



Farklı Analiz Yöntemleri İle Kara Midye (*Mytilus galloprovincialis*)’nin Karakterizasyonunun Mevsimsel Değişikliğinin İzlenmesi

Su Ürünleri Ana Bilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

Ömer GÜLER

ORCID 0000-0001-6564-8885

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Ramazan SEREZLİ

Temmuz 2022

İzmir Kâtip Çelebi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü öğrencisi **Ömer GÜLER** tarafından hazırlanan “**Farklı Analiz Yöntemleri İle Kara Midye (Mytilus galloprovincialis)’nin Karakterizasyonunun Mevsimsel Değişikliğinin İzlenmesi**” başlıklı bu çalışma tarafımızca okunmuş olup, yapılan savunma sınavı sonucunda kapsam ve nitelik açısından başarılı bulunarak jürimiz tarafından **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

ONAYLAYANLAR:

Tez Danışmanı: **Prof. Dr. Ramazan SEREZLİ**
İzmir Kâtip Çelebi Üniversitesi, Su Ürünleri Fakültesi

Jüri Üyeleri:
Doç. Dr. Sevim HAMZAÇEBİ
İzmir Kâtip Çelebi Üniversitesi, Su Ürünleri Fakültesi

Prof.Dr.Özgür ALTAN
Ege Üniversitesi, Su Ürünleri Fakültesi

Savunma Tarihi: 07.07.2022

Yazarlık Beyanı

Ben, **Ömer GÜLER**, başlığı “**Farklı Analiz Yöntemleri İle Kara Midye (Mytilus galloprovincialis)’nin Karakterizasyonunun Mevsimsel Değişikliğinin İzlenmesi**”olan bu tezin ve tezin içinde sunulan bilgilerin şahsıma ait olduğunu beyan ederim. Ayrıca:

- Bu çalışmanın bütünü veya esası bu üniversitede Yüksek Lisans derecesi elde etmek üzere çalıştığım süre içinde gerçekleştirilmiştir.
- Daha önce bu tezin herhangi bir kısmı başka bir derece veya yeterlik almak üzere bu üniversiteye veya başka bir kuruma sunulmamıştır.
- Başkalarının yayımlanmış çalışmalarına başvurduğum durumlarda bu çalışmalara açık biçimde atıfta bulundum.
- Başkalarının çalışmalarından alıntıladığımda kaynağı her zaman belirttim. Tezin bu alıntılar dışında kalan kısmı tümüyle benim kendi çalışmamdır.
- Kayda değer yardım aldığım bütün kaynaklara teşekkür ettim.

Tarih:

07.07.2022

“Farklı Analiz Yöntemleri İle Kara Midye (*Mytilus galloprovincialis*)’nin Karakterizasyonunun Mevsimsel Değişikliğinin İzlenmesi”

Öz

Bu çalışma, 2019-2021 yılları içinde farklı dönemlerde İzmir ili Gülbahçe Körfezi’nden örneklenen midyelerin et kısımlarının kurutulup öğütülmesi ile elde edilen numunelerin ileri analiz yöntemleri ile analiz edilerek sonuçlarının ortaya konulması ve mevsimsel farklılık olup olmadığının araştırılması amacıyla yapılmıştır.

Kurutulup öğütüldükten sonra 100 mikron boyutunda toz haline getirilen örnekler ileri analiz yöntemleri ile analize tabi tutulmuştur. Böylece kuru madde üzerinden ileri analiz yöntemleri ile analiz edilen örnekler arasında farklılık olup olmadığı ortaya konulmuştur.

Örnekler Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Endüktif Ortak Plazma Kütle Spektrofotometrisi (ICP-MS), Frouer Dönüşüm Kızılötesi (FTIR) ve Elementel Analiz cihazlarında analizlere tabi tutulmuştur. Bunun yanı sıra örneklerin toplam protein miktarları klasik yöntemle belirlenerek diğer analizlerle karşılaştırılmıştır.

Sonuçta uygulanan inceleme teknikleri ile bazı parametrelerde görülen değişikliklerin mevsimsel olarak değişiminin anlamlı olmadığı ($p>0,05$), bazı analizlerin ise bu farklılıkları net olarak ortaya koyduğu ve mevsimsel değişimlerin anlamlı olduğu görülmüştür ($p<0,05$).

Anahtar Sözcükler: Biyo-materyal, karakterizasyon, FTIR, SEM, ICP-MS, *Mytilus galloprovincialis*, midye

Monitoring the Seasonal Characterization Change of Black Mussel (*Mytilus galloprovincialis*) with Different Analysis Methods

Abstract

This study was carried out in order to reveal the results of the samples obtained by drying and grinding the meat parts of the mussels sampled from the Gülbahçe Bay of İzmir in different periods in 2019-2021 by using advanced analysis methods and to investigate whether there is a seasonal difference.

After drying and grinding, the samples, which were powdered in 100 micron size, were analyzed by advanced analysis methods. Thus, it has been revealed whether there is a difference between the samples analyzed with advanced analysis methods on dry matter.

The samples were analyzed in Scanning Electron Microscopy (SEM), Inductive Common Plasma Mass Spectrophotometry (ICP-MS), Fourier Transformation Infrared (FTIR) and Elemental Analyzers. In addition, the total protein amounts of the samples were determined by the classical method and compared with other analyzes.

As a result, it was observed that the seasonal changes in some parameters with the applied examination techniques were not significant ($p>0.05$), while some analyzes clearly revealed these differences and seasonal changes were significant ($p<0.05$).

Keywords: Bio-material, characterization, FTIR, SEM, ICP-MS, *Mytilus galloprovincialis*, mussel

Teşekkür

İzmir Katip Çelebi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Su Ürünleri Anabilim Dalı Yüksek Lisans programında yürütülen bu tez çalışması İKÇÜ Bilimsel Araştırmalar Koordinatörlüğü “2022-TYL-FEBE-0014” nolu proje tarafından desteklenmiştir. Bu kapsamda Üniversitemiz Bilimsel Araştırmalar Koordinatörlüğü’ne teşekkür ederim.

Ayrıca tez çalışmama katkılarından dolayı başta danışman hocam Prof.Dr.Ramazan SEREZLİ olmak üzere İKÇÜ Su Ürünleri Fakültesi öğretim elemanlarından Arş.Gör. Bahadır UĞURAL, Arş.Gör.Dr. Hatice GÜNDÜZ ve Dr.Öğr.Üyesi Nusret KAYA’ya, ayrıca manevi desteklerinden dolayı eşim Ceren GÜLER ve biricik kızım Alya Zümra GÜLER’e teşekkür ederim.

İçindekiler

Yazarlık Beyanı.....	ii
Öz	iii
Abstract	iv
Teşekkür.....	v
İçindekiler	vi
Şekiller Listesi.....	viii
Tablolar Listesi.....	xi
Kısaltmalar Listesi	xii
Semboller Listesi.....	xiv
1 Giriş	1
1.1. Biyomateriyallerin Kullanım Alanları ve Etkileşimi	3
1.2 Karakterizasyon, Amacı ve Kullanılan Cihazlar	3
1.3 Midye (<i>Mytilus galloprovincialis</i>).....	5
1.4 Karakterizasyonda Kullanılan Bazı Ölçüm Teknikleri	6
1.4.1 Fourier Dönüştümlü İnfrared Spektroskopisi (FTIR).....	7
1.4.2 Elemental Analiz	8
1.4.3 Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Analizi	8
1.4.4 Endüktif Ortak Plazma Kütle Spektrofotometrisi (ICP-MS).....	9

1.5	Önceki Çalışmalar	10
2	Materyal ve Metot.....	13
2.1	Midye Örneklerinin Temini.....	13
2.2	Analiz Yöntemleri	14
2.2.1	Protein tayini	14
2.3	Cihazlar ve ölçüm teknikleri	15
2.3.1	Ağır Metal Analizi (ICP-MS)	15
2.3.2	Moleküler Yapı Analizi (FTIR)	15
2.3.3	Örneklerin Görüntülenmesi ve Yapısal Analiz (SEM).....	16
2.3.4	Elementel Analiz.....	17
3	Bulgular.....	18
3.1	Ham Protein Miktarı.....	18
3.2	İleri Analiz Sonuçları	18
3.2.1	Elemental Analiz Sonuçları.....	18
3.2.2	Yapısal Analiz.....	20
3.2.3	FTIR Analiz Sonuçları	26
3.2.4	SEM Analiz Sonuçları	29
4	Tartışma ve Sonuç.....	44
	Kaynaklar	47
	Özgeçmiş	50

Şekiller Listesi

Şekil 2.1	<i>Mytilus galloprovincialis</i>	13
Şekil 2.2	Çalışma Sahası	13
Şekil 2.3	Agilent ICP-MS cihazı.....	15
Şekil 2.4	Thermo Scientific Nicolet IS50 FT-IR Spektrometre cihazı	16
Şekil 2.5	Carl Zeiss 300VP SEM cihazı	16
Şekil 2.6	Perkin Elmer 2400 CHNS/O Series II cihazı.....	17
Şekil 3.1	Na ve Ca değişimi	20
Şekil 3.2	Mg ve K değişimi	21
Şekil 3.3	Al, Zn, Sr, Fe değişimleri.....	22
Şekil 3.4	B, As, Mn, Ti, Mo değişimleri.....	23
Şekil 3.5	Se, Cu, Ba, Cr, V, Ni değişimleri.....	24
Şekil 3.6	Pb, Sn, Cd, Co değişimleri.....	25
Şekil 3.7	Be, Ag, Sb, Ti değişimleri	26
Şekil 3.8	Ekim 2019 (1) örneklerinin FTIR sonuçları	26
Şekil 3.9	Ocak 2020 (2) örneklerinin FTIR sonuçları	27
Şekil 3.10	Temmuz 2020 (3) örneklerinin FTIR sonuçları.....	27
Şekil 3.11	Ocak 2021 (4) örneklerinin FTIR sonuçları	28
Şekil 3.12	Temmuz 2021 (4) örneklerinin FTIR sonuçları.....	28

Şekil 3.13	Tüm Örneklerin FTIR Değerleri.....	29
Şekil 3.14	Ekim 2019 örneklemeesi olan 1. Örneklemede yapılan SEM görüntülemeleri.....	30
Şekil 3.15	Ekim 2019 örneklemeesi olan 1. Örneklemede 3 bölge ve 3 noktanın EDS görüntüsü.....	30
Şekil 3.16	Ekim 2019 örneklemeesi olan 1. Örneklemede seçilen alanlarda parçacıkların incelenmesi	31
Şekil 3.17	Ocak 2020 örneklemeesi olan 2. Örneklemede yapılan SEM görüntülemeleri.....	32
Şekil 3.18	Ocak 2020 örneklemeesi olan 2. Örneklemede 3 bölge ve 3 noktanın EDS görüntüsü.....	33
Şekil 3.19	Ocak 2020 örneklemeesi olan 2. Örneklemede seçilen alanlarda parçacıkların incelenmesi	33
Şekil 3.20	Temmuz 2020 örneklemeesi olan 3. Örneklemede yapılan SEM görüntülemeleri.....	35
Şekil 3.21	Temmuz 2020 örneklemeesi olan 3. Örneklemede 3 bölge ve 3 noktanın EDS görüntüsü.....	36
Şekil 3.22	Temmuz 2020 örneklemeesi olan 3. Örneklemede seçilen alanlarda parçacıkların incelenmesi	36
Şekil 3.23	Ocak 2021 örneklemeesi olan 4. Örneklemede yapılan SEM görüntülemeleri.....	38
Şekil 3.24	Ocak 2021 örneklemeesi olan 4. Örneklemede 2 bölge ve 4 noktanın EDS görüntüsü.....	39
Şekil 3.25	Ocak 2021 örneklemeesi olan 4. Örneklemede seçilen alanlarda parçacıkların incelenmesi	39

Şekil 3.26	Temmuz 2021 örneklemei olan 5. Örneklemede yapılan SEM görüntülemeleri.....	41
Şekil 3.27	Temmuz 2021 örneklemei olan 5. Örneklemede 4 bölgenin EDS görüntüsü	42
Şekil 3.28	Temmuz 2021 örneklemei olan 5. Örneklemede seçilen alanlarda parçacıkların incelenmesi	42



Tablolar Listesi

Tablo 1.1	Malzemelerin genel karakterizasyon teknikleri.....	7
Tablo 3.1	Ham protein miktarları.....	18
Tablo 3.2	Midyede Elemental Analiz Sonuçları	19
Tablo 3.3	Azot içeriği üzerinde hesaplanan protein miktarı	19
Tablo 3.4	Midyede sodyum ve kalsiyum değerleri (mg/kg)	20
Tablo 3.5	Midyede magnezyum ve potasyum değerleri (mg/kg)	21
Tablo 3.6	Ağırmetal değerleri (mg/kg)	21
Tablo 3.7	B, As, Mn, Ti, Mo değerleri (mg/kg).....	22
Tablo 3.8	Se, Cu, Ba, Cr, V, Ni değerleri (mg/kg)	23
Tablo 3.9	Pb, Sn, Cd, Co değerleri (mg/kg).....	24
Tablo 3.10	Be, Ag, Sb, Ti değerleri (mg/kg)	25
Tablo 3.11	Ekim 2019 1. örnekleme değerleri.....	31
Tablo 3.12	Ocak 2020 2.örnekleme değerleri	34
Tablo 3.13	Temmuz 2020 3.örnekleme değerleri	37
Tablo 3.14	Ocak 2021 4.örnekleme değerleri	40
Tablo 3.15	Temmuz 2021 5.örnekleme değerleri	43

Kısaltmalar Listesi

SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
ICP-MS	Endüktif Ortak Plazma Kütle Spektrofotometrisi
FTIR	Frouer Dönüşüm Kızılötesi
DSC	Differential Scanning Calorimetry
ORCID	Open Researcher and Contributor ID
TGA	Thermogravimetric Analyzer
DTA	Differential Scanning Calorimetry
XRD-XRF	X ışınları Difraktometresi
UV	Ultraviyole
IR	Infrared
C	Karbon
H	Hidrojen
N	Azot
S	Kükürt
CO ₂	Karbondioksit
H ₂ O	Su
N	Azot
SO ₂	Kükürt Dioksit
SE-BSE	Elektron Görüntü
Au	Altın
Pd	Paladyum
Ar	Argon
As	Arsenik

HCl	Hidroklorik Asit
NaOH	Sodyum Hidroksit
Cl	Klor



Semboller Listesi

μm	Mikrometre
$^{\circ}C$	Derece santigrat
mg	Miligram
mm	Milimetre
$\text{\AA}$	Angstrom
g	Gram

Bölüm 1

Giriş

Ülkemiz üç tarafı denizlerle çevrili bir yarımada olması yanı sıra birçok su ürünü türünün yetiştiriciliğinin yapıldığı bir ülkedir. Su ürünleri içinde üretimi yapılan türlerden biri de kara midye olarak da bilinen *Mytilus galloprovincialis*'tir. Ülkemizde doğal olarak bulunması ve doğadan toplanarak tüketilmesinin yanı sıra kontrollü şartlarda da midye üretimi yapılmaktadır. Karakterizasyon ise genel olarak cansız malzemelerin detaylı tanımlanması için uygulanan analiz yöntemlerinin tümünü ihtiva etmektedir[1]. Ancak son zamanlarda biyolojik materyallerin tanımlanmasında da yaygın olarak kullanılmakla birlikte, ülkemizde bu konuda yürütülmüş çalışma sayısı oldukça sınırlıdır.

Teknolojideki hızlı gelişmeler özellikleri farklı, üretimi kolay ve geniş kullanım alanı olan malzemelerin üretilmesini zorunlu hale getirmiştir. Canlı, cansız, biyolojik materyallerin, malzemelerin kendine has özelliklerinin mikroskobik ve makroskobik mükemmelliğe dayalı olarak araştırılması, incelenmesi, buna dayalı sonuçların ele alınması ve değerlendirilmesi olayı son yıllarda en çok çalışılan konulardan biri olmuştur.

Her türlü malzemenin bütün yapısını belirlemek ve açıklayabilmek için analitik yöntemlerin kullanımı olarak bilinen karakterizasyon; malzemenin yapı, üretim işlemleri ve malzemeye ait özellikler arasında ilişki kurulmasını sağlamaktadır[2]. Sadece kimyacıların değil, aynı zamanda endüstri, fizik, makine ve tekstil mühendisliği gibi alanlarda çalışanların da ilgisini çeken malzemelerin karakterizasyonu ile malzemenin incelenmesi, detaylı araştırılması, analiz edilmesi ve ona üstün özellik kazandırılması ve yeni malzemelerin oluşturulması mümkündür[1,2].

Farklı karakterizasyon özelliklerini ortaya çıkarmak için malzemelere uygulanacak teknikler bulunmaktadır [1].

Biyo-materyaller biyolojik bir sistem tarafından üretilen kolajen, sünger, ipek, keratin, kitin, selüloz, dentin, mine, kemik ve benzeri materyallerdir. Biyo-materyaller ilk olarak deniz ortamlarında ortaya çıkmıştır. Bunlar protistler, diatomlar, radyolaryalar gibi tek hücreli ve süngerler, mercanlar, yumuşakçalar, solucanlar, derisidikenliler, eklembacaklılar gibi çok hücreli omurgasızları içerir. Günümüzde deniz omurgasızların biyo-materyal olup olmayacağı konusunda çalışmalar malzemelerin tanımlanması, oluşum mekanizmalarının belirlenmesi ve bunların yeni materyaller oluşturulması için kullanılması gibi aşamalarda ileri analiz yöntemleri kullanılmaktadır[3,4].

Biyo-materyaller ve biyolojik organizmalarda karakterizasyon tekniklerinin geliştirilmesi ile ilgili çalışmalar son dönemlerde ilgi gören konular haline gelmiştir. Günümüzde, denizel ortamın korunması ile ilgili arazi ve laboratuvar çalışmaları gözle görünür biçimde artış göstermiştir[3].

Biyo-materyal, tıpta kullanılan insan vücudunda işlevselliği kalmamış canlı dokulara işlev kazandırmak amacıyla kullanılan, doğal veya kompozit malzemelerdir. Biyo-malzeme ile ilgili çalışmalar aslında çok eskiye dayanan araştırmalara dayanmaktadır. Deniz canlılarının kabukları, balıkların pulları, diş minesi, sığır, koyun, hindi, timsah, ve tavukların kemikleri gibi kaynaklar kalsiyum bakımından zengin kaynaklardır ve biyo-materyal özelliği taşımaktadır[1].

Geniş kapsamlı olarak kemik yerine geçebilen kalsiyum içerikli hidroksiapatit üretimi için sığır kemiği, mercan resifleri, fildişi, yumurta ve midye kabuğunun kullanılabilirliği üzerine çalışmalar günümüzde halen devam etmektedir[3]. Biyo-malzemeler, ortopedi ve diş için implant olarak ve vücudun dışında kullanılan aynı zamanda vücutla bütünleşen çeşitli medikal ürünlerde ve biyoteknolojik cihazlarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Biyo-materyaller, biyomedikal ürünlerde önem arz etmekte olup, tıbbi uygulamalarda ve biyoteknolojide sıkça tercih edilir. Canlı vücudunun farklı yerlerinde çeşitli kullanımı mevcuttur. Kompozit materyaller; belirli bir amaç için en az iki farklı materyalin birleştirilmesiyle oluşan materyal grubudur. Bu bağlamda tek başına herhangi bir özelliği olmayıp birleştirildiğinde ise

bir bileşende olmayan üstün özellikte materyal elde edilebilmektedir. Vücutta kullanılan biyo-materyaller başlangıçta vücut içi sıvıları ile etkileşimdedir. Canlı vücudu da bu materyallere değişik tepkiler verebilir[1].

1.1. Biyomateryallerin Kullanım Alanları ve Etkileşimi

Biyomateryal canlı bir dokunun yerine kullanılan ve onu destekleyen aynı zamanda da canlı bir sistemin parçası olan yapay veya doğal materyaller olarak adlandırılmaktadır. Bunlar tamamen veya kısmen vücut içerisindeki sıvılar ve dokular ile etkileşim içerisindeyler. Günümüzde biyomateryal bilimi geleceğe kucak açan bir teknoloji alanı olup, genellikle tıp, doku mühendisliği, biyokimya, fizik gibi alanlarda tercih edilir[3,5].

Biyo-materyallerin özellikleri ve karakterizasyonu önem arz eden konulardandır. Vücuda yerleştirilen biyo-materyaller vücut dokusu ile etkileşim halinde olduğundan vücut bu etkileşime olumlu veya olumsuz (toksik) yanıt verebilir. Eğer canlı dokuda materyalin çevresindeki dokular zarar görüyorsa bu etkileşim toksiktir. Materyal ile canlı dokusu birbirini değiştirmeden bir arada durabiliyorsa bu etkileşim toksik değildir, bu durum biyoaktif veya biyoetkisiz olarak nitelendirilir. Biyoetkisiz materyallerde implant materyal üzerinde değişken kalınlıkta fiber yapıda bir doku oluşur. İmplant materyal ile canlı doku arasında kuvvetli bir bağ biyoaktif materyallerde oluşur[5].

1.2 Karakterizasyon, Amacı ve Kullanılan Cihazlar

Karakterizasyon, malzemelerin sahip olduklar moleküler bağ yapısını, özelliklerini, yüzey morfolojilerini, organik ve inorganik içerik oranlarını bazı analiz yöntemler kullanarak detaylı bir şekilde incelenmesidir. Biyolojik materyallerde tam karakterizasyon yapılabilirliğini ortaya koymak, biyolojik materyallerin farklı alanlarda kullanılabilirliği açısından araştırılmasını sağlamak ve biyolojik materyallerin bölgesel karakter taşıyıp taşımadığını belirlemek oldukça önemli olup bu amaçlar için karakterizasyon yapılır.

Karakterizasyon mikro düzeyde yapılabilmesi için ileri düzey mikroskoplar kullanılır. Mikroskopla yapılan incelemede, malzemelerin yüzeyi doğrudan incelenebilir ya da elektron, iyon, foton veya probların fiziksel penetrasyonu yoluyla daha detaylı araştırılır. Atomların ölçeği ve bağların görüntülenmesi bu yollarla ölçülebilir. Değerlendirme ölçeği birkaç santimetreden angstrom düzeyine kadar değişir. Mikroskopik karakterizasyon teknikleri yıllar boyunca yaygın olarak kullanılmış yöntemlerdir. İlk optik mikroskoptan başlayan araştırmalar günümüzde en son atomik mikroskopiye kadar ulaşmıştır. Mikroskopik incelemeler ışık-optik mikroskopları, elektron-mikroskopları ve prob-tarama mikroskopları gibi uygulamalara göre sınıflandırılabilir. Ayrıca, SEM olarak bilinen taramalı elektron mikroskobu veya transmisyon elektron mikroskobu (TEM) gibi cihazlar günümüzde daha yaygın kullanılmaktadır. Malzeme karakterizasyonu için yaygın olarak kullanılan mikroskoplar, optik mikroskop, SEM, TEM, alan iyon mikroskobu, taramalı tünelleme mikroskobu, atomik kuvvet mikroskobu ve X-ışını kırınım topografisidir (XRT). Malzemenin bileşimini ve yapısını belirlemek için prostodonti ve restoratif diş hekimliğinde SEM ve TEM yaygın olarak kullanılmaktadır. Gelişmiş çalışmalar için daha yüksek karakterizasyon aralığı gerekir [6].

Başlangıçta kullanılan mikroskoplar optik mikroskoplardı ve halen günümüzde kullanılmaktadır. Bu cihazlarda veriyi elde etmek için görünür ışık ve lens kullanılmaktadır. Elde edilen bilgiler 0,2 μm boyut ile sınırlıdır. Taramalı konfokal mikroskopi ve dikey uzamsal olarak modüle edilmiş aydınlatma gibi özel tekniklerin kullanılması ile büyütme ve çözünürlük arttırılmıştır. Ultraviyole (UV) ışık, kızılötesi ve floresan, faz kontrastı ve dijital mikroskoplar gibi daha kısa dalga boyundaki ışığın kullanılması, optik mikroskopların uygulamalarını genişletmiştir. Mevcut araştırmacıların en büyük ilgisi atomik veya nano ölçekte olduğundan, optik mikroskopların alan derinliği ve büyütmelerde büyük sınırlamaları vardır. Elektron mikroskoplarda, aydınlatma için hızlandırılmış elektronlar ve gözlemler için optik lensler kullanılır. Bu cihazlarda büyütme, geleneksel ışık ve lens kullanan normal optik mikroskoplardan çok daha fazladır. SEM, TEM ve diğer elektron mikroskoplarının birbirinden farklılaşması elektron ivmesi, saçılma, penetrasyon ve görselleştirme türü farklılıklarından kaynaklanmaktadır. SEM, TEM'in aksine üç boyutlu görüntüler sağlamakla birlikte, yüzeyin ayrıntılarını gösterebilir. TEM, iki boyutlu görüntü üretir ve yüzey altı hakkında bilgi sağlar ve doğruluk, yaklaşık 0,4

nm olan SEM'e kıyasla 0,5 Å'dir. Bu mikroskopların kullanımı, belirli bir analiz için gereken bilgilere bağlıdır. TEM ve gelişmiş mikroskoplardan daha ince ve daha fazla detay elde edilir. Konvansiyonel olarak, protez alanındaki birçok çalışma makroskopik değerlendirme ile sınırlıdır. Daha fazla kanıt sağlamak için temel mikroskopik değerlendirmesi yapılır. Numunelerin SEM veya TEM görüntüleri ile morfolojik karakterizasyon, partikül boyutu ve yüzey karakterizasyonu hakkında derinlemesine bilgi sağlanabilir. İleri yapı karakterizasyonu için atomik mikroskoplar ve XRT kullanılır. Bu mikroskopların anlaşılması, ihtiyaçları, avantajları ve sınırlamaları, uygun kullanımı ve yorumlanması için esastır[1,3,6].

Spektroskopide atomların, moleküllerin ve çekirdeklerin radyan enerjisi incelenir. Radyan enerji, malzemelerin kimyasal bileşimini, yapısını ve fotoelektrik özelliklerini gözlemlemek için kullanılır. Cihazlar kullanılan veya gözlemlenen radyasyonun türüne ve doğasına göre sınıflandırılır. Optik radyasyon, UV-görünür spektroskopisi ve Fourier-dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi, spektroskopi kullanan yaygın cihazlardan bazılarıdır. Spektroskopi ile biyolojik makro moleküllerdeki hızlı yapısal değişiklikler tespit edilebilir, hücrelerdeki partiküllerin görselleştirilmesi sağlanabilir ve ileri tekniklerle üç boyutlu ölçümler yapılabilir.

Dental materyaller üzerinde yapılan çalışmaların, çalışmanın ihtiyacına göre bazı karakterizasyon tekniklerine sahip olması esastır. Materyal karakterizasyonu, kompozisyonun, materyal yapısının, bağlanmanın daha iyi anlaşılmasına yardımcı olur ve başarı veya başarısızlık nedenlerini ortaya koyabilir. Bu durum malzeme yapısını daha iyi anlama ve yeni malzeme geliştirme araştırmalarına yardımcı olur[6].

1.3 Midye (*Mytilus galloprovincialis*)

Akdeniz midyesi (*M. galloprovincialis*, Lamarck 1819) Mollusca filumunun Bivalvia klasisi içerisinde *Mytilidae* familyasında yer almaktadır.

Phylum : Mollusca
Class : Bivalvia
Subclass : Lamellibranchia
Suborder : Pteriomorpha
Order : Mytiloida
Familya : Mytilidae
Genus : Mytilus
Species : *Mytilus galloprovincialis*, Lamarck, 1819

Mollusca filumunun Bivalvia klasisi içinde yer alan Mytilidae familyası geniş bir yayılım alanına sahiptir. Bu familyanın en önemli türlerinden biri *Mytilus galloprovincialis*'dir. Akdeniz midyesi ya da kara midye olarak isimlendirilen *Mytilus galloprovincialis* Lamarck, 1819 Karadeniz, Akdeniz, Güney Afrika ve Kuzey Amerika'dan Kuzey-doğu Asya'ya kadar oldukça geniş bir dağılım gösterir[7].

Ekonomik olarak da oldukça önemli olan Akdeniz midyesi hakkında ülkemizde yapılan çalışmalar Uysal (1970) ile başlamıştır. *Mytilus galloprovincialis* türü midyelerin örnekleme işleminin el ile kolayca yapılabilmesi, kimyasal analizler açısından uygun büyüklük ve ağırlığa kolayca ulaşabilmesi, dayanıklı ve koruyucu kabukları sayesinde kolay taşıma ve depolaması ile en önemlisi besinlerini süzerek aldıklarından sudaki maddeleri dokularında biriktirmesi sebebiyle, Türkiye'de ve diğer ülkelerde yapılan çalışmalarda kıyı sularının kalitesinin takibi için biyolojik indikatör olarak kullanıldığından çalışmalar daha çok bu yöndedir. Bulundukları yerlerde yerleşik olarak yaşadıklarından dolayı, yaşadıkları ortamın izlerini taşırlar[7].

1.4 Karakterizasyonda Kullanılan Bazı Ölçüm Teknikleri

Amaç ve hedefe yönelik olarak malzemelerin yapısını ortaya koymak amacıyla birçok farklı yöntem kullanılmaktadır. Bu yöntemlere bağlı olarak günümüzde gelişmiş ekipmanlar da kullanılmaktadır[1].

Tablo 1.1: Malzemelerin genel karakterizasyon teknikleri[1].

Özellik	Uygulanacak Teknik
Temel karakterizasyon teknikleri	DSC, TGA, DTA
Kimyasal karakterizasyon teknikleri	XRD-XRF, EDX-EDS
Yapısal karakterizasyon teknikleri	FTIR-ATR, RAMAN
Mekanik karakterizasyon teknikleri	Stree-strain Grafikleri
Fiziksel karakterizasyon teknikleri	Cıva Porozimetresi, Lazer Difraksiyon Tekniği, Bet Yüzey Alanı, Zeta Potansiyel Ölçümü
Elektrokimyasal karakterizasyon teknikleri	Döngülü Voltametre, İmpedans Spektroskopisi

1.4.1 Fourier Dönüşümlü İnfrared Spektroskopisi (FTIR)

Bir nevi titreşim spektroskopisi olan Infra-red yani kızıl ötesi (IR) absorpsiyon spektroskopisi, kızıl ötesi ışınların molekülü titretmesi sayesinde soğurulması prensibiyle ölçüm yapmaktadır. Bu yöntemle her dalga boyunu ayrı ayrı taramaya gerek olmadan hızlı ve yüksek çözünürlükte spektrumlar elde edilir. Az miktarda örnekle bile kısa sürede net sonuçlar alınmaktadır. Birçok bilim dalında mikrobiyal hücrelerin tanımlanması, makromoleküllerin yapısal analizi, organik maddelerin kalitatif ve kantitatif analizi, yapılarının aydınlatılması, stereokimyasal özelliklerinin bulunması ve saflık kontrolü gibi amaçlar için bu cihaz kullanılmaktadır. Kızıl ötesi ışıma spektroskopisi, organik veya inorganik bileşiklerin karakterizasyonunda kullanılır. IR spektrumu, maddeyi oluşturan atomlar arasındaki bağların titreşimiyle oluşan frekanslarına karşılık gelen absorpsiyon piklerini göstermektedir[8].

1.4.2 Elemental Analiz

Elementel analiz cihazları yakma tekniği sonucu oluşan ürünlerin ölçümü esasına göre çalışır. Cihaz, ağırlığı bilinen örneğin yakılmasıyla açığa çıkan karbon, azot, hidrojen, bazen de kükürt ve oksijen gazlarının özel kolonlarda ölçülmesi tekniğine göre çalışır. İlk verilen maddenin kütlesi ile kolonlarda tutulan elementlerin kütleleri arasındaki oranını yüzde (%) olarak verir. Bu cihaz karbon, hidrojen, azot ve kükürt elementleri içeren organik maddelerin analizi için kullanılmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda (950 - 1300°C) yakma ile C, H, N ve S içeren organik madde saf oksijenli ortamda parçalanarak gaz halindeki bileşiklere dönüşmektedir. Yanma sonucu karbon, karbondioksit; hidrojen, su, azot, azot, kükürt, sülfür gibi gazlara dönüşmekte ve cihaz bu oluşan gazlar üzerinden numunedeki C, H, N, S miktarlarını yüzde olarak tayin etmektedir. Elemental analiz cihazı ile homojen olan tüm organik katıların analizi yapılabilmektedir. Laboratuvarımızdaki cihaz mikro elemental analiz cihazı olup ilaçlar, plastikler, reçineler, kimyasallar gibi homojen maddelerin analizinde, maksimum 2 mg numune ile çalışılmaktadır[9].

1.4.3 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)Analizi

Taramalı elektron mikroskobu ile seramik, metal, polimer, ince film, jeolojik malzemeler ve biyolojik numunelerin topografi, morfolojik analiz, içyapı analizi (faz, tane boyutu, tane şekli, vs.), kırılma yüzeyi ve çatlak analizi, yüzey element analizi (bileşim) hakkında bilgi elde edilir. Cihazda bulunan ikincil elektron görüntü ve geri yansıyan elektron dedektörleri ile yüksek çözünürlükte görüntü elde edilmektedir. Cihazla birlikte EDS sistemi ile belirlenmiş bir nokta, çizgi veya alan taraması ile seçilmiş alan X-ışını haritalanması yapılmakta böylelikle bu bölgelerde kalitatif ve kantitatif analizler yapılabilmektedir. Yalıtkan numunelerin analizi için numune hazırlamada kullanılmak üzere yüksek vakum sputter yöntemiyle altın (Au) paladyum (Pd) kaplama yapılması gerekmektedir. Ayrıca biyolojik örnekler için kritik nokta kurutucusu kullanılır. Bu sayede, dokularda fizyolojik veya patolojik olarak ya da deneysel yöntemlerle ortaya çıkan morfolojik değişikliklerin analizi yapılmaktadır[9]. Biyolojik botanik, hücre biyolojisi, tıp (adli tıp, anatomi, mikrobiyoloji, biyokimya, fizyoloji, toksikoloji, patoloji), madde bilimleri ve yer yüzü bilimlerinden elde edilen örnekler 100.000 kez büyütülerek yüzey yapılarının

görüntülenmesi yerek yüzeyde meydana gelen farklılıklar değerlendirilir. SEM medikal alanda; sağlıklı veya sağlıklı kan ve doku örneklerini veya hastalığa sebep olan etkenleri belirlemede, ilaç verilen hastalarla verilmeyenler arasındaki farkları gözleyerek ilacın hasta üzerindeki etkilerini tespit için kullanılır. Adli tıp alanında polise veya adli olaylarda kan örnekleri, doku parçaları, boya kalıntıları vb delillerin incelenmesinde SEM büyük katkı sağlar. Yine SEM incelemesi soğuk ve sıcak gibi farklı koşullar altında metallerin dayanıklılığını belirlemede, güvenlik nedeniyle güçlü bir metal kullanımı gerektiren uçak, tren, gemi ve otomobil gibi araçların yapımında kullanılan metallerin dayanıklılığını belirlemede kullanılır. Ayrıca bilimsel çalışma amaçlı bitki ve hayvan dokularının incelenmesinde, kristal yapıların incelenmesinde, metallerin, plastiklerin ve seramiklerin yapısının incelenmesinde SEM cihazından faydalanılır[10].

1.4.4 Endüktif Ortak Plazma Kütle Spektrofotometrisi (ICP-MS)

İndüktif eşleşmiş plazma-kütle spektrometresi (ICP-MS), elementleri kalitatif ve kantitatif olarak tayin edebilen, izotopları saptayabilen bir tür kütle spektrometresidir. Bu süreç, genellikle solüsyon halinde olan numunenin indüktif olarak eşleşmiş plazma (Ar plazması) ile iyonlaştırılması ve daha sonra bu iyonları ayırmak ve ölçmek için bir kütle spektrometresi kullanılmasıyla kütle/yük (m/z) oranlarının belirlenmesiyle gerçekleşir. ICP-MS için birçok elementin tayin sınırı milyarda birden (ppb, pounds per billion) daha düşüktür. Bu yüzden iz element tayini ve miktarının belirlenmesi için en uygun metottur. ICP-MS için en büyük kullanım alanlarından biri, doğal kaynak suyu, içme suyu, atık sular ve toprak numuneleri gibi çevre analizleridir. Bunun yanı sıra gıda, ilaç, jeoloji ve maden alanlarında ağır metal ve eser element analizleri için başvuru en yaygın cihazdır. Ayrıca toksikoloji olmak üzere tıbbi ve adli tıp alanında da vücut sıvılarındaki metal element analizleri için ICP-MS analizi istenmektedir[11].

ICP-MS analizi ile;

- Kayaç, cevher, toprak numunelerinin jeokimyasal analizi ve bu numunelerdeki altın, platin gibi değerli metaller ile ağır metallerin tayini.
- Yeraltı suları, kaynak, termal ve mineralli sularda elementel analizi.

- Su, atık su, toprak ve çamur numunelerinde ağır metal tayini.
- Elementel analiz ile içme suyu kalitesinin belirlenmesi.
- Başta meyve suları olmak üzere gıda ürünlerindeki ağır metal tayini.
- Endüstriyel hammadde ve ürünlerdeki eser element tayinleri.
- Petrokimya; Hammadde ve ürünlerdeki elementel tayinler yapılabilmektedir[11].

1.5 Önceki Çalışmalar

Karakterizasyon ile ilgili birçok çalışma bulunmaktadır. Bu çalışmalar genellikle inorganik materyaller üzerinde yoğunlaşmıştır. Son zamanlarda biyolojik materyaller üzerinde de karakterizasyon çalışmalarına rastlanılmaktadır. Ancak çalışmamıza konu olan midyenin biyoyararlılığı veya detaylı içeriği üzerine çalışma bulunmamaktadır. Yapılan literatür araştırmasında *Mytilus galloprovincialis* üzerinde yapılan çalışmaların sınırlı olduğu ve bu çalışmaların genellikle canlının biyolojisi ve yaşama alanlarına yönelik olduğu görülmüştür. Literatür araştırması sonucu çalışmamızla ilişkili makaleler aşağıda özetlenmiştir.

Koop ve diğ. [12] *Mytilus galloprovincialis* ve *M. edulis* üzerinde yaptığı çalışmada besin yapısının mevsimsel değişimini incelemiştir. Ayrıca bu türlerin kültüre alınabilirliği hakkında çalışma yürütmüştür.

Giordano ve diğ. [13] *Mytilus galloprovincialis* and *Corbulagibba* midye türlerinde FTIR analizi ile öğütülmüş kabukları analiz ederek metot geliştirmeye çalışmışlardır. Çalışmada bölgesel kirletici unsurların varlığı tespit edilmiştir. Kabuk yapılarında %95-99,9 CaCO_3 olduğu FTIR spektrumları ile ortaya konulmuştur.

Uğurlu ve ark.[14] kolajen kaynağı olarak deniz canlıların kullanılabileceğini, deniz canlılarından elde edilen kolajen çeşitlerini ve bunların tıp ve medikal alanlarda hammadde olarak kullanılabileceğini bildirmiştir.

Mohammadi ve ark. [15] *M.edulis* kabuklarının biyomineral karakterini ve mekanik özelliklerini belirlemek amacıyla FTIR ve SEM analizlerini kullanmıştır. Bu çalışmada *M.edulis*'in kabuk yapısı oldukça detaylı incelenmiştir.

Carella ve diğ. [16] çalışmasında, Campania Bölgesi kıyı sularının dört farklı bölgesinde bulunan midye popülasyonlarında (*M. galloprovincialis*) moleküler ve doku biyobelirteçleri incelenmiştir. Bu bağlamda gen ekspresyonu ve oksidatif stres testleri ile inceleme yürütmüşlerdir.

Demir ve Akkuş [17] 2018 yılındaki çalışmasında ICP-OES cihazı kullanarak *M. galloprovincialis* örneklerinde ağır metal analizleri, protein tayini ve enzim aktiviteleri üzerine çalışma yürütmüştür. Midyenin solungaç, hepatopankreas ve kas olarak ayırdığı kısımların proteinini 20 mg protein/L olarak hesaplamıştır.

Köşker ve diğ.[18] çalışmasında Türkiye'de beş ilde satılan midye dolmalarda (*Mytilus galloprovincialis*) metal/metaloit seviyelerini incelenmiş ve bu seviyelerin çocuklar ve yetişkinler için oluşturabileceği olası sağlık riskleri değerlendirmiştir. Numunelerin metal seviyelerini belirlemek için ICP-MS kullanılmıştır. Doldurulmuş midyelerde en yüksek seviyelerde bulunan elementler demir (Fe) ve vanadyum (V) sırasıyla 50.59–219,80 ve 85,75–161,70 mg/kg olarak belirlenirken, en düşük seviyeler kadmiyum (Cd), arsenik (As) ve kurşun (Pb) sırasıyla 0,11-1,08; 0,52-1,20 ve 0,40-1,50 mg/kg olarak belirlenmiştir. Doldurulmuş midyeler üzerinde, yetişkinler ve çocuklar için tahmini haftalık alım miktarı, hedef tehlike katsayısı ve yaşam boyu kanser riski değerlendirmeleri, mevcut metal seviyelerine göre farklı tüketim sıklıkları için yapılmıştır. Hedef tehlike katsayısı hesaplamalarına göre hem çocuklar hem de yetişkinler için Vandyum düzeyleri >1 olarak bulunmuştur. Sonuçların Cr, As ve Cd düzeylerinin hemen hemen tüm lokasyonlar ve tüketici grupları için kanserojen risk oluşturduğu, Pb'nin herhangi bir kanserojen risk oluşturmadığı tespit edilmiştir.

Şengör ve diğ.[19] çalışmasında Çanakkale Boğazı, Eceabat Mevkiinde kültür yoluyla üretilen midyeleri (*Mytilus galloprovincialis*, L.) tütsüleme ve konserveleme teknikleri ile işlemişlerdir. İşlenmiş numunelerde aminoasit ve protein analizleri yapmışlardır.

Azizi ve diğ.[20] çiftlik orjinli *Mytilus galloprovincialis*'in yumuşak dokularında Cd, Cr, Cu, Fe, Ni, Zn, Co ve Pb'un konsantrasyonları araştırmıştır. Mevsimsel değişikliklerin *M. galloprovincialis*'teki metal (Cd, Fe ve Cr) konsantrasyonlarını önemli ölçüde etkilediği, en yüksek ağır metal konsantrasyonlarının kışın (sırasıyla

0.89 mg/kg, 673.2 ve 3.330 mg/kg) ve en düşük deęerlerin ise Cd iin (0.646 mg/kg) yazın, Fe (340.1 mg/kg) ve Cr (1.959 mg/kg) iin sonbaharda bulunduęu bildirilmiřtir. Mevsimlerin metal konsantrasyonları üzerindeki nemli bir etkisi olduęu, bu durumun birbiriyle iliřkili bir dizi biyolojik ve evresel faktre baęlandığı belirtilmiřtir. Bu baęlamda midyenin blgedeki aęır metal kirlilięi iin bir biyoindikatr olarak kullanılabileceęi ortaya konulmuřtur.

Grldę zere karakterizasyon alıřmalarında su rnleri ile ilgili materyaller sınırlı sayıdadır. Bu alıřmada İzmir krfezi ierisinde yer alan Glbahe krfezinde 5 farklı dnemde alınan rneklerde ileri analiz yntemleri iinde yer alan FTIR, Elementel Analiz, SEM, ICP-MS analizleri ile midyenin et yapısı ve ierięi ortaya konulmuřtur. Bylece 5 farklı zamanda aynı blgeden yapılan rneklemelerde yapılan analizlerin sonularının birbirlerinden farklı olup olmadığı ortaya konulmuřtur.

Bölüm 2

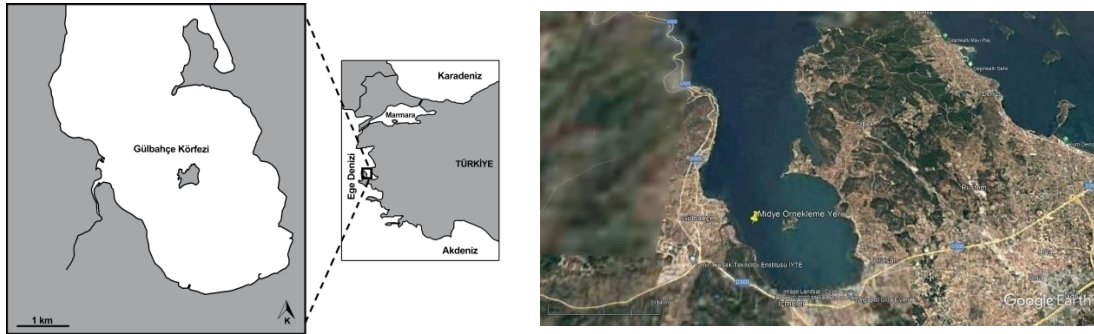
Materyal ve Metot

2.1 Midye Örneklerinin Temini

Çalışmada İzmir ili Urla ilçesi Balıklıova Gülbahçe Körfezinde bulunan midye çiftliğinde (Şekil 2.2) taze olarak temin edilerek büyük bireylerin iç kısımları bütün olarak çıkırılıp kurutulmuştur. Örnekler 60°C’de sabit tartıma gelene kadar kurutularak öğütülmüştür (Şekil 2.1).



Şekil 2.1: *Mytilus galloprovincialis*



Şekil 2.2: Çalışma Sahası

Beş dönemde örnekleme yapılmıştır. Ekim 2019 1. Örnekleme Ocak 2020 2. Örnekleme Temmuz 2020 3.Örnekleme Ocak 2021 4.Örnekleme Temmuz 2021 5.Örnekleme yapılmış ve 1,2,3,4,5 olarak isimlendirilmiştir. Bu örnekler yaş olarak tartılarak sabit tartıma gelene kadar etüvde 60°C’de kurutulmuştur. Kurutulan

örnekler parçalanıp öğütüldükten sonra 100 µm elekten geçirilip, toz haline getirilmiş ve aşağıda belirtilen analizlere tabi tutulmuştur.

2.2 Analiz Yöntemleri

Toz hale getirilen örneklerin yüzey morfolojileri ve özellikleri karakterize edilmek amacı ile Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Bu örneklerde belirlenen bölgelerde detaylı inceleme yapılmıştır. Örneklerin organik ve inorganik içerik oranlarını, toplam protein, yağ ve kül miktarlarını belirlenmek için soxahalet, kül fırını (550°C), khaldah, hassas terazi (0,0001 g) kullanılmıştır. Endüktif Ortak Plazma Kütle Spektrofotometrisi (ICP-MS) sistemi ile örneklerin inorganik içeriği ile mineralojik içeriği araştırılmıştır. Karbon (C), azot (N), kükürt (S), hidrojen (H) içeriği elemental analiz ölçümü Dumas metodu ile yapılmış olup biyolojik örneklerin toplam protein içeriği, azot miktarı üzerinden belirlenmiştir. Moleküler spektroskopik yöntemler ile numunelerin genel moleküler yapısı incelenmiştir. Frouer Dönüşüm Kızılötesi Spektroskopi (FTIR) ile örneklerin genel moleküler bağ yapısı incelenmiştir. Elde edilen değerler diğer analizlerde bulunan veriler ile karşılaştırılarak yorumlanmıştır.

2.2.1 Protein tayini

Protein tayini, Kjeldahl yöntemine göre, distilasyon ünitesinde azot tayini üzerinden yapılmıştır. Bunun için yaklaşık 1 g numune 13 ml sülfirik asit ilavesi ile 245 dakika yakma işlemine tabi tutulmuştur. Yakma işleminden sonra soğumaya alınarak üzerine 50 ml saf su ilave edilmiştir. Erlenler içerisine 25 ml borik asit çözeltisi eklenmiş, %40'lık NaOH (sodyum hidroksit) çözeltisi beherde destile edilerek 0,1 N HCl ile titre edilmiştir. Hesaplanan % azot miktarı 6,25 katsayısı ile çarpılarak aşağıdaki formüle göre toplam protein hesaplanmıştır (Denklem 2.1).

$$\% \text{Protein} = \% \text{N} \times 6,25 \quad (2.1)$$
$$\% \text{N} = 100 \times ((\text{Titrasyonda harcanan HCl} - \text{Kör için harcanan HCl}) \times 0,014 \times 0,1 \times F) / \text{Örnek ağırlığı}$$

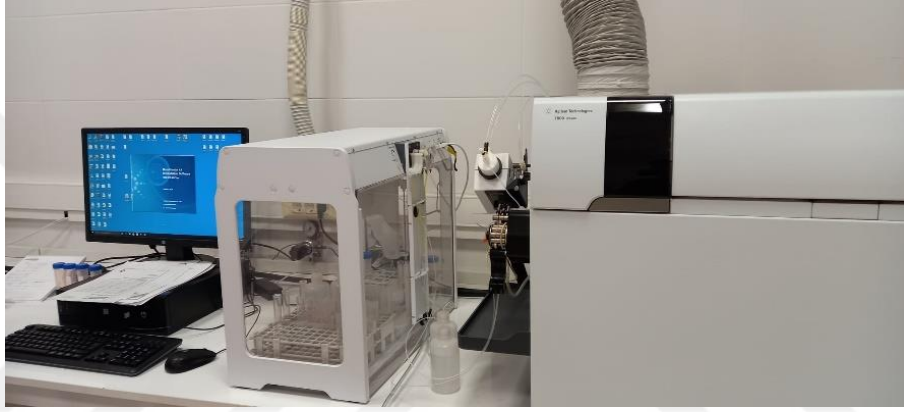
0,1: HCl'nin normalitesi

F: HCl'nin faktörü

2.3 Cihazlar ve ölçüm teknikleri

2.3.1 Ağır Metal Analizi (ICP-MS)

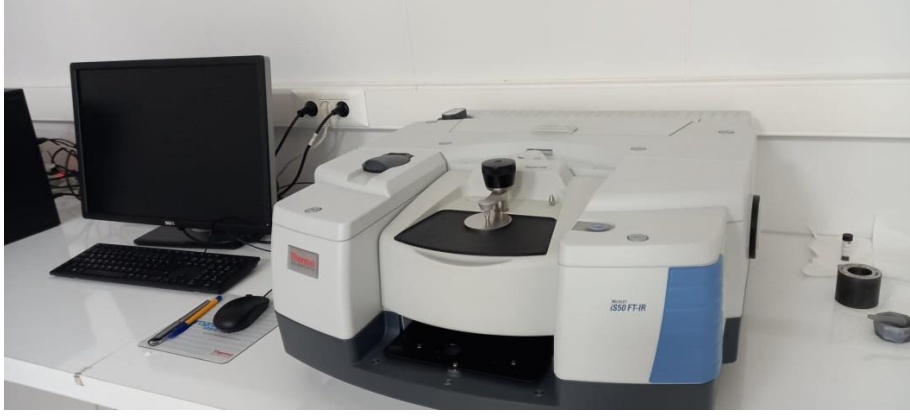
Çalışmada Agilent ICP-MS sistemi kullanılmıştır. ICP-MS cihazı mineral madde ve ağır metal analizlerinde argon gazı ile kullanılan cihazdır. Bu analizde yüksek sıcaklıkta numune iyonlaştırılır, iyonlaştırılan elementler kütle spektrometresi tarafından ayrıştırılır ve element derişimleri elektron çoklayıcı bir dedektör tarafından ölçülür. Aynı anda ve kısa sürede birçok elementin analizi yapılabilir. Çalışmamızda 24 element analizi yapılmıştır (Şekil 2.3).



Şekil 2.3: Agilent ICP-MS cihazı

2.3.2 Moleküler Yapı Analizi (FTIR)

FTIR analizi Thermo Scientific Nicolet iS50 FT-IR Spektrometre ile yapılmıştır (Şekil 2.4). Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopi, cihaz tarafından elektromanyetik spektrumun kızılötesi bölgesinden elde edilen ışığın incelenen numune tarafından soğurulmasıyla numune içerisindeki moleküllerin bağlarının titreşimi ve dönüşleri gerçekleşmektedir. Bu etkileşimler sonucunda elde edilen spektrumlar gözlemlenerek numune içerisindeki organik veya inorganik yapıdaki katı, sıvı ve gaz moleküllerin nicel ve nitel analizleri çok hızlı bir şekilde gerçekleştirmektedir. Bu analiz birçok maddenin kalitatif ve kantitatif analizinde kullanılmaktadır. Elde edilen sonuçlar kütüphanede kayıtlı spektrumlar ile eşleştirilerek yorumlanmıştır.



Şekil 2.4: Thermo Scientific Nicolet IS50 FT-IR Spektrometre cihazı

2.3.3 Örneklerin Görüntülenmesi ve Yapısal Analiz (SEM)

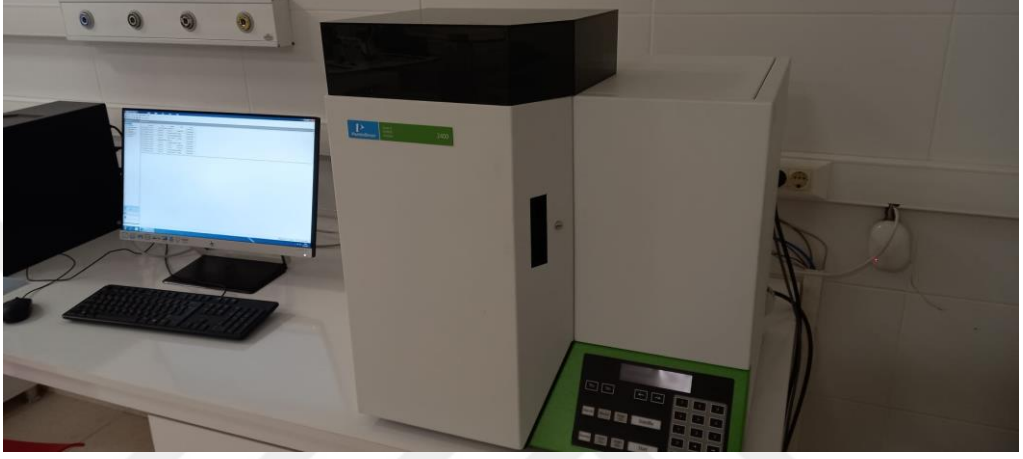
Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) cihazı ile görüntüleme, numuneye gönderilen hızlandırılmış elektronların numunenin atomları ile etkileşmesi sonucunda saçılan elektronların çeşitli dedektörler yardımıyla analiz edilmesi esasına dayanır. Bu saçılmaların değerlendirilmesi ile malzeme içerisindeki yapıların mikro(10^{-6} m) ve nano(10^{-9} m) mertebesinde görüntüleme analizi yapılmıştır. Görüntüleme Carl Zeiss 300VP SEM cihazı ile yapılmıştır (Şekil 2.5). Ayrıca numune içerisinde nitel ve nicel elementel analiz yapılmıştır. Numunelerin kaplama işlemi QUORUM Q150 RES kaplama cihazı ile yapılmıştır (Şekil 2.6). Böylece yüksek vakum koşulları altında ikincil elektron (SE) dedektörü- 3 boyutlu görüntü elde edilerek, EDX dedektörü ile malzeme içerisindeki yapıların nitel ve nicel elementel analizi yapılmış ve haritalandırma ile malzemelerin dağılımı belirlenmiştir.



Şekil 2.5: Carl Zeiss 300VP SEM cihazı

2.3.4 Elementel Analiz

Çalışmada Elementel Analiz Cihazı olarak Perkin Elmer 2400 CHNS/O Series II cihazında analizler yapılmıştır (Şekil 2.6). Organik numunelerde Karbon, Hidrojen, Nitrojen ve Oksijen yüzde olarak tayini için kullanılan bu cihazda numune yaklaşık 975°C’ de yakılır ve oluşan ürünler kolonda ayrılarak tayinleri yapılır. Sonuçlar kütlece % kompozisyon şeklinde belirlenmiştir.



Şekil 2.6: Perkin Elmer 2400 CHNS/O Series II cihazı

Bölüm 3

Bulgular

3.1 Ham Protein Miktarı

Yapılan çalışmada protein analizi ham protein olarak azot (N) miktarının 6,25 katsayı ile çarpımı ile hesaplanmıştır. Bu hesaplama göre kuru madde üzerinden hesaplanan protein miktarları ortalaması $45 \pm 1,49$ olarak hesaplanmıştır (Tablo 3.1).

Tablo 3.1: Ham protein miktarları

Toplam Protein (%)	1	2	3	4	5	Ortalama	Std Sapma
Kuru Maddede (%)	45,00	45,43	44,20	42,50	42,10	43,85	1,49

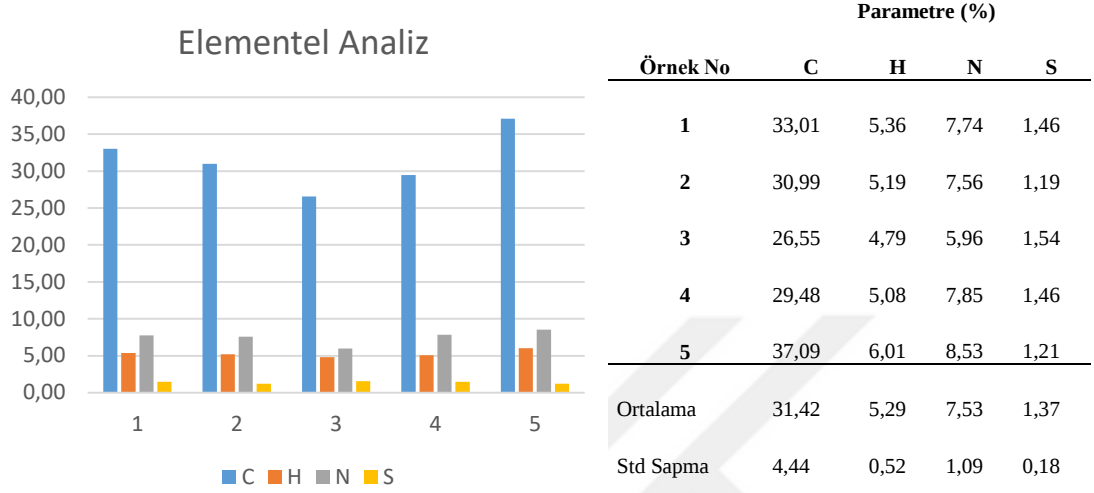
3.2 İleri Analiz Sonuçları

Çalışmada taze canlı olarak temin edilen örnekler 60°C’de kurutulduktan sonra öğütülüp detaylı olarak incelemesi ve analizleri farklı cihazlarda yapılmıştır.

3.2.1 Elemental Analiz Sonuçları

Kurutularak öğütülmüş midye örneklerinin elemental analiz sonuçları: Tablo 3.2 de verilmiştir. Bu analiz sonucunda karbon oranları %26,55 ile %37,09 arasında değiştiği görülmüştür.

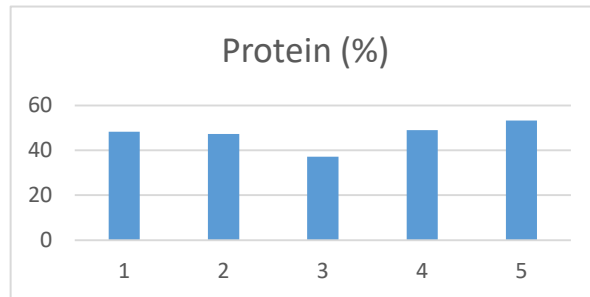
Tablo 3.2: Midyede Elemental Analiz Sonuçları



Hidrojen içeriği %4,79 ile %6,01 arasında değiştiği belirlenmiştir. Azot miktarları ise %5,96 ile %8,53 arasında değişmiştir. Kükürt miktarı %1,19 ile %1,46 arasında belirlenmiştir. Elementel analiz sonucu belirlenen N miktarına göre protein hesabı yapıldığında kuru numunede ortalama protein miktarı $47,05 \pm 5,94$ olarak hesaplanmıştır.

Tablo 3.3: Azot içeriği üzerinde hesaplanan protein miktarı

Örnek No	1	2	3	4	5	Ortalama	Std Sapma
Protein (%)	48,38	47,3	37,3	49,06	53,31	47,05	5,94

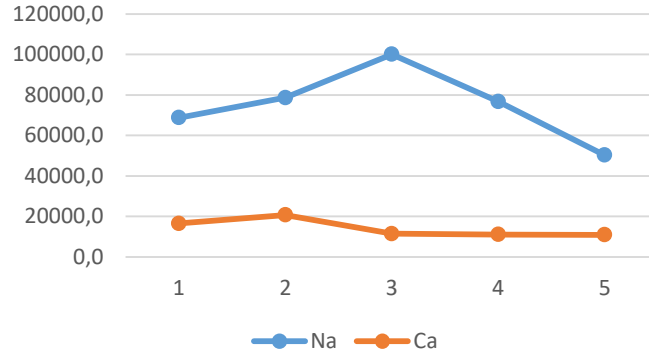


3.2.2 Yapısal Analiz

Kurutulmuş örnekler mikrodalga yakma işleminin ardından ICP-MS cihazında 28 parametrenin analizi yapılmıştır. Bu analiz sonuçları aşağıdaki tablo ve grafiklerde verilmiştir. Sonuçlar verilirken grafiklerin daha iyi yorumlanması için miktarları yüksek olan ağır metallerinden düşük olanlara doğru gruplama yapılmıştır. Analiz sonucunda sodyum ve kalsiyum değerlerinin diğer parametrelerden çok daha yüksek olduğu (Tablo 3.4) mevsimsel bir korelasyon bulunmadığı görülmüştür (Şekil 3.1) .

Tablo 3.4: Midyede sodyum ve kalsiyum değerleri (mg/kg)

mg/kg	1	2	3	4	5
Na	68745,5	78659,9	100068,3	76752,8	50252,6
Ca	16544,0	20687,2	11474,6	11084,1	10856,9

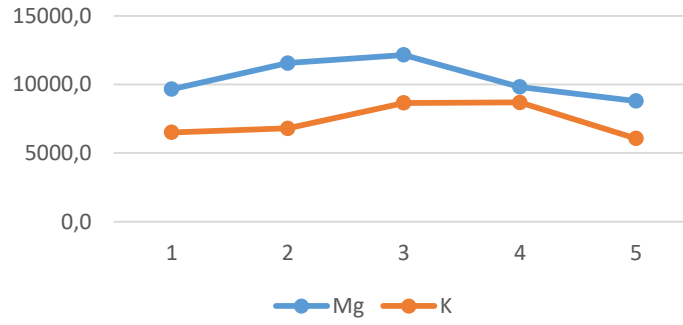


Şekil 3.1: Na ve Ca değişimi

Magnezyum ve potasyum değerlerinin değişimlerinin de mevsimsel olarak bir ilişki içinde olmadığı görülmüştür (Şekil 3.2 Tablo 3.5).

Tablo 3.5 Midyede magnezyum ve potasyum değerleri (mg/kg)

mg/kg	1	2	3	4	5
Mg	9651,4	11558,2	12157,3	9818,3	8797,9
K	6511,4	6797,3	8648,8	8691,6	6059,5

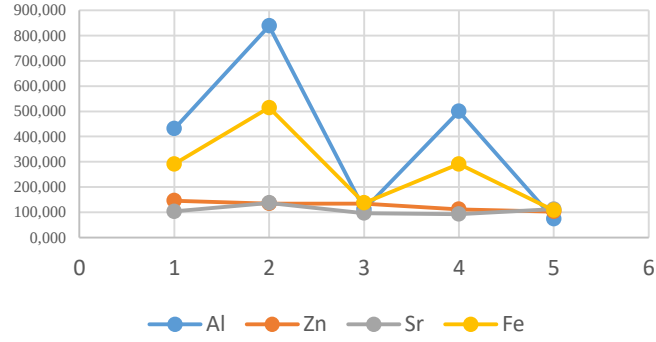


Şekil 3.2: Mg ve K değişimi

Alüminyum, çinko, stronsyum ve demir değerleri Tablo 3.6 ve Şekil 3.3 de verilmiştir. Zn ve Sr değerleri mevsimsel değişmemekle birlikte, Al ve Fe değerlerinin kış aylarında yüksek, yaz aylarında düşük değerlerde olduğu belirlenmiştir (Şekil 3.3 Tablo 3.6).

Tablo 3.6: Ağırmetal değerleri (mg/kg)

mg/kg	1	2	3	4	5
Al	431,264	838,797	111,714	499,649	74,372
Zn	146,003	134,688	134,338	111,872	102,967
Sr	103,236	137,221	96,501	92,270	112,370
Fe	291,3	514,6	136,8	290,9	107,9

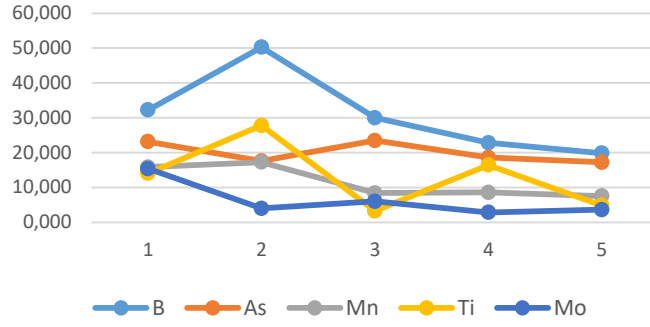


Şekil 3.3: Al, Zn, Sr, Fe değişimleri

Bor, arsenik, mangan, titanyum ve molibden değerleri Tablo 3.7 ve Şekil 3.4 de verilmiştir. Ti değerlerinin kış örneklemelerinde yüksek, yaz örneklemelerinde düşük olduğu, diğer elementlerin değerlerindeki değişimin mevsimsel korelasyon göstermediği görülmüştür.

Tablo 3.7: B, As, Mn, Ti, Mo değerleri (mg/kg)

mg/kg	1	2	3	4	5
B	32,240	50,231	29,991	22,828	19,840
As	23,144	17,590	23,476	18,599	17,189
Mn	15,823	17,263	8,409	8,553	7,512
Ti	14,054	27,800	3,241	16,412	4,838
Mo	15,384	3,969	5,983	2,842	3,622

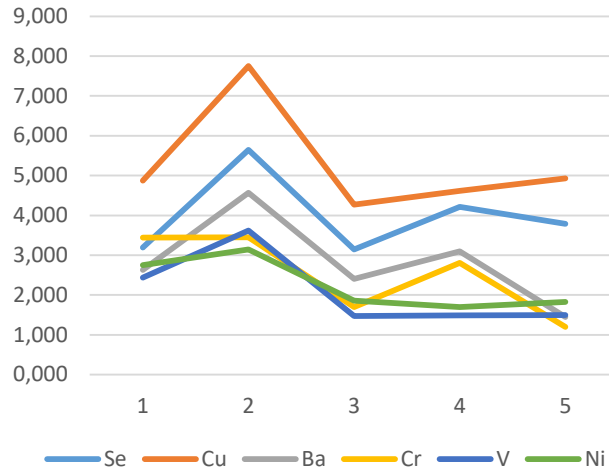


Şekil 3.4: B, As, Mn, Ti, Mo değişimleri

Tespit edilme değerleri 1-5 mg/kg (ppm) aralığında olan metaller selenyum, bakır, baryum, krom, vanadyum ve nikel Şekil 3.5 Tablo 3.8 de verilmiştir. Ni ve V değerlerinin mevsimsel bir korelasyona sahip olmadığı ancak Cr, Cu, Se ve Ba değerlerinin kış aylarında arttığı, yaz aylarında azaldığı görülmüştür.

Tablo 3.8: Se, Cu, Ba, Cr, V, Ni değerleri (mg/kg)

mg/kg	1	2	3	4	5
Se	3,195	5,648	3,142	4,215	3,786
Cu	4,871	7,753	4,268	4,612	4,926
Ba	2,632	4,563	2,404	3,097	1,451
Cr	3,438	3,452	1,699	2,805	1,196
V	2,435	3,616	1,473	1,490	1,497
Ni	2,754	3,141	1,855	1,693	1,826

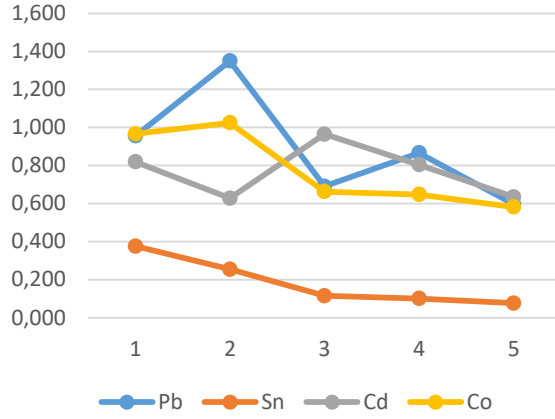


Şekil 3.5: Se, Cu, Ba, Cr, V, Ni değişimleri

Değerleri 1 ppm düzeyinde olan metallerden kurşun, kalay, kadmiyum ve kobalt Şekil 3.6 Tablo 3.9 de verilmiştir. Sn, Cd ve Co değerlerinde mevsimsel bir korelasyon görülmemekle birlikte Pb değerinin kış aylarında yükseldiği, yaz aylarında düştüğü görülmüştür.

Tablo 3.9: Pb, Sn, Cd, Co değerleri (mg/kg)

mg/kg	1	2	3	4	5
Pb	0,956	1,350	0,690	0,866	0,596
Sn	0,376	0,255	0,115	0,101	0,076
Cd	0,819	0,628	0,965	0,804	0,635
Co	0,966	1,024	0,663	0,648	0,582

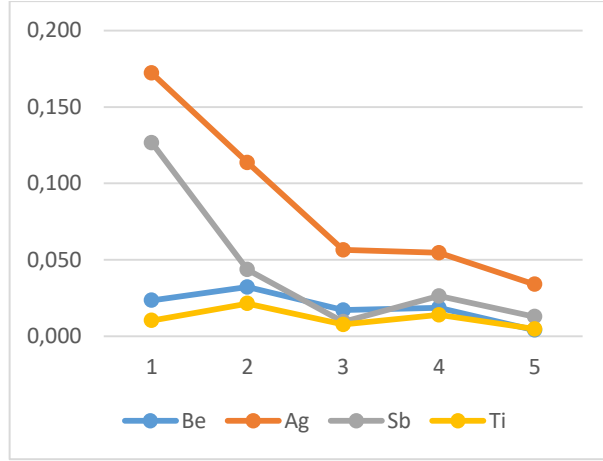


Şekil 3.6: Pb, Sn, Cd, Co değişimleri

Değerleri 0-0,2 ppm aralığında olan elementler Tablo 3.10 Şekil 3.7 de verilmiştir. Örneklerde hiçbir dönemde dedekte edilebilir lityum (Li) değerine rastlanılmamıştır. Berilyum (Be), gümüş (Ag), antimon (Sb), titanyum (Ti) değerlerindeki değişimlerinde mevsimsel bağlantı belirlenmemiştir.

Tablo 3.10: Be, Ag, Sb, Ti değerleri (mg/kg)

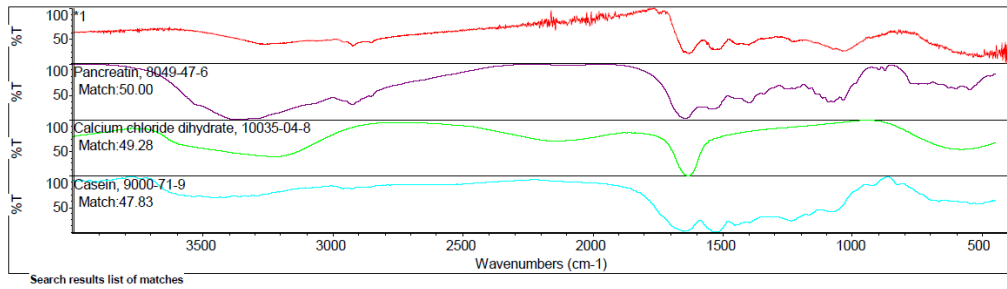
mg/kg	1	2	3	4	5
Be	0,024	0,032	0,017	0,019	0,004
Ag	0,172	0,114	0,057	0,055	0,034
Sb	0,127	0,044	0,009	0,026	0,013
Ti	0,010	0,021	0,008	0,014	0,005
Li	>0,01	>0,01	>0,01	>0,01	>0,01



Şekil 3.7: Be, Ag, Sb, Ti değişimleri

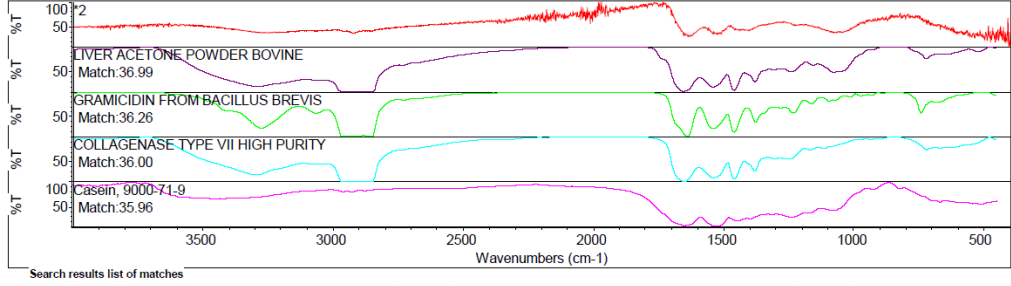
3.2.3 FTIR Analiz Sonuçları

Ekim 2019 (1) da örneklenen numunelerde yapılan analiz sonucu alınan pikler Şekil 3.8 de verilmiştir. Buna göre kütüphane karşılaştırması sonucu örneklerin %50 benzerlikle pankreatin, %49,28 benzerlikle kalsiyum clorid ve %47,83 benzerlikle kazeine benzediği belirlenmiştir.



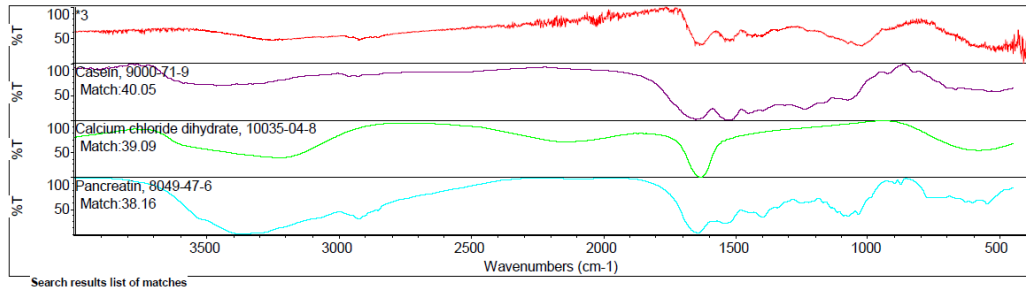
Şekil 3.8: Ekim 2019 (1) örneklerinin FTIR sonuçları

Ocak 2020 (2) örneklerinin FTIR verileri Şekil 3.9 da verilmiştir. Midye örneklerinin %36,99 oranında sığır kariciğeri aseton tozuna, %36,26 Bacillus brevis den elde edilen gramicidine, %36 yüksek saflıkta kallogenaz tip 7 ye ve %35,96 oranında kazeine benzerliği görülmüştür. Bunun yanı sıra pankretine benzerlik %35,41 ve kalsiyum klorid dihidrata benzerlik ise %34,41 olarak belirlenmiştir.



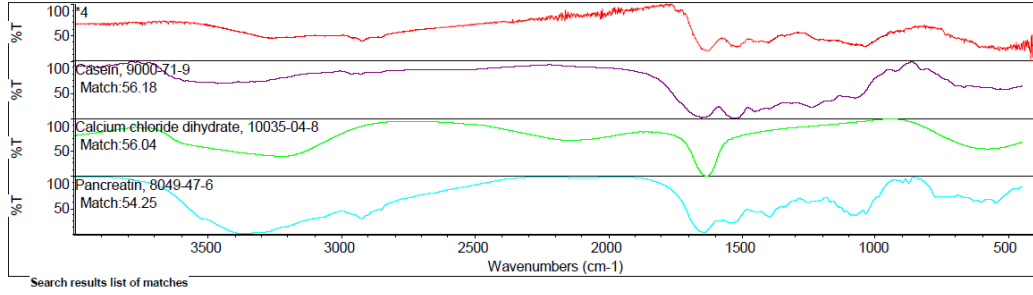
Şekil 3.9: Ocak 2020 (2) örneklerinin FTIR sonuçları

Temmuz 2020 (3) örneklerinin FTIR analizleri Şekil 3.10 de verilmiş olup bu analiz sonucunda midye örneklerinin %40,05 oranında kazein, %39,09 oranında kalsiyum klorid dihidrat ve %38,16 oranında pankreatine benzerliği görülmüştür.



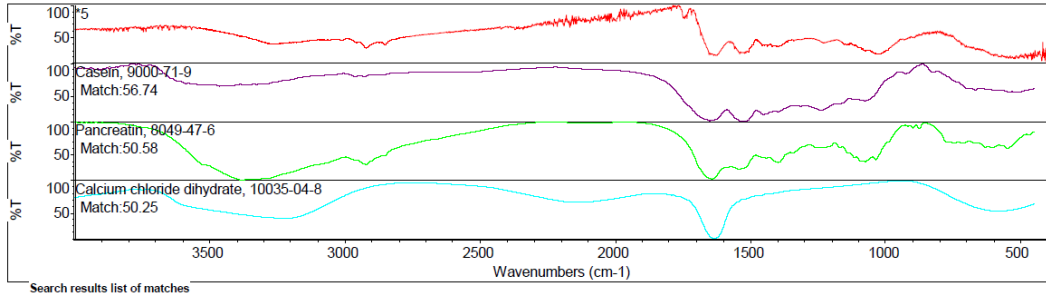
Şekil 3.10: Temmuz 2020 (3) örneklerinin FTIR sonuçları

Ocak 2021 (4) örneklerinin FTIR analizleri sonucu %56,18 caseine, %56,04 kalsiyum klorid dihidrata ve %54,25 panreatine benzerlik belirlenmiştir (Şekil 3.11).



Şekil 3.11: Ocak 2021 (4) örneklerinin FTIR sonuçları

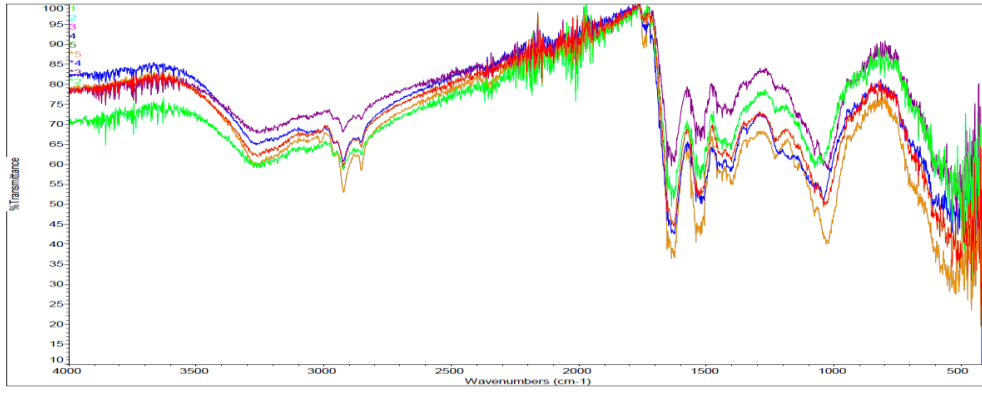
Temmuz 2021 (5) de yapılan son örnekleme FTIR sonuçları Şekil 3.12 de verilmiştir. Analiz sonucu örneklerin %56,74 kazeine, %50,58 pankreatinine ve %50,25 kalsiyum klorid dihidrata benzerliği görülmüştür.



Şekil 3.12: Temmuz 2021 (4) örneklerinin FTIR sonuçları

Sonuç olarak FTIR analizlerinde midye örneklerinin tüm dönemlerde kazein, kalsiyum klorid dihidrat ve pankreatine benzerliği açıkça görülmüştür.

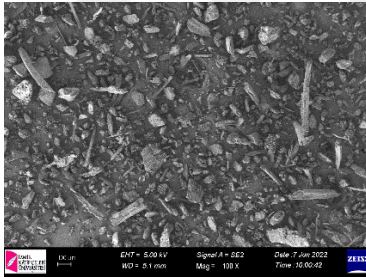
Beş örneklemede yapılan FTIR analizlerinin karşılaştırılması Şekil 3.13 de verilmiş olup, alınan piklerin birbiri ile benzerliği açıkça görülmüştür.



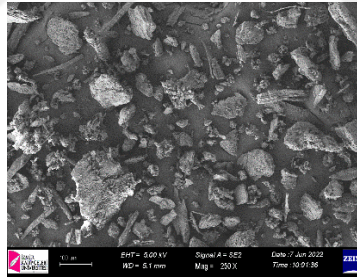
Şekil 3.13: Tüm Örneklerin FTIR Değerleri

3.2.4 SEM Analiz Sonuçları

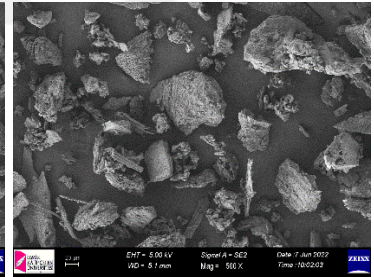
Ekim 2019 örnekleme alanı olan 1. Örneklemede yapılan SEM görüntülemeleri ve yapısal analizi ve partikül dağılımı Şekil 3.14 de verilmiştir. Burada 100 büyütmeden 10000 büyütmeye kadar büyütülen alan görüntülenmiştir. Parçacıkların homojen olmadığı açıkça görülmektedir.



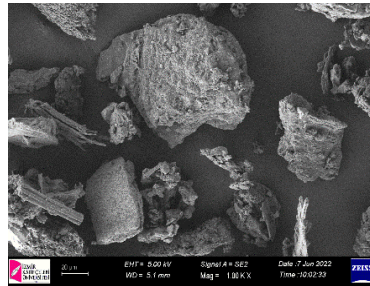
100x



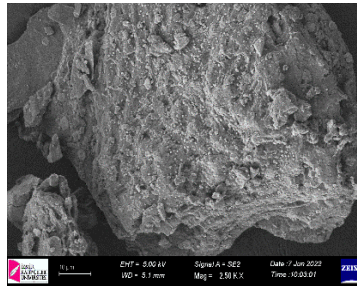
250x



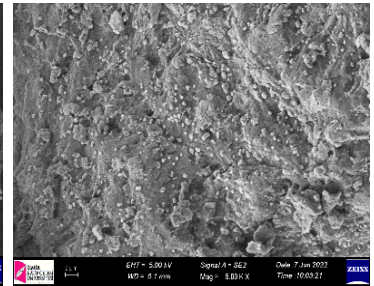
500x



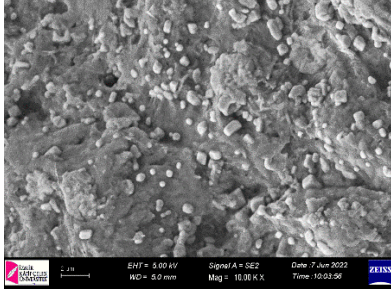
1.000x



2.500x



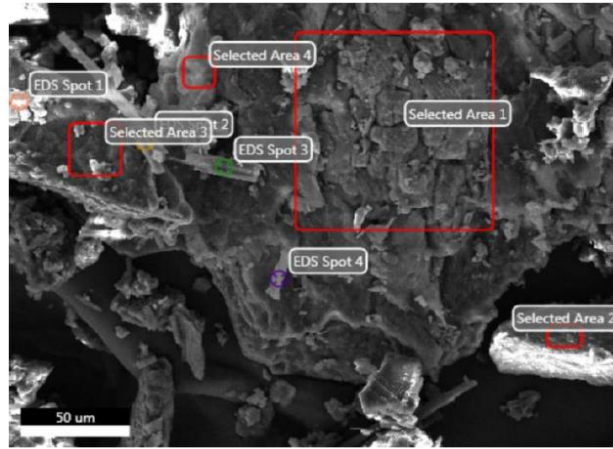
5.000x



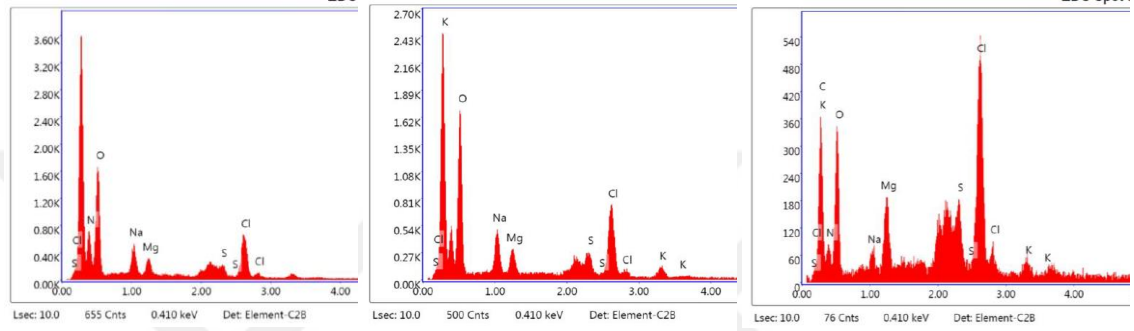
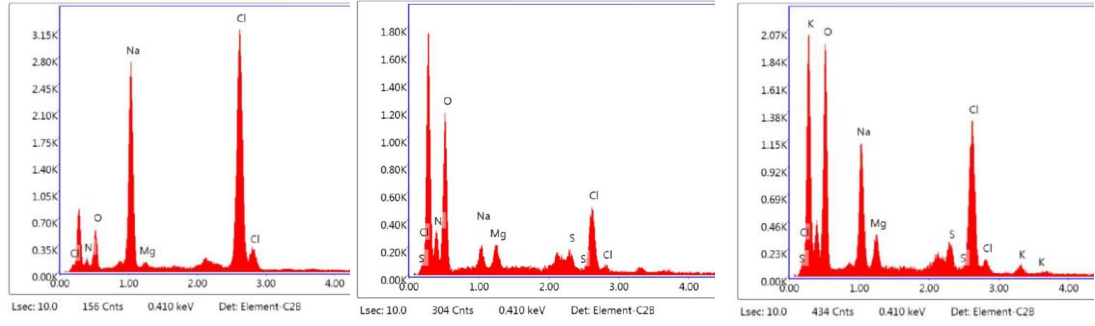
10.000x

Şekil 3.14: Ekim 2019 örneklemeesi olan 1. Örneklemede yapılan SEM görüntülemeleri

SEM görüntüleme analizinde ayrıca 3 bölge ve 3 noktanın EDS dedektöründen alınan veriler incelenmiştir. EDS dedektöründen alınan bilgilerin bölgeleri Şekil 3.15 de verilmiştir. Alınan veriler hem sinyal piki okuması (Şekil 3.16) hemde değer olarak Tablo 3.11 de verilmiştir.



Şekil 3.15: Ekim 2019 örneklemeesi olan 1. Örneklemede 3 bölge ve 3 noktanın EDS görüntüsü



Şekil 3.16: Ekim 2019 örnekleme alanları 1. Örneklemede seçilen alanlarda parçacıkların incelenmesi

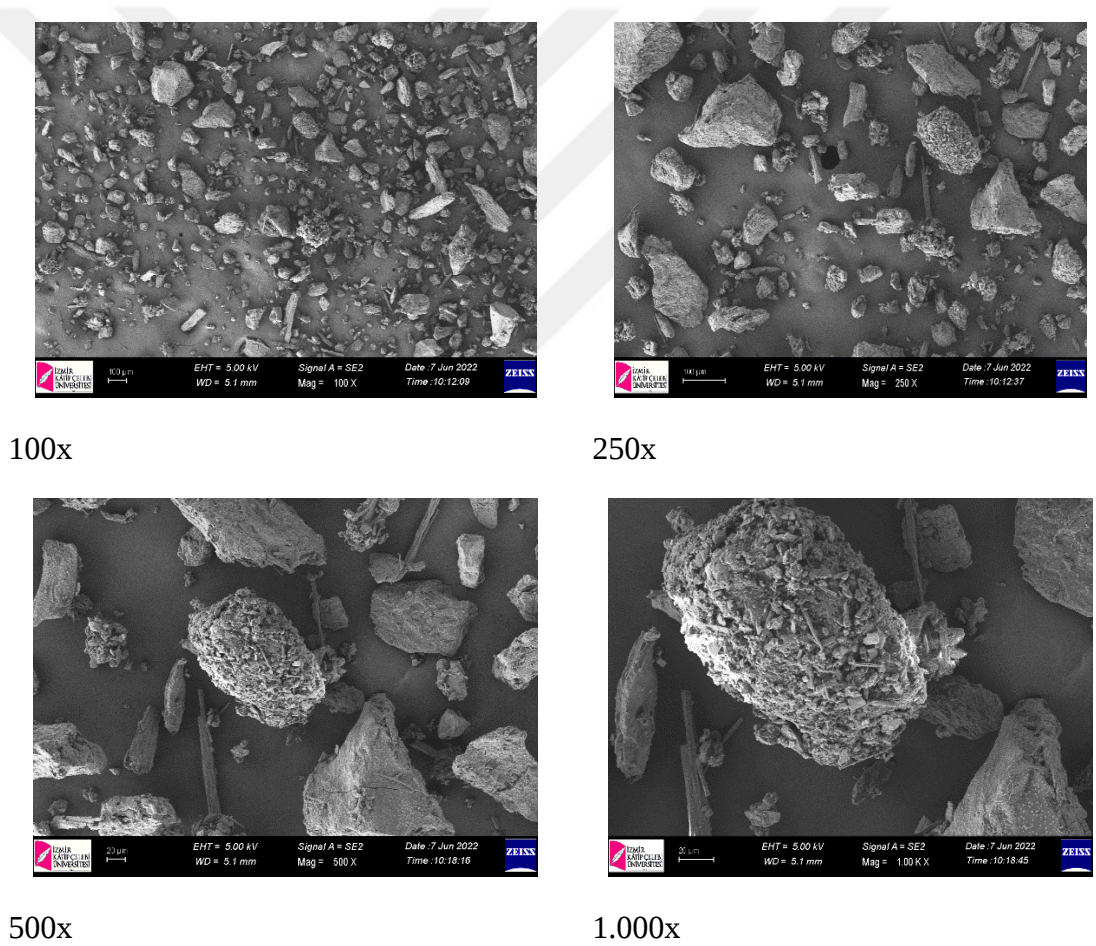
Tablo 3.11 de görüldüğü üzere seçilen alan ve noktaların yapısında C, N, O, Na, Mg, S, Cl, ve K elementleri belirlenmiştir.

Tablo 3.11: Ekim 2019 1. örnekleme değerleri

Element	1.Alan	2.Alan	3.Alan	EDS1	EDS2	EDS3
C	-	-	-	-	-	38.90
N	8,07	20,25	-	26,57	-	6.54
O	11,43	49,18	41,75	44,94	47.29	21.11
Na	31,28	4,63	19,90	7,99	12.44	0.73
Mg	0,92	3,56	3,86	2,80	5.77	3.21
S	-	6,50	5,68	5,72	9.89	9.28
Cl	48,3	15,88	27,87	11,99	20.48	18.71
K	-	-	0,94	-	4.13	1.53

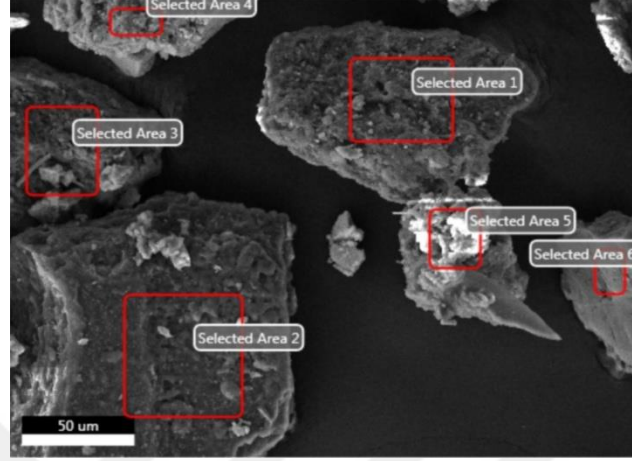
Yapılan analiz sonucunda seçilen bölgelerde % olarak karbon, azot, oksijen, sodyum, magnezyum, kükürt, klor ve potasyum piklerine rastlanılmıştır. Bu seçilen alanların değerleri incelendiğinde her bir alanın birbirinden farklı olduğu ve dağılım homojen olmadığı görülmüştür. Seçilen her alanın O, Na, Mg Ce Cl içerdiği ve sadece 6.Alanın C içerdiği belirlenmiştir.

Ocak 2020 örnekleme alanı olan 2. Örneklemede yapılan SEM görüntülemeleri ve yapısal analizi ve partikül dağılımı Şekil 3.17 de verilmiştir. Burada 100x, 250x, 500x ve 1000x büyütmeye kadar büyütülen alan görüntülenmiştir.

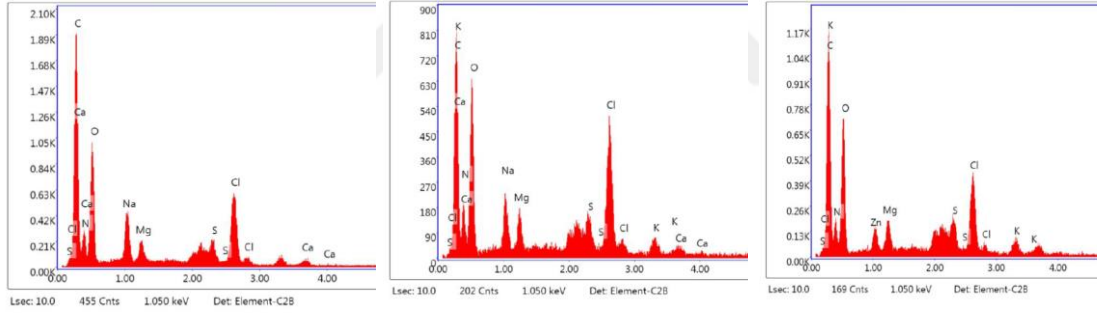


Şekil 3.17: Ocak 2020 örnekleme alanı olan 2. Örneklemede yapılan SEM görüntülemeleri

SEM görüntüleme analizinde ayrıca 3 bölge ve 3 noktanın EDS dedektöründen alınan veriler incelenmiştir. EDS dedektöründen alınan bilgilerin bölgeleri Şekil 3.18 de verilmiştir. Alınan veriler hem sinyal piki okuması (Şekil 3.19) hemde değer olarak Tablo 3.12 de verilmiştir.



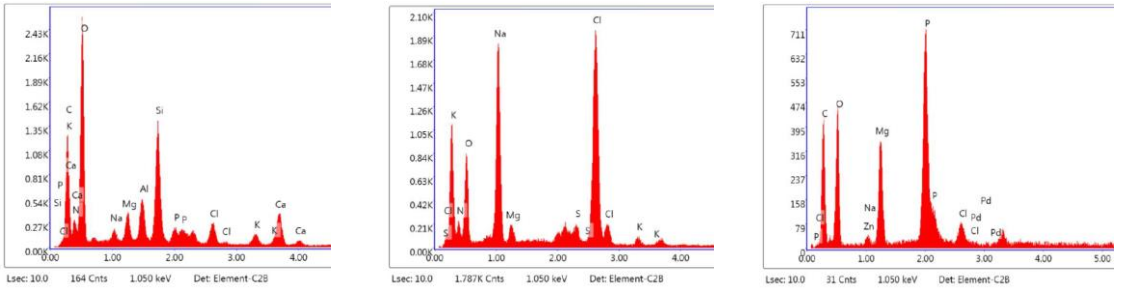
Şekil 3.18: Ocak 2020 örnekleme alanı olan 2. Örneklemede 3 bölge ve 3 noktanın EDS görüntüsü



1. Alan (Selected Area 1)

2. Alan (Selected Area 2)

3. Alan (Selected Area 3)



4. Alan (Selected Area 4)

5. Alan (Selected Area 5)

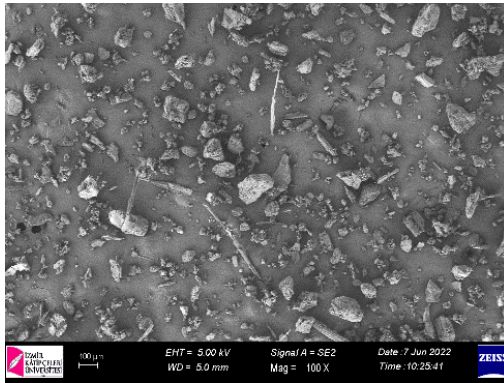
6. Alan (Selected Area 6)

Şekil 3.19: Ocak 2020 örnekleme alanı olan 2. Örneklemede seçilen alanlarda parçacıkların incelenmesi

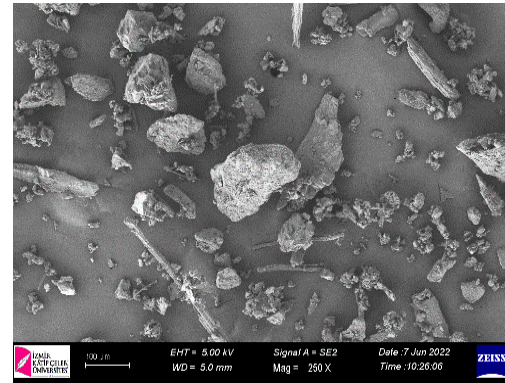
Tablo 3.12: Ocak 2020 2.örnekleme değerleri

Element	1.Alan	2.Alan	3. Alan	EDS1	EDS2	EDS3
C	44,63	40.83	46.18	20.27		40.45
N	11,93	11.91	9.76	7.16	10.65	-
O	23,75	26.22	25.42	41.28	20.62	25.15
Zn	-	-	1.81	-		0.00
Na	5.30	3.83	-	1.72	25.88	0.02
Mg	1.62	1.70	1.74	2.68	2.00	7.31
Al	-	-	-	3.88	-	-
Si	-	-	-	9.26	-	-
P	-	-	-	1.94	-	23.91
S	3.86	3.94	5.11	-	4.67	
Cl	7.86	10.51	8.07	2.98	34.72	2.87
K	-	0.86	1.90	1.90	1.45	-
Ca	1.05	0.19	-	6.93	-	-
Pd	-	-	-	-	-	0.28

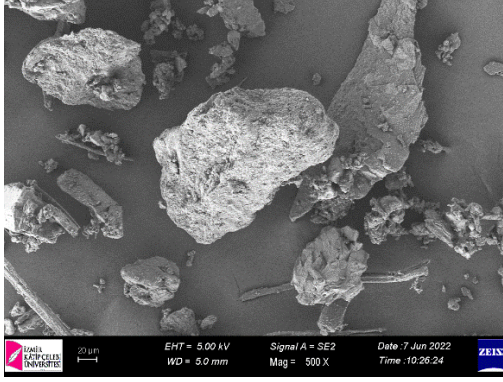
Temmuz 2020 örnekleme olan 3. Örneklemede yapılan SEM görüntülemeleri ve yapısal analizi ve partikül dağılımı Şekil 3.20 de verilmiştir. Burada 100x, 250x, 500x, 1000x, 2500x, 5000x ve 10000x büyötmeye kadar büyötülen alan görüntölenmiştir.



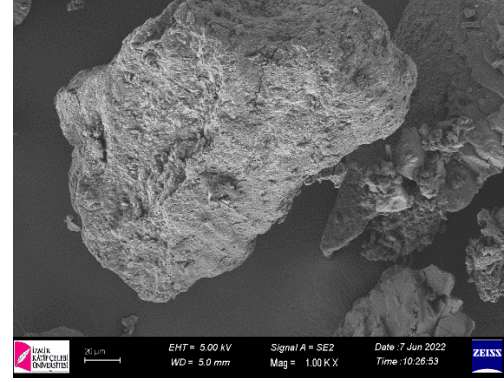
100



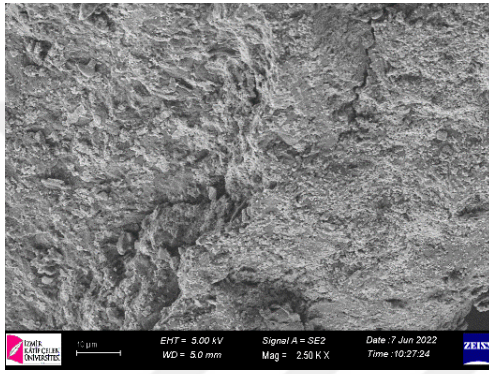
250



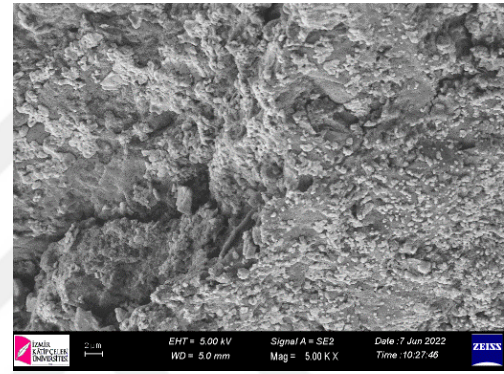
500



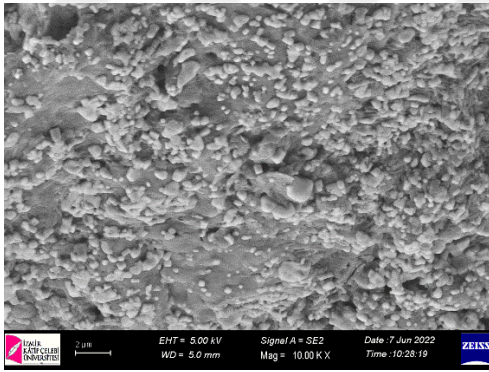
1000



2500



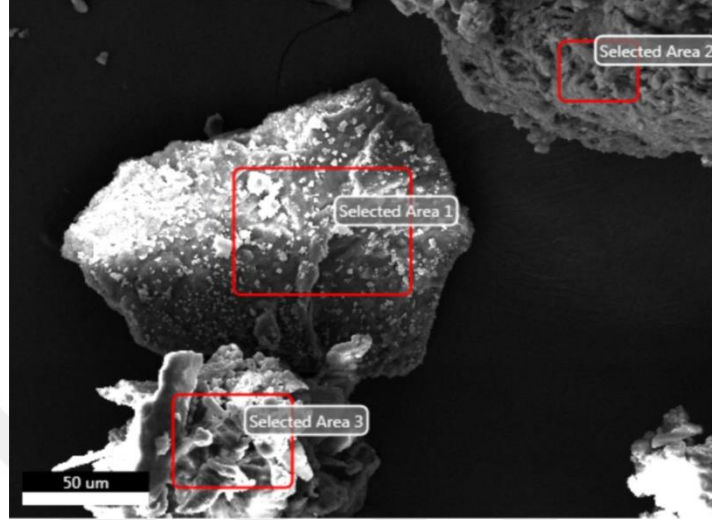
5000



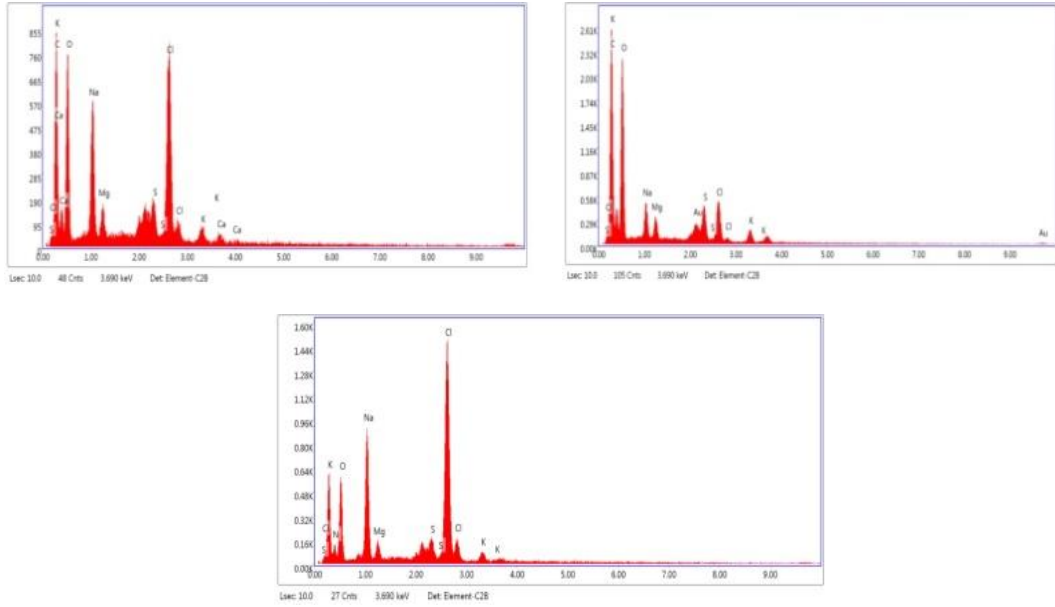
10000

Şekil 3.20: Temmuz 2020 örnekleme olan 3. Örneklemede yapılan SEM görüntülemeleri

Belirlenen parçacıklar üzerinde belirlenen 3 bölgenin yapısının pikleri ve bulunma miktarları (%) aşağıda verilmiştir (Şekil 3.21 Şekil 3.22 Tablo 3.13).



Şekil 3.21: Temmuz 2020 örnekleme olan 3. Örneklemede 3 bölge ve 3 noktanın EDS görüntüsü



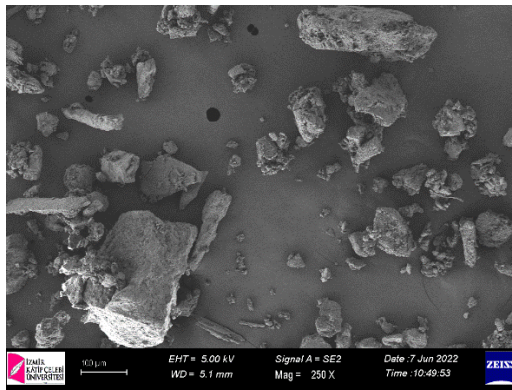
Şekil 3.22: Temmuz 2020 örnekleme olan 3. Örneklemede seçilen alanlarda parçacıkların incelenmesi

En yüksek oranda C, O ve Cl iyonlarına rastlanılmıştır. 2.Alan da ağırlıkça %4,38 oranında altına rastlanılmıştır.

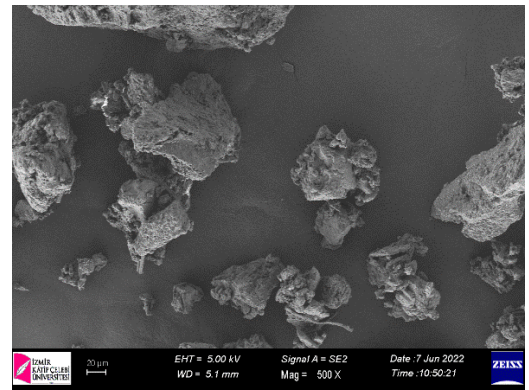
Tablo 3.13: Temmuz 2020 3.örnekleme değerleri

Element	1.Alan	2.Alan	3. Alan
C	43.61	42.89	-
N	-	-	6.07
O	24.88	34.80	22.94
Na	9.04	4.77	19.40
Mg	0.61	2.06	1.83
Au	-	4.38	-
S	3.75	3.61	5.57
Cl	17.19	5.42	41.80
K	0.82	2.07	2.39
Ca	0.10	-	-

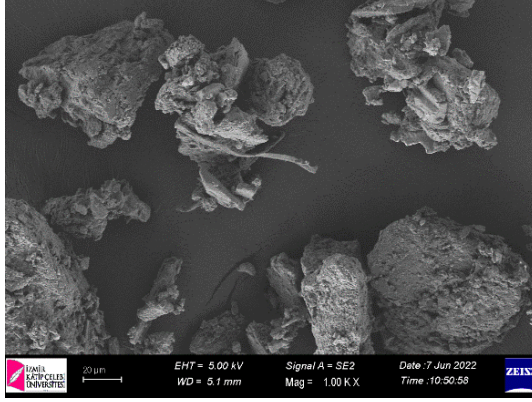
Ocak 2021 örnekleme alan 4. Örneklemede yapılan SEM görüntülemeleri ve yapısal analizi ve partikül dağılımı Şekil 3.23 de verilmiştir. Burada 250x, 500x, 1000x, 2500x, 5000x ve 10000x büyütme kadar büyütülen alan görüntülenmiştir.



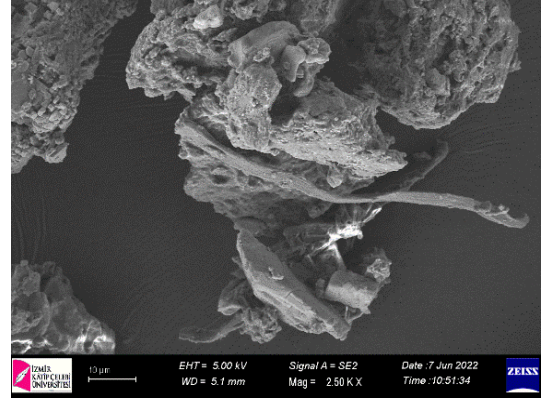
250



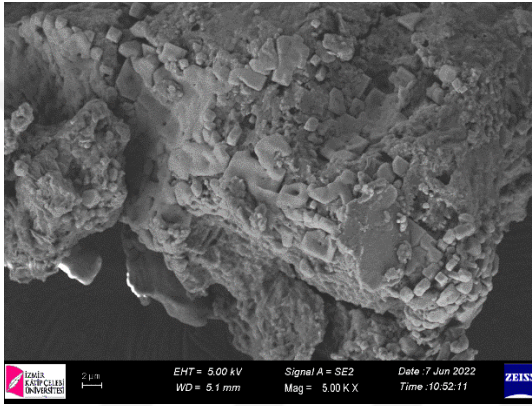
500



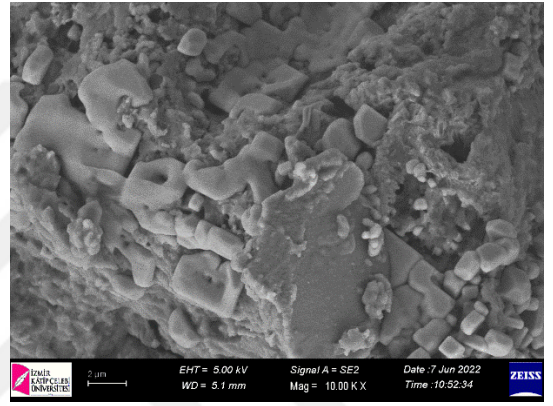
1000



2500



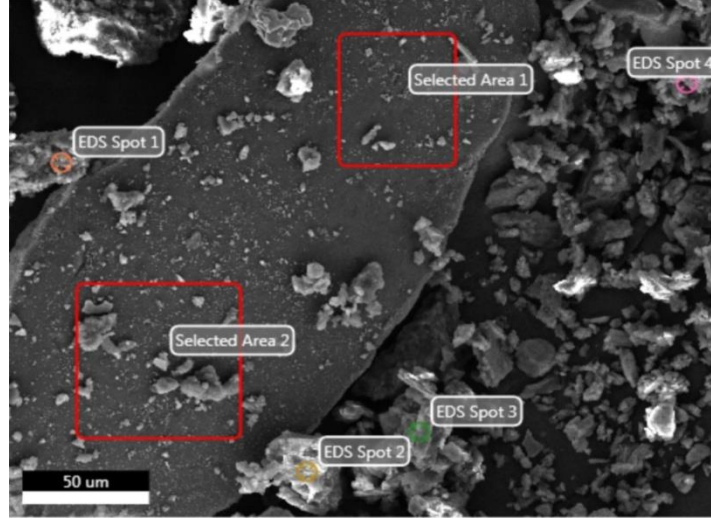
5000



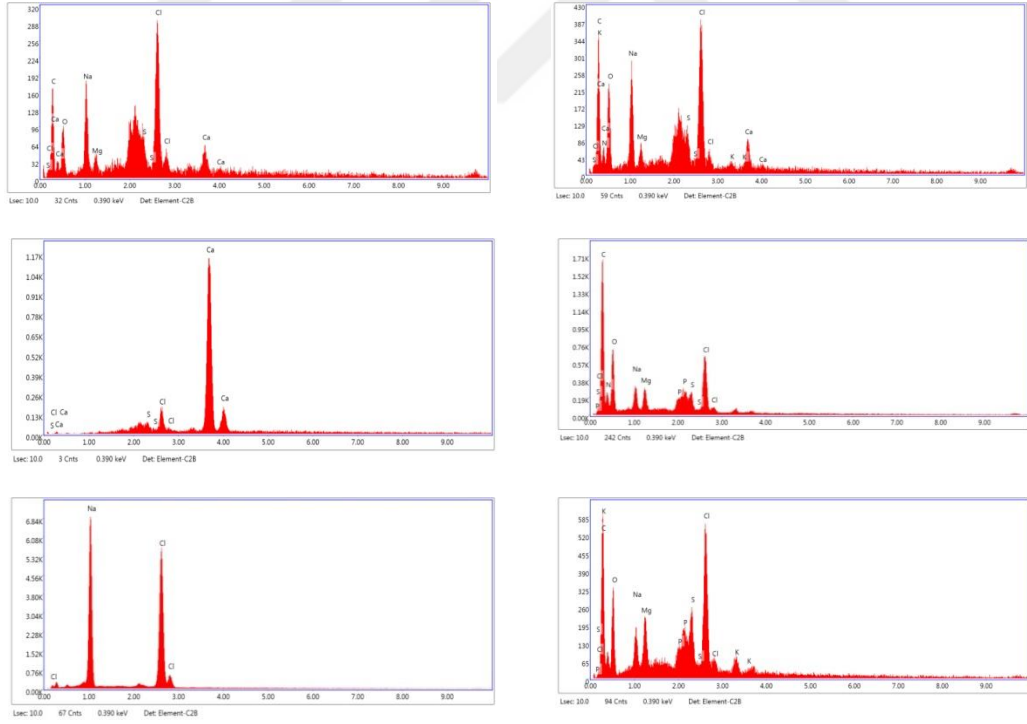
10000

Şekil 3.23: Ocak 2021 örnekleme alanı olan 4. Örneklemede yapılan SEM görüntülemeleri

4.Örneklemede 2 alan ve 4 noktanın yapısı Tablo 3.14 de verilmiştir.



Şekil 3.24: Ocak 2021 örnekleme olan 4. Örneklemede 2 bölge ve 4 noktanın EDS görüntüsü



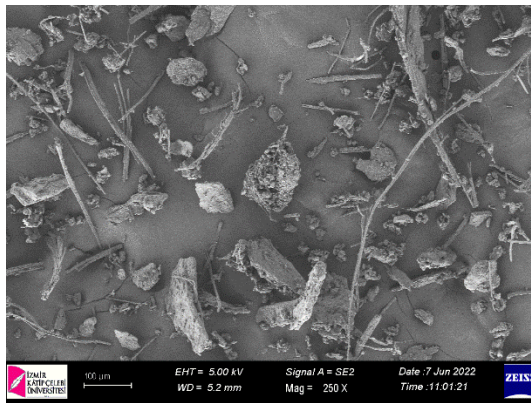
Şekil 3.25: Ocak 2021 örnekleme olan 4. Örneklemede seçilen alanlarda parçacıkların incelenmesi

Tablo 3.14 de görüldüğü üzere EDS1 kalsiyum kristali, EDS3 ise tuz kristalidir. C, O ve Cl her bölge ve noktada en yüksek miktarda bulunan elementlerdir.

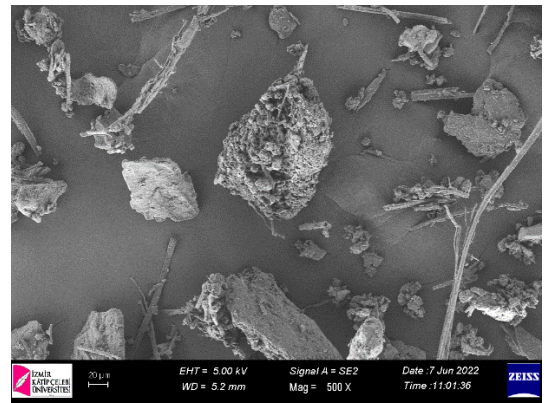
Tablo 3.14: Ocak 2021 4.örnekleme değerleri

Element	1.Alan	2.Alan	EDS 1	EDS 2	EDS 3	EDS 4
C	35.15	36.14		53.15		47.40
N		3.60		8.64		
O	11.96	18.02		19.01		15.87
Na	8.48	8.64		2.85	44.89	3.37
Mg	0.40	0.79		1.72		3.69
P				2.30		3.35
S	12.49	8.54	4.58	3.01		6.77
Cl	24.90	17.87	6.55	9.31	55.11	16.69
K		0.88				2.86
Ca	6.63	5.52	88.87			

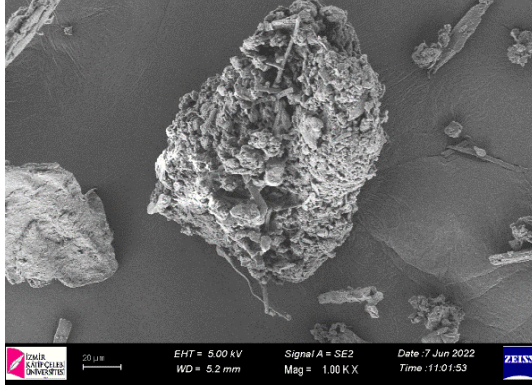
Temmuz 2021 örnekleme olan 5. Örneklemede yapılan SEM görüntülemeleri ve yapısal analizi ve partikül dağılımı Şekil 3.26 da verilmiştir. Burada 100x, 250x, 500x ve 1000x büyötmeye kadar büyötülen alan görüntölenmiştir.



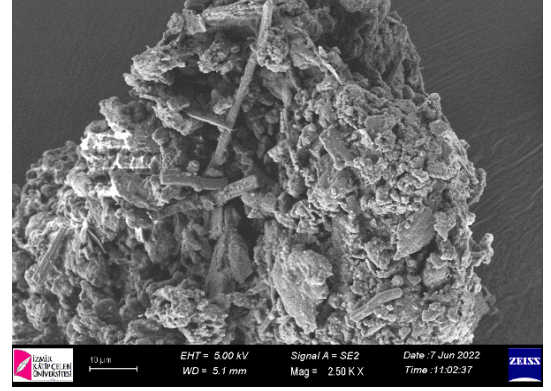
250



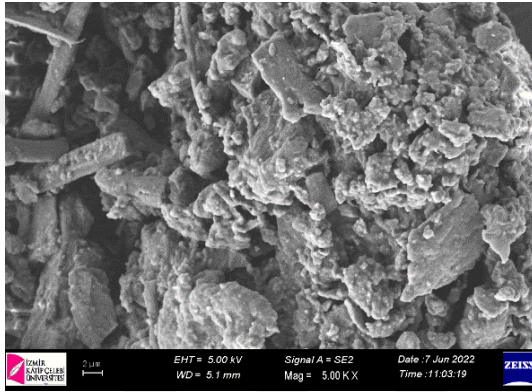
500



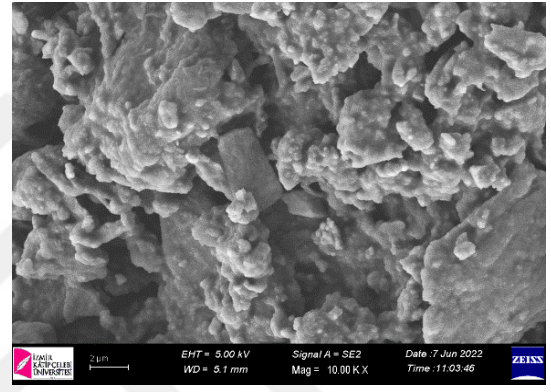
1000



2500



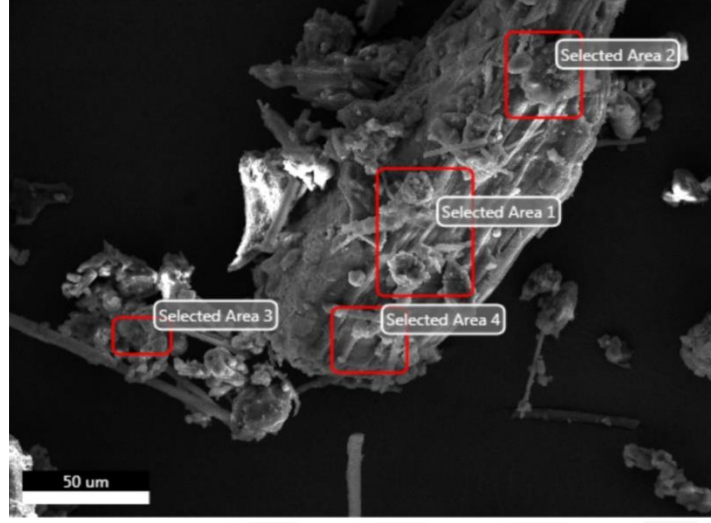
5000



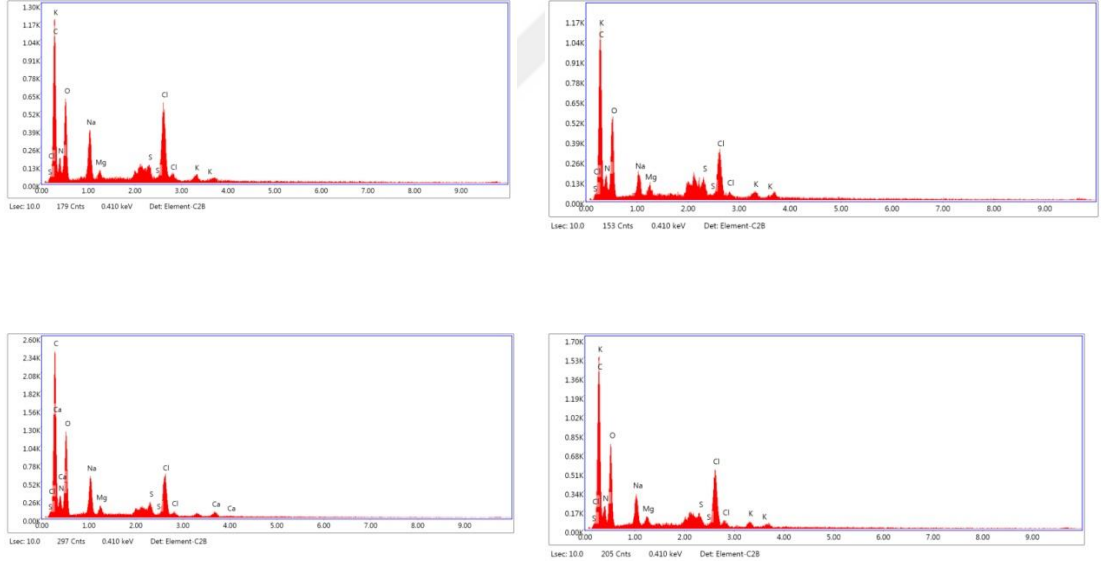
10000

Şekil 3.26: Temmuz 2021 örnekleme olan 5. Örneklemede yapılan SEM görüntülemeleri

5.Örnekte 4 alan seçilerek bu alanların yapının yüzde içerikleri belirlenmiştir.



Şekil 3.27: Temmuz 2021 örnekleme alan 5. Örneklemede 4 bölgenin EDS görüntüsü



Şekil 3.28: Temmuz 2021 örnekleme alan 5. Örneklemede seçilen alanlarda parçacıkların incelenmesi

Tablo 3.15: Temmuz 2021 5.örnekleme değerleri

Element	1.Alan	2.Alan	3.Alan	4.Alan
C	48.01	49.07	47.46	48.71
N	9.51	11.34	10.05	10.99
O	20.92	23.68	25.80	22.36
Na	5.93	3.23	5.67	4.18
Mg	0.38	0.96	0.49	0.68
S	3.44	4.32	2.58	3.41
Cl	10.78	6.81	7.17	8.69
K	1.03	0.59	-	0.98
Ca	-	-	0.79	-

Yapılan analiz sonucunda seçilen bölgelerde % olarak karbon, azot, oksijen, sodyum, magnezyum, kükürt, klor ve potasyum piklerine rastlanılmıştır. Bu seçilen alanların değerleri incelendiğinde her bir alanın birbirinden farklı olduğu ve dağılım homojen olmadığı görülmüştür. Seçilen her alanın O, Na, Mg ve Cl içerdiği, 6.Alanın sadece C içerdiği ve 3.alanda ise çinko belirlenmiştir.

Bölüm 4

Tartışma ve Sonuç

Gelişen teknoloji bilim insanlarını daha detaylı çalışmalara yöneltmeye başlamıştır. Bilim insanlarının gelişen teknoloji ışığında daha detaylı çalışmalara girmesi ile birçok maddenin içeriği detaylı olarak ortaya konulmuştur. Bu bağlamda malzeme karakterizasyonu günümüzün popüler konuları arasında yer almaya başlamıştır. Karakterizasyon çalışmaları önceleri inorganik maddeler üzerinde yürütülürken, bu analizlerin organik maddelerin iç yapısının aydınlatılmasında da kullanılabilirliği bilim insanlarının ufkunu açmıştır. Böylelikle iç yapısı detaylı aydınlatılan materyallerin farklı bilim alanlarında kullanılabilirliği ortaya çıkmıştır. Detaylı incelemelerin sonuçlarının farklı bilim alanlarında çalışanlarla birlikte değerlendirilmesiyle bilimsel çalışmalar genişlemiş ve sonuçlar bilime çok daha büyük katkılar sunmuştur.

Bu çalışma da organik bir material olan kara midye veya Akdeniz midyesi olarak tanınan *Mytilus galloprovincialis* sayını bölgeden farklı dönemlerde örneklenerek üzerinde çalışılmıştır. Kara midye ülkemizde sahil kesimlerde ve yurt dışında birçok ülkede insanlar tarafından sevilerek tüketilen bir çift kabuklu yumuşakçadır. Bu canlı üzerinde büyüme, besin kompozisyonu, kabuk yapısı vb çeşitli çalışmalar bulunmaktadır. Ancak et kısmının yapısı ile ilgili çok kapsamlı bir çalışmaya rastlanılamamıştır. Bazı çalışmalarda tüketilen kısmının bazı ağır metal içeriği üzerine çalışmalar yapılmış olsada, literatürde çok fazla çalışma bulunmamaktadır.

Çalışmada İzmir ili Gülbahçe Körfezi olarak bilinen bölgede aynı yerden yaz ve kış örnekleme şeklinde 5 örnekleme yapılmıştır. Bu çalışma aylık veya mevsimlik olarak da planlanabilirdi ancak daha genel bir düşünce ile yaz ve kış olarak planlama yapılmıştır. Örnekler laboratuara getirilerek rastlantısal olarak seçilen 50 örnekten alınan et kısımları 60°C sabit sıcaklıkta sabit tartıma gelene kadar kurutulmuştur. Bu

da yaklaşık 24 saat sürmüştür. Kurutulan örnekler öğütücüde 100 mikron boyuta kadar parçalanmıştır. Böylece örnekler analize hazır hale getirilmiştir. Hazırlanan midye tozları detaylı analizlere tabi tutulmuştur. Sonuçlara bakıldığında özellikle FTIR sonuçları ve elde edilen sonuçların katalog taraması ile taranması güzel sonuçlar vermiştir. Bu bilgiler ışığında midye tozunun insan gıdası veya gıda takviyesi olarak kullanılabilirliği değerlendirilebilir. Yine ICP-MS ve SEM analiz sonuçlarından elde edilen bilgilerle bu ürünün hangi dönemde tüketilip tüketilemeyeceği değerlendirilebilir. Bunun yanı sıra farklı bakış açıları ile elde edilen sonuçlardan belirlenen spesifik elementlerin elde edilebilirliği üzerine farklı disiplinlerle ortak çalışmalar yapılmalıdır.

Kuru madde üzerinden yapılan protein analizinde ham protein %43,85 olarak hesaplanmıştır. Ancak azot analizi üzerinden yapılan hesaplamada bu değer %47,05 olarak belirlenmiştir. Buradaki farklılık klasik yöntemdeki hesaplama hatalarından kaynaklanmış olabilir.

Elementel analiz ile C, H, N, S belirlenmiştir ancak sonuçlar mevsimsel bir ilişki göstermemiştir. Canlıların bölgesel farklılığını belirlemek açısından elementel analiz cihazında C veya P izotopları üzerinden analizler yapılabilir.

ICP-MS cihazında 28 parametre ölçülmüştür. En yüksek miktarda rastlanılan element Na, Ca, Mg ve K olmuştur. Burada belirlenen değerler tüketim veya çevre kirliliği açısından değerlendirilmemiştir. Daha detaylı çalışmalarla su ve plankton örneklerinde de bu parametreler belirlenerek elementlerin geliş yolları belirlenmelidir.

FTIR spektrumları ile daha detaylı yorumlara gidilebilir. Örneklerin spektrumlarının katalog verileri ile karşılaştırılması ile kazein, kalsiyum klorit dihidrat ve pankreatine benzerlik görülmüştür. Bu sonuçlar farklı alanlarda değerlendirilebilir.

SEM analizleri numunenin yapısını daha detaylı ortaya koymuştur. EDS dedektörü ile belirlenen alan veya noktaların yapısı hakkında bilgi vermiştir.

Sonuç olarak bu çalışma ile genellikle malzeme bilimlerinde uygulanan bir maddenin ayrıntılı analizi ile yapısının açıklanması çalışması olarak bilinen karakterizasyon biyolojik bir materyal olan kurutulmuş midye etine uygulanmıştır. Bu çalışma

yöntemleri ile bölgesel farklılıkları tanımlanacağı çalışmaların da yapılması gerekmektedir.



Kaynaklar

- [1] Yakut M, Kum M, Şendoğdular Topçu S, Şendoğdular L. Nanoteknolojide Karakterizasyon Teknikleri. Iksad Publications; 2022.
- [2] Ateş M. Nanoparçacıkların Ölçme ve İnceleme Teknikleri. Türk Bilimsel Derlemeler Dergisi. 2018. p. 63–69.
- [3] Alkaya A, Şereflişan H, Duysak Ö. Biyomateryal Kaynakları Ve Kullanım Alanları.
- [4] Ehrlich H. Marine biological materials of invertebrate origin. Springer; 2019.
- [5] Tüylek Z. Biyomateryaller Ve Sağlıkta Kullanımı. Bozok Tıp Dergisi 2017;7(4): 80–89.
- [6] Chander NG. Characterization of dental materials. Journal of Advanced Chemical Sciences 2018;1(4): 139–141. doi.org/10.1016/j.arabjc
- [7] Balcıoğlu EB, Gönülal O. Marmara Denizi’ nin Farklı Bölgelerinden Toplanan Midyelerin (*Mytilus galloprovincialis*, Lamarck,1819) Biyometrisi Üzerine Bir Araştırma. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi 2016;21(2): 397. doi.org/10.19113/sdufbed.56809
- [8] Büyüksırt T, Kuleaşan H. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) Spektroskopisi ve Gıda Analizlerinde Kullanımı. Gıda. 2014. p. 235–241.
- [9] Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi. Elemental Analiz Sistemi [internet]. Rize; 2022 [erişim tarihi 26.06.2022] <http://merlab.idari.erdogan.edu.tr/tr/page/elementel-analiz-sistemi/2506>.
- [10] Terim Kapakin KA. Scanning-elektron mikroskobu. Yüzüncü Yıl Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi 2006;17(1): 55–58.

- [11] Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi. İndüktif Eşleşmiş Plazma-Kütle Spektroskopisi (ICP-MS). [internet]. Eskişehir; 2022 [erişim tarihi 26.06.2022] <https://arum.ogu.edu.tr/Sayfa/Index/69/induktif-eslesmis-plazma-kutle-spektroskopisi-icp-ms>
- [12] Kopp J, Cornette F, Simonne C. A comparison of growth and biochemical composition of *Mytilus galloprovincialis* (Lmk.) and *Mytilus edulis* (L.) on the West coast of Cotentin, Normandy, France 1999-2000. *Aquaculture International* 2005;13(4): 327–340. doi.org/10.1007/s10499-004-6548-6
- [13] Giordano L, Ferraro L, Caroppo C, Rubino F, Buonocunto FP, Maddalena P. A method for bivalve shells characterization by FT-IR photoacoustic spectroscopy as a tool for environmental studies. *MethodsX* 2022;9: 101672. doi.org/10.1016/j.mex.2022.101672
- [14] Uğurlu E, Duysak Ö, Saygılı İ, Uğur S, Sayın S. Denizel Omurgasız Canlılardan EldeEdilen Kolajenler Ve Kullanım Alanları. *NWSA Academic Journals* 2020;15(1): 24–35. doi.org/10.12739/nwsa.2020.15.1.5a0130
- [15] Mohammadi P, Wagermaier W, Paananen A, Penttilä M, Linder MB. Analysis of Finnish blue mussel (*Mytilus edulis* L.) shell: Biomineral ultrastructure, organic-rich interfacial matrix and mechanical behavior. *BioRxiv* 2019;(February): 636696. doi.org/10.1101/636696
- [16] Carella F, Aceto S, Mangoni O, Mollica MP, Cavaliere G, Trinchese G, et al. Assessment of the health status of mussels *Mytilus galloprovincialis* along the campania coastal areas: A multidisciplinary approach. *Frontiers in Physiology* 2018;9(JUN): 1–16. doi.org/10.3389/fphys.2018.00683
- [17] DEMİR N, AKKUŞ G. Çanakkale Boğazı (Kepez) Midye (*Mytilus galloprovincialis* L., 1819) Örneklerinde Ağır Metal ve Antioksidan Enzim Düzeylerinin Mevsimsel Değişimi. *Türk Tarım ve Doğa Bilimleri Dergisi* 2018;5(4): 659–665. doi.org/10.30910/turkjans.471502
- [18] Köşker AR, Gündoğdu S, Ayas D, Bakan M. Metal levels of processed ready-

to-eat stuffed mussels sold in Turkey: Health risk estimation. *Journal of Food Composition and Analysis* 2022;106: 104326.
[doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jfca.2021.104326](https://doi.org/10.1016/j.jfca.2021.104326)

- [19] Şengör GF, Gün H, Kalafatoğlu H. Determination of the amino acid and chemical composition of canned smoked mussels (*Mytilus galloprovincialis*, L.). *Turkish Journal of Veterinary and Animal Sciences* 2008;32(1): 1–5.
- [20] Azizi G, Layachi M, Akodad M, Yáñez-Ruiz DR, Martín-García AI, Baghour M, et al. Seasonal variations of heavy metals content in mussels (*Mytilus galloprovincialis*) from Cala Iris offshore (Northern Morocco). *Marine Pollution Bulletin* 2018;137(June): 688–694.
doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.06.052

Özgeçmiş

Adı Soyadı: Ömer GÜLER

E-mail:

Eğitim: Lisans

2007–2011 Karadeniz Teknik Üniversitesi, Balıkçılık Teknolojisi Mühendisliği
Bölümü

İş Deneyimi:

2013 – devam ediyor Tarım ve Orman İzmir İl Müdürlüğü, Balıkçılık ve Su
Ürünleri Şube Müdürlüğü (Mühendis)