

T.C.

**AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**MISIR TANESİNDE HAM SELÜLOZ İÇİN NIR KALİBRASYONU
OLUŞTURULMASI**

**VETERİNER HEKİM
ALİ METEHAN ÇULFA**

HAYVAN BESLEME VE BESLENME HASTALIKLARI ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**DANIŞMAN
Doç.Dr. İ. Sadi ÇETİNGÜL**

**AFYON
2018**

**Bu Tez Afyon Kocatepe Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu
tarafından 14.SAĞ.BİL.18 Proje Numarası İle Desteklenmiştir.**

Tez No: 2018-008

2018-AFYONKARAHİSAR

KABUL VE ONAY SAYFASI

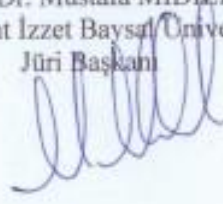
Afyon Kocatepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü

Hayvan Besleme ve Beslenme Hastalıkları Tezli Yüksek Lisans Programı

çerçevesinde yürütülmüş bu çalışma, aşağıdaki jüri tarafından
Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Savunma Tarihi: 26.06.2018

Prof. Dr. Mustafa MİDİLLİ
Bolu Abant İzzet Baysal Üniversitesi
Jüri Başkanı



Doç. Dr. İ. Sadi ÇETİNGÜL
Afyon Kocatepe Üniversitesi
Üye



Dr. Öğr. Üyesi Cangir UYARLAR
Afyon Kocatepe Üniversitesi
Üye



Hayvan Besleme ve Beslenme Hastalıkları Tezli Yüksek Lisans Programı öğrencisi Ali Metehan ÇULFA' nın "Mısır Tanesinde Ham Selüloz Analizi için NIR Kalibrasyonu Oluşturulması" başlıklı tezi/...../2018 günü saat ' da Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği'nin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

Enstitü Müdürü

ÖNSÖZ

Bu çalışmanın gerçekleştirilmesinde, değerli bilgilerini benimle paylaşan, kendisine ne zaman danışsam bana kıymetli zamanını ayıran kıymetli danışman hocam Doç. Dr. İ. Sadi ÇETİNGÜL'e teşekkürlerimi ve şükranlarımı sunuyorum. Afyon Kocatepe Üniversitesi Veteriner Fakültesi Hayvan Besleme ve Beslenme Hastalıkları Anabilim Dalı'ndaki diğer hocalarım Prof. Dr. İsmail BAYRAM, Doç. Dr. Tuba BÜLBÜL , Dr. Öğretim Üyesi Cangir UYARLAR ve Arş. Grv. Dr. Eyüp Eren GÜLTEPE' ye tüm yardımları için teşekkür ve saygılarımı sunarım.

Son olarak çalışma boyunca desteklerini esirgemeyen canım eşim Aydan ÇELİK ÇULFA ' ya , sevgili annem Gülten ÇULFA'ya ve değerli babam Mehmet ÇULFA ' ya sonsuz teşekkürlerimi bir borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

1. GİRİŞ	1
1.1. Mısır Bitkisi ve Tanesi	3
2. HAMMADDELER VE YEMLERDE BESİN MADDE ANALİZLERİ	7
2.1. Fiziksel Analizlere Göre Değerlendirilmesi	7
2.2. Kimyasal Analizlere Göre Değerlendirilmesi	8
2.2.1 Kuru Madde (KM)	8
2.2.2 İnorganik Madde (Ham Kül; HK)	8
2.2.3 HCL Asitte Çözünmeyen Kül	8
2.2.4 Organik Madde (OM)	8
2.2.5 Ham Protein (HP)	9
2.2.6 Ham Yağ (HY)	9
2.2.7 Nitrojensiz Öz Maddeler	9
2.2.8 Ham Selüloz (HS)	9
3. KARBONHİDRATLAR	10
3.1. Yapısal (Fibröz) Karbonhidratlar	10
3.2. Yapısal Olmayan (Non Structural Carbohydrates) Karbonhidratlar	10
4. HAM SELÜLOZ VE TAYİNİ	12
5. YAKIN KIZILÖTESİ YANSIMA SPEKTROSKOPİSİ (NIRS)	13
5.1. Dönüşümlü Yakın Kızılötesi Yansıma Spektroskopisi (FT-NIRS)	14
5.2. NIR Cihazı Çalışma Prensibi	16
6. MATERYAL VE METOT	18
6.1. Kalibrasyonların Oluşturulması, Veri Analizi Ve Kemometrik Analizler	19
7. BULGULAR	20
8. TARTIŞMA	23
9. SONUÇ	28
10. ÖZET	29
11. SUMMARY	29
12. KAYNAKLAR	30
13. ÖZGEÇMİŞ	39

ŞEKİLLER DİZİNİ

TABLO 1. BUĞDAY, ÇENTİK VE MISIR ÜRETİMİNİN EN YÜKSEK OLDUĞU ÜLKELER VE MİKTARLARI-----	4
TABLO 2. BÖLGELERİMİZDEKİ MISIR EKİM ALANI VE ÜRETİMİ DEĞERLERİ-----	4
TABLO 3. BAZI LİGNOSELÜLOZİK MADDELER VE BİLEŞENLERİ-----	11
TABLO 4. MISIR TANESİNDE YAŞ KİMYA SONUÇLARI-----	20
TABLO 5. DÜNYANIN FARKLI BÖLGELERİ VE TANE MISIR HS DEĞERLERİ-----	25
TABLO 6. TANE MISIR İLE İLGİLİ YAPILMIŞ NIR ÇALIŞMALARINDAN BAZI ÇALIŞMALARDAN ÖRNEKLER--	26
RESİM 1. MISIR BİTKİSİNİN TARİH İÇİNDEKİ DEĞİŞİMİ-----	5
RESİM 2. TANE YAPILARINA GÖRE MISIR ÇEŞİTLERİ-----	6
RESİM 3. HAM SELÜLOZ TAYİN CİHAZI-----	13
RESİM 4. FT-NIR CİHAZI-----	16
ŞEKİL 1. NIR IŞINLARI-----	16
GRAFİK 1. NORMALİZASYON UYGULANMIŞ SPEKTRA SETİ-----	20
GRAFİK 2. TAHMİNLEME REZİDÜAL HATASININ KARELER TOPLAMI-----	21
GRAFİK 3. KALİBRASYON SETİNİN TUTARLILIK ANALİZLERİ-----	21
GRAFİK 4. KALİBRASYON VE VALİDASYON SETİ MODELLERİ-----	22

SİMGELER KISALTMALAR

%	Yüzde
AB	Avrupa Birliği
ADF	Asit Deterjan Fiber
C	Santigrat
CTBA	Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide
cm	Santimetre
da	Dekar
FT-NIR	Fourier Transform Near Infrared Reflektans
g	Gram
ha	Hektar
HK	Ham Kül
HP	Ham Protein
HS	Ham Selüloz
HY	Ham Yağ
IGC	International Grains Council
kcal	Kilokalori
kg	Kilogram
log	Logaritma
Max	Maksimum
ME	Metabolize enerji
Min	Minimum
MSC	Çarpımsal dağılım düzeltmesi
MTBE	Methyl tertiary-butyl eter
N	Azot
NDF	Nötral Deterjan Lif
NIR (NIRS)	Near-infrared Reflektans Spectroscopy
mg	Miligram
mm	Milimetre
nm	Nanometre
PLS	Kısmi en küçük kareler metodu
R	Regresyon katsayısı
R ²	Determinasyon katsayısı
SD	Standart Sapma
SEC	Kalibrasyonun standart hatası
SEP	Tahminlemenin standart hatası
SNV	Standard Normal Variate
TMO	Toprak Mahsülleri Ofisi
USDA	United States Department of Agriculture
vb	Ve benzeri
PRESS	Tahminleme rezidual hatasının kareler toplamı

1.Giriş

Beslenme insanoğlunun şüphesiz en önemli fizyolojik ihtiyacıdır. İnsanlar yaşamları boyunca besinsel ihtiyaçlarını bitkisel ve hayvansal kökenli gıdalardan karşılamıştır. Dünya nüfusunun artmasıyla birlikte açlık sorunu ile henüz karşı karşıya kalınmasa da ekonomik ve kolay temin edilen tahıl ağırlıklı dengesiz beslenme şekli görülmeye başlanmıştır.

İnsanların büyük bir kısmı, ihtiyaç duydukları enerjiyi büyük oranda tahıllardan karşılamaktadır ve dünyada beslenme de kullanılan tahıllar öncelikle buğday, çeltik ve mısır oluşturmaktadır (Tablo 1).

Nüfusun artmasıyla birlikte mısır; yüksek verim, enerji ve besin içeriği ile açlık sorununda diğer tahıllardan daha önemli bir görev alacaktır. Mısır üretiminin; %90 ı insan gıdası ve hayvan yemi hammaddesi olarak , %10 u ise endüstriyel amaçlı tüketilmektedir. Mısır tanesinin besin içeriği; enerji kaynağı olması, nişasta kaynağı olması ve sindirilebilirlik derecesinin yüksek olması sebebiyle beslenmede önemli kılmaktadır (Yuan ve Flores, 1995).

Hayvan beslemede kullanılan ham maddeler ve yemler; Weende analizleri, İn vitro teknikler, Van Soest analizleri, enzimatik yöntemler gibi çeşitli laboratuvar teknikleriyle hesaplanabilmektedir (Goldman ve ark., 1987). Güvenilir ve doğru neticeler vermesi sebebiyle bu yöntemler bugünde hala geçerliliğini sürdürmektedir. Hâlihazırda Weende analizleri 1865 yılında Almanya'nın Weende Araştırma İstasyonu'nda geliştirilmiştir. Weende sisteminde ham su, ham kül, ham protein, ham selüloz, ham yağ ve azotsuz öz madde incelenen ana unsurlardır. Bununla birlikte ilerleyen teknoloji sebebiyle laboratuvar teknolojileri de ilerlemektedir. Yem sektörü de ışın teknolojisini kullanmaya ve önemini anlamaya başlamıştır. En önemli gelişmeyi sağlayan ise, near infrared reflektans spektroskopisi (NIRS) yani yakın kızılötesi yansıma spektroskopisi teknolojisidir.

Günümüzde kimyasal analiz metodlarına seçenек olarak geliştirilen; maliyet ve analiz süresi benzeri avantajları kazandıran metod çeşidi olmuştur. NIR (Yakın Kızıl Ötesi Yansıma) kullanım alanı büyük bir hızla yaygınlaşan alternatif metotlardan olmuştur (Egesel ve ark., 2015).

NIR teknolojisinin gelişim aşaması 1800'ü yıllarda W. Herscell'in arařtırmalarına dayanmaktadır moleküller arası hidrojen baęlarıyla NIR teknolojisi arasındaki baęın tespiti bu řekilde ortaya konmuřtur. (Davies, 1999).

Teknolojinin kullanılmaya bařlanması, 1960'lı yıllarda K. Norris tarafından tarımsal ürünlerde nem miktarlarının ölçümü için NIR teknolojisinden yararlanmaya bařlanılmıřtır (Pasquini, 2003; Aenugu ve ark., 2011). NIR analizlerinin pek çok avantajı yanında kimyasal madde kullanımının olmaması, sarf malzemenin olmaması ve analiz süresinin kısa olması, paralel zamanlı analiz yapılabilmesi, aynı numunenin yeniden kullanılabilmesi ve analiz için çok az miktarda numunenin yeterli olması NIR kullanımının cazibesini artıran unsurlardır. (Ertugay ve Bařlar, 2010).

NIR spektroskopisi yönteminin bilimsel (Pasquini, 2003) ve uygulamalı alanlarda (Osborne, 2000) yoğun olarak kullanılma arzusunu getirmiřtir. 1980'lerden bu güne uluslararası standart kuruluřlarının referans yöntemler içine NIR analiz yöntemlerinin eklemesi bu yöntemin kullanım sahasını büyötmüřtür (Osborne, 2000). Bir çok alanda analizi yapılmak istenen ürünlere yönelik "kalibrasyon" ismi konulan NIR tahmin modelleri geliřtirilmiřtir.

NIRS (Near İnfrared Reflektans Spektroskopisi) yöntemi sayesinde yemlerin kimyasal yapı içeriklerinin belirlenmesine dair çeřitli birçok çalıřmalar bulunmaktadır (Norris ve Hart, 1965; Shenk, 1992). NIRS (Near İnfrared Reflektans Spektroskopisi), arařtırmacılar tarafından yemlerin kimyasal yapı içeriklerinin doęru bir řekilde belirlenmesini saęlayan bir yöntem olarak kabul edilmiřtir (Norris ve ark., 1976; Shenk ve Westerhaus, 1985; Redshawve ark., 1986; Barber ve ark., 1990; Williams ve Sobering, 1993; Park ve ark., 1997).

İlk olarak 1968 yılında Norris ve arkadařları tarafından NIR cihazı soya fasulyesi analizinde kullanılmıřtır. Bununla birlikte buędayda protein içerięinin bařarılı bir řekilde belirlenmiř olması dikkat çekmiřtir. Geleneksel yöntemlere göre avantajlı olan bu metodun gelişmesi oldukça zaman almıřtır. Kemometri ve bilgisayar teknolojilerinin gelişmesiyle birlikte hem gıda biliminde hem de dięer bilim dallarındaki kullanım alanları hızla artmıřtır (Ertugay ve Bařlar, 2010).

Hammaddelerde besin madde analizleri yani Wende analizleri dediğimiz analizlerle Ham Protein (HP), Ham Yağ (HY), Kuru madde (KM), Ham Selüloz (HS), Ham Kül (HK) ve Azotsuz Öz Maddeler olarak yaygın olarak kullanılan analizlerle tespit edilmektedir. Mevcut bu analizlerin yapılması için çeşitli kimyasal kullanılması ve bu analizler için 1-2 gün çalışılmasından dolayı son 20 yıl içinde yem sanayinde kullanılabilirliği ortaya konmuş olan Yakın Kızıl Ötesi Yansıma cihazlarıyla (NIR) bu analizlerin çok daha hızlı ve herhangi bir kimyasal hazırlamadan yapılabildiği tespit edilmiştir. Ancak bu cihazların sağlıklı ve doğru bir şekilde kullanımında kalibrasyon son derece önemlidir.

Bu çalışmada ülkemizin farklı bölgelerinden temin edilmiş mısır numunelerinde yaş yakma usulüyle selüloz değerlerinin tespiti ve bu değerlerle NIR cihazının mısır selüloz değerleri üzerine kalibrasyonu hedeflenmiştir.

1.1 Mısır Bitkisi ve Tanesi

Mısır; Ülkemizde de tahıllar içerisinde, buğday ve arpa tarımından sonra üçüncü sırada yer almaktadır. Mısır ise yeryüzünde tropik ve ılıman bölgelerde yetişebilen ve tarla bitkileri arasında verimli bir bitki çeşitidir (Kırtok, 1998). Adaptasyon yeteneği tüm koşullara dayanıklı çok mısır çeşitleri vardır. Mısır bitkisi uygun koşullarda yaklaşık 60 gün içerisinde 3 m boyuna gelebilmektedir. Daha sonra yaklaşık 60 gün içerisinde 800-900 arasında tane içeren koçanı yetiştirebilmektedir. Mısır ,sindirilebilir enerji seviyesinin yüksek olmasıyla tüm dünyada büyükbaş ve küçükbaş hayvan beslenmesinde, çoğunlukla da süt sığırcılığında kullanılmaktadır (Akdemir ve ark.,1997).

Dünyada en fazla mısır Amerika kıtasında üretilmektedir. Amerika, dünyanın toplam mısır üretiminin yaklaşık % 45'ini karşılayabilmektedir (Anonim, 2018). AB ülkelerinde mısır, silaj ve dane olarak kullanılmak üzere yetiştirilmektedir. Güney kısımlarında danelik yetiştirme öne çıkarken, kuzeyde ise silajlık yetiştirme öne çıkmıştır (Doreau ve Philippeu 1999).

Tablo 1.Buğday, Çentik ve Mısır Üretiminin En Yüksek Olduğu Ülkeler ve Miktarları (TÜİK, 2016)

Ülkeler	Üretilen Ürün	Miktarı (Ton)
Çin	Buğday	131689035
Çin	Çeltik	209503037
USA	Mısır	384777890

Türkiye de ise silajlık mısır gelişmekte olan bir değer olup, hibrit ihtiyacı çok fazla bir üründür. Ruminant beslenmesinde oldukça önemli olan silajın temin edilmesinde birtakım sorunlar yaşanmakta ancak ülkemizde bu eksiklik silajlık değeri olmayan diğer mısır çeşitleri ile tamamlanmaktadır. Bununla birlikte çeşitleri geliştirilen verimli ve kalitesi yüksek danelik mısırın; kaliteli silajlık olarak kullanılabilceği de düşünülmeye başlanmış, seleksiyon yöntemi aracılığıyla yetiştiricilik teknikleri silajlık mısır için tekrar değerlendirmeye alınmıştır (Ma ve ark. 2006). Ülkemizde ki bölgelere göre mısır ekim alanları Tablo 2’de gösterilmiştir.

Tablo 2.Bölgelerimizdeki Mısır Ekim Alanı ve Üretimi Değerleri (TÜİK 2016)

BÖLGELER	Ekiliş (da)	Üretim (Ton)	Verim (kg/d)
Marmara	682.905	644.834	945
Karadeniz	707.808	253.620	358
İç Anadolu	633.002	625.682	988
Ege	816.050	897.409	1.100
Akdeniz	2.072.568	2.285.568	1.103
G.Doğu Anadolu	1.856.436	1.666.249	898
Doğu Anadolu	36.224	26.638	735
TÜRKİYE (Toplam)	6.881.690	6.400.000	933

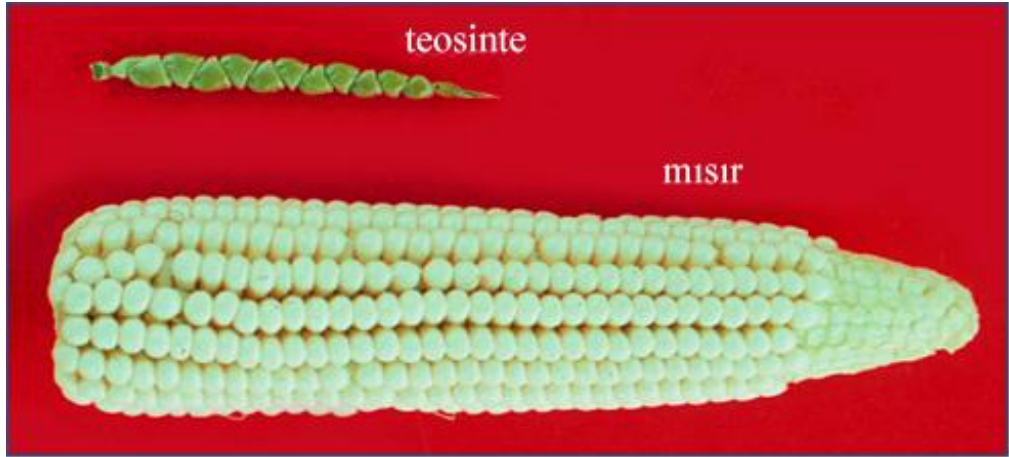
Mısır bitkisinin geleceği kadar geçmişi de önem arz edip, bu konuda araştırmalar yapılmıştır. Arkeolojik kazılar sonucu elde edilen tüm bulgulara dayanarak, mısır bitkisinin 10.000 yıllık geçmişi olduğunu gözlemlenmiştir. (Jugenheimer,1958; Berger, 1962; Kün, 1985; Dowswell ve ark., 1996 ve Kırtok, 1998).

Yeni dünya keşiflerinin yapıldığı yıllarda, Amerika kıtasının çoğu bölgesinde mısır yetiştiriciliği yapıldığı tespit edilmiştir. Sert mısır, at dişi mısır, unlu mısır, cin mısır ve şeker mısır çeşitlerinin yetiştiriciliği o yıllarda da yapılmaktaydı. Mısır bitkisi Meksika yüksek arazilerinde, Güney Amerika ve Orta Amerika'da bulunan yerli halkın önemli besin kaynaklarından biriydi (Jugenheimer, 1958).

Geçmişte Güney ve Kuzey Amerika da yaşayan kıvılcık derililerde, mısır yaratıcılarının bir hediyesi olarak bilinmekteydi (Babaoğlu,2005). Amerikanın keşfinden ardından İngiliz ve İspanyollar mısır yetiştiriciliğini ve kullanım alanlarını kıvılcık derili yerli insanlardan öğrenmişlerdir (Jugenheimer, 1958).

Mısırın geçmişten günümüze yaşadığı değişim Resim 1 'de verilmiştir.

Resim 1.Mısır Bitkisinin Tarih İçindeki Değişimi



Bu bitkiye ülkemizde Mısır adının verilmesi bu bitkinin Mısır ve Suriye üzerinden bu bitkinin ülkemize geldiğini akla getirmektedir (Kün, 1985 ve Kırtok, 1998).

Genel olarak tane yapılarına göre 5 farklı mısır çeşidi mevcuttur (Resim 2).

Bunlar; dişi mısır, sert mısır, unlu mısır, şeker mısır ve cin mısırdır (Watson, 1987).

Resim 2. Tane Yapılarına Göre Mısır Çeşitleri (Watson, 1987).



Türkiyede ki mısır çeşitleri at dişi mısır (*Zea mays indentata*), sert mısır (*Zea mays indurata*), cin mısır (*Zea mays everta*) ve şeker mısıridir (*Zea mays saccharata*), unlu mısır (*Zea mays amylacea*), Mumlu mısır (*Zea mays ceratina*), kavuzlu mısır (*Zea mays tunicata*) (Türkmen, 2011).

Diş mısır (*Zea mays indentata*); Diş mısır hem yumuşak hem de sert endospermden meydana gelmiştir (Watson, 1987). Bu çeşidi en fazla kullanılan türdür (Altinel, 2002).

Sert mısır (*Zea mays indurata*); Bu mısır ise sert endosperme sahip olup tane yapısı sert, yuvarlak tepeli, küçük ve düzdür. Taneler yumuşak ve nişastalı endosperm içerse de bu tabakanın dışı sert endosperm kısmıyla örtülüdür. Sert mısır diş mısıra benzer ve aynı amaçlar için kullanılır. Çoğunlukla güney Amerika'da yetişmektedir (Watson, 1987; Altinel, 2002).

Unlu mısır (*Zea mays amylacea*); Yumuşak mısır da denir, endosperm yapısı yumuşaktır. "Tortilla", mısır cipsi, fırın ürünleri ve bira sanayinde kullanılmaktadır (Altinel, 2002).

Şeker mısır (*Zea mays saccharata*); Bu çeşit mısır taze olarak, konserve ya da dondurarak tüketilebilir. Yapısında yüksek oranda şeker vardır ve sofrta tüketimi için oldukça uygundur. (Altinel, 2002).

Cin mısır (*Zea mays everta*); Cin mısır küçük, yuvarlak şekildedir. Çok sert camsı endosperme sahiptir. Kuru ısı uygulamalarında iç kısımdaki nem genişerek kabuğun dışına çıkar ve patlamış mısır elde edilir (Altinel, 2002).

Mumlu mısır (*Zea mays ceratina*); Mumlu mısıрын kesiti incelendiğinde mumsu bir yapıya sahip olduğu görülmektedir ve yapısı sadece dallı nişasta zincirinden oluşmaktadır. Kıvamlı gıda üretimi için nişasta imalinde kullanılır (Altinel, 2002).

Ülkemizde genellikle (% 80'ine yakını) sert mısır çeşidi oluşturmaktadır. Özellikle Samsun, Sakarya az miktarda Antalya ve Kocaeli illerinde at dişi mısır yetiştiriciliği yapılmaktadır. Bu mısır türünün verimi, kaliteli toprak şartlarında daha iyidir (Şahin,2001).

Son zamanlarda ülkemiz de çoğalan hayvan sayısına bağlı olarak yem bitkisi yetiştirme miktarlarındaki artışa rağmen yetersiz kalması, kış aylarında hayvanların yetersiz ve kalitesiz beslenmesi, silajlık yem bitkilerinin önemini arttırmıştır. Sonuç olarak mısır (*Zea mays L.*) dünyada ve Türkiye de hayvanların yem gereksinimini gidererek, çoğunlukla silaj olarak kullanılan bir yem bitkisi olmuştur (Başbağ ve ark., 1997).

Mısır bitkisinin birim alanındaki yeşil ot verim değerinin yüksek olması ve katkı maddesi olmaksızın silaj yapımına elverişli olması çok önemli bir özelliğidir. Mısır bitkisi bu sebeple hayvanların ihtiyaç duyduğu yem açığının tamamlaması açısından yetiştiriciliğinin önemini artırmış bulunmaktadır (Kılıç, 1986; Açıkgoz, 2001; Sade, 2002).

2.Hammaddeler ve Yemlerde Besin Madde Analizleri

Yemlerin hayvanlarda meydana getirecekleri etkilerin tespit edilmesine ve buna göre bir değerlendirme yapılmasına ihtiyaç olduğu fark edilmiştir. Ancak bu vesileyle yapılan bir değerlendirme ile hayvanların yeterli düzeyde ve ekonomik olarak beslenmeleri mümkün olacaktır. Türkiye'de yetiştirilen veya ithalat yoluyla getirilen tüm besin ve yem hammaddelerinde, fiziksel ve kimyasal analizler kalite öğelerini belirlemede kullanılmaktadır. Mısır bitkisinde ve tanesinde de bu kriterler geçerliliğini korumaktadır (Kutlu, 2008).

2.1 Fiziksel Analizlere Göre Değerlendirilmesi

Yemde ki yabancı cisimler, yabancı ot tohumları, kirlilik ve homojen olup olmadığı ile renk ve koku hususlarına özellikle dikkat edilmelidir. Topaklanma ve küflenme olup olmadığı tespit edilmektedir. Su miktarı yüksek yemlerin uzun süre saklanamayacaklarına dikkat edilmelidir.

Yemde su ve yağ miktarının fazla olup olmadığı, melas gibi yapışkan özelliği olan yem maddelerinin yeme katılıp katılmadığı belirlenmelidir. Her yem maddesinin kendine has özel bir rengi vardır. Renk değişikliklerinin hangi bozukluklardan ileri geldiği düşünülmelidir. Renk değişiklikleri üretim esnasında uygulanan yüksek ısıdan ileri gelebilir. Örneğin; ekstraksiyon yöntemi ile elde edilmiş soya küspesi sarıdan altın sarısına kadar değişebilen bir renkte olmasına rağmen yüksek ısıda elde edildiği zaman renginin daha koyu olduğu, kahverengiye dönüştüğü bilinmektedir. Yem maddeleri kendilerine has özel bir aromaya sahiptirler. Yüksek ısıda kavru olarak elde edilen yemler genellikle kokularından belli olur. Normal, iyi, acı, ekşi, küflü, kokuşma ve bozulmayı hissettiren kokular olabilir. Küf kokusu küflenmeden ileri gelir. Amonyak, hidrojen sülfür kokusu proteinin bakterilerle parçalanmasından açığa çıkar. Bir yemin kokusu, o yemin taze olup olmadığının belirgin bir göstergesidir (Türkmen,2011).

2.2 Kimyasal Analizlere Göre Değerlendirilmesi

Hammaddelerde ; ham protein (HP), ham yağ (HY), ham selüloz (HS), ham kül (HK) kuru madde (KM) ,metabolik enerji (ME), NDF (Neutral Detergent Fiber/Nötral Deterjan Sellülozu) ve ADF (Acid Detergent Fiber/Asit Deterjan Sellülozu) gibi kriterler kalite öğelerini belirlemede kullanılmaktadır. Bu analiz değerlendirmeleri Weende sistemine göre yapılmaktadır (Kutlu,2008).

2.2.1 Kuru Madde (KM):Yemlerde su uçurulduktan soma geriye kalan kısımdır. Kurumadde tüm besin maddelerini kapsadığından dolayı büyük önem taşır. Herhangi bir yemin kurumaddesi ne kadar çok ise besin maddece zengin olma olasılığı o kadar fazla demektir (Ergül,2008).

2.2.2 İnorganik Madde (Ham Kül; HK): Numunenin yakılmasıyla geriye kalan yanmamış kısma verilen isimdir (Ergül,2008).

2.2.3 HCL Asitte Çözünmeyen Kül: Ham külün Hidroklorik asitle muamele edilmesi neticesinde kalan kısımdır (Kutlu,2008).

2.2.4 Organik Madde (OM): Ham su ayrıldıktan sonra geriye kalan kısmın ham kül analizinde yanan kısmıdır (Kutlu,2008).

2.2.5 Ham Protein (HP): Organik maddeler içerisinde nitrojen içeren tüm maddelere Ham Protein denir. Ham protein kimyasal analiz sonucunda saptanan nitrojenin 6.25 sayısı ile çarpılması sonucunda bulunur (Ergül,2008).

2.2.6 Ham Yağ (HY): Ham yağ analizi yem maddesinin içerisinde bulunan maddelerin eter, benzen gibi organik çözücü maddelerle ekstrakte edilmesi ilkesine dayanır. Bu arada elde edilen maddeye ham yağ denir. Ham yağ kavramı içerisinde yağla birlikte eterik yağlar, yağ asitleri, sterinler, mumlar ve pigmentler (klorofil, karoten, ksantofil vb.) gibi maddelerde bulunmaktadır. Ham yağ analizi Soxhlet metodu ile Soxhlet cihazında yapılır. Bazı yem maddelerinde ortalama ham yağ miktarları bitkisel ve hayvansal yağlarda % 99,4, et-kemik ununda % 10, mısırdaki % 4, ekstraksiyon küspelerinde % 1 düzeyindedir. (Türkmen,2011)

2.2.7 Nitrojensiz Öz Maddeler: Yem içerisindeki N'siz öz maddeler nişasta ve şeker gibi kolay çözünebilen karbonhidratlardan oluşur (Kutlu,2008).

2.2.8 Ham Selüloz (HS): Kompleks nitelikteki karbonhidrat yapılarını oluşturan bu kısım ruminant dışındaki hayvanlar için güç sindirilebilen lignin, selüloz ve hemiselülozdan oluşan bir yapıdır.

Gerçekte, ham selüloz değişik yem değerlendirme sistemlerinde örneğin Amerikan sisteminde (NRC), ADF ve NDF olarak detaylandırılmaktadır. İngiliz sisteminde (ARC), Modified Acid Detergent Fiber şeklinde başka bir değerlendirme söz konusudur. Bu metotta da hücre duvarı ve hücre içeriği ayrı olarak değerlendirilmekte ve yemin ham selüloz içeriğinin fraksiyonel yapısı ortaya konulabilmektedir. ADF ve NDF analizlerinin her ikisi de Van Soest metoduna göre yapılır. NDF (Neutral Detergent Fiber) hücre duvarının lifli karbonhidratlarını (selüloz ve hemiselüloz), lignin, ligninleşmiş ve sıcaklıkla zarar görmüş bir kısım proteinleri ve silisyum içerir. Bu fraksiyon, yemin özgül ağırlığı hakkında da fikir veren iyi bir göstergedir. Sindirim sisteminin hacimsel kapasitesi dikkate alındığında, NDF değeri ile hayvanın yemi tüketimi hakkında da fikir sahibi olunabilir. ADF (Acid Detergent Fiber) ise NDF içerisinde hemiselüloz çıkartılarak elde edilir. Bu nedenle bu fraksiyon, yemin sindirilebilirliği hakkında ve hayvanın enerji alımı hakkında fikir veren iyi bir göstergedir (Kutlu, 2008).

Kolay sindirilebilir karbonhidrat kaynağı olarak kullanılan tahıl taneleri hayvan beslemede önemli yere sahiptirler. Bu karbonhidratlar kaynakları; Yapısal karbonhidratlar ve Yapısal olmayan karbonhidratlar olarak ikiye ayrılır (Van soest, 1994).

3. Karbonhidratlar

3.1 Yapısal (Fibröz) Karbonhidratlar: Bitki hücre duvarında yer alan; Selüloz, hemiselüloz, lignin ve β -glukanlardan oluşmaktadır. Asit Deterjanda Çözünmeyen Lif (ADF) ve Nötr Deterjanda Çözünmeyen Lif (NDF) analizleri ile belirlenirler. Nötr Deterjanda Çözünmeyen Lif (NDF); selüloz, hemiselüloz ve lignini, Asit Deterjanda Çözünmeyen Lif (ADF) ise selüloz ve lignini içeriğinde bulundurmaktadır. (Usta ve Saçaklı, 2013)

3.2 Yapısal Olmayan (Non Structural Carbohydrates) Karbonhidratlar: Bitkilerde hücre içinde bulunan nişasta, basit şekerler, çözünebilir lif, fruktanlar ve silajlarda organik asitleri kapsamaktadır (Usta ve Saçaklı, 2013).

Yapısal karbonhidratların yapısında bulunan lignoselülozik doğal kaynakların temel bileşenlerini selüloz, hemiselülozlar, ligninler, özütlenebilir maddeler ve inorganikler oluşturur.

Doğada selüloz; çeşitli nişasta, pektin ve hemiselüloz gibi polisakkaritlere bağlı olarak bulunur. Hemiselülozlar ise galaktoz, mannoz, ksiloz, arabinoz ve diğer şekerlerle; üronik asitlerin polimerleri ve heteropolimerlerini içerirler. Bunlara ek olarak, doğadaki hemen hemen her selüloz, selüloz-lignin karışımı halinde bulunur. (Van soest, 1994). Tablo 3'de bazı lignoselülozik maddeler ve bileşenleri gösterilmektedir.

Tablo 3. Bazı Lignoselülozik Maddeler ve Bileşenleri (Parisi,1989)

BİYOKÜTLE	SELÜLOZ (%)	HEMİSELÜLOZ (%)	LİGNİN (%)
Kozalaklı Ağaçlar	40-50	20-30	25-35
Şeker Kamışı	40	30	20
Yaprakları Dökülen Ağaçlar	40-50	30-40	15-20
Mısır Koçanı	45	35	15
Buğday Sapı	30	50	15

Selüloz ; Bitki dünyasında en fazla bulunan ve en basit yapıya sahip olan, aynı zamanda hücre duvarı yapısında yer alan yapısal polisakkaritlerin en önemlilerinden birisidir (Eriksson ve ark., 1990).

Nötr Deterjanda Çözünmeyen Lif (NDF) içerisinde yer alan Selüloz; doğada en fazla bulunan hücre duvarı bileşenidir. Her selüloz molekülü β - 1,4 glikozit bağı yardımıyla bağlı D-glikoz ünitesi bulunduran polimerdir (Mendu ve ark. 2011). Her selüloz molekülünün sindirimi rumende ki mikrobiyal sindirim ile sağlanmaktadır. Selülozun rumen içerisinde parçalanması sonucu uçucu yağ asitleri (UYA) yani asetik asit, bütirik asit ve propiyonik asit oluşmaktadır. Bununla birlikte selülozun tükürük üretiminin artışa sebep olmasıyla rumen pH'sının optimum şartlarda kalmasının sağlanması ve birtakım metabolik hastalıklara karşı ruminantların korunmasını sağlamaktadır (Argaman ve ark., 2012; Kaur ve ark., 2013).

Hemiselüloz; Lignoselülozik maddelerin selülozdan sonraki en önemli bileşenleri hemiselülozlardır. Hemiselülozlar, odundaki selüloz olmayan başlıca polisakkaritlerdir. Hücre çeperindeki polisakkaritlerin %20-35 'ini oluşturmaktadırlar. Odunun üç ana bileşeni arasında ısıya en duyarlı olanı hemiselülozlardır ve 200-260 °C arasında bozunurlar (Kurtuluş,2010).

Lignin; Bitkide kök ve gövdenin odunsu yapısını oluşturan madde olarak da bilinir. "Odunun özü" de denen su geçirmez bir yapıya sahiptir. Yaşlanmış ölü hücrelerin selüloz çeperleri üzerinde birikerek bitkiyi uygun olmayan çevre şartlarından korur (Martinez ve ark., 2001).

Nispi yem deęerinin hesaplanmasında asit deterjan fiber (ADF) ve nötr deterjan fiber (NDF) deęerlerinden yararlanılmaktadır. Yonca için Nispi yem deęeri 100 olarak alınmaktadır. Nispi yem deęeri, bu deęerin altına düřtükçe yem kalitesi düřmektedir (Richardson, 2001). Ruminantlar normalde sindiremedikleri yemin hücre duvarı yapısında bulunan pektin, hemiselüloz ve selülozu Rumenlerinde ki bakteriler yardımıyla fermente ederek yararlı hale getirmektedirler (Van soest, 1994). Rumendeki fermentasyon, ruminantlar için önemli bir kalite ölçüsü kabul edilmektedir. Bu yüzden fermentasyon düzeyini ölçmek için in vitro metodu geliştirilmiştir (Tilley ve Terry, 1963).

Nötr deterjanda çözünmeyen lif (NDF), kimyasal olarak hücre duvarı ve hücre içerięini ayrıştıran bir metoddur. Nötr deterjan (pH 7) solüsyonuna konulan sodium lauryl sulfate'le proteinleri, ethyle diamine tetra acetic asitle (EDTA) pektini, tri ethylene glycol'la lif olmayan dięer maddeleri ve amilaz'la niřastayı yani hücre içerięinde olan maddeleri çözünür hale getirerek hücre duvarını oluřturan hemiselüloz, selüloz ve lignine baęlı maddeleri hücre içerięinden ayrıştıır (Kutlu, 2008).

Asit deterjanda çözünmeyen lif (ADF) solüsyonu, sülfirik asit ve cetyl trimethyl ammonium bromide (CTAB) deterjanı ile birlikte kullanıldığında hücre içerięinde bulunan maddeleri ve hücre duvarı yapısında bulunan hemiselülozu ve proteinleri çözülür hale getirir. Geriye sadece selüloz, lignin, kütin, sindirilmeyen azot ve silika çözülmeyen maddeler olarak kalır. Bu metod uzun süre kullanılan ham selüloz analizinin yerini almıştır (Yavuz, 2005).

4. Ham Selüloz ve Tayini

Yaklaşık yüz yıldan fazla bir zamandır yem lifi miktarını ölçmek için ham selüloz (Crude fiber, CF) metodu kullanılmıştır. Bu metotta 30 dakika asit ortamda yem örneęi kaynatılır. Daha sonra 30 dakikada baz ortamda kaynatılıp geriye kalan miktar ham selüloz (lif) olarak nitelendirilir. Bu metotta asit ortamda hemiselüloz ve baz ortamda lignin sindirilir. Geriye sadece selüloz kalır.

Ham selüloz metodu deterjan fiber sisteminin gelişmesiyle geçerlilięini kaybetmiştir.

Ruminantların verimine direk etki eden bitkilerde lif miktarını ölçmeye ve lif parçalarını birbirinden ayırmamıza yarayan deterjan lif sistemi Van Soest tarafından 1960'da ortaya atılmıştır (Belyea ve Ricketts, 1980). Çalışmamızda kullanılan ham selüloz tayin cihazı resim 3'te gösterilmiştir.

Resim 3. Ham Selüloz Tayin Cihazı



5. Yakın Kızılötesi Yansıma Spektroskopisi (NIRS)

Yemlerin besin madde ve yem değerleri; Weende analizleri, Van Soest analizleri, İn vitro teknikler, enzimatik yöntemler gibi birçok laboratuvar teknikleriyle hesaplanmaktadır (Goldman ve ark., 1987). Bu yöntemlerin daha doğru ve güvenilir sonuçlar vermesi, günümüzde halen yaygın kullanımının en önemli gerekçelerindendir. Ancak, bu analiz yöntemlerinin kullanımında laboratuvar ekipmanlarına ve kimyasal maddelere ihtiyaç duyulması, ayrıca analizlerin pahalı olması ve analiz sonuçlarının daha uzun zaman alması en büyük sorundur.

Gelişen teknolojilerle yemlerin analizinde, kimyasal maddeye gereksinim duyulmadan, kısa zamanda ve daha az iş gücü kullanılarak yemlerin besin madde analizlerinin yapılması çalışmaları yürütülmektedir. Spektrofotometrik yöntemle yemlerin kimyasal analizleri bu çalışmalardan bazılarıdır. Near infrared reflektans spektroskopisi (NIRS) teknolojisinde de yemlerin kimyasal analizlerinin saptanmasına yönelik geçmişten günümüze çok sayıda çalışmalar bulunmaktadır (Norris ve Hart 1965; Shenk, 1992).

Mısır arařtırmalarında materyal sayılarının genelde yüksek olması bu analizlerin kullanımını zorlařtırmaktadır. Bu nedenlerle uygulamada pratik ve maliyet aısından avantajlı yeni metotlara ihtiya vardır. Yakın Kızıl Ötesi Spektroskopisi (NIRS) söz konusu ihtiyaı karřılamada en etkili çözümlü yolu olarak karsımıza çıkmaktadır (Keys and Barton, 2007).

FT-NIR spektroskopisinde bir NIR cihazı olmasına raėmen temel paraları ve ölçüm yöntemindeki farklılık nedeniyle diėer cihazlardan ayrılmaktadır (McClure ve Tsuchikawa, 2007). NIRS kimyasal analiz yöntemlerine göre sadelik, hız, kimyasal atık oluřturumama ve ürünün fonksiyonelliėini tahmin aısından düşük maliyet gerektirmesi yönleri ile büyük avantajlar sunmaktadır (Lee ve ark, 2011).

Yakın kızılötesi spektroskopisi ile kaba yem, konsantre yem ya da ham madde halindeki yemlerde Weende ve Van Soest analizleriyle yapılan ölçümler yapılabilmektedir. Ayrıca yem maddelerinde mineral madde, metabolik enerji, antinutrisyonel faktör ve karbonhidrat gibi birçok parametre ölçümü yapılabilmektedir (Ünal, 2005). Yakın kızılötesi spektroskopisi ile yapılan biyolojik parametre tahminleri başarılı sonuçlar vermiştir. İn vivo ve in vitro kuru madde tüketimi, organik madde ve kuru madde sindirilebilirliėi, protein, selüloz sindirilebilirlikleri gibi birçok parametre ile yapılan alıřmalarda başarılı sonuçlar elde edilmiştir (Ünal, 2005).

Near infrared reflektans spektroskopisi (NIRS) teknolojisinde; cihazda alıřanlara ve çevreye zarar vermediėi ifade edilmekte, yař kimyasal yöntemlere alternatif olabileceėi vurgulanmaktadır. Bu teknolojik yöntemde, bir parametre için bir defa kalibrasyon yapıldıktan sonra, numune hazırlama için çok gayret sarf etmeden bir çok analiz yapma imkanı verdiėi belirtilmektedir (Baker ve Barnes,1990).

5.1 Dönüřümlü Yakın Kızılötesi Yansıma Spektroskopisi (FT-NIRS)

Kızılötesi (IR) absorpsiyon spektroskopisi bir tür titreřim spektroskopisidir; IR ışınları molekölün titreřim hareketleri tarafından soėurulmaktadır. Her dalga boyunu ayrı ayrı tarama gerekmeksizin hızlı ve yüksek çözünürlükte spektrumlar elde edilir. Az miktarda örnekle bile kısa sürede sonuç vermektedir.

Bilimin bir çok dalında olduđu gibi gıda mühendisliğinde de mikrobiyal hücrelerin tanımlanması, makro moleküllerin yapısal analizi, organik maddelerin kalitatif ve kantitatif analizi, yapılarının aydınlatılması, stereo kimyasal özelliklerinin bulunması ve saflık kontrolü gibi amaçlarla kullanılmaktadır. (Büyüksırt,2014)

Kızılötesi (IR) spektroskopisi, organik veya inorganik bileşiklerin karakterize edilmesinde kullanılan bir araçtır. IR spektrumu, maddeyi oluşturan atomlar arasındaki bağların titreşimiyle oluşan frekanslarına karşılık gelen absorpsiyon pikleri ile örneğin parmak izini göstermektedir. Her maddenin kendine has bir spektrumu vardır. Bunun tek istisnası optik izomerlerdir. Organik madde spektrumlarının özellikle de 2000 cm^{-1} den sonra gelen kısmı daha ayrıntılıdır. Bu bölgeye parmak izi bölgesi denir ve spektrumu iki kat genişleterek alınır. Böylece madde hakkında daha ayrıntılı bilgi elde edilmektedir. Veri, farklı moleküler bağlardan kaynaklanan farklı titreşim frekanslarını temsil eder. (Büyüksırt, 2014)

FT-NIR Spektroskopik (Fourier-transform Near Infrared Reflectance Spectroscopy = Dönüşümlü Yakın Kızılötesi Yansıma Spektroskopisi) metot, gıda ve yem sektöründe, son yıllarda yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır. Yemlerin besin değeri ve yemleme değerlerinin bilinmesi, içeriği ve tüketilebilirliği garanti edilmiş rasyonların hazırlanmasında büyük önem taşımaktadır (Crampton, 1960). Yemlerin besin ve yemleme değerlerinin ortaya konmasında değişik yöntemler bulunmaktadır. Yemlerde yapılan kimyasal analizler, yemlerin besin değerini tahmin etmede ve tanımlamada kullanılmaktadır. Bununla birlikte, bu analizlerin zaman alıcı ve pahalı olmasının yanında bazı durumlarda kimyasal maddelerden dolayı tehlikeler içeriyor olması gibi çeşitli olumsuzlukları mevcuttur.

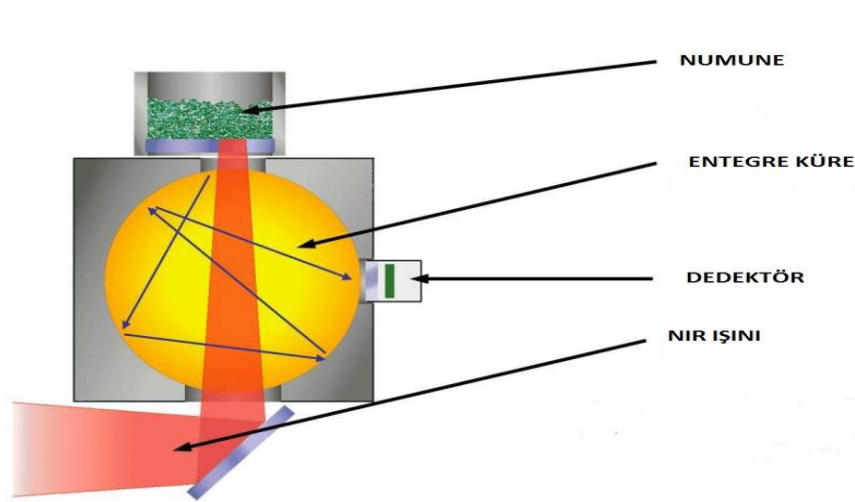
Dönüşümlü yakın kızılötesi yansıma spektroskopisi (NIRS), yemlerin çok sayıda kimyasal bileşimin doğru belirlenmesinde (Shenk ve Westerhaus, 1985; Redshaw ve ark., 1986; Williams ve Sobering, 1993) ve besin madde özelliklerinin belirlenmesinde (Norris ve ark., 1976; Barber ve ark., 1990; Park ve ark., 1997) değerli bir araç olarak yaygın olarak kullanılmaktadır.Çalışmamızda kullanılan FT-NIR cihazı Resim 4’te gösterilmiştir.

Resim 4. FT-NIR Cihazı



5.2 NIR Cihazı Çalışma Prensibi

Şekil 1. NIR Işınları



Şekil 1’de görüldüğü üzere NIR cihazından gönderilen ışınlar içindeki küp-köşe ayna aracılığıyla örneğin her tarafına homojen bir şekilde ışınlar yansımakta buradan tekrar detektöre gelmektedir.

Yakın Kızılötesi Yansıma Spektroskopisi teknolojisi ile ilgili bir çok çalışma yapılmıştır. Bunlara ait bir kaç örnek aşağıda verilmiştir.

Ertekin ve arkadaşları; laktik asit bakteri numunelerinin, yonca bitkisi üzerinde kullanılması ile yonca silajının fermentasyon özellikleri ve yem kalitesine olan etkileri araştırılmıştır. NIRS kalibrasyonları geliştirilmesi, ulaşılan sayısal referans değerler ile mümkün olmuştur.

Diğer bakteri numunelerinin uygulanması sonucu olgunlaşan silaj içerisinde, kalite özelliklerine bakılarak, *Lactobacillus bifermentans* bakteri numunesinin, farklı uygulama çeşitlerinden daha fazla laktik asit üretimine sebep olduğu ve pH değerinin düşmesini hızlandırarak kaliteli yonca silajı ürettiği tespit edilmiştir (Ertekin ve ark., 2017).

Egesel ve arkadaşları ise bu çalışmada; farklı mısır tiplerinden alınan örneklerde protein ve yağ oranlarını tahmin edebilecek kalibrasyon modellerinin geliştirilmesi, örnek tipi ve kullanılan kemometrik yaklaşımın tahmin gücüne etkisinin ortaya konmasıdır. Sonuç olarak, kullanılan istatistik yöntemin ve ölçüm alınan örnek yapısının tahmin gücüne önemli bir etkisinin olduğu, bu çalışmada kullanılan ölçüm yönteminin öğütülmüş örnekler üzerinde daha başarılı sonuçlar verdiği anlaşılmıştır. (Egesel ve ark., 2015)

1970'lerde gıda analizlerinde kullanılmaya başlayan NIR teknolojisi kısa bir süre içinde birçok ülke tarafından yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır. Şu anda geçerliliği kanıtlanmış bir metot olarak kabul edilen ve birçok ülkede bazı klasik metotların yerini almış olan NIR teknolojisi ülkemizdeki çalışmaların sınırlı ve uzman sayısının az olmasından dolayı yeterince anlaşılammış ve verimli kullanılamamıştır. Geleneksel metotlarla saatler süren analizlerin birçoğunun aynı anda ve sadece birkaç dakikada yapılabilmesine imkân sunan böyle bir teknolojinin ülkemizde yaygınlaşması gıda teknolojisi ve endüstrisine önemli derecede katkı sağlayacaktır (Ertugay ve ark., 2010).

Kızılötesi (IR) absorpsiyon spektroskopisi bir tür titreşim spektroskopisidir; IR ışınları molekülün titreşim hareketleri tarafından soğurulmaktadır.

Her dalga boyunu ayrı ayrı tarama gerekmeksizin hızlı ve yüksek çözünürlükte spektrumlar elde edilir. Az miktarda örnekle bile kısa sürede sonuç vermektedir. Bilimin bir çok dalında olduğu gibi gıda mühendisliğinde de mikrobiyal hücrelerin tanımlanması, makro moleküllerin yapısal analizi, organik maddelerin kalitatif ve kantitatif analizi, yapılarının aydınlatılması, stereo kimyasal özelliklerinin bulunması ve saflık kontrolü gibi amaçlarla kullanılmaktadır. (Büyüksirt,2014)

Bu çalışmada ülkemizin farklı bölgelerinden temin edilmiş mısır numunelerinde yaş yakma usulüyle selüloz değerlerinin tespiti ve bu değerlerle NIR cihazının mısır selüloz değerleri üzerine kalibrasyonu hedeflenmiştir.

6. Materyal ve Metot

Söz konusu proje, Türkiye'nin 7 farklı il bölgelerinde yer alan Toprak Mahsulleri Ofisinin bölge müdürlükleri satın alma ajanslarından 320 (üç yüz yirmi) adet mısır numunesi getirilerek yapılmıştır. Gaziantep, İzmir, Diyarbakır, Adana, İskenderun, Şanlıurfa ve Konya illeri Toprak Mahsulleri Ofisi satın alma ajanslarına gidilerek bizzat gelen üreticilerden temin edilmiştir. Üretici kimlik bilgileri ve mısırın yetiştirildiği bölge bilgileri numune temini sırasında kaydedilmiştir. Kayıt altına alınan her numune hava geçirmeyen poşetlere konulmuştur. Temin edilen mısır numuneleri en kısa sürede Afyon Kocatepe Üniversitesi, Veteriner Fakültesi Hayvan Besleme ve Beslenme Hastalıkları Anabilim Dalı Yem Analiz Laboratuvarı'na getirilmiştir. Laboratuvar ortamında ultra santrifüjlü rotorlu öğütücüden geçen numuneler (ZM200, Retsch Ltd. Düsseldorf, Almanya) sonrasında 1 mm çapında ki eleklerde elenmiştir. Mısır numuneleri öğütülüp elenmesinin ardından hava geçirmeyecek şekilde yeninden poşetlenmiştir. Öğütülme basamağının sonrasında tüm mısır numunelerinden tek tek ayrı ayrı olarak spektralar toplanılmıştır. Kullanılan 320 numune 3 paralel ölçüm yapılarak toplamda 960 spektra tespit edilmiştir. NIR cihazının (NIR Master®, Büchi Labortechnik AG, Flawil, İsviçre) otomatik rötör kısmına cam petri kaplarına alınarak konulan her bir mısır numunesi için üç kez tekrar olmak üzere spektralar toplanmıştır.

Spektralar, NIR cihazına bağlı olan bilgisayarda kalibrasyon üreticisi firmanın sağladığı NIRCAL programı ile uyumlu olacak şekilde elektronik olarak depo edilmiştir. Spektraları toplanan numuneler , Ham selüloz analizi yapılmak üzere -20 C derin dondurucuda saklanmıştır.

Analiz öncesi numunelerin nem almasını engellemek amacıyla bir gece desikatör içerisinde çözünmesi beklenmiştir. Çözünmüş mısır numunelerinde analizler gerçekleştirilmiştir. Tüm mısır numuneleri için bulunan yaş kimya sonuçları NIR Master içinde bulunan operatör programına kayıt edilmiştir.

6.1. Kalibrasyonların oluşturulması, Veri analizi ve Kemometrik Analizler

Elde edilen spektralar ve yaş kimya verileri üzerinden oluşturulan kalibrasyon ve istatistik değerlendirmeler NIRCAL programı (Büchi Labortechnik AG, Flawil, İsviçre) ile değerlendirilmiştir. Spektraların kendi içerisinde kalibrasyon ve validasyon setleri program yardımı ile ayrılmıştır. Elde edilen spektralar PLS (Partial Least Square) yöntemi ile ikincil türev üzerinden (second derivative) değerlendirilmiştir. Normalizasyon çalışması yapılan verilerde SNV (Standard Normal Variate) metodu uygulanmıştır. Ayrıca birinci dereceden türev alınarak (1st Derivation B Cap 5 Points Gap 2) veriler regresyona hazır hale getirilmiştir. Outlier değerleri kalibrasyon setinden çıkarılarak normalleştirilen spektralara lineer regresyon uygulanmış ve kalibrasyon kalite parametreleri ortaya çıkarılmıştır. Bu aşamada R^2 değeri, Validasyon ve Kalibrasyon setinin standart sapmaları hesaplanmıştır. Reflektanslara göre Regresyon Katsayıları ile elde edilen grafikler çıktı alınmıştır. Ayrıca validasyon setinin tahminleme rezidüal hatasının kareler toplamı da (V-Set PRESS) ortaya çıkarılmıştır. Outlier değerleri program tarafından belirlenmiş ve kalibrasyon kalitesini düşürmesinden dolayı çalışmaya dahil edilmemiştir.

7. BULGULAR

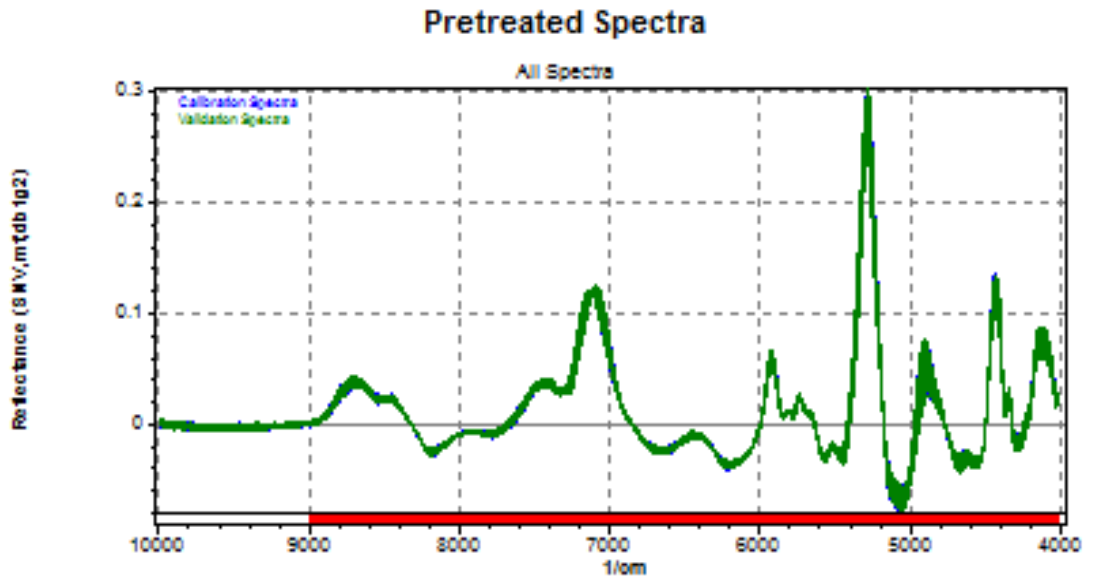
Yaş yakma Selüloz analizleri AOAC (1980)' e göre yapılmış ülkemizin 7 farklı il bölgesinden elde edilen 320 numunede değerler aşağıdaki tablo 5'de gösterildiği şekliyle tespit edilmiştir.

Tablo 4. Mısır Tanesinde Yaş Kimya Sonuçları

HS Yaş Yakma analiz sonuçları	
Numune sayısı	320
Ortalama	1,9408
Standart Hata	0,0295
Standart Sapma	0,5243
En yüksek değer	3,4500
En düşük değer	0,1510
Medyan	2,0195
Varyans	0,2749
Bağıl standart sapma	0,2701 (%27,01)

Yaş kimya sonuçlarının kalibre edilmesi aşamasında FT-NIR cihazından alınan spektralar için yapılan ön uygulamalar sonucu reflektans görünümüleri (1/log) ve normalleştirilmiş spektralar Grafik 1.'de verilmiştir.

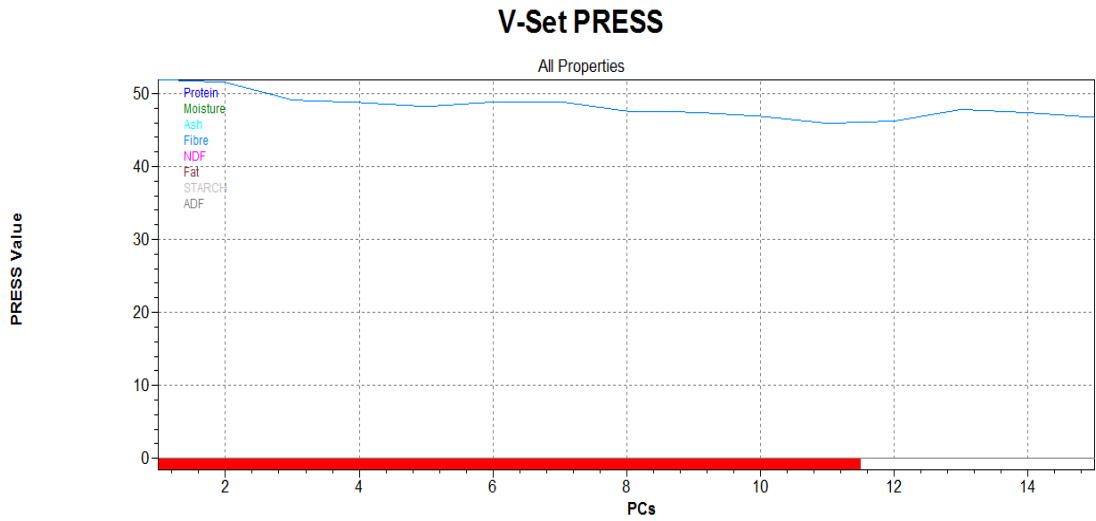
Grafik 1. Normalizasyon Uygulanmış Spektra Seti



Uygulama sonrasında elde edilen fonksiyonel spektraların 9000-4000 nm/cm dalga boylarında elde edildiği tespit edilmiştir.

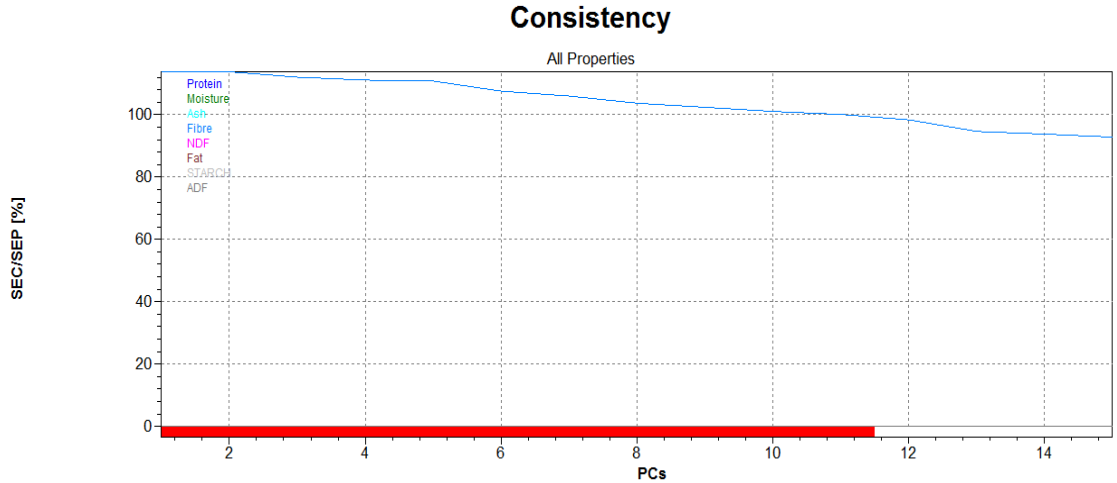
Elde edilen validasyon setinin tahminleme rezidüel hatasının kareler toplamı grafiği (V-Set PRESS) sayesinde temel bileşen değeri (Principal Components) 11 civarında olmuştur. V-Set PRESS üzerinden temel bileşen değerleri Grafik 2.'de gösterilmiştir.

Grafik 2. Tahminleme Rezidüel Hatasının Kareler Toplamı



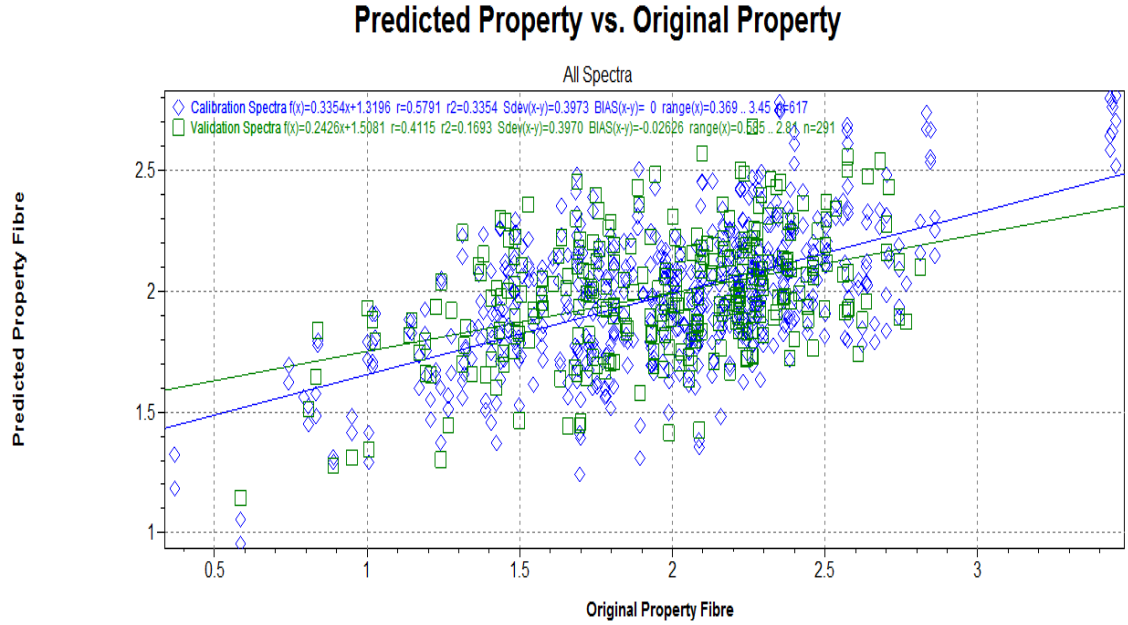
Elde edilen regresyon tutarlılığı kalibrasyonun standart hata değerinin (SEC) tahminleme standart hatasına bölünmesi (SEP) sonucunda elde edilmiştir. Tutarlılık değeri 80 üzerinde belirlenmiştir. Tutarlılık analizi sonuçları Grafik 3.'de gösterilmiştir.

Grafik 3. Kalibrasyon Setinin Tutarlılık Analizleri



Kalibrasyon ve validasyon setlerinden elde edilen doğrusal regresyon değerlerine ait çıktı Grafik 4.'de gösterilmiştir.

Grafik 4. Kalibrasyon ve Validasyon Seti Modelleri



Regresyon analizine kalibrasyon setinde 617, validasyon setinde 291 ölçüm dahil edilmiştir. Analiz sonucunda Kalibrasyon ve Validasyon setlerine ait model aşağıdaki şekilde oluşturulmuştur:

Kalibrasyon seti

$$f(x) = 0.3354x + 1.3196$$

$$r = 0.5791; r^2 = 0.3354 \text{ Standart Sapma} = 0.3973$$

Validasyon seti

$$f(x) = 0.2426x + 1.5081$$

$$r = 0.4115; r^2 = 0.1693 \text{ Standart Sapma} = 0.3970$$

8. TARTIŞMA

Bu arařtırmada, tane mısır numunelerinden toplamda 908 adet numunede regresyon analizi kalibrasyon setinde 617, validasyon setinde 291 ölçüm dahil edilmiştir. Ayrıca 52 spektra değerlendirme dışı bırakılmıştır. Mısır tanesinde besin maddelerinin dağılımı dikkate alındığında yüksek miktarda nişasta kaynaklı karbonhidrat bulunurken selüloz kaynaklı karbonhidrat miktarının çok düşük olması dikkat çekmektedir. Tane yemler içinde mısır tanesinin selüloz içeriğinin en düşük olması önemli ayırım noktalarından biridir. Yem hammaddeleriyle ilgili yapılan kemometrik analizlerde Organik bileşikleri meydana getiren C-H, N-H ve O-H gruplarınının gönderilen ışınların absorpsiyonlarını göz önüne alan NIR teknolojisi sayesinde çeşitli spektraların elde edilmesi mümkün olmaktadır (Reeves ve D'Mello, 2000). Yapılan çalışmada; NIR teknolojisinde yeni bir sistem olan "Fourier Transform Near Infrared" spektroskopisi (FT-NIR) kullanılmıştır. Son yıllarda kullanılan başarılı yöntemlerden biri olan FT-NIR teknolojisi, varyasyonlarda çeşitlilik bulunan matrislerde yüksek verimlilikle tahminleme yapma imkanı sağlamaktadır (Gaspardo ve ark., 2012). Bu açıdan bakıldığında yapılan çalışmada örnekleminin Türkiye'nin birçok bölgelerini kapsamasına dikkat edilmiştir. Çalışmada kullanılan FT-NIR teknolojisi 9000-4000 nm/cm dalga boyları arasında çalışmaktadır.

Sunulan çalışmada, spektraların değerlendirilmesinde, Kısmi en küçük kareler yöntemi (PLS) kullanılmıştır. Bu metot NIRS kalibrasyonlarında yaygın olarak kullanılmakta ve en fonksiyonel yöntemlerden biri olduğu rapor edilmektedir (Mouazen ve ark., 2006; Blanco ve Peguero,2011). Bu metot (PLS) yöntemi ile, aralarında çoklu doğrusal bağıntı olan açıklayıcı değişkenler, Harezmi yolu (algoritmalar) yardımıyla hem tabi (bağımlı) değişkendeki değişim hem de açıklayıcı değişkenlerdeki değişim olarak açıklanabilmektedir (Via ve ark., 2014).

Yapılan çalışmada elde edilen spektralara pretreatment olarak birinci türev gap 2 (first derivate gap 2), standart normal varyasyon (SNV) ve çarpımsal dağılım düzeltmesi (multipliative scatter correction, MSC) uygulanmıştır. Bu uygulamaların spektraların değerlendirilmesinde yaygın biçimde kullanıldığı bildirilmiştir (Dinç, 2007).

MSC ve SNV uygulamalarının belirlenemeyen yol uzunluğu ve ışın saçılması (path length ve light_scattering) gibi donanımsal spektrofotometri hatalarını gidermekte başarılı olduğu bildirilmiştir (Ridgway ve Chambers, 1996). Çevre ısısının değişimi, örnekleme farklılıkları, detektör hareketleri gibi dış etkenlere bağlı olarak başlangıç spektraları varyasyon gösterebilir (Cheewapramong ve Wehling, 2007). Bunun önüne geçmek ve başlangıç etkisini ortadan kaldırarak kemometrik grafiğin varyasyonlarını minimuma indirerek yanlış değerlendirme yapılmasının önüne geçmek için birinci ve ikinci türevlerin (first and second derivative) kullanılması önerilmektedir (Cheewapramong ve Wehling, 2007). Buna uygun şekilde yapılan çalışmada daha önce bildirildiği gibi gap metodu ile ikinci türev kullanılmıştır (first derivate gap 2).

Yaş kimya sonuçlarının verildiği Tablo 4’de yer alan değerlerde görüleceği üzere bu çalışmada geniş aralıkta bir veri seti oluşmuştur. Bu durum farklı coğrafi şartlarda yetiştirilen farklı tarım ürünlerinin oldukça geniş varyasyonda besin maddeleri içermektedir (Baye ve ark., 2006) görüşüyle uyumludur. Dünyada da mısır tanelerinin selüloz içerikleri oldukça geniş bir aralıktadır (Buckner ve ark.,2013). Sunulan çalışmada yapılan yaş kimya (laboratuvar) analizleri 320 örnek üzerinde yapılmış ve 0.5243 eror (sapma) değeri elde edilmiştir. Bulunan bu değer bazı çalışmalarda elde edilen standart sapma değerleriyle uyum içerisindedir.

Melchinger ve ark.,(1986), Standard errors değerlerini tane mısırdaki protein, selüloz ve suda eriyebilen karbonhidratlarla, mısır koçanında protein ve ADF değerleri açısından NIR analizi ile sırasıyla % 0.16, 0.11, 0.21, 0.28 ve 0.46 değerleri olarak tespit etmişler yapılan bu çalışmadaki yüzde standart sapma değeri % 27 olarak ölçülmüştür.

Tablo 5. Dünyanın farklı bölgeleri ve tane mısır HS değerleri (Heuze ve Tran, 2016)

DÜNYANIN FARKLI BÖLGELERİ	HS Değerleri		
	Ortalama	Minimum	Maksimum
Avrupa	% 2,5	%1.6	%3.8
Orta Asya ve Kuzey Afrika	% 2,7	%2	%3.4
Doğu Afrika ve Sahraaltı	% 2,4	%1.7	%3.6
Kuzey Amerika	% 2,3	%1.8	%2.8
Orta ve Güney Amerika	% 2,6	%1.8	%4.1
Asya ve Avustralya	% 2,6	%2.1	%3.5

Yaptığımız yaş analizlerde Ham Selüloz değeri ortalama olarak % 1.94 değeri tespit edilmiş olup Tablo 5’de bölgelerin ortalama değerlerinden daha düşük bir ortalama tespit edilmiştir.

Validasyon istatistikleri modelin tahminleme gücünü gösteren analizlerdir. NIR kalibrasyonlarında iki tür validasyon kullanımı söz konusudur: External validasyon ve cross validasyon (Burgers, 2009). Yapılan çalışmada tüm spektralar rastgele olarak iki ayrı sete ayrılmış ve iki setten birisi validasyon seti olarak kullanılmıştır (Validasyon seti, n=291).

Kullanılan modelin tahminleme katsayısının hesaplanmasında "Belirleme katsayısı (R^2)" sıklıkla kullanılır. Bu değer regresyon katsayısının (R) karesi alınarak hesaplanır (Cheewapramong ve Wehling, 2007). R^2 değeri, model için değişkenlik değerinin hesaplanmasında önemlidir (Burgers, 2009). R^2 değeri 0 ve 1 sayıları arasındadır ve 1 sayısına ne kadar yakın olursa o kadar güçlü varsayılır (Draper ve Smith, 1998).

Orman ve Schumann (1991) yaptıkları çalışmada öğütülmüş mısır örneklerinden oluşturulan PLSR modelinde determinasyon katsayısı $R^2=0,76$ olarak bulunmuşken, Tallada ve ark. (2009) yaptıkları çalışmada tane mısırdaki yağ oranını tahminlemek için geliştirilen PLSR kalibrasyon modelinde $R^2=0,28$ olarak bulunmuştur.

Çalışmalarda kullanılan cihaz ve tarama yapılan alanların farklılıkları nedeniyle buna benzer sonuç farklılıklarının ortaya çıkması doğal olarak beklenen bir durum olarak kabul edilmiştir (Orman ve Schumann, 1991).

Tablo 6. Tane Mısır ile ilgili yapılmış NIR çalışmalarından bazı çalışmalardan örnekler

Mısır	Örnek sayısı	Analiz edilen besin maddesi	R2 değeri	Referans
Tane	2160	Protein, nişasta, palmitik asit,Oleik asit, linoleik asit, Enerji	0.90, 0.86, 0.85, 0.66, 0.68, 0.85	Baye ve ark.,2006
Tane	62	Nem,Hamprotein,NDF,ADF,Gros enerji	0.96, 0.97, 0.97, 0.98, 0.98	Choi ve ark.,2014
Tane	495	Nem, Yağ	0.66-0.87, 0.38-0.55	Cogdill ve ark.,2004

Tablo 6’da tane mısır ile yapılmış NIR çalışmalarından yapılmış bazı örnekler verilmiştir.

Tane Mısırın protein içeriği için ortalama değer % 11 ve R² değeri 0.96 bildirilirken (Melchinger, ve ark.,1986), ham selüloz ortalama değeri % 4.5 ve R²: 0.90, nişasta ortalama değer % 68.3 ve R² 0.94, mısır koçanı ADF değeri % 34.9 ve R² 0.94, NDF değeri ortalama % 65.4 ve R² 0.95 olarak bildirilmektedir (Zimmer ve ark., 1990).

NIRS tekniği tarımsal ürünlerde tohumun yapısında yer alan bileşenlerin analizinde sıklıkla kullanılmakta olup tohumda yer alan bileşenlerin daha üniform olması nedeniyle küçük tohumlu bitkilerde (kolza, buğday, ayçiçeği vb.) büyük tohumlu bitkilere göre daha doğru sonuçlar elde edilebileceği bildirilmiştir (Spielbauer ve ark., 2009).

Tahıl ürünlerinin çoğunda endospermde nişasta, embriyoda ise yağ oranı yüksektir. Mısır tanesi diğer tahıllar ile kıyaslandığında daha iri tanelidir ve tane bileşenleri olan protein, nişasta ve yağ tane içerisinde asimetrik bir dağılım göstermektedir (Spielbauer ve ark., 2009).

Oluşturulan bir modelin güvenilir olduğunun kabul edilmesi için, tahmine ait standart hata değerinin düşük olması ve referans analizler ile tahmin değerleri arasındaki korelasyon katsayısının yüksek ($r=0,75$ ve üzeri) olması istenmektedir (CWS Manual, 2003). Bu özelliklerin yanı sıra literatürde yer alan birçok çalışmada tahmin edilen ve referans analizlerle belirlenen değerler arasındaki determinasyon katsayısı (R^2) ile regresyon modelinin determinasyon katsayısının (R^2) de yüksek (0,70 ve üzeri) olması istenen istatistiksel değerlendirme parametrelerindedir.

Anabilim Dalımızda yürütülmüş diğer FT-NIR çalışmalarında da Ülkemizin 7 farklı il bölgesinden temin edilen 320 mısır numunesinde farklı besin madde değerleri üzerinde farklı sonuçlar bulunmuştur. Mısır üzerinde yapılan bu çalışmalar sunulan bu çalışmasıyla birebir benzer nitelikte olması ve kullanılan numunelerin aynı bölgelerden temin edilmesi açısından ve aynı FT-NIR cihazının kullanılması açısından önem arz etmektedir. Bütün çalışmalarda Alınan spektralar için yapılan ön uygulamalar sonucu reflektans görünümüleri (1/log) ve normalleştirilmiş spektralar kullanılmıştır. Uygulama sonrasında elde edilen fonksiyonel spektraların 9000-4000 nm/cm dalga boylarında elde edildiği tespit edilmiştir. Bu çalışmaların tamamında kullanılan metodun aynı olması yapılan bu çalışma ile karşılaştırma imkanı oluşturmuştur.

Yıldırım ve Çetingül (2016)'ün yaptıkları çalışmada ülkemizin farklı bölgelerinden toplanan farklı 320 mısır numunesinde yağ analizi için regresyon analizine kalibrasyon setinde 610 validasyon setinde 288 ölçüm dahil edilmiştir. Elde edilen sonuçlarda ise Kalibrasyon seti için R^2 değeri 0.4696 olurken standart sapma değeri 0.4917 olmuş Validasyon setinde ise R^2 değeri 0.3474 olurken standart sapma değeri 0.5142 olmuştur.

Tomas ve Bayram (2017) yaptıkları çalışmada mısır numunelerinde nişasta analizi için Kalibrasyon setinde 623 validasyon setinde 205 spektra kullanılarak yapılan çalışmada kalibrasyon setinde R değeri 0.6410 R^2 değeri ise 0.4109 olarak validasyon setinde ise R değeri 0.5854 R^2 değeri ise 0.3420 olarak tespit edilmiştir. Doğusoylu ve Bayram (2017) yaptıkları diğer bir çalışmada mısır örneklerinde NDF değeri için kalibrasyon setinin R değeri 0.3353 ve R^2 değeri 0.1124, validasyon setinin R değeri 0.3447 ve R^2 değeri 0.1188 olarak saptanmıştır.

Diğer bir çalışmada ise Gümüştaş ve Bayram (2017) 320 mısır numunesinde FT-NIR üzerinde ADF değerleri ile yapılan kalibrasyon çalışmasında kalibrasyon setinde R değeri 0.5544 ve R^2 değeri ise 0.3074 standart sapma değeri 0.6256 validasyon setinde R değeri 0.4489 ve R^2 değeri ise 0.2015 standart sapma değeri ise 0.5623 olarak tespit edilmiştir.

Yapılan bu çalışmada mısır numunelerinde ham selüloz değeri için kalibrasyon setinin R değeri 0,5791 ve R^2 değeri 0,3354 validasyon setinin R değeri 0,4115 ve R^2 değeri 0,1693 olarak belirlenmiştir. Bu değerlerin Anabilim Dalımız bünyesinde yapılan diğer çalışmalarla uyumlu olduğu ancak bulunan bu değerlerin düşük çıkması kullanılan örneklerin Ülkemizin farklı bölgelerinden temin edilmesi, kullanılan mısır ırklarının, mısırın temin edildiği bölgelerin, yetiştirme yöntemlerinin ve hasat zamanlarının farklı oluşundan kaynaklandığı gibi, selüloz analizinde regresyon katsayısının düşüklüğünden de kaynaklandığını düşündürmüştür.

9. SONUÇ

Ülkemizde ilk defa 7 ayrı bölgeden elde edilen tane mısırlar kullanılarak FT-NIR cihazı yardımıyla Selüloz kalibrasyonu oluşturulmaya yönelik olarak yapılan bu çalışmada, sonuç olarak, Selüloz kalibrasyonlarının daha güvenilir ve sağlıklı sonuçlar vermesi adına daha fazla numuneyle çalışılması en azından 500 ve üzeri sayıda numune kullanılması kanaatine varılmıştır.

10. ÖZET

Yapılan bu çalışmada; Türkiye'nin belli coğrafi bölgelerinde üretilmiş olan mısır tanelerinin ham selüloz analiz değerlerinin tespit edilmesinde ilk kez NIR kalibrasyonu oluşturulması amaçlanmıştır.

Bu kapsamda, ülkemizin 7 il bölgesinden alınan toplamda 320 mısır numunesi alınmıştır. Öğütülen mısır numunelerinin hepsinden ayrı ayrı spektralar toplanmıştır. Çalışmanın devamında da Soxhlet-Henkel referans analizleri yürütülen mısır numuneleri için kalibrasyon çalışmaları yapılmıştır. Elde edilen kalibrasyon neticesinde kalibrasyon setinin $r=0.6853$; $r^2= 0.4696$ tespit edilmiş ve Standart Sapma =0.4917 şeklinde bulunmuştur. Validasyon setinde ise $r=0.5894$; $r^2= 0.3474$ Standart Sapma = 0.5142 değerleri bulunmuştur. Kalibrasyon aralığı 1.966 olduğunda, validasyon aralığı 2.044 olduğu tespit edilmiştir. Sonuç olarak; Ülkemizin 7 il bölgesinden alınan numunelerde yapılan bu çalışmada geniş ham selüloz içeriği varyasyonuna sahip tane mısırlar için FT-NIR cihazında 500 veya daha fazla numune ile yapılacak çalışılmalar daha doğru kalibrasyon değerleri oluşturulabileceği görülmektedir.

11.SUMMARY

In this study, the determination of crude fiber of not only the value of the corn grains produced in all regions of Turkey NIR calibration is intended to establish for the first time. Within this scope, a total of 320 corn samples taken from 7 regions of our country were taken. Spectra were collected separately from all of the ground corn samples. Calibration studies were carried out for the corn samples for which the Soxhlet-Henkel reference analysis was carried out. As a result of the obtained calibration, calibration set $r = 0.6853$; $r^2 = 0.4696$ and Standard Deviation = 0.4917. In the case of the hydration set $r = 0.5894$; $r^2 = 0.3474$ Standard Deviation = 0.5142 values were found. When the calibration interval is 1.966, the validation interval is determined to be 2.044. As a result; In this study on samples from 7 regions of our country it has been shown that satisfactory calibrations can be produced by working on 500 or more samples in FT-NIR for grain corns having a wide variation in raw cellulose content.

12.KAYNAKLAR

- A.O.A.C. (1980) "Official Methods of Analysis", 13th Ed. Association of Official Analytical Chemists, Washington, D.C.
- AENUGU, H.P.R., KUMAR, D.S., PARTHIBAN, S.N., GHOSH, S.S., BANJÍ, D. (2011).Near Infra Red Spectroscopy- An Overview. International Journal of ChemTech Research, 3(2):825-836.
- AÇIKGÖZ, E., (2001). Yem Bitkileri (3. Baskı) Uludağ Üniv. Güçlendirme Vakfı Yayın No: 182, Bursa.
- AKDEMİR, H., A. ALÇİÇEK, R. ERKEK, (1997). Farklı mısır varyetelerinin agronomik özellikleri, silolanma kabiliyeti ve yem değeri üzerine arařtırmalar. 1. Agronomik Özellikler. Türkiye Birinci Silaj Kongresi.Uludağ Ün. Ziraat Fak. Zootečni Böl.16-19 Eylül 1997,Bursa, 235-239s.
- ALTINEL, (2002).Sanayide Kullanılan Mısır İle Kuru Öğütme Ve Ürünlerinin Bazı Özellikleri. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.Yüksek Lisans Tezi.Bilim Dalı Kodu : 614.02.00
- ANONİM,(2018).Mısır Tarımı.
Eriřim: [https:// arastirma.tarim.gov.tr/ttae/Sayfalar/Detay.aspx?SayfaId=89](https://arastirma.tarim.gov.tr/ttae/Sayfalar/Detay.aspx?SayfaId=89).Eriřim Tarihi: 07.06.2018
- ARGAMAN NA., ESHEL O., MOALLEM U., LEHRER H.,UNİ Z.,ARİELİ A.,2012.Effects of dietary carbohydrates on rumen Epithelial metabolism of nonlactating heifers. J. Dairy Sci., 95, 3977–3986.
- BABAOĞLU, M. 2005.Mısır ve Tarımı (Zea mays L.).Trakya Tarımsal Arařtırma Enstitüsü Müdürlüğü.Edirne-2005.
- BAKER, CW., BARNES, R., (1990). The application of near infrared spectrometry to forage evaluation in the agricultural development and advisory service, p. 337-352. In: Feedstuff Evaluation Edit.: Wiseman J, Cole DJA. Butterworths, London.
- BARBER, G.D., GİVENS, D.I., KRİDİS, M.S., OFFER, N.W., MURRAY, I., (1990). Prediction of the organic matter digestibility of grass silage. Anim. Feed Sci. Technol, 28, 115–128.

- BAŞBAĞ, M., DEMİREL, R., GÜL, İ., SARUHAN, V., (1997). GAP Bölgesinde Silajlık Materyal Olarak Mısır ve Sorgum Yetiştirme Olanakları. Türkiye Birinci Silaj Kongresi.Hasad Yayıncılık. 251-255. İstanbul.
- BAYE, T.M., PEARSON, T.C., SETTLES, A.M. (2006). Development of a Calibration to Predict Maize Seed Composition Using Single Kernel Near Infrared Spectroscopy. Journal Of Cereal Science, 236-243.
- BELYEA R. L. AND R. E. RICKETTS. (1980). New method of determining energy content and evaluating heat damage in forages for dairy cattle. University of Missouri. Extension: EC931.
- BERGER, J. (1962). Maize Production and the Manuring of Maize. Centre d' étude de L' azote, Geneva, 315 p.
- BLANCO, M. CUEVA-MESTANZA,R. PEGUERO, A. (2011). NIR analysis of pharma ceutical samples without reference data: improving the calibration. <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/21872081> Erişim Tarihi: 01.03.2017 Talanta, 85(4):2218-25.
- BUCKNER,C.D., KLOPFENSTEIN,T.J., ERICKSON,G.E. (2013). Evaluation of modification stothe neutral detergent -fiber analysis procedure for corn and distillers grains plus solubles. The Professional Animal Scientist 29. 252–259.
- BURGERS, A.P. (2009). Development of Rapid Methods to Determine the Quality of Cornfor Ethanol Production., Yüksek lisans tezi, Iowa Devlet Üniversitesi.
- BÜYÜKSİRİT,T., KULEASAN, H., (2014).Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (Ftir) Spektroskopisi ve Gıda Analizlerinde Kullanımı. GIDA (2014) 39 (4): 235-241.
- CHEEWAPRAMONG, P., WEHLING, R.L. (2007). Use of Near-Infrared Spectroscopy for Qualitative and Quantitative Analyses of Grainsand Cereal Products. Spectroscopy, 169.
- CHOLS.W., CHANG SUG LEE, CHANG HEE PARK, DONG HEE KIM, SUNG KWON PARK (2014).Prediction of Nutrient Composition and In-Vitro Dry Matter Digestibility of Corn Kernel Using Near Infrared Reflectance Spectroscopy. Journal of the Korean Society Grassland and forgae Science.34(4) 277-282.

- COGDILL,R.P., C. R. HURBURGH, JR., G. R. RIPPKE. (2004). Single-Kernel Maize Analysis by Near-Infrared Hyper spectral Imaging Agricultural and Biosystems Engineering Publications. Iowa State University. Vol. 47(1): 311-320.
- CRAMPTON, E., W. DONEFER, E., LLOYD, L. E., (1960). A nutritive value for forages. Proc. 8th Int. Grassid. Congr. Reading.
- CWS Manual (2003). Sensologic Calibration Workshop Version 2.02, Sensologic GmbH, Germany.
- DAVİES, A.M.C. (1999). NIR Instruments companies: The Story So Far. NIR news, 10(6):14-15.
- DİNÇ, E. (2007). Kemometri: Çok Değişkenli Kalibrasyon Yöntemleri. Hacettepe Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Dergisi, 27(1): 61-92.
- DOĞUSOYLU. C. E., BAYRAM. İ., (2017) Mısır Tanesinde NDF Analizi için NIR Kalibrasyonu Oluşturulması Afyon Kocatepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü Hayvan Besleme Beslenme Hastalıkları Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi Tez No 2017-006 Afyonkarahisar.
- DOREAU, B.M AND PHİLİPPEAU C. (1999). Maize Silage Genotype and Ruminant Digestion.Zootehnika,74,1.
- DOWSWELL, R.C., R.L. PALİWAL, AND R.P. CANTRELL. (1996). Maize in the Third World. Westview Press. Colorado, USA, 268 p.
- DRAPER, N., SMITH, H. (1998). AppliedRegression Analysis, John&Wiley, New York.
- EGESEL,C.Ö., KAHRIMAN,F., KAVDIR,İ., EKİNCİ,N., BÜYÜKCAN,B. (2015). Mısırdaki Protein ve Yağ Oranının FT-NIR (Fourier Dönüşümlü Yakın Kızıl Ötesi Yansıma) Spektroskopisi Yöntemi ile Tespitinde Örnek Tipi ve Kemometrik Metodun Etkisi. Süleyman Demirel Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi 10 (2):51-61, 2015.
- ERGÜL, M.,(2008).Yemler Bilgisi.Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları No: 487.

- ERIKSSON, K.E., BLANCHETTE, R.A., ANDER, P., (1990). Bio degradation of lignin. In *Microbial and enzymatic degradation of wood and wood components*, 225-333. Springer-Verlag KG, Berlin.
- ERTEKİN, İ., ÇELİKTAŞ, N., CAN, E., KIZILŞİMŞEK, M., (2017). Yonca Silaj ve Besleme Kalitesinin FT-NIRS Teknolojisi ile Saptanması. *KSÜ Doğa Bil. Derg.*, 20 (Özel Sayı), 88-92, 2017.
- ERTUGAY, M.F., BAŞLAR, M., (2010). Gıdaların Kalite Özelliklerinin Belirlenmesinde Yakın Kızılötesi (Nır) Spektroskopisi. *GIDA* (2011) 36 (1): 49-54.
- FAO (2016). Türkiye İstatistik Kurumu.
Erişim : [<http://www.fao.org/faostat/en/#home>]. Erişim Tarihi: 01.03.2018.
- GASPARDO, B., DEL ZOTTO, S., TORELLI, E., CIVIDINO, S.R., FIRRAO, G., DELLA RICCIA, G., STEFANON, B. (2012). A Rapid Method for Detection of Fumonisin B1 and B2 in Corn Meal Using Fourier Transform Near Infrared (Ft-Nir) Spectroscopy Implemented with Integrating Sphere. *Food Chemistry*, 135(3): 1608-1612.
- GÜMÜŞTAŞ. Ö., BAYRAM. İ., (2017) Mısır Tanesinde ADF Analizi için NIR Kalibrasyonu Oluşturulması Afyon Kocatepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü Hayvan Besleme Beslenme Hastalıkları Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi Tez No 2017-008 Afyonkarahisar.
- GOLDMAN, A., GENİZİ, A., YULZARİ, A., SELİGMAN, NG. (1987). Improving the reliability of the two stage in vitro assay for ruminant feed digestibility by calibration against in vivo data from a wide range of sources. *Anim. Feed Sci. Technol.*, 18: 233-245.
- HEUZE, V., TRAN, G. (2016). Maize Grain.
Erişim: [<http://www.feedipedia.org/node/556>] Erişim Tarihi: 14.08.2016.
- JUGENHEIMER, R.W. (1958). Hybrid Maize Breeding and Seed Production. FAO Agricultural Development Paper No:62, Rome. 369 p.
- KAUR A., KİM JR., MİCHİE L., DİNSDALE RM., GUWY AJ., PREMIER CG., (2013). Microbial fuel cell type biosensor for specific volatile fatty acids using acclimated bacterial communities. *Biosens. Bioelectron.*, 47, 50–55.

- KEYS, S. E., AND BARTON F.E. (2007). Cereal Foods, In Near-Infrared Spectroscopy in Food Science and Technology, (Ed: Ozaki, Y., McClure, W. F., Christy, A. A.), John Wiley and Sons, Inc.: Hoboken, NJ pp 297-310.
- KILIÇ, A., (1986). Silo Yemi (Öğretim, Öğrenim ve Uygulama Önerileri). Ege Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Bilgehan Basımevi. İzmir.
- KIRTOK, Y. (1998). Mısır Üretim ve Kullanımı. Kocaelik Basın ve Yayınevi, Sayfa 445, İstanbul.
- KURTULUŞ, M. (2010). Lignoselülozik Materyallerden Termokatalitik İşleme Suda Çözündürülen Polisakkaritlerin Moleküler Yapılarının İncelenmesi.Yüksek Lisans Tezi Çukurova Üniversitesi.
- KUTLU, H.R.,(2008).Yem Değerlendirme ve Analiz Yöntemleri. Çukurova Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Zootečni Bölümü.
- KÜN, E. (1985). Sıcak İklim Tahılları. Ankara Üniv. Zir. Fak. Yay. No: 953, Ders Kitabı No: 275, Ankara. 317 s.
- MA, B.L., SUBEDİ, K.D., STEWART, D.W AND DWYER, L.M. (2006). Dry Matter Accumulation and Silage Moisture Changes After Silking in Leafy and Dual-Purpose Corn Hybrids. *Agron J.* 98:922-929.
- MARTINEZ, A.T., CAMERERO, S., GUTIERREZ, A., (2001). Studies on wheat lignin degradation by *Pleurotus* species using analytical pyrolysis. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 59, 401-411.
- MCCLURE, W.F., AND TSUCHIKAWA, S. (2007). Instruments in Ozaki, Y., McClure, W.F. and Christy, A.A. (Eds), *Nearinfrared spectroscopy in food science and technology*, John Wiley & Sons, Inc., New Jersey, pp. 75-107
- MENDU V., GRİFFİTHS JS., PERSSON S., STORK J., DOWNİE AB., VOİNİCİUC C., HAUGHN GW., DEBOLT S., (2011). Subfunctionalization of cellulose synthases in seed coat epidermal cells mediates secondary radial Wall synthesis and mucilage attachment.*Plant Physiol.*, 157, 441–453.
- MELCHINGER, A.E., SCHMIDT, G.A. AND GEIGER, H.H. (1986). Evaluation of near infra-red reflectance spectroscopy for predicting grain and stover quality traits in maize. *Plant Breeding*, 97: 20-29.

- MOUAZEN, A.M., R. KAROUÏ, J. DE BAERDEMAEKER, H. RAMON. (2006). Characterization of Soil Water Content Using Measured Visible and Near Infrared Spectra. *Soil Sci. Soc. of Am. J.* 70:1295-1302.
- LEE EJ, SHANNON JG, CHOUNG MG (2011). Application of nondestructive measurement to improve soybean quality by near infrared reflectance spectroscopy. In: Ng T-B, editor. *Soybean Applications and Technology*. InTech, pp. 287-304.
- NORRIS, K.H., BARNES, R.F., MOORE, J.E., SHENK, J.S., (1976). Predicting forage quality by infrared reflectance spectroscopy. *J. Anim. Sci.*, 43, 889–897
NFTA, National Forage Testing Association. 2003. <http://foragetesting.org>.
- NORRIS, K.H., HART, J.R., (1965). Direct spectrophotometric determination of moisture content of grain and seeds. *Proceedings 1963 International Symposium on Humidity and Moisture*, 4: 19-25.
- ORMAN, B.A., SCHUMANN, R.A. (1991). Comparison of Near-Infrared Spectroscopy Calibration Methods for the Prediction of Protein, Oil, and Starch in Maize Grain. *Journal Of Agricultural And Food Chemistry*, 39(5): 883-886.
- OSBORNE, B.G. (2000). Near-infrared spectroscopy in food analysis, In: *Encyclopedia in analytical Chemistry* (Ed: R. A. Meyers), John Wiley Sons.
- PARISI, F., (1989) . “Advances in lignocellulosic hydrolysis and in the utilisation of the hydrolysates”, *Advances Biochemical Engineering*, 38, 53-87.
- PARK, R.S., GORDON, F.J., AGNEW, R.E., BARNES, R.J., STEEN., R.W.J., (1997). The use of near infrared reflectance spectroscopy on dried samples to predict biological parameters of grass silage. *Anim. Feed Sci. Technol.*, 55:165-177.
- PASQUINI, C., (2003). Near Infrared Spectroscopy. Fundamentals, practical aspects and analytical applications. *J. Braz. Chem. Soc.* Vol. 14:2, 198-219.
- REDSHAW, E.S., MATHISON, G.W., MILLIGAN, L.P., WEISENBURGER, R.D., (1986). Near infrared reflectance spectroscopy for predicting forage composition and voluntary consumption and digestibility in cattle and sheep. *Can. J. Anim. Sci.*, 66, 103–115.

- REEVES, J.B.I., D'MELLO, J.P.F. (2000). Farm Animal Metabolism and Nutrition. CABI International Press, Oxford.
- RICHARDSON C. (2001).Relative feeding value (RFV), an indicator of hay Quality. OSO Extension Fact F2117.<http://clay.agr.okstate.edu/alfalfa/webnews/quality3.htm>.
- RIDGWAY, C., CHAMBERS, J. (1996). Detection of External and Internal Insect Infestation in Wheat by Near-Infrared Reflectance Spectroscopy. Journal Of The Science Of Food And Agriculture, 71: 251-264.
- SADE, B., (2002). Mısır Tarımı. Konya Ticaret Borsası Yayın No: 1. Konya.
- SHENK, J. S., (1992). Networking and calibration transfer, In: Making Light Work: Advances in Near Infrared Spectroscopy, Edit.: Murray I, Cowe IA. Ian Michael Publications, p. 223-228. Chichester.
- SHENK, J.S., WESTERHAUS, M.O., (1985). Accuracy of NIRS instruments to analyse forage and grain. Crop Sci., 25, 1120–1122.
- SPIELBAUER. G, ARMSTRONG. P, BAIER. J.W., ALLEN. W.B., RICHARDSON. K., SHEN. B., SETTLES. A.M., (2009) High-Throughput Near-Infrared Reflectance Spectroscopy for Predicting Quantitative and Qualitative Composition Phenotypes of Individual Maize Kernels Cereal Chem. 86(5):556–564 doi:10.1094/ CCHEM-86-5-0556
- ŞAHİN, S.,(2001).Türkiye’de Mısır Ekim Alanlarının Dağılışı Ve Mısır Üretimi. G.Ü. Gazi Eğitim Fakültesi Dergisi Cilt 21, Sayı 1 (2001) 73-90.
- TALLADA J.G., PALECIOS-ROJAS N., ARMSTRONG P.R. (2009). Prediction Of Maize Seed Attridutes Using A Rapid Single Cernel Near İnfrared İnsrument. Journal Of Cereal Science 50: 381-387.
- TİLLEY, J. M. A., and R. A. TERRY. (1963). A two-stage technique for the in vitro digestion of forage crops. J. Brit. Grassland Soc. 18:104.
- TOMAS. E., BAYRAM. İ., (2017) Mısır Tanesinde Nişasta Analizi için NIR Kalibrasyonu Oluşturulması Afyon Kocatepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü Hayvan Besleme Beslenme Hastalıkları Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi Tez No 2017-007 Afyonkarahisar.

- TUİK (2016). Türkiye İstatistik Kurumu. Erişim : [<http://www.tuik.gov.tr>].Erişim Tarihi: 01.03.2018
- TÜRKMEN,İ.İ.,(2011).Temel Yem Bilgisi ve Hayvan Besleme. T.C. Anadolu Üniversitesi Yayını No : 2289.
- USTA,M., SAÇAKLI,P.,(2013). Süt İneklerinin Beslenmesinde Nişastanın Önemi ve Düşük Nişastalı Rasyonlarla Besleme Stratejileri. Erciyes Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi,10(2), 125-133, 2013.
- ÜNAL, Y., (2005). Near İnfrared reflektans spektroskopinin hayvan besleme bilim alanında kullanım imkanları. Lalahan Hay. Arast. Enst. Derg., 45 (1) 33 – 39.
- VAN SOEST, P. J., (1994). Nutritional Ecology of the Ruminant (2nd Ed.). Ithaca, N.Y.: Cornell University Press.
- VIA, B.K., ZHOU, C., ACQUAH, G., JIANG, W., ECKHARDT, L. (2014). Near İnfrared Spectroscopy Calibration for Wood Chemistry: Which Chemometric Technique Is Best for Prediction and Interpretation. MDPI(Multidisciplinary Digital Publishing Institute). 14:13532-13547.
- WATSON, A. S. (1987). Structure and composition. In: Wat-son S.A., Ramstad, P.E. (Eds.), Corn chemistry and tech-nology. St. Paul, MN: American Association of Cereal Chemists, pp. 53–82.
- WİLLİAMS, P.C., SOBERİNG, D., (1993). Comparison of commercial near infrared transmittance and reflectance instruments for analysis of whole grains and seeds. Journal of Near İnfrared Spectroscopy, 1: 25-32.
- YAVUZ, M.,(2005).Deterjan Lif Sistemi.GOÜ. Ziraat Fakültesi Dergisi, (2005), 22 (1), 93-96.
- YILDIRIM. S., ÇETİNGÜL. İ.S., (2016) Mısır Tanesinde Ham Yağ Analizi için NIR Kalibrasyonu Oluşturulması Afyon Kocatepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü Hayvan Besleme Beslenme Hastalıkları Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi Tez No 2016-008 Afyonkarahisar.
- YUAN, J. and FLORES, R. A. (1995). Effect of physical and chemical properties of corn on dry milling properties. ASAE Paper 95-6152. Am. Soc. Agric. Eng.: St. Joseph, MI.

ZIMMER, E., GURRATH, P.A., PAUL, CHR., DHILLON, B.S., POLLMER, W.G.,
KLEIN, D. (1990). Near infrared reflectance spectroscopy analysis of
digestibility traits of maize stover. *Euphytica*, 48: 73-81.

ÖZGEÇMİŞ

1985 yılında Afyonkarahisar ilinde doğdu. Lise öğrenimini 1998-2002 yıllarında Afyon Milli Piyango Anadolu Lisesinde, Üniversite öğrenimini ise Konya Selçuk Üniversitesi Veteriner Fakültesinde tamamlayarak mezun oldu. 2011 yılında Askerliğini Trabzon'da Veteriner Teğmen olarak tamamladıktan sonra özel sektörün çeşitli et ürünleri ve yem firmalarında çalıştı. 2016 yılında Şırnak Tarım, Gıda ve Hayvancılık İl Müdürlüğünde memuriyet hayatına başladı. 2018 yılında Afyon Kocatepe Üniversitesi Hayvan Besleme ve Beslenme Hastalıkları Anabilim dalında yüksek lisans eğitimimi tamamladı.