğu takviyeli polimer kompozitlerinin eğilme dayanımı ve ısı geçirgenliklerinin incelenmesi. *İstanbul Ticaret Üniversitesi Fen Bilimleri*, 10(20), 119-126.
- Mohammed, L., Ansari, M. N. M., Pua, G., Jawaid, M. ve Islam, M. S. (2015). A review on natural fiber reinforced polymer composite and its applications. *International Journal of Polymer Science*, 2015, 1-15. doi:10.1155/2015/243947
- Özsoy, N. (2015). *Polimer esashı fiber takviyeli kompozit malzemelerin tribolojik ve mekanik özelliklerinin incelenmesi* (Doktora Tezi) Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.
- Prakash, S. O., Sahu, P., Madhan, M. ve Johnson Santhosh, A. (2022). A review on natural fibre-reinforced biopolymer composites: properties and applications. *International Journal of Polymer Science*, 2022, 1-15. doi:10.1155/2022/7820731
- Saba, N., Tahir, P. ve Jawaid, M. (2014). A review on potentiality of nano filler/natural fiber filled polymer hybrid composites. *Polymers*, 6(8), 2247-2273. doi:10.3390/polym6082247
- Salasinska, K. ve Ryszkowska, J. (2015). The effect of filler chemical constitution and morphological properties on the mechanical properties of natural fiber composites. *Composite Interfaces*, 22(1), 39-50. doi:10.1080/15685543.2015.984521
- Shalwan, A. ve Yousif, B. F. (2013). In state of art: Mechanical and tribological behaviour of polymeric composites based on natural fibres. *Materials & Design*, 48, 14-24. doi:10.1016/j.matdes.2012.07.014

- Sunmaz, A. N., Doğan, U. ve İrez, A. B. (2023). Ayçiçeği kabuğu takviyeli biyo-epoksi matrisli çevreci ve maliyet etkin kompozitlerin geliştirilmesi ve mekanik karakterizasyonu. *International Journal of Advances in Engineering and Pure Sciences*, 35(4), 494-503. doi:10.7240/jeps.1359961
- Syduzzaman, M., Al Faruque, M. A., Bilisik, K. ve Naebe, M. (2020). Plant-based natural fibre reinforced composites: a review on fabrication, properties and applications. *Coatings*, 10(10), 973. doi:10.3390/coatings10100973
- Taşdemir, M., Biltekin, H. ve Caneba, G. T. (2009). Preparation and characterization of LDPE and PP—Wood fiber composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 112(5), 3095-3102. doi:10.1002/app.29650
- Taşdemir, M. ve Kaştan, A. (2022). Zeytin çekirdeği tozu ilave edilmiş polipropilen kompozitinin mekanik özellikleri. *Uluslararası Batı Karadeniz Mühendislik ve Fen Bilimleri Dergisi*, 4(1), 36-49.
- Taşdemir, M. ve Şen, E. G. (2022). Polipropilen/üzüm sapı/çeltik polimer kompozitinin mekanik özelliklerinin atık cam elyaf ile geliştirilmesi. *International Journal of Advances in Engineering and Pure Sciences*, 34(1), 131-140. doi:10.7240/jeps.1041672
- Taşgın, Y. ve Kandemir, S. (2023). Doğal elyaf takviyeli (jüt-keten-kenevir) kompozit malzemelerin mekanik ve metalografik olarak incelenmesi. *International Journal of Pure and Applied Sciences*, 9(2), 240-249. doi:10.29132/ijpas.1371357.

**Atıf İçin:** Yedier, S., Konaş Yalçinkaya, S. ve Bostancı, D. (2024). Orta Karadeniz'den Yakalanan Kurbağa Balığının (*Uranoscopus scaber*) Bazı Popülasyon Parametreleri. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1320-1330.

**To Cite:** Yedier, S., Konaş Yalçinkaya, S. & Bostancı, D. (2024). Some Population Parameters of Stargazer (*Uranoscopus scaber*) Caught from the Central Black Sea. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1320-1330.

### Orta Karadeniz'den Yakalanan Kurbağa Balığının (*Uranoscopus scaber*) Bazı Popülasyon Parametreleri

Serdar YEDİER<sup>1\*</sup>, Seda KONTAŞ YALÇINKAYA<sup>2</sup>, Derya BOSTANCI<sup>1</sup>

#### **Öne Çıkanlar:**

- Türün Yason Burnu popülasyonu üzerine ilk veriler
- Büyüme tipi cinsiyetler arasında farklıdır
- Bu popülasyon pozitif allometrik büyüme göstermektedir

#### **Anahtar Kelimeler:**

- *Uranoscopus scaber*
- Boy-ağırlık ilişkisi
- Popülasyon Parametreleri
- Boy-boy ilişkisi
- Kondisyon faktörü

#### **ÖZET:**

Bu çalışmada, Orta Karadeniz Yason Burnu'nda yayılış gösteren *Uranoscopus scaber* türünün boy-boy ve boy-ağırlık ilişkileri ile kondisyon faktörü değerlerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Çalışma kapsamında ağlar yardımıyla yakalanan 61 adedi dişi, 51 adedi erkek ve toplamda 112 adet balık bireyi incelenmiştir. Balık bireylerinin standart boy (SL), total boy (TL) ölçümleri ve balık ağırlıkları (W) belirlenmiştir. Erkek ve dişi bireylerin ölçümleri arasında istatistiksel olarak farklılıklar (t-test,  $P < 0.05$ ) belirlendiği için değerlendirilmeler dişi, erkek ve tüm bireyler için ayrı ayrı gerçekleştirilmiştir. Dişi, erkek ve tüm *U. scaber* bireylerinin boy-ağırlık ilişkisi denklemler ve korelasyon katsayıları sırasıyla  $W = 0.0099TL^{3.220}$  ( $r^2 = 0.963$ ),  $W = 0.0239TL^{2.876}$  ( $r^2 = 0.953$ ) ve  $W = 0.0142TL^{3.079}$  ( $r^2 = 0.956$ ) olarak belirlenmiştir. *U. scaber* türünün dişi bireyleri bu habitatta pozitif allometrik bir büyüme gösterirken erkek bireylerinin negatif allometrik bir büyüme gösterdiği belirlenmiştir. *U. scaber* türünün dişi, erkek ve tüm bireylere ait total boy-standart boy ilişki denklemleri ve korelasyon katsayıları sırasıyla  $TL = 1.2009SL + 0.81$  ( $r^2 = 0.992$ ),  $TL = 1.267SL + 0.0903$  ( $r^2 = 0.992$ ) ve  $TL = 1.2269SL + 0.5198$  ( $r^2 = 0.992$ ) olarak belirlenmiştir. Dişi, erkek ve tüm *U. scaber* bireylerinin ortalama kondisyon faktörü değerleri sırasıyla  $1.7979 \pm 0.0255$ ,  $1.7340 \pm 0.0257$  ve  $1.7688 \pm 0.0183$  olarak hesaplanmıştır. Belirlenen parametreler *U. scaber*'in Orta Karadeniz'deki Jason Burnu popülasyonu için ilk verilerdir.

### Some Population Parameters of Stargazer (*Uranoscopus scaber*) Caught from the Central Black Sea

#### **Highlights:**

- First data on the Cape Jason population of the species
- Growth type differs between genders
- This population shows positive allometric growth

#### **Keywords:**

- *Uranoscopus scaber*
- Length-weight relationship
- Population Parameters
- Length-length relationship
- Condition factor

#### **ABSTRACT:**

In this study, it was aimed to determine the length-length, length-weight relationships and condition factor values of the *Uranoscopus scaber*, which is distributed in the Cape Jason from the Central Black Sea. Within the scope of the study, a total of 112 fish individuals, 61 females and 51 males, caught using nets were examined. Standard length (SL), total length (TL) measurements and fish weights (W) of fish individuals were determined. Since statistical differences (t-test,  $P < 0.05$ ) were determined between the measurements of male and female individuals, evaluations were carried out separately for females, males and all individuals. The length-weight relationship equations and correlation coefficients of female, male and all *U. scaber* individuals are  $W = 0.0099TL^{3.220}$  ( $r^2 = 0.963$ ),  $W = 0.0239TL^{2.876}$  ( $r^2 = 0.953$ ), and  $W = 0.0142TL^{3.079}$  ( $r^2 = 0.956$ ) respectively. It was determined that female individuals of the *U. scaber* showed a positive allometric growth in this habitat, while male individuals showed a negative allometric growth. Total length-standard length relationship equations and correlation coefficients of female, male and all individuals of *U. scaber* are  $TL = 1.2009SL + 0.81$  ( $r^2 = 0.992$ ),  $TL = 1.267SL + 0.0903$  ( $r^2 = 0.992$ ), and  $TL = 1.2269SL + 0.5198$  ( $r^2 = 0.992$ ), respectively. The average condition factor values of female, male and all *U. scaber* individuals were calculated as  $1.7979 \pm 0.0255$ ,  $1.7340 \pm 0.0257$ , and  $1.7688 \pm 0.0183$ , respectively. The determined parameters are the first data for the Cape Jason population of *U. scaber* in the Central Black Sea.

<sup>1</sup>Serdar YEDİER ([Orcid ID: 0000-0003-0017-3502](https://orcid.org/0000-0003-0017-3502)), Derya BOSTANCI ([Orcid ID: 0000-0003-3052-9805](https://orcid.org/0000-0003-3052-9805)), Ordu Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Moleküler Biyoloji ve Genetik Bölümü, Ordu, Türkiye

<sup>2</sup>Seda KONTAŞ YALÇINKAYA ([Orcid ID: 0000-0002-6582-6722](https://orcid.org/0000-0002-6582-6722)), Ordu Üniversitesi, Fatsa Deniz Bilimleri Fakültesi, Balıkçılık Teknolojisi Mühendisliği Bölümü, Ordu, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Serdar YEDİER, e-mail: serdar7er@gmail.com

## GİRİŞ

Günümüzde birçok sucul canlı gibi balıklar da çevre kirliliği, habitat bozulması ve su kaynaklarının git gide azalması gibi zorluklara ek olarak, küresel iklim değişikliğinin getirmiş olduğu birçok olumsuzlukla da karşı karşıyadır. Mevcut biyoçeşitliliğin korunması ve gelecek nesillere aktarılması için bu kaynakların takibinin düzenli olarak yapılması oldukça önem arz etmektedir. Bu yüzden balık türlerinin bilinmesi ve bu türlerin popülasyon özelliklerinin ortaya çıkarılması mevcut durumun belirlenmesi ve gerekli durumlarda uygun koruma stratejilerinin oluşturulmasına katkı sağlayabilir. Ayrıca aynı türün popülasyonları arasındaki farklılıkların belirlenmesi de ilgili türün çevresel kaynaklı etkilerden nasıl etkilendiğini ve ilgili habitatta maruz kaldığı olaylar hakkında araştırmacılara bilgiler sağlayabilir. Ülkemiz sularında son yıllarda birçok demersal ve pelajik balık türünün morfometrik özellikleri belirlenmeye çalışılmıştır (Ulu ve Bayhan, 2020; Bodur, 2021; Yedier ve Bostancı, 2021; Tuncer ve ark., 2023). Balık popülasyonları arasındaki değişimleri belirlemede de yaygın olarak morfometrik özellikler kullanılmakta ve bu özellikler bu alanda önemli belirleyiciler olarak dikkat çekmektedir (Yedier ve ark., 2019; Çiçek ve ark., 2021; Özdemir ve ark., 2021; Cengiz ve ark., 2023). Bu çalışmaların da birçoğunda araştırmacılar balık türleri ve popülasyonları arasındaki benzerlik ve farklılıkları belirlemek amacıyla morfometrik karakterlerden faydalanmıştır. Bu gibi popülasyon belirleme çalışmalarıyla genetik olarak ortaya çıkmış yapıların morfo-ekolojik sonuçları ortaya konulurken aynı zamanda balık popülasyonlarının farklı denizlerdeki popülasyonlarının morfolojik yapılarının da karşılaştırılması yapılmaktadır. Tüm popülasyonlar için standart ölçümleri kullanmak popülasyonların karşılaştırılmasında daha gerçek sonuçları yansıtmaları açısından oldukça önemlidir. Bunun yanı sıra boy-boy ve boy-ağırlık ilişkileri de balık stokları ve popülasyonlarının değerlendirilmesinde kullanılan esas parametreler arasındadır (Ricker, 1968). Balıklarda kondisyon faktörü, balığın vücut şekliyle ilgili en önemli parametrelerden biridir. Bu parametre ilgili balık türünün yaşadığı habitatteki gelişimi hakkında bilgi verebilir. Böylelikle araştırmacılara farklı ortamlarda yaşayan aynı türe ait balık popülasyonlarının kondisyon faktörleri karşılaştırılarak habitatlar arası karşılaştırma yapmalarına olanak sağlanabilir. Bu nedenle bu tip çalışmalar sayesinde çeşitli çevrelerde dağılım gösteren türlerin boy-boy ilişkilerinin bilinmesiyle de balık türlerinin kondisyonu, üremesi ve yaşam evreleri hakkında birçok bilgiye ulaşılabilmektedir. Bununla birlikte hem yerel hem de bölgesel tür ve popülasyonların morfolojik karşılaştırılmasına da olanak sağlanmaktadır (Taşkavak ve ark., 2012; Yedier ve ark., 2020; Kontaş, 2023).

*Uranoscopus scaber* türü ülkemizde kurbağa balığı, tiryaki balığı ya da göge bakan balığı olarak da isimlendirilir. Uranoscopidae familyasının bir türü olan bu balıklar yoğun olarak sıcak ve ılık denizlerde yaşarlar (Akşiray, 1987). Ülkemizin sınırlarındaki ise tüm denizlerde de bulunurlar. Ülkemizde sahil bölgelerinde avcılığı yapılan bu balıklar taze olarak pazarlanır. Etləri beyaz ve lezzetlidir (Akşiray, 1987). Ancak Karadeniz bölgesinde kurbağa balıkları insanlar için birinci derecede besini olarak kullanılmadığı ve ekonomik olarak değerlendirilmediği için biyolojileri üzerine yapılmış oldukça az çalışma vardır (Demirhan ve ark., 2007; Ak ve ark., 2009; Erdoğan Sağlam ve Sağlam, 2013; Yeşilçiçek ve ark., 2015). Bu çalışmada *Uranoscopus scaber* türünün daha önce çalışılmamış olan Orta Karadeniz Ordu ili sınırlarında yer alan Yason Burnu popülasyonunun total boy – standart boy ilişkileri, boy-ağırlık ilişkileri ve kondisyon faktörünün belirlenmesi amaçlanmıştır.)

## MATERYAL VE METOT

Çalışma kapsamındaki kurbağa balığı, *Uranoscopus scaber* örnekleri Orta Karadeniz Ordu Perşembe ilçesinde yer alan Yason Burnu sularından farklı göz açıklığına sahip ağlar yardımıyla yakalanmıştır. Örnekler yakalandıktan sonra vücut bütünlüklerinin korunması için balık transfer

kutularına konulmuş ve inceleme laboratuvarına getirilmiştir. Laboratuvara getirilen örnekler inceleninceye kadar bu laboratuvarında bulunan derin dondurucuda muhafaza edilmiştir. Laboratuvara getirilen balık örneklerin incelenmeye başlanmadan önce üzerlerindeki artık materyal uzaklaştırılmıştır. Daha sonra balık örneklerinin ağırlık, total boy ve standart boy ölçümleri yapılmıştır. Sonraki aşamada her balık örneğinin diseksiyon vasıtasıyla eşey tayinleri yapılmıştır. Çalışma kapsamında *U. scaber* türünün boy ağırlık ilişkileri  $W=aL^b$  formülü kullanılarak hesaplanmıştır (Bagenal ve Tesch, 1978).  $L$ =Total balık boy (cm),  $W$ =Balık ağırlığı (g),  $b$  ve  $a$  ise ilişki sabitlerini temsil etmektedir. Türün  $b$  değerinin "3" değeriyle istatistiksel olarak karşılaştırılması sonucuna göre bu balık türünün ilgili habitattaki büyüme tipi belirlenmiştir. Ayrıca bu tür için  $b$  değerinin %95 güven aralığı (% 95CI) da hesaplanmıştır (Zar, 1999). Bu çalışmada türün total boy standart boy değerleri arasındaki ilişki  $y=ax±b$  lineer ilişki denkleminde faydalanılarak belirlenmiştir. Bunun yanı sıra *U. scaber* türünün kondisyon faktörünün belirlenmesinde,  $K=(W/L^3)*100$  formülünden faydalanılmıştır (Ricker, 1975). Bu formülde;  $L$ :Total balık boy (cm),  $W$ :Ağırlık (g),  $K$ : Kondisyon faktörü şeklinde ifade edilmektedir. Türün erkek ve dişi bireylerin özellikleri arasında farklılık olup olmadığı t-testiyle belirlenmiştir. Çalışmamızda boy-ağırlık ilişkisinden elde edilen  $b$  değerlerinin "3" değerinden farklı olup olmadığı ise yine t-testi kullanılarak test edilmiştir. İlişki grafikleri Microsoft Office 365 ProPlus Excel kullanılarak gerekli istatistiksel hesaplamalar ise Minitab 19.0 istatistik programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

## BULGULAR VE TARTIŞMA

Çalışma kapsamında Orta Karadeniz Ordu Perşembe ilçesinde yer alan Yason Burnu sularından toplam 112 adet *Uranoscopus scaber* bireyi örneklenmiştir. Bu örneklerin cinsiyet tayini sonrasında 61 tanesinin dişi 51 tanesinin ise erkek bireylerden oluştuğu belirlenmiştir. Yapılan istatistik değerlendirmeler sonrasında dişi ve erkek bireyler arasında istatistiksel olarak farklılık tespit edilmiştir (t-test,  $P<0.05$ ). Bunun için *U. scaber* türünün popülasyon özellikleri dişi, erkek ve tüm bireyler için ayrı ayrı incelenmiştir.

Çalışmada incelenen dişi balık bireylerin standart boyları 8.8 cm ile 18.1 cm aralığında, total boyları 11.4 cm ile 22.5 cm arasında, ağırlıkları ise 25.2 g ile 204.6 g arasında değişmektedir (Tablo 1). Örneklerin ortalama standart boyu  $11.805±0.252$  cm ortalama total boyu  $14.987±0.304$  cm ve ortalama ağırlığı ise  $67.46±5.30$  g olarak belirlenmiştir (Tablo 1). Erkek balık bireylerin standart boyları 8.5 cm ile 17.2 cm aralığında, total boyları 10.9 cm ile 21.9 cm arasında, ağırlıkları ise 22.4 g ile 168.6 g arasında değişmektedir (Tablo 1). Örneklerin ortalama standart boyu  $11.184±0.255$  cm ortalama total boyu  $14.261±0.324$  cm ve ortalama ağırlığı ise  $53.82±3.99$  g olarak belirlenmiştir (Tablo 1). *U. scaber* türünün tüm bireyleri için (dişi ve erkek) standart boy değerleri 8.5 cm ile 18.1 cm aralığında, total boy değerleri 10.9 cm ile 22.5 cm arasında, ağırlık değerleri ise 22.4 g ile 204.6 g arasında olduğu belirlenmiştir (Tablo 1). Bu örneklerin ortalama standart boyu  $11.522±0.181$  cm ortalama total boyu  $14.656±0.223$  cm ve ortalama ağırlığı ise  $60.70±3.33$  g olarak belirlenmiştir (Tablo 1). Kurbağa balığının literatürde total boyunun yaygın olarak 22.0 cm civarında olduğu maksimum total boy uzunluğunun 54.5 cm ve maksimum vücut ağırlığının ise 940.0 g olduğu bildirilmiştir (Bauchot, 1987; IGFA, 2001; Ak ve ark., 2009).

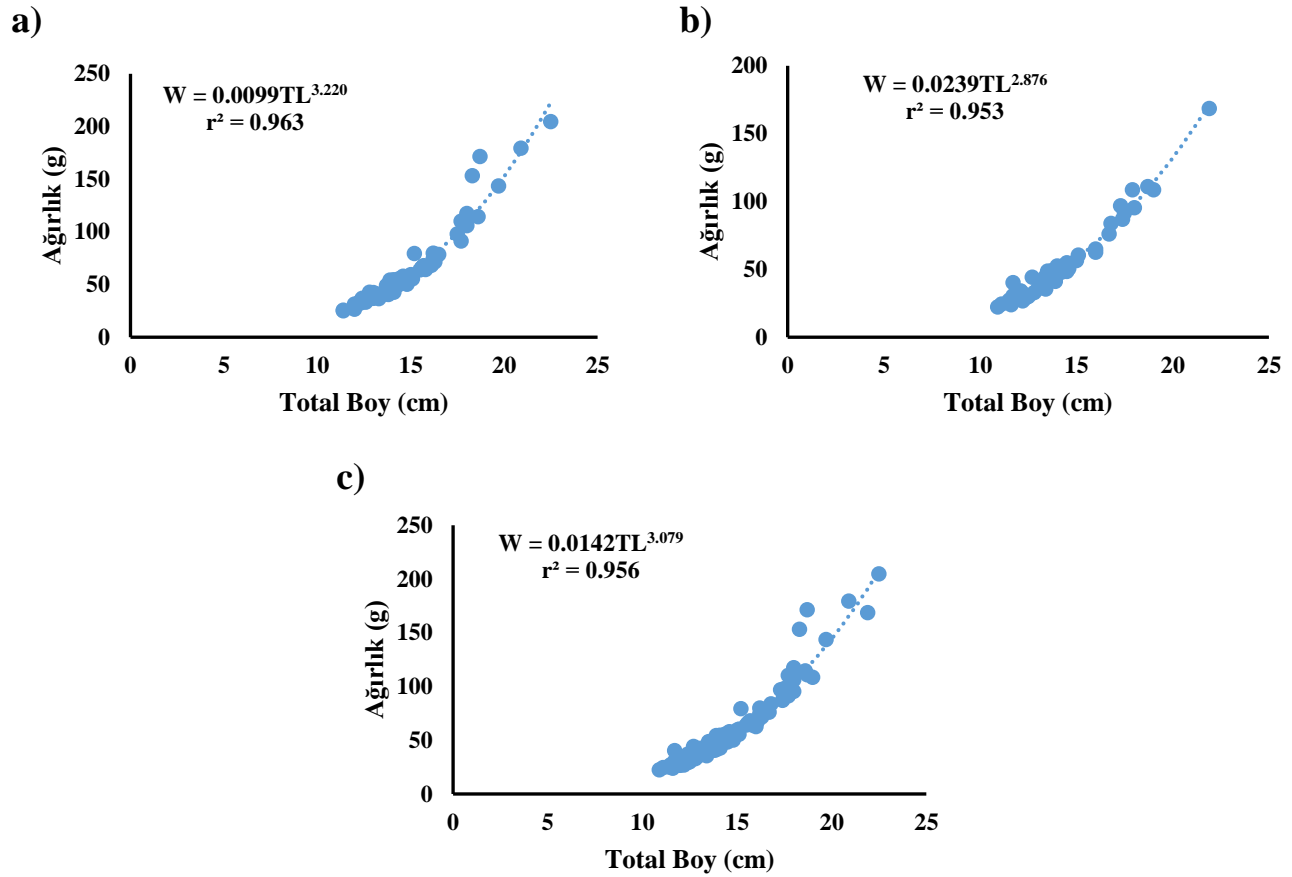
Özellikle balıkların boy ağırlık ilişki denklemlerindeki  $b$  değeri balığın içinde yaşadığı habitat koşullarında göre balığın büyümesi hakkında bilgi sağlayan en önemli parametrelerden biridir. Yapılan çalışmalarda bu  $b$  değerinin genelde 2.5 ile 3.5 arasında farklılık gösterebileceğini bildirilmiştir (Erkoyuncu, 1995).

**Çizelge 1.** Orta Karadeniz Yason Burnu'ndan örneklenen dişi, erkek ve tüm *Uranoscopus scaber* bireylerinin ağırlık, total boy ve standart boy ölçümleri ve tanımlayıcı istatistik değerleri

|                   | Cinsiyet   | n   | Ortalama±SH  | Minimum | Maksimum |
|-------------------|------------|-----|--------------|---------|----------|
| Ağırlık (g)       | Dişi<br>♀  | 61  | 66.46±5.03   | 25.20   | 204.60   |
| Total Boy (cm)    |            | 61  | 14.987±0.304 | 11.400  | 22.500   |
| Standard Boy (cm) |            | 61  | 11.805±0.252 | 8.800   | 18.100   |
| Ağırlık (g)       | Erkek<br>♂ | 51  | 53.82±3.99   | 22.40   | 168.60   |
| Total Boy (cm)    |            | 51  | 14.261±0.324 | 10.900  | 21.900   |
| Standard Boy (cm) |            | 51  | 11.184±0.255 | 8.500   | 17.200   |
| Ağırlık (g)       | Tüm<br>♀+♂ | 112 | 60.70±3.33   | 22.40   | 204.60   |
| Total Boy (cm)    |            | 112 | 14.656±0.223 | 10.900  | 22.500   |
| Standard Boy (cm) |            | 112 | 11.522±0.181 | 8.500   | 18.100   |

Boy-ağırlık denklemindeki  $b$  değeri balığın ilgili habitatta ne tarz bir büyüme eğiliminde olduğu hakkında bilgi verir. Eğer bu değer  $b < 3$  ise negatif allometrik bir büyümeden,  $b > 3$  ise pozitif allometrik bir büyümeden ve  $b = 3$  ise izometrik bir büyümeden söz edilebilir (Ricker, 1975). Yason Burnu'ndan örneklenen dişi *U. scaber* bireylerinin total boy-ağırlık ilişkisinin denklemi  $W = 0.0099TL^{3.220}$  olarak belirlenmiştir ve bu ilişki denkleminin korelasyon katsayısı  $r^2 = 0.963$  olarak hesaplanmıştır (Şekil 1). İstatistiksel analizler *U. scaber* türünün dişi bireylerine ait  $b$  değerinin % 95'lik güven aralığının 3.21040-3.2283 olduğunu göstermiştir. Ayrıca istatistiksel sonuçları  $b$  değerinin "3" değerinden istatistiksel olarak farklı olduğunu ortaya çıkardı (t-test,  $P < 0.05$ ). Bu sonuçlar da bize *U. scaber* türünün Yason Burnu popülasyonundaki dişi bireylerin pozitif allometrik bir büyüme özelliği gösterdiğini ortaya çıkardı. Yason Burnu'ndan örneklenen erkek *U. scaber* bireylerinin total boy-ağırlık ilişkisinin denklemi  $W = 0.0239TL^{2.876}$  olarak belirlenmiştir ve bu ilişki denkleminin korelasyon katsayısı  $r^2 = 0.953$  olarak hesaplanmıştır (Şekil 1). *U. scaber* türünün erkek bireylerine ait  $b$  değerinin % 95'lik güven aralığı 2.86603-2.8876 olarak belirlenmiştir. İstatistiksel analizler bu ilişki denklemindeki  $b$  değerinin "3" değerinden istatistiksel olarak farklı olduğunu ortaya çıkardı (t-test,  $P < 0.05$ ). Bu sonuçlarda bize *U. scaber* türünün Yason Burnu popülasyonundaki erkek bireylerin dişi bireylerin aksine negatif allometrik bir büyüme özelliği gösterdiğini ortaya çıkarmıştır.

Yason Burnu'ndan örneklenen tüm (dişi+erkek) *U. scaber* bireylerinin total boy-ağırlık ilişkisinin denklemi  $W = 0.0142TL^{3.079}$  olarak belirlenmiştir. Bu ilişki denkleminin korelasyon katsayısı ise  $r^2 = 0.956$  olarak hesaplanmıştır (Şekil 1). Çalışma kapsamında değerlendirilen tüm *U. scaber* bireylerine ait  $b$  değerinin % 95'lik güven aralığı 3.07308-3.08728 olarak belirlenmiştir. İstatistiksel sonuçlar bu denklemindeki  $b$  değerinin "3" değerinden istatistiksel olarak farklı olduğunu ortaya çıkarmıştır ( $P < 0.05$ ). Bu sonuçlarda bize *Uranoscopus scaber* türünün Yason Burnu popülasyonunun (dişi+erkek) pozitif allometrik bir büyüme özelliği gösterdiğini ortaya çıkarmıştır.



Şekil 1. Orta Karadeniz, Yason Burnu'ndan örneklenen dişi (a), erkek (b) ve tüm (c) *Uranoscopus scaber* bireylerinin total boy - ağırlık ilişki grafikleri

Gerçekleştirilen çalışmada *Uranoscopus scaber* türünün Yason Burnu popülasyonundaki dişi bireylerin pozitif allometrik, erkek bireylerin negatif allometrik ve tüm bireylerin ise pozitif allometrik bir büyüme özelliği gösterdiği belirlenmiştir. Elde edilen bu sonuçlar literatürde aynı tür üzerine yapılan diğer çalışmalarla da örtüşmektedir. Örneğin, *U. scaber* bireylerinin Doğu Karadeniz (Ak ve ark., 2011) ve Güney Karadeniz sularında (Yeşilçiçek ve ark., 2015), Mısır, İskenderiye açıklarında (Abdallah, 2002) ve Güney Ege Denizi'nde (Bayhan ve Sever, 2004) pozitif allometrik büyüme gösterdiği bildirilmiştir (Tablo 2). Ancak literatürde *U. scaber* türü için bu çalışmalardakinden farklı sonuçların elde edildiği bazı çalışmalar da mevcuttur. Örneğin, *U. scaber* bireylerinin Adriyatik Denizi'nde (Dulcic ve Kraljevic, 1996), Güney Karadeniz'de (Demirhan ve ark., 2007) ve Ege Denizinde (Moutopoulos ve Stergiou, 2002) ve Kuzey Ege Denizi'nde (Karakulak ve ark., 2006) izometrik büyüme gösterdiği bildirilmiştir. Bunun yanı sıra *U. scaber* bireylerinin Orta Akdeniz Tunus Körfezi'nde) negatif allometrik büyüme gösterdiği bildirilmiştir (Miled-Fathali ve ark., 2019) (Tablo 2). Literatürdeki *U. scaber* türü üzerine yapılan çalışmalar derlendiğinde bu türün farklı habitatlarda farklı büyüme tipleri gösterebildiği belirlenmiştir (Tablo 2). Bu durum birçok balık türünde olduğu gibi kurbağa balığı içinde anlaşılabilir bir durumdur çünkü  $b$  değeri birçok faktörden etkilenebilir. Örneğin, örneklem büyüklüğü, yakalama derinliği, boy sınıfı, cinsiyet, olgunluk ve çevrenin hidrografik ve fiziko-kimyasal parametreleri bu faktörlerdendir (Bagenal ve Tesch, 1978; Thomas ve ark., 2003; Hossain ve ark., 2009; Bautista-Romero ve ark., 2012). Boy ağırlık ilişkisi parametrelerinde gözlenen farklılıklar tek veya birden fazla faktörün etkisine de dayalı olarak ta gerçekleşebilir. Çalışmamızla elde edilen veriler yoğun olarak örtüşse de bazı parametrelerdeki farklılıkların örnekleme yöntemlerindeki av araçlarının seçiminden ve örnekleme mevsiminden kaynaklandığı düşünülmektedir.

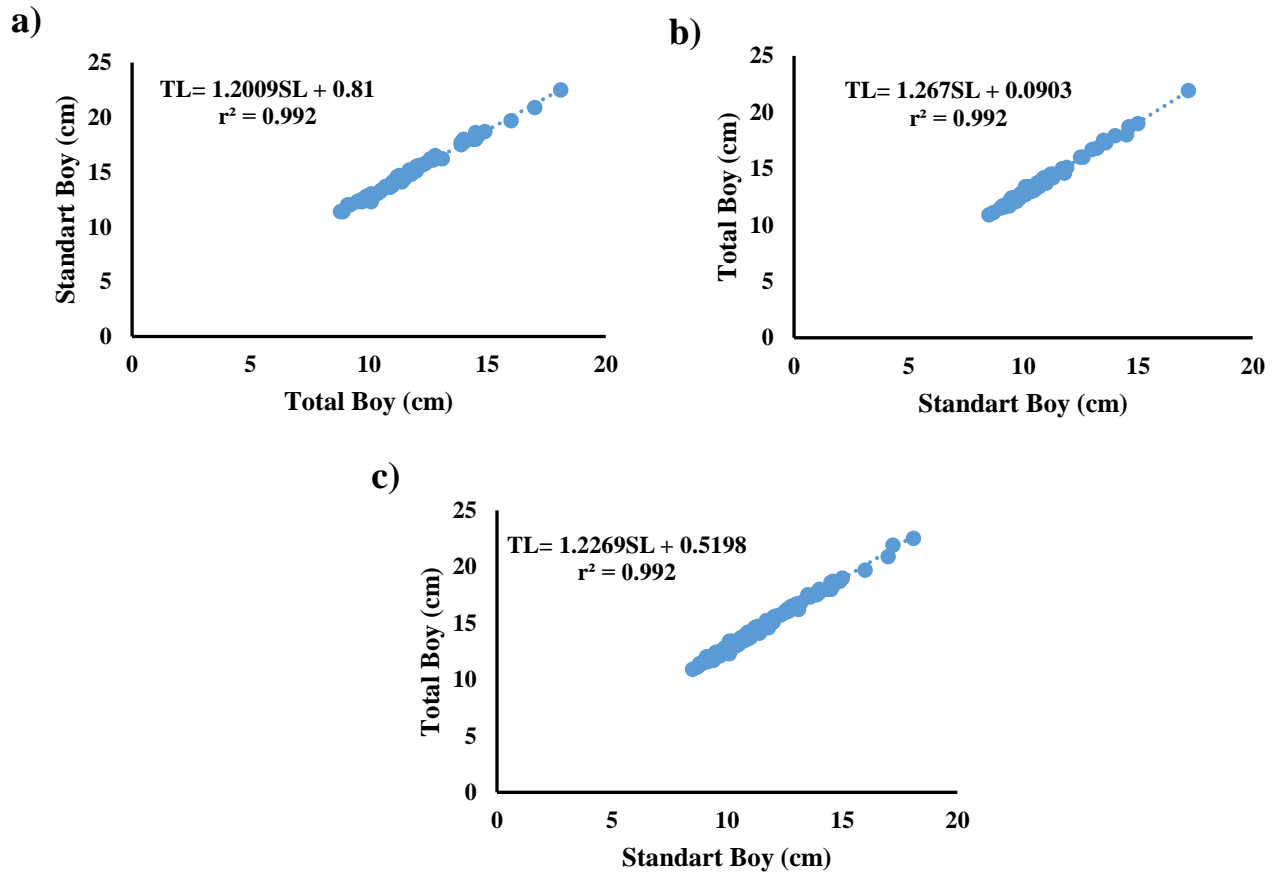
**Çizelge 2.** Farklı çalışmalardaki *Uranoscopus scaber* türüne ait boy, ağırlık değerleri ve büyüme parametreleri

| Lokasyonlar          | n   | Minimum Total Boy | Maksimum Total Boy | a      | b     | r <sup>2</sup> | Cinsiyet | Kaynaklar                                     |
|----------------------|-----|-------------------|--------------------|--------|-------|----------------|----------|---|
| Orta Karadeniz       | 61  | 11.4              | 22.5               | 0.0099 | 3.220 | 0.963          | ♀        | Bu çalışma                                    |
|                      | 51  | 10.9              | 21.9               | 0.0239 | 2.876 | 0.953          | ♂        |   |
|                      | 112 | 10.9              | 22.5               | 0.0142 | 3.079 | 0.956          | ♀+♂      |   |
| Güney Karadeniz      | 226 | 5.3               | 21.8               | 0.0135 | 3.084 | 0.98           | ♀        | Demirhan ve ark. (2007)                       |
|                      | 114 | 5.7               | 15.2               | 0.0141 | 3.088 | 0.97           | ♂        |   |
|                      | 346 | 5.3               | 21.8               | 0.0148 | 3.050 | 0.98           | ♀+♂      |   |
| Güney Karadeniz      | 271 | 7.3               | 25.5               | 0.0097 | 3.206 | 0.967          | ♀        | Yeşilçiçek ve ark. (2015)                     |
|                      | 244 | 9.1               | 20.8               | 0.0143 | 3.053 | 0.921          | ♂        |   |
|                      | 606 | 6.9               | 25.5               | 0.0103 | 3.176 | 0.967          | ♀+♂      |   |
| Doğu Karadeniz       | 620 | 1.8               | 56.4               | 0.0080 | 3.226 | 0.815          | ♀+♂      | Ak et al. (2009)                              |
| Güneydoğu Akdeniz    | 45  | 7.0               | 23.4               | 0.0170 | 3.030 | 0.98           | ♀+♂      | Abdallah (2002)                               |
| Kuzeydoğu Akdeniz    | 92  | 5.2               | 24.7               | 0.0103 | 3.153 | 0.990          | ♀+♂      | Sangun ve ark. (2007)                         |
| Orta Akdeniz         | 66  | 6.0               | 26.5               | 0.0293 | 2.829 | 0.98           | ♀+♂      | Giacalone ve ark. (2010)                      |
| İskenderun Körfezi   | 67  | 13.2              | 28.0               | 0.0150 | 3.021 | 0.951          | ♀        | Başusta ve Özmen (2020)                       |
|                      | 83  | 9.1               | 22.0               | 0.0102 | 3.136 | 0.955          | ♂        |   |
| Batı Ege Denizi      | 30  | 12.4              | 28.4               | 0.0078 | 3.228 | 0.98           | ♀+♂      | Moutopoulos ve Stergiou (2002)                |
| Kuzey Ege Denizi     | 62  | 10.8              | 30.6               | 0.0156 | 2.99  | 0.88           | ♀+♂      | Karakulak ve ark. (2006)                      |
| Kuzey Ege Denizi     | 13  | 18.1              | 27.3               | 0.0130 | 3.084 | 0.934          | ♀+♂      | Altın ve ark. (2015)                          |
| Güney Ege Denizi     | 108 | 11.3              | 30.7               | 0.0087 | 3.237 | 0.975          | ♀+♂      | Bilge ve ark. (2014)                          |
| Marmara Denizi       | 22  | 9.2               | 21.0               | 0.0133 | 3.126 | 0.983          | ♀+♂      | Daban ve ark. (2020)                          |
| Kuzey Marmara Denizi | 82  | 10.7              | 24.6               | 0.0190 | 3.154 | 0.969          | ♀+♂      | Bök ve ark. (2011)                            |
| Doğu Adriyatik       | 36  | 15.2              | 34.1               | 0.0070 | 3.004 | 0.96           | ♀+♂      | Dulcic ve Kraljevic (1996)                    |
| Katalan Denizi       | 63  | 14.0              | 37.0               | 0.0160 | 3.030 | 0.957          | ♀+♂      | Crec'hriou ve ark. (2013)                     |
| Doğu Atlantik        | 33  | 19.7              | 35.0               | 0.0305 | 2.829 | 0.91           | ♀+♂      | Mendes ve ark. (2004)                         |
| Korinthiakos Körfezi | 294 | 13.6              | 30.4               | 0.0120 | 3.101 | 0.983          | ♀+♂      | Moutopoulos ve ark. (2013)                    |
| Zakintos Adası       | 52  | 13.4              | 32.0               | 0.0110 | 3.134 | 0.985          | ♀+♂      | Dimitriadis ve Fournari-Konstantinidou (2018) |
| Tunus Körfezi        | 61  | 12.2              | 32.2               | 0.0364 | 2.739 | 0.91           | ♀+♂      | Miled-Fathali ve ark. (2019)                  |

Balıkların boy-boy ilişkileri, farklı boy tipleri (standart, çatal, total) kullanılarak diğer boy verilerin elde edilmesi ve farklı habitatlarda yapılan büyüme çalışmalarının birbirleriyle karşılaştırmalarına olanak sağlaması açısından önem arz etmektedir. Çalışmamızda *U. scaber* türünün erkek, dişi ve tüm bireylerin total boy standart boy ilişki denklemleri ayrı olarak hesaplanmış ve



sonuçlar Şekil 4'de sunulmuştur. Orta Karadeniz Yason Burnu'ndan örneklenen dişi *U. scaber* bireylerinin total boy standart boy ilişkisi denklemi  $TL=1.2009SL+0.81$  ( $r^2=0.992$ ) olarak belirlenmiştir. Erkek *U. scaber* bireylerinin total boy standart boy ilişkisi denklemi ise  $TL=1.267SL+0.0903$  ( $r^2=0.992$ ) olarak belirlenmiştir. Yason Burnu'ndan örneklenen tüm *U. scaber* bireylerinin (dişi+erkek) total boy standart boy ilişkisi denklemi  $TL=1.2269SL+0.5198$  ( $r^2=0.992$ ) olarak belirlenmiştir. *U. scaber* türünün erkek, dişi ve tüm bireylerin boy - boy ilişki denklemleri incelendiğinde pozitif yönlü kuvvetli bir ilişki olduğu belirlenmiştir. Benzer durum literatürde *U. scaber* türünün Ege Denizi popülasyonu içinde rapor edilmiştir (Moutopoulos ve Stergiou, 2002). Ancak *U. scaber* türünün boy-boy ilişkileri üzerine yapılan çalışmalar oldukça sınırlıdır.



Şekil 2. Orta Karadeniz, Yason Burnu'ndan örneklenen dişi (a), erkek (b) ve tüm (c) *Uranoscopus scaber* bireylerinin total boy - standart boy ilişkisi grafikleri

Kondisyon faktörü büyük ölçüde balıkçılık ve balık biyolojisinde yoğun olarak kullanılan popülasyon parametrelerinden biridir (Fulton, 1904; Pauly, 1983). Bu faktör, balığın habitatında "durumunu" tanımlamak amacıyla balığın ağırlığı ile uzunluğu arasındaki ilişkiden hesaplanır (Froese, 2006; Olabode ve ark., 2007). Kondisyon faktörü değerlerindeki değişiklikler cinsel olgunluk durumu, besin kaynağı mevcudiyetinin derecesini ve belirli bir su kütlelerinin balıkların büyümesi için uygunluğunu gösterir (Alam ve ark., 2014). Çalışmamızda *U. scaber* türünün dişi, erkek ve tüm bireylerin kondisyon faktörleri de ayrı olarak hesaplanmış ve kondisyon faktörlerinin tanımlayıcı istatistik değerleri Tablo 4'de sunulmuştur. Dişi *U. scaber* bireylerinin Kondisyon faktörü değerlerinin 1.5268 ve 2.6211 aralığında değiştiği belirlenmiş olup ortalama kondisyon faktörü değeri dişi bireyleri için  $1.7979 \pm 0.0255$  olarak hesaplanmıştır (Tablo 3). Kondisyon faktörünün erkek bireyler arasında 1.4759 ve 2.5100 aralığında değiştiği belirlenmiş olup ortalama kondisyon faktörü değerinin ise  $1.7340 \pm 0.0257$  olduğu belirlenmiştir (Tablo 3).

**Çizelge 3.** Orta Karadeniz Yason Burnu'ndan örneklenen dişi, erkek ve tüm *Uranoscopus scaber* bireylerinin kondisyon faktörleri ve kondisyon faktörlerinin tanımlayıcı istatistik değerleri

| Cinsiyet   | n   | Ortalama±SH   | Minimum | Maksimum |
|------------|-----|---------------|---------|----------|
| Dişi<br>♀  | 61  | 1.7979±0.0255 | 1.5268  | 2.6211   |
| Erkek<br>♂ | 51  | 1.7340±0.0257 | 1.4759  | 2.5100   |
| Tüm<br>♀+♂ | 112 | 1.7688±0.0183 | 1.4759  | 2.6211   |

Tüm *U. scaber* bireyleri (dişi+erkek) için kondisyon faktörü değerinin 1.4759 ve 2.6211 aralığında değiştiği ve ortalama kondisyon faktörü değerinin ise 1.7718±0.0199 olduğu belirlenmiştir (Tablo 3). Dişi bireylere ait ortalama kondisyon değerinin erkek bireylere ait kondisyon değerinden daha büyük olduğu belirlenmiştir. Bu durum daha önceki çalışmalarda da rapor edilmiş olup sonuçlarımız literatürler de uyumludur. Örneğin *U. scaber* türünün Sanz (1985) ve Rizkalla ve Bakhom'un (2009) doğu ve batı Akdeniz'deki bulgularıyla ve Erdoğan Sağlam ve Sağlam'ın (2013) Karadeniz'deki verileriyle de uyumludur. Kondisyon faktörü değerindeki farklılıkların nedeni temelde üç nedene bağlanabilir. Bunlardan birinci örneklemedeki balıkların boy ve ağırlık gruplarındaki farklılıklardır. İkincisi örneklem yapılırken kullanılan örnekleme aletleri ve yöntemindeki farklılıklar. Üçüncüsü ise parazitlenme derecesi, besin miktarı, gonad döngüleri, mevsimsel değişiklikler, beslenme hızı gibi çevresel faktörlerdir. Bu faktörler balığın durumunu doğrudan etkileyebilir ve balığı boyca ve ağırlıkça büyümesinde farklılıklara neden olabilir. Bu farklılıklarda Kondisyon faktörü değerinin artmasına ya da azalmasına neden olabilir.

## SONUÇ

Ülkemiz gerek etrafının denizlerle çevrili olması gerekse iç su kaynaklarının çeşitliliği itibariyle balık türlerinin yoğun olarak tercih ettiği birçok habitatı bünyesinde barındırmaktadır. Bu durum da balıkçılığı Türkiye'nin hayvansal kaynaklı protein miktarını artırabilmek için önemli bir seçenek olduğunu gün yüzüne çıkartmaktadır. Ancak, su sistemleri, özellikle insan faaliyetleri tarafından doğrudan ve dolaylı olarak giderek artan bir şekilde tehdit edilmekte ve bu habitatlardaki birçok canlı türü yok olma tehlikesiyle karşı karşıya kalmaktadır. Bunun için sucul ekosistemlerin sürdürülebilirliğinin sağlanması noktasında bu habitatlarda yayılım gösteren canlıların popülasyonlarının düzenli olarak incelenmesi ve takibinin yapılması oldukça önemli bir yer tutmaktadır. Ülkemiz denizlerinde *U. scaber* türü üzerine yapılmış sınırlı sayıda çalışma olup *U. scaber* türünün Orta Karadeniz Ordu ili sınırlarında yer alan Yason Burnu popülasyonu üzerine yapılmış bir çalışma bulunmamaktadır. Bu yüzden çalışmamız Yason Burnu popülasyonundaki *U. scaber* türünün boy-boy ve boy-ağırlık ilişkileri ve kondisyon faktörünün belirlendiği ilk çalışmadır. Bu çalışmanın farklı habitatlarda yaşayan *U. scaber* bireylerinin karşılaştırmalı olarak değerlendirilmesine, ilgili türle alakalı balıkçılık yönetim planları oluşturulmasına ve bunlara bağlı olarak da ilgili balık stoklarının sürdürülebilirliği sağlanmasına katkı yapacağı düşünülmektedir.

## TEŞEKKÜR

Bu çalışmada, Ordu Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Koordinasyon Birimi tarafından A-2114 kodlu desteklenen BAP Projesinin verilerinden yararlanılmıştır. Desteklerinden dolayı Ordu Üniversitesi BAP birimine katkılarından dolayı teşekkür ederiz.

## Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

## Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

## KAYNAKLAR

- Abdallah, M. (2002). Length-weight relationship of fishes caught by trawl off Alexandria, Egypt. *Naga ICLARM Q*, 25(1),19-20.
- Ak, O., Kutlu, S., & Aydın, I. (2009). Length-weight relationship for 16 fish species from the Eastern Black Sea, Türkiye. *Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences*, 9(1), 125-126.
- Ak, O., Kutlu, S., & Karayücel, I. (2011). Some reproductive characteristics of *Uranoscopus scaber* Linnaeus, 1758 (Pisces: Uranoscopidae) in the Black Sea (Turkey). *Cahiers de Biologie Marine*, 52(3), 253-260.
- Akşiray, F. (1987). Türkiye deniz balıkları ve tayin anahtarı. İstanbul: İstanbul Üniversitesi Rektörlüğü Yayınları.
- Alam, M.M., Rahman, M.T., & Parween, S. (2014). Morphometric characters and condition factors of five freshwater fishes from Pagla River of Bangladesh. *International Journal of Aquatic Biology*, 2(1), 14-19.
- Altın, A., Ayyıldız, H., Kale, S., & Alver, C. (2015). Length-weight relationships of forty-nine fish species from shallow waters of Gökçeada Island, Northern Aegean Sea. *Turkish Journal of Zoology*, 39(5), 971-975.
- Bagenal, T.B. ve Tesch, F.W. (1978). Age and growth. In: Bagenal T (Ed), Methods for assessment of fish production in fresh waters, 3rd edn. IBP Handbook No. 3, (pp. 101-136), Oxford: Blackwell Science Publications.
- Başusta, N. ve Özmen, M.M. (2020). Growth characteristics of *Uranoscopus scaber* Linnaeus 1758, inhabiting the İskenderun Bay (Northeastern Mediterranean). *Journal of Applied Ichthyology*, 36(6), 875-879.
- Bauchot, M.L. (1987). Poissons osseux. p. 891-1421. In Fischer, W., Bauchot, M.L. & Schneider, M. (Eds.) Fiches FAO d'identification pour les besoins de la pêche. (Rev. 1). Méditerranée et mer Noire. Zone de pêche 37. Vol. II. Rome: Commission des Communautés Européennes and FAO.
- Bautista-Romero, J.J., González-Peláez, S.S., Campos-Dávila, L., & Lluch-Cota, D.B. (2012). Length-weight relationships of wild fish captured at the mouth of Río Verde, Oaxaca, México and connected lagoons (Miniyua, El Espejo, Chacahua and Pastoría). *Journal of Applied Ichthyology*, 28(2), 269-271.
- Bayhan, B. ve Sever, T.M. (2004). Güney Ege Denizi'nde dağılım gösteren tiryaki balığının, *Uranoscopus scaber* Linnaeus, 1758 (Pisces: Uranoscopidae), boy-ağırlık ilişkisi üzerine araştırmalar. Ulusal Su Günleri, 2004-İzmir.
- Bilge, G., Yapıcı, S., Filiz, H., & Cerim, H. (2014). Weight-length relations for 103 fish species from the Southern Aegean Sea, Turkey. *Acta Ichthyologica et Piscatoria*, 44(3), 263-269.
- Bodur, B. (2021). *Güney Karadeniz Bölgesi'ndeki Eşkına balığının (Sciaena umbra) biyo-ekolojik özellikleri*. (Yüksek lisans tezi). Erişim adresi: <https://tez.yok.gov.tr/UlusalTezMerkezi/tezSorguSonucYeni.jsp>.
- Bök, T.D., Göktürk, S.D., Kahraman, A.E., Alıçlı, T.Z., Acun, T., & Ateş, C. (2011). Length-weight relationships of 34 fish species from the Sea of Marmara, Turkey. *Journal of Animal and Veterinary Advances*, 10(23), 3037-3042.
- Cengiz, B., Şeker, E., & Özcan, E.İ. (2023). Karakaya Baraj Gölü'nde yaşayan *Arabibarbus grypus* (Heckel, 1843) (Şabut) popülasyonunun bazı büyüme özelliklerinin belirlenmesi. *Journal of Anatolian Environmental and Animal Sciences*, 8(3), 306-312.
- Çiçek, E., Öztürk, S., Seçer, B., Sungur, S. (2021). Aksu Çayı (Adıyaman- Türkiye) *Garra turcica* Karaman, 1971 popülasyonu için bazı popülasyon dinamiği parametreleri. *Biyolojik Çeşitlilik ve Koruma*, 14(2), 180-187.
- Crec'hriou, R., Neveu, R., & Lenfant, P. (2013). Length-weight relationship of main commercial fishes from the French Catalan Coast. *Journal of Applied Ichthyology*, 29(5),1191-1192.

- Daban, İ.B., Arslan İhsanoğlu, M., İşmen A., & İnceoğlu, H. (2020). Length-weight relationships of 17 teleost fishes in the Marmara Sea, Turkey. *Kahramanmaraş Sütçü İmam University Journal of Agriculture and Nature*, 23(5), 1245-1256.
- Demirhan, S.A., Can, M.F., & Seyhan, K. (2007). Age and growth of stargazer (*Uranoscopus scaber* L., 1758) in the Southeastern Black Sea. *Journal of Applied Ichthyology*, 23(6), 692-694.
- Dimitriadis, C. ve Fournari-Konstantinidou, I. (2018). Length-weight relations for 20 fish species (Actinopterygii) from the Southern Ionian Sea, Greece. *Acta Ichthyologica et Piscatoria*, 48(4), 415-417.
- Dulčić, J. ve Kraljevic, M. (1996). Weight-length relationship for 40 fish species in the Eastern Adriatic (Croatian waters). *Fisheries Research*, 28(3), 243-251.
- Erdoğan Sağlam, N. ve Sağlam, C. (2013). Population parameters of stargazer (*Uranoscopus scaber* Linnaeus, 1758) in the Southeastern Black Sea region during the 2011–2012 fishing season. *Journal of Applied Ichthyology*, 29(6), 1313-1317.
- Erkoyuncu, İ. (1995). *Balıkçılık Biyolojisi ve Populasyon Dinamiği*. Samsun: Ondokuz Mayıs Üniversitesi Yayınları.
- Froese, R. (2006). Cube law, condition factor and weight-length relationships: History, meta-analysis and recommendations. *Journal of Applied Ichthyology*, 22(4), 241-253.
- Fulton, T.W. (1904). The rate of growth of fishes. *22nd Annual Report of Fishery Board of Scotland*, 1904(3), 141-241.
- Giacalone, V.M., D'Anna, G., Badalamenti, F., & Pipitone, C. (2010). Weight-length relationships and condition factor trends for thirty-eight fish species in trawled and untrawled areas off the Coast of Northern Sicily (Central Mediterranean Sea). *Journal of Applied Ichthyology*, 26(6), 954-957.
- Hossain, M.Y., Jasmine, S., Ibrahim, A.H.M., Ahmed, Z.F., Rahman, M.M., & Ohtomi, J. (2009). Length-weight and length-length relationships of 10 small fish species from the Ganges, Bangladesh. *Journal of Applied Ichthyology*, 25(1), 117-119.
- IGFA, (2001). Database of IGFA angling records until 2001. Erişim adresi: <https://igfa.org/member-services/world-record/angler/Albert%20Ward>
- Karakulak, F.S., Erk, H., & Bilgin, B. (2006). Length-weight relationships for 47 coastal fish species from the Northern Aegean Sea, Turkey. *Journal of Applied Ichthyology*, 22(4), 274-278.
- Kontaş, S. (2023). Length-weight, length-length relationships, and condition factor of Red Mullet (*Mullus barbatus* Linnaeus, 1758) inhabiting Mersin Bay. *Sakarya University Journal of Science*, 27(2), 398-407.
- Mendes, B., Fonseca, P., & Campos, A. (2004). Weight-length relationships for 46 fish species of the Portuguese West Coast. *Journal of Applied Ichthyology*, 20(5), 355-361.
- Miled-Fathali, N., Hamed, O., & Chakroun-Marzouk, N. (2019). Length-weight relationships of 22 commercial fish species from the Gulf of Tunis (Central Mediterranean Sea). *Cahiers de Biologie Marine*, 60, 541-546.
- Moutopoulos, D.K., Ramfos, A., Mouka, A., & Katselis, G. (2013). Length-weight relations of 34 fish species caught by small-scale fishery in Korinthiakos Gulf (Central Greece). *Acta Ichthyologica et Piscatoria*, 43(1), 57-64.
- Moutopoulos, D.K. ve Stergiou, K.I. (2002). Length-weight and length-length relationships of fish species from the Aegean Sea (Greece). *Journal of Applied Ichthyology*, 18(3), 200-203.
- Olabode, O.D., Oyedapo, F., Oluayo, B., & Olabode, A. (2007). Length-weight relationship and condition factor of the elephant fish, *Mormyrus rume* (Valenciennes, 1846) in River Ose, Southwestern Nigeria. *Animal Research International*, 4(1), 617-620.
- Özdemir, S., Arideniz, B., Birinci Özdemir, Z., & Özsandıkçı, U. (2021). Dip trolü ile avlanan barbunya balıklarının (Mullidae familyası: *Mullus barbatus ponticus*, *Mullus surmuletus*, *Upeneus moluccensis*) büyüme ve populasyon parametrelerinin tahmini. *Journal of Advances in VetBio Science and Techniques*, 6(2), 65-77.
- Pauly, D. (1983). *Some simple methods for the assessment of tropical fish stock*. Rome: Food and Agriculture Organization of the United Nations.

- Ricker, W.E. (1975). *Computation and interpretation of biological statistics of fish populations*. Canada: Journal of the Fisheries Research Board of Canada.
- Ricker, W.E. (1968). *Methods for assessment of fish production in Freshwaters*. Oxford: Blackwell Scientific Publications.
- Rizkalla, S.I. ve Bakhom, S.A. (2009). Some biological aspects of atlantic stargazer *Uranoscopus scaber* Linnaeus, 1758 (Family: Uranoscopidae) in the Egyptian Mediterranean water. *Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences*, 9(1), 59-66.
- Sangun, L., Akamca, E., & Akar, M. (2007). Weight-length relationships for 39 fish species from the North-Eastern Mediterranean Coast of Turkey. *Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences*, 7(1), 37-40.
- Sanz, A. (1985). Contribución al estudio de la biología de *Uranoscopus scaber* Linnaeus, 1758 (Osteichthyes, Uranoscopidae) del Mediterráneo occidental. *Investigación Pesquera*, 49(1), 35-46.
- Taşkavak, E., Gürkan, Ş., & Bayhan, B. (2012). İzmir Körfezi (Ege Denizi)'nde Gümüş balığı *Atherina boyeri* Risso, 1810'nın biyometrik özellikleri. *Journal of Fisheries Sciences.com*, 6(1), 18-25.
- Thomas, J., Venu, S., & Kurup, B.M. (2003). Length-weight relationship of some deepsea fish inhabiting the continental slope beyond 250 m depths along the West Coast of India. *Naga, Worldfish Center Quarterly*, 26(2), 17-21.
- Tuncer, S., Torcu Koç, H., & Zilifli, A. (2023). An additional occurrence of Grey Triggerfish (*Balistes capriscus* Gmelin, 1789) with some notes on morphological parameters in Saros Bay, (Northern Aegean Sea, Türkiye). *Doğanın Sesi*, 6(11), 24-34.
- Ulu, B. ve Bayhan, B. (2020). Congridae (Teleostei: Anguilliformes) family species of distributing in the Turkish seas and their general features. *Turkish Journal of Agriculture - Food Science and Technology*, 8(5), 1216-1226.
- Yedier, S., Konaş, S., & Bostancı, D. (2019). Marmara Denizi'nde yaşayan *Pagellus acarne* (Risso, 1827)'nin kondisyon faktörü, boy-boy ve boy-ağırlık ilişkileri. *Journal of Anatolian Environmental and Animal Sciences*, 4(2), 82-88.
- Yedier, S., Konaş, S., & Bostancı, D. (2020). Length-length and length-weight relationships of lessepsian *Saurida undosquamis* from the İskenderun Bay (Eastern Mediterranean, Turkey). *Journal of the Institute of Science and Technology*, 10(1), 616-623.
- Yedier, S. ve Bostancı, D. (2021). Intra- and interspecific discrimination of *Scorpaena* species from the Aegean, Black, Mediterranean and Marmara seas. *Scientia Marina*, 85(3), 197-209.
- Yeşilçiçek, T., Kalaycı, F., & Şahin, C. (2015). Length-weight relationships of 10 fish species from the Southern Black Sea, Turkey. *Journal of Fisheries Sciences.com*, 9(1), 19-23.
- Zar, J.H. (1999). *Biostatistical analysis*, 4th edn. Upper Saddle River, New Jersey: Prentice Hall.

**To Cite:** Altuner, F., Tuncturk, R., Oral, E. & Tuncturk, M. (2024). Determination of the polyphenolic contents in some cereals and legume microgreens by dualex measurements. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1331-1341.

### **Determination of the Polyphenolic Contents in Some Cereals and Legume Microgreens by Dualex Measurements**

Fevzi ALTUNER<sup>1\*</sup>, Ruveyde TUNCTURK<sup>2</sup>, Erol ORAL<sup>2</sup>, Murat TUNCTURK<sup>2</sup>

#### **Highlights:**

- Dualex+ 4 Scientific
- Polyphenolics in cereal and legume microgreens
- Chlorophyll and flavonol contents

#### **Keywords:**

- Cereals
- Legumes
- Dualex
- Nitrogen balance index
- Anthocyanin

#### **ABSTRACT:**

This research aims to measure the nitrogen balance index (NBI) used in the evaluation of nitrogen (N) and chlorophyll (CHL), anthocyanin (ANTS), and flavonol (FLAV) contents of some cereal and legume microgreens. The experiment was established in the Fully Controlled Climate Room of Van Yuzuncu Yil University Faculty of Agriculture Department of Field Crops in October-November 2020. The plant materials used in the research were Bezostaja-1, Dogu-88, Palandoken and Ayyildiz wheat, Tarm-92, Cetin-2000, Larende and Kral-97 barley, Haskara, Dirilis, Kirkklar, Kahraman and Faikbey oats, Arifiye maize, Uzbek and Sazak lentils. Arda chickpea, Goynuk bean, Mung bean, black chickpea, Amazon cowpea, Lutfibey sainfoin, Bilensoy-80 alfalfa, and Dadas red clover including 14 cereal and 10 legume varieties. The seeds planted in the planting medium consisting of the mixture prepared in plastic chalets with a 1331ölüme of 500 cc were taken to a fully controlled climate room and microgreens were obtained by applying 50-60% humidity,  $21 \pm 2/17 \pm 2$  °C and 16/8 light/dark period, and microgreens were obtained in cereals and legumes. Polyphenolic measurements were taken when the microgreens were 7-9 days old and when sprouts of the forage legumes group were 20-21 days old. Measurements were performed in triplicate with the Dualex+ 4 Scientific (FORCE-A, Orsay, France) device. Statistical analysis of the measurements was carried out according to the Randomized Parcels Trial Design. According to the measurement results, the highest contents based on varieties were determined in Lutfibey sainfoin for NBI ( $106.533 \pm 10.68$  mg/g), for CHL in Arda chickpea ( $41.3 \pm 2.63$  µg/cm<sup>2</sup>), for ANTS in Dadas red clover ( $0.08 \pm 0.01$  dualex index) and FLAV in Amazon cowpea ( $0.746 \pm 0.03$  dualex index). According to group-based averages, the highest values were determined for NBI in forage legumes ( $86.844$  mg/g), for CHL in barley ( $31.14$  µg/cm<sup>2</sup>) and oats, edible cereal legumes and forage legumes in the same group, for ANTS in forage legumes ( $0.053$  dualex index) and wheat and oats in the same group, for FLAV in edible cereal legumes ( $0.56$  dualex index) and oat in the same group. The study concluded that cereal and legume microgreens have polyphenolic-rich contents. Similar research to be carried out under controlled and field conditions would be useful in evaluating bioactive ingredients and N.

<sup>1</sup> Fevzi ALTUNER ([Orcid ID: 0000-0002-2386-2450](https://orcid.org/0000-0002-2386-2450)), Van Yuzuncu Yil University, Gevas Vocational School, Plant and Animal Production Department, Van, Türkiye.

<sup>2</sup> Ruveyde TUNCTURK ([Orcid ID: 0000-0002-3759-8232](https://orcid.org/0000-0002-3759-8232)), Erol ORAL ([Orcid ID: 0000-0001-9413-1092](https://orcid.org/0000-0001-9413-1092)), Murat TUNCTURK ([Orcid ID: 0000-0002-7995-0599](https://orcid.org/0000-0002-7995-0599)), Van Yuzuncu Yil University, Agriculture Faculty, Department of Field Crops, Van, Türkiye

\*Corresponding Author: Fevzi ALTUNER, e-mail: fevzialtuner@yyu.edu.tr

## INTRODUCTION

Microgreens are a plant food whose green leaves are harvested just above the root collar shortly after the first true leaves emerge and are consumed in salads or single specialties (Kou et al., 2014). The preference for microgreens continues to increase with the functional food concept due to the high amounts of antioxidants, phenolics, vitamins, and minerals they contain compared to their mature counterparts (Xiao et al., 2015). Although it is produced in large quantities in many broad-leafed vegetables, microgreen cultivation, and research in cereals are limited (Altuner et al., 2021).

Polyphenolics are secondary metabolites, most of which are found in plant leaves. So much so that it has been determined that 23% of a dry leaf consists of polyphenolics (Kandil et al., 2004). In addition, it has been determined that there is a linear relationship between nitrogen content in leaves and polyphenolics (Cartelat et al., 2005; Meyer et al., 2006; Tremblay et al., 2007). Chlorophyll is one of the most important pigments that can be used as a measure in determining the nitrogen status of plants and where photosynthesis occurs in plants (Wood et al., 1992). Flavonols are another indicator that can be used as an indicator of nitrogen sensitivity. There is an inverse relationship with increasing flavonol contents when nitrogen levels in plants decrease (Cartelat et al., 2005). Similarly, polyphenolics can be used as an alternative to chlorophyll measurements to evaluate N levels of plants. Some devices have been developed to measure nitrogen levels in plants simply and quickly. SPAD meters and Dualex devices are some of these devices. These devices offer the opportunity to evaluate the nitrogen (N) level in plants by measuring the chlorophyll levels in the plant leaves without damaging them. Thus, they are also used to determine the additional nitrogen fertilization needs of plants (Tremblay et al., 2008). On the other hand, as the N level in plant leaves increases, the accuracy of SPAD meters in chlorophyll measurements decreases (Richardson et al., 2002). At the same time, SPAD meter measurements are also affected by the environment and measurement conditions (Cerovic et al., 2012).

Similarly, with Dualex, polyphenolic contents in the leaf can be determined by measuring the UV rays at a wavelength of 375 nm absorbed by the leaf epidermis, based on the transmission of UV rays through the leaf epidermis (Goulas et al., 2004). This is because most of the polyphenolics in the leaf are actively used in absorbing UV rays. Using this, polyphenolic measurements are carried out in leaves. In some studies conducted on wheat and corn, it was determined that the polyphenolic and N contents in the leaves (Cartelat et al., 2005; Cerovic et al., 2005; Tremblay et al., 2007) could be used to estimate the protein ratio in the cereal (Cerovic et al., 2005). Flavonol and chlorophyll contents can be measured simultaneously with the Dualex sensor (Cerovic et al., 2012; Tremblay et al., 2012). The nitrogen balance index, which is formulated as the ratio of the amount of chlorophyll to the amount of flavonols and provides the opportunity to determine the nitrogen content and needs of plants, can be automatically calculated by Dualex (Cartelat et al., 2005). Dualex-4 can make very good measurements with 3% error compared to other devices. The biggest advantage of Dualex-4 is that it can measure chlorophyll and flavonoid measurements from one point on the leaf and simultaneously. This allows the calculation of the nitrogen balance index. The nitrogen balance index can also be used as a reference in determining the N balance and nitrogen fertilization needs of plants (Cerovic et al., 2012).

Research conducted with the Dualex device has mostly focused on the evaluation of the bioactive contents and nitrogen status of fruits and vegetables (Cerovic et al., 2012; Cerovic et al., 2015; Padilla et al., 2014, Padilla et al., 2018; Overbeck et al., 2018). Then, it began to be used in plants such as wheat (*Triticum aestivum* L.) and maize (*Zea mays* L.), which are considered basic food crops, and significant

relationships were detected between nitrogen concentrations in leaves and plants and dualex measurements in these plants (Cartelat et al., 2005; Tremblay et al., 2007; Tremblay et al., 2020 ).

Dualex research has been carried out mostly based on measurements of vegetable and fruit leaves. Compared to these, it is noteworthy that the number of studies conducted on cereals and legumes is limited. It seems that these studies are limited in microgreens, which have increased in importance in recent years as a functional food. In this research, it was aimed to evaluate the polyphenolic contents such as chlorophyll, flavonols, and anthocyanins of cereal and legume microgreens, which have a limited number of dualex studies, and the nitrogen balance (NBI), which is considered an important reference for N evaluation and management in plants, by measuring them with a dualex device.

## MATERIALS AND METHODS

### Herbal Material

Information about the institute and organization from which the plant materials and seeds used in the research were obtained are given in Table 1. Accordingly, Dogu 88, Palandoken and Ayyildiz wheat Lutfibey sainfoin and Dadas red clover seeds were obtained from Eastern Anatolia Agricultural Research Institute, Bezostaja-1 and Arifiye maize seeds obtained from Corn Research Institute, Tarm-92, Cetin 2000 barley, Uzbek lentil and Bilensoy-80 alfa alfa seeds obtained from Field Crops Central Research Institute, Larende and Kral-97 barley and Dirilis oat seeds obtained from Bahri Dagdas International Agricultural Research Institute, Haskara oats obtained from Aegean Agricultural Research Institute, Kirklar, Kahraman and Faikbey oat seeds obtained from Trace Agricultural Research Institute, Sazak lentil and Goynuk bean seeds obtained from Gecit Kusagi Agricultural Research Institute, Arda chickpea obtained from GAP International Agricultural Research Institute, mung bean from Siirt rural (local), black chickpea from Iraq rural (local), and Amazon cowpea seeds from Ondokuz Mayıs University Faculty of Agriculture.

**Table 1.** Herbal material used in the research, procurement and registration information

| Groups        | Varieties           | Supplier   | Registration Date                           |
|---------------|---------------------|--|---|
| Wheat         | Wheat (Bezostaja 1) | Corn Research Institute                                    | 31.12.2013<br>(Registration extension date) |
|               | Wheat (Dogu 88)     | Eastern Anatolia Agricultural Research Institute           | 16.04.1990                                  |
|               | Wheat (Palandoken)  | Eastern Anatolia Agricultural Research Institute           | 1997  |
|               | Wheat (Ayyildiz)    | Eastern Anatolia Agricultural Research Institute           | 8.04.2011                                   |
| Barley        | Barley (Tarm 92)    | Field Crops Central Research Institute                     | 12.05.1992                                  |
|               | Barley (Cetin 2000) | Field Crops Central Research Institute                     | 24.04.2000                                  |
|               | Barley (Larende)    | Bahri Dagdas International Agricultural Research Institute | 14.04.2006                                  |
|               | Barley (Kral 97)    | Bahri Dagdas International Agricultural Research Institute | 1997  |
| Oat           | Oat (Haskara)       | Aegean Agricultural Research Institute.                    | 26.03.2015                                  |
|               | Oat (Dirilis)       | Bahri Dagdas International Agricultural Research Institute | 2017  |
|               | Oat (Kirklar)       | Trace Agricultural Research Institute                      | 2014  |
|               | Oat (Kahraman)      | Trace Agricultural Research Institute                      | 11.04.2014                                  |
|               | Oat (Faikbey)       | Trace Agricultural Research Institute                      | 1.04.2004                                   |
| Maize         | Maize (Arifiye)     | Corn Research Institute                                    | 31.12.2013<br>(Registration extension date) |
| Edible Cereal | Lentils (Uzbek)     | Field Crops Central Research Institute.                    | 27.04.2001                                  |



**Table 1.** Herbal material used in the research, procurement and registration information (continued)

|                |                       |   |   |
|----------------|-----------------------|---|---|
|                | Lentils (Sazak)       | Gecit Kusagi Agricultural Research Institute      | 31.12.2011<br>(Registration extension date) |
|                | Chickpea (Arda)       | GAP International Agricultural Research Institute | 8.04.2013                                   |
|                | Bean (Goynuk)         | Gecit Kuşagi Tarımsal Arşt.Enst.Mud.              | 31.12.2018<br>(Registration extension date) |
|                | Mung bean             | (Siirt-local)                                     |   |
|                | Black chickpea        | (Iraq-local)                                      |   |
| Forage Legumes | Cowpea (Amazon)       | Ondokuz Mayıs University Faculty of Agriculture   | 13.04.2010                                  |
|                | Sainfoin (Lutfibey)   | Eastern Anatolia Agricultural Research Institute  | 2005  |
|                |                       |   | 31.12.2014<br>(Registration extension date) |
|                | Alfalfa (Bilensoy-80) | Field Crops Central Research Institute            | (Registration extension date)               |
|                | Red clover (Dadas)    | Ondokuz Mayıs University Faculty of Agriculture   | 2008  |

### Setting Up the Experiment and Taking Measurements

The research was established in the Van Yuzuncu Yil University Faculty of Agriculture Field Crops fully controlled climate room with a setup similar to the method preferred by Niroula (2019). A planting environment was created by placing a mixture of peat, cocopit and perlite in 2/3 of the 500 cc plastic chalets with sufficiently drilled bottoms. Seeds of wheat, oats, edible cereal legumes and forage legumes group varieties were planted on 09.10.2020, and barley varieties were planted on 12.10.2020. After the seeds were sown, a 2 cm thick mixture was added and lightly pressed to increase contact. The cultivated chalets were placed in a fully controlled climate cabinet with 50-60% humidity,  $21 \pm 2/17 \pm 2$  °C temperature and a 16/8 light/dark period was applied. Fujika-60-watt spiral fluorescent bulb was used for lighting. Irrigation was done by spraying using pure water as needed.

Polyphenolic measurements of cereal and table legume group plants were made on 7-9 day-old microgreens after planting, and on 20-21-day-old sprouts of legume forage group plants.

### Dualex 4 Scientific Measurements

The Dualex® 4 Scientific (FORCE-A, Orsay, France) device measures polyphenolic contents in plant leaves via chlorophyll fluorescence (Figure 1). The optical sensor in the device measures anthocyanin, flavonol and chlorophyll in the leaves simply and quickly. The device uses the analysis of the light passing through the leaves to measure chlorophyll in  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  units in the range of 0-150  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ . The device measures flavonols and anthocyanins by taking advantage of the screening effect of polyphenolics on chlorophyll fluorescence. Flavonol and anthocyanin measurements are made with a relative absorbance value between 0-2.5. The area of the leaf material to be measured is 19.6 mm<sup>2</sup> and its thickness is 1.5 mm. The device performs measurements by giving its coordinates thanks to its built-in GPS (Anonymous, 2024a, 2024b). It has two output wavelengths: one is chlorophyll fluorescence excited by a light (UV) source at 375 nm wavelength, the other is a reference light source at 60 nm wavelength (red). These rays are activated sequentially. UV light is initially absorbed by polyphenolics, especially by flavonols. Red rays pass through the epidermis without being absorbed before reaching the chlorophyll in the mesophyll. The ratio between the two fluorescence responses of chlorophyll excited by UV and red light sources is measured by Dualex, using fluorescent light emitted at 695 nm (Muñoz-Huerta et al., 2013; Hamann, 2021).

The green leaves of the live plant material examined in the research were taken undamaged between the clips of the Dualex 4 Scientific device, and chlorophyll ( $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ), flavonol (dualex index), anthocyanin (dualex index) and nitrogen balance index (mg/g) were measured three times (Tremblay et al., 2010; Dong et al., 2020).



Figure 1. Dualex+ 4 Scientific (FORCE-A, Orsay, France) cihazı (Cerovic et al., 2015)

### Evaluation of Data and Statistical Analysis

Variance analysis of chlorophyll, flavonol, anthocyanin and nitrogen balance index values obtained from three repeated measurements with the Dualex device was performed according to the Randomized Parcel Trial Design. COSTAT (Version 6.303) computer analysis program was used in statistical analyses. The Least Significant Difference (LSD) Multiple Comparison Test was used to determine the significant differences between the obtained averages.

## RESULTS AND DISCUSSION

### Nitrogen Balance Index (NBI)

NBI values of the cereal and legume microgreen groups used in the research are given in Table 2. The differences between NBI values were found to be statistically significant ( $P < 0.05$ ). Accordingly, NBI values vary between  $26.200 \pm 0.98$ - $106.533 \pm 10.68$  mg/g. The highest NBI values were detected in Lutfibey clover and the lowest in black chickpea.

The overall average NBI values of microfillets were determined as 60.88 mg/g in cereal groups and 62.36 mg/g in legume groups. The differences between the average NBI values based on variety of groups were also found to be statistically significant ( $P < 0.05$ ) and ranged between 51.87-86.84 mg/g. The highest NBI data was obtained from the forage legumes group, while the wheat, barley, and table legume groups were in the lowest group (Table 2). It is seen that NBI values in wheat, barley, and table legume groups are at close levels to each other, the highest level is taken from the feed cereal legume group, followed by the barley group among the cereals (Figure 2).

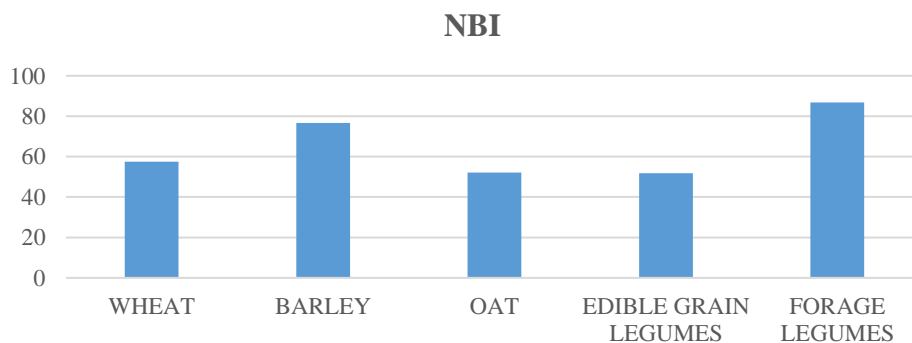


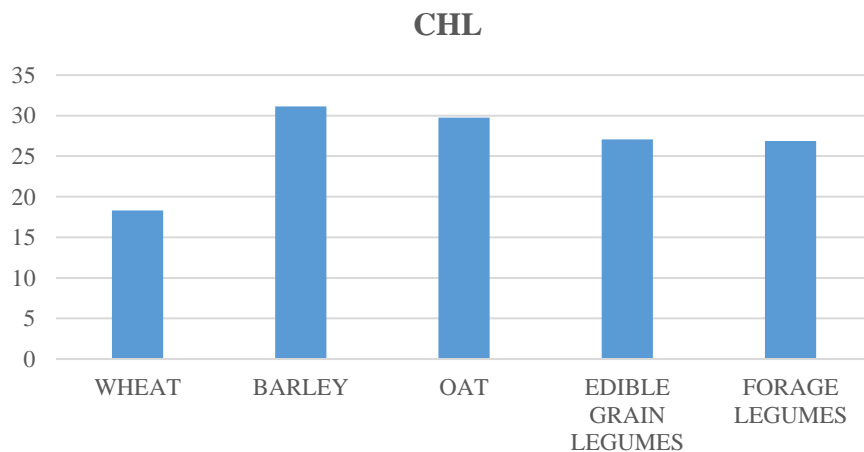
Figure 2. Graph of NBI values obtained in the microgreen groups examined

In a study (Espinoza S. et al., 2023), it was determined that as nitrogen doses increased, the NBI level in grasses increased, but remained constant in single and mixed planting forms of peas. The NBI level was detected at the highest level of 141.2 mg/g in fenugreek plants grown in a controlled environment under 50 mM salt stress and in 50% field soil + 30% vermicompost + 20% perlite (Tuncturk et al., 2023). In a study examining local wheat varieties and cereal microgreens (Altuner et al., 2021), the highest nitrogen balance index ( $100.767 \pm 10.276$  mg/g) was determined in the Beysehir barley variety and the lowest in Seydisehir, Fetih oat varieties and Kirik local wheat variety. It was stated that the nitrogen balance index of the Beysehir barley variety was around 50% higher than some of the varieties examined. In a study conducted to examine the effect of planting frequency and nitrogen fertilization rates in corn on the chlorophyll and NBI values of the plant (Dong et al., 2021), according to Dualex 4 measurements, there was no difference between device NBI readings based on planting frequency, and the highest NBI value based on growth stages was 48.89.  $NBI_1 - NBI_2$  with dualex index and 59.4 based on nitrogen fertilization doses were obtained in the VT phase and  $NBI_1$  with dualex index and 240 kg ha<sup>-1</sup> dose. These values are similar to the wheat group average and the measurements obtained from corn in our research.

### Chlorophyll (CHL) Contents

The values regarding the CHL content of the cereal and legume microgreens examined in the study are shown in Table 2. Accordingly, the differences between CHL values were found to be statistically significant ( $P < 0.05$ ). CHL values of the examined microgreens varied between  $12.333 \pm 0.72$ – $41.300 \pm 2.63$   $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ . The highest CHL values were obtained from Arda chickpea and the lowest from the Ayyildiz wheat variety.

The general CHL average values of the examined microgreens on a group basis were determined as 26.96  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  in cereals and 27.006  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  in legumes. The differences between the CHL values of microgreens based on variety of groups were found to be statistically significant ( $P < 0.05$ ). CHL values of microgreen groups were determined between 18.32–26.86  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ . In the CHL values data in this category, forage legumes, edible cereal legumes, and oat and barley groups were in the highest group, while the wheat group was found in the lowest level (Table 2). It is seen that the CHL values of the other groups except the wheat varieties group are close to each other. It is understood that wheat microgreens contain around 59-68% CHL of other variety groups (Figure 3).



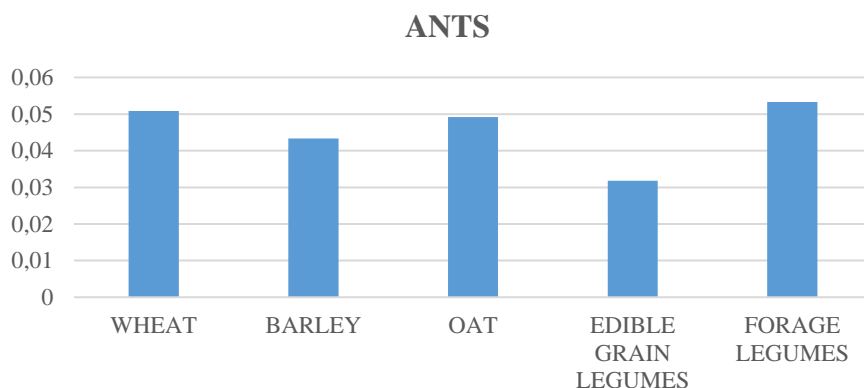
**Figure 3.** Graph of CHL values obtained in the microgreen groups examined

In a study (Espinoza S. et al., 2023), it was determined that as nitrogen doses increased, the amount of chlorophyll in grasses increased, but the increase in legumes was insignificant. In a study examining local wheat varieties and cereal microgreens (Altuner et al., 2021), the highest chlorophyll value ( $30.1004 \pm 0.435 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ) was determined in the Beysehir barley variety. According to the averages in our research, the highest chlorophyll value was determined in the barley group, in this respect the results are similar. Similarly, in another study (Cerovic et al., 2012), chlorophyll levels were determined to be between 21-32  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  dualex index in kiwi, grape, wheat, and corn leaves with a similar device (Dualex-4 Scientific). (Tremblay et. al., 2009), it was determined that the interaction between factors, planting times and nitrogen fertilization doses did not have a significant effect on the measurements made with the dualex device in both seasons. In this research, the amount of chlorophyll was determined between 30.8-44.6 dualex index and was similar to our research. In a study conducted to examine the effect of planting frequency and nitrogen fertilization rates on the plant's chlorophyll and NBI values in corn (Dong et al., 2021), according to Dualex 4 measurements, the highest chlorophyll value based on growth stages was in the Chl<sub>2</sub> and V8 stages with a dualex index of 44.36. Based on frequency, 44.5 dualex index was obtained at Chl<sub>2</sub> and 5.5 plants m<sup>-2</sup> frequency, and on the basis of nitrogen fertilization doses, 49.66 dualex index was obtained at Chl<sub>2</sub> and 240 kg ha<sup>-1</sup> dose. These results are higher than the measurements obtained in our research. Dualex measurements vary depending on factors such as research conditions, measurement phase, plant density, and nitrogen content (Dong et al., 2021).

#### Anthocyanin (ANTS) Values

Data regarding the ANTS values of the cereal and legume microgreens examined in the study are shown in Table 2. Accordingly, the differences between ANTS values were found to be statistically significant ( $P < 0.05$ ). ANTS values of the examined plants varied between  $0.02 \pm 0.0$ - $0.08 \pm 0.01$  dualex index. The highest CHL values of microgreens were taken from Bilensoy-80 alfalfa and the lowest from Mung bean.

ANTS values of the examined microgreen groups, based on general averages, were determined as 0.049 dualex index in the cereals group and 0.038 dualex index in the legume groups. The differences between the average values of the microfillet groups were found to be statistically significant ( $P < 0.05$ ). It is seen that the edible legume group has ANTS content around 63%-74% of other groups (Figure 4).



**Figure 4.** Graph of ANTS values obtained in the microgreen groups examined

In a study examining local wheat varieties and cereal microgreens (Altuner et al., 2021), the highest anthocyanin level ( $0.073 \pm 0.015$  dualex index) was determined in the Seydisehir oat variety. These values are similar to the data obtained from Dadas red clover in our research. Tremblay et. get.

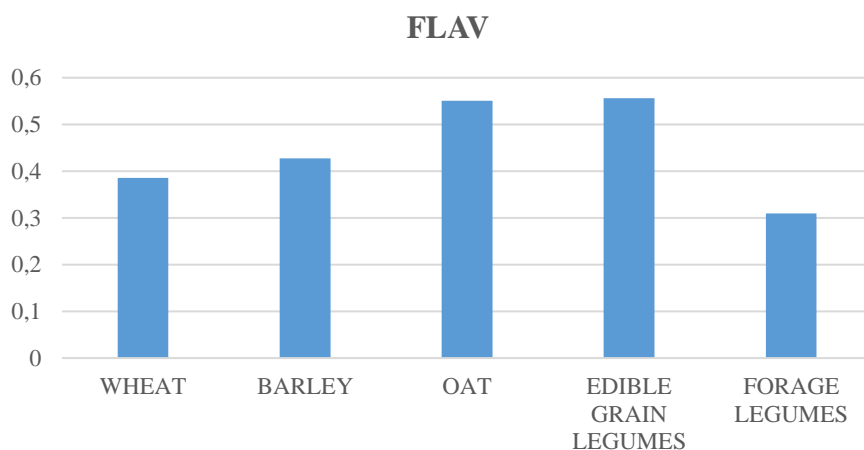
(2009) in a study conducted on wheat, it was determined that the interaction between factors, planting times, and nitrogen fertilization doses did not have a significant effect on the measurements made with the dualex device in both seasons. In this research, the amount of polyphenolics was determined between 2.1-2.6 dualex. In 30 repeated measurements on 80 leaves with the Dualex-4 device, the number of epidermal flavonoids was determined to be between 1.2-1.8 dualex (Cerovic et al., 2012). It was determined that anthocyanin and flavonoids contents measured with the Dualex 4 device showed a negative correlation with N doses (Tripathi et al., 2023). In this study, the highest anthocyanin was determined as 0.06 dulaex value in the control plots during the Dualex 4 device measurements during the stemming period, and it was observed that the anthocyanin values varied between 0.04 and 0.11 dualex during the flowering period. The data obtained in both periods are similar to our research.

### Flavonol (FLAV) Contents

FLAV contents obtained from cereal and legume microgreens used in the research are shown in Table 2. The differences between FLAV contents were found to be statistically significant ( $P < 0.05$ ). Accordingly, FLAV contents were determined between  $0.246 \pm 0.03$ -  $0.746 \pm 0.03$  dualex index. The highest FLAV contents were obtained from Amazon cowpea and the lowest from Bezostaja-1 wheat varieties, which are in the same group as Dadas red clover.

The overall average FLAV contents were 0.469 dualex in cereals and 0.482 dualex in legumes. The differences between the variety groups were found to be statistically significant ( $P < 0.05$ ). Accordingly, FLAV contents varied between 0.31-0.56 dualex index. Accordingly, the highest FLAV values were detected in the oat groups, which are statistically in the same group with the edible cereal legume varieties, and the lowest were detected in the forage legumes group.

It is understood that wheat and barley variety groups have similar levels of FLAV content, oats, and table legume groups have similar levels of FLAV content, and the legume forage crops group has lower levels of FLAV content. In this case, it is seen that the forage legumes group contains FLAV around 76% of the wheat and barley group and 56% of the oats and table legumes group. (Figure 5).



**Figure 5.** Graph of FLAV values obtained in the microgreen groups examined

The flavonol level in fenugreek plants grown under 50 mM salt stress and in 30% field soil + 50% vermicompost + 20% perlite environment was determined at the highest level as 0.52 dulaex value (Tuncturk et al., 2023). In a study examining local wheat varieties and cereal microfillets (Altuner et al., 2021), the highest flavonol value ( $0.607 \pm 0.04$  dualex) was determined in Seydishir oat variety. In a study conducted on wheat, the number of polyphenolics was determined to be between 2.1-2.6 dualex

## Determination of the Polyphenolic Contents in Some Cereals and Legume Microgreens by Dualex Measurements

(Tremblay et al., 2009). In a study conducted to examine the effect of planting frequency and nitrogen fertilization rates in corn on the chlorophyll and NBI values of the plant (Dong et al., 2021), the relationship between chlorophyll, flavonol and NBI values obtained based on the 1st and 2nd trial areas according to Dualex 4 measurements ( Using Cartelat et al., 2005), it was determined that flavonol contents varied between 0.92-0.93 dualex index. These values are higher than the measurements obtained in our research. Dualex measurements vary due to factors such as research conditions, measurement phase, plant density, and nitrogen content (Dong et al., 2021).

**Table 2.** Dualex values for CHL, ANTS, FLAV and NBI contents of cereals and legumes\*

| Varieties                          | NBI                 |                 |          | CHL                   |        |          | ANTS           |       |          | FLAV           |       |          |       |
|------------------------------------|---------------------|-----------------|----------|-----------------------|--------|----------|----------------|-------|----------|----------------|-------|----------|-------|
|                                    | (mg/g)              |                 |          | (µg/cm <sup>2</sup> ) |        |          | (dualex index) |       |          | (dualex index) |       |          |       |
| CEREAL<br>S                        | Wheat (Bezostaja 1) | 86.133          | ±1.33    | bc                    | 20.266 | ±0.47    | l              | 0.043 | ±0.006   | ef             | 0.27  | ±0.01    | l     |
|                                    | Wheat (Dogu 88)     | 55.866          | ±1.59    | hi                    | 20.833 | ±2.0     | kl             | 0.06  | ±0.01    | bc             | 0.443 | ±0.04    | fgh   |
|                                    | Wheat (Palandoken)  | 54.9            | ±2.33    | hi                    | 19.833 | ±1.50    | l              | 0.05  | ±0.0     | de             | 0.43  | ±0.01    | gh    |
|                                    | Wheat (Ayyildiz)    | 33.233          | ±0.50    | n                     | 12.333 | ±0.72    | m              | 0.05  | ±0.0     | de             | 0.4   | ±0.02    | hi    |
|                                    | <b>Wheat Means</b>  | 57.533          | <b>C</b> |                       | 18.32  | <b>B</b> |                | 0.051 | <b>A</b> |                | 0.39  | <b>B</b> |       |
|                                    | Barley (Tarm 92)    | 84.5            | ±4.85    | c                     | 32.8   | ±2.79    | bc             | 0.04  | ±0.0     | fg             | 0.4   | ±0.02    | hi    |
|                                    | Barley (Cetin 2000) | 82.166          | ±0.95    | c                     | 28.866 | ±0.59    | def            | 0.053 | ±0.006   | cd             | 0.35  | ±0.01    | ij    |
|                                    | Barley (Larende)    | 71.033          | ±1.75    | d                     | 31.666 | ±1.62    | bcd            | 0.037 | ±0.006   | fgh            | 0.47  | ±0.03    | efg   |
|                                    | Barley (Kral 97)    | 68.766          | ±1.12    | de                    | 31.233 | ±1.96    | bcde           | 0.043 | ±0.006   | ef             | 0.49  | ±0.03    | ef    |
|                                    | <b>Barley Means</b> | 76.62           | <b>B</b> |                       | 31.14  | <b>A</b> |                | 0.043 | <b>B</b> |                | 0.43  | <b>B</b> |       |
|                                    | Oat (Haskara)       | 64.966          | ±1.90    | ef                    | 33.433 | ±0.74    | b              | 0.043 | ±0.006   | ef             | 0.51  | ±0.02    | de    |
|                                    | Oat (Dirilis)       | 57.6            | ±0.95    | gh                    | 27.366 | ±3.79    | fgh            | 0.04  | ±0.0     | fg             | 0.49  | ±0.01    | ef    |
|                                    | Oat (Kirkklar)      | 51.1            | ±0.44    | ij                    | 28.4   | ±0.69    | efg            | 0.043 | ±0.006   | ef             | 0.503 | ±0.03    | e     |
|                                    | Oat (Kahraman)      | 46.733          | ±1.68    | jk                    | 29.666 | ±1.3     | def            | 0.053 | ±0.006   | cd             | 0.676 | ±0.02    | b     |
|                                    | Oat (Faikbey)       | 40.4            | ±2.25    | lm                    | 29.866 | ±4.19    | cdef           | 0.066 | ±0.006   | b              | 0.576 | ±0.01    | c     |
|                                    | <b>Oat Means</b>    | 52.16           | <b>C</b> |                       | 29.75  | <b>A</b> |                | 0.049 | <b>A</b> |                | 0.55  | <b>A</b> |       |
|                                    | Maize (Arifiye)     | 54.866          | ±1.42    | hi                    | 30.9   | ±1.08    | bcde           | 0.057 | ±0.006   | cd             | 0.556 | ±0.05    | cd    |
|                                    | L<br>EGUME<br>S     | Lentils (Uzbek) | 70.766   | ±0.51                 | d      | 24.5     | ±1.04          | hij   | 0.057    | ±0.006         | cd    | 0.433    | ±0.04 |
| Lentils (Sazak)                    |                     | 62.566          | ±2.74    | f                     | 29.4   | ±1.91    | def            | 0.03  | ±0.0     | hij            | 0.473 | ±0.03    | efg   |
| Chickpea (Arda)                    |                     | 62.366          | ±3.51    | fg                    | 41.3   | ±2.63    | a              | 0.027 | ±0.006   | ijk            | 0.67  | ±0.07    | b     |
| Bean (Goynuk)                      |                     | 62.166          | ±2.06    | fg                    | 27     | ±0.46    | fgh            | 0.023 | ±0.006   | jk             | 0.493 | ±0.02    | ef    |
| Mung bean (Siirt-Local)            |                     | 42.933          | ±2.65    | kl                    | 21.566 | ±0.35    | jkl            | 0.02  | ±0.0     | k              | 0.476 | ±0.02    | efg   |
| Black chickpea (Iraq-Local)        |                     | 26.2            | ±0.98    | o                     | 20.066 | ±0.93    | l              | 0.033 | ±0.006   | ghi            | 0.603 | ±0.03    | c     |
| Cowpea (Amazon)                    |                     | 36.066          | ±0.46    | mn                    | 25.666 | ±0.64    | ghi            | 0.033 | ±0.006   | ghi            | 0.746 | ±0.03    | a     |
| <b>Edible Cereal Legumes Means</b> |                     | 51.87           | <b>C</b> |                       | 27.07  | <b>A</b> |                | 0.032 | <b>C</b> |                | 0.56  | <b>A</b> |       |
| Sainfoin (Lutfibey)                |                     | 106.533         | ±10.68   | a                     | 33.733 | ±3.95    | b              | 0.023 | ±0.006   | jk             | 0.316 | ±0.03    | jk    |
| Alfalfa (Bilensoy-80)              |                     | 63.733          | ±3.25    | f                     | 23.433 | ±2.47    | ijk            | 0.057 | ±0.006   | cd             | 0.366 | ±0.006   | ij    |
| Red clover (Dadas)                 |                     | 90.266          | ±3.27    | b                     | 23.4   | ±1.49    | jkl            | 0.08  | ±0.01    | a              | 0.246 | ±0.03    | l     |
| <b>Forage Legumes Means</b>        |                     | 86.844          | <b>A</b> |                       | 26.86  | <b>A</b> |                | 0.053 | <b>A</b> |                | 0.31  | <b>C</b> |       |
| C.V. %                             | 4.93                |                 |          | 6.78                  |        |          | 13.2           |       |          | 6.37           |       |          |       |
| LSD(0.05)                          | 4.89                |                 |          | 2.97                  |        |          | 0.01           |       |          | 0.05           |       |          |       |
| Grup Means                         |                     |                 |          |                       |        |          |                |       |          |                |       |          |       |
| Cereals                            | 60.876              |                 |          | 26.962                |        |          | 0.049          |       |          | 0.469          |       |          |       |
| Legumes                            | 62.36               |                 |          | 27.006                |        |          | 0.038          |       |          | 0.482          |       |          |       |

\* NBI: Nitrogen balance index, CHL: Chlorophyll, ANTS: Anthocyanin, FLAV: Flavonol

There is no statistically significant difference between the values shown with the same uppercase and lowercase letters in the same column. For a better understanding of precise values, numbers are used after the dot.

## CONCLUSION

In the research, it was determined that cereal and legume microgreens have rich contents in terms of polyphenolics such as chlorophyll, anthocyanin, and flavonols, and their nitrogen balance index is high.

The legume forage crop group has the highest Nitrogen Balance Index and the Lutfibey sainfoin in this group has the highest index, the barley group has the highest index value among cereals.

The chlorophyll content of wheat group has the lowest chlorophyll content, and the other groups show approximate values to each other in this respect, it was determined that the edible legume group

had the lowest anthocyanin contents, and the legume forage plants group had the lowest flavonol contents.

It was evaluated that some polyphenolic measurements in microgreens produced from the material used in the research could be made easily and quickly with the Dualex 4 Scientific device, the nitrogen balance index related to N evaluation was also determined, and that it would be useful to conduct similar studies on a limited number of cereals and legumes, especially microgreens, compared to other plants.

### Conflict of Interest

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

### Author's Contributions

The authors declare that they have contributed equally to the article

### REFERENCES

- Altuner, F., Tuncturk, R., Oral, E. & Tuncturk, M. (2021). Evaluation of pigment, antioxidant capacity and bioactive compounds in microgreens of wheat landraces and cereals. *Chilean journal of agricultural research*, 81(4), 643-654.
- Anonim. (2024a). Features brochure of the Dualex device. (Accessed date: July 11, 2024).
- Anonim. (2024b). Dualex Scientific user manual (Accessed date: July 11, 2024). [https://www.dynamax.com/images/uploads/papers/Dualex\\_Manual.pdf](https://www.dynamax.com/images/uploads/papers/Dualex_Manual.pdf).
- Cartelat, A., Cerovic, Z. G., Goulas, Y., Meyer, S., Lelarge, C., Prioul, J. L., Barbottin, A., Jeuffroy, M. H., Gate, P., Agati, G. & Moya, I. (2005). Optically assessed contents of leaf polyphenolics and chlorophyll as indicators of nitrogen deficiency in wheat (*Triticum aestivum* L.). *Field Crops Research* 91: 35– 49.
- Cerovic, Z. G., Cartelat, A., Goulas, Y. & Meyer, S. (2005). In-field assessment of wheat leaf polyphenolics using the new optical leaf-clip Dualex. In: *Precision Agriculture*, ed. J. V. Stafford, pp. 243–250. Wageningen, the Netherlands: Wageningen Academic Publishers.
- Cerovic, Z. G., Ghozlen, N. B., Milhade, C., Obert, M., Debuissou, S. & Moigne, M. L. (2015). Nondestructive diagnostic test for nitrogen nutrition of grapevine (*Vitis vinifera* L.) based on dualex leaf-clip measurements in the field. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 63(14), 3669-3680.
- Cerovic, Z. G., Masdoumier, G., Ghozlen, N. B. & Latouche, G. (2012). A new optical leaf-clip meter for simultaneous non-destructive assessment of leaf chlorophyll and epidermal flavonoids. *Physiologia Plantarum*, 146(3), 251-260. <https://doi.org/10.1111/j.1399-3054.2012.01639.x>
- Cerovic, Z.G., Ghozlen, N.B., Milhade, C., Obert, M., Debuissou, S. & Moigne, M.L. (2015). Nondestructive diagnostic test for nitrogen nutrition of grapevine (*Vitis vinifera* L.) based on Dualex leaf-clip measurements in the field. *J. Agric. Food Chem.* 63, 3669–3680.
- Dong, R., Miao, Y., Wang, X., Chen, Z. & Yuan, F. (2021). Improving maize nitrogen nutrition index prediction using leaf fluorescence sensor combined with environmental and management variables. *Field Crops Research*, 269, 108180. <https://doi.org/10.1016/j.fcr.2021.108180>.
- Dong, R., Miao, Y., Wang, X., Chen, Z., Yuan, F., Zhang, W. & Li, H. (2020). Estimating plant nitrogen concentration of maize using a leaf fluorescence sensor across growth stages. *Remote Sens.* 12, 1139.
- Espinoza, S., Carrasco, B., Del Pozo, A. & Cabeza, R. A. (2023). N<sub>2</sub> Fixation, N Transfer, and Land Equivalent Ratio (LER) in Cereal Legume–Wheat Intercropping: Impact of N Supply and Plant Density. *Plants*, 13(7), 991. <https://doi.org/10.3390/plants13070991>.
- Goulas, Y., Cerovic, Z. G., Cartelat, A. & Moya, I. (2004). Dualex: A new instrument for field measurements of epidermal ultraviolet absorbance by chlorophyll fluorescence. *Applied Optics* 43: 4488–4496.
- Hamann, F. A. (2021). *Potential and limitations for the practical use of fluorescence sensors to detect physiological adaptations of crops* (Doctoral dissertation, Universitäts-und Landesbibliothek Bonn). <https://www.force-a.com/wp-content/uploads/2019/09/BROCHURE-DUALEX-1.pdf>.

- Kandil, F. E., Grace, M. H., Seigler, D. S. & Cheeseman, J. M. (2004). Polyphenolics in *Rhizophora mangle* L. leaves and their changes during leaf development and senescence. *Trees* 18: 518–528.
- Kou, L., Yang, T., Luo, Y., Liu, X. & Huang, L. (2014). Pre-harvest calcium application increases biomass and delays senescence of broccoli microgreens. *Postharvest Bio. Tech.* 87:70–78.
- Meyer, S., Cerovic, Z. G., Goulas, Y. Montpied, P. Demotes-Mainard, S., Bidel, L. P. R., Moya, I. & Dreyer, E. (2006). Relationships between optically assessed polyphenols and chlorophyll contents, and leaf mass per area ratio in woody plants: a signature of the carbon-nitrogen balance within leaves? *Plant, Cell and Environment* 29: 1338–1348.
- Muñoz-Huerta, R. F., Guevara-Gonzalez, R. G., Contreras-Medina, L. M., Torres-Pacheco, I., Prado-Olivarez, J. & Ocampo-Velazquez, R. V. (2013). A review of methods for sensing the nitrogen status in plants: advantages, disadvantages and recent advances. *Sensors (Basel)* 13: 10823–10843. <https://doi.org/10.3390/s130810823>.
- Niroula, A., Khatri, S., Timilsina, R., Khadka, D., Khadka, A. & Ojha, P. (2019). Profile of chlorophylls and carotenoids of wheat (*Triticum aestivum* L.) and barley (*Hordeum vulgare* L.) microgreens. *J Food Sci Technol* 56(5):2758–2763.
- Overbeck, V., Schmitz, M., Tartachnyk, I. & Blanke, M., (2018). Identification of light availability in different sweet 593 cherry orchards under cover by using non-destructive measurements with a Dualex™. *Eur. J. Agron.* 93, 50– 594 56.
- Padilla, F. M., Gallardo, M., Peña-Fleitas, M. T., de Souza, R. & Thompson, R. B. (2018). Proximal optical sensors for 601 nitrogen management of vegetable crops: a review. *Sensors*. 18, 2083.
- Padilla, F. M., Peña-Fleitas, M. T., Gallardo, M. & Thompson, R. B. (2014). Evaluation of optical sensor measurements of canopy reflectance and of leaf flavonols and chlorophyll contents to assess crop nitrogen status of muskmelon. *Europ. J. Agronomy*. 58, 39–52.
- Richardson, A. D., Duigan, S. P. & Berlyn, G. P. 2002. An evaluation of noninvasive methods to estimate foliar chlorophyll content. *New Phytologist* 153: 185–194
- Tremblay, N., Wang, Z. & Bélec, C. (2009). Performance of Dualex in Spring Wheat For Crop Nitrogen Status Assessment, Yield Prediction And Estimation of Soil Nitrate Content. *Journal of Plant Nutrition*, 33(1), 57–70. <https://doi.org/10.1080/01904160903391081>
- Tremblay, N., Wang, Z. & Bélec, C., 2010. Performance of Dualex in spring wheat for crop nitrogen status assessment, yield prediction and estimation of soil nitrate content. *J. Palnt Nutr.* 33, 57–70.
- Tremblay, N., Wang, Z. & Cerovic, Z. G. (2012). Sensing crop nitrogen status with fluorescence indicators. A review. *621 Agron. Sustain. Dev.* 32, 451–464.
- Tremblay, N., Wang, Z. & Belec, C. (2007). Evaluation of the Dualex for the assessment of corn nitrogen status. *Journal of Plant Nutrition* 30: 1355–1369.
- Tripathi, S. C., Mamrutha, H. M., Venkatesh, K., Meena, R. P., Kumar, N., Samota, S. R. & Singh, G. (2023). Physiological indices, productivity and profitability assessment at varying nitrogen levels of wheat under conservation agriculture. *International Journal of Plant Production*, 17(4), 667-680.
- Tuncturk, R., Tuncturk, M., Arman, R., Nohutcu, L. & Şelem, E. (2023). Effects of Vermicompost Applications on Morphological and Physiological Changes in Fenugreek (*Trigonella foenum graecum* L.) Seedlings Grown under Salt Stress Conditions. *Igdir University Journal of Agricultural Sciences*, 1(2), 42-51.
- Wood, C. W., Reeves, D. W., Duffield, R. R. & Edmisten, K. L. (1992). Field chlorophyll measurements for evaluation 635 of corn nitrogen status. *J. Plant. Nutr.* 15, 487–500.
- Xiao, Z., Lester, G. E., Park, E., Saftner, R. A., Luo, Y. & Wang, Q. (2015). Evaluation and correlation of sensory attributes and chemical compositions of emerging fresh produce: Microgreens. *Postharvest Bio. Tech.* 110:140–148.



**Atf İçin:** Erman, M., Çiğ, F., Sönmez, F. ve Ceritoglu, M. (2024). Fasulye (*Phaseolus vulgaris*) saman ve tanesinin makro ve mikro besin konsantrasyonları üzerinde fosfor ve molibden uygulamalarının etkisi: Bir tarla denemesi. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1342-1352.

**To Cite:** Erman, M., Çiğ, F., Sönmez, F. & Ceritoglu, M. (2024). Effect of Phosphorus and Molybdenum Treatments on Macro and Micro Nutrient Concentrations of Bean (*Phaseolus vulgaris*) Straw and Seed: A field Experiment. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1342-1352.

### Fosfor ve Molibden Uygulamalarının Fasulye (*Phaseolus vulgaris*) Saman ve Tanesinin Makro ve Mikro Besin Element İçeriklerine Etkisi

Murat ERMAN<sup>1</sup>, Fatih ÇİĞ<sup>2</sup>, Ferit SÖNMEZ<sup>3</sup>, Mustafa CERİTOĞLU<sup>2\*</sup>

#### Öne Çıkanlar:

- P ve Mo saman ve tanede N birikimini artırdı
- Mo uygulaması Ca ve Mg alımını teşvik etti
- Birlikte P ve Mo sinerjistik etki gösterdi

#### Anahtar Kelimeler:

- Biyofortifikasyon
- Kuru fasulye
- Yemelik baklagil
- Besin alımı
- Bakliyat

#### ÖZET:

Bu çalışmanın amacı, fosfor (P) ve molibden (Mo) uygulamasının fasulyede makro ve mikro besin biyofortifikasyonuna etkisini incelemektir. Çalışma *Phaseolus vulgaris*'te fosfor ve molibdenin makro ve mikro besin alımı ve biyofortifikasyonu üzerine bireysel ve interaktif etkisine ışık tutmaktadır. Üç fosfor ve molibden seviyesi kullanılan çalışma tesadüf blokları deneme desenine göre dört tekerrürlü olarak yürütülmüştür. Fosfor ve molibden uygulaması hem sap hem de tohumda azot birikimini artırmıştır. Artan fosfor dozlarına bağlı olarak samanda ve tanede azot içeriği kontrole göre sırasıyla %42.3 ve %7.4 oranında artmıştır. Ayrıca, fosfor ilavesi sapta mangan içeriğini artırırken, molibden sapta mangani artırmıştır. Ek olarak, 4 g Mo kg-tohum<sup>-1</sup> uygulaması tohumdaki magnezyum konsantrasyonunu kontrole göre %28.2 oranında artırmış, ancak deneme alanının toprak bileşiminde bu besinlerin yeterli seviyelerde bulunması nedeniyle bitki materyallerinde fosfor, potasyum, bakır, demir ve çinko içeriğinde bir artış gözlenmemiştir. Çalışma sonuçlarına göre, samanda ve tanede sırasıyla azot %3.15-7.05 ve %17.5-19.2, fosfor 586-990 ppm ve 1049-1355 ppm, potasyum 695-2690 ppm ve 1021-1727 ppm, kalsiyum 5839-11162 ppm ve 559-1303 ppm, magnezyum 690-1474 ppm ve 348-1036 ppm, mangan 25.3-38.3 ppm ve 8.29-9.29 ppm, bakır 8.6-16.9 ppm ve 11.3-19.9 ppm, demir 469-927 ppm ve 70.2-80.3 ppm, çinko 6.5-10.8 ppm ve 17.9-23.3 ppm aralığında değişmiştir. Sonuç olarak, fasulye yetiştirilen alanlarda, özellikle asidik topraklarda, fosfor gübrelemesiyle beraber molibden takviyesinin de gerekli olduğu belirlenmiştir.

### Effect of Phosphorus and Molybdenum Applications on Macro and Micro Nutrient Content of Bean (*Phaseolus vulgaris*) Straw and Grain

#### Highlights:

- P and Mo increased N accumulation in straw and seed
- Mo treatment promoted Ca and Mg uptake
- Combined P and Mo exhibited synergistic impact

#### Keywords:

- Biofortification
- Dry bean
- Grain legumes
- Nutrient uptake
- Pulse

#### ABSTRACT:

The aim of this research is to investigate the effect of phosphorus and molybdenum treatment on macro and micronutrient biofortification in bean. The study sheds light on the individual and interactive effects of phosphorus and molybdenum on macro and micronutrient uptake and biofortification in *Phaseolus vulgaris*. Three levels of phosphorus and molybdenum were used in the experiment laid out in a randomized block design with four replications. Phosphorus and molybdenum treatment promoted nitrogen accumulation in both straw and seed. Nitrogen content increased with rising phosphorus doses in straw and seed over control by 42.3% and 7.4%, respectively. Moreover, phosphorus addition increased straw manganese content while molybdenum enhanced straw manganese. In addition, 4 g Mo kg<sup>-1</sup>/seed treatment boosted seed magnesium concentration over control by 28.2%, however, no phosphorus, potassium, copper, iron, and zinc in the plant materials, likely due to the sufficient levels of these nutrients in the soil composition of the experimental area. According to results, nitrogen, phosphorus, potassium, calcium, magnesium, manganese, copper, iron, zinc varied in straw and seed between 3.15-7.05% and 17.5-19.2%, 586-990 ppm and 1049-1355 ppm, 695-2690 ppm and 1021-1727 ppm, 5839-11162 ppm and 559-1303 ppm, 690-1474 ppm and 348-1036 ppm, 25.3-38.3 ppm and 8.29-9.29 ppm, 8.6-16.9 ppm and 11.3-19.9 ppm, 469-927 ppm and 70.2-80.3 ppm, 6.5-10.8 ppm and 17.9-23.3 ppm, respectively. Consequently, it has been determined that molybdenum supplementation is necessary along with phosphorus fertilization in areas where beans are grown, especially in acidic soils.

<sup>1</sup>Murat ERMAN ([Orcid ID: 0000-0002-1435-1982](https://orcid.org/0000-0002-1435-1982)) Bursa Uludağ Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarla Bitkileri Bölümü, 16059, Nilüfer, Bursa, Türkiye

<sup>2</sup>Fatih ÇİĞ ([Orcid ID: 0000-0002-4042-0566](https://orcid.org/0000-0002-4042-0566)), Mustafa CERİTOĞLU ([Orcid ID: 00000-0002-4138-4579](https://orcid.org/00000-0002-4138-4579)), Siirt Üniversitesi Ziraat Fakültesi, Tarla Bitkileri Bölümü, 56100, Siirt, Türkiye

<sup>3</sup>Ferit Sönmez ([Orcid ID: 0000-0003-1437-4081](https://orcid.org/0000-0003-1437-4081)), Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tohum Bilimi ve Teknolojisi Bölümü, 14030, Bolu, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Mustafa CERİTOĞLU, e-mail: ceritoglu@siu.edu.tr

## INTRODUCTION

Providing the essential nutrients at optimum levels has a pivotal role in crop yield and quality in plant production. Although nitrogen (N) is the most important nutrient in plant production, legumes can meet their N requirements throughout the vegetation period via symbiotic nitrogen fixation in which effective *Rhizobium* spp. enable atmospheric nitrogen (N<sub>2</sub>) to be converted into ammonia for the plant through nodules formed on the roots (Erman et al., 2012; Ahmad et al., 2022). Lentils meet approximately 75% of their nitrogen requirement through this process. Phosphorus (P), the second most important macronutrient after nitrogen, plays a significant role in root and shoot development, flower and seed formation, adenosine triphosphate (ATP) production, nitrogen fixation, developing tolerance to stress factors, as well as influencing yield and quality (Lambers, 2022). Therefore, phosphorus deficiency lies at the core of growth, yield, and quality issues in lentil agriculture. Phosphorus is one of the key nutrient elements due to its involvement in various metabolic processes and its role as a structural component. Phosphorus is vital for plants as it participates in the structure of nucleic acids, phospholipids, carrier molecules such as NAD and NADP, ATP, and other energy-carrying molecules by participating in their formation or structure. Apart from these, it has a pivotal role in some critical processes including photosynthesis, energy transfer, conversion of sugars and starch, transportation of nutrients in plants, and transfer of genes to the next generation. However, its most fundamental role is to facilitate energy transfer to other molecules through phosphorylation (Dissanayaka et al., 2021; Mitran et al., 2018). In addition, essential micronutrients such as molybdenum (Mo) can influence critical processes in plants.

Molybdenum (Mo) is a vital micronutrient for organisms except for specific thermophilic anaerobes which grow optimally at higher than 50 °C and need tungsten instead of Mo (Huang et al., 2022). Molybdenum plays basic role in enzyme systems. More than 50 enzymes containing Mo are recognized, with the majority originating from bacteria, while only a few Mo-enzymes are found among eukaryotes (Sale et al., 2018). Plants experiencing molybdenum deficiency exhibit limited growth and development. Their leaves appear pale, flower formation is disrupted, and the plant wilts. These symptoms arise from insufficient differentiation of vascular bundles during the initial phases of leaf development and localized tissue necrosis. Molybdenum-deficient plants display characteristic phenotypes characterized by altered leaf morphology and lesions (Kaiser et al., 2005). Molybdenum is also substantial for legumes due to regulation and activations of molybdoenzymes such as nitrate reductase, and nitrogenase which is a staple part of root nodulation, i.e., symbiotic N<sub>2</sub> fixation, in legumes (Tiwari, 2018). Another critical role of Mo is the absorption and translocation of iron (Fe) in plants (Verma et al., 2019) since unavailable Fe compounds are converted to available forms via ascorbic acid that is synthesized with active Mo participations (Khan et al., 2014). In addition, it has been documented that Mo addition to plants alters photosynthetic activity, maturation of flowers, Mo status in carbohydrate metabolism, concentration of organic and inorganic P and nutrient availability in plants (Banerjee et al., 2019; Nasar & Shah, 2017; Rahman et al., 2008).

Many researchers studied and reported the effect of individual or interactive impacts of Mo and P in various crops including *Brassica napus* (Liu et al., 2010), *Triticum aestivum* (Nie et al., 2015), *Vigna unguiculata* (Arun et al., 2017), *Lathyrus sativus* (Banerjee et al., 2019), *Lens culinaris* (Tiwari, 2018), *Glycine max* (Sale et al., 2018), *Cicer arietinum* (Chandra et al., 2020), and *Phaseolus vulgaris* (Biswas et al., 2020; Kandil et al., 2013). The experiments indicated above focused on the effects of Mo/P on plant development, agronomic characteristics, biological N<sub>2</sub> fixation (BNF), photosynthesis, cold resistance in plants, or alteration of soil composition. The originality of this research is to insight

interactive effect of P and Mo on macro and micronutrient uptake of common bean (*Phaseolus vulgaris*) and their biofortification on straw and seed materials.

## MATERIALS AND METHODS

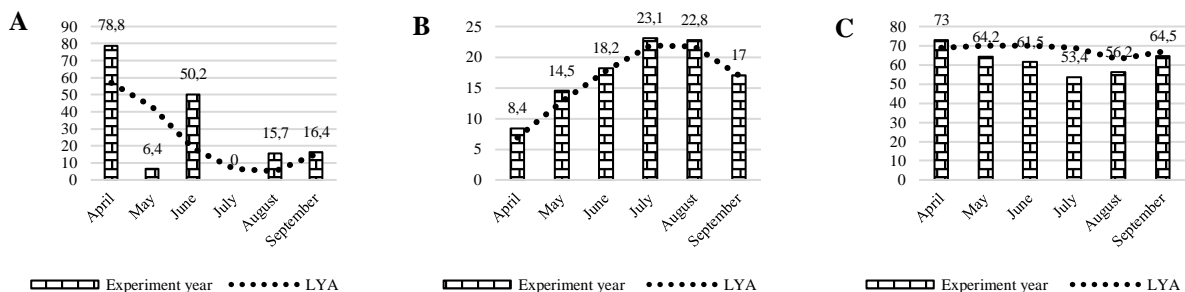
### Experimental Material

The Şehirali-90 bean cultivar, which was obtained from Transitional Zone Agricultural Research Institute, was used in the field experiment. The cultivar is dwarf, upright-growing, medium-early maturing, tolerant to viral and bacterial diseases, with a rooster-shaped seed and white seed color. Triple superphosphate (42%) and sodium molybdate ( $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) were used for P and Mo application, respectively. The Rhizobium strain was obtained from the Ankara Soil and Fertilizer Research Institute.

### Climatological Characteristics of The Experimental Area

Area belonging to the Faculty of Agriculture at Van Yüzüncü Yıl University was used as experimental site. The geographical coordinates of the trial area are between  $38^\circ 54'$  -  $39^\circ 25'$  North latitude and  $42^\circ 04'$  -  $44^\circ 23'$  East longitude. The elevation of the location above sea level is 1725 meters.

The region experiences a continental climate. Due to the high altitude, winters are characterized by heavy snowfall and harsh conditions. Throughout the trial season, the total precipitation (167.5 mm) was found to be higher compared to the long-term yearly average (LYA) precipitation (145.1 mm). In terms of average temperatures, the lowest ( $8.4^\circ\text{C}$ ) and highest ( $23.1^\circ\text{C}$ ) temperature values were recorded in April and July, respectively. During the trial period, monthly average relative humidity values ranged from 53.4% to 73.0%. Monthly average precipitation, temperature, and relative humidity values for the trial period and the long-term yearly average (LYA) are presented in Figure 1.



**Figure 1.** Climatological data for Van Province (A: Precipitation (mm), B: Temperature ( $^\circ\text{C}$ ), C: Relative humidity (%), LYA: Long years average covers the years from 1938 to 2003)

### Soil Physio-Chemical Characterization of Experimental Site

Electrical conductivity (EC) and soil reaction (pH) were determined using the 1:2.5 soil-water mixture method. Lime was detected using the calcimeter method. The Bouyoucus hydrometer method was used for texture analysis. Walkley Black wet combustion method was subjected to determine organic matter content (De Vos et al., 2007). Phosphorus was calculated by sodium bicarbonate method using a spectrophotometer (Schoenau & O'halloran, 2008), and potassium concentration of experimental site was determined using the flame photometer method (Ferrando et al., 2020). Results indicated that the soil is characterized by clay loam (CL) and slightly acidic pH in both 0-20 and 20-40 cm. Similarly, experimental soils are mid-lime, with no salty and low organic matter in both depths. Available nitrogen is enough and low in the 0-20 and 20-40 cm, respectively. Olsen-P is sufficient in both depths. Available K was high in both 0-20 and 20-40 cm (Table 1).

**Table 1.** Chemical composition and characteristics of experimental soil in depths of 0-20 and 20-40 cm

**Effect of Phosphorus and Molybdenum Applications on Macro and Micro Nutrient Content of Bean (*Phaseolus vulgaris*) Straw and Grain**

| Depth (cm) | Sand-Silt-Clay (%) | Texture   | pH  | Lime (%) | EC (%) | OM (%) | N (%) | P (ppm) | K (ppm) |
|------------|--------------------|-----------|-----|----------|--------|--------|-------|---------|---------|
| 0-20       | 27.8-3.4-38.2      | Clay-loam | 6.5 | 17.9     | 0.021  | 1.85   | 0.092 | 6.71    | 560     |
| 20-40      | 29.8-3.0-40.2      | Clay-loam | 6.4 | 13.2     | 0.019  | 1.81   | 0.086 | 4.22    | 221     |

(OM: Organic matter, EC: Electrical conductivity)

### Experimental Plan and Laying out

The study was conducted in 2003 using a completely randomized design (CRD) with four replications. In the trial, 3 levels of phosphorus (P0: Control, P1: 20 kg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 1/ha, P2: 40 kg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 1/ha) and 3 doses of molybdenum (Mo0: Control, Mo1: 2 g Mo kg<sup>-1</sup>/seed, Mo2: 4 g Mo kg<sup>-1</sup>/seed) were used. All plots received 25 kg N 1/ha of pure nitrogen in the form of ammonium sulfate. Nitrogen and phosphorus fertilizers were applied beneath the seedbed at sowing. Molybdenum was weighed according to the treatments, adequately diluted, and then applied to the seeds. The seeds were inoculated with *Rhizobium phaseoli* strain immediately before sowing. During inoculation, 1 kg of pit culture was used for 50 kg of seeds, and 1.5% gum arabic was used to adhere it to the seed surface (Lupi et al., 1988). Sowing was done manually in the second half of May.

In the trial, there was a distance of 2 m between the blocks and 1 m between the plots. Plots measuring 4 m x 2.5 m = 10 m<sup>2</sup> were used, with planting rows spaced 50 cm apart and seeds sown at intervals of 5 cm within rows. The trial was conducted under irrigated conditions, and irrigation was carried out nine times, taking into account rainfall, air temperature, and soil moisture. Irrigation was performed using a drip irrigation system. Manual weeding was carried out when necessary during the trial period to control weeds. No pesticides were used during the experiment as no symptoms of disease or pests were observed. Plants were harvested in September, 2003.

### Macro and Micronutrient Composition of Straw and Seed Materials

Straw and seed materials were collected and labelled. The materials were ground into powder and made ready for physical analysis. A 0.5 g of material was weighed into porcelain crucibles and burned in a muffle furnace at 500 °C. The burnt material was filtered into volumetric flasks and made up to the line with distilled water (Erman et al., 2024). Phosphorus, calcium, magnesium, iron, manganese, zinc and copper were determined by the ICP-OES spectrophotometry method (Hansen et al., 2013). Total nitrogen was calculated by method of Dumas (Wang & Daun, 2006). Potassium content in the plant was determined using a flame photometer (Ferrando et al., 2020).

### Statistical Analysis

Analysis of variance was subjected to data based on the CRD. Tukey's Honestly Significant Difference (HSD) test was used for the grouping of means for dependent variables using “agricolae” package R software.

## RESULTS AND DISCUSSION

### Results

The results indicated that P, Mo and PxMo interaction caused statistically significant differences ( $p < 0.05$  or  $p < 0.01$ ) in macro and micronutrient concentration of straw or seed. Phosphorus addition to experimental soil significantly affected straw N and Mg at the level of %1 and Zn at the level of %5, while it caused a statistically significant difference ( $p < 0.01$ ) in seed N, Ca and Mg. The Mo treatment led to significant differences ( $p < 0.01$ ) in N and Ca in both straw and seed. In addition, Mo treatment significantly changed the Mn concentration of straw and Mg content of seed material at the level of 5% and 1%, respectively. PxMo interaction caused statistically significant differences at the level of 1% and

**Effect of Phosphorus and Molybdenum Applications on Macro and Micro Nutrient Content of Bean (*Phaseolus vulgaris*) Straw and Grain**

5% in straw and seed P concentrations, respectively. The PxMo interaction significantly ( $p < 0.01$ ) affected seed N content while it causes significant differences in K, Ca and Mg content in straw (Table 2).

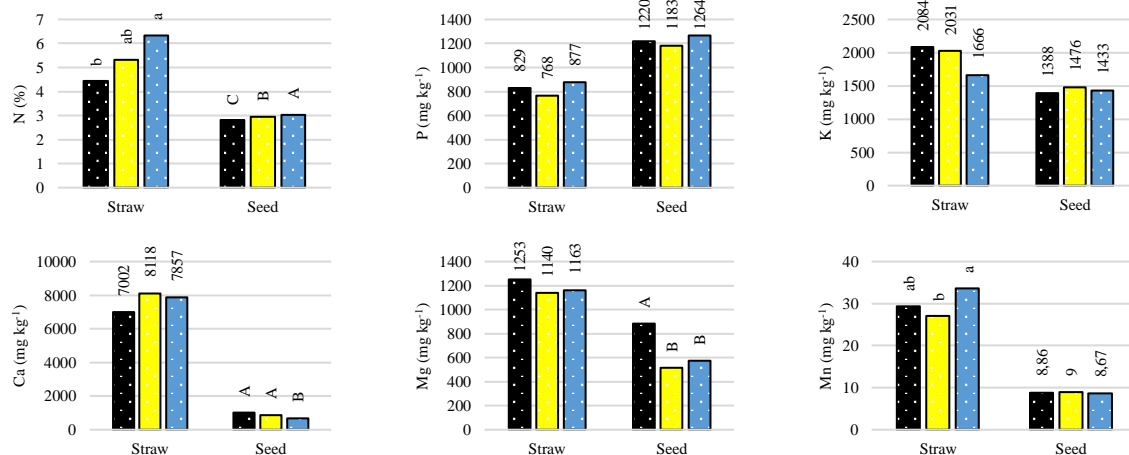
**Table 2.** Analysis of variance for phosphorus and molybdenum treatments on micro and macronutrient availability in straw and seed of experimental material

| Nutrient   | Sum of square/F prob. |          |            |          |            |          |
|------------|-----------------------|----------|------------|----------|------------|----------|
|            | Phosphorus            |          | Molybdenum |          | PxMo       |          |
|            | Straw                 | Seed     | Straw      | Seed     | Straw      | Seed     |
| Nitrogen   | 21.31**               | 11.16**  | 24.10**    | 2.02**   | 0.94ns     | 1.28**   |
| Phosphorus | 71206ns               | 38654ns  | 6718ns     | 50198ns  | 238942**   | 157488*  |
| Potassium  | 1246038ns             | 46333ns  | 1899247ns  | 373350ns | 8088413**  | 729941ns |
| Calcium    | 817673ns              | 710356** | 48725531** | 857697** | 33396734** | 258395ns |
| Copper     | 46.3ns                | 10.15ns  | 65.5ns     | 45.87ns  | 163.80ns   | 152.59ns |
| Iron       | 217233ns              | 119.9ns  | 115743ns   | 5.3ns    | 176960ns   | 381.2ns  |
| Magnesium  | 219142ns              | 934266** | 223674ns   | 477516** | 1904258**  | 137571ns |
| Manganese  | 266.6**               | 0.670ns  | 180.6*     | 0.680ns  | 69.8ns     | 1.115ns  |
| Zinc       | 38.9*                 | 27.3ns   | 6.2ns      | 29.9ns   | 13.5ns     | 44.1ns   |

(\*:  $p < 0.05$ , \*\*:  $p < 0.01$ , ns: no significant difference)

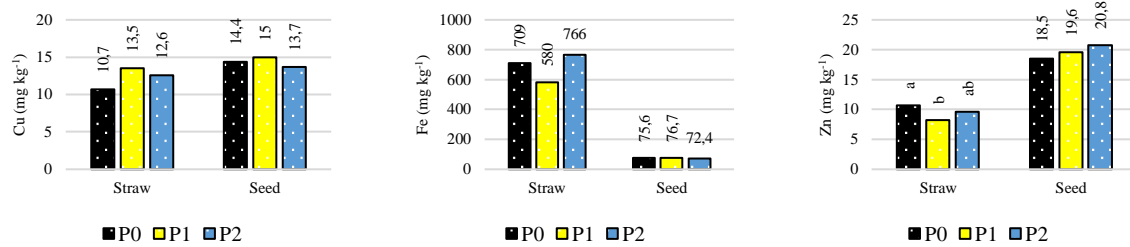
### Effects of phosphorus application on micro and macro nutrient concentration

The highest N content in straw (6.33%) and seed (3.02%) was determined with P2 treatment, whereas the lowest N concentration in straw (4.45%) and seed (2.82%) was observed in control plants. Phosphorus concentration changed between 768-829 ppm and 1183-1264 ppm in straw and seed materials, respectively. Potassium content of straw and seed varied between 1666-2084 ppm and 1388-1476 ppm, respectively. Phosphorus was effective on Ca and Mg accumulation in seed, but no straw. Accordingly, the highest (1034 ppm) and lowest (690 ppm) Ca content was determined in control and P2-treated plants, while the maximum (882 ppm) and minimum (515 ppm) Mg was observed in control and P1-treated plants, respectively. Phosphorus was effective on Mn accumulation in straw, but no seed. The lowest (27.0 ppm) and highest (33.6 ppm) Mn content was determined in P1- and P2-treated plants, respectively. Differences among Cu and Fe concentrations were not statistically significant both in straw and seed. The highest straw Zn content was determined as 10.7 ppm in control plants, whereas the lowest one was observed as 8.2 ppm in P1-treated plants (Figure 2).



**Figure 2** Alteration of macro and micronutrient concentrations of bean straw and seed under different phosphorus conditions (P0: Control, P1: 20 kg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 1/ha, P2: 40 kg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 1/ha)

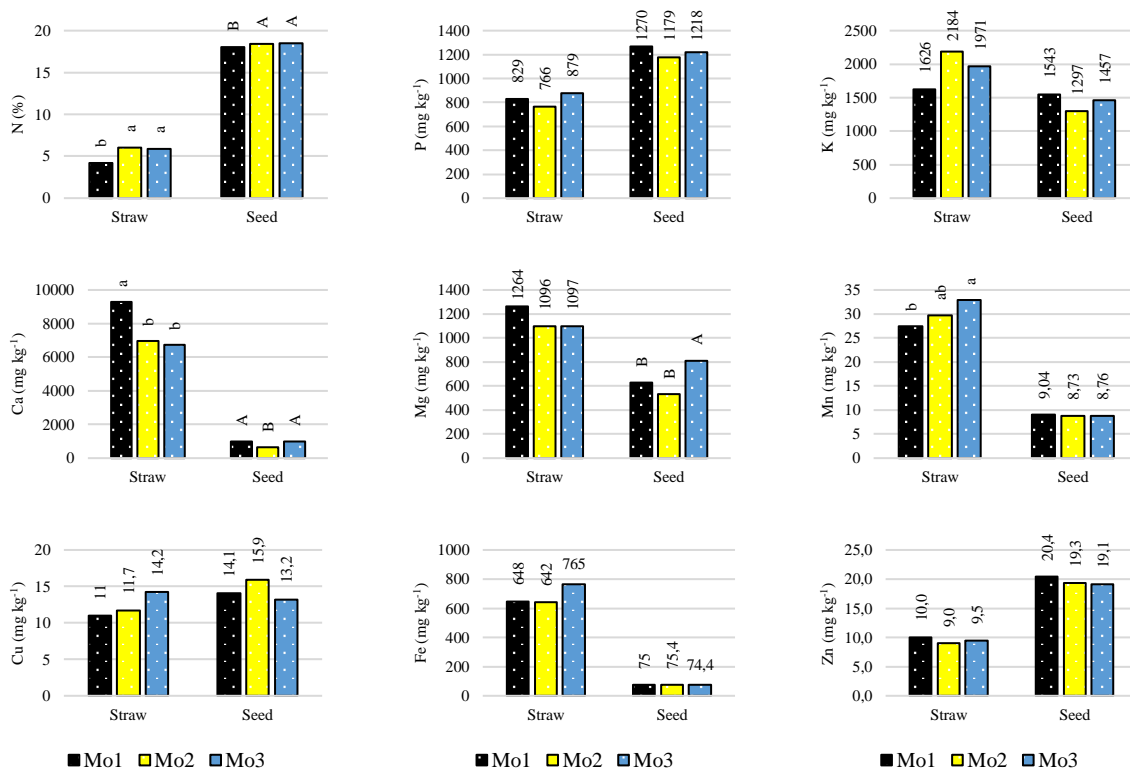
### Effect of Phosphorus and Molybdenum Applications on Macro and Micro Nutrient Content of Bean (*Phaseolus vulgaris*) Straw and Grain



**Figure 2** Alteration of macro and micronutrient concentrations of bean straw and seed under different phosphorus conditions (P0: Control, P1: 20 kg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 1/ha, P2: 40 kg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 1/ha)

### Effects of molybdenum treatment on micro and macro nutrient concentration

Molybdenum treatment promoted N uptake and accumulation in both upper leaves and seeds. The highest N content in straw (6.0%) and seed (18.5%) were determined with P1 and P2 treatments, respectively, whereas the lowest ones were observed in straw (4.2%) and seed (18.0%) in control plants. Molybdenum treatment negatively affected straw Ca concentration while seed Ca concentration irregularly changed with Mo treatment. The calcium concentration of straw changed between 6721-9298 ppm. In seed, P1 treatment reduced Ca accumulation by 649 ppm, however, P2 increased it up to 975 ppm. Although Mo treatment did not significantly affect straw Mg content, it changed between 1097-1264 ppm and increasing Mo doses reduced Mg content in straw. In contrast, Mo treatment was effective on seed Mg and also increased Mg accumulation from 631 ppm to 809 ppm over control. Increasing Mo level promoted Mn concentration in straw, in which the lowest and highest Mn levels were 27.5 and 32.9 ppm, respectively. On the other hand, Mo treatment was not significantly effective on P, K, Cu, F and Zn accumulation in both straw and seed (Figure 3).



**Figure 3** Alteration of macro and micronutrient concentrations of bean straw and seed under different molybdenum treatments (Mo0: Control, Mo1: 2 g Mo kg<sup>-1</sup>/seed, Mo2: 4 g Mo kg<sup>-1</sup>/seed)

### Effects of P x Mo interaction on micro and macro nutrient concentration

PxMo interaction noteworthy altered P, K, Ca and Mg in straw as well as N and P in seed tissues. The highest seed N content (19.2%) was determined in Mo1 and Mo2 treatment under P2 conditions, whereas the lowest one (17.5%) was observed in P0-Mo0 (control) plants. The highest straw K (2690 ppm) was determined in Mo1 and P1-treated plants, while the lowest straw K was observed in P1-treated but no Mo conditions. Straw and seed P accumulation exhibited a similar reaction, i.e., increasing P and Mo promoted P content in straw and seed. The lowest (5954 ppm) and highest (11161 ppm) straw Ca were determined in Mo2 with no phosphorus and P1 with no Mo, respectively. Straw Mg changed between 690-1474 ppm, in which P and Mo treatment almost negatively affected it (Table 3).

**Table 3.** Effect of PxMo interaction on macronutrient concentration of straw/seed material of bean

| Trait          | P  | Mo0     | Mo1     | Mo2     | Trait          | Mo0      | Mo1      | Mo2      |
|----------------|----|---------|---------|---------|----------------|----------|----------|----------|
| Seed N (%)     | P0 | 17.5 d  | 17.6 d  | 17.6 d  | Straw K (ppm)  | 1717 ab  | 1932 ab  | 2445 a   |
|                | P1 | 18.3 c  | 18.5 bc | 18.8 ab |                | 695 b    | 2690 a   | 1612 ab  |
|                | P2 | 18.2 c  | 19.2 a  | 19.2 a  |                | 2466 a   | 1929 ab  | 1856 ab  |
| Straw P (ppm)  | P0 | 834 ab  | 893 a   | 762 ab  | Seed P (ppm)   | 1224 b   | 1231 ab  | 1205 ab  |
|                | P1 | 884 ab  | 586 b   | 886 a   |                | 1355 a   | 1049 b   | 1146 ab  |
|                | P2 | 821 ab  | 821 ab  | 990 a   |                | 1231 ab  | 1257 ab  | 1303 a   |
| Straw Ca (ppm) | P0 | 7315 bc | 7735 bc | 5954 c  | Straw Mg (ppm) | 1415 a   | 1474 a   | 870 bc   |
|                | P1 | 11161 a | 5839 c  | 7353 bc |                | 1369 ab  | 690 c    | 1362 ab  |
|                | P2 | 9418 ab | 7297 bc | 6855 bc |                | 1008 a-c | 1123 a-c | 1058 a-c |

(P0: Control, P1: 20 kg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 1/ha, P2: 40 kg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 1/ha, Mo0: Control, Mo1: 2 g Mo kg<sup>-1</sup>/seed, Mo2: 4 g Mo kg<sup>-1</sup>/seed)

### Discussion

Increasing N accumulation in straw and seed was recorded with P and Mo applications in the experiment. In contrast to other nutrient elements, N accumulation in plants varies depending on BNF, since legumes can convert N<sub>2</sub> into ammonia in the nodules located in the root zone under the presence of appropriate rhizobium strain in the soil (Baber et al., 2023). Therefore, environmental factors affecting BNF can directly influence the amount of N acquisition by plants. Moreover, BNF requires high energy and involves a complex mechanism. Since P is one of the key elements in cellular energy mechanisms, the application of P has a positive effect on BNF (Singh & Singh, 2016). Jindal et al. (Jindal et al., 2008) found that increasing P doses up to a certain level increased nodule formation and nodule dry weight, but higher than 80 kg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 1/ha reduced the number of nodules. Also, the availability of P in the rhizosphere promoted root development, thereby, increasing nodulation (Singh et al., 2005). On the other hand, it is well known that Mo is a key element for BNF due to its role in controlling nitrate reductase and nitrogenase (Khan et al., 2014; Li et al., 2023). Singh et al. (Singh et al., 2017) examined the effects of P and Mo applications on nutrient element contents in lentils and reported an increase in N content in the plant compartment with increasing P doses. Moreover, in the assimilation pathway nitrate reductase is the key primary enzyme which is why in plants deficiency of Mo often leads to N deficiency (Nowak et al., 2004). On the other hand, Pedas et al. (Pedas et al., 2011) reported that higher P supplementation promoted N accumulation in barley leaves.

Phosphorus treatment did not affect P and K accumulation in straw and seed due to enough and high availability of them in experimental soil, respectively. In addition, Mo treatment also did not affect the P and K acquisition of plants. It can be explained that plants already can meet the required P and K from stand establishment to harvest, therefore, more treatment of them did not change taking up these nutrients. On the other hand, P and Mo treatment enhanced Mn accumulation in both straw and seed. Shi et al. (Shi et al., 2021) indicated that high phosphorus addition increases Mn concentrations with high bioavailability in wheat grains and it alters the speciation and distribution of Mn. Siskavardani et

al. (Devi Dwi Siskawardani, 2015) claimed that higher Mn accumulation with P fertilizer could be caused due to vitality, growth and transpiration rate in plants. Siskavardani et al. indicated that the possibility mechanism starts with Mn transport as a cation and coordinates with O<sub>2</sub> donors in plants that will be higher at the high P concentration. Researchers reported that higher P concentration promotes Mn accumulation in barley (Zhu et al., 2002), sorghum (Galvez et al., 1989), wheat (Pearson & Rengel, 1994) and Arabidopsis (Himelblau & Amasino, 2001). In addition, Mo<sub>2</sub> addition promoted Mn accumulation in straw, but no seed. Basak et al. (1982) reported that Mo treatment increased Mn uptake and accumulation in shoots and roots in rice. Molybdoenzymes can be categorized based on their involvement in N assimilation and reduction in plants. These enzymes include nitrogenase, nitrate reductase, indole-3 acetic acid synthesis, sulfur metabolism, abscisic acid synthesis, and purine metabolism. Both sulfur metabolism and nitrate reductase utilize a dioxo Mo-cofactor, which activates proteins when incorporated into a protein complex. (Mendel & HaÈnsch, 2002). Therefore, it is thought that Mo treatment has many direct and indirect effects on nutrient uptake, accumulation and transportation in plants. So, Mo treatment also increased Ca and Mg accumulation in straw. Nutrient uptake in plants is related to many complex relationships based on antagonism or synergism among nutrients (Ceritoglu, 2024). Thus, P treatment reduced the concentration of Zn in straw and Ca and Mg in seed via the relationship of nutrient uptake mechanisms (Ceritoglu, 2024; Printz et al., 2016; Xie et al., 2021).

In the general perspective of interaction, PxMo promoted N, P and Mg accumulation whereas it inhibited K uptake in plants. Researchers reported that high P availability in soils K uptake by plants i.e., exhibiting antagonistic effect (Ródenas et al., 2019). the systems and mechanisms regarding how plants detect nutrients in the rhizosphere and accordingly determine how much other nutrient elements need to be taken up have not been fully elucidated yet (Wang et al., 2020) Additionally, parallel to increasing P doses, the amount of Ca taken up by plants has increased. Ca<sup>+2</sup>, Mg<sup>+2</sup>, and K<sup>+</sup> ions are quite similar in size and charge, and therefore, the cation exchange sites on roots cannot distinguish between ions (Malvi, 2011). Therefore, higher Ca uptake due to P fertilization in soils limits K uptake. Ca<sup>+2</sup>, Mg<sup>+2</sup> and K<sup>+</sup> ions are quite similar in size and charge, and therefore, cation exchange sites on the roots cannot distinguish the difference between the ions (Malvi, 2011). Often, these regions receive both ions indiscriminately, regardless of which ion it is. Therefore, increased Mg uptake due to competition between cations may have led to the limitation of K uptake.

## CONCLUSION

Biofortification of agricultural products, especially in developing countries where dietary habits rely heavily on agricultural produce, holds a critical position in both human and animal nutrition. This study focused on the effects of phosphorus and molybdenum applications on the macro and micronutrient contents of both the straw and seed materials of beans. The research found that phosphorus and molybdenum applications significantly increased the total nitrogen content in both the seed and straw. Additionally, it was determined that these applications promoted the accumulation of manganese, magnesium and calcium in plants. However, they did not have a significant effect on the accumulation of phosphorus, potassium, copper, iron, and zinc in the plant materials, likely due to the sufficient levels of these nutrients in the soil composition of the experimental area. Consequently, it was concluded that in areas where beans are cultivated, molybdenum application should not be neglected, especially in acidic soils, in addition to phosphorus fertilization.



### Conflict of Interest

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

### Author's Contributions

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

### REFERENCES

- Arun, M., Hebbar, S. S., Bhanuprakas, K. and Senthivel, T. (2017). Seed priming improves irrigation water use efficiency, yield and yield components of summer cowpea under limited water conditions. *Legume Research-An International Journal*, 40(5), 864-871. <https://doi.org/10.18805/LR-3785>.
- Ahmad, Z., Tariq, R. M. S., Ramzan, M., Bukhari, M. A., Raza, A., Iqbal, M. A., Meena, R. S., Islam, M. S., Sytar, O., Godswill, N. N., Wasaya, A., Singh, K., Hossain, A., Raza, M. A., Hasanuzzaman, M., Soysal, S., Erman, M., Cig, F., Ceritoglu, M., Açıkbaş, S., Uçar, Ö., Özçinar, A. B., Kılıç, R., Sabagh, A. E. L. (2022). Biological nitrogen fixation: An analysis of intoxicating tribulations from pesticides for sustainable legume production. In: *Managing Plant Production Under Changing Environment*. Springer Nature, Singapore. [https://doi.org/10.1007/978-981-16-5059-8\\_14](https://doi.org/10.1007/978-981-16-5059-8_14).
- Baber, K., Jones, C., Miller, P., Lamb, P. and Atencio, S. (2023). Lentil nitrogen fixation response to fertilizer and inoculant in the northern Great Plains. *Agronomy Journal*, 115(5), 2614-2630. <https://doi.org/10.1002/agj2.21421>
- Banerjee, P., Kumari, V. V., Nath, R. and Bandyopadhyay, P. (2019). Seed priming and foliar nutrition studies on relay grass pea after winter rice in lower Gangetic plain. *Journal of Crop and Weed*, 15(3), 72-78. <https://doi.org/10.22271/09746315.2019.v15.i3.1240>.
- Basak, A., Mandal, L.N. and Haldar, M. (1982). Interaction of phosphorus and molybdenum in relation to uptake and utilization of molybdenum, phosphorus, zinc, copper and manganese by rice. *Plant and Soil*, 68, 261-269. <https://doi.org/10.1007/BF02373712>.
- Biswas, S., Banerjee, A., Acharyya, P. and Chakraborty, N. (2020). Response of French bean (*Phaseolus vulgaris* L. cv. Arka Arjun) to Rhizobium inoculation under varied levels of nitrogen and molybdenum. *International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences*, 9(3), 2759-2767. <https://doi.org/10.20546/ijcmas.2020.903.316>.
- Ceritoglu, M. (2024). *Tohuma priming uygulamalarının farklı fosfor seviyelerine bağlı olarak mercimekte (Lens culinaris L.) bitki gelişimi, tane verimi ve kalitesi üzerine etkilerinin incelenmesi*. Ph.D. thesis, Siirt University, Siirt.
- Chandra, G., Gambhir, L. and Upadhyay, R. (2020). Effects of biofertilizer with and without molybdenum on growth and seed yield of chickpea under Doon Valley of Uttarakhand. *Current Journal of Applied Science and Technology*, 39(15), 133-139. <https://doi.org/10.9734/cjast/2020/v39i1530727>.
- De Vos, B., Lettens, S., Muys, B., and Deckers, J. A. (2007). Walkley–Black analysis of forest soil organic carbon: recovery, limitations and uncertainty. *Soil Use and Management*, 23(3), 221-229. <https://doi.org/10.1111/j.1475-2743.2007.00084.x>.
- Siskawardani, D. W., Khwunta, J. O. and Khawmee. (2015). *Effect of Phosphate Fertilizers on Growth and Manganese Uptake of Rubber Seedlings* 3rd AASIC: Sustainable Development of Asian Community, May 14-15, Bangkok, Thailand.
- Dissanayaka, D., Ghahremani, M., Siebers, M., Wasaki, J. and Plaxton, W. C. (2021). Recent insights into the metabolic adaptations of phosphorus-deprived plants. *Journal of Experimental Botany*, 72(2), 199-223. <https://doi.org/10.1093/jxb/eraa482>.
- Erman, M., Çiğ, F. and Bakırtaş, E. (2012). Farklı dozlarda humik asit ve rhizobium bakterisi aşılmasının mercimekte verim, verim öğeleri ve nodülasyona etkileri. *Tarım Bilimleri Araştırma Dergisi*, 1, 64-67.
- Erman, M., Çiğ, F., Sönmez, F., Ceritoglu, M. (2024). Sheep manure and sewage sludge boost biofortification of barley and restricts heavy metal accumulation in plant tissues. *Journal of Plant Nutrition*, 47(9), 1494-1512. <https://doi.org/10.1080/01904167.2024.2315969>.
- Ferrando, M. G., Barbazán, M. M., García, F. O. and Mallarino, A. P. (2020). Comparison of the ammonium acetate, Mehlich 3, and sodium tetraphenylboron as extractants to evaluate crop available potassium. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 51(8), 997-1005. <https://doi.org/10.1080/00103624.2020.1744625>.

- Galvez, L., Clark, R., Gourley, L. and Maranville, J. (1989). Effects of silicon on mineral composition of sorghum grown with excess manganese. *Journal of Plant Nutrition*, 12(5), 547-561. <https://doi.org/10.1080/01904168909363973>.
- Hansen, T., De Bang, T., Laursen, K., Pedas, P., Husted, S. and Schjoerring, J. (2013). Multielement plant tissue analysis using ICP spectrometry. *Plant Mineral Nutrients: Methods and Protocols*, 121-141. [https://doi.org/10.1007/978-1-62703-152-3\\_8](https://doi.org/10.1007/978-1-62703-152-3_8).
- Himelblau, E. and Amasino, R. M. (2001). Nutrients mobilized from leaves of *Arabidopsis thaliana* during leaf senescence. *Journal of plant physiology*, 158(10), 1317-1323. <https://doi.org/10.1078/0176-1617-00608>.
- Huang, X.-Y., Hu, D.-W. and Zhao, F.-J. (2022). Molybdenum: More than an essential element. *Journal of Experimental Botany*, 73(6), 1766-1774. <https://doi.org/10.1093/jxb/erab534>.
- Jindal, C., Khanna, V. and Sharma, P. (2008). Impact of Rhizobium and PSB inoculation on P-economy, symbiotic parameters and yield of lentil (*Lens culinaris* Medikus). *Journal of Research*, 45(1and2), 1-3.
- Kaiser, B. N., Gridley, K. L., Ngair Brady, J., Phillips, T. and Tyerman, S. D. (2005). The role of molybdenum in agricultural plant production. *Annals of botany*, 96(5), 745-754. <https://doi.org/10.1093/aob/mci226>.
- Kandil, H., Gad, N. and Abdelhamid, M. T. (2013). Effects of different rates of phosphorus and molybdenum application on two varieties common bean of (*Phaseolus vulgaris* L.). *Journal of Agriculture and Food Technology*, 3(3), 8-16.
- Khan, N., Tariq, M., Ullah, K., Muhammad, D., Khan, I., Rahatullah, K., Ahmed, N. and Ahmed, S. (2014). The effect of molybdenum and iron on nodulation, nitrogen fixation and yield of chickpea genotypes (*Cicer arietinum* L.). *IOSR Journal of Agriculture and Veterinary Science*, 7(1), 63-79.
- Lambers, H. (2022). Phosphorus acquisition and utilization in plants. *Annual Review of Plant Biology*, 73, 17-42. <https://doi.org/10.1146/annurev-arplant-102720-125738>.
- Li, M., Zhang, P., Guo, Z., Cao, W., Gao, L., Li, Y., Tian, C. F., Chen, Q., Shen, Y. and Ren, F. (2023). Molybdenum nanofertilizer boosts biological nitrogen fixation and yield of soybean through delaying nodule senescence and nutrition enhancement. *ACS nano*, 17(15), 14761-14774. <https://doi.org/10.1021/acsnano.3c02783>.
- Liu, H., Hu, C., Sun, X., Tan, Q., Nie, Z., and Hu, X. (2010). Interactive effects of molybdenum and phosphorus fertilizers on photosynthetic characteristics of seedlings and grain yield of *Brassica napus*. *Plant and soil*, 326, 345-353. <https://doi.org/10.1007/s11104-009-0014-1>.
- Lupi, F., Casella, S., Toffanin, A. and Squartini, A. (1988). Introduction of *Rhizobium* "hedysari" in alkaline clay-loam soil by different inoculation techniques. *Arid Land Research and Management*, 2(1), 19-28. <https://doi.org/10.1080/15324988809381155>.
- Malvi, U. R. (2011). Interaction of micronutrients with major nutrients with special reference to potassium. *Karnataka Journal of Agricultural Sciences*, 24(1), 106-109.
- Mendel, R. R. and HaÈnsch, R. (2002). Molybdoenzymes and molybdenum cofactor in plants. *Journal of Experimental Botany*, 53(375), 1689-1698. <https://doi.org/10.1093/jxb/erf038>.
- Mitran, T., Meena, R. S., Lal, R., Layek, J., Kumar, S. and Datta, R. (2018). Role of soil phosphorus on legume production. In: Meena, R., Das, A., Yadav, G., Lal, R. (eds) *Legumes for soil health and sustainable management*, Springer, Singapore. pp. 487-510. [https://doi.org/10.1007/978-981-13-0253-4\\_15](https://doi.org/10.1007/978-981-13-0253-4_15).
- Nasar, J. and Shah, Z. (2017). Effect of iron and molybdenum on yield and nodulation of lentil. *ARPN ournal of Agricultural and Biological Science*, 12(11), 332-339.
- Nie, Z., Li, S., Hu, C., Sun, X., Tan, Q. and Liu, H. (2015). Effects of molybdenum and phosphorus fertilizers on cold resistance in winter wheat. *Journal of plant nutrition*, 38(5), 808-820. <https://doi.org/10.1080/01904167.2014.939289>.
- Nowak, K., Luniak, N., Witt, C., Wüstefeld, Y., Wachter, A., Mendel, R. R. and Hänsch, R. (2004). Peroxisomal localization of sulfite oxidase separates it from chloroplast-based sulfur assimilation. *Plant and Cell Physiology*, 45(12), 1889-1894. <https://doi.org/10.1093/pcp/pch212>.
- Pearson, J. and Rengel, Z. (1994). Distribution and remobilization of Zn and Mn during grain development in wheat. *Journal of Experimental Botany*, 45(12), 1829-1835. <https://doi.org/10.1093/jxb/45.12.1829>.
- Pedas, P., Husted, S., Skytte, K. and Schjoerring, J. K. (2011). Elevated phosphorus impedes manganese acquisition by barley plants. *Frontiers in Plant Science*, 2, 37. <https://doi.org/10.3389/fpls.2011.00037>.
- Printz, B., Lutts, S., Hausman, J.-F. and Sergeant, K. (2016). Copper trafficking in plants and its implication on cell wall dynamics. *Frontiers in plant science*, 7, 176193. <https://doi.org/10.3389/fpls.2016.00601>.

- Rahman, M., Bhuiyan, M., Sutradhar, G., Rahman, M. and Paul, A. (2008). Effect of phosphorus, molybdenum and rhizobium inoculation on yield and yield attributes of mungbean. *Agricultural and Food Sciences*, 3(6), 26-33.
- Ródenas, R., Martínez, V., Nieves-Cordones, M. and Rubio, F. (2019). High external K<sup>+</sup> concentrations impair Pi nutrition, induce the phosphate starvation response, and reduce arsenic toxicity in Arabidopsis plants. *International Journal of Molecular Sciences*, 20(9), 2237. <https://doi.org/10.3390/ijms20092237>.
- Sale, R., Nazirkar, R., Thakare, R. and Kondvilkar, N. (2018). Effect of foliar spray of zinc, iron and seed priming with molybdenum on growth and yield attributes and quality of soybean in the rainfed condition of Vertisol. *International Journal of Chemical Studies*, 6(1), 828-831.
- Schoenau, J. and O'halloran, I. (2008). Sodium bicarbonate-extractable phosphorus. In: M.R. Carter, E.G. Gregorich (Eds.) *Soil sampling and methods of analysis*, 2<sup>nd</sup> edn., CRC Press, Boca Raton.
- Shi, M., Wang, X., Wang, H., Guo, Z., Wang, R., Hui, X., Wang, S., Kopittke, P. M. and Wang, Z. (2021). High phosphorus fertilization changes the speciation and distribution of manganese in wheat grains grown in a calcareous soil. *Science of the Total Environment*, 787, 147608. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.147608>.
- Singh, D., Khare, A. and Singh, S. (2017). Effect of phosphorus and molybdenum nutrition on yield and nutrient uptake in lentil (*Lens culinaris* L.). *Annals of Plant and Soil Research*, 19(1), 37-41.
- Singh, K., Srinivasarao, C. and Ali, M. (2005). Root growth, nodulation, grain yield, and phosphorus use efficiency of lentil as influenced by phosphorus, irrigation, and inoculation. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 36(13-14), 1919-1929. <https://doi.org/10.1081/CSS-200062501>.
- Singh, N. and Singh, G. (2016). Response of lentil (*Lens culinaris* Medikus) to phosphorus-A review. *Agricultural Reviews*, 37(1), 27-34. <https://doi.org/10.18805/ar.v37i1.9261>.
- Tiwari, A. K., Prakash, V., Ahmad, A. and Singh, R.P. (2018). Effect of biofertilizers and micronutrients on nutrient uptake, growth, yield and yield attributes of lentil (*Lens culinaris* L.). *International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences* 7(2), 3269-3275. <https://doi.org/10.20546/ijcmas.2018.702.392>.
- Verma, C., Verma, V. K., Pyare, R. and Singh, D. (2019). Effect of seed priming and foliar spray of boron, molybdenum on pigeonpea pea (*Cajanus cajan* L.). *International Journal of Chemical Studies*, 7(4), 2822-2824.
- Wang, N., and Daun, J. K. (2006). Effects of variety and crude protein content on nutrients and anti-nutrients in lentils (*Lens culinaris*). *Food chemistry*, 95(3), 493-502. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.02.001>.
- Wang, X., Gao, Y., Zhang, H., Shao, Z., Sun, B. and Gao, Q. (2020). Enhancement of rhizosphere citric acid and decrease of NO<sub>3</sub><sup>-</sup>/NH<sub>4</sub><sup>+</sup> ratio by root interactions facilitate N fixation and transfer. *Plant and Soil*, 447, 169-182. <https://doi.org/10.1007/s11104-018-03918-6>.
- Xie, K., Cakmak, I., Wang, S., Zhang, F. and Guo, S. (2021). Synergistic and antagonistic interactions between potassium and magnesium in higher plants. *The Crop Journal*, 9(2), 249-256. <https://doi.org/10.1016/j.cj.2020.10.005>.
- Zhu, Y.-G., Smith, F. and Smith, S. (2002). Phosphorus efficiencies and their effects on Zn, Cu, and Mn nutrition of different barley (*Hordeum vulgare*) cultivars grown in sand culture. *Australian Journal of Agricultural Research*, 53(2), 211-216. <https://doi.org/10.1071/AR01085>

**Atıf İçin:** Keskin, B. ve Aksot, K. (2024). Farklı Oranlarda Mısır kırması ve Buğday Kepeği İlavesinin Kinoanın Silaj Kalitesine Etkileri. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1353-1365.

**To Cite:** Keskin, B. & Aksot, K. (2024). Effects of Crushed Corn and Wheat Bran Added in Different Rates on Silage Quality of Quinoa. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1353-1365.

## Farklı Oranlarda Mısır kırması ve Buğday Kepeği İlavesinin Kinoanın Silaj Kalitesine Etkileri

Bilal KESKİN<sup>1\*</sup>, Kemal AKSOY<sup>2</sup>

### **Öne Çıkanlar:**

- Kinoa
- Silaj kalitesi
- Organik asit

### **Anahtar Kelimeler:**

- *Chenopodium quinoa*
- Silaj
- PH
- Organik asit
- NDF

### **ÖZET:**

Bu çalışma kinoa (*Chenopodium quinoa* Willd.) bitkisinin silaj kalitesine farklı oranlardaki mısır kırması (MK) ve buğday kepeği (BK) katkılarının etkilerini belirlemek amacıyla yürütülmüştür. Araştırmada kinoa silajının pH, kuru madde (KM), ham kül (HK), fleig puanı, amonyak, ham protein (HP), asit çözücülerde çözünmeyen lif (ADF), nötr çözücülerde çözünemeyen lif (NDF), kuru madde tüketimi (KMT), kuru madde sindirilebilirliği (KMS), nispi yem değeri (NYD), laktik asit (LA), bütirik asit (BA), propiyonik asit (PA) ve asetik asit (AA) içerikleri belirlenmiştir. Kinoa bitkileri 2022 yılında İğdır Üniversitesi Tarımsal Uygulama ve Araştırma Merkezi Müdürlüğü araştırma istasyonunda ekilmiş olan alanda alınmıştır. Mısır kırmasının katkı maddesi olarak kullanılması fleig puanı, KM, HP, KMS, KMT ve NYD, LA ve BA içeriklerini yükseltmiştir. Diğer taraftan mısır kırması kinoa silajının pH, amonyak, NDF, ADF, HK, AA ve PA içeriklerini ise düşürmüştür. Buğday kepeğinin katkı maddesi olarak kullanılması kinoa silajının fleig puanı, KM, HP, KMS, NDF, LA ve BA içeriklerini yükseltmiştir. Diğer taraftan buğday kepeği katkı maddesi kinoa silajının pH, amonyak, ADF, KMT, NYD, HK, AA ve PA içeriklerini ise düşürmüştür.

## Effects of Crushed Corn and Wheat Bran Added in Different Rates on Silage Quality of Quinoa

### **Highlights:**

- Quinoa
- Silage quality
- Organic acid

### **Keywords:**

- *Chenopodium quinoa*
- Silage
- PH
- Organic acid
- RFV

### **ABSTRACT:**

This study was carried out to determine the effects of different amounts of crushed corn (CC) and wheat bran (WB) on the silage quality of quinoa (*Chenopodium quinoa* Willd.). In the research, pH, dry matter (DM), raw ash (RA), fleig score, ammonia, crude protein (CP), acid detergent fiber (ADF), neutral detergent fiber (NDF), dry matter intake (DMI), dry matter digestibility (DMD), relative feed value (RFV), lactic acid (LA), acetic acid (AA), propionic acid (PA) and butyric acid (BA) contents of quinoa silage were determined. Quinoa plants were taken in the area sown at the research area of İğdır University Agricultural Application and Research Center Directorate in 2022. The use of cracked corn as an additive increased the fleig score, DM, CP, DMD, DMI, RFV, LA and BA contents. On the other hand, cracked corn additive decreased pH, ammonia, NDF, ADF, RA, AA and PA contents of quinoa silage. The use of wheat bran as an additive increased the fleig score, DM, CP, DMD, NDF, LA and BA contents of quinoa silage. On the other hand, wheat bran additive decreased the pH, ammonia, ADF, DMI, RFV, RA, AA and PA contents of quinoa silage.

<sup>1</sup>Bilal KESKİN ([Orcid ID: 0000-0001-6826-9768](https://orcid.org/0000-0001-6826-9768)), İğdır Üniversitesi Ziraat Fakültesi Tarla Bitkileri Bölümü, İğdır, Türkiye

<sup>2</sup>Kemal AKSOY ([Orcid ID: 0009-0000-6871-5852](https://orcid.org/0009-0000-6871-5852)), Hamur İlçe Tarım ve Orman Müdürlüğü, Hamur/Ağrı-Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Bilal KESKİN, e-mail: bilalkeskin66@yahoo.com

Bu çalışma Kemal AKSOY'un Yüksek Lisans tezinden üretilmiştir.

## GİRİŞ

Dünyada kuraklık ve tuzluluktan etkilenmiş alanlar her geçen gün artmaktadır. Tuzluluktan etkilenmiş bu alanlarda tuza dayanıklı bitkilerin yetiştirilmesi ve yetiştirilen bu bitkilerin hayvansal yem olarak değerlendirilmesi yem açığının büyük oranda kapatılmasına yardımcı olacaktır. Hayvan beslemede kullanılan en önemli kaynaklardan biri de silaj yemleridir. Silaj yapımında genellikle mısır, sorgum, yonca, ayçiçeği gibi bitkiler tercih edilmektedir. Tercih edilen bu bitkiler tuzlu ve kurak şartlara dayanıklı bitkiler değildir. Tuzlu ve kurak alanlara dayanıklı ve silaj yapılarak hayvanlara yedirilecek bitkilerin varlığı hayvanların yem açığının kapatılmasında alternatif olarak görülmektedir.

Ekstrem alanlarda silaj yapılarak yetiştirilecek bitkilerden biri de kinoa'dır. Kinoa *Chenopodium* cinsi 250 tür içermektedir (Temel ve Keskin, 2022). Kinoa eskiden beri genellikle tohumu için yetiştirilmekte ve hasat kalıntıları hayvanların beslenmesinde kullanılmaktadır (Bazile ve ark., 2015). Bitki saman olarak ve yeşil aksamları doğrudan veya silaj yapılarak hayvan beslenmesinde kullanılmaktadır (Kakabouki ve ark., 2014; Van Schooten ve Pinxterhuis, 2003). Kinoa bitkisi protein, askorbik asit, karotenoid, vitamin ve mineral bakımından zengindir (Kakabouki ve ark., 2014). Tohumları gluten içermediğinden dolayı glutene duyarlılığı olan çölyak hastaları ve veganlar için protein ve karbonhidrat gereksinimlerini karşılayan besleyici bir gıda konumundadır. Kinoa'nın proteince zengin olması, amino asit bakımından dengeli olması, istenen düzeyde vitamin ve mineral bulundurması, gluten bulundurmadığından çölyak hastaları için güvenli olması, lif kalitesi fazla olduğundan dolayı diyetlerde kullanılabilir olması besleme değeri yönünden önemini göstermektedir (Tan ve Temel, 2019). Kinoa soğuğa, kurağa ve tuzlu topraklara dayanıklı bir bitkidir (Razzaghi, 2011). Bitkinin tohum ve otunun verim ve kalitesi yüksektir (Kır ve Temel, 2017; Tan ve Temel, 2017; Tan ve Temel, 2018; Keskin ve Önkür, 2019; Temel ve Keskin, 2019a).

Kinoa tuzluluk ve kuraklık gibi ekstrem toprak ve iklim şartlarında alternatif bir bitki olarak yetiştiriciliği yapılabilen ve bu bitki ile yapılacak silaj hayvanlar için alternatif olarak görülmektedir (Keskin ve Temel, 2022). Bu türlerden bir tanesi olağanüstü şartlara yüksek toleransıyla bilenen kinoa (*Chenopodium quinoa* Willd) bitkisi son dönemlerde hayvan beslenmesinde alternatif yem kaynağı olarak tercih edilir konuma gelmiştir. Kinoa silajının iyi kalitede olduğunu belirlenmiştir (Podkowska ve ark., 2018). Pulido Suarez ve ark., (2019), kinoa bitkisi ile yapılan silajların hayvan beslemede önemli bir yem kaynağı olduğunu belirtmişlerdir. Kinoa kurak bölgelerde ve az verimli topraklarda yetiştirilip hayvan beslemede silaj amacıyla kullanılacak önemli bir bitkidir (Yacout ve ark., 2021; Salama ve ark., 2021).

Silaj bitkilerin bir kısmında tek başına yapılabildiği gibi bazı bitkilerde ise silaj yapılması için katkı maddelerine gereksinim duyulmaktadır. Tek başına silajı yapılan yem bitkileri mısır, sorgum, arpa ve buğday gibi suda çözünebilir karbonhidratlarca zengin buğdaygil familyasına dahil olan bitkilerdir (Özdemir ve Okumuş, 2021). Karbonhidrat içerikleri yüksek olan maddelerin ilave edilmesinin silaj kalitelerinin iyileştiği belirlenmiştir (Fang ve ark., 2022).

Kinoa bitkisinin kuru madde ve karbonhidrat içeriklerinin düşük olması nedeniyle tek başına silajın yapılması durumunda yeterli kalitede olmayan silaj elde edilir. (Tan ve Temel, 2019). Kinoa bitkisinin silaj olarak değerlendirilmesi için belirtilen katkı maddelerinin katılarak silajın yapılması daha uygun olabilir. Kinoa silajına karbonhidrat içeriği yüksek mısır kırmasından ve silajın kuru madde içeriğini artırmak üzere de buğday kepeği katkı maddelerinin farklı oranlarda ilavesinin silaj kalitesine etkilerini belirlemek amacıyla bu çalışma yürütülmüştür.

## MATERYAL VE METOT

### Materyal

Bitki materyali olarak bölgede yapılan araştırmalarda ot üretimi yüksek bulunan Red Head kinoa çeşidi kullanılmıştır (Tan ve Temel, 2017). Araştırmada bitki materyalleri Iğdır Üniversitesi'ne bağlı Tarımsal Uygulama ve Araştırma Merkezi deneme sahasında sulu şartlarda ekimi yapılan alanda alınmıştır.

### Metot

Bitkiler 2 Nisan 2022 tarihinde 10 cm sıra üzeri ve 35 cm sıra aralığı ile ekilmiş ve bitkilere saf 8 kg/da P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (%42'lik triple süper fosfat) ve saf 7,5 kg/da (%21'lik amonyum sülfat) dozunda gübre verilmiştir. Ayrıca üst gübre olarak da dekara 5 kg azot (%21'lik amonyum sülfat) bitkiler 30-40 cm'ye ulaştığı zaman yapılmıştır (Schulte auf'm Erley ve ark., 2005; Tan ve Yöndem, 2013). Bitkiler tam çiçeklenme döneminde hasat edilmiştir. Bitkiler hasat edildikten sonra ot parçalama makinesinde parçalanmıştır. Laboratuvara getirilen silaj örneklerine karbonhidrat kaynağı olarak %0, %5, %10 ve %15 oranlarında mısır kırması ve kuru maddenin yükseltilmesi için %0, %5, %10 ve %15 oranlarında buğday kepeği katkı maddeleri kullanılarak hava geçirmez silaj naylonları içine konulmuştur. Her bir uygulama 3 tekerrürlü olarak hazırlanmış ve 60 günlük fermentasyona tabi tutulmuştur. Belirlenen fermentasyon süresinin sonunda silaj örnekleri açılarak aşağıdaki silaj kalite analizlere tabi tutulmuştur.

**pH:** Olgunlaşmasını tamamlamış silaj örneklerinden 20'şer gram silaj yaş örnek ve 180 ml saf ile birlikte blender içerisine konulmuş ve yüksek devirde 1 dakika karıştırılmıştır. Ardından katı maddelerden uzaklaştırmak için bez süzgeçten geçirilmiş ve pH metre ile süzüğün pH'sı belirlenmiştir (AOAC, 1990).

**Kuru Madde Oranı:** Olgunlaşmaları tamamlanmış silaj örneklerinden 20 gram alınarak alüminyum kaplara konularak ve 65 °C'ye ayarlı kurutma fırınlarında ağırlıkları sabitleşinceye kadar kurutulmuştur. Kuru ağırlık yaş ağırlığa oranlanarak kuru madde oranı belirlenmiştir (AOAC, 1990).

**Fleig Puanı:** Silaj kalitesini pratik olarak saptamak için çokça kullanılan metotlardan birisi de Fleig puanıdır. Silaj pH'sı ve kuru madde içeriği arası ilişkilerden yararlanılarak silaj kalite sınıfı bir aşağıda verilen eşitlik yardımıyla belirlenmiştir.

$$\text{Fleig puanı} = 220 + (2 \times \% \text{KM} - 15) - 40 \times \text{pH}$$

Yukarıda verilen formülü yardımıyla puanlar hesaplanmış ve çıkan değerler aşağıdaki skala ile karşılaştırılarak silajın nitelik sınıfı ortaya konulmuştur (Kılıç 1986).

81-100: Pekiyi, 61-80: İyi, 41-60: Memnuniyet verici, 21-40: Orta, 0-20: Fena

**Ham Protein Oranı:** Silaj örnekleri mikro Kjeldahl yöntemi kullanılarak toplam N analizi yapılmıştır. Tespit edilen N miktarı 6.25 katsayısı ile çarpılarak ham protein oranı bulunmuştur (AOAC, 1990).

**Amonyak Üretimi:** Silaj süzümü kjeldahl yöntemi ile azot tayinindeki titrasyon ve distilasyon yöntemleri kullanılarak amonyak içeriği belirlenmiştir (AOAC, 1990).

**NDF ve ADF oranları:** ANKOM fiber analiz cihazı kullanılarak Van Soest ve ark. (1991)'e göre analiz yapılmıştır.

**Nispi Yem Değeri:** Analizler sonucu elde edilen NDF ve ADF oranlarından yararlanarak Sheaffer ve ark., (1995) tarafından önerilen aşağıdaki formül yardımıyla nispi yem değerleri belirlenmiştir.

$$\% \text{Kuru Madde Tüketimi (\%KMT)} = 120 / \% \text{NDF}$$

$$\% \text{Kuru Madde Sindirilebilirliği (\%KMS)} = 88.9 - (0.779 * \% \text{ADF}).$$

$$\text{NYD} = (\text{KMS} \times \text{KMT}) / 1.29$$

**Ham Kül Oranı:** Etüvde 65 °C'de kurutulan örnekler kül fırınında kademeli olarak 550 °C'ye kadar çıkarılan sıcaklık derecesinde bekletilen örneklerin tartılmasıyla elde edilmiştir (AOAC, 1975).

**Organik Asitler:** Organik asitlerin belirlenmesinde Canale *ve ark.* (1984) ve Saad-Allah ve Youssef (2018) belirlediği ekstraksiyon yöntemleri revize edilerek yapılmıştır. Revize edilenler kullanılan örnek miktarı, asitliğin normalitesi, kullanılan HPLC cihazı markası ve bazı cihaz şartlarıdır.

**Verilerin Değerlendirilmesi:** Araştırma verileri tesadüf parselleri deneme desenine göre SPSS Statistics 17.0 istatistik paket programına göre varyans analizleri yapılmış, önemli çıkan ortalamaların karşılaştırması yine aynı programda DUNCAN testine göre gruplandırılmıştır.

## BULGULAR VE TARTIŞMA

Kinoa silajına farklı oranlarda mısır kırması ve buğday kepeği katkı maddesi ilave edilmesi sonucu kinoa silajında kalite özelliklerinde meydana gelen değişimler belirlenmiştir.

### PH

Kinoa silajında mısır kırması ve buğday kepeği katkı maddeleri olarak katılmadığında silaj pH'sı 5.23 olarak tespit edilmiştir. Kinoa silajı üzerine yapılan çalışmalarda pH değerleri 4.13 ile 6.65 arasında tespit edilmiştir (Podkowska *ve ark.*, 2018; Salama *ve ark.*, 2021; Yacout *ve ark.*, 2021; Fang *ve ark.*, 2022; Güner ve Temel, 2022). Buğday kepeği kinoa silajına ilave edilmesi kontrole göre silaj pH'sını düşmüştür. Gül (2023), Tian *ve ark.* (2018), Qin ve Shen (2013), Silva *ve ark.* (2014), Kordi ve Naserian, (2012), yaptıkları çalışmalarda katkı maddesi olarak buğday kepeğinin silaj pH'sını düşürdüğünü bildirmişlerdir. Bu bildirişler sunulan çalışmanın sonuçlarını destekler niteliktedir. Mısır kırması katkı maddesi kontrol silajına göre pH'yı düşürmüştür. Nitekim yapılan çalışmalarda mısır unu kullanılması silajın pH'sının düşmesine neden olduğu bildirilmiştir (Zhang *ve ark.*, 2014; Cheng *ve ark.*, 2001). Silajlara karbonhidrat kaynağı olarak arpa kırması ve mısır kırması ilavesinin pH değerinin düşmesine neden oldukları bildirilmiştir (Gürsoy *ve ark.*, 2021; Ünlü *ve ark.*, 2015). Mısır kırması ve buğday kepeği birlikte kullanıldığında kinoa silajının pH değerleri 4.06 ile 4.73 arasında değişmiştir. Silaj pH'sının yeterli oranda düşürülmesi için %5 mısır kırması + %10 buğday kepeğinin yeterli olduğu görülmüştür. Daha yüksek oranlarda katkı maddesi pH'da ilave bir düşüşe neden olmamıştır. Silajlara katkı maddesi olarak karbonhidrat kaynağı maddelerin kullanılması silajın fermantasyonu esnasında proteinin amonyağa parçalanmasını önleyerek silo yeminin pH seviyesini azalttığı düşünülmektedir. Mısır tanelerinin yüksek oranda karbonhidrat içermesi nedeniyle silajın fermantasyonunu olumlu yönde etkileyerek silaj pH'sının düşmesine neden olduğu, buğday kepeğinin ise kuru madde içeriği düşük olan kinoa silajının kuru madde içeriğinin artmasına ve dolayısı ile fermantasyonuna olumlu yönde katkı sağlayarak silaj pH'sının düşmesine neden olduğu tahmin edilmektedir.

### Kuru Madde Oranı (%)

Kontrol silajının kuru madde oranı %13.70 olarak tespit edilmiştir. Kontrol silajında belirlenen bu değer Güner ve Temel (2022), Podkowska *ve ark.*, (2018), Salama *ve ark.*, (2021), Pulido Suarez *ve ark.*, (2019) ve Yacout *ve ark.* (2021) tarafından bildirilen değerlerden (%24.4 %20.9, %26.9, %16.9 ve %30.56) düşük bulunurken, Fang *ve ark.* (2022) tarafından bildirilen değerden (%10.7) yüksek bulunmuştur. Katkı maddesi olarak buğday kepeği kullanıldığında kontrole göre silaj kuru madde oranını yükseltmiştir. Yapılan çalışmalarda tahıl ürünlerinin kepeklerinin kullanılması silajın kuru madde oranını yükselttiğini belirlemişlerdir (Cheng *ve ark.*, 2001; Kordi ve Naserian, 2012; Qin ve Shen, 2013; Tian *ve ark.*, 2018; Gül, 2023). Katkı maddesi olarak mısır kırması kullanıldığında kontrole göre silaj kuru madde oranı yükselmiştir. Yapılan çalışmalarda mısır katkı maddesinin kullanılması silaj kuru madde oranını yükselttiğini görülmüştür (Cheng *ve ark.*, 2001; Zhang *ve ark.*, 2014; Ünlü *ve ark.*, 2015;

Gürsoy *ve ark.*, 2021). Mısır kırması ve buğday kepeği birlikte uygulandığında silaj kuru madde oranları %22.26 ile %35.90 arasında değişmiştir. Mısır kırması ve buğday kepeğinin kuru madde içeriklerinin yüksek olması kinoa silajının kuru madde içeriğinin de yükselmesine neden olduğu söylenebilir.

**Çizelge 1.** Kinoa silajının pH, KM, HK, Fleig puanı ve amonyak içerikleri

| Uygulamalar           | pH      | Kuru madde (%) | Ham kül (%) | Fleig Puanı | Amonyak (%) |
|-----------------------|---------|----------------|-------------|-------------|-------------|
| Kontrol               | 5.23 a* | 13.70 j        | 29.03 a     | 23,67 k     | 15,30 a     |
| %5 BK                 | 4.83 c  | 17.80 ı        | 22.16 b     | 43.00 j     | 11.30 b     |
| %10 BK                | 4.20 f  | 22.36 h        | 17.70 c     | 82,33 e     | 5,30 c      |
| %15 BK                | 4.10 gh | 26.16 g        | 15.80 d     | 94,00 d     | 3,76 c      |
| %5 MK                 | 4.96 b  | 18.66 ı        | 21.53 b     | 28.00 c     | 14,93 a     |
| %10 MK                | 4.83 c  | 22.86 h        | 16.13 d     | 57,67 h     | 10,70 b     |
| %15 MK                | 4.76 cd | 26.86 fg       | 12.03 f     | 67,00 g     | 3,16 c      |
| %5 MK x %5 BK         | 4.73 d  | 22.26 h        | 16.73 cd    | 60,33 h     | 9,40 b      |
| %5 MK x %10 BK        | 4.10 gh | 28.53 de       | 14.10 e     | 74,33 f     | 4,80 c      |
| %5 MK x %15 BK        | 4.10 gh | 30.36 cde      | 12.53 f     | 102,67 c    | 2,66 c      |
| %10 MK x %5 BK        | 4.63 e  | 27.23 fg       | 12.50 f     | 59,33 f     | 10,03 b     |
| %10 MK x %10 BK       | 4.10 gh | 30.13 de       | 11.60 f     | 101,00 c    | 4,33 c      |
| %10 MK x %15 BK       | 4.10 gh | 33.80 b        | 10.1 6gh    | 109,67 b    | 3,16 c      |
| %15 MK x %5 BK        | 4.16 fg | 31.10 cd       | 10.36 g     | 102,00 c    | 5,76 c      |
| %15 MK x %10 BK       | 4.06 h  | 32.23 bc       | 10.33 g     | 107,33 b    | 3,16 c      |
| %15 MK x %15 BK       | 4.10 gh | 35.90 a        | 9.10 h      | 114,33 a    | 3,26 c      |
| F değeri ve önemlilik | 265.1** | 99.9**         | 210.8**     | 358.3**     | 55.8**      |

\* Aynı harflerle temsil edilen veriler arasında anlamlı bir fark yoktur,\*\*p < 0.01

### Ham Kül (%)

Kinoa silajında mısır kırması ve buğday kepeği katkı maddeleri olarak katılmadığında silaj kuru maddesinin ham kül oranı %29.03 olarak tespit edilmiştir. Bu değer kinoa bitkisinin ham kül oranını belirlemek amacıyla yapılan çalışmalardan Güner ve Temel (2022), Podkòwka *ve ark.*, (2018), Pulido Suarez *ve ark.*, (2019) ve Salama *ve ark.*, (2021) tarafından bildirilen değerlerden (%26.37-%27.15, %14.76, %15.3 ve %9.42) yüksek bulunmuştur. Buğday kepeği katkı maddesinin kullanılması kontrole göre silaj ham kül oranını düşürmüştür. Buğday kepeği katkı maddesi oranının artmasına bağlı olarak silaj ham kül oranında da azalmalar olduğu görülmüştür. Gül (2023) ve Tian *ve ark.* (2018), yaptıkları çalışmada katkı maddesi olarak buğday kepeği kullanmış ve silaj ham kül oranını düşürdüğünü belirlemişlerdir. Katkı maddesi olarak mısır kırması kullanıldığında kontrole göre silaj ham kül oranı düşmüştür. Karbonhidrat kaynağı olarak mısır kırması ve şeker pancarı posası kullanılması ham kül oranının düşmesine neden olduğu bildirilmiştir (Zhang *ve ark.*, 2014). Kinoa silajında ham kül içeriğinde azalmanın sebebi silaj katkı maddesi olarak kullanılan mısır kırması ve buğday kepeğinin ham kül içeriğinin düşük olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

### Fleig Puanı

Kontrol kinoa silajının fleig puanı 23.67 olarak tespit edilmiştir. Podkòwka *ve ark.* (2018) tarafından bildirilen değerden (78) düşük bulunmuştur. Katkı maddesi olarak buğday kepeği kullanıldığında kontrole göre silaj fleig puanı yükseltmiştir. Qin ve Shen (2013) ve Kordi ve Naserian, (2012) yaptıkları çalışmada katkı maddesi olarak buğday kepeği kullanmışlar ve silaj fleig puanının yükseldiğini belirtmişlerdir. Katkı maddesi olarak mısır kırması kullanıldığında kontrole göre silaj fleig puanı yükselmiştir. Kinoa silajına karbonhidrat kaynağı olarak mısır ve arpa kırması katkı maddelerinin kullanılması fleig puanını yükselttiği bildirilmiştir (Zhang *ve ark.*, 2014; Gürsoy *ve ark.*, 2021). Mısır kırması ve buğday kepeği birlikte uygulamaları sonucunda fleig puanları 59.33 ile 114.33 arasında olmuştur. En yüksek oranda mısır kırması ve buğday kepeği katılması silaj fleig puanının (114.33) da



yüksek olmasına neden olmuştur. Fleig puanı kuru madde içeriğinden yararlanılarak hesaplanmaktadır. Mısır kırması ve buğday kepeği kinoa silajının kuru madde içeriğinin artmasına neden olması aynı zamanda fleig puanının da artmasına neden olduğu söylenebilir.

### **Amonyak (%)**

Kontrol kinoa silajının amonyak oranı %15.30 olarak tespit edilmiştir. Katkı maddesi buğday kepeği olarak kullanıldığında kontrole göre silaj amonyak oranı düşmüştür. Gül (2023), Qin ve Shen (2013), Silva *ve ark.* (2014), yaptıkları çalışmada katkı maddesi olarak buğday kepeğinin kullanılmasının silaj amonyak oranını düşürdüğünü bildirmişlerdir. Katkı maddesi olarak mısır kırması kullanıldığında kontrole göre silaj amonyak oranı düşmüştür. Zhang *ve ark.*, (2014) yaptıkları çalışmada katkı maddesi olarak mısır unu kullanmış ve silaj amonyak oranı yükselmiştir. Katkı maddesi olarak mısır kırması ve buğday kepeği birlikte uygulandığında silaj amonyak oranları %2.66 ile %10.03 arasında değişmiştir.

### **Ham Protein Oranı (%)**

Kinoa silajında mısır kırması ve buğday kepeği katkı maddeleri olarak katılmadığında silaj ham protein oranı %14.56 olarak tespit edilmiştir. Bu değer ham protein oranı ile yapılan çalışmalardan Güner ve Temel (2022), Fang *ve ark.* (2022) ve Salama *ve ark.*, (2021) tarafından bildirilen değerlerden (%16.67-17.20, %17.6 ve %14.59) düşük bulunurken, Podkòwka *ve ark.*, (2018) ve Pulido Suarez *ve ark.*, (2019) tarafından bildirilen değerlerden (%10.31 ve %14.4) yüksek bulunmuştur. Buğday kepeği katkı maddesi silaj ham protein oranı yükseltmiştir. Gül (2023), Qin ve Shen (2013), Kordi ve Naserian, (2012), Cheng *ve ark.* (2001), yaptıkları çalışmada katkı maddesi olarak buğday kepeğinin silaj ham protein oranını yükselttiğini belirlemişlerdir. Mısır kırması katkı maddesinin %5 oranında (HPO: %17.53) kullanılması kontrol silajına göre (HPO: %14.56) silaj ham protein oranını artırmıştır. Mısır kırması katkı oranının %10 ve %15 oranında kullanılması durumunda ise kontrol silajına göre ham protein oranında azalma olmuştur. Mısır kırması ve buğday kepeği birlikte uygulandığında silaj ham protein oranları %12.40 ile %16.10 arasında değişmiştir. Kinoa silajında katkı maddesi olarak mısır kırmasında protein miktarının düşük olmasına bağlı olarak HP içeriğinin düştüğü söylenebilir. En yüksek silaj ham protein oranı %5 mısır kırması ve %15 buğday kepeği uygulamasında elde edilmiştir.

### **NDF (%)**

Kinoa silajında mısır kırması ve buğday kepeği katkı maddeleri olarak katılmadığında silaj NDF oranı %26.60 olarak tespit edilmiştir. Bu değer kinoa silajının NDF oranı belirlemek amacıyla yapılan çalışmalarda Güner ve Temel (2022), Podkòwka *ve ark.*, (2018) ve Salama *ve ark.*, (2021) tarafından bildirilen değerlerden (%37.02-%37.62, %45.31 ve %54.85) düşük bulunurken, Fang *ve ark.* (2022) tarafından bildirilen değerden (%19.1) yüksek bulunmuştur. Buğday kepeği katkı maddesi kontrole göre silaj NDF oranını yükseltmiştir. Buğday kepeği katkı oranının artırılması NDF oranında ilave bir değişikliğe neden olmamıştır. Katkı maddesi olarak buğday kepeği kullanılması silaj NDF oranını artırdığı belirlenmiştir (Kordi ve Naserian,2012). Buğday kepeğinin lif oranının yüksek olması kinoa silajının NDF oranında artış sağladığı tahmin edilmektedir. Katkı maddesi olarak mısır kırması kullanıldığında kontrole göre silaj NDF oranını düşürmüştür. Zhang *ve ark.*, (2014) ve Cheng *ve ark.* (2001) yaptıkları çalışmada katkı maddesi olarak mısır unu kullanılması durumunda silaj NDF oranının düştüğünü bildirmişlerdir. Mısır kırmasının lif içeriğinin düşük olması kinoa silajını NDF oranında azalmaya neden olduğu söylenebilir. Mısır kırması ve buğday kepeği birlikte uygulandığında silaj NDF oranları %19.96 ile %31.66 arasında değişmiştir. Şenyüz (2017) yaptığı çalışmada mısır silajına saman, buğday kepeği ve patates posası ilavesinin NDF oranını düşürdüğünü belirlemişlerdir. Kinoa silajında karbonhidrat kaynağı olarak mısır kırması kullanılmasına bağlı olarak NDF oranını azalttığı, diğer

tarafından lif oranı yüksek buğday kepeğinin kullanılmasına bağlı olarak NDF oranının arttığı belirlenmiştir.

**Çizelge 2.** Kinoa silajının HP, NDF, ADF, KMS ve KMT içerikleri

| Uygulamalar           | HP (%)     | NDF (%)  | ADF (%)  | KMS (%)  | KMT (%)   |
|-----------------------|------------|----------|----------|----------|-----------|
| Kontrol               | 14.56 def  | 26.60 ef | 19.60 a  | 73.63 e  | 4.51 efg  |
| %5 BK                 | 16.30 abc  | 34.26 ab | 19.40 a  | 73.80 e  | 3.50 ı    |
| %10 BK                | 17.03 ab   | 35.00 a  | 18.56 a  | 74.40 e  | 3.43 ı    |
| %15 BK                | 17.53 a    | 34.40 ab | 19.00 a  | 73.10 e  | 3.49 ı    |
| %5 MK                 | 17.53 a    | 23.10 gh | 14.90 bc | 77.30 cd | 5.20 cd   |
| %10 MK                | 13.06 ghı  | 22.23 hı | 11.56 d  | 79.86 b  | 6.05 b    |
| %15 MK                | 11.63 j    | 17.76 j  | 8.96 e   | 81.93 a  | 6.83 a    |
| %5 MK x %5 BK         | 15.10 cde  | 28.83 ef | 15.00 bc | 77.20 cd | 4.43 efgh |
| %5 MK x %10 BK        | 15.80 bcd  | 29.96 cd | 15.83 b  | 76.56 d  | 4.01 ghı  |
| %5 MK x %15 BK        | 16.10 bc   | 31.66 bc | 16.16 b  | 76.30 d  | 3.80 hı   |
| %10 MK x %5 BK        | 12.70 ij   | 19.96 ij | 11.93 d  | 79.63 b  | 5.43 bc   |
| %10 MK x %10 BK       | 14.23 efgh | 26.80 ef | 15.03 bc | 77.20 cd | 4.48 efgh |
| %10 MK x %15 BK       | 14.36 efg  | 28.83 de | 15.06 bc | 77.13 cd | 4.16 fgh  |
| %15 MK x %5 BK        | 12.40ı j   | 20.13 ij | 9.66 e   | 81.36 a  | 5.97 b    |
| %15 MK x %10 BK       | 13.30 fghı | 23.76 gh | 13.76 c  | 78.16 c  | 5.05 cde  |
| %15 MK x %15 BK       | 13.23 fgj  | 25.36 fg | 14.00 c  | 78.00 c  | 4.73 def  |
| F değeri ve önemlilik | 17.4**     | 35.5**   | 38.3**   | 39.3**   | 23.3**    |

\* Aynı harflerle temsil edilen veriler arasında anlamlı bir fark yoktur, \*\*p < 0.01

### ADF (%)

Kontrol kinoa silajında ADF oranı %19.60 olarak tespit edilmiştir. Bu değer kinoa silajının ADF oranını belirlemek amacıyla yapılan bir çalışmada Güner ve Temel (2022) ADF oranını %17.60-%17.91 olarak belirlenmiş ve mevcut çalışmadaki ADF oranlarından yüksek bulunmuşlardır. Diğer taraftan Podkòwka ve ark., (2018), Fang ve ark. (2022) ve Salama ve ark., (2021) tarafından bildirilen değerden (%34.24, %20.5 ve %29.78) düşük bulunmuştur. Buğday kepeği katkı maddesi olarak kontrole göre silaj ADF oranında önemli değişim olmamıştır. Gül (2023), Tian ve ark. (2018), Qin ve Shen (2013), Kordi ve Naserian, (2012), Cheng ve ark. (2001), yaptıkları çalışmada katkı maddesi olarak buğday kepeğinin kullanılmasının silaj ADF oranını düşürdüğünü bildirmişlerdir. Mısır kırması katkı maddesi kontrole göre silaj ADF oranını düşürmüştür. Zhang ve ark., (2014) ve Cheng ve ark. (2001) yaptıkları çalışmada katkı maddesi olarak mısır unu kullanmış ve silaj ADF oranını düşürdüğünü belirlemişlerdir. Karbonhidrat içerikleri yüksek lif içerikleri düşük tane yemlerde silaja katılması durumunda silajın lif içeriklerinde azalmaya neden olabilmektedir (Gürsoy ve ark., 2021). Mısır kırması ve buğday kepeği birlikte uygulamaları sonucunda silaj ADF oranları %9.66 ile %16.16 arasında olduğu tespit edilmiştir. ADF oranının en düşük olduğu değerler mısır kırmasının yüksek oranda ilave edildiği uygulamalarda elde edilmiştir. Kinoa silajına mısır kırması katkı maddesi kullanılmasına bağlı olarak ADF içeriğinde önemli azalmalar olurken, buğday kepeği ilavesinin ADF oranında önemli bir değişime neden olmadığı görülmüştür.

### KMS (%)

Kinoa silajında mısır kırması ve buğday kepeği katkı maddeleri olarak katılmadığında silaj KMS oranı %73.63 olarak tespit edilmiştir. Bu değer kinoa otunun KMS oranını belirleyen Temel ve Keskin (2019b), tarafından bildirilen değerlerden (%69.20-%69.98) yüksek bulunmuştur. Katkı maddesi olarak buğday kepeği kullanıldığında kontrole göre silaj KMS oranında önemli bir değişim olmamıştır. Katkı maddesi olarak mısır kırması kullanıldığında kontrole göre silaj KMS oranı yükselmiştir. Karbonhidrat içerikleri yüksek ve lif içerikleri düşük tane yemler katkı maddesi olarak kullanılması silajların KMS

içeriklerinde artış sağladığı görülmüştür (Gürsoy *ve ark.*, 2021). Mısır kırması ve buğday kepeğinin birlikte uygulamaları sonucunda silaj KMS oranları %76.30 ile %81.36 arasında değişmiştir. Mısır kırmasının yüksek olduğu uygulamalarda KMS oranında artışlar olduğu belirlenmiştir.

### **KMT (%)**

Kontrol kinoa silajında KMT oranı %4.51 olarak tespit edilmiştir. Yapılan bir çalışmada kinoa otunda ADF oranı %2.86-%2.94 aralığında tespit edilmiştir (Temel ve Keskin, 2019b). Katkı maddesi olarak buğday kepeği kullanıldığında kontrole göre silaj KMT oranı düşmüştür. Katkı maddesi olarak mısır kırması kullanıldığında kontrole göre silaj KMT oranı yükselmiştir. Mısır kırması ve buğday kepeği birlikte uygulamaları sonucunda KMT oranları %3.80 ile %5.97 arasında değişmiştir. Mısır kırmasının yüksek oranda katıldığı uygulamalarda KMT oranının yükseldiği belirlenmiştir. En yüksek KMT oranı %15 mısır kırması ve %5 buğday kepeği uygulamasında tespit edilmiştir. Katkı maddesi olarak karbonhidrat kaynağı bir ürünün kullanılması yemlerin önemli kalite değerlerinden biri olan KMT değerinin yükselmesine neden olduğu görülmektedir.

### **Nispi Yem Değeri**

Kinoa silajının NYD değeri 257.56 olarak tespit edilmiştir. NYD değerini belirlemek amacıyla yapılan çalışmada kinoa otunun NYD değeri 156.0-159.2 aralığında olduğu belirlenmiştir (Temel ve Keskin, 2019b). Buğday kepeği katkı maddesi kontrole göre kinoa silajının NYD değerlerini düşürmüştür. Buğday kepeği katkı oranının artışı NYD değerinde artışa neden olmamıştır. Mısır kırması kullanıldığında kontrole göre kinoa silaj NYD değerleri yükselmiştir. Mısır kırması katkı maddesi oranında artış NYD değerinde de artışa neden olmuştur. Mısır kırması ve buğday kepeği birlikte uygulamaları sonucunda NYD değerleri 224.8 ile 376 arasında değişmiştir. Mısır kırmasının yüksek olduğu uygulamalarda MYD değeri yüksek olurken, buğday kepeği oranını artmasına bağlı olarak da NYD değerinde düşme olmuştur.

### **Laktik Asit( %)**

Kinoa silajında mısır kırması ve buğday kepeği katkı maddeleri olarak katılmadığında silaj laktik asit oranı %2.92 olarak tespit edilmiştir. Bu değer kinoa silaj laktik asit oranı ile yapılan çalışmalardan Güner ve Temel (2022), Podkówka *ve ark.*, (2018) ve Salama *ve ark.*, (2021) tarafından bildirilen değerlerden (%0.74-%1.01, %1.92 ve %0.85) yüksek bulunurken, Yacout *ve ark.* (2021) ve Fang *ve ark.* (2022) tarafından bildirilen değerlerden (%3.02 ve %3.70) düşük bulunmuştur. Kontrol kinoa silajına göre buğday kepeği katkı maddesinin kullanılması laktik asit oranında önemli artışlara neden olmuştur. Buğday kepeğinin %10 oranına kadar katılması laktik asit oranında önemli artışlara neden olurken, daha yüksek oranda (%15) buğday kepeği katkı maddesi kullanılması laktik asit oranında artışları devam ettirmemiştir. Gül (2023), Tian *ve ark.* (2018), Qin ve Shen (2013), Cheng *ve ark.* (2001), yaptıkları çalışmada katkı maddesi olarak buğday kepeğinin silaj laktik asit oranını yükselttiğini bildirmişlerdir. Mısır kırması kontrole göre silaj laktik asit oranını yükseltmiştir. Mısır kırmasının %10'a kadar laktik asit oranında önemli artışlar olurken, daha yüksek oranda (%15) mısır kırması kullanılması silaj laktik asit oranında önceki katkı oranlarına göre laktik asit oranında artış devam etmemiş aksine laktik asit oranında azalma neden olmuştur. Zhang *ve ark.*, (2014), Cheng *ve ark.* (2001) ve Ünlü *ve ark.*, (2015) yaptıkları çalışmada katkı maddesi olarak mısır unu ve mısır kırması kullanıldığında laktik asit oranında artışların olduğunu belirlemişlerdir. Mısır kırması ve buğday kepeği birlikte uygulamaları sonucunda laktik asit oranları %4.57 ile %8.74 arasında değişmiştir. En yüksek laktik asit oranı %5 mısır kırması ve %10 buğday kepeği uygulamasında elde edilmiştir.

**Asetik Asit (%)**

Kinoa silajında mısır kırması ve buğday kepeği katkı maddeleri olarak katılmadığında silaj asetik asit oranı %19.23 olarak tespit edilmiştir. Bu değer kinoa silajının asetik asit oranı belirlemek amacıyla yapılan çalışmalarda Podkówka *ve ark.*, (2018), Yacout *ve ark.* (2021) ve Fang *ve ark.* (2022) tarafından bildirilen değerlerden (%0.37, %3.06 ve %7.08) yüksek bulunmuştur. Katkı maddesi olarak buğday kepeği kullanıldığında kontrole göre silaj asetik asit oranı düşmüştür. Asetik asit oranında en fazla düşüş en yüksek buğday kepeği (%15) uygulamasında tespit edilmiştir. Tian *ve ark.* (2018), Qin ve Shen (2013), Silva *ve ark.* (2014) ve Cheng *ve ark.* (2001) yaptıkları çalışmada katkı maddesi olarak buğday kepeğinin kullanılması silajın asetik asit oranını düşürdüğünü belirtmişlerdir. Katkı maddesi olarak mısır kırması kullanıldığında kontrole göre silaj asetik asit oranı düşmüştür. Mısır kırması katkı maddesi oranının artmasına bağlı olarak, asetik asit oranında da düşüşler devam etmiştir. Zhang *ve ark.* (2014), Cheng *ve ark.* (2001) ve Ünlü *ve ark.* (2015) yaptıkları çalışmada katkı maddesi olarak mısır unu ve mısır kırması kullanılması silaj asetik asit oranını düşürdüğünü belirlemişlerdir. Mısır kırması ve buğday kepeği birlikte uygulamaları sonucunda asetik asit oranları %2.16 ile %11.15 arasında değişmiştir. En düşük asetik asit oranı %15 mısır kırması ve %10 buğday kepeği uygulamasında belirlenmiştir. Mısır katkısının oranının artmasına bağlı olarak silaj asetik asit oranının düştüğü görülmektedir.

**Propiyonik Asit (%)**

Kontrol kinoa silajının propiyonik asit oranı %0.93 olarak tespit edilmiştir. Bu değer kinoa silajını propiyonik asit oranını belirlemek amacıyla yapılan çalışmalardan Güner ve Temel (2022) ve Fang *ve ark.* (2022) tarafından bildirilen değerlerden (%0.27-%32 ve %0.65) yüksek bulunmuştur. Buğday kepeği katkı maddesinin kullanılması kinoa silajının propiyonik asit oranını düşürmüştür. En fazla düşüş katkı maddesi olarak buğday kepeğinin %5 olarak kullanılması durumunda gerçekleşmiştir. Daha yüksek oranlarda (%10 ve %15) buğday kepeği katkı maddesi olarak kullanılması tekrardan propiyonik asit oranında hafif yükselmeye neden olmuştur. Tian *ve ark.* (2018), Qin ve Shen (2013) ve Silva *ve ark.* (2014) yaptıkları çalışmada katkı maddesi olarak buğday kepeğinin kullanılması silaj propiyonik asit oranını düşürdüğünü bildirmişlerdir. Katkı maddesi olarak mısır kırması kullanıldığında kontrole göre silaj propiyonik asit oranı düşmüştür. Mısır kırması oranının %10'a kadar artırılması kontrole göre propiyonik asit oranını azalttığı, daha fazla oranda (%15) mısır kırması katkı maddesi olarak kullanılması propiyonik asit oranında fazladan bir azalmaya neden olmamıştır. Mısır kırması ve buğday kepeğinin birlikte uygulamaları sonucunda propiyonik asit oranları %0.26 ile %0.52 arasında değişmiştir. En düşük propiyonik asit oranı (%0.26) en düşük mısır kırması ve buğday kepeği uygulamasında tespit edilmiştir.

**Çizelge 3.** Kinoa silajının NYD, laktik asit, asetik asit, propiyonik asit, bütirik asit içerikleri

| Uygulamalar           | NYD        | Laktik asit (%) | Asetik asit (%) | Propiyonik asit (%) | Bütirik asit (%) |
|-----------------------|------------|-----------------|-----------------|---------------------|------------------|
| Kontrol               | 257.56 fg* | 2.92 g          | 19.23 a         | 0.93 a              | 0.14 e           |
| %5 BK                 | 200.36 h   | 6.13 bcd        | 14.77 b         | 0.25 g              | 0.95 b           |
| %10 BK                | 197.93 h   | 9.17 a          | 5.55 gh         | 0.41 de             | 0.04 e           |
| %15 BK                | 200.40 h   | 9.72 a          | 3.71 hij        | 0.40 de             | 0.03 e           |
| %5 MK                 | 312.13 cd  | 4.28 f          | 14.14 b         | 0.69 b              | 1.66 a           |
| %10 MK                | 375.16 b   | 4.51 ef         | 10.25 cd        | 0.33 f              | 0.77 c           |
| %15 MK                | 434.10 a   | 3.80 fg         | 8.49 de         | 0.34 f              | 0.50 d           |
| %5 MK x %5 BK         | 265.43 efg | 6.18 bcd        | 11.15 c         | 0.26 g              | 0.11 e           |
| %5 MK x %10 BK        | 237.86 gh  | 8.74 a          | 5.91 fg         | 0.51 c              | 0.05 e           |
| %5 MK x %15 BK        | 224.80 gh  | 7.24 b          | 4.62 ghı        | 0.52 c              | 0.06 e           |
| %10 MK x %5 BK        | 335.13 c   | 4.57 ef         | 7.75 ef         | 0.27 g              | 0.15 e           |
| %10 MK x %10 BK       | 268.50 efg | 6.98 bc         | 4.01 ghij       | 0.54 c              | 0.07 e           |
| %10 MK x %15 BK       | 249.16 fg  | 5.98 cd         | 2.67 ij         | 0.42 d              | 0.04 e           |
| %15 MK x %5 BK        | 376.83 b   | 7.09 bc         | 2.84 ij         | 0.35 ef             | 0.03 e           |
| %15 MK x %10 BK       | 306.30 cde | 5.57 de         | 2.16 j          | 0.39 def            | 0.03 e           |
| %15 MK x %15 BK       | 286.20 def | 6.04 bcd        | 2.66 ij         | 0.40 de             | 0.04 e           |
| F değeri ve önemlilik | 26.2**     | 26.2**          | 62.1**          | 86.9**              | 80.1**           |

\* Aynı harflerle temsil edilen veriler arasında anlamlı bir fark yoktur, \*\*p < 0.01

### Bütirik Asit (%)

Kinoa silajında mısır kırması ve buğday kepeği katkı maddeleri olarak katılmadığında silaj bütirik asit oranı %0.14 olarak tespit edilmiştir. Bu değer kinoa silajının bütirik asit oranı tespit etmek amacıyla yapılan çalışmalardan Podkówka ve ark., (2018) ve Salama ve ark., (2021) tarafından bildirilen değerlerden (%0.04 ve %0.11) yüksek bulunurken, Yacout ve ark. (2021) ve Fang ve ark. (2022) tarafından bildirilen değerlerden (%0.96 ve %0.42) düşük bulunmuştur. Katkı maddesi buğday kepeğinin %5 oranında kullanılması kontrole göre silaj bütirik asit oranını yükseltirken, buğday kepeğinin oranı (%10 ve %15) artırıldığında bütirik asit oranında önemli azalma olmuştur. Katkı maddesi olarak mısır kırması %5 oranında kullanıldığında kontrole göre silaj bütirik asit oranını yükseltmiştir. Mısır kırması oranının %10 ve %15 oranında uygulaması tekrardan bütirik asit oranında azalmaya başladığı görülmüştür. Silajlara mısır kırması ilavesinin bütirik asit oranında azalmaya neden olduğu bildirilmiştir (Ünlü ve ark., 2015). Mısır kırması ve buğday kepeğinin birlikte uygulamaları sonucunda bütirik asit oranları %0.03 ile %0.15 arasında değişmiştir. En düşük bütirik asit oranı mısır kırması ve buğday kepeğinin yüksek oranlarda ilave edildiği silajlarda tespit edilmiştir.

### SONUÇ

Kinoa silajının kalitesini iyileştirmek amacıyla karbonhidrat içeriği yüksek mısır kırmasından farklı oranlarda ve silajın kuru madde içeriğini artırmak amacıyla farklı oranlarda buğday kepeği katkı maddelerinin kinoa silaj kalitesine etkileri belirlenmiştir. Katkı maddesi olarak mısır kırması kinoa silajında kullanıldığında kontrole göre kuru madde, fleig puanı, ham protein, KMS, KMT, NYD, laktik asit, bütirik asit değerlerini yükseltirken pH, amonyak, NDF, ADF, ham kül, asetik asit, propiyonik asit, değerlerini ise düşürmüştür. Katkı maddesi olarak buğday kepeği kinoa silajında kullanıldığında kontrole göre kuru madde, fleig puanı, ham protein, KMS, NDF, laktik asit ve bütirik asit değerlerini yükseltirken, pH, amonyak, ADF, KMT, NYD, ham kül, asetik asit ve propiyonik asit değerlerini ise düşürmüştür. Kinoa silajında katkı maddesi olarak %5 mısır kırması ve %10 buğday kepeği oranında kullanılması silaj değerlerini önemli oranda iyileştirdiğinden bu oranlarda katkı maddelerinin ilave edilmesi silaj kalitesinin iyileştirilmesi için yeterli olacaktır.

## TEŞEKKÜR

Bu araştırma Iğdır Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'nin desteğiyle ZİF0722Y22 proje numarasıyla gerçekleştirilmiştir.

## Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

## Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

## KAYNAKLAR

- AOAC (1975). *Official methods of analysis*. 12th Edition, Association of Official Analytical Chemists, Washington DC.
- AOAC, (1990). *Official methods of analysis*, 15th ed. Association of Official Analytical Chemists, Inc. Arlington.
- Bazile, D., Bertero, D., Nieto, C., (2015). State of The Art Report On Kinoa Around The World İn 2013, Oficina Regional De La Fao Para América Latina Y El Caribe, 250- 266.
- Blanco, J. A. (2015). *Fodder and animal feed*. Chapter 3. In FAO & CIRAD. State of the Art Report of Quinoa in the World in 2013, p. 250-266, Rome.
- Canale, A., Valente, M. E. & Ciotti, A. (1984). Determination of volatile carboxylic acids (C1–C5i) and lactic acid in aqueous acid extracts of silage by high performance liquid chromatography. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 35(11), 1178–1182, <https://doi.org/10.1002/jsfa.2740351106>.
- Cheng, Y. K., Chen, C. S. & Peng, P. W. (2001). *Effects of different additives on silage quality of napiergrass*. The XIX International Grassland Congress took place in São Pedro, São Paulo, Brazil from February 11 through February 21.
- Fang, D., Dong, Z., Wang, D., Li, B., Shi, P., Zhuang, D., Shao, T., Wang, W. & Gu, M. (2022). Evaluating the fermentation quality and bacterial community of high-moisture whole-plant quinoa silage ensiled with different additives. *Journal of Applied Microbiology*, 132(5), 3578-3589, <https://doi.org/10.1111/jam.15506>.
- Gül, S. (2023). The impact of wheat bran and molasses addition to caramba mix silage on feed value and in vitro organic matter digestibility. *Journal of King Saud University – Science*, 35(1), 1-9, <https://doi.org/10.1016/j.jksus.2022.102400>.
- Güner, Z. ve Temel, S. (2022). Kuru şartlarda farklı sıra aralıklarla yetiştirilen kinoa (*Chenopodium quinoa* Willd.) çeşitlerinin silaj kalitesinin belirlenmesi. *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 12(4), 2506-2519, <https://doi.org/10.21597/jist.1175686>.
- Gürsoy, E., Kara, E. ve Sürmen, M. (2021). Farklı biçim devresinin ve arpa kırması uygulamalarının tek yıllık yem bitkileri karışımının silaj özelliklerine etkileri. *Türkiye Tarımsal Araştırmalar Dergisi*. 8(3). 273-281, <https://doi.org/10.19159/tutad.958720>.
- Kakabouki, I., Bilalis, D., Karkanis, A., Zervas, G., Tsiplakou, E. & Hela, D. (2014). Effects of fertilization and tillage system on growth and crude protein content of quinoa (*Chenopodium quinoa* Willd.): An alternative forage crop, *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 26(1), 18-24, <https://doi.org/10.9755/ejfa.v26i1.16831>.

- Keskin, B. ve Önkür, H. (2019). Kinoa (*Chenopodium quinoa* Willd.)'nın tohum verimi ve bazı bitkisel özellikleri üzerine sıra üzeri ve sıra arası mesafelerinin etkileri. *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Tarım ve Doğa Dergisi*, 22(Ek sayı 1), 51-59, <https://10.18016/ksutarimdog.vi.536580>.
- Keskin B. ve Temel, S. (2022). Kuru şartlarda yetiştirilen selvi sirken (*Atriplex nitens* Schkuhr )'in ot verimi ve bazı verim öğeleri üzerine farklı ekim ve hasat dönemlerinin etkileri. *Türk Tarım ve Doğa Bilimleri Dergisi*, 9(2), 340–349, <https://doi.org/10.30910/turkjans.1060028>.
- Kılıç, A. (1986). *Silo yemi*. Bilgehan Basımevi s: 68-72, Bornova İzmir.
- Kır, A. E. ve Temel, S. (2017). Sulu koşullarda farklı kinoa (*Chenopodium quinoa* Willd.) genotiplerinin tohum verimi ile bazı tarımsal özelliklerinin belirlenmesi. *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 7(1), 353-361, <https://10.21597/jist.2017127448>.
- Kordi, M. & Naserian, A. A. (2012). Influence of wheat bran as a silage additive on chemical composition, in situ degradability and in vitro gas production of citrus pulp silage. *African Journal of Biotechnology*, 11(63), 12669-12674.
- Özdemir, M. ve Okumuş, O. (2021). Türkiye'de son beş yılda yapılan bazı silaj çalışmaları. *Erciyes Tarım ve Hayvan Bilimleri Dergisi*, 4(2), 30-39.
- Podkòwka, Z., Gesiński, K. & Podkòwka, L. (2018). The influence of additives facilitating ensiling on the quality of quinoa (*Chenopodium quinoa* Willd.) silage. *Journal of Central European Agriculture*, 19(3), 607-614, <https://doi.org/10.5513/JCEA01/19.3.2237>.
- Pulido Suarez, N. J., Escobar, M. I. & Molano, C. E. R. (2019). Nutritional value of quinoa forage silage (*Chenopodium quinoa* willd) with the addition of efficient microorganisms. *CES Medicina Veterinaria y Zootecnia*, 14(3), 16-28, <http://dx.doi.org/10.21615/cesmvz.14.3.2>.
- Razzaghi, F. (2011). *Acclimatization and agronomic performance of quinoa exposed to salinity, drought and soil-related abiotic stresses*. Ph.D. Thesis. Department of Agroecology Science and Technology. Aarhus University. pp:1-124.
- Qin, M.Z. & Shen, Y. X. (2013). Effect of Application of a bacteria inoculant and wheat bran on fermentation quality of peanut vine ensiled alone or with corn stover. *Journal of Integrative Agriculture*, 12(3), 556–560, [https://doi.org/10.1016/S2095-3119\(13\)60257-9](https://doi.org/10.1016/S2095-3119(13)60257-9).
- Saad-Allah, K. M. & Youssef, M. S. 2018. Phytochemical and genetic characterization of five quinoa (*Chenopodium quinoa* Willd.) genotypes introduced to Egypt *Physiology and Molecular Biology of Plants*, 24, 617–629, <https://doi.org/10.1007/s12298-018-0541-4>.
- Salama, R., Yacout, M. H., Elgzar, M. I. T. & Awad, A. A. (2021). Nutritional evaluation of quinoa (*Chenopodium quinoa* Willd) crop as unconventional forage resource in feeding ruminants. *Egyptian Journal Nutrition and Feeds*, 24(1), 77-84, <https://doi.org/10.21608/ejnf.2021.170306>.
- Schulte auf'm Erley, G., Kaul, G., Kruse, M. & Aufhammer, W. (2005). Yield and nitrogenutili zati onefficiency of the pseudoce real samaranth. quinoa and buck wheat under different nitrogen fertilization. *European Journal of Agronomy*, 22(1), 95-100, <https://doi.org/10.1016/j.eja.2003.11.002>.
- Silva, J. K. d., Oliveira, J. S. d., Medeiros, A. N. d., Santos, E. M., Magalhães, T. d. S., Ramos, A. O. & Bezerra, H. F. C. (2014). Elephant grass ensiled with wheat bran compared with corn silage in diets for lactating goats. *Revista Brasileira de Zootecnia*, 43(11), 618-626, <https://doi.org/10.1590/S1516-35982014001100008>.
- Şenyüz, H. H. (2017). *Süt inekleri rasyonlarına mısır silajı yerine farklı düzeyde katılan patates posası silajının süt verimi, bileşenleri ve rumen uçucu yağ asitleri üzerine etkileri*. Türkiye Cumhuriyeti Kırıkkale Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü Doktora Tezi.

- Sheaffer, C. C., Peterson, M. A., Mccalin, M., Volene, J. J., Cherney, J. H., Johnson, K. D., Woodward, W. T. & Viands, D. R. (1995). *Acide detergent fiber, neutral detergent fiber concentration and relative feed value*. North American Alfalfa Improvement Conference March, 1995, Minneapolis.
- Tan, M. ve Yöndem, Z. (2013). İnsan ve hayvan beslenmesinde yeni bir bitki; kinoa (*Chenopodium quinoa* Willd.). *Alınları Ziraat Bilimler Dergisi*, 25(B), 62-66.
- Tan, M. ve Temel, S. (2019). *Her yönüyle kinoa önemi kullanılması ve yetiştiriciliği*. İksad Yayınevi. Ankara.
- Tan, M. ve Temel, S. (2017). Erzurum ve Iğdır şartlarında yetiştirilen farklı kinoa genotiplerinin kuru madde verimi ve bazı özelliklerinin belirlenmesi. *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 7(4), 257-263, <https://doi.org/10.21597/jist.2017.219>.
- Tan, M. & Temel, S. (2018). Performance of some quinoa (*Chenopodium quinoa* Willd.) genotypes grown in different climate conditions. *Turkish Journal of Field Crops*, 23(2), 180-186, <https://doi.org/10.17557/tjfc.485617>.
- Temel, İ. ve Keskin, B. (2019a). Kinoa (*Chenopodium quinoa* Willd.)'nın ot verimi ve bazı verim unsurlarına farklı sıra üzeri ve sıra arası mesafelerin etkileri. *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 9(1). 522-532, <https://doi.org/10.21597/jist.480917>.
- Temel, İ. ve Keskin, B. (2019b). Farklı sıra arası ve sıra üzeri mesafelerinin kinoa (*Chenopodium quinoa* Willd.)'nın besin içeriğine etkisi. *Uluslararası Tarım ve Yaban Hayatı Bilimleri Dergisi*. 5(1), 110-116, <https://doi.org/10.24180/ijaws.486327>.
- Temel, S. & Keskin, B. (2022). Amaranths (*Amaranthus* spp.). Chapter 1. pp: 3-44. In: Alternative forage crops-I. iksad publishing house, Ankara-Turkey, ISBN: 978-625-6955-82-0.
- Tian JiPeng, T. J., Na RiSu, N. R., Yu Zhu, Y. Z., Liu ZhongKuan, L. Z., Liu ZhenYu, L. Z., & Yu YiDong, Y. Y. (2018). Inoculant effects on the fermentation quality, chemical composition and saponin content of lucerne silage in a mixture with wheat bran or corn husk. *Animal Production Science*, 58(12), 2249-2257. <https://doi.org/10.1071/AN16407>.
- Ünlü, H., Ayyılmaz, T. ve Kılıç, A. (2015). Farklı düzeylerde öğütülmüş dane mısır ilavesinin yonca silajının yem değeri üzerine etkisi. *Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 52(3), 335-341, <https://doi.org/10.20289/euzfd.07936>.
- Van Schooten, H. A. & Pinxterhuis, J. B. (2003). *Quinoa as an alternative forage crop in organic dairy farming*. Optimal forage systems for animal production and the environment. Proceedings of the 12th Symposium of the European Grassland Federation, Pleven, Bulgaria, 26-28 May 2003.
- Van Soest, P. J., Robertson, J. B. & Lewis, B.A. (1991). Methods for dietary fiber, neutral detergent fiber, and nonstarch polysaccharides in relation to animal nutrition. *Journal of Dairy Science*. 74(10), 3583-3597, [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(91\)78551-2](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(91)78551-2).
- Yacout, M. H., Salama, R., Elgzar, M. I. T. & Awad, A.A. (2021). In Vivo and In Vitro studies to evaluate nutritional value of *Chenopodium quinoa* as unconventional forage resource for feeding ruminants. *Archives of Agriculture Sciences Journal*, 4(2), 135-149, <https://doi.org/10.21608/AASJ.2021.212502>.
- Zhang, X. Q., Jin, Y. M., Zhang, Y. J., Yu, Z. & Yan, W. H. (2014). Silage quality and preservation of *Urtica cannabina* ensiled alone and with additive treatment. *Grass and Forage Science*, 69(3), 405-414, <https://doi.org/10.1111/gfs.12036>.



**Atf İçin:** Yeken, M. Z. (2024). Giberellik Asit Dozlarının Ekmeklik Buğdayda (*Triticum aestivum* L.) Verim ve Kalite Üzerine Etkisi. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1366-1374.

**To Cite:** Yeken, M. Z. (2024). Effect of Gibberellic Acid Doses on Yield and Quality in Bread Wheat (*Triticum aestivum* L.). *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1366-1374.

## Giberellik Asit Dozlarının Ekmeklik Buğdayda (*Triticum aestivum* L.) Verim ve Kalite Üzerine Etkisi

Mehmet Zahit YEKEN<sup>1\*</sup>

### **Öne Çıkanlar:**

- Halis ekmeklik buğday çeşidinde GA<sub>3</sub> dozlarının etkisi araştırılmıştır
- GA<sub>3</sub> dozları buğday veriminde artış sağlamıştır
- GA<sub>3</sub> dozları buğdayın kalite özelliklerine üzerine etkisi istatistiki olarak önemsiz bulunmuştur

### **Anahtar Kelimeler:**

- Ekmeklik buğday
- Giberellik asit
- Kalite

### **ÖZET:**

Bu çalışmada, ülkemizin farklı bölgelerinde yaygın olarak yetiştirilen Halis ekmeklik buğday çeşidinin tarımsal ve kalite özellikleri üzerine giberellik asit (GA<sub>3</sub>) dozlarının (1.0 g/da, 0.8 g/da, 0.6 g/da ve kontrol) etkisi araştırılmıştır. Deneme, Sakarya ekolojik koşullarında dört tekerrürlü olarak tesadüf blokları deneme desenine göre 2022-2023 yetiştirme sezonunda yürütülmüştür. Çalışma kapsamında bitki boyu, tane verimi, başakta tane sayısı, m<sup>2</sup>'de başak sayısı, başakta tane ağırlığı, bin tane ağırlığı ve hektolitreye ağırlığı gibi tarımsal özellikler ile protein oranı, yaş gluten, gluten indeksi, rutubet, zeleny sedimantasyon, alveograf enerji değeri, alveograf P/L oranı, farinograf su absorpsiyonu, farinograf gelişme süresi, farinograf stabilite değeri ve farinograf yumuşama değerleri gibi kalite özellikleri incelenmiştir. Varyans analizi sonucunda GA<sub>3</sub> uygulamalarının, tane verimi, başakta tane sayısı, m<sup>2</sup>'de başak sayısı, başakta tane ağırlığı ve hektolitreye ağırlığı üzerine istatistiki olarak önemli etkisinin olduğu belirlenmiştir. Yapılan korelasyon analizleri sonucunda özellikler arasında istatistiki olarak önemli pozitif ilişkiler tespit edilmiştir. Temel bileşenler analizine göre ilk dört temel bileşen varyasyonun %73.81'ini açıklamıştır. Sonuç olarak 1.0 g/da GA<sub>3</sub> uygulamasının buğday veriminde önemli oranda artışa neden olduğu ancak kalite üzerinde etkili olmadığı tespit edilmiştir.

## Effect of Gibberellic Acid Doses on Yield and Quality in Bread Wheat (*Triticum aestivum* L.)

### **Highlights:**

- The effect of GA<sub>3</sub> doses on the Halis bread wheat variety was investigated
- GA<sub>3</sub> doses increased wheat yield
- The effect of GA<sub>3</sub> doses on the quality traits of wheat was found statistically insignificant

### **Keywords:**

- Bread wheat
- Gibberellic acid
- Quality

### **ABSTRACT:**

In this study, the effect of gibberellic acid (GA<sub>3</sub>) doses (1.0 g/da, 0.8 g/da, 0.6 g/da, and control) on the agricultural and quality characteristics of Halis bread wheat variety, widely grown in various regions of our country, was investigated. The experiment was conducted in the 2022-2023 growing season according to the randomized block trial design with four replications in Sakarya ecological conditions. The study examined agricultural characteristics such as plant height, grain yield, number of grains per spike, number of spikes per m<sup>2</sup>, grain weight per spike, thousand-grain weight, and hectoliter weight, as well as quality properties including protein content, wet gluten, gluten index, moisture, zeleny sedimentation, alveograph energy value, alveograph P/L ratio, farinograph water absorption, farinograph development time, farinograph stability value, and farinograph softening value. Variance analysis revealed statistically significant effects of GA<sub>3</sub> applications on grain yield, number of grains per spike, number of spikes per m<sup>2</sup>, grain weight per spike, and hectoliter weight. Correlation analysis revealed statistically significant positive relationships among traits. According to Principal component analysis, the first four principal components explained 73.81% of the variation. As a results, it was determined that the application of 1.0 g/da GA<sub>3</sub> significantly increases wheat yield but has no effect on quality.

<sup>1</sup>Mehmet Zahit YEKEN ([Orcid ID: 0000-0003-0490-371X](https://orcid.org/0000-0003-0490-371X)), Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarla Bitkileri Bölümü, Bolu, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Mehmet Zahit YEKEN, e-mail: yekenzahit@gmail.com

## GİRİŞ

Buğday, insan beslenmesinde kullanılan kültür bitkileri arasında dünyada en fazla ekimi yapılan önemli bir serin iklim tahılıdır. Buğday bitkisinin geniş adaptasyon yeteneğine sahip olması, besleme değerinin uygunluğu, saklama ve işlenmesindeki kolaylıklar nedeniyle birçok ülkenin temel besini konumundadır. Buğday, insan ve hayvan beslenmesinin yanı sıra sanayide de yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Gıda fiyatlarının hareketliliğinde de önemli bir etkiye sahiptir. Nitekim, bu durumun önemi son yıllarda gerçekleşen Rusya-Ukrayna savaşında ortaya çıkmıştır. FAOSTAT (2023) verilerine göre buğday bitkisinin dünyadaki yıllık üretimi 770 milyon ton civarındadır. Bugün ülkemizde yaklaşık olarak 6.6 milyon ha alanda buğday tarımı yapılarak ortalama 20 milyon ton üretim sağlanmaktadır (TÜİK, 2023). Bunun yaklaşık 16 milyon tonunu ekmeklik buğday (*Triticum aestivum* L.) oluşturmaktadır.

Dünyada buğday bitkisinin verimini ve kalitesini etkileyen birçok biyotik ve abiyotik etken bulunmaktadır (Mutlu ve ark., 2017; Nadeem ve ark., 2021; Tekin ve ark., 2022). Bu kapsamda dünyada olduğu gibi ülkemizde de buğdayda verimliliği ve kaliteyi artırmak için çeşitli ıslah çalışmaları yürütülmekte ve kültürel önlemler alınmaktadır. Yüksek verim amacıyla geliştirilen çeşitlerde kalite özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla yapılan çalışmalar son yıllarda artan iklim değişikliklerinin etkisiyle daha da önem kazanmıştır (Altınbaş ve ark., 2004; Egesel ve ark., 2009). Özellikle dünya nüfusunun artmasıyla birlikte dengeli ve yeterli beslenmenin sağlanabilmesi için modern tarımın taleplerine cevap verebilecek yüksek verimli ve kaliteli çeşitlerin geliştirilmesi gerekmektedir. Bu kapsamda buğday bitkisinin verimi ve kalitesi ile ilgili ülkemizde birçok çalışma yürütülmüştür (Egesel ve ark., 2009, Aydoğan ve ark., 2010; Akçura ve ark., 2011; Aydoğan ve ark., 2012; Kahraman ve ark., 2021; Güngör ve ark., 2022; Gülhan ve ark., 2023; Gökdere ve ark., 2023; Tekin, 2023). Yürütülen ıslah çalışmalarına ek olarak çeşitli bitki büyüme düzenleyicilerin de tarımsal alanlarda kullanılması bitkilerin veriminin artırılmasında önemli katkılar sağlamaktadır. Bitki büyüme düzenleyiciler arasında yer alan giberellik asit ticari üretimde oldukça yaygın olarak kullanılan önemli bir fitohormondur. Giberellik asitin fizyolojik etkileri arasında çimlenmeyi teşvik etmek, çiçeklenmeyi başlatma, dormansiye kırmak, gövde uzamasını teşvik etmek gibi etkileri bulunmaktadır (Budak, 1994). Ghodrat ve Roust (2012) giberellik asit ile muamele edilen mısır tohumlarının tuzlu ortamlardaki çimlenme ve büyüme özelliklerini incelemiştir. Bazı GA<sub>3</sub> uygulamalarının, tuzluluğun yaş ve kuru ağırlık ile kök ve sürgün uzunluğu üzerindeki olumsuz etkilerini azalttığı gözlemlenmiştir. Pavlista ve ark. (2014) iki farklı buğday çeşidi (Goodstreak ve Wesley) üzerinde yaptıkları çalışmada, kışlık ekimlerde çimlenmenin gecikme sorununu çözmek için buğday tohumlarına farklı konsantrasyonlarda giberellik asit uygulamıştır. Koç (2021) üç farklı ekmeklik buğday çeşidine tarla koşullarında indol asetik asit (IAA), benzil amino purin (BAP) ve GA<sub>3</sub> ile dört farklı doz uygulamış, buğdayların verim ve kalite özelliklerini incelemiştir. Çalışma sonucunda tarla koşullarında en yüksek tane veriminin IAA ve BAP uygulamalarından elde edildiği bildirilmiştir.

Bu çalışmada, farklı giberellik asit dozlarının Sakarya ekolojik koşullarında yetiştirilen Halis ekmeklik buğday çeşidinin verim ve kalite özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır.

## MATERYAL VE METOT

Bu çalışmada Türkiye'nin farklı bölgelerinde yaygın yetiştiriciliği yapılan Halis ekmeklik buğday çeşidi (*Triticum aestivum* L.) genetik materyal olarak kullanılmıştır. Deneme, 2022-2023 yetiştirme sezonunda Sakarya ekolojik koşullarında tesadüf blokları deneme desenine göre dört tekerrürlü olarak yürütülmüştür. Denemede her blokta dört farklı parsel (1.0 GA<sub>3</sub> g/da, 0.8 GA<sub>3</sub> g/da, 0.6 GA<sub>3</sub> g/da ve kontrol) yer almaktadır. Her bir parsel 6 m uzunluğunda 8 sıralı, sıra arası mesafe 20 cm ve blok arası

mesafe 2 m olacak şekilde ayarlanmıştır. Ekimler m<sup>2</sup>'ye 500 tohum gelecek şekilde deneme mibzeri ile gerçekleştirilmiştir. Deneme alanı toprak yapısının killi-tınlı, hafif alkali, tuzsuz (%0.022), orta kireçli (%11.6) ve organik maddece orta düzeyde (%2.46), alınabilir fosfor yönünden fakir (4.50 ppm) ve potasyum yönünden zengin (337.0 ppm) olduğu tespit edilmiştir. Ekimle birlikte taban gübre olarak 20 kg/da kompoze gübre (20-20-0), GA<sub>3</sub> uygulamasından önce ise üst gübre olarak 25 kg/da amonyum sülfat (%21) uygulanmıştır. GA<sub>3</sub> dozlarına ait uygulamalar açık, serin ve rüzgârsız hava koşullarında sırt pülverizatörü kullanılarak aynı gün tüm parsellerde bitkilerin sapa kalkma döneminde yapılmıştır. İlk uygulama kontrol parsellerinde tüm bitkiler ıslanacak şekilde sadece su ile yapılmış ve parsel başına bir litre suya ihtiyaç olduğu tespit edilmiştir. Denemede kontrol parselleri dışındaki her parsel için bir litre suda çözdürülen GA<sub>3</sub> dozları (1.0 GA<sub>3</sub> g/da, 0.8 GA<sub>3</sub> g/da ve 0.6 GA<sub>3</sub> g/da) uygulanmıştır. Parsellere GA<sub>3</sub> doz uygulamalarının yapıldığı gün elde edilen iklim verileri; günlük maksimum sıcaklık 10.30°C, günlük minimum sıcaklık 8.20°C, günlük ortalama nispi nem %94, günlük ortalama sıcaklık 9 °C ve günlük toplam yağış 4.80 mm=kg÷m<sup>2</sup> olarak bildirilmiştir (MGM, 2023). Hasat olgunluğuna gelen parseller, başlardan 0.5 m yanlardan ise birer sıra kenar tesiri bırakılarak parsel biçerdöveri yardımıyla hasat edilmiştir.

Denemede, bitki boyu (cm), tane verimi (kg/da), başakta tane sayısı (adet/başak), m<sup>2</sup>'de başak sayısı (adet), başakta tane ağırlığı (g), bin tane ağırlığı (g) ve hektolitre ağırlığı (kg/hL) gibi tarımsal özellikler incelenmiştir. Ayrıca, protein oranı (%), yaş gluten (%), gluten indeksi (%), rutubet (%), zeleny sedimantasyon (ml), alveograf enerji değeri (10<sup>-4</sup> joule), alveograf P/L oranı, farinograf su absorpsiyonu (%), farinograf gelişme süresi (dak), farinograf stabilite değeri (dak), farinograf yumuşama der. fu.10. (dak) ve farinograf yumuşama der. fu. 12. (dak) değerleri gibi kalite özellikleri belirlenmiştir.

Elde edilen sonuçlar JMP istatistik programında varyans analizine tabi tutulmuş ve ortalamalar arasındaki farklılıklar ise TUKEY çoklu karşılaştırma yöntemine göre test edilmiştir. Ayrıca, özellikler arasındaki ilişkilerin daha ayrıntılı incelenmesi için korelasyon (Pearson Correlation) ve temel bileşenler analizi (Principal Component Analysis) yapılmıştır. Korelasyon analizi 'corrplot' paketi kullanılarak R programında Wei ve Simko (2021)'a göre, temel bileşenler analizi ise JMP istatistik programında gerçekleştirilmiştir.

## BULGULAR VE TARTIŞMA

Bitki boyu, tane verimi, başakta tane sayısı, m<sup>2</sup> 'de başak sayısı, başakta tane ağırlığı, bin tane ağırlığı ve hektolitre ağırlıklarından elde edilen değerler arasında yapılan varyans analizi sonuçları ve oluşan TUKEY grupları Çizelge 1'de verilmiştir. Çizelge 1 incelendiğinde görüleceği gibi uygulanan giberellik asit dozlarının bitki boyu (F=2.74<sup>ns</sup>) ve bin tane ağırlığı (F=0.17<sup>ns</sup>) üzerine istatistiki olarak önemli bir etkisinin olmadığı görülmüştür. Diğer taraftan tane verimi, bitkide tane sayısı, m<sup>2</sup>'de başak sayısı, başakta tane ağırlığı ve hektolitre ağırlığı üzerine çok önemli düzeyde etki ettiği görülmüştür. GA<sub>3</sub>'in 1 g/da, 0.8 g/da ve 0.6 g/da dozlarından ortalama olarak elde edilen bitki boyları sırasıyla 111.88 cm, 109.08 cm ve 110.43 cm olarak ölçülmüştür. GA<sub>3</sub> uygulanmayan kontrol parsellerindeki buğdaylarda ise ortalama bitki boyu 110.15 cm olarak gerçekleşmiştir. GA<sub>3</sub>'in tane verimine etkisinde 1 g/da, 0.8 g/da ve 0.6 g/da dozlarından sırasıyla 805.83 kg/da, 666.10 kg/da ve 678.38 kg/da tane verimi alınırken, GA<sub>3</sub> uygulanmayan kontrol parsellerinden ise ortalama 659.08 kg/da tane verimi alınmıştır. GA<sub>3</sub> uygulamalarının başakta tane sayısına etkisinde 1 g/da, 0.8 g/da ve 0.6 g/da doz uygulanan parsellerde sırasıyla 47.33, 39.40 ve 37.43 adet başakta tane sayılmıştır. Uygulama yapılmayan kontrol parsellerinden ise ortalama başakta 36.38 adet tane sayılmıştır. m<sup>2</sup> 'de başak sayısı 1 g/da, 0.8 g/da ve 0.6 g/da GA<sub>3</sub> uygulanan parsellerde sırasıyla 482.75, 446.75 ve 462.75 adet olmuştur. Uygulama yapılmayan kontrol parsellerinden ise ortalama m<sup>2</sup> 'de başak sayısı ise 472.75 adet olmuştur. GA<sub>3</sub>

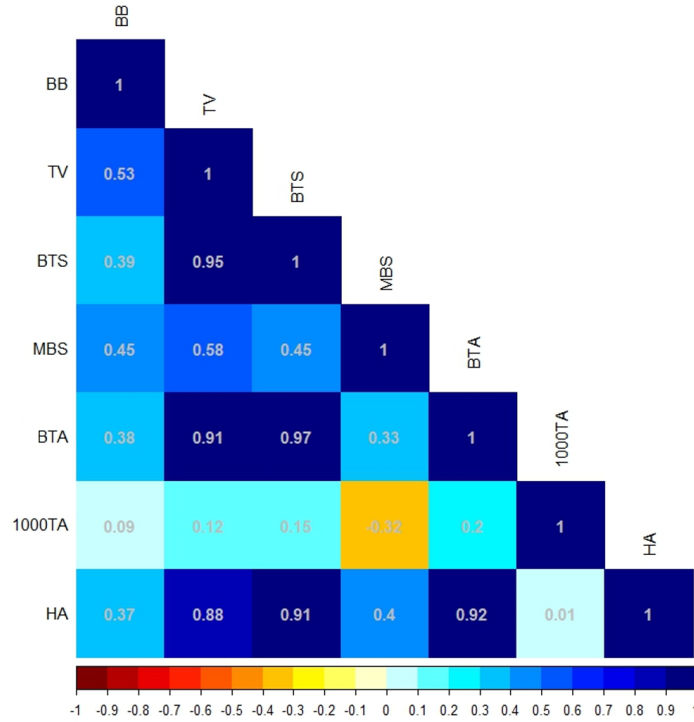
uygulamalarının başakta tane ağırlığına etkisinde 1 g/da, 0.8 g/da ve 0.6 g/da uygulanan parsellerde sırasıyla 1.74 g, 1.55 g ve 1.47 g olarak ölçülmüştür. Kontrol parsellerinde ise ortalama başakta tane ağırlığı 1.42 g olarak ölçülmüştür. Bin tane ağırlığı üzerine 1 g/da, 0.8 g/da ve 0.6 g/da GA<sub>3</sub> uygulamalarının istatistiki olarak önemli olmadığı belirlenmiştir. 1 g/da, 0.8 g/da, 0.6 g/da uygulamalarından ve kontrol parsellerinden elde edilen ortalama sonuçlar sırasıyla 37.75 g, 37.95 g, 37.50 g ve 37.33 g olarak tartılmıştır. Uygulamaların hektolitre ağırlığına etkisinde 1 g/da, 0.8 g/da ve 0.6 g/da GA<sub>3</sub> uygulanan parsellerden elde edilen sonuçlar sırasıyla 73.10 kg/hL, 71.60 kg/hL ve 71.18/hL olarak belirlenmiştir. GA<sub>3</sub> uygulanmayan kontrol parsellerinden ise ortalama hektolitre ağırlığı 70.85 kg/hL olarak ölçülmüştür. Çizelge 1’de de görüldüğü gibi bitki boyu ve 1000 tane ağırlığı hariç incelenen karakterler yönünden uygulamalar arasında önemli farklılıklar tespit edilmiştir. GA<sub>3</sub> 1 g/da uygulaması sonucunda istatistiksel olarak farklılık gösteren karakterler GA<sub>3</sub> 0.8 g/da, GA<sub>3</sub> 0.6 g/da ve kontrol uygulamalarından pozitif yönde ayrılarak farklı TUKEY grubunda yer almıştır. Yapılan değerlendirmeler doğrultusunda denemeye alınan GA<sub>3</sub> 1 g/da dozunun buğdayda verimliliği önemli derecede artırdığı görülmektedir. Düzce ekolojik koşullarında Güngör ve ark. (2022)’nin yürüttüğü çalışmada başakta tane sayısının 44.8-57.8, başakta tane ağırlığının 1.68-2.50 g, bin tane ağırlığının 40.8-51.2 g ve tane veriminin 4611-7875 kg/ha arasında değişim gösterdiğini belirtilmiştir. Konya koşullarında 16 ekmeklik buğday çeşidinin dane veriminin 442.23-742.84 kg/da arasında değiştiği bildirilmiştir (Aydoğan ve ark., 2010). Diğer bir çalışmada Koç (2021), ekmeklik buğdaylara uyguladığı BAP, IAA ve GA<sub>3</sub>’den sırasıyla 775.31, 767.28 ve 736.41 kg/da verim elde etmiştir. En düşük verimi ise uygulama yapılmayan parsellerde gerçekleştirmiştir. Dolayısıyla, benzer sonuçların bu çalışmada da elde edildiği ve bulguların literatür değerleri ile uyumlu olduğu görülmektedir.

**Çizelge 1.** Çalışmada incelenen tarımsal özelliklerin varyans analiz sonuçları ve TUKEY testine göre ortalamaların gruplandırması

| Uygulamalar              | BB                 | TV                   | BTS                  | MBS                  | BTA                  | 1000TA             | HA                  |
|--------------------------|--------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|--------------------|---------------------|
| GA <sub>3</sub> 1 g/da   | 111.88             | 805.83 <sup>a</sup>  | 47.33 <sup>a</sup>   | 482.75 <sup>a</sup>  | 1.74 <sup>a</sup>    | 37.75              | 73.10 <sup>a</sup>  |
| GA <sub>3</sub> 0.8 g/da | 109.08             | 666.10 <sup>b</sup>  | 39.40 <sup>b</sup>   | 446.75 <sup>c</sup>  | 1.55 <sup>b</sup>    | 37.95              | 71.60 <sup>b</sup>  |
| GA <sub>3</sub> 0.6 g/da | 110.43             | 678.38 <sup>b</sup>  | 37.43 <sup>bc</sup>  | 462.75 <sup>bc</sup> | 1.47 <sup>c</sup>    | 37.50              | 71.18 <sup>b</sup>  |
| Kontrol                  | 110.15             | 659.08 <sup>b</sup>  | 36.38 <sup>c</sup>   | 472.75 <sup>ab</sup> | 1.42 <sup>c</sup>    | 37.33              | 70.85 <sup>b</sup>  |
| Ortalama                 | 110.39             | 702.35               | 40.14                | 466.25               | 1.55                 | 37.63              | 71.68               |
| F değeri                 | 2.74 <sup>ns</sup> | 164.31 <sup>**</sup> | 112.25 <sup>**</sup> | 15.33 <sup>**</sup>  | 142.56 <sup>**</sup> | 0.17 <sup>ns</sup> | 27.80 <sup>**</sup> |

BB: Bitki boyu (cm), TV: Tane verimi (kg/da), BTS: Başakta tane sayısı (ad/başak), MBS: m<sup>2</sup>'de başak sayısı (adet), BTA: Başakta tane ağırlığı (g), 1000TA: Bin tane ağırlığı (g), HA: Hektolitre ağırlığı (kg/hL)

Çalışmada elde edilen tarımsal verilerin ortalamaları ile yapılan korelasyon analizinde tane veriminin, bitki boyu ( $r=0.53^*$ ), başakta tane sayısı ( $r=0.95^{**}$ ), m<sup>2</sup>'de başak sayısı ( $r=0.58^*$ ), başakta tane ağırlığı ( $r=0.91^{**}$ ) ve hektolitre ağırlığı ( $r=0.88^{**}$ ) ile istatistiki olarak önemli pozitif ilişkilere sahip olduğu tespit edilmiştir (Şekil 1). Ancak, tane verimi ile 1000 tane ağırlığı arasında önemli bir ilişki bulunmamıştır. Benzer şekilde daha önce Trakya ve Güneydoğu Anadolu bölgelerinde yürütülen çalışmalarda da tane verimi ile 1000 tane ağırlığı arasında anlamlı bir ilişkinin bulunmadığını ifade edilmiştir (Gökdere ve ark., 2023; Tekin, 2023).



Şekil 1. Çalışılan tarımsal özellikler arasındaki ilişkileri gösteren korelogram

Araştırmada incelenen kalite özelliklerinden elde edilen değerler kullanılarak varyans analizi yapılmış ve sonuçlar Çizelge 2’de verilmiştir. Giberellik asit dozlarının incelenen kalite özellikleri üzerine istatistiki düzeyde önemli etki etmediği belirlenmiştir. Özelliklerin değişim aralığına bakılacak olursa protein oranının %10.23 ile %10.84, yaş glutenin %23.48 ile %25.30, gluten indeksinin %94.50 ile %97.25, rutubetin %11.73 ile %11.80, zeleny sedimantasyonun 42.25 mL ile 44.75 mL, alveograf enerji değerinin  $250.50 \cdot 10^{-4}$  joule ile  $264.25 \cdot 10^{-4}$  joule, alveograf P/L oranının 1.09 ile 1.22, farinograf su absorpsiyonunun %55.85 ile %56.15, farinograf gelişme süresinin 1.85 dak ile 2.08 dak, farinograf stabilite değerinin 3.85 dak ile 6.45 dak, farinograf 10. dakika yumuşama değerinin 51.75 ile 61.75, ve farinograf 12. dakika yumuşama değerinin 63.50 ile 72.75 arasında değiştiği görülmüştür.

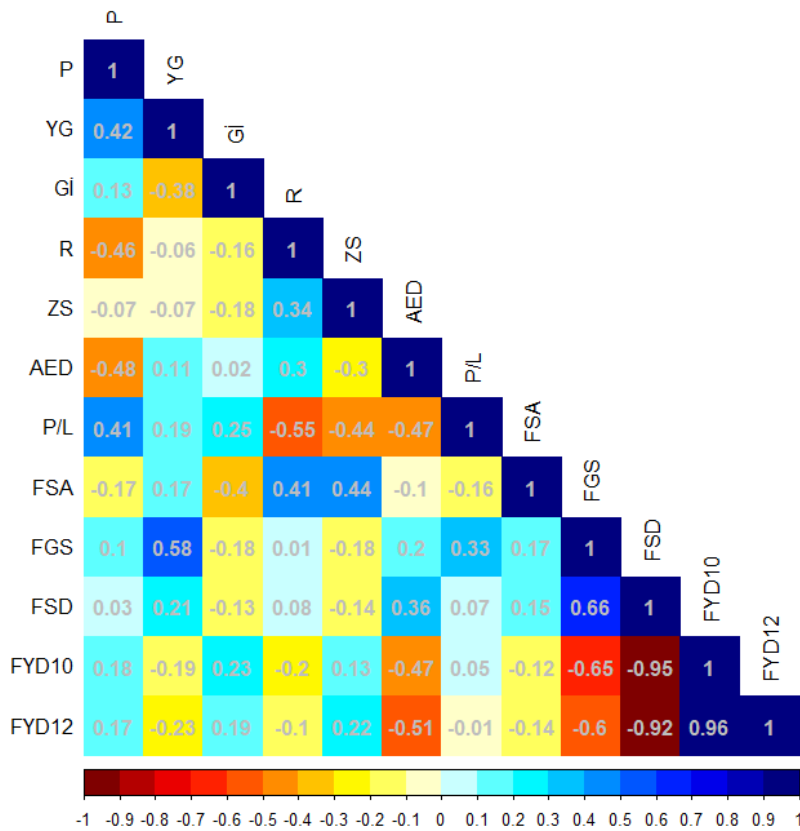
Çizelge 2. Çalışmada incelenen kalite özelliklerinin varyans analiz sonuçları

| Uygulamalar              | P                  | YG                 | Gİ                 | R                  | ZS                 | AED                | P/L                | FSA                | FGS                | FSD                | FYD10              | FYD12              |
|--------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| GA <sub>3</sub> 1 g/da   | 10.59              | 25.03              | 95.25              | 11.78              | 44.75              | 256.50             | 1.09               | 55.98              | 2.03               | 5.83               | 52.75              | 63.50              |
| GA <sub>3</sub> 0.8 g/da | 10.76              | 25.30              | 94.50              | 11.80              | 42.75              | 257.50             | 1.14               | 55.93              | 2.00               | 6.45               | 51.75              | 65.75              |
| GA <sub>3</sub> 0.6 g/da | 10.84              | 25.00              | 97.25              | 11.73              | 42.25              | 264.25             | 1.22               | 55.85              | 2.08               | 6.33               | 52.50              | 63.75              |
| Kontrol                  | 10.23              | 23.48              | 96.25              | 11.78              | 43.75              | 250.50             | 1.20               | 56.15              | 1.85               | 3.85               | 61.75              | 72.75              |
| Ortalama                 | 10.61              | 24.70              | 95.81              | 11.77              | 43.38              | 257.19             | 1.16               | 55.98              | 1.99               | 5.62               | 54.69              | 66.44              |
| F değeri                 | 0.50 <sup>ns</sup> | 0.90 <sup>ns</sup> | 1.13 <sup>ns</sup> | 0.31 <sup>ns</sup> | 0.71 <sup>ns</sup> | 0.54 <sup>ns</sup> | 0.51 <sup>ns</sup> | 1.58 <sup>ns</sup> | 0.66 <sup>ns</sup> | 0.90 <sup>ns</sup> | 1.10 <sup>ns</sup> | 0.66 <sup>ns</sup> |

P: Protein oranı (%), YG: Yaş Gluten (%), Gİ: Gluten İndeks (%), R: Rutubet (%), ZS: Zeleny Sedimantasyon (mL), AED: Alveograf Enerji değeri ( $10^{-4}$  joule), P/L: Alveograf P/L Oranı, FSA: Farinograf Su absorpsiyonu (%), FGS: Farinograf Gelişme süresi (dak), FSD: Farinograf Stabilite değeri (dak), FYD10: Farinograf Yumuşama Der. FU.10. (dak), FYD12: Farinograf Yumuşama der. FU. 12. (dak)

Kalite özellikleri kullanılarak gerçekleştirilen korelasyon analizi sonucunda yaş gluten ile farinograf gelişme süresi arasında ( $r=0.578^*$ ), farinograf stabilite değeri ile farinograf gelişme süresi arasında ( $r=0.656^{**}$ ) ve farinograf 10. dakika yumuşama değeri ile farinograf 12. dakika yumuşama değeri arasında ( $r=0.963^{**}$ ) pozitif yönde önemli ilişkiler tespit edilmiştir. Diğer taraftan, alveograf P/L oranı ile rutubet arasında ( $r=-0.552^*$ ), farinograf 12. dakika yumuşama değeri ile alveograf enerji değeri arasında ( $r=-0.509^*$ ) negatif yönde önemli farklılıklar belirlenmiştir. Gökdere ve ark. (2023) kullandıkları genotiplerin ortalama protein oranını %13.9, sedimantasyon değerini 54.7 mL, alveograf

enerji değerini  $252.4 \cdot 10^{-4}$  joule, yaş gluten oranını %26.7 ve gluten indeksini de %90.8 olarak bildirmiştir. Gluten indeksinin değirmencilik bakımından önemli olduğu ve unun kuvvetinin bir ölçüsü olduğu, ekmeklik buğdaylarda istenilen P/L oranının 1'e yakın olması, hamurun direnç ve elastikiyetinin dengeli olduğunu ve bu durumun hamurun kalitesinin iyi olduğunu göstermektedir (Aydoğan ve ark., 2012). Hamurun viskozitesi, elastikiyeti, uzayabilme kabiliyeti gibi reolojik parametreler için yapılan alveograf analizleri bu kapsamda oldukça önemli olduğu söylenebilir. Yürütülen diğer çalışmalarda da ortalama sedimantasyon değerinin 52.7 mL (Gülhan ve ark., 2023) ve 47.6 mL (Kahraman ve ark., 2021) olduğu ifade edilmiştir. Farinograf testi, unun su emme kapasitesini ve hamurun yoğurulması sırasındaki reolojik özelliklerini (su absorpsiyonu, gelişme süresi, stabilite, yumuşama derecesini 10-12 dak.) belirlemektedir. Elgün ve ark. (2001) gelişme süresinin uzunluğunun, yoğurma süresinin uzunluğuna, öz miktar ve kalitesinin yüksek olduğunu belirtmiştir. Stabilite süresi kısa ise, hamurun işleme yeteneğinin o kadar azaldığı ve fermantasyon süresinin kısaldığı bildirilmiştir (Göçmen, 1991). Van yöresinde yapılan bir çalışmada, 10 farklı buğday çeşidinde farinograf gelişme süresinin 1.8 ile 4 dakika arasında değiştiği tespit edilmiştir (Doğan ve Uğur, 2005). Ekmeklik buğdaylarda ortalama enerji değerinin  $204.45 \cdot 10^{-4}$  joule, P/L oranının 0.52, su absorpsiyonunun %59.85, gelişme süresinin 3.04 dak, farinograf 10. dakika yumuşama değerinin 107.02 ve farinograf 12. dakika yumuşama değerinin ise 125.80 olduğunu bildirmiştir (Aydoğan ve ark., 2012). Koç (2021) tarafından gerçekleştirilen diğer bir çalışmada, farklı ekmeklik buğdaylara uygulanan GA<sub>3</sub> dozlarında gluten oranı %29-36, gluten indeksi %85-95, sedimantasyon değeri 42-62 ml ve protein oranı %12.60-15.30 arasında değiştiği tespit edilmiştir. Dolayısıyla bu çalışmadan elde edilen bulguların literatür değerleri ile uyumlu olduğu, bazı farklılıkların ise genotipik ve çevresel etkenlerden kaynaklandığı düşünülmektedir.



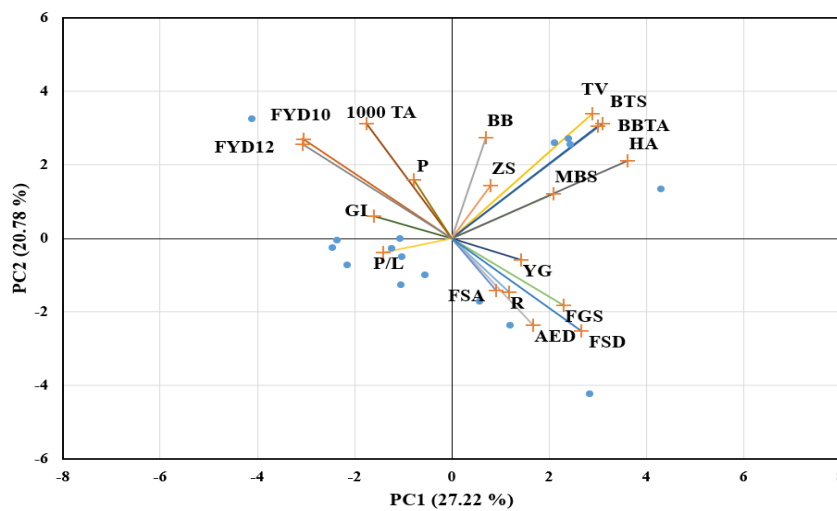
Şekil 2. Çalışmada incelenen kalite özellikleri arasındaki ilişkileri gösteren korelogram

Çalışmada incelenen tüm tarımsal ve kalite özellikleri kullanılarak gerçekleştirilen temel bileşenler analizi (TBA) sonucunda, ilk dört temel bileşen 1'in üzerinde eigen değerine sahip olmuştur (Çizelge

3). Bu bileşenler toplam varyasyonun yaklaşık %74'ünü açıklamıştır. İlk iki bileşen (TB1 ve TB2), Çizelge 3 ve Şekil 3'de de görüldüğü gibi varyansın %48.0'ini açıklamaktadır. Tane verimi, başakta tane sayısı, başakta tane ağırlığı, hektolitre ağırlığı, farinograf gelişme süresi ve farinograf stabilite değeri özellikleri temel bileşen 1 (TB1)'e yüksek derecede katkıda bulunmuşlardır. İkinci temel bileşene (TB2) yüksek katkı sağlayan özellikler ise bitki boyu, tane verimi, başakta tane sayısı, başakta tane ağırlığı, 1000 tane ağırlığı ve farinograf yumuşama (FU10, FU12) olmuştur. Üçüncü ve dördüncü temel bileşenlere en yüksek katkıyı sırasıyla alveograf P/L oranı ve farinograf su absorpsiyonu özellikleri sağlamıştır (Çizelge 3).

**Çizelge 3.** Çalışmada incelenen tüm özellikler için her bir temel bileşenin eigen vektörleri

| Özellik  | TB1    | TB2    | TB3    | TB4    |
|--|--------|--------|--------|--------|
| Bitki boyu (cm)                                  | 0.166  | 0.566  | 0.299  | -0.455 |
| Tane verimi (kg/da)                              | 0.686  | 0.702  | 0.000  | -0.035 |
| Başakta tane sayısı (ad/başak)                   | 0.736  | 0.645  | -0.054 | 0.061  |
| m <sup>2</sup> 'de başak sayısı (adet)           | 0.496  | 0.250  | -0.110 | -0.067 |
| Başakta tane ağırlığı (g)                        | 0.711  | 0.631  | -0.018 | -0.076 |
| Bin tane ağırlığı (g)                            | -0.416 | 0.645  | 0.300  | 0.112  |
| Hektolitre ağırlığı (kg/hL)                      | 0.857  | 0.437  | 0.077  | -0.028 |
| Protein oranı (%)                                | -0.185 | 0.332  | 0.617  | 0.480  |
| Yaş gluten (%)                                   | 0.339  | -0.119 | 0.363  | 0.588  |
| Gluten indeksi (%)                               | -0.381 | 0.125  | 0.222  | -0.486 |
| Rutubet (%)                                      | 0.279  | -0.300 | -0.688 | 0.038  |
| Zeleny sedimentasyon (mL)                        | 0.189  | 0.298  | -0.610 | 0.419  |
| Alveograf enerji değeri (10 <sup>-4</sup> joule) | 0.396  | -0.488 | -0.138 | -0.517 |
| Alveograf P/L oranı                              | -0.334 | -0.077 | 0.755  | 0.158  |
| Farinograf su absorpsiyonu (%)                   | 0.218  | -0.294 | -0.435 | 0.609  |
| Farinograf gelişme süresi (dak)                  | 0.545  | -0.374 | 0.502  | 0.243  |
| Farinograf stabilite değeri (dak)                | 0.633  | -0.519 | 0.376  | 0.001  |
| Farinograf yumuşama Der. FU.10. (dak)            | -0.722 | 0.558  | -0.241 | 0.101  |
| Farinograf yumuşama Der. FU. 12. (dak)           | -0.728 | 0.531  | -0.295 | 0.149  |
| Eigen değeri                                     | 5.172  | 3.948  | 2.925  | 1.979  |
| Açıklanan varyans (%)                            | 27.223 | 20.780 | 15.392 | 10.418 |
| Kümülatif varyans (%)                            | 27.223 | 48.002 | 63.395 | 73.813 |



**Şekil 3.** GA<sub>3</sub> dozları ile incelenen özellikler arasındaki ilişkileri gösteren temel bileşenler analizi

## SONUÇ

Bu çalışma sonunda, farklı dozlardaki GA<sub>3</sub> (1.0 g/da, 0.8 g/da, 0.6 g/da ve kontrol) uygulamalarının ekmeklik buğdayda bazı tarımsal özelliklere önemli derecede etki ettiği ancak kalite

üzerinde önemli etkisinin olmadığı tespit edilmiştir. Uygulanan dozlardan 1.0 g/da GA<sub>3</sub> dozunun buğday bitkisinin veriminin artırılmasında önemli katkı sağlayacağı kanaatine varılmıştır.

## TEŞEKKÜR

Değerli katkılarından dolayı kıymetli hocam Prof. Dr. Vahdettin ÇİFTÇİ'ye teşekkür ederim.

## Yazar Katkısı

M.Z.Y., denemenin yürütülmesi, verilerin düzenlenmesi, istatistiki analizler ve makale yazımına katkı sağlamıştır.

## KAYNAKLAR

- Akçura, M., Taner, S., & Kaya, Y. (2011). Evaluation of bread wheat genotypes under irrigated multi-environment conditions using GGE biplot analyses. *Žemdirbystė=Agriculture*, 98(1), 35-40.
- Altınbaş, M., Tosun, M., Yüce, S., Konak, C., Köse, E., & Can, R. A. (2004). Ekmeklik buğdayda (*T. aestivum* L.) tane verimi ve bazı kalite özellikleri üzerinde genotip lokasyon etkileri. *Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 41(1), 65-74.
- Aydoğan, S., Göçmen Akçacık, A., Şahin, M., Kaya, Y., Taner, S., Demir, B., & Önmez, H. (2010). Ekmeklik buğday çeşitlerinin dane verimi, bazı kimyasal ve reolojik özellikleri üzerine bir araştırma. *Bitkisel Araştırma Dergisi*, 1, 1-7.
- Aydoğan, S., Akçacık, A. G., Şahin, M., Kaya, Y., Koç, H., Görgülü, M. N., & Ekici, M. (2012). Ekmeklik Buğday Unlarında Alveograf, Farinograf ve Miksografta Ölçülen Reolojik Özellikler Arasındaki İlişkinin Belirlenmesi. *Süleyman Demirel Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 7(1), 74-82.
- Budak, N., Çalışkan, C. F., & Çaylak, Ö. (1994). Bitki Büyüme Regülatörleri ve Tarımsal Üretimde Kullanımı, *E.Ü Ziraat Fakültesi Dergisi*, 31, 289-296.
- Doğan, I.S., & Uğur, T. (2005). Van ve çevresinde Yetiştirilen Bazı Buğdayların Bisküvilik Kalitesi Üzerine Bir Araştırma. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarım Bilimleri Dergisi*, 15(2), 139-148. Van.
- Elgün, A., & Ertuğay, Z. (2000). Tahıl İşleme Teknolojisi. *Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları*, Erzurum.
- Egesel, C., Kahriman, F., Tayyar, Ş., & Baytekin, H. (2009). Ekmeklik buğdayda un kalite özellikleri ile dane veriminin karşılıklı etkileşimleri ve uygun çeşit seçimi. *Anadolu Tarım Bilimleri Dergisi*, 24(2), 76-83.
- FAOSTAT. (2023). Crops and livestock products. Erişim adresi: <https://www.fao.org/faostat/en/#data/QCL> (Erişim tarihi: Ağustos 01, 2023).
- Ghodrat, V. and Roust, M. J. 2012. Effect of priming with gibberellic acid (GA<sub>3</sub>) on germination and growth of corn (*Zea mays* L.) under saline conditions. *International Journal of Agriculture and Crop Sciences*, 4(13), 882-885.
- Göçmen, D. (1991). *Marmara Bölgesinde Üretilen Bazı Buğday Çeşitlerinin Ekmeklik Kalitesi Üzerine Araştırmalar*. Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi, Bursa.
- Gökdere, H. İ., Yılmaz, A. B., Tekin, M., Yeken, M. Z., & Çiftçi, V. (2023). Ekmeklik Buğday (*Triticum aestivum* L.) Genotiplerinin Dane Verimi ve Bazı Önemli Kalite Özellikleri için Trakya Bölgesinde Bulunan Farklı Çevrelerde Testlenmesi. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 13(4), 3040-3052.
- Güngör, H., Cakir, M. F., & Dumrupinar, Z. (2022). Evaluation of wheat genotypes: genotype x environment interaction and GGE Biplot analysis. *Turkish Journal of Field Crops*, 27(1), 149-157.



- Güngör, H., Cakir, M. F., & Dumlupinar, Z. (2023). Evaluation of Some Bread Wheat (*Triticum aestivum* L.) Cultivars and Lines for Yield and Yield Components under Duzce Ecological Conditions. *Manas Journal of Agriculture Veterinary and Life Sciences*, 13(2), 100-107.
- Gülhan, L., Akçura, M., & Öztürk, İ. (2023). Bazı ekmeklik buğday genotiplerinin bazı kalite özellikleri yönünden Trakya bölgesine adaptasyonunun incelenmesi. *Türk Tarım ve Doğa Bilimleri Dergisi*, 10(3), 622-630.
- Kahraman, T., Güngör, H., Öztürk, İ., Yüce, İ., & Dumlupinar, Z. (2021). Ekmeklik buğday (*Triticum aestivum* L.) genotiplerinde genotip ve çevrenin tane verimi ve bazı kalite özellikleri üzerine etkisinin temel bileşen ve GGE Biplot analizleri ile değerlendirilmesi. *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Tarım ve Doğa Dergisi*, 24(5), 992-1002.
- Koç, S. (2021). *Farklı Dönemde Uygulanan Bitki Gelişme Düzenleyicilerinin Ekmeklik Buğdayda Verim ve Kalite Üzerine Etkisi* (Doktora Tezi). Tekirdağ Namik Kemal Üniversitesi, Tekirdağ.
- MGM. (2023). T.C. Çevre, Şehircilik ve İklim Değişikliği Bakanlığı, Meteoroloji Genel Müdürlüğü, İstasyon Adı/No: Sakarya/17069.
- Mutlu, Ç., Koca, A. S., & Zeybekoğlu, Ü. (2017). Güneydoğu Anadolu Bölgesi hububat alanlarında bulunan *Cercopis sanguinolenta* (Scopoli, 1763) (Hem.: Cercopidae)'nın yayılışı ve yoğunluğu üzerine notlar. *Uluslararası Tarım ve Yaban Hayatı Bilimleri Dergisi*, 3(2), 80-86.
- Nadeem, M. A., Yeken, M. Z., Tekin, M., Mustafa, Z., Hatipoğlu, R., Aktaş, H., ... & Baloch, F. S. (2021). Contribution of Landraces in Wheat Breeding. *Wheat Landraces*, pp. 215-258.
- Pavlista, A. D., Baltensperger, D. D., Santra, D. K., Hergert, G. W., & Knox, S. (2014). Gibberellic acid promotes early growth of winter wheat and rye. *American Journal of Plant Sciences*, 5, 2984-2996
- Tekin, M., Emiralioğlu, O., Yeken, M. Z., Nadeem, M. A., Çiftçi, V., & Baloch, F. S. (2022). Wild relatives and their contributions to wheat breeding. *Ancient Wheats*, pp. 197-233.
- Tekin, M. (2023). İleri Kademe Makarnalık Buğday (*Triticum durum* L.) Hatlarının Güneydoğu Anadolu Koşullarında Bazı Tarımsal ve Kalite Özellikleri Bakımından Performanslarının Belirlenmesi. *Türk Tarım ve Doğa Bilimleri Dergisi*, 10(4), 1064-1078.
- TÜİK. (2023). Bitkisel Üretim İstatistikleri. Erişim adresi: <https://biruni.tuik.gov.tr/medas/?kn=92&locale=tr> (Erişim tarihi: Ağustos 01, 2023).
- Wei, T. and Simko, V. (2021). R package 'corrplot': Visualization of a Correlation Matrix. (Version 0.92). Access adress: <https://github.com/taiyun/corrplot> (Accessed data: August 20, 2023).

**Research Article**

**Received: 17.04.2024**

**Accepted: 10.06.2024**

**Atf İçin:** Karageçili, M. R. ve Karadaş, F. (2024). Determination of Gossypol Levels of Cottonseed Meal Produced in the Southeastern Anatolia Region. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(3), 1375-1387.

**To Cite:** Karageçili, M. R., & Karadaş, F. (2024). Determination of Gossypol Levels of Cottonseed Meal Produced in the Southeastern Anatolia Region. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(3), 1375-1387.

**Determination of Gossypol Levels of Cottonseed Meal Produced in the Southeastern Anatolia Region**

Mehmet Reşit KARAGEÇİLİ<sup>1\*</sup>, Filiz KARADAŞ<sup>1</sup>

**Highlights:**

- Feed analysis
- Cotton seed
- Animal feed

**Keywords:**

- Cotton seed meal
- Free gossypol
- Total gossypol
- Feed

**ABSTRACT:**

The levels of free and total gossypol and the raw nutrient content (crude protein, crude oil, dry matter, crude ash, neutral detergent fiber, and acid detergent fiber) in cottonseed meals that are produced in Southeastern Anatolia were determined in the present study. Gossypol and raw nutrient content analyses were carried out by using the cottonseed meal samples obtained from 12 different cottonseed oil factories located in Diyarbakır, Şanlıurfa, Adıyaman, Batman, Mardin, and Gaziantep. As a result of the present study, free gossypol levels in the cottonseed meal samples were 1937, 1878, 1916, 1845, 1442, and 1528 mg/kg, respectively. The free gossypol contents in the cottonseed meal samples obtained from Diyarbakır, Şanlıurfa, Adıyaman, and Batman provinces were statistically significantly higher when compared to samples obtained from Mardin and Gaziantep ( $p < 0.05$ ). The crude protein and oil levels of the cottonseed meal samples were analyzed in this study. The results showed that the samples had an average protein content of 26% to 32% and an average crude oil content of 4% to 7%. There was no significant difference among the provinces ( $p > 0.05$ ), except for Gaziantep, where the samples had significantly lower oil and significantly higher protein content ( $p < 0.001$ ). The analysis also showed that the dry matter content of all samples varied from 88% to 91%, while the crude ash values averaged between 4% and 7%, which are within the standard range.

<sup>1</sup>Mehmet Reşit KARAGEÇİLİ ([Orcid ID: 0000-0001-8433-0397](https://orcid.org/0000-0001-8433-0397)), Filiz KARADAŞ ([Orcid ID: 0000-0002-8187-349X](https://orcid.org/0000-0002-8187-349X)), Department of Animal Science, Faculty of Agriculture, Van Yuzuncu Yil University, Van, Türkiye

**\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author:** Mehmet Reşit KARAGEÇİLİ, e-mail: resitkaragecili@yyu.edu.tr

## INTRODUCTION

Cotton industry by-products (such as cottonseed and cottonseed meal) can be used as alternative feed ingredients in animal feed due to their chemical composition and lower price (Canikli et al., 2023). Cottonseed meal (CSM) is a protein and lipid-rich byproduct of the cottonseed oil industry (Wang et al., 2023), but it contains the sesquiterpenoid gossypol, which has anti-nutritional effects (Aslam et al. 2024). Gossypol is a yellow pigment that has toxic effects on animals, especially at high doses (Gadelha et al., 2014) to many farm animals, especially non-ruminants, because it can be absorbed in the small intestines. Gossypol is present in all parts of the cotton plant, but it is more concentrated in the seeds (Ricci et al., 2015). The seeds have 0.4-1.5% free gossypol, which is the most harmful form, and 2-4% bound gossypol (Pons & Eaves, 1967). In some cases, the gossypol content of cottonseed can reach up to 10% (100 g/kg). Therefore, the use of CSM in animal feed is limited by its gossypol content. However, gossypol can bind to amino acids, mainly lysine, through the  $\epsilon$ -amino group and form non-toxic bound gossypol. Bound gossypol is not directly measured, but it is calculated by subtracting free gossypol from total gossypol. Free gossypol is the biologically active and harmful form of gossypol (Hron et al., 1990; Stipanovic et al., 2006; Tegtmeier et al., 2021).

Gossypol is a toxic substance that affects all farm animals in similar ways, but the most noticeable symptoms are breathing problems and reduced appetite. The acute effects of gossypol toxicity include an increase in erythrocyte fragility of heart, lung, liver, and blood cells. Free gossypol was claimed to cause anaemia since it reduces the absorption of iron because it chelates by binding to iron in the small intestine and liver (Braham et al., 1967; Cope, 2018). Post-mortem findings include general edema and obstruction in the lungs and liver, fluid-filled chest and peritoneal cavities, and degeneration in heart muscle fibers. Animals that are given gossypol-containing feeds experience negative effects such as growth retardation due to reduced appetite, reproductive problems, and intestinal and other internal organ abnormalities (Berardi & Goldblatt, 1980; Francis et al., 2001; Robinson et al., 2001; Lv et al., 2024; Wageshwaran et al., 2024). Gossypol toxicity negatively affects reproductive functions in male animals, particularly by reducing sperm mortality, and it also inhibits spermatogenesis, suppresses sperm count, causes toxicity to Sertoli cells, and potentially affects Leydig cells. Moreover, there also are studies reporting that it deteriorates estrous cycles, pregnancy, and early embryo development in monogastric species (Abou-Donia, 1976; Berardi and Goldblatt, 1980; Randel et al., 1992; Dodou, 2005).

Due to its adverse effects, gossypol has been classified as an unwanted substance for animal feeds by the European Union Regulation 574/2011 (European Commission, 2011). Considering the 88% dry matter content, the maximum permissible levels of free gossypol in various feed materials are as follows: 5000 mg/kg for cottonseed, 1200 mg/kg for cottonseed meal, and 20 mg/kg for other feed materials. Specifically, the limit for free gossypol is 500 mg/kg for cattle fattening feeds (excluding calves), 300 mg/kg in sheep and goat feeds (excluding lambs and kids), 100 mg/kg in poultry feeds (excluding laying hens), and 60 mg/kg for pigs (excluding piglets), rabbits, lambs, and kids. The lethal dose (LD50) of gossypol varies across species: 2400-3340 mg/kg in rats, 500-950 mg/kg in mice, 350-600 mg/kg in rabbits, and 550 mg/kg in pigs (EFSA, 2008). Following a request from the European Food Safety Authority (EFSA) for data on gossypol levels in grain or processed cottonseed, information from two member countries indicates that cottonseed byproducts contain gossypol levels ranging from 100 to 8416 mg/kg, while grain cottonseed may have more than 14000 mg/kg of bound and free gossypol (EFSA, 2008).

Accepted consensus acknowledges a data gap concerning gossypol levels (both free and bound) in materials used for animal feed within the European Union (Ricci et al., 2015). Previous studies indicate that gossypol from feeds can transfer to edible tissues, including muscles and offal, in ruminants, poultry, and fish. Rat studies reveal gossypol transfer to milk. While no scientific study directly examines gossypol transfer to eggs or cow milk, it is estimated that cow milk may contain gossypol. However, quantitative information on transfer rates remains limited (EFSA, 2008).

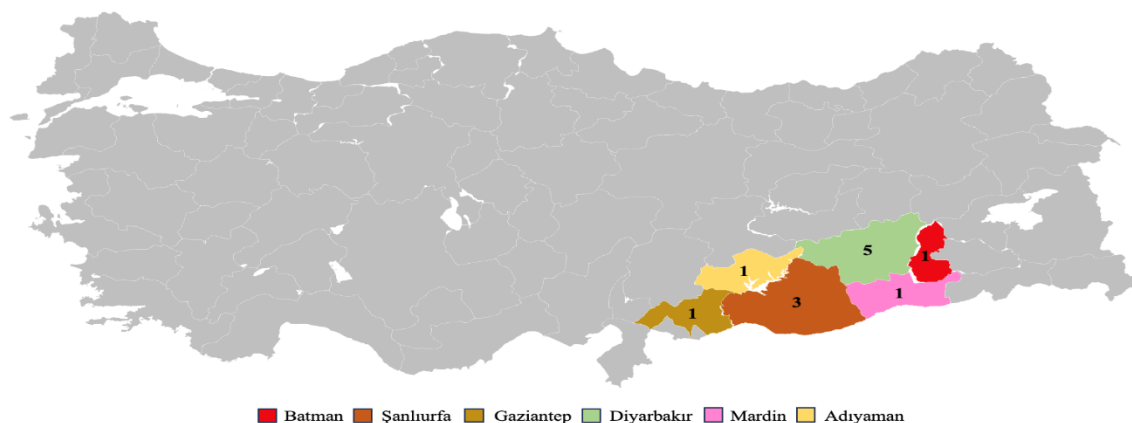
Although adult ruminants exhibit high tolerance to gossypol due to rumen microorganisms binding free gossypol to soluble proteins (Reiser & Fu, 1962; Risco et al., 1992), young ruminants (such as lambs, calves, and kids) and monogastric animals (including pigs, poultry, fish, and rodents) are more sensitive to gossypol-containing feeds (Holmberg et al., 1988; Morgan, 1989; Zhang et al., 2007; EFSA, 2008; Cope, 2018). Consequently, cottonseed or cottonseed meal is either avoided or used at specific limited concentrations in non-ruminant animal feeds (Rathore et al., 2020).

To enhance the utilization of cottonseed meal in monogastric animal diets, it is crucial to assess the free gossypol content. Ongoing research endeavors focus on minimizing free gossypol levels as extensively as possible. Utilizing a screw press (expeller) for cottonseed oil extraction or introducing iron salts to cottonseed meal effectively prevents the absorption of free gossypol by animals, thereby neutralizing its toxic effects (Tanksley, 1990). However, the process of mixing cottonseed meal with iron sulfate at a 1:1 ratio for monogastric animal feeds poses challenges due to factors like varying gossypol concentrations (Rathore et al., 2020) and differences across feed lots. Considering national policies and the imperative to reduce budget deficits while enhancing reliance on domestic protein sources in mixed feeds, it becomes essential to conduct rigorous academic assessments of the gossypol content. This study focuses on cottonseed meal samples obtained from 12 cottonseed oil factories in the Southeastern Anatolia Region, aiming to comprehensively evaluate current gossypol levels.

## MATERIALS AND METHODS

### Feed Material

In this research, we collected 1 kg of laboratory samples from cottonseed meal produced by a total of 12 factories. We followed specific sampling criteria indicated by name and number during the cottonseed production season (October-November 2018) in the provinces and factories numbers in the Southeastern Anatolia Region (Figure 1). These cottonseed meal samples were transported to the Feeds and Animal Nutrition Laboratory within the Department of Animal Science at Van Yüzüncü Yıl University. The samples underwent grinding, sieving, and were stored at -20 °C for gossypol analyses by HPLC.



**Figure 1.** The provinces and the number of factories from which cottonseed meal samples were taken in the Southeastern Anatolia Region

## Methods

### Determination of crude nutritional contents in cottonseed meal samples

The dry matter (DM), crude ash (CA), and crude protein (CP) content of cottonseed meals were determined according to AOAC (2000), ether extract (EE) content according to AOCS (2005), and acid detergent fiber (ADF) and neutral detergent fiber (NDF) content according to van Soest et al. (1991).

### Determination of gossypol in cottonseed meal samples

For total and free gossypol content determination, the cottonseed meal samples underwent extraction in the laboratory. This process involved adapting methods from AOCS (1987a), AOCS (1987b), Hron et al. (1999), and Dowd & Pelitire (2001). During the analysis, approximately 1 g of dried and ground cottonseed meal was used for gossypol extraction. These samples underwent maceration in a 50 ml solution of 70% acetone for 16 hours, followed by filtration through a 0.45-micron Whatman 40 filter paper membrane. The extract was evaporated under vacuum until dry. The residue was then re-suspended in 25 ml of a 1% acetic acid solution. For total gossypol analysis, we prepared a complexing reagent by combining 2 ml of  $\beta$ -amino-1-propanol, 10 ml of glacial acetic acid, and N,N-dimethylformamide to achieve a total volume of 100 ml. 20 milliliters from this mixture was added to every 1 gram of CSM sample. The samples were incubated at 95-100 °C for 30 minutes. After cooling to room temperature, 1 milliliter of the sample was combined with 4 milliliters of the mobile phase (85:15 v/v acetonitrile: 10 mM  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , pH adjusted to 3 using  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ). Finally, 1.5 milliliters of this mixture were transferred to a 2 ml microcentrifuge tube, centrifuged at 12 000 rpm for 2 minutes, and the supernatant was then transferred to a 1.5 ml HPLC vial for analysis using the HPLC device, with an injection volume of 20  $\mu\text{l}$ .

### High performance liquid chromatography (HPLC) conditions

The samples were analyzed by following the method introduced by Scheffler & Romano (2008) by using a Shimadzu (Japan) HPLC system, an Inertsil ODS-2 reverse-phase 5  $\mu\text{m}$  column (100 mm x 4.0 i.d), and a DAD detector set to a wavelength of 254 nm and a flow rate of 1 ml/min pump. The calibration curve was established with solutions containing 0, 5, 10, 20, 40, and 80 mg/L standard gossypol in chloroform solution containing 1% acetic acid (Figure 2).

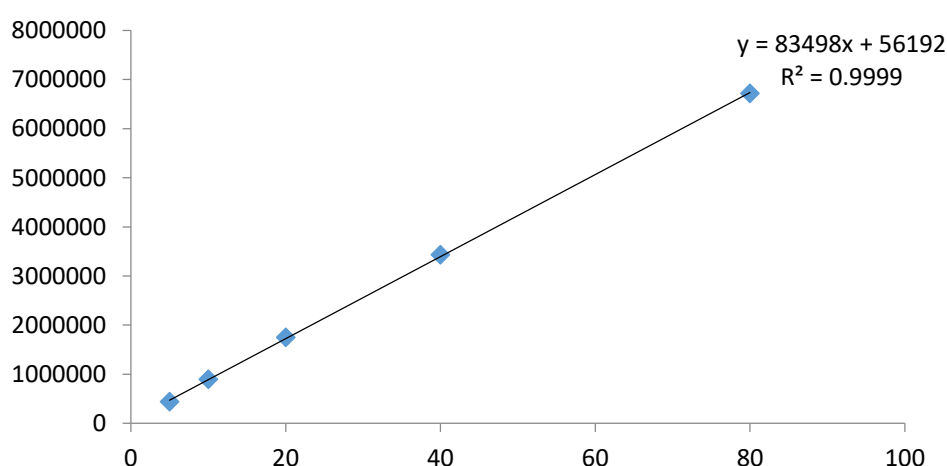


Figure 2. Calibration curve of gossypol standard

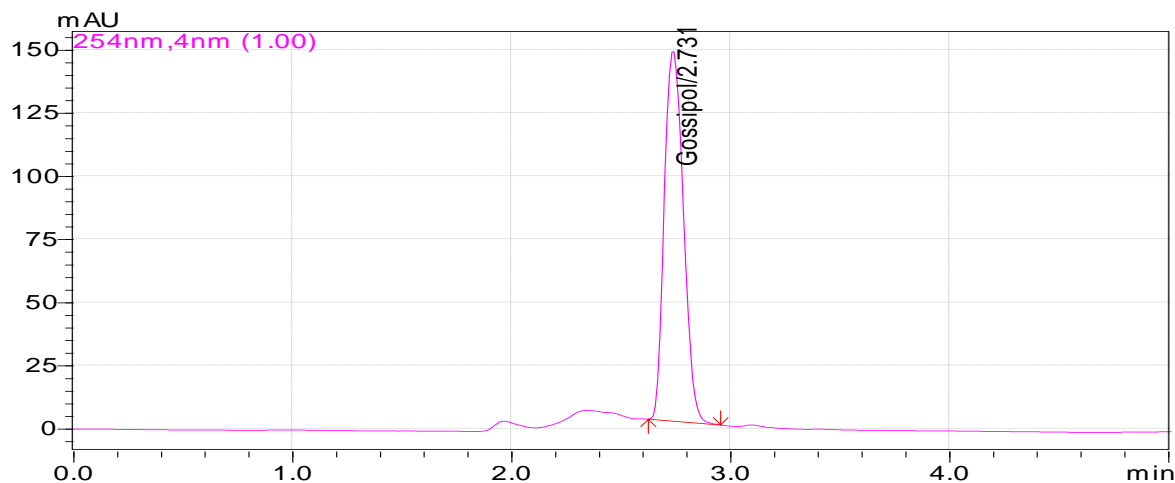


Figure 3. Chromatogram diagram of gossypol standard

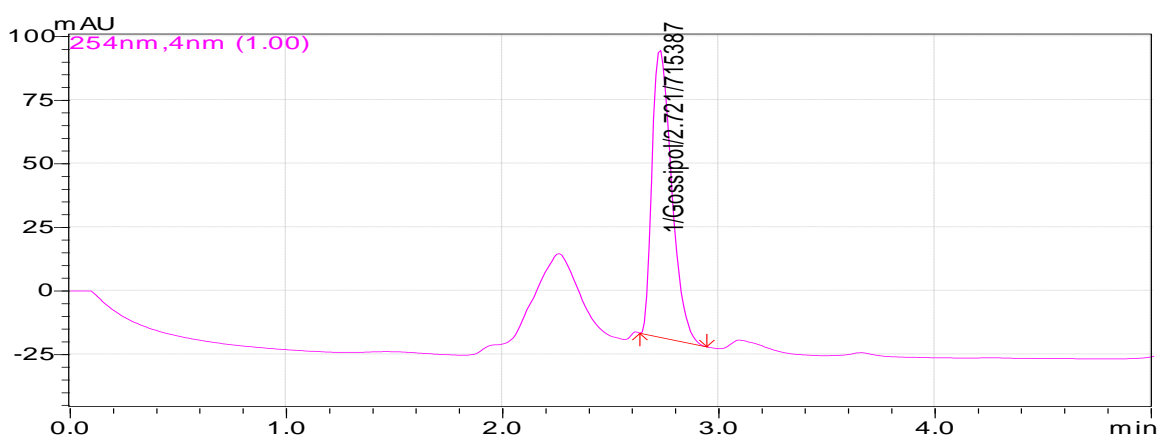


Figure 4. Gossypol chromatogram diagram of CSM sample

### Statistical Analyses

Each feed sample was subjected to extraction in six replicates. The mean values and standard error for the gossypol content of the samples were calculated by using SAS (2017) software. One-way analysis of variance (ANOVA) was used in determining the differences between mean values, whereas Duncan's multiple comparison test was conducted to identify differences between factories.

### RESULTS AND DISCUSSION

The results of free and total gossypol contents in cottonseed meal samples, obtained from the cottonseed oil factories from each city are presented in Table 1.

**Table 1.** Free and total gossypol contents of cottonseed meal by provinces

| Provinces  | Gossypol contents of cottonseed meal samples mg/kg |         |                            |                |         |                |
|------------|--|---------|----------------------------|----------------|---------|----------------|
|            | Free gossypol                                      |         |                            | Total gossypol |         |                |
|            | Minimum  | Maximum | Mean ± SE                  | Minimum        | Maximum | Mean ± SE      |
| Diyarbakır | 1368.29  | 2313.91 | 1937.38±69.75 <sup>a</sup> | 2216.47        | 5162.79 | 3217.77±138.02 |
| Şanlıurfa  | 1647.74  | 2399.11 | 1878.85±59.77 <sup>a</sup> | 2810.65        | 3891.24 | 3346.50±95.09  |
| Adıyaman   | 1730.00  | 2080.78 | 1915.77±82.92 <sup>a</sup> | 2543.86        | 3337.42 | 3078.36±184.24 |
| Batman     | 1675.79  | 1973.98 | 1845.31±66.71 <sup>a</sup> | 3257.92        | 3937.18 | 3509.81±149.03 |
| Mardin     | 1265.26  | 1609.22 | 1442.06±70.59 <sup>b</sup> | 2534.77        | 3236.36 | 2849.25±183.25 |
| Gaziantep  | 1433.39  | 1653.07 | 1527.55±46.58 <sup>b</sup> | 3028.10        | 3380.35 | 3234.71±74.21  |
| F          |  | 4.15    |                            |                | 1.01    |                |
| Prp>F      |  | 0.0038  |                            |                | 0.424   |                |

There are statistically significant differences between the groups in the column and marked with different letters

Table 1 shows that total gossypol content in cottonseed meal does not vary significantly across provinces ( $p>0.05$ ). However, free gossypol content in samples from Mardin and Gaziantep is significantly lower than in samples from other provinces ( $p<0.05$ ). Mardin and Gaziantep have comparable free gossypol content levels, as do Diyarbakır, Şanlıurfa, Adıyaman, and Batman, with no significant difference among them ( $p>0.05$ ).

Examining the factories individually (Table 2), the lowest total gossypol level was found in the CSM samples obtained from Factory 2 in Diyarbakır (2755.77 mg/kg), whereas the highest total gossypol level was found in the samples obtained from Factory 10 in Batman (3509.81 mg/kg) ( $p>0.05$ ).

**Table 2.** Free and total gossypol contents of cottonseed meal by oilseed factories

| Factory | Gossypol contents of cottonseed meal samples mg/kg |          |               |                                    |         |                |                      |
|---------|--|----------|---------------|------------------------------------|---------|----------------|----------------------|
|         | No   | Province | Free gossypol |                                    |         | Total gossypol |                      |
| Min.    |  |          | Max.          | Mean $\pm$ SE                      | Min.    | Max.           | Mean $\pm$ SE        |
| 1       | Diyarbakır   | 1652.59  | 1778.17       | 1707.77 $\pm$ 27.24 <sup>de</sup>  | 2713.06 | 5162.79        | 3467.96 $\pm$ 578.17 |
| 2       | Diyarbakır   | 2012.17  | 2189.00       | 2097.87 $\pm$ 39.51 <sup>ab</sup>  | 2216.47 | 3123.03        | 2755.77 $\pm$ 192.74 |
| 3       | Diyarbakır   | 1368.29  | 1593.59       | 1483.37 $\pm$ 59.44 <sup>f</sup>   | 2520.32 | 3615.49        | 3011.57 $\pm$ 245.49 |
| 4       | Diyarbakır   | 2051.36  | 2242.88       | 2188.66 $\pm$ 45.89 <sup>a</sup>   | 3141.90 | 3923.88        | 3465.10 $\pm$ 164.63 |
| 5       | Diyarbakır   | 1988.61  | 2313.19       | 2209.23 $\pm$ 74.65 <sup>a</sup>   | 3206.27 | 3634.38        | 3388.45 $\pm$ 90.26  |
| 6       | Şanlıurfa  | 1647.74  | 1824.54       | 1738.68 $\pm$ 39.93 <sup>cd</sup>  | 2818.65 | 3891.24        | 3472.97 $\pm$ 229.91 |
| 7       | Şanlıurfa  | 1719.67  | 1937.44       | 1810.62 $\pm$ 45.67 <sup>cd</sup>  | 2878.68 | 3534.31        | 3171.27 $\pm$ 146.43 |
| 8       | Şanlıurfa  | 1900.32  | 2399.11       | 2087.27 $\pm$ 114.19 <sup>ab</sup> | 3182.30 | 3620.88        | 3395.25 $\pm$ 93.83  |
| 9       | Adıyaman   | 1730.00  | 2080.78       | 1915.77 $\pm$ 82.77 <sup>bc</sup>  | 2543.86 | 3337.42        | 3078.36 $\pm$ 184.24 |
| 10      | Batman   | 1675.79  | 1973.98       | 1845.31 $\pm$ 66.75 <sup>cd</sup>  | 3257.92 | 3937.18        | 3509.81 $\pm$ 149.03 |
| 11      | Mardin   | 1265.26  | 1609.22       | 1442.06 $\pm$ 70.59 <sup>f</sup>   | 2534.77 | 3236.36        | 2849.25 $\pm$ 183.25 |
| 12      | Gaziantep  | 1625.59  | 1778.17       | 1707.77 $\pm$ 27.24 <sup>de</sup>  | 3028.10 | 3380.35        | 3234.71 $\pm$ 74.21  |
| F       |  |          | 17.99         |                                    |         | 1.26           |                      |
| Prp>F   |  |          | 0.0001        |                                    |         | 0.286          |                      |

There are statistically significant differences between the groups in the column and marked with different letters

We found that free gossypol contents in samples from Factories 2, 4, 5, and 8 exceeded 2000 mg/kg. This was significantly higher than the free gossypol contents in samples from Factories 1, 3, 6, 7, 10, 11, and 12 ( $p<0.05$ ). The sample from Factory 11 had the lowest free gossypol content (1442.06 mg/kg). The level of free gossypol limits the use of CSM in compound feeds. Adding CSM with a minimum of 1442 mg/kg free gossypol at a rate of 30% would result in a diet with 432.6 mg/kg of free gossypol. However, adding CSM with a maximum of 2209 mg/kg of free gossypol at the same rate would result in a diet with 662.7 mg/kg of free gossypol. This means that the diet could have 230.1 mg/kg more free gossypol content. Therefore, there is a significant difference in gossypol content among the commercially available cottonseed meals. To achieve the same level of free gossypol content (432.6 mg/kg), we need to add only 19.5% of CSM with a high level of free gossypol. Mbahinzireki et al. (2001) reported that the use of cottonseed meal (CSM) up to a level providing 520 ppm of free gossypol in fish diet does not harm the health of fish. In the present study, CSM obtained from Factory 11 in Mardin, which has the lowest free gossypol content (1442 ppm), can be used at a rate of up to 36% in the diet to achieve the recommended maximum level of 520 ppm of free gossypol. The CSM with the highest free gossypol content (Diyarbakır Factory 5, 2209 ppm) should be used at a rate of 23% in fish diet. In other words, as the free gossypol content in CSM increases, the rate of CSM used in compound feeds should decrease proportionally to avoid any harm to the animals' health.

The free gossypol content level, like the protein level, affects the amount of CSM that can be used in compound feeds. The European Union (EU Regulation 574/2011) (European Commission, 2011) sets the limit for free gossypol in cottonseed meal at 1200 mg/kg and in other feed materials at 20 mg/kg. All the samples from oilseed factories in this study have free gossypol levels above 1200 mg/kg. For

cattle fattening feeds (excluding calves), with a free gossypol limit of 500 mg/kg, the highest and lowest rates of CSM from the factories in this study are 34.67% (Mardin) and 22.63% (Diyarbakır Factory 5), respectively. For sheep and goat feeds, these rates are even lower: 20.80% (Mardin) and 13.58% (Diyarbakır Factory 5). The data on gossypol levels in all seed grains and cottonseed by-products show a range of 100 to 8416 mg/kg (EFSA, 2008). The CSMs used in this study have total gossypol levels below 8416 ppm and even below 5000 ppm. Tuncer & Yalçın (1986) also reported that the production method of cottonseed meal influences the gossypol levels. Expeller-pressed cottonseed meal has lower gossypol levels than extracted cottonseed meal. The free gossypol levels they found were 300, 400, and 2400 mg/kg for expeller, press, and extracted cottonseed meals, respectively. In this study, we observed that two factories (Diyarbakır Factory 5 and Gaziantep Factory 12) use the extraction method, while the others use the expeller method to extract oil. The CSM sample from Diyarbakır Factory 5 has a free gossypol content of  $2209.23 \pm 74.65$  mg/kg, which is close to the 2400 mg/kg value. The CSM sample from Gaziantep Factory 12 has a lower free gossypol content of  $1527.55 \pm 46.57$  mg/kg. The samples from the other 10 factories in this study had free gossypol contents (around 1400-2000 mg/kg) that were much higher (4-5 times) than the free gossypol contents that Tuncer & Yalçın (1986) found for expeller-pressed cottonseed meal (400 mg/kg). This shows that the findings of this study did not match those of the previous study.

This study measured the CP (%) and EE (%) levels in cottonseed meal samples. The average CP content for all cities were between 26-32%, while the average EE content (except for Gaziantep) was 4-7% (Table 3). The crude protein contents of cottonseed meal samples from Diyarbakır, Şanlıurfa, Adıyaman, Batman, and Mardin were not significantly different ( $p > 0.05$ ). However, the cottonseed meal sample from Gaziantep had significantly lower oil and higher protein content than the samples from other provinces ( $p < 0.001$ ). Umur et al. (2019) used the HPLC method to measure the gossypol contents of cottonseed meals with different protein contents. They found that cottonseed meals produced in 2013 and 2014 with protein contents of 10.79-36.40% had (+) and (-) gossypol isomers and total gossypol levels of 30.26-1134.00 mg/kg, 37.21-933.32 mg/kg, and 72.37-2285.38 mg/kg, respectively. The protein contents in this study were like those in the previous study (26-32%), The crude protein level of the cottonseed meals in this study was higher than the average crude protein level (22.1% CP) reported by Yeşil (2010) for 10 cottonseed meal samples.

Bayındır (2015) measured the crude protein and oil levels of 40 cottonseed meal samples in Konya-Türkiye. The crude protein levels ranged from 12.4% to 34.5% (average 28.7%, CP), and the ether extract levels ranged from 0.47% to 7.25% (average 3.2%, EE). The average crude protein level in this study for all provinces was 28.04%, which is very close to the Konya CSM results.

**Table 3.** Crude protein and ether extract levels of cottonseed meal samples by provinces

| Provinces  | CP (%) |       |                               | EE (%) |       |                               |
|------------|--------|-------|-------------------------------|--------|-------|-------------------------------|
|            | Min    | Max   | Mean $\pm$ SE                 | Min    | Max   | Mean $\pm$ SE                 |
| Diyarbakır | 24.76  | 32.79 | 28.59 $\pm$ 0.47 <sup>b</sup> | 0.97   | 8.74  | 4.96 $\pm$ 0.53 <sup>b</sup>  |
| Şanlıurfa  | 24.95  | 30.08 | 26.94 $\pm$ 0.52 <sup>b</sup> | 5.43   | 10.57 | 7.60 $\pm$ 0.46 <sup>a</sup>  |
| Adıyaman   | 26.46  | 27.24 | 26.83 $\pm$ 0.20 <sup>b</sup> | 5.40   | 6.89  | 6.13 $\pm$ 0.38 <sup>ab</sup> |
| Batman     | 26.48  | 28.01 | 27.15 $\pm$ 0.32 <sup>b</sup> | 1.91   | 6.05  | 4.25 $\pm$ 0.90 <sup>b</sup>  |
| Mardin     | 24.89  | 27.98 | 26.36 $\pm$ 0.69 <sup>b</sup> | 4.00   | 6.05  | 5.13 $\pm$ 0.46 <sup>b</sup>  |
| Gaziantep  | 30.53  | 33.81 | 32.42 $\pm$ 0.71 <sup>a</sup> | 1.38   | 1.79  | 1.54 $\pm$ 0.092 <sup>c</sup> |
| F          | 7.35   |       |                               | 7.40   |       |                               |
| Prp>F      | 0.0001 |       |                               | 0.0001 |       |                               |

There are statistically significant differences between the groups in the column and marked with different letters



The cottonseed meal sample from Factory 12 had a much higher % protein level than the samples from other provinces ( $p < 0.05$ ). The other samples had similar protein levels (Table 4). The samples from Factories 5 and 12, which used the extraction method, had very low oil levels (less than 2%,  $p < 0.001$ ). The sample from Factory 8 had oil significantly more than the samples from other Factories ( $p < 0.05$ ). The oil levels of the samples from Factories 1, 2, 3, 4, 6, 7, 9, and 11 were not significantly different ( $p > 0.05$ ).

The EE contents of cottonseed meal samples extracted with solvent (below 2%) matched the standard values. However, the crude protein contents of these samples (32.42% and 30.20%) were still below the average 41% standard CP value for cottonseed meal with extracted oil (NRC, 1994). He et al. (2015) reported that the crude protein content of cottonseed meals ranged from 30% to 50%, which agrees with the values in this study for solvent-extracted samples. Nagalakshmi et al. (2007) also found that the crude protein values of cottonseed meals varied from 22% to 56%, which is in line with the findings of this study.

**Table 4.** Crude protein (%) and ether extract (%) contents of CSM samples by factories

| Factory |            | CP (%) |       |                                | Oil (EE) (%) |       |                               |
|---------|------------|--------|-------|--------------------------------|--------------|-------|-------------------------------|
| No      | Province   | Min    | Max   | Mean $\pm$ SE                  | Min          | Max   | Mean $\pm$ SE                 |
| 1       | Diyarbakır | 26.32  | 30.76 | 28.98 $\pm$ 1.03 <sup>bc</sup> | 5.53         | 5.88  | 5.76 $\pm$ 0.08 <sup>bc</sup> |
| 2       | Diyarbakır | 24.76  | 28.67 | 27.00 $\pm$ 0.87 <sup>cd</sup> | 5.61         | 5.97  | 5.84 $\pm$ 0.07 <sup>bc</sup> |
| 3       | Diyarbakır | 29.79  | 30.55 | 30.12 $\pm$ 0.15 <sup>b</sup>  | 4.62         | 8.35  | 6.55 $\pm$ 0.76 <sup>b</sup>  |
| 4       | Diyarbakır | 25.02  | 27.68 | 26.64 $\pm$ 0.58 <sup>d</sup>  | 2.97         | 8.74  | 5.44 $\pm$ 1.45 <sup>bc</sup> |
| 5       | Diyarbakır | 28.28  | 32.79 | 30.20 $\pm$ 1.03 <sup>b</sup>  | 0.97         | 1.72  | 1.24 $\pm$ 0.17 <sup>d</sup>  |
| 6       | Şanlıurfa  | 24.95  | 26.42 | 25.88 $\pm$ 0.32 <sup>d</sup>  | 6.37         | 7.48  | 6.88 $\pm$ 0.25 <sup>b</sup>  |
| 7       | Şanlıurfa  | 26.73  | 30.08 | 29.04 $\pm$ 0.77 <sup>bc</sup> | 5.43         | 8.84  | 6.68 $\pm$ 0.75 <sup>b</sup>  |
| 8       | Şanlıurfa  | 24.95  | 26.42 | 25.89 $\pm$ 0.32 <sup>d</sup>  | 8.30         | 10.57 | 9.26 $\pm$ 0.56 <sup>a</sup>  |
| 9       | Adıyaman   | 26.46  | 27.24 | 26.83 $\pm$ 0.20 <sup>d</sup>  | 5.40         | 6.89  | 6.13 $\pm$ 0.38 <sup>bc</sup> |
| 10      | Batman     | 26.48  | 28.01 | 27.15 $\pm$ 0.31 <sup>cd</sup> | 1.91         | 6.05  | 4.25 $\pm$ 0.90 <sup>c</sup>  |
| 11      | Mardin     | 24.89  | 27.98 | 26.36 $\pm$ 0.68 <sup>d</sup>  | 4.00         | 6.05  | 5.13 $\pm$ 0.46 <sup>bc</sup> |
| 12      | Gaziantep  | 30.53  | 33.81 | 32.42 $\pm$ 0.71 <sup>a</sup>  | 1.38         | 1.79  | 1.54 $\pm$ 0.092 <sup>d</sup> |
| F       |            | 9.97   |       |                                | 12.8         |       |                               |
| Prp>F   |            | 0.0001 |       |                                | 0.0001       |       |                               |

There are statistically significant differences between the groups in the column and marked with different letters

The average dry matter (DM) and crude ash (CA) contents of cottonseed meal by provinces and factories are given in Tables 5 and 6.

**Table 5.** Dry matter (%) and crude ash (%) contents of CSM samples by provinces

| Provinces  | DM and CA contents of CSM samples |        |  |        |        |                               |  |
|------------|-----------------------------------|--------|--|--------|--------|-------------------------------|--|
|            | DM (%)                            |        |  | CA (%) |        |                               |  |
|            | Min                               | Max    | Mean $\pm$ SE                              | Min    | Max    | Mean $\pm$ SE                 |  |
| Diyarbakır | 88.14                             | 92.28  | 90.59 $\pm$ 0.60 <sup>ab</sup>             | 4.42   | 6.12   | 5.18 $\pm$ 0.09 <sup>bc</sup> |  |
| Şanlıurfa  | 88.30                             | 93.92  | 91.57 $\pm$ 0.41 <sup>a</sup>              | 4.78   | 6.48   | 5.77 $\pm$ 0.19 <sup>b</sup>  |  |
| Adıyaman   | 88.91                             | 91.86  | 90.85 $\pm$ 0.68 <sup>b</sup> <sup>a</sup> | 5.52   | 8.42   | 7.14 $\pm$ 0.72 <sup>a</sup>  |  |
| Batman     | 91.14                             | 91.37  | 91.23 $\pm$ 0.05 <sup>a</sup>              | 4.65   | 5.08   | 4.84 $\pm$ 0.09 <sup>c</sup>  |  |
| Mardin     | 85.26                             | 90.91  | 88.71 $\pm$ 1.36 <sup>c</sup>              | 4.73   | 5.09   | 4.93 $\pm$ 0.09 <sup>c</sup>  |  |
| Gaziantep  | 88.31                             | 91.11  | 89.05 $\pm$ 0.69 <sup>bc</sup>             | 4.80   | 5.18   | 5.05 $\pm$ 0.09 <sup>bc</sup> |  |
| F          |                                   | 3.83   |  |        | 9.89   |                               |  |
| Prp>F      |                                   | 0.0006 |  |        | 0.0001 |                               |  |

There are statistically significant differences between the groups in the column and marked with different letters

**Table 6.** Dry matter (%) and crude ash (%) contents of CSM samples by factories

| actory | DM and CA contents of CSM samples |            |        |           |                           |        |           |                          |
|--------|-----------------------------------|------------|--------|-----------|---------------------------|--------|-----------|--------------------------|
|        | No                                | Province   | DM (%) |           |                           | CA (%) |           |                          |
|        |                                   | Min        | Max    | Mean ± SE | Min                       | Max    | Mean ± SE |                          |
|        | 1                                 | Diyarbakır | 89.81  | 91.75     | 90.83±0.43 <sup>ab</sup>  | 4.42   | 5.00      | 4.63±0.13 <sup>d</sup>   |
|        | 2                                 | Diyarbakır | 90.59  | 90.96     | 90.84±0.09 <sup>ab</sup>  | 5.13   | 5.24      | 5.20±0.03 <sup>cd</sup>  |
|        | 3                                 | Diyarbakır | 92.11  | 92.27     | 92.20±0.04 <sup>a</sup>   | 5.04   | 5.32      | 5.14±0.06 <sup>cd</sup>  |
|        | 4                                 | Diyarbakır | 88.14  | 89.41     | 88.98±0.29 <sup>bc</sup>  | 4.92   | 6.12      | 5.52±0.31 <sup>bcd</sup> |
|        | 5                                 | Diyarbakır | 90.02  | 90.17     | 90.10±0.04 <sup>abc</sup> | 5.22   | 5.67      | 5.40±0.09 <sup>cd</sup>  |
|        | 6                                 | Şanlıurfa  | 88.30  | 93.92     | 92.02±1.26 <sup>a</sup>   | 6.03   | 6.48      | 6.30±0.09 <sup>b</sup>   |
|        | 7                                 | Şanlıurfa  | 90.72  | 92.10     | 91.15±0.32 <sup>a</sup>   | 4.78   | 6.24      | 5.22±0.34 <sup>cd</sup>  |
|        | 8                                 | Şanlıurfa  | 91.27  | 91.66     | 91.53±0.08 <sup>a</sup>   | 5.21   | 6.39      | 5.80±0.29 <sup>bc</sup>  |
|        | 9                                 | Adıyaman   | 88.91  | 91.86     | 90.85±0.68 <sup>ab</sup>  | 5.52   | 8.42      | 7.14±0.72 <sup>a</sup>   |
|        | 10                                | Batman     | 91.14  | 91.37     | 91.23±0.05 <sup>a</sup>   | 4.65   | 5.08      | 4.84±0.08 <sup>d</sup>   |
|        | 11                                | Mardin     | 85.26  | 90.91     | 88.71±1.36 <sup>c</sup>   | 4.73   | 5.09      | 4.93±0.09 <sup>cd</sup>  |
|        | 12                                | Gaziantep  | 88.31  | 91.11     | 89.05±0.69 <sup>bc</sup>  | 4.80   | 5.18      | 5.05±0.08 <sup>cd</sup>  |
|        | F                                 |            | 3.47   |           |                           | 6.68   |           |                          |
|        | Prp>F                             |            | 0.002  |           |                           | 0.0001 |           |                          |

There are statistically significant differences between the groups in the column and marked with different letters

Tables 5 and 6 show that Şanlıurfa had the highest average DM by province (91.57%), while Mardin had the lowest (88.71%) ( $p<0.001$ ). The samples from Factory 3 in Diyarbakır and Factories 1, 2, 5, 6, 7, 8, 9, and 10 had similar DM percentages ( $p>0.05$ ). The highest crude ash % by province was in Adıyaman (Factory 9, 7.14%), and the lowest was in Batman (Factory 10, 5.08%) ( $p<0.001$ ). This study found that the samples had DM contents of 88-91% and crude ash values of 4-7%, which matched the standard DM and crude ash values. Canikli et al. (2023) determined DM in cotton seed meal obtained by cold pressing as 94.99% and crude ash as 4.65%.

Tables 7 and 8 show the NDF and ADF values of cottonseed meal samples by province and factories. The samples from Diyarbakır had the lowest NDF average (47.11%), while the samples from Şanlıurfa had the highest (59.29%). However, this difference was not statistically significant. Bayındır (2015) measured the NDF values of cottonseed meal samples and found them to range from 32.52% to 51.24%, with an average of 41.53%. The NDF values in this study (47.11-59.29%) were higher than those in the previous study.

The ADF values of the CSM samples varied across the provinces, from a low of 12.84% to a high of 45.62%. The CSM sample from Gaziantep had a significantly lower average ADF value (27.01%) than the CSM samples from Mardin, Batman, Adıyaman, and Şanlıurfa provinces ( $p<0.05$ ). Bayındır (2015) found that the ADF value of CSM samples ranged from 24.44% to 31.11%, with a mean of 27.11%. The current study's values are slightly different from the previous study's values. The ADF values of the CSMs from Factories 1, 8, and 9 did not differ significantly from each other ( $p>0.05$ ), but the CSMs from Factories 2, 3, 5, 7, and 12 had significantly different ADF values among them ( $p<0.05$ ).

**Table 7.** Average NDF (%) and ADF (%) values of CSM samples by province

| Province   | NDF and ADF contents of CSM samples |       |            |         |       |                          |
|------------|-------------------------------------|-------|------------|---------|-------|--------------------------|
|            | NDF (%)                             |       |            | ADF (%) |       |                          |
|            | Min                                 | Max   | Mean ± SD  | Min     | Max   | Mean ± SD                |
| Diyarbakır | 41.06                               | 53.38 | 47.11±1.26 | 12.84   | 45.50 | 33.42±1.42 <sup>ab</sup> |
| Şanlıurfa  | 54.14                               | 62.76 | 59.29±1.47 | 22.90   | 45.62 | 37.31±1.61 <sup>a</sup>  |
| Adıyaman   | 43.62                               | 46.26 | 45.23±0.57 | 36.59   | 39.39 | 38.51±0.65 <sup>a</sup>  |
| Batman     | 47.06                               | 50.61 | 47.89±1.12 | 34.45   | 39.44 | 36.72±1.11 <sup>a</sup>  |
| Mardin     | 51.18                               | 56.99 | 50.26±1.29 | 33.27   | 37.34 | 35.28±0.86 <sup>a</sup>  |
| Gaziantep  | 47.82                               | 55.72 | 51.38±2.09 | 19.96   | 31.58 | 27.01±4.65 <sup>b</sup>  |
| F          | 2.71                                |       |            | 2.91    |       |                          |
| Prp>F      | 0.06                                |       |            | 0.007   |       |                          |

There are statistically significant differences between the groups in the column and marked with different letters

**Table 8.** Average NDF (%) and ADF (%) levels of CSM samples by factories

| Factory | Province   | NDF and ADF contents of CSM samples |       |            |         |       |                          |
|---------|------------|-------------------------------------|-------|------------|---------|-------|--------------------------|
|         |            | NDF (%)                             |       |            | ADF (%) |       |                          |
|         |            | Min                                 | Max   | Mean ± SD  | Min     | Max   | Mean ± SD                |
| 1       | Diyarbakır | 41.06                               | 49.95 | 44.62±3.09 | 12.84   | 45.50 | 37.99±1.12 <sup>a</sup>  |
| 2       | Diyarbakır | 44.64                               | 52.27 | 48.73±1.60 | 12.81   | 33.75 | 27.10±4.82 <sup>b</sup>  |
| 3       | Diyarbakır | 42.74                               | 52.56 | 47.72±2.03 | 27.53   | 37.07 | 32.49±2.16 <sup>b</sup>  |
| 4       | Diyarbakır | 50.25                               | 53.38 | 52.19±2.61 | 32.94   | 45.50 | 36.60±2.98 <sup>ab</sup> |
| 5       | Diyarbakır | 50.17                               | 54.64 | 52.29±0.99 | 28.45   | 35.23 | 32.91±1.57 <sup>b</sup>  |
| 6       | Şanlıurfa  | 44.14                               | 52.76 | 49.33±1.83 | 35.40   | 40.53 | 37.90±1.07 <sup>ab</sup> |
| 7       | Şanlıurfa  | 46.74                               | 52.48 | 49.85±1.23 | 22.90   | 38.75 | 32.64±3.42 <sup>b</sup>  |
| 8       | Şanlıurfa  | 47.36                               | 50.35 | 49.33±0.62 | 38.47   | 45.62 | 41.36±1.71 <sup>a</sup>  |
| 9       | Adıyaman   | 43.62                               | 46.26 | 45.23±0.57 | 36.59   | 39.39 | 38.51±0.65 <sup>a</sup>  |
| 10      | Batman     | 47.06                               | 50.61 | 47.89±1.12 | 34.45   | 39.44 | 36.72±1.11 <sup>ab</sup> |
| 11      | Mardin     | 51.18                               | 56.99 | 50.26±1.29 | 33.27   | 37.34 | 35.28±0.86 <sup>ab</sup> |
| 12      | Gaziantep  | 47.82                               | 55.72 | 51.38±2.09 | 19.96   | 31.58 | 27.01±2.65 <sup>b</sup>  |
| F       | 4.98       |                                     |       | 3.60       |         |       |                          |
| Prp>F   | 0.17       |                                     |       | 0.00017    |         |       |                          |

There are statistically significant differences between the groups in the column and marked with different letters

## CONCLUSION

The study examined the total and free gossypol levels in cottonseed meal samples from 5 provinces and 12 factories in the Southeastern Anatolia Region. It found that the gossypol levels varied by province. This means that some cottonseed meals from one province may be safe for monogastric animals, while others from another province may be toxic. The European Union (EU Regulation 574/2011) (European Commission, 2011) sets a limit of 1200 mg/kg for the free gossypol content of cottonseed meal (CSM). However, the CSM samples from this study had higher free gossypol levels than the limit. According to EFSA (2008), the gossypol content of all cottonseed by-products ranges from 100 to 8416 mg/kg. The current study's results show that the CSM samples had a relatively low gossypol content, with less than 5000 mg/kg of total gossypol. The free gossypol content of CSM affects how much CSM can be used in feed. Since large poultry companies use CSM as an alternative to soybean meal, regular gossypol analysis in feed will help reduce soybean imports and save foreign currency. The study concluded that all CSM samples met the expected standards for raw nutrient components. It also found that the crude protein percentage in cottonseed meal.

The raw nutrient component of all cottonseed meal samples were in arrange level of standard values and met the expected criteria. The crude protein percentage in cottonseed meal was between 26% and 32%, and the amount of cottonseed meal that could be added to feed differed by province.

## ACKNOWLEDGEMENTS

This study was supported by the Scientific Research Projects Directorate of Van Yüzüncü Yıl University (Project number: FYL-2019-7952).

## Conflict of Interest

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

## Author's Contributions

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

## REFERENCES

- Abou-Donia, M. B. (1976). Physiological effects and metabolism of gossypol. *Residue Reviews: Residues of Pesticides and Other Contaminants in the Total Environment*, 125-160.
- AOAC. (2000). *Official methods of analysis (17th ed.)*.
- AOCS. (1987a). Free gossypol. Ba 7-58. In D. Firestone (Ed.), *Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society*: Champaign, IL.
- AOCS. (1987b). Total gossypol. Ba 8-78. In D. Firestone (Ed.), *Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society*: Champaign, IL.
- AOCS. (2005). *Official procedure, approved procedure Am 5-04, Rapid determination of oil/fat utilizing high temperature solvent extraction*: Journal of the American Oil Chemists' Society, Urbana, IL.
- Aslam, M. H., Khan, N., Fatima, M., Rashid, M. A., & Davies, S. J. (2024). Effect of replacing soybean meal with cotton seed meal with or without supplementation of lysine on different biological traits of *Catla catla*. *Pakistan J. Zool.* 2024, 1-9. doi: <https://dx.doi.org/10.17582/journal.pjz/20231129124515>
- Bayındır, O. (2015). *Determinations of variations in the nutrient compositions of feed materials used in the compound feed manufacturing in the Konya province*. (Science of Master MSc. Thesis). Selçuk University, Konya.
- Berardi, L. C., & Goldblatt, L. A. (1980). Gossypol In I. E. Liener (Ed.), *Toxic Constituents of Plant Foodstuff* (pp. 212-266). New York: Academic Press.
- Braham, J., Jarquin, R., Bressani, R., González, J., & Elías, L. (1967). Effect of gossypol on the iron-binding capacity of serum in swine. *The Journal of Nutrition*, 93(2), 241-248.
- Canikli, A., Yıldırım, A., Erdem, H., & Genç, N. (2023). Nutritional composition, antioxidant activity and gossypol level of Nazilli glandless cottonseed, cottonseed kernel and their cold-pressed meal. *Beni-Suef University Journal of Basic and Applied Sciences*, 12(59), 1-12.
- Cope, R. B. (2018). Cottonseed toxicity. In *Veterinary Toxicology* (pp. 967-980): Elsevier.
- Dodou, K. (2005). Investigations on gossypol: past and present developments. *Expert Opinion on Investigational Drugs*, 14(11), 1419-1434.
- Dowd, M. K., & Pelitire, S. M. (2001). Recovery of gossypol acetic acid from cottonseed soapstock. *Industrial crops and products*, 14(2), 113-123.
- EFSA. (2008). Scientific opinion. Gossypol as undesirable substance in animal. *EFSA J*, 908, 1-55.

- European Commission. (2011). Regulation of the European Parliament and of the Council of 16 June 2011 amending Annex I to Directive 2002/32/EC of the European Parliament and of the Council as regards maximum levels for nitrite, melamine, *Ambrosia* spp. and carry-over of certain coccidiostats and histomonostats and consolidating Annexes I and II thereto 574/2011/EC. In *Official Journal*, : L 159/7, 17/06/2011.
- Francis, G., Makkar, H. P., & Becker, K. (2001). Antinutritional factors present in plant-derived alternate fish feed ingredients and their effects in fish. *Aquaculture*, 199(3-4), 197-227.
- Gadelha, I. C. N., Fonseca, N. B. S., Oloris, S. C. S., Melo, M. M., & Soto-Blanco, B. (2014). Gossypol toxicity from cottonseed products. *The Scientific World Journal*, 2014, 1-11. doi:<http://dx.doi.org/10.1155/2014/231635>
- He, T., Zhang, H., Wang, J., Wu, S., Yue, H., & Qi, G. (2015). Application of low-gossypol cottonseed meal in laying hens' diet. *Poultry Science*, 94(10), 2456-2463.
- Holmberg, C., Weaver, L., Guterbock, W., Genes, J., & Montgomery, P. (1988). Pathological and toxicological studies of calves fed a high concentration cotton seed meal diet. *Veterinary Pathology*, 25(2), 147-153.
- Hron, R., Kim, H., Calhoun, M., & Fisher, G. (1999). Determination of (+)-,(-)-, and total gossypol in cottonseed by high-performance liquid chromatography. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 76, 1351-1355.
- Hron, R., Kuk, M., & Abraham, G. (1990). Determination of free and total gossypol by high performance liquid chromatography. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 67(3), 182-187.
- Lv, L., Xiong, F., Liu, Y., Pei, S., He, S., Li, S., & Yang, H. (2024). The rumen-derived Lact. mucosae LLK-XR1 exhibited greater free gossypol degradation capacity during solid-state fermentation of cottonseed meal and probiotic potential. *BMC Microbiology*, 24(15), 1-14.
- Mbahinzireki, Dabrowski, Lee, & Wisner. (2001). Growth, feed utilization and body composition of tilapia (*Oreochromis* sp.) fed with cottonseed meal-based diets in a recirculating system. *Aquaculture Nutrition*, 7(3), 189-200.
- Morgan, S. E. (1989). Gossypol as a toxicant in livestock. *The Veterinary Clinics of North America. Food Animal Practice*, 5(2), 251-262.
- Nagalakshmi, D., Rao, S. V. R., Panda, A. K., & Sastry, V. R. (2007). Cottonseed meal in poultry diets: a review. *The Journal of Poultry Science*, 44(2), 119-134.
- NRC. (1994). *Nutrient requirements of poultry* (Ninth Revised ed.). Washington, D.C., USA: National Academy Press.
- Pons, W. A., & Eaves, P. H. (1967). Aqueous acetone extraction of cottonseed. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 44(7), 460-464.
- Randel, R., Chase Jr, C., & Wyse, S. (1992). Effects of gossypol and cottonseed products on reproduction of mammals. *Journal of Animal Science*, 70(5), 1628-1638.
- Rathore, K. S., Pandeya, D., Campbell, L. M., Wedegaertner, T. C., Puckhaber, L., Stipanovic, R. D., . . . Hake, K. (2020). Ultra-low gossypol cottonseed: selective gene silencing opens up a vast resource of plant-based protein to improve human nutrition. *Critical Reviews in Plant Sciences*, 39(1), 1-29.
- Reiser, R., & Fu, H. C. (1962). The mechanism of gossypol detoxification by ruminant animals. *The Journal of Nutrition*, 76(2), 215-218.
- Ricci, B., Canestrari, G., Pizzamiglio, V., Biancardi, A., Merialdi, G., Giacometti, F., . . . Formigoni, A. (2015). Gossypol content of cotton free commercial feed for dairy cows. *Italian Journal of Food Safety*, 4(2), 82-84. doi:<https://doi.org/10.4081/ijfs.2015.5174>

- Risco, C. A., Holmberg, C. A., & Kutches, A. (1992). Effect of graded concentrations of gossypol on calf performance: toxicological and pathological considerations. *Journal of Dairy Science*, 75(10), 2787-2798.
- Robinson, P., Getachew, G., De Peters, E., & Calhoun, M. (2001). Influence of variety and storage for up to 22 days on nutrient composition and gossypol level of Pima cottonseed (*Gossypium* spp.). *Animal Feed Science and Technology*, 91(3-4), 149-156.
- SAS. (2017). *SAS/STAT® version 14.3*. Cary, NC: SAS Institute Inc.
- Scheffler, J. A., & Romano, G. B. (2008). Modifying gossypol in cotton (*Gossypium hirsutum* L.): a cost effective method. *The Journal of Cotton Science*, 12, 202-209.
- Stipanovic, R. D., Lopez, J. D., Dowd, M. K., Puckhaber, L. S., & Duke, S. E. (2006). Effect of racemic and (+)-and (-)-gossypol on the survival and development of *Helicoverpa zea* larvae. *Journal of Chemical Ecology*, 32, 959-968.
- Tanksley, T. D. (1990). Cottonseed meal. In P. A. Thacker & R. N. Krikwood (Eds.), *Non-traditional Feed Sources for Use in Swine Production* (pp. 139–151): CRC Press: Boca Raton, FL.
- Tegtmeier, D., Hurka, S., Klüber, P., Brinkrolf, K., Heise, P., & Vilcinskas, A. (2021). Cottonseed press cake as a potential diet for industrially farmed black soldier fly larvae triggers adaptations of their bacterial and fungal gut microbiota. *Frontiers in Microbiology*, 12, 634503.
- Tuncer, Ş. D., & Yalçın, S. (1986). A study of the determination of gossypol levels of cottonseed meals produced in Turkey. *Eurasian Journal of Veterinary Sciences*, 2(1), 125-134.
- Umur, H., Kütükoğlu, F., Ekşi Karaağaç, H., & Kara, S. (2019). Farklı Protein İçerikli Pamuk Tohumu Küspelerinin HPLC Yöntemi ile Gossipol Düzeylerinin Belirlenmesi. *Gıda ve Yem Bilimi Teknolojisi Dergisi*, (21), 18-25.
- van Soest, P., Robertson, J., & Lewis, B. (1991). Methods of dietary fiber, neutral detergent fiber, and nonstarch polysaccharides in relation to animal nutrition. *Journal of Dairy Sci.*, 74(10), 3583-3597.
- Mageshwaran, V., Satankar, V., & Paul, S. (2024). Solid-State fermentation for gossypol detoxification and nutritive enrichment of cottonseed cake: A scale-up of batch fermentation process. *BioResources*, 19(1), 1107-1118.
- Wang, W., Li, J., Liu, J., Ren, M., & Li, F. (2023). Utilising cottonseed in animal feeding: A dialectical perspective. *Modern Agriculture*, 1(2), 112-121.
- Yeşil, E. (2010). *Ülkemizde hayvan beslemede kullanılan bazı HP ek yemlerinin HP ve amino asit kompozisyonlarının belirlenmesi*. (Master of Science MSc. Thesis). Selçuk University, Konya.
- Zhang, W.-J., Xu, Z.-R., Zhao, S.-H., Sun, J.-Y., & Yang, X. (2007). Development of a microbial fermentation process for detoxification of gossypol in cottonseed meal. *Animal Feed Science and Technology*, 135(1-2), 176-186.

**Atf İçin:** Bağcı Genel, K. (2024). Inverted Modified Lindley Dağılımı için Parametre Tahmin Yöntemlerinin Karşılaştırılması. *İğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14(4), 1388-1396.

**To Cite:** Bağcı Genel, K. (2024). A Comparison of Parameter Estimation Methods for the Inverted Modified Lindley Distribution. *Journal of the Institute of Science and Technology*, 14(4), 1388-1396.

## Inverted Modified Lindley Dağılımı için Parametre Tahmin Yöntemlerinin Karşılaştırılması

Kübra BAĞCI GENEL<sup>1\*</sup>

### **Öne Çıkanlar:**

- Inverted Modified Lindley
- Tahmin

### **Anahtar Kelimeler:**

- Cramer von Missess
- En küçük kareler
- En çok olabilirlik
- Inverted Modified Lindley
- 

### **ÖZET:**

Inverted Modified Lindley (IML) dağılımının, üstel ve Lindley dağılımlarına kıyasla daha iyi uyum sağlama yetenekleri gösterdiği önceki çalışmalara gösterilmiştir. Bu çalışma, En Küçük Kareler (LS), Cramer von Misses (CvM) ve Maksimum Olabilirlik (ML) yöntemlerini kullanarak Inverted Modified Lindley (IML) dağılımının parametre tahminini incelemektedir. IML dağılımına ait parametrenin tahmin edilmesinde ML, LS ve CvM yöntemlerinin etkinliğini karşılaştırmak amacıyla bir Monte Carlo simülasyon çalışması yapılmıştır. Ayrıca ilgili tahmin yöntemleri kullanılarak çeşitli alanlardan gerçek veri uygulamaları sağlanmıştır. Bu yöntemlerin uyum performansı, ortalama karekök hata, belirleme katsayısı ve Kolmogorov-Smirnov testi kullanılarak değerlendirilmiştir. Uygulama sonuçlarına göre CvM metodu, IML dağılımı için dikkate alınan verileri daha bir iyi şekilde tanımlarken, simülasyon çalışması için ise, ML tahmin yöntemi öne çıkmaktadır.

## A Comparison of Parameter Estimation Methods for the Inverted Modified Lindley Distribution

### **Highlights:**

- Estimation
- Inverted Modified Lindley

### **Keywords:**

- Cramer von Missess
- Estimation
- Inverted Modified Lindley
- Least Squares
- Maximum Likelihood

### **ABSTRACT:**

The Inverted Modified Lindley (IML) distribution has been shown to exhibit superior fitting capabilities compared to the exponential and Lindley distributions. This study investigates the parameter estimation of the IML distribution using the Least Squares (LS), Cramer von Misses (CvM), and Maximum Likelihood (ML) methods. A Monte Carlo simulation study is conducted to compare the efficiency of the ML, LS, and CvM methods in estimating the parameters of the IML distribution. Moreover, real data applications from various fields are provided using related estimation methods. The fitting performance of these methods is evaluated using root mean squared error, coefficient of determination, and the Kolmogorov-Smirnov test. According to the application results, the CvM estimates describe the considered data for the IML distribution best, while the simulation study favors ML estimation among the considered methods.

<sup>1</sup> Kübra BAĞCI GENEL ([Orcid ID: 0000-0002-6679-9738](https://orcid.org/0000-0002-6679-9738)), Van Yüzüncü Yıl University, Faculty of Economics and Administrative Sciences, Department of Econometrics, Van, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Kübra BAĞCI GENEL, e-mail: kubrabagci@yyu.edu.tr

## INTRODUCTION

One-parameter distributions have proven highly effective in statistical analysis, primarily due to their analytical simplicity. Inverted modified Lindley (IML) distribution is a one-parameter distribution introduced by Chesneau, Tomy, Gillariose, & Jamal (2020) that demonstrated improved fitting capabilities over traditional distributions such as exponential and Lindley distributions. In addition to its simpler derivation, as demonstrated in Figure 1 it exhibits versatile in shapes of hazard rate and probability density functions. Thus, the IML distribution finds application across various areas, including reliability engineering, biology, and so on (see in Chesneau et al., 2020; Kumar, Nassar, Dey, Elshahhat, & Diyali, 2022; Kumar, Yadav, & Kumar, 2023).

In statistical modeling, many distributions have only one parameter, such as exponential, Rayleigh, Lindley. These models are useful for modeling data in various fields due to their desirable properties and simpler interpretations. There are also many inverse and modified versions of these distributions given in studies such as, Abouammoh & Alshingiti, 2009; Dey, Singh, Tripathi, & Asgharzadeh, 2016; Khan, 2014; Rasekhi et al., 2017 and more. The inverse transformation of random variables and assessing their usefulness in distribution modeling are widely applied. For example, Sharma, Singh, Singh, & Agiwal, (2015) introduced the inverse Lindley distribution which has one parameter, and explored its application in the survival times of head and neck cancer patients successfully, compared to the inverse Rayleigh distribution. Similarly, Abd Al-Fattah, El-Helbawy, & Al-Dayian (2017) presented the Inverted Kumaraswamy distribution by applying inverse transformation to the Kumaraswamy distribution, which has found applications in various fields by outperforming some other well-known distributions. For example, Bağci, Arslan, & Celik (2021) showed the Inverted Kumaraswamy distributions is better than the Weibull distribution modeling a wind speed data set. Likewise, the inverted Topp-Leone model has been proposed as an attractive model in reliability studies (Hassan, Elgarhy, & Ragab, 2020).

The IML distribution is obtained using  $y = 1/x$  inverse transformation applied to the modified Lindley (ML) distribution by Chesneau et al., (2020). The probability density function (pdf) and the cumulative distribution function (cdf) for the IML distribution are

$$f(x) = \frac{\theta}{1+\theta} \frac{1}{x^2} e^{-\frac{2\theta}{x}} \left( (1+\theta)e^{\frac{\theta}{x}} + \frac{2\theta}{x} - 1 \right), x > 0, \theta > 0 \quad (1)$$

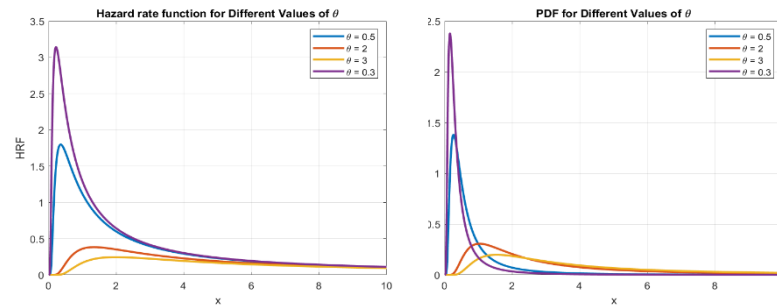
and

$$F(x) = \left( 1 + \frac{\theta}{1+\theta} \frac{1}{x} e^{-\frac{\theta}{x}} \right) e^{-\frac{\theta}{x}}, x > 0, \theta > 0 \quad (2)$$

respectively (Chesneau et al., 2020).

The hazard rate function (hrf) and the pdf for selected values of the parameter for the IML distribution are given in Figure 1. Figure 1 demonstrates that the IML distribution displays both unimodal characteristics and the potential for right skewness. It can exhibit increasing, decreasing, constant upside-down bathtub failure rate functions.





**Figure 1.** The hrf and pdf plots of the IML distribution for certain values of the parameter

Recently, different studies have been carried out on parameter estimation of the IML distribution. Maximum likelihood (ML) and Bayes estimation methods were adopted previously based on lower record values and censoring schemes. For example, Kumar et al., (2022) derived explicit single and product moments of order statistics from the IML distribution also utilized Best Linear Unbiased Estimators (BLUEs) in parameter estimation. In addition, Kumar et al., (2023) analyzed the IML distribution employing dual generalized order statistics. Hasaballah, Tashkandy, Bakr, Balogun, & Ramadan (2024) explored statistical inferences for product lifetimes with the IML distribution and Type-II censored data. They employed the maximum likelihood estimation (MLE), approximate confidence intervals, and Bayesian estimation with Gibbs sampling in the analysis of real data and Monte Carlo simulations to validate the accuracy and compare estimation methods.

As noted previously, the IML distribution exhibits appealing properties (see also Chesneau et al., 2020) Nonetheless, there are limited studies examining various methods for estimating the parameter of the IML distribution. It is acknowledged that minimum distance estimators tend to be less affected by unusual observations (Donoho & Liu, 1988). The minimum distance estimators can serve as alternatives to the MLE in some cases in the literature (see Arslan, Acitas, & Senoglu, 2022; Bagci, Erdogan, Arslan, & Celik, 2022). To the best of the author's knowledge, the LS and CvM estimations for the IML distribution have not been implemented previously. Motivated by these reasons, in this study, a classical method namely, the Least Squares (LS) and Cramer von Misses (CvM) estimation methods are utilized, and the MLE method is included in the analysis as well. A Monte Carlo simulation study is considered for varying parameter values and sample sizes in addition to real data applications.

## MATERIALS AND METHODS

In this section, the data and MLE, CvM, and LS methods are described.

### Data

In this study, three different data from various fields are included in the analysis. The first dataset is sourced from The Open University (1993), detailing the prices of 31 children's wooden toys available at a Suffolk craft shop in April 1991 obtained from Chesneau et al. (2020). The second dataset comprises the time intervals between failures for a repairable item, obtained from Murthy, Xie, & Jiang, (2004). The third application involves the utilization of data on vinyl chloride concentrations (mg/L) from monitoring wells designated for clean upgrading, which is obtained by Bhaumik & Gibbons (2006). Observations for these data are provided as follows.

First Dataset : 4.2, 1.12, 1.39, 2, 3.99, 2.15, 1.74, 5.81, 1.7, 0.5, 0.99, 11.5, 5.12, 0.9, 1.99, 6.24, 2.6, 3, 12.2, 7.36, 4.75, 11.59, 8.69, 9.8, 1.85, 1.99, 1.35, 10, 0.65, 1.45.

Second Dataset: 1.43, 0.11, 0.71, 0.77, 2.63, 1.49, 3.46, 2.46, 0.59, 0.74, 1.23, 0.94, 4.36, 0.40, 1.74, 4.73, 2.23, 0.45, 0.70, 1.06, 1.46, 0.30, 1.82, 2.37, 0.63, 1.23, 1.24, 1.97, 1.86, 1.17.

Third Dataset: 5.1, 1.2, 1.3, 0.6, 0.5, 2.4, 0.5, 1.1, 8.0, 0.8, 0.4, 0.6, 0.9, 0.4, 2.0, 0.5, 5.3, 3.2, 2.7, 2.9, 2.5, 2.3, 1.0, 0.2, 0.1, 0.1, 1.8, 0.9, 2.0, 4.0, 6.8, 1.2, 0.4, 0.2.

### Estimation Methods

Let  $X_1, X_2, \dots, X_n$  be a random sample following the IML distribution and  $X_{(1)}, X_{(2)}, \dots, X_{(n)}$  are the order statistics for this sample.

#### ML estimation

The ML estimations are obtained by maximizing the following loglikelihood function  $\ell(\theta)$  for the parameter  $\theta$ . Since the ML estimation is provided in Chesneau et al. (2020) previously, more details on MLE for the IML distribution can be found in Chesneau et al. (2020). To estimate the parameter, iterative techniques are used.

$$\begin{aligned} \ell(\theta) = \log[L(\theta)] &= n \log(\theta) - n \log(1 + \theta) - 2\theta \sum_{i=1}^n \frac{1}{x_i} \\ &+ \sum_{i=1}^n \log \left[ (1 + \theta)e^{\theta/x_i} + \frac{2\theta}{x_i} - 1 \right] - 2 \sum_{i=1}^n \log(x_i). \end{aligned} \quad (3)$$

#### CvM estimation

The parameter estimation can be derived by minimizing the subsequent objective function. Here,  $(\cdot)$  is the cdf of the IML distribution provided in Equation (2)

$$CvM = \sum_{i=1}^n \left[ F(x_{(i)}; \theta) - \frac{2i-1}{2n} \right]^2 + \frac{1}{12n} \quad (4)$$

The nonlinear equation in Equation (5) yields a CvM estimate for the parameter  $\theta$ . Here, iterative techniques are used to obtain an estimation of the parameter  $\theta$ .

$$\frac{\partial CvM}{\partial \theta} = 2 \left( \frac{2i-1}{2n} - e^{-\frac{\theta}{y}} \left( \frac{\theta e^{-\frac{\theta}{y}}}{y(\theta+1)} + 1 \right) \right) \left( e^{-\frac{\theta}{y}} \left( \frac{\theta e^{-\frac{\theta}{y}}}{y(\theta+1)^2} - \frac{e^{-\frac{\theta}{y}}}{y(\theta+1)} + \frac{ae^{-\frac{\theta}{y}}}{y^2(\theta+1)} \right) + \frac{e^{-\frac{\theta}{y}} \left( \frac{\theta e^{-\frac{\theta}{y}}}{y(\theta+1)} + 1 \right)}{y} \right) = 0 \quad (5)$$

#### LS estimation

The LS estimation of the parameter  $\theta$  is obtained by minimizing the following function with respect to the parameter.

$$LS = \sum_{i=1}^n \left( \frac{i}{n+1} - \left( 1 + \theta \frac{1}{1+\theta} \frac{1}{y} e^{-\frac{\theta}{y}} \right) e^{-\frac{\theta}{y}} \right)^2 \quad (6)$$

The nonlinear equation below yields an LS estimate for the parameter  $\theta$ . Here iterative techniques are used to obtain estimation of the parameter  $\theta$ .

$$\frac{\partial LS}{\partial \theta} = -2 \left( e^{-\frac{\theta}{x}} \left( \frac{\theta e^{-\frac{\theta}{x}}}{x(\theta+1)^2} - \frac{e^{-\frac{\theta}{x}}}{x(\theta+1)} + \frac{\theta e^{-\frac{\theta}{x}}}{x^2(\theta+1)} \right) + \frac{e^{-\frac{\theta}{x}} \left( \frac{\theta e^{-\frac{\theta}{x}}}{x(\theta+1)} + 1 \right)}{x} \right) \left( e^{-\frac{\theta}{x}} \left( \frac{\theta e^{-\frac{\theta}{x}}}{x(\theta+1)} + 1 \right) - \frac{i}{n+1} \right) = 0 \quad (7)$$

### Simulation Study

In this subsection, a Monte-Carlo simulation study is conducted to compare the estimation methods' efficiencies and examine if the estimations are applicable in different conditions. The simulations are run 1000 times considering sample sizes  $n=25, 50, 100,$  and  $500$ . The selected parameter values are  $\theta = 0.3, 0.5, 2,$  and  $3$ . These values are chosen by looking up the related literature to ensure the simulation accurately reflects the real-world scenario. Estimates are calculated by using the "fminsearch" function in the Matlab R2021a optimization toolbox. The performances are compared using mean, variance, and Mean Squared Error (MSE) criteria for the ML, LS, and CvM estimation methods. The MSE is formulated as follows.

$$MSE(\hat{\theta}) = E(\theta - \hat{\theta})^2 \quad (8)$$

**Table 1.** The Simulation Results

| Method                | Mean     | Variance | MSE      | Method                | Mean     | Variance | MSE      |
|-----------------------|----------|----------|----------|-----------------------|----------|----------|----------|
| n=25, $\theta = 0.5$  |          |          |          | n=25 $\theta = 2$     |          |          |          |
| MLE                   | 0.509471 | 0.006735 | 0.006824 | MLE                   | 2.04229  | 0.130672 | 0.13246  |
| LS                    | 0.504842 | 0.007537 | 0.00756  | LS                    | 2.038945 | 0.166597 | 0.168114 |
| CvM                   | 0.506528 | 0.007555 | 0.007597 | CvM                   | 2.047908 | 0.167586 | 0.169881 |
| n=50, $\theta = 0.5$  |          |          |          | n=50, $\theta = 2$    |          |          |          |
| MLE                   | 0.502339 | 0.003358 | 0.003364 | MLE                   | 2.038514 | 0.063793 | 0.065276 |
| LS                    | 0.502048 | 0.003953 | 0.003957 | LS                    | 2.034189 | 0.07326  | 0.074429 |
| CvM                   | 0.502904 | 0.003959 | 0.003967 | CvM                   | 2.038987 | 0.073562 | 0.075082 |
| n=100, $\theta = 0.5$ |          |          |          | n=100, $\theta = 2$   |          |          |          |
| MLE                   | 0.501921 | 0.001504 | 0.001507 | MLE                   | 2.009743 | 0.032157 | 0.032252 |
| LS                    | 0.500729 | 0.001712 | 0.001713 | LS                    | 2.01138  | 0.042017 | 0.042147 |
| CvM                   | 0.501164 | 0.001714 | 0.001715 | CvM                   | 2.013732 | 0.042087 | 0.042276 |
| n=500, $\theta = 0.5$ |          |          |          | n=500, $\theta = 2$   |          |          |          |
| MLE                   | 0.500585 | 0.000335 | 0.000336 | MLE                   | 2.002023 | 0.00587  | 0.005874 |
| LS                    | 0.500463 | 0.000377 | 0.000378 | LS                    | 2.001421 | 0.007079 | 0.007081 |
| CvM                   | 0.500551 | 0.000378 | 0.000378 | CvM                   | 2.001898 | 0.007082 | 0.007085 |
| n=25, $\theta = 3$    |          |          |          | n=25, $\theta = 0.3$  |          |          |          |
| MLE                   | 3.100257 | 0.339193 | 0.349245 | MLE                   | 0.307    | 0.002437 | 0.002486 |
| LS                    | 3.071424 | 0.412546 | 0.417647 | LS                    | 0.304749 | 0.002812 | 0.002834 |
| CvM                   | 3.08666  | 0.415672 | 0.423182 | CvM                   | 0.305747 | 0.00282  | 0.002853 |
| n=50, $\theta = 3$    |          |          |          | n=50 $\theta = 0.3$   |          |          |          |
| MLE                   | 3.028521 | 0.160343 | 0.161156 | MLE                   | 0.304569 | 0.001168 | 0.001188 |
| LS                    | 3.019026 | 0.184984 | 0.185346 | LS                    | 0.304358 | 0.001351 | 0.00137  |
| CvM                   | 3.02664  | 0.185835 | 0.186544 | CvM                   | 0.30484  | 0.001352 | 0.001376 |
| n=100, $\theta = 3$   |          |          |          | n=100, $\theta = 0.3$ |          |          |          |
| MLE                   | 3.014135 | 0.075792 | 0.075992 | MLE                   | 0.3015   | 0.000616 | 0.000618 |
| LS                    | 3.007577 | 0.089665 | 0.089723 | LS                    | 0.300825 | 0.000687 | 0.000688 |
| CvM                   | 3.011494 | 0.089879 | 0.090011 | CvM                   | 0.301069 | 0.000688 | 0.000689 |
| n=500, $\theta = 3$   |          |          |          | n=500, $\theta = 0.3$ |          |          |          |
| MLE                   | 3.001633 | 0.014596 | 0.014598 | MLE                   | 0.300655 | 0.000103 | 0.000103 |
| LS                    | 3.000802 | 0.017865 | 0.017865 | LS                    | 0.30068  | 0.000118 | 0.000119 |
| CvM                   | 3.001597 | 0.017875 | 0.017877 | CvM                   | 0.300729 | 0.000118 | 0.000119 |

Upon reviewing the simulation results, it can be seen that the MSEs of all estimates decrease as the sample size increases. These observation suggest that the considered estimation methods may be well-suited for data fitting purposes. Moreover, the MSE of the MLE seems to approach zero more

quickly than those of the LS and CvM methods. It can be also inferred, for the lower values of the parameter, the MSE's are much smaller.

The simulation results evaluated for each parameter as follows. According to Table 1 when  $\theta = 0.5$ , the ML estimation provided lower MSE values for all sample sizes and the LS and CvM methods performed similarly.

Similarly, when  $\theta = 3$ , the ML estimation method performs better than the CvM and LS methods, and the LS estimates also provided smaller MSEs than the CvM.

When  $\theta = 2$  for all sample sizes considered the MLE method is slightly better than the other two rivals. Similarly when  $\theta = 0.3$  the MLE method is slightly better considering MSE values for all sample sizes considered.

Overall, it can be observed that the LS method generally exhibits lower values of MSE than the CvM method, and the results of the simulation study favor the MLE method. However, since the LS and CvM methods performed very well, their modeling performances are worth examining with real data applications.

## RESULTS AND DISCUSSION

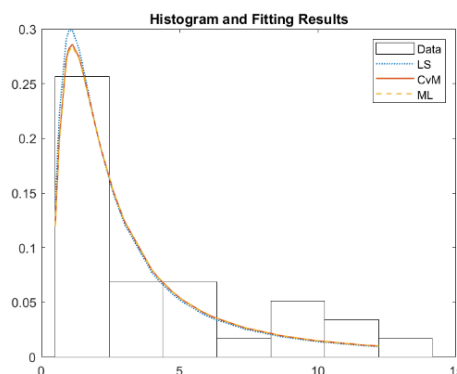
In this section, the data used in the application are presented. Then various data are modeled using IML distribution considering the ML, CvM, and LS methods. The results are compared using several criteria including root mean squared error (RMSE), coefficient of determination ( $R^2$ ), and the Kolmogorov-Smirnov goodness of fit test statistic (KS). Lower values of RMSE and KS test statistic and higher values of  $R^2$ , and KS p-values demonstrate better fitting performance.

### Applications

In this subsection, the IML distribution is fitted to the given data, and comparisons for the estimation methods are provided in Tables 2, 3, and 4 for the first, second, and third data, respectively. In addition, fitted densities are visualized in Figures 2, 3, and 4 for the estimation methods. To implement the analysis, Matlab R2021 software and its functions are used.

**Table 2.** Estimated parameter and fitting criteria results for the first data set

| Method | KS(p-value)      | $R^2$    | RMSE     | $\hat{\theta}$ |
|--------|------------------|----------|----------|----------------|
| ML     | 0.122502(0.7134) | 0.982059 | 0.037387 | 2.153682       |
| LS     | 0.115218(0.7787) | 0.979678 | 0.039575 | 2.048729       |
| CvM    | 0.121582(0.7218) | 0.982138 | 0.037277 | 2.140409       |

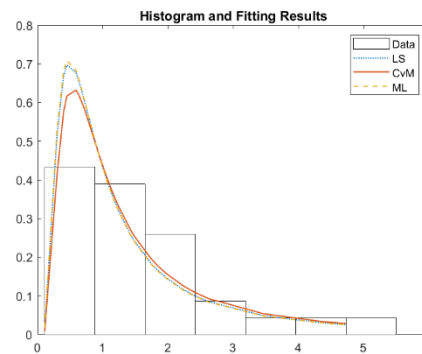


**Figure 2.** Estimation methods fitting plot for the first data set

When Table 2 examined although the ML and CvM methods were performed very closely it can be seen that CvM estimates stand out in more criteria for dataset 1. In addition, according to Figure 2 the CvM and ML method are fitted very similarly as well.

**Table 3.** Estimated parameter and fitting criteria results for the second data set

| Method | KS(p-value)        | $R^2$    | RMSE     | $\hat{\theta}$ |
|--------|--------------------|----------|----------|----------------|
| ML     | 0.139395(0.557525) | 0.937258 | 0.062812 | 0.922262       |
| LS     | 0.133713(0.609556) | 0.943439 | 0.060104 | 0.934013       |
| CvM    | 0.133032(0.615863) | 0.959702 | 0.050337 | 1.01983        |

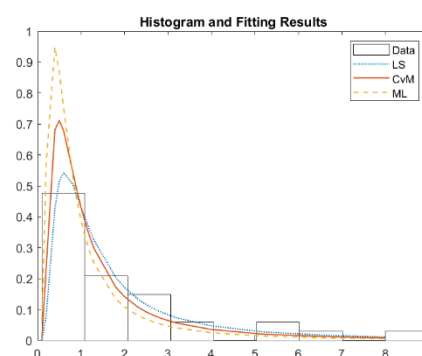


**Figure 3.** Estimation methods fitting plot for the second data set

According to Table 3, the CvM method performed better for all of the criteria in modeling the second dataset. Also from Figure 3, it can be seen that ML and LS methods overfitted the data at the peak of the distribution.

**Table 4.** Estimated parameter and fitting criteria results for the third data set

| Method | KS(p-value)        | $R^2$    | RMSE     | $\hat{\theta}$ |
|--------|--------------------|----------|----------|----------------|
| ML     | 0.193049(0.138677) | 0.899053 | 0.099107 | 0.704007       |
| LS     | 0.196431(0.126391) | 0.914371 | 0.093426 | 1.18378        |
| CvM    | 0.112336(0.742425) | 0.969335 | 0.05534  | 0.923025       |



**Figure 4.** Estimation methods fitting plot for the third data set

According to Table 4, the CvM method performed better for all of the criteria in modeling the third dataset. Moreover, from Figure 4, it can be seen that the ML method overfitted the data at the peak of the distribution, and although the CvM estimation overfitted at the peak of the distribution, it described the data for the rest of the distribution better.

Accurate parameter estimation is crucial for effectively describing data. Different estimation methods can stand out depending on the data and its specific characteristics. For this study, it can be said that the LS and CvM estimations provided more accurate estimations for the parameter of the IML

distribution than the ML method for considered data. For the first data set, using the LS estimation resulted in a higher p-value compared to previous studies (Kumar et al., 2023), which used order statistics in the estimation the parameter of the IML distribution. For the second data set, the CvM estimation for the parameter fitted better than reported in Kumar et al., (2023) as well. Overall, while ML remains a powerful tool for parameter estimation, CvM offers significant benefits in practical scenarios involving skewed data. No additional studies have been included in the discussion, as the other studies in the literature (overviewed in the Introduction section) are based on estimation for record values or censoring schemes.

## CONCLUSION

In this study, the LS, CvM, and ML methods are utilized for estimating the parameter of the IML distribution and the methods' modeling performances compared through simulation study and real data applications. According to the Monte Carlo simulation study, it was observed that the MLE method generally outperformed the LS and CvM estimations with the slightest difference. In the case of real data applications, the CvM method demonstrated superior performance compared to its rivals. In conclusion, this study contributes to the literature by presenting the LS and CvM estimation methods for the IML distribution, alongside the conventional MLE method and applying these methods data from various fields successfully.

## Conflict of Interest

The article's author declares that there is no conflict of interest.

## REFERENCES

- Abd Al-Fattah, A. M., El-Helbawy, A. A., & Al-Dayian, G. R. (2017). Inverted Kumaraswamy distribution: properties and estimation. *Pakistan Journal of Statistics*, 33(1).
- Abouammoh, A. M., & Alshingiti, A. M. (2009). Reliability estimation of generalized inverted exponential distribution. *Journal of Statistical Computation and Simulation*, 79(11), 1301–1315. <https://doi.org/10.1080/00949650802261095>
- Arslan, T., Acitas, S., & Senoglu, B. (2022). Modified minimum distance estimators: definition, properties and applications. *Computational Statistics*, 37(4), 1551–1568. <https://doi.org/10.1007/s00180-021-01170-8>
- Bagci, K., Arslan, T., & Celik, H. E. (2021). Inverted Kumaraswamy distribution for modeling the wind speed data: Lake Van, Turkey. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 135, 110110. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.rser.2020.110110>
- Bagci, K., Erdogan, N., Arslan, T., & Celik, H. E. (2022). Alpha power inverted Kumaraswamy distribution: Definition, different estimation methods, and application. *Pakistan Journal of Statistics and Operation Research*, 13–25.
- Bhaumik, D. K., & Gibbons, R. D. (2006). One-sided approximate prediction intervals for at least p of m observations from a gamma population at each of r locations. *Technometrics*, 48(1), 112–119. <https://doi.org/10.1198/004017005000000355>
- Chesneau, C., Tomy, L., Gillariose, J., & Jamal, F. (2020). The inverted modified Lindley distribution. *Journal of Statistical Theory and Practice*, 14(3), 46. <https://doi.org/10.1007/s42519-020-00116-5>

- Dey, S., Singh, S., Tripathi, Y. M., & Asgharzadeh, A. (2016). Estimation and prediction for a progressively censored generalized inverted exponential distribution. *Statistical Methodology*, 32, 185–202. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.stamet.2016.05.007>
- Donoho, D. L., & Liu, R. C. (1988). The "automatic" robustness of minimum distance functionals. *The Annals of Statistics*, 16(2), 552–586.
- Hasaballah, M. M., Tashkandy, Y. A., Bakr, M. E., Balogun, O. S., & Ramadan, D. A. (2024). Classical and Bayesian inference of inverted modified Lindley distribution based on progressive type-II censoring for modeling engineering data. *AIP Advances*, 14(3), 035021. <https://doi.org/10.1063/5.0190542>
- Hassan, A. S., Elgarhy, M., & Ragab, R. (2020). Statistical properties and estimation of inverted Topp-Leone distribution. *J. Stat. Appl. Probab*, 9(2), 319–331.
- Khan, M. S. (2014). Modified inverse Rayleigh distribution. *International Journal of Computer Applications*, 87(13), 28–33.
- Kumar, D., Nassar, M., Dey, S., Elshahhat, A., & Diyali, B. (2022). Analysis of an inverted modified Lindley distribution using dual generalized order statistics. *Strength of Materials*, 54(5), 889–904. <https://doi.org/10.1007/s11223-022-00466-4>
- Kumar, D., Yadav, P., & Kumar, J. (2023). Classical inferences of order statistics for inverted modified Lindley distribution with applications. *Strength of Materials*, 55(2), 441–455. <https://doi.org/10.1007/s11223-023-00537-0>
- Murthy, D. N. P., Xie, M., & Jiang, R. (2004). *Weibull models*. John Wiley & Sons.
- Rasekhi, M., Alizadeh, M., Altun, E., Hamedani, G. G., Afify, A. Z., & Ahmad, M. (2017). The modified exponential distribution with applications. *Pakistan Journal of Statistics*, 33(5).
- Sharma, V. K., Singh, S. K., Singh, U., & Agiwal, V. (2015). The inverse Lindley distribution: a stress-strength reliability model with application to head and neck cancer data. *Journal of Industrial and Production Engineering*, 32(3), 162–173. <https://doi.org/10.1080/21681015.2015.1025901>