



MISIR TANESİNDE NDF ANALİZİ İÇİN NIR

KALİBRASYONU OLUŞTURULMASI

Zir. Müh. Cemal Emre DOĞUSOYLU

HAYVAN BESLEME VE BESLENME HASTALIKLARI

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

DANIŞMAN

Prof. Dr. İsmail BAYRAM

Tez No: 2017-006

2017-AFYONKARAHİSAR

T.C.
AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MISIR TANESİNDE NDF ANALİZİ İÇİN NIR KALİBRASYONU
OLUŞTURULMASI

ZİRAAT MÜHENDİSİ
CEMAL EMRE DOĞUSOYLU

HAYVAN BESLEME VE BESLENME HASTALIKLARI ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

DANIŞMAN
Prof.Dr. İSMAİL BAYRAM

AFYON
2017

Bu Tez Afyon Kocatepe Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu
tarafından 14.SAĞ.BİL.22 Proje Numarası İle Desteklenmiştir.

Tez No: 2017-006

2017-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
Yükseklisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Savunma Tarihi: 20.04.2017



Prof.Dr. İsmail Bayram
Afyon Kocatepe Üniversitesi
Jüri Başkanı



Prof.Dr. Mustafa Midilli
Abant İzzet Baysal Üniversitesi
Üye



Yrd.Doç.Dr. Cangir Uyarlar
Afyon Kocatepe Üniversitesi
Üye

Hayvan Besleme ve Beslenme Hastalıkları Tezli Yüksek Lisans Programı öğrencisi Cemal Emre DOĞUSOYLU' nun "Mısır Tanesinde NDF Analizi İçin NIR Kalibrasyonu Oluşturulması" başlıklı tezi 20.04.2017 günü saat 17:00' da Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği'nin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.



Prof. Dr. Abdullah ERYAVUZ
Enstitü Müdürü

ÖNSÖZ

Yüksek lisans çalışmam sırasında gerek ders gerekse tez dönemimde maddi ve manevi desteğini benden esirgemeyen, büyük bir sabır göstererek çalışmamın her aşamasında yanımda olan, insani değerleri yüksek, özverili, sevecen, disiplinli insan, danışman hocam Sayın Prof. Dr İsmail BAYRAM'a ayrıca, tez çalışmamın her aşamasında desteklerini esirgemeyen Yrd.Doç.Dr. Cangir Uyarlar ve Dr. E. Eren Gültepe hocalarıma sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	İV
GRAFİKLER VE RESİMLER DİZİNİ.....	XI
2. MATERYAL VE METOT.....	25
3. BULGULAR.....	27
4. TARTIŞMA.....	30
5. SONUÇ	33
6. ÖZET	34
7. SUMMARY	35

SİMGELER VE KISALTMALAR

%	Yüzde işareti
ADF	Asit Deterjan Fiber
ADL	Asit deterjan lignin
AKÜ	Afyon Kocatepe Üniversitesi
cm	Santimetre
Ca	Kalsiyum
C-H	Karbon Hidrojen bağı
Cu	Bakır
DDGS	Dried Distillers with solubles
DE	DigestibleEnergy
EDTA	Etilen diamino tetra asetik asit
FCIS	Amerikan Tahıl Denetim Servisi
Fe	Demir
FT – NIR	Fourier dönüşümlü yakın kızılötesi yansıma
HK	Ham Kül
HP	Ham Protein

HS	Ham Selüloz
HY	Ham Yağ
Ib	Libre
K	Potasyum
Kg	Kilogram
KM	Kuru Madde
L	Litre
mg	miligram
ml	mililitre
mm	milimetre
ME	Metabolize olabilir Enerji
Mg	Magnezyum
MJ	Mega joule
MLR	Çoklu Doğrusal Regresyon
Mn	Mangan
Mo	Molibden
MPLS	Two regression algorithms
MSC	Multiplicative scatter correction

Na	Sodyum
NDF	Nötr Deterjan Fiber
NE g	Net Energy Gain
NE m	Net Energy Maintanance
NE	Net Enerji
N-H	Azot Hidrojen bađı
NIR	Yakın Kızılötesi yansıma
NIRCAL	Program ismi
Nm	nanometre
NYD	Nisbi Nem deđeri
O-H	Oksijen Hidrojen bađı
OM	Organik Madde
OMS	Organik Madde Sindirimi
P	Fosfor
PCA	Temel Bileşen Analizi
PCR	PolimerazeChainReaction
Ph	Potential of hydrogen
PLS	PartialleastSquer

PLSR	Kısmi en küçük kareler regresyonu
ppm	Partspermillion
R2	Coefficient of correlation
RM SEC	MeanSquerError
S	Kükürt
Se	Selenyum
SE	Sindirilebilir enerji
SEM	Standart Erormeant
S-H	Kükürt hidrojen bağı
SNV	Standart Normal Varite
SNV	Standart Normal Validasyon
TDN	Total Digestible Nutrients
TMO	Toprak Mahsulleri Ofisi
TMR	Toplam rasyon karışımı
TUİK	Türkiye İstatistik Kurumu
v.b	ve bu gibi
Zn	Çinko

TABLolar DİZİNİ

Tablo 1- Mısır'ın besin madde içerikleri.....4

Tablo 2- Mısır'ın mineral madde içeriği.....5

Tablo 3- Türkiye'de bölgesel mısır ekim alanları ve üretim miktarları8

Tablo 4- Türkiye'de mısır ekimi yapılan şehirlerde ekim alanı ve üretim miktarları8

Tablo 5- Konu ile ilgili yapılan çalışmalardan bazı örnekler...30

Tablo 6- Mısır tanesinde yaş kimya sonuçları.....31

GRAFİKLER VE RESİMLER DİZİNİ

Resim 1- Mısır tohumunun morfolojik yapısı	3
Grafik 1- Bazı ülkelerin mısır üretim miktarları	6
Grafik 2- Türkiye’de mısır üretimi ve ekim alanı	7
Grafik 3- Normalizasyon uygulanmış spektra seti	27
Grafik 4- TahminlemeRezüdüal hatasının kareler toplamı	28
Grafik 5- Kalibrasyon setinin tutarlılık analizleri	28
Grafik 6- Kalibrasyon ve Validasyon seti Modelleri	29

1. GİRİŞ

1.1. Mısır ve Önemi

Anavatanı tropik Amerika olan tarla bitkisi mısır, endüstriyel ve hayvansal üretimde enerji değeri açısından önem taşımaktadır. İçerdiği zengin besin maddelerinden dolayı başta kanatlılar olmak üzere hayvan beslenmesinde en çok kullanılan yem hammaddelerinden bir tanesidir. Protein dışında hammadde için mısırdan elde edilen nişasta, yağ ve glikoz da ekonomik açıdan önem arz etmektedir(Ergün ve ark.,2004).

Mısır bitkisinin yaprakları saplarından ve yaprakların koltuk altlarından koçanlar çıkarak bunlardan meyveler elde edilir. Meyveleri çeşitli amaçlarda, nişasta elde etmek, yiyeceklerde insan yemeği, hayvan beslemede ve biyoetanol üretiminde kullanılır.Böylesine geniş bir alt türü bulunan mısır bitkisinin kullanım alanı da çok geniştir. İnsan beslenmesinden, hayvan beslenmesine kadar hatta endüstriyel boyutta gıda sanayinde yaygın bir kullanım alanı vardır. Bu nedenle dünyada hemen her ülkede yetiştiriciliği hızlı biçimde artmaktadır. Amerika'da Aztek, İnka ve Maya medeniyetleri zamanında buradaki halkların başlıca besin kaynağı mısır bitkisiydi, bugün de dünyanın en büyük mısır üreticisi ülkesi olan ABD, toplam üretimin yarısını gerçekleştirmektedir. Mısırın en fazla üretildiği ve tüketildiği ülke olan Amerika Birleşik Devletlerinde yıllık 865,4 kg/yıl kişi başına toplam tüketim olduğu bildirilmektedir. Mısır üreticileri birliği Amerika Birleşik Devletlerinde güçlü bir organizasyondur. Ayrıca mısırdan elde edilen biyoetanol üretimi de çiftçiler tarafından yaygın biçimde kullanılan bir enerji kaynağıdır.Mısır tüketim oranlarına bakıldığında, dane mısırın hayvan beslenmesinde kullanılan tüketiminde 2000 yılından bugüne çok fazla artış olmamış, hatta düşüşler yaşanmış (2000 yılında tüketim 1.217 bin ton, 2013 yılında 1.160 bin tona gerilemiş) iken silaj mısır tüketimi çok ciddi oranda artmıştır. Dane mısır üretiminde Türkiye diğer kullanım durumları eklendiğinde hala kendine yeterlilikte oldukça geri durumdadır. Ülkede yetiştirilen ürünlerin ülke ihtiyacına yetip/yetmeme durumunun irdelendiği istatistiklerde, Türkiye'de dane mısır üretimi artmasına karşılık, kendine yeterlilik oranlarında

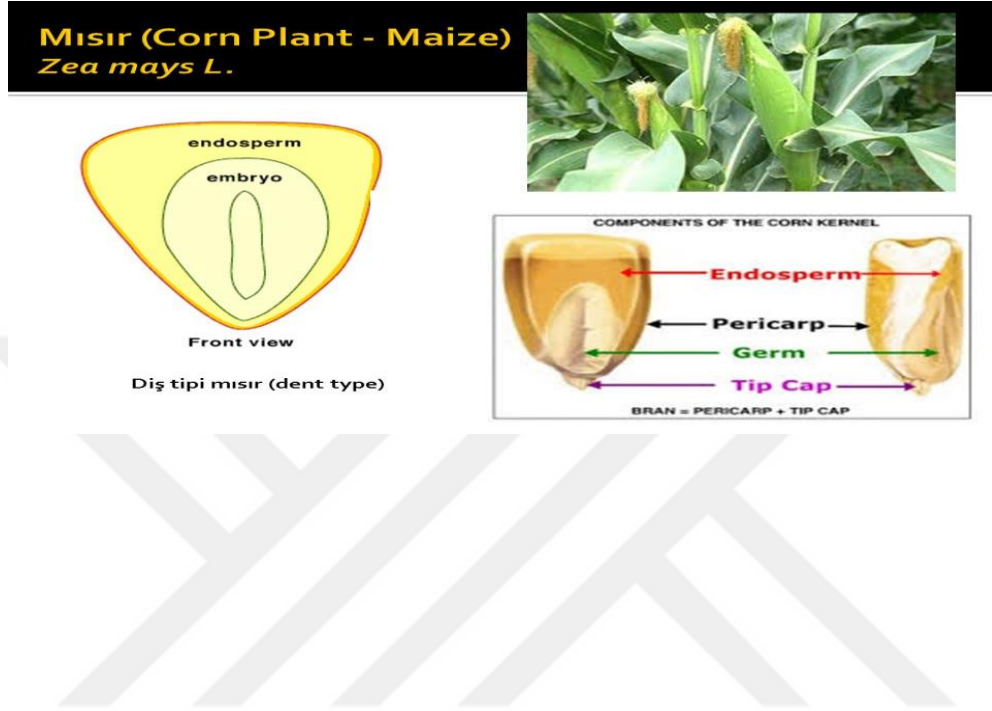
istenen düzeye erişememiştir. 2000 yılında kendine yeterlilik oranı %73,8 iken bu oran 2013 yılında 86,1'i yükselmiştir. Tüm bu gelişmeler mısır üretimi konusunda Türkiye'nin daha da gelişmesinin gerekliliğini göstermektedir. Ancak mısır arsız bir bitki olması nedeniyle tarlaların canına okumaktadır. Kısa sürede 2 metreyi aşkın boya, 1 koçanda 300-400 daneye ulaşması, yoğun bir gübre, ilaç, bakım ve su tüketimi anlamına gelmektedir. Bu nedenle doğal kaynakları sınırlı bölgelerde, özellikle sulama bakımından sürdürülebilirlik düşünülerek ekim nöbetine uygun yetiştiriciliğinin yapılması gerekir. Türkiye su ve diğer kaynaklar yönünden kısıtlılığı bulunan bir ülkedir. Bu nedenle mısırın ekiminin titizlikle takibi, kontrolü ve doğal kaynaklara verdiği/vereceği etkilerin dikkate alınarak teşviki daha doğru bir yaklaşım olacaktır (Direk, 2016).

Diğer tahıllarla karşılaştırıldığında, mısırın enerjisi biraz daha yüksektir. Mısır kuru maddede yaklaşık olarak %70 oranında nişasta içermektedir. Tanelerinde diğer önemli besin maddeleri olarak protein, selüloz ve mineraller yer alır. (Lardy, 2013). Diğer tahıllarda olduğu gibi mısır da düşük oranda kalsiyum ve rölatif olarak daha yüksek oranda fosfor içerir. Rasyonda yüksek oranda mısır bulunduğu idrar taşı oluşumunu önlemek için ilave mermer tozu gibi kalsiyum kaynağı ilavesi yapılır.

1.1.1. Mısır ve Yapısal Özellikleri

Mısır (Zeamays), başta Afrika, Latin Amerika ve Asya gibi kıtalarda gelişmekte olan ülkelerde olmak üzere bütün dünyada olmak üzere yemlerde en çok kullanılan ana hammaddelerinden biridir. Mısır tahılı; tane, un, yağ, şurup, yağ olarak gıda sanayiinde kullanıldığı gibi, gıda sanayisi dışında kozmetik, yapıştırıcı, boya malzemesi olarak da kullanılmaktadır. Nişasta ve yağ mısırın esas ürünleridir. Mısır tanesinde, ağırlığının %70 nişasta, %10 protein, %5 yağ, %2 şeker, %2 kül ve ayrıca pentozanlar bulunur. Tüm tanedeki yağ oranı %4-7 arasında değişir. Tanedeki protein oranının yaklaşık $\frac{3}{4}$ 'ü de embriyoda bulunur. Nişastanın neredeyse tamamı endosperimde yer almaktadır. Belli başlı mısır çeşitleri: Sert mısır, unlu mısır, at dişi mısır, patlak mısır ve kavuzlu mısırdır.

Resim. 1 Mısır Tohumunun morfolojisi



Mısır tanesi çiftlik hayvanları rasyonlarında enerji kaynağı olarak en çok kullanılan yem hammaddelerinden biridir. Mısırdan birçok hammadde ve yan ürün elde edilir. Mısır unu endüstrisi yan ürünleri; mısır kepeği, mısır griti, mısır yağı, mısır embriyosu, mısır kepeği, nişasta endüstrisi yan ürünleri; mısır kepeği, mısır yağı, mısır embriyo küspesi, mısır gluten unu, mısır gluten yemi, mısır melası, mısır ıslatma suyu, nişasta ve bazı tatlandırıcılar, alkol ve biyodizel sanayii yan ürünleri; Etanol, CO₂, DDGS elde edilir ve hayvan beslemesinde kullanılabilir.(Feedipedia,2017).

Mısır'ın besin madde içerikleri tablo 1 'de, mineral madde içeriği ise tablo 2 ' de gösterilmiştir.

Tablo. 1 Mısır'ın besin madde içerikleri,(NRC,1996)

Besin Maddesi	Miktar
Enerji,TDN,%	90
NE,mMcal/Kg	2.25
NE,gMcal/Kg	1.54
HP,%	9.8
NDF,%	10.8
ADF,%	3.3

Tablo.2 Mısır'ın mineralmadde içeriği,(NRC,1996)

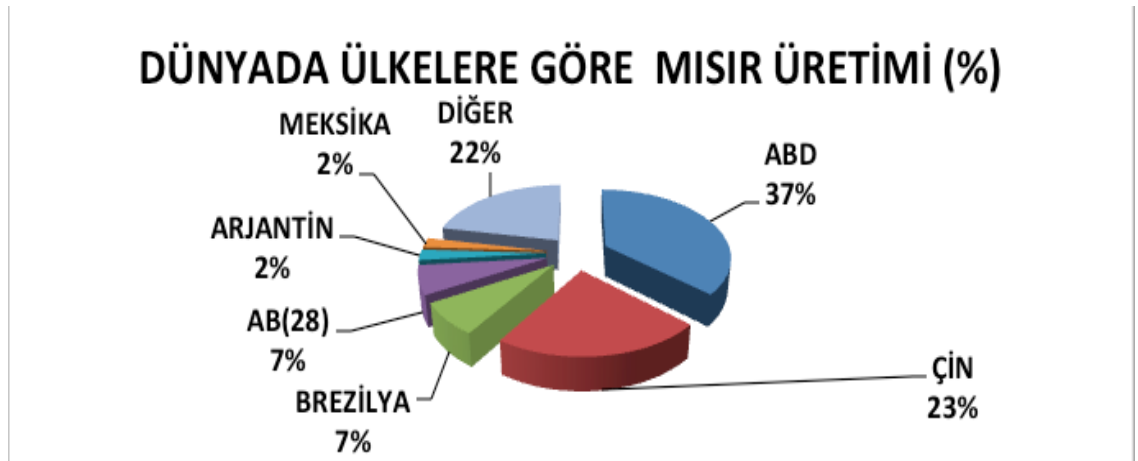
Mineral	Miktar
Ca,%	0,03
P,%	0,32
K,%	0,44
Mg,%	0,12
Na,%	0,01
S,%	0,11
Cu,ppm	2,5
Fe,ppm	54,5
Mn,ppm	7,9
Se,ppm	0,14
Zn,ppm	24,2
Mo,ppm	0,60

1.1.2 Mısırın Dünya’da ve Türkiye’de Üretimi

Tropik ve subtropik ılıman iklim kuşağında yetiştirilebildiği gibi, dünyanın hemen her yerinde tarımı yapılabilmektedir. Dünya’da toplam 1.5 milyar hektar tarım alanının yaklaşık 712 milyon hektarında tahıl ekimi yapılırken, bu alanın 183 milyon hektarında mısır yetiştirilmektedir. Mısırın tahıl ekiliş alanı içindeki payı % 25,7’dir (FAO,2014)

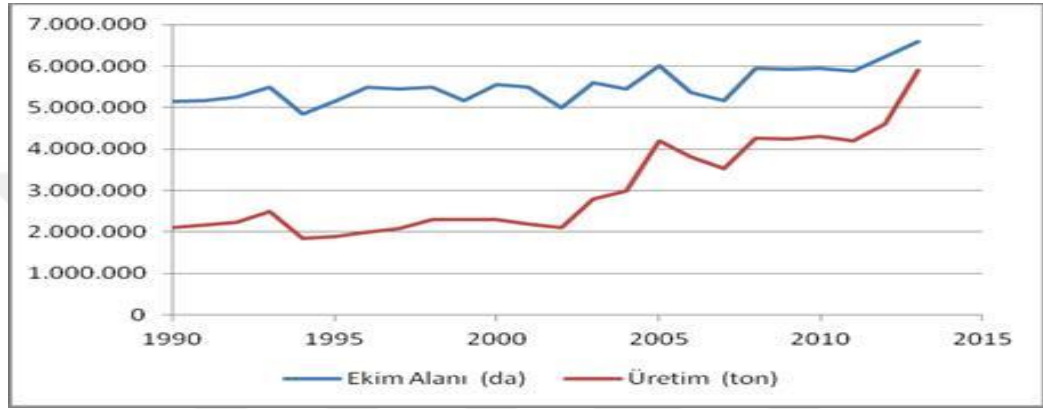
Dünya’da 2.7 milyar ton tahıl üretimi içinde, mısır üretim miktarı 1.038.281 bin tondur. Mısırın toplam tahıl üretimi içinde ki payı % 38.1’dir (FAO,2014). Dünya’da ekiliş alanı bakımından buğday ve çeltikten sonra üçüncü sırada gelen mısır, üretim miktarı açısından birinci sıradadır. En fazla mısır üreten ülkeler ABD, Çin, Brezilya, Arjantin, Meksika, Hindistan, Ukrayna, Endonezya’dır. Türkiye üretici ülkeler arasında 24. sırada gelmektedir. Son 10 yıllık süreçte Dünya’da mısır ekim alanları % 24 oranında artarken, üretim % 42.3 oranında artmıştır.

Grafik 1- Dünyada Ünelere Göre Mısır Üretimi (%)



Ülkemizde mısır üretimi, 1950'li yıllarda ağırlıklı olarak Karadeniz ve Marmara Bölgeleri'nde yapılırken 1980'li yıllardan sonra Akdeniz ve Ege Bölgeleri'ne kaymıştır. Son yıllarda ise Güneydoğu Anadolu Bölgesi'nde mısır üretiminde önemli miktarda artış kaydedilmiştir.

Grafik. 2- Türkiye'de mısır üretimi ve ekim alanı



Türkiye'de tahıllar içinde buğday ve arpadan sonra en geniş ekim alanına sahip sıcak iklim tahılı mısırdır. Mısır tarımı Akdeniz Bölgesi, Karadeniz Bölgesi, Marmara, Ege ve Güneydoğu Anadolu Bölgeleri içinde yaklaşık 60 ilimizde yapılmaktadır. Üretim özellikle Adana, Mardin, Şanlıurfa, Sakarya, Osmaniye, Manisa, Mersin, Kahramanmaraş, Konya, Bursa, Aydın, İzmir, Samsun, Diyarbakır ve Hatay illerinde yoğunlaşmıştır. Ülkemizdeki mısır ekim alanlarının % 68'ini tanelik, % 32'sini silajlık mısır ekim alanları oluşturmaktadır. Çukurova, Amik Ovası ve Güneydoğu Anadolu Bölgesi'nde yetiştirilen mısır ise pamuk, buğday ve yağlı tohumlarla münavebeli olarak ekilmektedir.

Tablo. 3- Türkiye’de bölgesel mısır ekim alanları ve üretim miktarları

Bölgeler	Ekilen Alan (da)	Ekim Alanında Payı (%)	Üretim (ton)	Üretimdeki Payı (%)	Verim (kg/de)
Akdeniz	2.105.100	30,59	2.285.568	36,0	1102
Güneydoğu	1.862.600	27,06	1.666.249	26,0	897
Ege	836.000	12,16	897.409	14,0	1100
Marmara	691.000	10,04	644.834	10,0	944
İç Anadolu	640.000	9,30	625.682	9,7	987
Karadeniz	710.000	10,31	253.620	4,0	357
Doğu Anadolu	37.000	0,54	26.638	0,3	735
TOPLAM	6.881.700	100	6.400.000	100	930

Tablo .4- Türkiye’de mısır ekimi yapılan şehirlerde ekim alanı ve üretim miktarları

İller	Ekim Alanı (Hektar)	Ekim Alanı (%)	Üretim (Ton)	Üretim (%)	Verim (kg/da)
Adana	1.115.280	16,2	1.443.550	22,5	1.094
Şanlıurfa	1.508.860	22,0	1.659.746	26,0	1.096
Mardin	580.200	8,4	670.000	10,5	1.260
Osmaniye	386.845	5,7	497.834	7,8	893
Mersin	211.331	3,0	316.998	4,9	724
Hatay	230.000	3,3	296.000	4,6	985
6 İl Toplamı	4.032.516	58,6	4.884.128	76,3	---
Diğer iller	2.849.184	41,4	1.515.872	23,7	---
TOPLAM	6.881.700	100	6.400.000	100	930

Mısır insan beslenmesi, hayvan yemi ve endüstri hammadde olarak kullanılan bir bitkidir. Türkiye'nin mısır tüketimine ilişkin verileri incelediğimizde karşımıza şu durum çıkmaktadır. Üretilen mısırın %78'i hayvan beslenmesinde yem maddesi olarak, %15'i Nişasta sanayinde, %5'i yerel tüketim, %3'ü ise endüstriyel alanda

değerlendirilmektedir. Aynı zaman da mısır silajlık olarak da hayvan beslemede her geçen gün daha fazla rağbet görmektedir. Toplam tüketim miktarı 6-6.5 milyon ton arasında değişim göstermektedir. Kişi başına yıllık mısır tüketimi 19 kg civarındadır (TMO,2013).

1.1.3. Mısırın Hayvan Beslemede Kullanımı

Mısır'ın tane kısmında kaliteli nişasta ve yeterli derecede yağ olduğundan dolayı yüksek düzeyde enerji barındırır. Bu özeliğinden dolayı ruminantlar, tek mideli hayvanlar ve kanatlı beslemede yüksek düzeyde kullanım alanı vardır. Ruminantlardarasyonun enerji seviyesinin yükseltilmesi için diğer tahıllar gibi tane yemlerle beraber kullanılmaktadır. Hayvan türlerine ve hayvanın verim dönemine göre değişmekle birlikte rasyona % 65-70 oranlarına kadar mısır tanesi katılabilmektedir. Ruminant hayvanlarda rasyonun kuru madde miktarını arttırmak, enerji seviyesini yükseltmek ve kış aylarında kaba yem ihtiyacını karşılamak amacıyla tane yem olarak kullanımının yanında rasyonlarda silajlık mısır olarak kullanılması hayvan besleme maliyetlerini düşürmekte, entansif olarak yetiştirilen süt ineklerinin beslenmesini kolaylaştırmaktadır (Anonim, 2011). Mısır silajı modern hayvancılık işletmelerinde gelişmekte olan hayvanların, besi danalarının, kurudaki ve laktasyondaki sığırların yemlenmesinde bolca kullanılmaktadır. Yüksek dane içeriğinden dolayı besi sığırlarına verilen mısır silajının yemleme stratejisi diğer kaba yemlerden ayrıcalık göstermektedir. Besi sığırı rasyonları dengelenmesi düşünüldüğünde, önemli olan mısır silajı kalite faktörleri; enerji içeriği, selüloz içeriği, nişasta içeriği ve sindirim derecesidir. Besi sığırı rasyon maliyetinin önemli bir kısmı enerji ve proteinin sağlanması oluşturmaktadır. Bu nedenle, mısır silajı, besi sığırı yemleme programlarında yeterli düzeyde enerji sağlaması için en mantıklı alternatif yem hammaddesidir.(Erdal Yaylak, Ahmet Alçıçek; 2003)

Silajlık mısır ekimi ülkemizde en fazla yaz sıcaklıklarının fazla, sulu tarımın yapıldığı Ege, Marmara ve Akdeniz bölgelerinde olup 90-120 gün gibi kısa bir süre içerisinde bahsedilen bu bölgelerde silajlık mısır üretimi gerçekleştirilebilmektedir.

1.2 Yemin Önemi ve Besin Maddeleri Yapısı

Su, protein, karbonhidrat, yağ, mineral madde ve vitaminler gibi besin maddeleri, hayvanların yaşama ve verim payı açısından büyük önem taşımaktadır. Bu besin maddelerini hayvanlar yemlerden ve sudan elde edebilmektedir. (Kellems ve Church,2002).

Bahsedilente temel besin maddeleri ilave edildikleri yem içerisindeki karışım oranına göre önem taşımaktadırlar.

Yemi oluşturan bu besin maddeleri :

SU: Yem maddeleri belli oranlarda mutlaka su içermektedir. Su miktarı taze yeşil ot ve silajlarda % 40-80; tane yem, kuru ot ve samanlarda %10-12 arasında değişir. Bununla beraber, tane yemlerde ve kepek, yağlı tohum küspeleri gibi endüstri yan ürünlerinde su içeriğinin %10dan daha fazla olmaması istenir. Yüzde 10 dan daha fazla olduğu durumlarda depolama sırasında kızıışmadan dolayı meydana gelebilecek bozulmalar yemin uzun süre saklanmasını engellediği gibi bu tür yemlerle beslenen hayvanlarda da bazı hastalıkların oluşmasına neden olabilecektir. İlave olarak, yemdeki su içeriğinin yüksek olması, ekonomik açıdan da kayıplara yol açabilecektir. Su içeriği fazla olan bir yem hammaddesi satın alındığında ödenmiş olan paranın bir kısmıyla su alınmış olacak ve ayrıca su içeriği yüksek olan yem de hayvana besin maddeleri olarak çok fazla ilave katkı sağlamayacaktır. Su bakımından zengin yemlerle kuru madde bakımından zengin yemler birlikte tüketime sunulduğundan dolayı ruminant beslemede yem tüketimi kuru madde tüketimi

baz alınarak tanımlanmaktadır. Bu sebepten ötürü, su içeriği yüksek olan yemlerin rasyondaki miktarları ve besin madde içerikleri çoğunlukla kuru madde bazında ifade edilmektedir. Örneğin, günlük 18 kg kuru madde alması gereken bir süt sığırının toplam rasyonda (TMR) kuru madde bazında %35 oranında kuru madde içeren mısır silajından %60 ve % 88 kuru madde içeren konsantre yemden %40 oranında kullanılacaksa hayvana günlük olarak doğal halde 30,9 kg mısır silajı ($18.0,60/0,35 = 30,9\text{kg}$) ve 8,18kg konsantre yem ($18.0,40/0,88 = 8,18\text{kg}$) verilmesi gerekmektedir (Ergün ve ark.2004).

KURU MADDE (KM) : Yemdeki su uzaklaştırıldıktan sonra geriye kalan kısma kuru madde denir. Bu kısım yani kuru madde kısmı yeme ait olan tüm besin maddelerini içeren kısımdır. Yemin besin maddelerince zengin olması kuru madde oranının yüksek olmasına bağlıdır. Yalnız, kuru madde analizi sonucu, yemdeki organik yapıda bulunan uçucu özellikteki besin maddelerini içermez. Bu yüzden sadece kuru madde analiz sonuçlarına bakılarak yemin besleme değeri hakkında net bir fikir edinilemez. Yemdeki organik ve inorganik maddelerin toplamı olan kuru maddenin belirlenmesi, yemin besin maddeleri açısından değerini tam olarak vermez (Kellems ve Church,2002).

HAM KÜL (HK) : Kuru madde uygun yöntemle yakıldığı takdirde yanmamış olarak kalan maddelerin tamamı ham kül olarak adlandırılır. Yemdeki doğal inorganik maddeler ham kül içerisinde bulunabileceği gibi yeme daha sonra karışmış kum, toprak ve toz gibi maddeler de bulunabilir. Yem içeriğindeki gerçek kül (makro ve iz mineraller) ile birlikte yemdeki kum miktarını da veren ham kül tayini, bu sebeple yemde bulunan gerçek kül miktarını göstermez. Sonradan yeme karışan bu maddeler hayvan için zararlıdır. Bunlar organizmada hiç sindirime uğramadan gübreye birlikte dışarı atılır (Mc Donald ve ark.2010).

HCL ASİTTE ÇÖZÜNMEYEN KÜL: Ham külanalizinde gerçek kül yapısında olmayan maddeler tayin edildiğinden, hem yemin kumlu maddeler içeriği hem de gerçek kül yapısı ile ilgili daha kapsamlı bilgi elde etmek adına bu analiz yapılabilir. Bu analiz, ham kül analizinin yorumlanmasına destek olur (Pond ve Church,2005).

ORGANİK MADDE (OM) : Kuru maddenin ham kül analizi esnasında yanan bölümü organik maddedir. Bu maddelerin sindirilebilirliği arttıkça yem yoğun yem tersi durumunda da kaba yem özelliği kazanır. Hayvanda tokluk hissi oluşturmak için kaba yemler çoğunlukla sindirim sisteminde fiziksel doluluk sağlarlar. Organik maddenin temel besin bileşenleri , ham yağ, ham protein, ham selüloz ve azotsuz öz maddeler olarak sıralanabilir. Sadece yemin organik madde miktarı, toplam yem miktarından ham kül analizi sonucunda bulunan değer çıkarılmasıyla bulunabilir. Ama bu organik maddenin bileşenleri hakkında bilgi vermez (Pond ve Church,2005).

HAM PROTEİN (HP) : Organik maddelerde azot içeren tüm maddelere ham protein adı verilir. Analizi yapılan numunenin ham protein değeri, analiz sonucunda çıkan azot değeriyle 6,25 katsayısının çarpılması sonucu bulunur (bu katsayı proteinlerin % 16'sı azot diye düşünülerek; 100/16 oranından bulunur).Fakat bu hespla protein özelliğinde olmayan maddeler de işleme alındığından yemdeki gerçek protein değeri ortaya çıkmaz ve yanılgıya sebep olabilir. Toplam aminoasit tayiniyle gerçek protein değeri saptanabilir. Bu şekilde yem numunesinin aminoasit yapısı da incelenmiş olur. Ne yazık ki bu analiz uzun uğraş gerektiren ve oldukça maliyetli bir tayin şeklidir (Kellems ve Church,2002).

AZOTSUZ ÖZ MADDELER (N'suz ÖM) :Yemdeki azotsuz öz maddeler şeker ve nişasta gibi kolay eriyebilen karbonhidratlardan oluşmaktadır. Azotsuz öz maddeler için özel bir analiz yöntemi bulunmamaktadır. Yemin azotsuz öz madde içeriğini bulmak için organik maddelerden ham protein,ham yağ, ham selüloz değerlerinin çıkarılır. Azotsuz öz madde değeri için;Azotsuz Öz Madde = Kuru Madde - (Ham Protein+ Ham Kül+ Ham Selüloz+ Ham Yağ)formülü kullanılarak şekilde hesaplama yapılır. Azotsuz öz madde değerini oluşturan değerlerde yapılan bir hata azotsuz öz madde miktarı değerini de doğrudan etkilemektedir (Kellems ve Church,2002).

HAM YAĞ (HY): Ham yağ değeri, yağ dışında yağ benzeri maddeleri de içermektedir. Bu yüzden ham yağ terimi kullanılmaktadır. Aynı zamanda ham yağ kapsamında çoğunlukla eterde çözünebilen maddeler bulunmaktadır. Bu nedenle Eter

Ekstrakt Maddelerde denilmektedir. Yine ham yağ analizi sadece yem içeriğindeki yağı değil, bununla birlikte eterde çözünebilen klorofil, yağda eriyen vitaminler, mumlar, reçine ve organik asitler gibi diğer maddeleri de içermektedir. Kısaca ham yağ analiziyemin toplam lipit içeriği hakkında bilgi verir (AOAC,2006).

HAM SELÜLOZ (HS): Ham selüloz, selüloz dışında yapısal karbonhidratları da içermektedir. Selüloz dışında lignin, ve hemiselüloz gibi yapısal karbonhidratlar özellikle kaba yemlerde yüksek miktarda bulunurlar. Ruminantlar ve diğer tek mideli otçul hayvanlar haricindeki hayvanlar tarafından güç sindirilebilirler hatta hiç sindirilemezler. Bundan dolayı hayvanın sindirim sistemini doldurup mekanik tokluk sağlayarak, fiziksel tokluk oluşmasına da yardımcı olurlar. Günümüzde ruminantlarda, ham selüloz ihtiyacı yerine ADF ve NDF ihtiyacından bahsedilmektedir. Çünkü ham selüloz tek başına rasyon düzenlenmesinde yeterli olmamaktadır. Van Soest yöntemine göre yapılan ADF ve NDF analizinde, NDF'den hemiselüloz çıkarıldığında ADF miktarı bulunmaktadır. Bu sebeple yemin sindirilebilirliği ve hayvanın enerji ihtiyacı hakkında ADF ve NDF değerleri iyi bir gösterge olmaktadır (Cheeke,2005).

1.2.1 Nötral deterjan Fiber (NDF) ve Önemi

NDF (Neutral Detergent Fiber) Eriyebilir proteinler, lignin, selüloz ve hemiselülozu içeren bu fraksiyon, kaba yemlerin papısı ve değerlendirilebilirliği hakkında fikir veren iyi bir belirteçtir. NDF değeri ile hayvanın yem tüketimi ve sindirim sistemi kapasitesi dikkate alınarak fikir edinilebilir (Kutlu, 2008).

Nötraldeterjan fiber tayin metodu, kimyasal olarak hücre duvarı ve hücre içeriğini birbirinden ayırıştıran bir metottur. Hücre duvarı unsurlarını meydana getiren selüloz, hemiselüloz ve lignine bağlı maddeleri hücre içeriğinden ayırmak için, nötr deterjan solusyonuna eklenen sodium lauril sulfat ile proteinleri, etilen diamino tetra asetik asitle (EDTA) pektini, trietilen glikol ile lif olmayan diğer maddeler ile amilaz ve nişastayı çözüdür hale getirir(NFTA , 2004). Sonuçta hücre duvarına bağlı olan

mineral, azot ve proteinler gibi moleküller hücre duvarı yapısıyla beraber kalır. Bu yönteme nötral deterjan fiber adı verilmiştir (Van Soest, 1994).

NDF değeri, süt ineklerinin beslemede kaba yem ile birlikte ham selüloz ve NDF ihtiyacını belirlemek için yaygın olarak kullanılır. Bunun yanısıra, kaba yemin boyutları, tipi ve miktarı da NDF ihtiyacını ve miktarını etkiler.

1.3 NIRS (NearInfrared – Yakın Kızılötesi) Spektrofotometresi

Son zamanlarda yem analizlerinde geleneksel yöntemlere alternatif olarak çok çeşitli teknolojiler kullanılmakta ve geliştirilmektedir. Bunun nedeni, hayvan beslemesi için üretim kademesinde ve analizlerinde hızlı, güvenilir ve çevreye dost olan teknolojilere ilginin gün geçtikçe artış göstermesidir. Bu teknolojilerden biri de yaygın olarak kullanılan yakın kızılötesi (NIR) spektroskopisidir.(Cen ve He , 2007).Özellikle gıda analizlerinde kullanılan bu teknoloji, 780-2500 nm dalga boyu aralığında elektromanyetik radyasyonun absorpsiyonu temeline dayanır. Bahsedilen bu aralıkta, elektromanyetik spektrumundaki absorpsiyon ile gıda veya yem numunelerindeki kalite özelliklerinin korelasyon şeklinde olması ve bu korelasyonun çözümlenmesi esasına dayanan NIR spektroskopisinin özellikle gıda ve yem hammadde ürünlerinin kimyasal ve fiziksel analizlerinde rutin olarak kullanılabilmesini sağlamaktadır (Davies ve Grant, 1987). Diğer tekniklerle karşılaştırıldığında, NIR'in kullanımının kolaylığı ve buna bağlı olarak endüstriyel kurulumuna uygun olması, ekipman tedarikinin ve çalışılmasının daha rahat olması bir avantaj sağlamaktadır. Kalibrasyon modelleri gıda endüstrisinde bu cihazlara hazır olarak yüklenmektedir. NIR spektroskopisi yaygın olarak gıda analizlerinde kullanılmasının yanında kimya sanayisi, eczacılık ve tarım gibi başka alanlarda da kullanılabilir.

NIR (Yakın Kızıl Ötesi Yansıma) spektroskopisi ilk olarak 1968 yılında, Norris ve ark.tarafından soya fasülyesinin analizinde kullanılmıştır. Daha sonra Dünya'nın pek çok ülkesinde sürekli olarak kullanılan bir yöntem halinde yayılmıştır.Önceki

yöntemlere göre çok daha pratik ve avantajlı olan bu yöntemin gelişmesi önceleri yavaş olmuş, ancak ileri bilgisayar teknolojisi ve kemometrinin gelişmesine bağlı olarak hem gıda alanında hem de diğer alanlarda kullanımı hız kazanmıştır (Cen ve He, 2007).

NIR spektroskopisi son zamanlarda hızla kullanımı yaygınlaşan kimyasal madde kullandırmayan alternatif yöntemlerden bir tanesidir. NIR analizlerinde kimyasal madde kullanılmaması, analiz maliyetlerinin ve sürecinin düşük olması, analiz sonrasında ölçümü yapılan yem numunelerinin başka analizler için tekrar tekrar kullanılabilmesi ve analiz için az miktarda örneğin yeterli olması bu yöntemin en önemli üstünlüklerdir (Ertugay ve Başlar, 2011). Bu avantajları nedeniyle, NIR spektroskopisi tekniğinin hem bilimsel anlamda (Pasquini, 2003) hem de uygulamalı sahalarda (Osborne, 2000) aktif olarak kullanılabilme istek ve arzusunu artırmıştır.

Kalite ölçüm sistemi olarak NIRS, ziraat, farmakoloji ve besin endüstrisinde kemometrik analizleri içermeyen hızlı bir yöntemdir. Tahıl endüstrisinde hasat sonrası kalite kontrolü ürün işleme sırasında real time kalite gözlemlenmesinin geçmişi uzun yıllara dayanmaktadır (Singh ve ark., 2006). NIRS yöntemi ile kimyasal kompozisyonu belirleme açısından hem kantitatif hem de kalitatif (diskriminant analizler) analizler başarıyla yapılabilir. NIR yöntemi uzun yıllardır tahıl endüstrisinde kalite kontörü açısından yapılagelmektedir. Fakat farklı tahıllarda kantitatif ve kalitatif belirlemeler spektral bilgi ve multivariate kalibrasyon modeliyle mümkün değildir. Bahsedilen modeller genellikle tahılların protein, nem ve yağ içeriğini belirlemede kullanılmaktadır (Pierce ve ark., 1996).

1.3.1 NIR'in Özellikleri

NIR analiz teknikleri 1980'li yılların başından itibaren uluslararası standart kuruluşlarının referans yöntemleri arasına eklenmiş akabinde NIR yöntemlerinin kullanımında artışlar gözlemlenmiştir (Osborne;2000). NIR cihazlarının kullanımıyla beraber, özellikle gıda alanı başta olmak üzere, çeşitli alanlarda analizleri yapılması

istenen besin maddesi bileşenlerine yönelik NIR tahmin modeli olan kalibrasyon modelleri oluşturulmuş ve geliştirilmiştir. Kalibrasyon modelleri oluşumu, spektral veriler ile referans analiz (yaş kimyasal analizleri) sonucuyla elde edilen verilerin bağdaştırılarak tahmin modelleri oluşturma işlemlerini içermektedir. Bu bağdaştırma, maddelerin bileşiminde var olan spektral yansımalarındaki değişimler ile yapısındaki fonksiyonel gruplarda bulunan C-H, O-H, N-H ve S-H kimyasal bağlarının elektromanyetik spektruma verdikleri tepkiye bağlıdır (Sandorfy ve ark.,2007). Elektromanyetik spektrum enerjisinin uygulanmasıyla madde içeriğinde bulunan kimyasal bağlarda titreşim durumları meydana gelir. Titreşim düzeylerindeki farklılıkların tespiti ve bu farklılıklardan yola çıkarak kemometrik yöntemlere göre tahmin modelinin geliştirilmesi kalibrasyon oluşturma çalışmalarının temelini kapsar. Günümüzde NIR cihazlarında kullanılan kalibrasyonlar PCA (Temel Bileşen Analizi), MLR (Çoklu Doğrusal Regresyon), PLSR (Kısmi En Küçük Kareler Regresyonu) gibi farklı istatistik tekniklerden faydalanılarak geliştirilmektedir (Balabin ve ark., 2007; Başığit ve ark., 2008). Bu yöntemlerin hem istatistiksel açıdan hem de NIR cihazlarında kullanımı bakımından birbirlerine üstün yönleri vardır. Örneğin; MLR'ye dayalı modeller daha kısa sürede oluşturulup yapılabilmesine rağmen, bu modellemenin güvenilir tahmin yapabilme potansiyeli PLSR'ye göre düşüktür. MLR modelleri oluşturulurken en etkin dalga boyları kalibrasyon için kullanılmakta, PLSR'de ise taranan tüm spektrumlarda meydana gelen değişimler kalibrasyon modeline dahil edilmektedir. Modellerin doğrulama işleminde bu farklar önemli etki gösterirler (Egesel ve Kahrıman, 2012). Bununla beraber yapılan kemometrik yöntemle birlikte NIR ölçümünün (Egesel ve Kahrıman,2012) yapıldığı örneğin yapısı da (öğütülmüş, tane, ekstrakt vb.) kalibrasyon modelinin tahminleme gücü üzerinde önemli rol oynar. İncelenen özelliklere göre bu etkilerin detaylı şekilde meydana getirdiği durumun ortaya konulması uygulamada faydalı bilgiler vermesine olanak sağlayabilir.

1.3.2 Yem Hammaddeleri ve Gıda Analizlerinde NIR ile Yapılan Çalışmalar

NIR spektroskopisi, sahip olduğu pek çok avantajından dolayı geleneksel metotlara göre hammaddede aşaması, üretim safhaları ve son ürün kontrolünde genel olarak kullanılmaktadır (Sirieix ve Downey, 1993; Barton ve ark., 2000). NIR ile analiz yöntemi, Buğday kapsamındaki protein analizi için Kjeldahl yöntemine alternatif olarak Kanada Tahıl Komisyonu tarafından 1974'te kullanılmaya başlanmıştır (Davies ve Grant, 1987).

NIR yöntemi, Kanada'nın ardından, protein miktarına dayalı buğday alımı için un değirmencileri tarafından 1980'lerin başında da Bazı Avrupa ülkelerinde kullanılmaya başlanmıştır. Amerika Federal Tahıl Denetim Servisince (FGIS) aynı dönemde NIR protein testleri resmi analiz metodu olarak kabul edilmiş ve akabinde ABD'de buğday sınıflandırmada yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır (Norris,1989).

Konuyla ilgili olarak,Protein ve nem oranı (Osborne ve Fearn , 1983), tahılların öğütme özelliği (Blazek,2005), Zeleny sedimantasyon tayini (Hruskova ve Famera,2003), kuru gluten ve yaş gluten metodu (Ertugay,2007), SDS sedimantasyon (Delwiche,1998), esansiyel aminoasit (Fontaine,2002), miksoğraf pik direnci,gliadinve glutenin (Delwiche ve ark.,1998),renk(Dowell,2008), kül (Osborne ve Douglas,2006), nişasta zedelenmesi(Osborne ve Douglas ,2006;Miralbes ,2004),fermente hamurun kalite özellikleri (Jirsa ve Hruskova,2005), su absorpsiyonu, hamur mukavemeti (Miralbes,2004) ve hamurun reolojik özelliklerinin belirlenmesi (Alava ve ark.,2001) yanında, çeşitli tahıl ürünlerinin enerjilerinin belirlenmesi (Kays ve Barton,2002),buğday çeşitlerinin belirlenmesi (Carlos,2008), ekmeğin depolanması sırasındaki yapısal değişikliklerin izlenmesi (Xie ve ark.,2003) ve ekmekte kalite analizi gibi bir sürü konuda araştırmalar yapılmış ve pratiğe uygulanabilir veriler elde edilmiştir.

1.3.3 Mısır Bitkisinin Besin Analizlerinde NIR Kullanımı ile Yapılan Çalışmalar

NIR ile mısırdaki tane kalitesinin analizine yönelik olarak pek çok bilimsel çalışma gerçekleştirilmiştir (Baye ve ark.,2006;Jiang ve ark.,2007;Yang ve ark.,2009). Yapılan bu çalışmalarda dikkat çeken nokta, geliştirilen modellerin;tanenin öğütülerek ya da öğütülmeden örneklerin kullanılmasıyla oluşturulan ölçümlere bağlı olarak ve genellikle tek bir matematiksel yöntem olan PLSR yardımıyla bulunmuş olmasıdır. Kemometrik yöntem ve örnek tipinin kalibrasyon modelinin tahmin gücüne etkisi yeterli düzeyde araştırılmamıştır. Fakat yapılan literatür taramalarında bu konuyla ilgili olarak fazlaca araştırmaya rastlanmamıştır. Yapılan sınırlı sayıda çalışmada ise, mısır içeriğindeki protein, nişasta ve yağ miktarını tahminlemede, örnek tipinin ve kullanılan matematiksel modelin oldukça önemli olduğu rapor edilmiştir (Orman ve Schumann, 1991).

Mısır varyetelerinin besin maddesi bileşenleri ile silaj kalitesi ve birim alandan üretilen sindirilebilir kuru madde miktarını belirlemek amacıyla Özdüven ve ark.(2009) tarafından yapılan bir çalışmada, vejetasyonun farklı dönemlerinde,mısır hasılları; püsküllenme, süt olum ve hamur olum devrelerinde biçilmiştir. Farklı dönemlerde biçilen mısır hasılları, her dönem ve varyete için 3'er tekrar olmak üzere, cam kavanozlara doldurularak bastırılmış ve 60 gün boyunca inkubasyona bırakılmıştır. Süre sonunda kavanozlardaki silajlarda, ham besin madde (kuru madde, ham kul, ham protein, ADF ve NDF) analizleri ile PH, organik asit (laktik asit, asetik asit, propiyonik asit ve bütirik asit) ve in vitro kuru madde sindirilebilirlik analizleri yapılmıştır. Sonuç olarak mısır silajı için en uygun biçilme zamanının hamur olum dönemi olduğu saptanmıştır.Vejetasyon döneminin ilerlemesine bağlı olarak, hasılların kuru madde ve organik madde düzeylerinin azaldığı farklı soya (*Glycine max L.*) çeşitlerinin silajlarına ait besin madde kompozisyonlarının belirlenmesi amacıyla yürütülen bir çalışmada (Kökten ve ark. (2007), Yeşilsoy, Adasoy,

Türksoy, Erensoy, Yemsoy, Blaze, May-5312, Nazlıcan, Nova, Cinsoy, Umut- 2002 ve Ataem-7 soya fasulyesi çeşitleri materyal olarak kullanılmıştır. Araştırmada, silajlar plastik 5er L'lik ağzı kapaklı hava almayan kavanozlarda hazırlanmıştır (3'er tekrarlı). PH değerlerini ölçmek üzere 60 gün sonunda kavanozlar açılmıştır. Yapılan analizler sonucunda; kuru madde (KM), ham kül (HK), ham protein (HP), asit deterjan fiber (ADF), nötr deterjan fiber (NDF) oranları ile, PH değerleri arasındaki farklılıklar istatistik olarak önemli bulunmuştur. Çalışmada, KM, HK, HP, ADF, NDF ve pH değerleri sırasıyla (%26,60-32,67, %1,73-3,71, %11,81-18,86, %28,16-38,54, %41,34-46,72 ve 5,23-6,23) arasında bulunmuştur.

Mısır, buğday, arpa, yulaf, çavdar ve tritikale gibi bazı buğdaygil hasıllarının kimyasal içerikleri, in vitro gaz üretimleri, metabolize olabilir enerji (ME), organik madde sindirimi (OMS) ve nispi yem değerlerini (NYD) karşılaştırıldığı bir araştırmada(Canbolat,2011),Gaz ölçümleri 3, 6, 12, 24, 48, 72 ve 96 saat aralıklarla yapılmış ve gaz değerleri $y = a+b(1-e^{-ct})$ eşitliği kullanılarak saptanmıştır. Buğdaygil hasıllarının kimyasal bileşimleri ham protein için %7.2-8.8; ham kül için %5.4-6.9; ham yağ için %2.6-3.1; nötr deterjan fiber (NDF) için %46.6-55.9; ve asit deterjan lignin (ADL) için %6.3-8.1 arasında olduğu saptanmıştır. Toplam gaz üretimi 66.6-76.8 ml/200 mg KM, ME değeri 9.1-10.9 MJ/kg KM, organik madde sindirimi (OMS) %63.9-75.5, nispi yem değeri (NYD) ise 105.8-138.7 arasında değişmiştir. Araştırma sonucunda yulaf, buğday ve mısırın toplam gaz üretimi, ME, OMS ve NYD içeriği diğer buğdaygil hasıllarından istatistik olarak önemli düzeyde yüksek saptanmıştır ($P<0.01$).

Mısır ununda protein, kül, yağ ve karbonhidrat oranının NIRS ile tespitinde kullanılabilecek farklı kalibrasyon modellerinin karşılaştırılmasının amaçlandığı bir çalışmada (Egesel ve Kahrıman,2012), 115 hibrit genotip ve 23 adet saf hatta toplam 138 örnek materyal olarak kullanmışlardır. Çalışmada, Kısmi En Küçük Kareler Regresyonu (PLSR) ve Çoklu Doğrusal Regresyon (MLR) yöntemleri kullanılarak referans analizlerden elde edilen sonuçlara göre farklı tahmin modelleri meydana getirilmiştir. Bu modellerin (n=110) validasyon işlemi, farklı genotipler (n=28) ile yapılmıştır. Oluşturulan modellerin her ikisinde de en yüksek doğruluk protein

oranında ($r_{MLR}=0.990$ ve $r_{PLSR}=0.987$) tespit edilmiştir. Diğer özellikler için MLR modeli PLSR modelinden (karbonhidrat için $r_{MLR}=0.801$, $r_{PLSR}=0.755$; yağ için $r_{MLR}=0.823$, $r_{PLSR}=0.723$; kül için $r_{MLR}=0.926$, $r_{PLSR}=0.810$) matematiksel modellere göre daha iyi sonuçlanmış olmasına rağmen, dış validasyon işleminde MLR modeline göre PLSR modelinde yapılan tahminlerin hata payının daha düşük olduğu gözlenmiştir. Elde edilen veriler, NIR yöntemi ile protein oranının başarılı şekilde tahmin edilebileceği, bununla birlikte karbonhidrat ve yağ gibi diğer bileşenler için ise daha fazla çalışmaya ihtiyaç olduğu ortaya konulmuştur. Modele katılan dalga boylarının regresyon katsayıları düşükken tahmin gücünün de zayıf olduğunu modellerde etkili olan dalga boylarına ait profil analizi ortaya koymuştur. Ayrıca araştırmada, kül ve yağ oranının, protein ve karbonhidrat oranına göre tarama yapılan bölgede daha fazla sayıda spektral bölge ile ilişkili olduğu tespit edilmiştir.

Egesel ve ark. (2015), 260 adet farklı genetik özelliklere sahip hibrit ve saf hatlardan meydana gelen mısır örneklerini kullandıkları bir çalışmada, protein ve yağ oranı kantitatif tayinleri yapılmıştır. Sonuçta bu bulgularla tane ve öğütülmüş halde FT-NIR cihazlarından alınan spektrum verileri kullanılarak kalibrasyon modelleri ($n=227$) oluşturulmuştur. Çoklu Doğrusal Regresyon (MLR) ve Kısmi En Küçük Kareler Regresyonu (PLSR) yöntemlerinden model geliştirme amacıyla faydalanılmıştır. Bu modellerin güvenilirliği dış doğrulama işlemi ($n=20$) ile test edilmiştir. Araştırma sonucunda öğütülmüş örneklerle oluşturulan modellerde protein oranı için MLR ($RMSEC=0.5482$; $SEE=0.5494$; $r=0.882$; $R^2 =0.7776$) ve PLSR ($RMSEC=0.5504$; $SEE=0.5516$; $r=0.880$; $R^2 =0.7758$) yönteminin tahmin gücü bakımından benzer olduğu, yağ oranı için ise PLSR ($RMSEC=0,4429$; $SEE=0,4439$; $r=0,719$; $R^2 =0,5179$) yöntemine göre MLR modelinin tahmin gücünün daha yüksek olduğu ortaya konmuştur. Dış doğrulama sonrasında ise protein oranında modeller arasındaki durum değişmez iken, yağ oranında MLR modelinin daha doğru sonuçlar verdiği tespit edilmiştir. Tane örneklerinden alınan spektrumlara dayalı modellerin tahmin gücünün model doğrulama sonucunda kullanıma uygun olmadığı görülmüştür. Sonuç olarak, yapılan çalışmada öğütülmüş örneklerin üzerinde çalışıldığında daha başarılı sonuçlar alındığı ve ölçümü yapılan örnek içeriğinin ve

kullanılan istatistik yöntemlerin tahminleme gücü üzerinde oldukça önemli olduğu kanısına varılmıştır.

Cogdill ve ark.,(2004), 495 adet mısır tanesinde, yaptıkları araştırmada, nem ve yağ içeriğinin NIR analizi ile farklı kalibrasyon modelleri geliştirmeye çalışmışlardır. Sonuç olarak nem içeriği için PLS, PCR ve GA+MLR modellerinde r^2 değerini sırasıyla 0.664-0.786; 0.558-0.858; 0.745-0.853 aralıklarında bulunurken, mısır tanesinde yağ içeriği için aynı modellerde r^2 değerini 0.385-0.557; 0.114-0.492; 0.407-0.554 aralıklarında tesbit etmişlerdir. Sonuç olarak, hipersektral NIR görüntüleme yönteminin nem içeriğini tahminlemede iyi bir yöntem olabileceğini fakat yağ içeriği için yararlı bir metot olmadığını ortaya koymuşlardır.

Li ve ark.,(2014), 3 yıl boyunca Çin'in farklı yerlerinden topladıkları toplam 117 adet mısır numunesinde büyüyen domuzlar için sindirilebilir enerji ve metabolize edilebilir enerji değerlerini belirlemek amacıyla NIR analizleri gerçekleştirmişlerdir. Çalışmada kalibrasyon seti ($n = 88$) ve a validasyon seti ($n = 29$) olarak belirlenmiştir. Çalışmada DE ve mE değerleri sindirim ve metabolizma denemeleri ile NOBLET ve PEREZ yöntemine göre belirlenmiştir. Akabinde NIR analizlerinde MPLS kalibrasyon yöntemi ile kalibrasyonları yapılmış ve sonuçlar değerlendirilmiştir. Çalışmada NIR eşitlikleri SE için kalibrasyon, kros validasyon ve validasyon değerleri 0.88, 0.85 ve 0.84 iken, ME için aynı değerler 0.86, 0.84 ve 0.82 olarak bulunmuştur. Sonuç olarak NIR yönteminin mısırla beslenen domuzlarda enerji değerini kantitatif olarak belirlemede hızlı ve güvenilir bir yöntem olduğu ve NIR eşitliklerinin enerji değerini belirlemede hesaplanan enerji değerlerinden daha iyi bir tahmin metodu olduğu ortaya konulmuştur.

Baker,(1983) farklı tahıl türlerinde NIR cihazı yardımıyla NDF değerleri üzerine kalibrasyon geliştirmeye çalıştığı araştırmasında, tahıl türlerinin NDF tahminleme gücünü 0.977 bulurken, selüloz standart eror değerini %1.5 olarak tesbit etmiştir. Aynı araştırmacı çalışmasını 50 örnek üzerinde gerçekleştirmiştir. Çalışmada mısırın kalibrasyon örneği olarak NDF değerlerini % 0.6-2.1 aralığında olduğu da ayrıca rapor edilmiştir.

Fassio ve ark.(2014), 61 adet mısır koçanı üzerinde gerçekleştirdikleri arařtırmalarında, mısır koçanında ADF, NDF ve organik madde sindirilebilirliđini NIR kalibrasyonu oluřturarak tahminlemeye çalıřmıřlardır. Arařtırmada mısır koçanının ortalama NDF deđerini % 54.77, standart deviasyon deđerini 12.35 olarak bulurken R² deđerini 0.92 olarak tesbit etmiřlerdir.

Bai ve ark.(2004), farklı blgelerde yetiřen ve farklı trler ait 600 adet mısır koçanı zerinde iki yıl boyunca NIR kalibrasyonu geliřtirmek amacıyla arařtırma gerçeķleřtirmiřlerdir. Aynı arařtırmada, kalibrasyon geliřtirirken PLS regresyon analizini kullanmıřlardır.Sonuç olarak NDF iin R2 deđerini olarak 0.94 ve standart hata deđerini iin ise %1.49-1.81 aralıđında deđerler tesbit edilmiřtir.

Mısır silajının enerji ieriđi konusunda NIR cihazı yardımıyla kalibrasyon oluřturulmasına ynelik olarak yapılan bir çalıřmada (Lunberg ve ark.,2004), kalibrasyon geliřtirilmesi iin 300 adet mısır silajı kullanılmıřtır. Mısır silajının NDF ieriđi 34.2-72.3 maksimum ve minimum deđerleri arasında iken ortalama deđer 47.2 deđerini bulunmuřtur. Çalıřmada, kalibrasyon standart hata deđerini 0.82, R² deđerini ise 0.99 olarak saptanmıřtır.

Pekel ve ark., (2013) kimyasal analiz ile NIRS analizleri arasındaki korelasyonları deđerlendirmek amacıyla buđday ve mısır DDGS yan rnleri zerinde bir arařtırma gerçeķleřtirmiřlerdir. rneklerde kl, ADF, NDF ve bazı amino asitlerin yanı sıra renk, hafiflik, kızarıklık ve sarılık gibi bazı zellikler de analiz edilmiřtir. Arařtırmada, Korelasyon Katsayıları, NIRS ile kemometrik yntemler arasında iyi bir uyum gstermiřtir. Kuru madde hari rneklerde Kl ve ADF arasında gl negatif korelasyonlar bulunmuřtur. Bu sonulara dayanarak, NIRS, kalibrasyona bađlı olarak gvenilir bir yntemdir Kalite ve besinler arasında ve renk ile besin maddeleri arasında bulunan korelasyonlarDDGS'nin besin ieriđini tahmin etmek iin dikkate alınmıřtır. rneklerde hi antibiyotik kalıntısı bulunmamıřtır.

Yakın kızıltesi yansımaya spektroskopisinin (NIRS) besi domuzlarında mısırın sindirilebilir enerji (DE) ve metabolize edilebilir enerji (ME) ieriđini belirlemek

amacıyla bir araştırma yapılmıştır (Li ve ark.,2016). Araştırmada, farklı bitki örtüsü bölgelerini ve çeşitlerini içeren 117 mısır örneği, üç yıllık bir dönemde Çin'in dört bir yanından toplandı. Örnekler rasgele bir kalibrasyon setine (n = 88) ve bir doğrulama setine (n = 29) bölündü. Mısır örneklerinin gerçek ve hesaplanan DE ve ME içeriği, sindirim-metabolizma deneyleri ve Noblet ve Perez'in tahmin eşitlikleri belirlendi. Numuneler daha sonra NIRS taramasına tabi tutuldu ve kalibrasyonlar 77 farklı spektral ön işleme dayalı modifiye kısmi en küçük kareli (MPLS) regresyon yöntemi ile gerçekleştirildi. Gerçekte belirlenen ve hesaplanan DE ve ME temelli NIRS denklemleri ayrı olarak oluşturuldu ve doğrulama örnekleri kullanılarak doğrulandı. Gerçekten belirlenen DE'den, kalibrasyon kararlılığının (RSQcal), çapraz geçerlilik (R2 CV) ve doğrulamadan (RSQv) elde edilen NIRS denklemleri 0.89, 0.87 ve 0.86 ve ME için bu değerler 0.87, 0.86 ve 0.86 olarak bulunmuştur. Hesaplanmış DE'den oluşturulan NIRS denklemleri için RSQcal, R2 CV ve RSQv değerleri 0.88, 0.85 ve 0.84 ve hesaplanan ME için bu değerler 0.86, 0.84 ve 0.82 idi. Hesaplanan ME'ye (RPDv = 2.38, <2.50) dayanan denklem dışında, doğrulanan örneklere uygulandığında, fiilen belirlenen enerjiden inşa edilen ve hesaplanan DE'den oluşturulmuş diğer üç eşitlik iyi tahmin performansı (RPDv 2.53 ila 2.69,> 2.50 arasında değişir) üretti. Bu sonuçlar, NIRS'ın büyüyen domuzlarda mısırdaki mevcut enerjinin hızlı bir şekilde tespiti için niceliksel bir yöntem olarak kullanılabileceğini ve gerçekte belirlenen enerjiye dayanan NIRS denklemlerinin, hesaplanan enerji değerlerinden oluşturulanlara göre daha iyi öngörme performansı ürettiğini göstermektedir.

Yapılan bir araştırmada (Zimmer ve ark.1990), NIRS kullanılarak mısır koçanının sindirilebilirlik özelliklerinin tahmini değerlendirilmeye çalışılmıştır. Araştırma, Almanya'da, NIRS cihazı kullanılarak 66 örnek üzerinde gerçekleştirilmiştir. Araştırmada, İn vitro sindirilebilir organik madde (IVDOM), Nötr deterjan fiber (NDF), asit deterjan fiber (ADF) ve asit deterjan lignini (ADL) laboratuvarı analizleri için standart yöntemler kullanılmıştır. NIRS'da kalibrasyon denklemleri modifiye stepwise regresyon ile geliştirildi. Standart hatası sırasıyla IVDOM, NDF, ADF ve ADL için 2.5, 1.7, 1.4 ve 0.4 idi. Çalışmada R2 değeri olarak sırasıyla, 0.88, 0.95, 0.94, 0.77 katsayıları bulunmuştur. Doğrulama istatistikleri (standart hata

ve Korelasyon katsayısı) benzerdi. Özellikle silaj hasadında Laboratuvar ve NIRS yöntemleri arasındaki mukayeselerde sürekli olarak. Basit ve Lab ile NIRS analizleri arasındaki korelasyonlar pozitif ve anlamlıydı.

Çalışma, NIRS analizinin mısır yetiştiriciliği programlarında yararlı olabileceğini göstermiştir.

Konuyla ilgili olarak yapılan başka bir çalışmada (Fang ve ark.,2011), yakın kızılötesi yansıma spektroskopisi ile mısır bileşiminin tahminlenmesi amaçlanmıştır. Araştırmada, mısır kompozisyonunun NIRS tahmini için kısmi en küçük kareler (PLS) regresyon yöntemi, ikinci türev ve Norris türev filtresi uygulanmıştır. Kuru madde, ham protein, kül, yağ, nişasta, nötr deterjan fiber (NDF) ve asit deterjan fiber (ADF) için belirleme katsayıları 0.9743, 0.9683, 0.9478, 0.9098, 0.9777, 0.9354 ve 0.9269 ve bunların SD / RMSEP değerleri 3.96, 4.78, 3.75, 4.25, 4.13, 3.88 ve 3.12'dir. Çözünbilir protein için belirleme katsayısı ve SD / RMSEP değeri 0.8575 ve 3.06, ancak asit-deterjana kararsız protein ve nötr deterjana karşı çözünmeyen protein için SD / RMSEP değerleri 5.50 ve 2.85 olan düşük tayin katsayıları 0.5319 ve 0.6833 bulunmuştur. Çalışmada ayrıca NDF değeri olarak kimyasal metotta 9.71 bulunurken, NIR ile bu değer 9.72 olarak tesbit edilmiş, R² değeri ise NDF için 0.94 katsayısı bulunmuştur. Bu çalışmanın sonuçları, Mısır besin değerlerinin NIRS tarafından hızlı ve doğru bir şekilde tahmin edilebileceğini göstermiştir.

Verilen bilgiler ışığında, bu araştırma, Türkiye'nin farklı illerinden getirilen mısır tohumlarında NDF (Nötral Deterjan fiber) analizinin yapılması ve NIR(Yakın Kızılötesi Spektroskopisi) cihazında kalibrasyon modelinin oluşturulması amacıyla gerçekleştirilmiştir.

2. MATERYAL ve METOT

Çalışma, Türkiye'nin yedi farklı bölgesinde Toprak Mahsulleri Ofisi (TMO) Satın Alma departmanlarına getirilen toplam 320 (üç yüz yirmi) adet numune üzerinde yürütülmüştür. 4 farklı bölgede (Ege, İç Anadolu, Akdeniz ve Güneydoğu Anadolu) 7 farklı ilde; İzmir, Konya, Adana, Diyarbakır, Gaziantep, İskenderun, ve Şanlıurfa bölge TMO satın alma ajanslarının bağlı olduğu şubelerin her birine bizzat gidilerek ajansa mısır satmak için gelen üreticilerden doğrudan mısır numuneleri alınmıştır. Her bir mısır numunesinin sahibi olan üreticilerin kimlik bilgileri, mısırın yetiştirildiği bölge bilgileri (şehir, ilçe, kasaba vs) numune alma sırasında tek kayıt altına alınmıştır. Alınan her bir numune gereken kayıtlarının yapılmasının akabinde, hava almayan naylon poşetlere yerleştirilmiştir. Alınan numuneler kısa süre içerisinde AKÜ, Veteriner Fakültesi Hayvan Besleme ve Beslenme Hastalıkları Anabilim Dalı Yem Analiz Laboratuvarı'na ulaştırılmıştır. Laboratuvarda her bir tane mısır numunesi ultra santrifüjlü rotorlu öğütücü ile öğütülmüş (ZM200, Retsch Ltd., Düsseldorf, Almanya) ve 1 mm çapındaki eleklerden geçirilmiştir. Öğütülen ve elenen mısır numuneleri tekrar ayrı hava almayan naylon poşetlere alınarak ayrılmıştır. Öğütme işleminin hemen ardından her bir mısır numunesinden ayrı ayrı spektra toplanmıştır. Spektra toplama işlemi esnasında cam petrilere alınan mısır numuneleri, NIR cihazının (NIRMaster®, Büchi Labortechnik AG, Flawil, İsviçre) otomatik rötör kısmına yerleştirilerek, her bir numuneden üç kez spektra alınmak suretiyle spektralar toplanmıştır. Toplanan spektralar NIR cihazına entegre olan şahsi bilgisayarda Kalibrasyonu üreten firmanın sağladığı NIRCAL isimli aynı program ile uyumlu olacak bir biçimde elektronik ortamda depolanmıştır. Direkt spektraları toplanan mısır numuneleri tekrar ayrılarak yaş kimyasal metotla NDF analizleri yapıncaya kadar -20 C'de deep freze'de muhafaza edilmiştir.

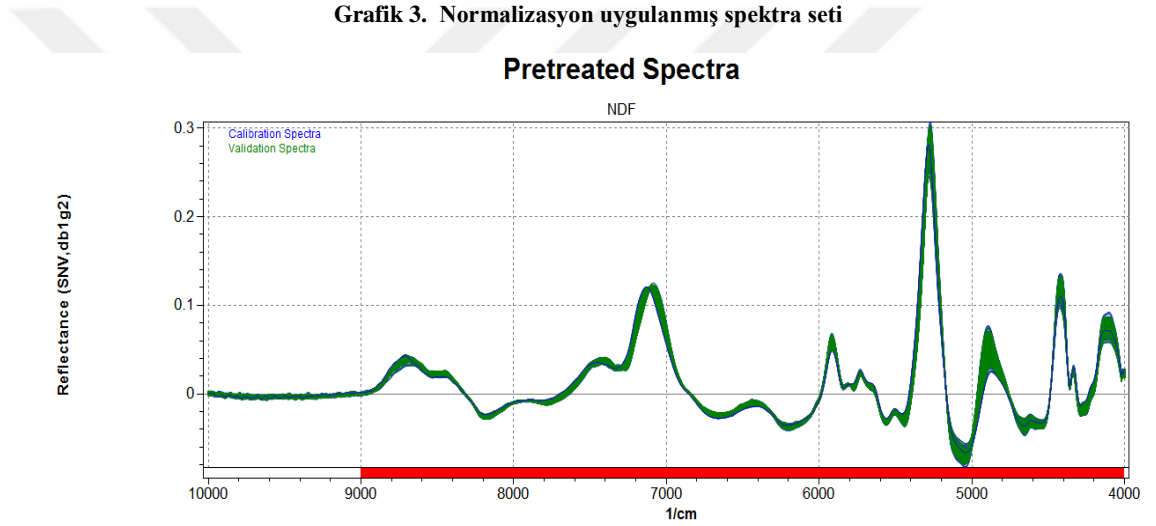
Öğütülmüş ve deep freze'de saklanan mısır numuneleri NDF analizi yapılmadan önce, bir gece oda ısısında desikatör içindedeki bekletilerek tekrar nem almadan çözdürülmesi gerçekleştirilmiştir. Çözünen mısır numunelerinde NDF (nötral deterjan fiber) analizleri yapılmıştır. Her bir numune için elde edilen yaş kimya NDF sonuçlarına ait veriler NIR Master içinde bulunan operatör programına kaydedilmiştir.

2.1. Kalibrasyonların Oluşturulması, Veri Analizi ve Kemometrik Analizler

Elde edilen spektraller ve yaş kimya analiz verileri üzerinden oluşturulan kalibrasyon ve istatistik değerlendirmeler NIRCAL programı (BüchiLabortechnik AG, Flawil, İsviçre) ile değerlendirilmiştir. Spektrallerin kalibrasyon ve validasyon setleri kendi içerisinde program yardımı ile ayrılmıştır. Elde edilen spektraller PLS (PartialLeastSquare) 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 spektrallere 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 grafiksel çıktılar alınmıştır. Ayrıca validasyon setinin tahminlemerezidüal hatasının kareler toplamı da (V-Set PRESS) ortaya çıkarılmıştır. Outlier değerleri program tarafından belirlenmiş ve kalibrasyon kalitesini düşürmesinden dolayı çalışmaya dahil edilmemiştir.

3. BULGULAR

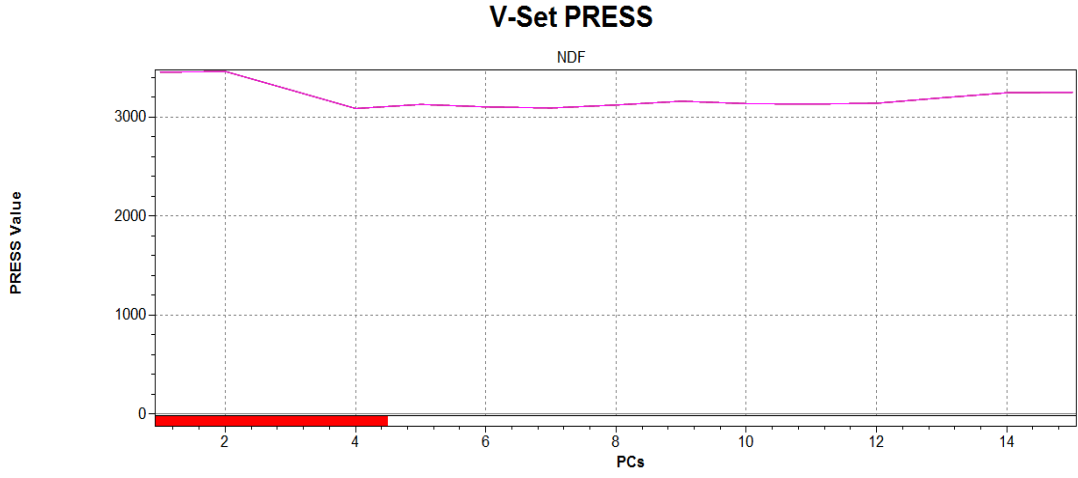
Spektralara uygulanan ön uygulamalar sonucu reflektans görünümleri (1/log) ve normalleştirilmiş spektralar Grafik 3.'de gösterilmiştir.



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

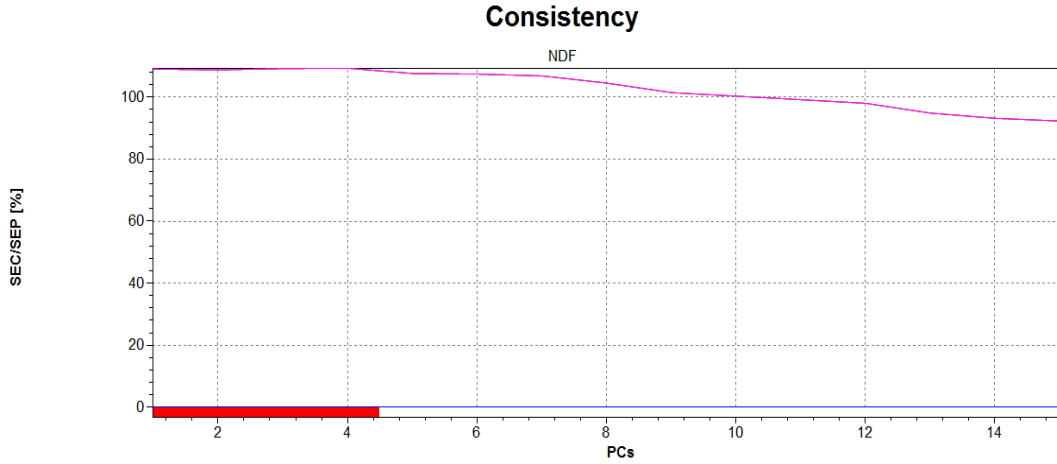
Elde edilen validasyon setinin tahminlemerezidüal hatasının kareler toplamı grafiği (V-Set PRESS) sayesinde temel bileşen değeri (Principal Components) 4 civarında olmuştur. V-Set PRESS üzerinden temel bileşen değerleri Grafik 4.'de gösterilmiştir.

Grafik 4. Tahminleme rezidüel hatasının kareler toplamı



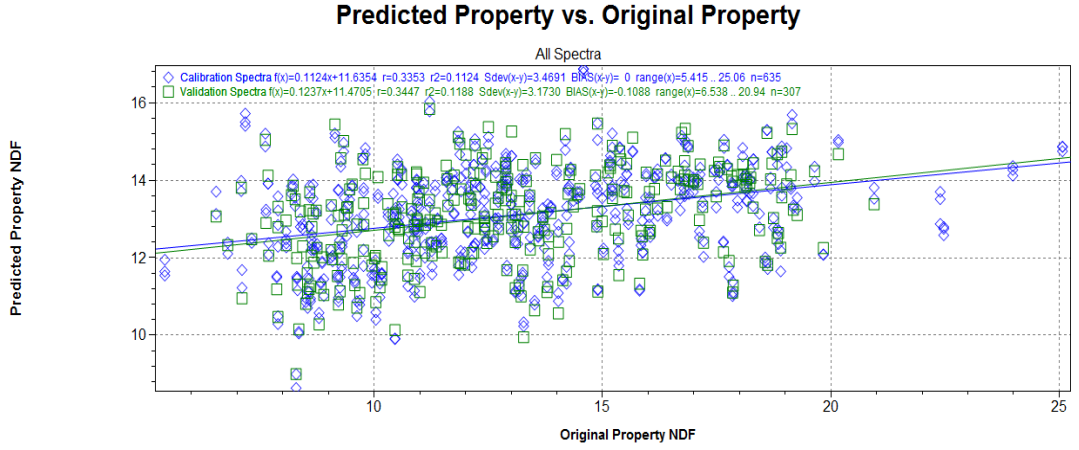
Elde edilen regresyon tutarlılığı kalibrasyonun standart hata değerinin (SEC) tahminleme standart hatasına bölünmesi (SEP) sonucunda elde edilmiştir. Tutarlılık değeri 80 ile 120 arasında belirlenmiştir. Tutarlılık analizi sonuçları Grafik 5.'te gösterilmiştir.

Grafik 5. Kalibrasyon setinin tutarlılık analizleri



Kalibrasyon ve validasyon setlerinden elde edilen doğrusal regresyon değerlerine ait çıktı Grafik 6.'te gösterilmiştir.

Grafik 6. Kalibrasyon ve validasyon seti modelleri



Regresyon analizine kalibrasyon setinde 635, validasyon setinde 307 ölçüm dahil edilmiştir. Analiz sonucunda Kalibrasyon ve Validasyon setlerine ait model aşağıdaki şekilde oluşturulmuştur:

Kalibrasyon seti

$$f(x) = 0.1124x + 11.6354$$

$$r=0.3353; r^2= 0.1124 \text{ Standart Sapma} = 3.4691$$

Validasyon seti

$$f(x) = 0.1237x + 11.4705$$

$$r=0.3447; r^2= 0.1188 \text{ Standart Sapma} = 3.1730$$

Araştırmada kalibrasyon aralığı 5.415 olarak bulunurken, validasyon aralığı ise 6.538 olarak tesbit edilmiştir.

4. TARTIŞMA

Sunulan çalışmada, tane mısır numunelerinden toplamda 942 adet spektra alınmıştır. Bunların 635 tanesi spektrakalibrasyon setinde, 307 tanesi ise validasyon setinde yer almıştır. Validasyon setinde elde edilen ortalama haricinde kalan 18 spektra değerlendirme dışında bırakılmıştır. Bu konuda yapılan diğer bazı çalışmalarda elde edilen spektra ve numune sayısı ve tahminleme güçlerini gösteren veriler tablo. 5’de gösterilmiştir.

Tablo 5- Konu ile ilgili yapılan 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,Ham protein,NDF,ADF,Gros enerji	0.96, 0.97, 0.97, 0.98, 0.98	Choi ve ark.,2014
Koçan	600	NDF, ADF	0.94, 0.92	Bai ve ark.,2004
Tane	495	Nem,yağ	0.66-0.87, 0.38-0.55	Cogdill ve ark.,2004
Koçan	66	İn vitro organik madde sindirilebilirliği, NDF,ADF, ADL	0.91,0.92,0.90,0.78	Zimmer ve ark.,1990
Tane	65	NDF	0.94	Fang ve ark., 2011

Arařtırmada yař NDF analizlerine ait deęerler tablo 6'da gsterilmiřtir.

Tablo 6- Mısır tanesinde yař kimya sonuları

NDF yař kimya analiz sonuları betimleyici istatistikler	
Minimum deęer	8,066
Maksimum deęer	19,8260
Ortalama±SEM	13,1604±0,1861
Standart sapma	3,186

Tabloda da grldę zere, sunulan alıřmada olduka geniř bir aralıktaki veri seti bulunmuřtur. Bu durum, farklı blgelerden getirilen mısır numunelerinde geniř bir varyasyonda NDF deęerleri ierięinden kaynaklanmıř olabilir. Dnyada da mısır tanelerinin NDF ierikleri olduka geniř bir aralıktadır (Buckner ve ark.,2013). Sunulan arařtırmada yař kimyasal (kemometrik) yntemle elde edilen tane mısır NDF deęerleri% 8,066-19,8260aralıęındadır. Bulunan bu deęerler, Dnyada ve Trkiyede mısır tanesindeki NDF deęerleriyle uyum ierisindedir (Tahir ve ark.,2012; Ergn ve ark.,2004; Li ve ark.,2016).

Sunulan alıřmada yapılan yař kimya (laboratuvar) analizleri 320 rnek zerinde yapılmıř ve 3.186 standart eror (sapma) deęeri elde edilmiřtir. Bulunan bu deęer bazı alıřmalarda (Buckner ve ark.2013) elde edilen standart sapma deęerleriyle uyumierisindedir. Templeton ve ark.,(1983), kaba yemlerde standard error

değerlerini NDF için % 1.40, ADF için % 1.70, Lignin için ise % 0.90 olarak belirlemişlerdir.

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 ADF= 0.46 değerleri olarak tesbit etmişler ve bu değerleri kimyasal analizlerden % 6 - 22 oranında daha yüksek bulmuşlardır.

Tane Mısırın protein içeriği için ortalama değer % 11 ve R2 değeri 0.96 bildirilirken (Melchinger, ve ark.,1990),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 1990).

Sunulan araştırmada, elde edilen spektralara pretreatment olarak birinci türev gap 2(first derivate gap2) standart normal varyasyon (SNV) ve çarpımsal dağılım düzeltmesi (multiplicativescattercorrection,MSC) uygulanmıştır. Bu parametrelerin spektralarının değerlendirilmesinde yaygın bir biçimde kullanıldığı rapor edilmiştir (Gallagher ve ark., 2005). Multiplicative scatter correction ve standart normal varyasyon uygulamalarının belirlenemeyen yol uzunluğu ve ışın saçılması (path length ve light scattering) gibi donanımsal spektrofotometri hatalarını gidermede son derece başarılı olduğu bildirilmiştir (Gallagher ve ark., 2005). Ortam veya çevre ısısı değişiklikleri, örnek farklılıkları, ya da detektörden kaynaklanan dış kaynaklı başlangıç spektralarının varyasyonları farklılık gösterebilir (Bokobza,1998). O başlangıç etkisini ortadan oluşan bu durumun engellenmesi amacıyla ve başlangıç etkisini ortadan kaldırarak yaş kimyasal analizlerle oluşturulan kemometrik grafiğin değişkenliklerini minimal seviyeye indirerek yanlış bir değerlendirme yapılmasının önlenmesi için birinci ve ikinci türevlerin (first-second derivative) kullanılması önerilmektedir (Mark ve Workman,2003).

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) ile, aralarında çoklu doğrusal bağıntı olan açıklayıcı değişkenler, algoritmalar yardımıyla hem bağımlı değişkendeki değişim hem de açıklayıcı değişkenlerdeki değişim açıklanabilmektedir (Bulut ve Alın, 2009).

Tahminleme gücünün hesap edilmesinde R^2 (belirleme katsayısı) değeri kullanılmaktadır. Bu değer, regresyon katsayısı olan R değerinin karesi alınarak bulunmaktadır (Dinç,2007). Bu değer yani R^2 değeri 0 ve 1 rakamları arasındadır. Bu değer aynı zamanda 1 değerine ne kadar yakınsa o kadar güçlü olarak kabul edilir (Gujarati,2015). Sunulan çalışmada NDF değeri için kalibrasyon setinin R değeri 0.3353 ve R2 değeri 0.1124, validasyon setinin R değeri 0.3447 ve R2 değeri 0.1188 olarak saptanmıştır. Choi ve ark.,(2014), mısır tanesinde NIRS tekniği kullanarak yaptıkları çalışmalarında NDF değeri için R2 değerini 0.97 olarak bulmuşlardır. Benzer şekilde Bai ve ark.,(2004) mısır koçanında NDF değeri için R2 değerini 0.94 olarak saptamışlardır.Literatürlerde verilen bu değerler, çalışmamızdaki NDF için R2 değerinden oldukça yüksek bulunmuştur. Bu durum mısırın yetiştirildiği toprak çeşidi, iklimsel farklılıklar, ve en önemlisi mısır ırkı farklılığından kaynaklanmış olabilir.

5. SONUÇ

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

6. ÖZET

Bu araştırma, Türkiye'nin yedi farklı bölgesinden getirilen toplam 320 (üç yüz yirmi) adet tane mısır numunesinde NDF değeri yönünden NIR kalibrasyonu oluşturulması amacıyla gerçekleştirilmiştir. Çalışmada kullanılan mısır numuneleri, Türkiye'de mısır üretiminin yoğun olduğu illerden bizzat satın alınarak laboratuvara getirilmiştir. Laboratuvara getirilen mısır numuneleri öğütülerek spektraları alınmıştır. Daha sonra laboratuvarında kimyasal maddeler kullanılarak NDF analizleri gerçekleştirilmiştir. Oluşturulan kalibrasyon setinin $r=0.3353$; $r^2=0.1124$ Standart Sapma = 3.4691 şeklinde değerleri alınmış, validasyon setinden ise $r=0.3447$; $r^2=0.1188$ Standart Sapma = 3.1730 değerleri elde edilmiştir. Araştırmada kalibrasyon aralığı 5.415 olarak bulunurken, validasyon aralığı ise 6.538 olarak tesbit edilmiştir. Sonuç olarak, bu araştırma ile Türkiye'nin bütün bölgelerini temsil edecek şekilde mısır tanesinde FT-NIR cihazında NDF kalibrasyonlarını bilimsel açıdan doğru sonuçlar vermesi adına daha fazla numune ile çalışmaların yapılmasına ihtiyaç bulunmaktadır.

Anahtar kelimeler: NIR, Kalibrasyon, Mısır tanesi, NDF

7. SUMMARY

This research was investigated to determine a NIR calibration in the direction of the NDF value of a total of 320 (three hundred twenty) corn samples taken from seven different regions of Turkey. The corn samples used in the study were purchased and brought to the laboratory from the ones where corn production was intense in Turkey. The corn samples brought to the laboratory were ground and the spectra were taken. NDF analyzes were then carried out using chemical substances in the laboratory. The calibration set generated is $r = 0.3353$; $R^2 = 0.1124$ Standard Deviation = 3.4691, $r = 0.3447$ from the validation set; $R^2 = 0.1188$ Standard Deviation = 3.1730 values were obtained. In this study, the calibration interval was 5.415 and the validation interval was 6.538. As a result, with this research, there is a need to work with more samples in order to give scientifically correct results of NDF calibrations in FT-NIR device in corn, representing all regions of Turkey



Keywords: NIR, Calibration, Corngrain, NDF

KAYNAKLAR

ALAVA ET AL (2001) The determination of wheat breadmaking performance and bread dough mixing time by NIR spectroscopy for high speed mixers. *J.Cereal Sci.* , 33, 71-81.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS (AOAC).2006. Official Methods of Analysis. 18th ed. Washington,DC:AOAC.

BAI QL,CHEN SJ, DONG XL, MENG QX, YAN YL, DAI JR (2004)[Prediction of NDF and ADF concentrations with near infrared reflectance spectroscopy (NIRS)].GuangPuXueYu Guang Pu Fen Xi. Nov;24(11):1345-7.

BAKER,D. (1983).The determination of fiber in processedcerealfoodsbynearinfraredreflectancespectroscopy.*CerealChem.* 60(3) 217-219.

BALABİN ET AL (2007) Comparasion linear and nonlinear calibration models based on near infrared (NIR) calibration data for gasoline properties prediction, *Chemometrics and intelligent laboratory systems* , 88, 183-188

BARTON ET AL (2000) The development of near infrared wheat quality models by locally weighted repression. *J. Near-infrared Spec.* 8 (3) : 201-208

BAŞYİĞİT ET AL (2008) Fourier dönüşümlü kızılötesi (FTNIR) Spektroskopisi ve laktik asit bakterilerinin tanısında kullanılması *Gıda* 35 (6) : 445-452

BAYE ,T.M.A . , PEARSON T.C.B. , SETTLES, A.M. ; (2006) Development of a calibration to predict maize speed composition using single karnel near infrared spectroscopy . *Journal of Cereal Science* , 43 : 236-243

BLANCO,M.,PEGUERO,A.(2011): A new and simple PLS calibration method for NIR spectroscopy. API determination in intact solid formulations.*Anal. Methods*, 2011,4, 1507-1512

BLAZEC (2005) Prediction of wheat milling characteristic by near-infrared reflektance spektroskopiy *Czech J Food Sci* 23 (4) : 145-151

BOKOBZA L.(1998) Near infrared spectroscopy. *J. Near Infrared Spectrosc.*6,3 .

BUCKNER,C.D., KLOPFENSTEIN,T.J., ERICKSON,G.E. (2013). Evaluation of modifications to the neutraldetergent-fiber analysis procedure for corn and distillers grains plus solubles.The Professional Animal Scientist 29. 252–259.

BULUT, E.,ALIN,A.(2009). Kısmi En Küçük Kareler Regresyon Yöntemi Algoritmalarından Nipals ve PLS - Kernel Algoritmalarının Karşılaştırılması ve Bir Uygulama. Dokuz Eylül Üniversitesi İktisadi ve İdari Bilimler Fakültesi Dergisi. 24(2):127-138.

CANBOLAT (2011) Esansiyel yağların sindirim,rumen fermantasyonu ve mikrobiyel protein üretimi üzerine etkileri. Kafkas Üniver. Vet. Fak. Derg. , 17 : 557-565

CARLOS (2008) Natural genetic variation in lycogene epsilon cyclase tapped for maize biofortification. Science 2008 Jan. 18 ; 319 (5861) : 330-3. Doi : 10. 1126/science. 1150255

CEN AND HE (2007) Theory and application of near infrared reflectance spectroscopy in determination of food quality. Trends in food science andtechnology 18, 72-73Cereal Chem 75 (4) : 412-416

CHEEKE,P.R. (2005).Applied Animal Nutrition: Feeds and Feeding, 3rdEdition. Pearson. USA.

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 InfraredReflectance Spectroscopy. Journal of the Korean Society Grassland andforgae Science.34(4) 277-282.

COGDILL,R.P., C. R. HURBURGH, JR., G. R. RIPPKE. (2004). Single-Kernel Maize Analysis by Near-Infrared Hyperspectral ImagingAgricultural and Biosystems Engineering Publications. Iowa State University. Vol. 47(1): 311-320.

DAVİES AND GRANT (1987) Rewiev : Near infrared analysis of food, Int. J. Food Sci. Technol. , 22, 191-207

DELWICHE (1998) Predicting protein composition , biochemical properties, and dough – handling properties of hard red winter wheatflourby NIR.

DİNÇ,E. (2007).Kemometri Çok Değişkenli Kalibrasyon Yöntemleri.Hacettepe Üniversitesi, Eczacılık Fakültesi Dergisi Cilt 27 / Sayı 1 / Ocak 2007 / ss. 61-92

DİREK,M., (2016). Mısırın Türkiye için Önemi. Erişim: [http://www.agrotimeyayincilik.com.tr/.](http://www.agrotimeyayincilik.com.tr/))

DOWELL (2008) Evaluation of the Primary mental health initiatives ; extended report 2008. Welligton : University of Otago and Ministry of Health.

EGESEL VE KAHRIMAN (2012) Determination of Quality parameters in maize by NIR Reflectance spectroscopy. Journal of Agricultural sciences 18 : 143-156

EGESEL,C.Ö. ,KAHRIMAN,F. ,KAVDIR, İ. , EKİNCİ, N. , BÜYÜKCAN M.B. ;(2015) Mısırdaki protein ve yağ oranının FT-NIR spektroskopisi yöntemi ile tespitinde örnek tipi ve kemometrik metodun etkisi SDÜ Ziraat Fakültesi Dergisi , Cilt 10 , Sayı 2

ERGÜN, A. , TUNCER,Ş.D., ÇOLPAN,İ., YALÇIN,S.,YILDIZ,G., KÜÇÜKERSAN,K., KÜÇÜKERSAN,S., ŞEHU,A. (2004). Yemler,Yem Hijyeni ve Teknolojisi. 2. Baskı.Ankara. Ergün,A., Tuncer., ŞD., Hayvan Besleme ve Beslenme hastalıkları.

ERTUGAY (2007) Determination of protein, wet and dry gluten of wheat flours by near infrared spectoscopy 2. International Congress on food and Nutrition : New Teqniques in food Analysis October 24-26 2007 , İSTANBUL , TURKEY

ERTUGAY, M.F., BAŞLAR, M., (2011). Gıdaların kalite özelliklerinin belirlenmesinde yakın kızıl ötesi (NIR) spektroskopisi. Gıda, 36(1):49- 54

FANG YANG, CHENGWEI, XIE, DAN, HE. (2011). Analysis andEstimate of CornQualitybyNearInfraredReflectance (NIR) Spectroscopy. PhotonicsandOptoelectronics (SOPO), 2011 Symposium on. DOI: 10.1109/SOPO.2011.5780611

FASSIO, A. A, RESTAINO, E. A, COZZOLINO, D. A (2014). Prediction of fiber fractions, ashandorganicmatterdigestibility in untreatedmaizestoverbynearinfraredreflectancespectroscopyAgro Sur 42(1): 41-46,

FEEDIPEDIA (2017) Erişim:<http://www.feedipedia.org/node/556>.

FONTAİNE (2002) Nearinfrared reflectance spectroscopy (NIRS) enables the fast and accurete prediction of essential amino acid contents. 2. Results for wheat,barley,corn,triticale,wheat bran/middlings, ricebran,and sorghum. J. Agr Food Chem 50 (14) : 3902-3911

GALLAGHER, NB, BLAKE, TA, GASSMAN, PL (2005). "Application of Extended Multiplicative Scatter Correction to mid-Infrared Reflectance Spectroscopy of Soil," J. Chemometr., 19(5-7), 271-281.

GUJARATI,D. (2015).Econometrics by example. Second edition.Palgrave-London,UK.

HRUSKOVA VE FAMERA (2003) Prediction of wheat and flour zeleny sedimentation value using NIR technique. Czech Journal of Food Science21 : 91-96

JIANG H.Y. , ZHU J.Y. , WEI L.M. , DAI J.R. , SONG T.M. , ; (2007) Analysis of protein, starch and oil content of single intact kernels by near infrared reflectance spectroscopy (NIRS) in maize (Zea Mays L.) Plant Breeding, 126 : 492-497

JIRSA AND HRUSKOVA (2005) Characteristics of fermented dough predicted by using the NIR technique . Czech J Food Sci 23 : 184-189

K.M. , HOFFMAN,P.C. , BAUMAN, L.M. , BERZAGHI, P., ; (2004).Prediction of ForageEnergy Content byNearInfraredReflectanceSpectroscopyandSummativeEquations. The Professional AnimalScientist 20 (2004):262–269

KAYS AND BARTON (2007) Rapid prediction of gross energy and utilizable energy in cereal food products using NIR spectroscopy. J Agr Food Chem 50 (5) : 1284-1289

KELLEMS,O.R., CHURCH,D.C. (2002).Livestock Feeds and Feeding, 5th Edition.Pearson Cloth. 654.pp. ISBN13: 9780130105820-USA.

KÖKTEN,K. , BOYDAK, E. , KAPLAN,M. ,SEYDOŞOĞLU,S. KAVURMACI.Z. , ; (2007) Bazı soya fasulyesi çeşitlerinden yapılan silajların besin değerlerinin belirlenmesi ; TurkishJournal of Nature and Science – J. Nature Sci 2013 Vol.2 no.2

KUTLU (2008) Yem Değerlendirme ve Analiz Yöntemleri. Ders Notu Çukurova Üniversitesi, Balcalı – ADANA

LARDY,G. (2017).Feeding coproducts of the ethanol industry to beef cattle. North Dakota State University Extension Bull. As -1242. North Dakota State Univ. , Fargo

LI, J. LI, Q. , LI, D. , CHEN, Y. , WANG, X. , YANG, W. , ZHANG. L. (2016) Use of near-infrared reflectance spectroscopy for the rapid determination of the digestible energy and metabolizable energy content of corn fed to growing pigs. *Journal of Animal Science and Biotechnology*. 7:45. 2-9.

LÍ M.J. , P.E. URRÍOLA, B.J KERR, G.C. SHURSON ; (2014) Evaluation of prediction equations to estimate gross, digestible, and metabolizable energy content of maize dried distillers grains with solubles (DDGS) for swine based on chemical composition *Animal Feed Science and Technology*, Volume 198 Pages 196-202

MARK, H., WORKMAN, J. (2003). Derivatives in Spectroscopy Part I — The Behavior of the Derivative. *Spectroscopy* 18(4) : 32-37.

MCDONALD, P. , GREENHALGH, J.F.D. , MORGAN C.A. , EDWARDS R. , LIAM SINCLAIR, ROBERT WILKINSON ; (2010). *Animal Nutrition* (7th Edition) Paperback— Jun 7 2010. Pearson Canada

MELCHINGER A.E. , LEE M. , LAMKEY K.R. , WOODMAN L. , ; (1990) Genetic diversity for restriction fragment length polymorphisms : Relation to estimated genetic effects in maize inbreds Joint contribution from the cereal and soybean res. Unit USDA – ARS and journal paper no. J – 13842 of the Iowa Agric. and Home economics exp. Stn. Ames. IA 50011, Projects no : 2818

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.

MIRALBES (2004) Quality control in the milling industry using near infrared transmittance spectroscopy *Food Chemistry* , Volume 88 issue 4 Pages 621-628

MOUAZEN, A.M. , R. KAROUI, J. DE BAERDEMAEKER, H. RAMON ; (2006) Characterization of soil water content using measured visible and near infrared spectra *Soil science society of america journal* 70 : 1295-1302

NATIONAL RESEARCH COUNCIL (NRC) (1996) National Academy Press Washington, D.C.

NFTA : National forage testing association 2004 <http://www.foragetesting.org/>

NORRIS (1998) A definition of wheat harvest using NIRS. *Cereal foods World* 34 : 696

ORMAN AND SCHUMANN (1991) Comparasion of NIR calibration methods for the prediction of protein,oil,and starch in maize grain. J. Agric . Food Chem , 39 : 883-886

OSBORNE AND DOUGLAS (2006) Measurement of the degree of starch damage in flour by NIR analysis J. Sci . food Agr 32 (4) : 328-332

OSBORNE AND FEARN (1983) Collaborative evaluation of universal calibrations for the measurement of protein and moisture in flour by near infrared reflektance Int J Food Sci Tech 18 (4) : 453-460

OSBORNE M.J (1993) Condidate possitioning and entry in a political competition with citizen condidates Quarterly Journal of Economics 111, 65-96

OSBORNE, B.G. (2000). Near-infrared spectroscopy in food analysis, In: Encyclopedia in analytical Cehemistry (Ed: R. A. Meyers), John Wiley Sons.

ÖZDÜVEN ET AL (2009) Bazı mısır çeşitlerinde Vejetasyon döneminin silolamada fermantasyon özellikleri ve yem değeri üzerine etkileri Tekirdağ Ziraat Fakultesi Dergisi

PASQUINI, C. (2003). Near infrared spectroscopy:Fundamentals, practical aspects and analytical applications. J BrazChemSoc, 14(2):198-219.

PEKEL A.Y. , ÇAKIR E.O. , M , POLAT M. , ÇAKIR G. , İNAN G. , KOCABAĞLI N. , ; (2013).Correlationsbetweenchemicalassaysandnear-infraredreflectancespectroscopyfornutrientcomponentsandcorrelationsbetweennutrient sandcolor scores of distillersdriedgrainswithsolubles.J. Appl. Poult. Res. 22 :814–824.

PİERCE, R. O. FUNK, D. B.,& BRENNER, C. A. (1996). Applying near infrared spectroscopy to the needs of US grain inspection, Near Infrared Spectroscopy: The Future Waves - Proceedings of 7th International Conference on Near Infrared Spectroscopy, ISBN: 0952866609, Montreal, Canada, August 1995.

POND, W.G. AND CHURCH, O.B. ; (2005) Basic animal nutrition and feding , 4 th edition , John Wiley and sons, Newyork .

SANDORFY C. , BUCHET R. , LACHENAL G. ; (2007) Principles of molecular vibrations for NIRS in food science and tecnology ; Ozaki, Y., Mc Clure, W. F . , Christy , A. A . , edj ; John Wiley and sons, Inc. : Hoboken , NJ , PP 11-46

SINGH,C.B.,J. PALIWALD.S. JAYASN.D.G. WHITE(2006). Near-infrared spectroscopy: applications in the grain industry. 2006 ASAE Annual Meeting, Paper

SIRIEIX AND DOWNEY (1993) Commercial wheat flour authentication by discriminant analysis of NIRS Journal of Near Spektroskopy Volume 1 issue 4 Pages 187-197 (1993)

TAHIR,M., M. Y. SHIM , N. E. WARD ,C. SMITH ,E. FOSTER , A. C. GUNNEY, G. M. PESTI.(2012).Phytate and other nutrient components of feed ingredients for poultry.Poultry Science 91 :928–935

TEMPLETON, W. C, JR., J. S. SHENK, K. H. MORRIS, ve ark., (1983). Forage analysis with near-infrared reflectance spectroscopy: status and outline of national research project. In J. Allen Smith and Virgil W. Hays, eds., Proc. 14th Int. Grassl. Cong., p. 528-531. WestviewPress, Boulder, CO

TUİK (2015) TMO Genel Müdürlüğü 2015 yılı hububat sektör raporu <http://www.tmo.gov.tr/upload/document/raporlar/hububatsektorraporu.Pdf>

VAN SOEST (1994) Nutritional ecology of the ruminant 2 nd edn. Cornell University Press , Ithaca , N.Y , pp. 476

XİE ET AL (2003) Comparison of NIRS and texture analyter for measuring wheat bread changes in storage Cerecal Chem. 80 (1) : 25-29

YAYLAK, E. , ALÇİÇEK A. , ; (2003) Sığır Besiciliğinde ucuz kaba yem kaynağı ; Mısır silajı ; HAYVANSAL ÜRETİM (44) 2: 29-36

YU F. , YANG. Z. ; (2009) Measuringfatty acid concentration in maize grain by NIRS . spectroscopy and spectral analysis 29 (1) : 106-109

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.

