



T.C.

TOKAT GAZİOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ

LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

BİTKİ KORUMA ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS PROGRAMI

**KURUTULMUŞ BESNİ ÜZÜMLERİNDE PESTİSİT KALINTI
DÜZEYLERİNİN BELİRLENMESİ ÜZERİNE ARAŞTIRMALAR**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ömer Faruk ÖZBEK

Danışman: Doç. Dr. Tarık BALKAN

II. Danışman: Prof. Dr. Kenan KARA

TOKAT- 2024



Bu tez çalışması Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından 2022/117 numaralı proje ile desteklenmiştir.

ETİK SÖZLEŞME

Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü tez yazım kılavuzuna göre, Doç. Dr. Tarık BALKAN danışmanlığında hazırlamış olduğum “Kurutulmuş Besni Üzümlerinde Pestisit Kalıntı Düzeylerinin Belirlenmesi Üzerine Araştırmalar” adlı Yüksek Lisans bilimsel etik değerlere ve kurallara uygun, özgün bir çalışma olduğunu, aksinin tespit edilmesi halinde her türlü yasal yaptırımını kabul edeceğimi beyan ederim.

16/01/2024

Ömer Faruk ÖZBEK



JÜRİ KABUL VE ONAY

Ömer Faruk ÖZBEK tarafından hazırlanan “**Kurutulmuş Besni Üzümlerinde Pestisit Kalıntı Düzeylerinin Belirlenmesi Üzerine Araştırmalar**” adlı tez çalışmasının savunma sınavı 16 Ocak 2024 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen Jüri tarafından Oy Birliği ile Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Bitki Koruma Anabilim Dalı’nda Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmzası

Üye (Başkan) : Doç. Dr. Tarık BALKAN

.....

Üye : Doç. Dr. Burak POLAT

.....

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Melis YALÇIN

.....

ONAY

...../.../2024

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

ÖNSÖZ

Danışmanlarım, Doç. Dr. Tarık BALKAN ve Prof. Dr. Kenan KARA'ya, analiz çalışmalarında yardımcı olan Doktora öğrencisi Mehmet KIZILARSLAN, Yüksek lisans öğrencileri Özlem YILMAZ'a ve Esra ÜZÜMLÜOĞLU'na, çalışmayı 2022/117 numaralı proje numarası ile destekleyen, Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonuna müteşekkirim.



ÖZET

KURUTULMUŞ BESNİ ÜZÜMLERİNDE PESTİSİT KALINTI DÜZEYLERİNİN BELİRLENMESİ ÜZERİNE ARAŞTIRMALAR

Özbek, Ömer Faruk
Yüksek Lisans, Bitki Koruma Anabilim Dalı
Tez Danışmanı: Doç. Dr. Tarık BALKAN
İkinci Danışman: Prof. Dr. Kenan KARA

Ocak 2024, vii + 40 sayfa

Yapılan bu çalışmada Güneydoğu Anadolu bölgesinde yer alan Adıyaman ili Besni ve Gölbaşı ilçelerinde yetiştirilen ve kurutulan üzüm numunelerindeki pestisit kalıntılarının saptanması amaçlanmıştır. Metot doğrulama çalışmalarında doğrusalılık, tespit limiti (LOD), ölçüm limiti (LOQ), gerialım, kesinlik (tekrarlanabilirlik, laboratuvar içi tekrarüretilebilirlik), ölçüm belirsizliği parametrelerine ilişkin çalışmalar yapılmış ve elde edilen sonuçlar SANTE/11312/2021 dökümanında bildirilen şartları sağlamıştır. Örnekler QuEChERS yöntemi ile ekstrakte edilmiş, LC-MS/MS cihazında kromatografik analizler yapılmıştır. Yapılan analizlerde, üzüm numuneleri içerisinde 260 adet pestisit etken maddesi araştırılmıştır. Çalışmada 100 adet kuru üzüm numunesinin 95'inde en az bir pestisit kalıntısı tespit edilmiştir. Bu numunelerin 42'sinde 1, 53'ünde ise 2 ve üzeri pestisit kalıntısı bulunmuştur. Analiz sonuçlarına göre üzüm numunelerinde 8 farklı pestisit etken maddesi tespit edilmiştir. Cypermethrin, indoxacarb ve malathion insektisit grubundan, boscalid, flubendiamide, fluopyram, pyrimethanil ve spiroxamine ise fungisit grubundan etken maddelerdir. Tespit edilen 200 pestisit kalıntı değerinin tamamı LOQ (Hesaplama Limiti) ve MRL (Maksimum Kalıntı Limitleri) arasında bulunmuştur. MRL üzerinde herhangi bir kalıntı değeri tespit edilmemiştir.

Anahtar Kelimeler: LC-MS/MS, Kuru üzüm, Pestisit kalıntısı, QuEChERS, Pyrimethanil

ABSTRACT

STUDIES ON THE DETERMINATION OF PESTICIDE RESIDUAL LEVELS IN DRIED BESNI GRAPES

Özbek, Ömer Faruk

Master's Thesis, Department of Plant Protection

Advisor: Assoc. Prof. Dr. Tarık BALKAN

Second Advisor: Prof. Dr. Kenan KARA

January 2024, vii + 40 pages

This study aimed to determine pesticide residues in dried grape samples in the Besni and Gölbaşı districts of Adıyaman province in the Southeastern Anatolia region of Turkey. Linearity, limit of detection (LOD), limit of measurement (LOQ), recovery, precision (repeatability, in-laboratory reproducibility), and measurement uncertainty parameters were performed in method validation studies. The results obtained met the conditions reported in the document SANTE/11312/2021. A total of 260 different pesticide active substances were examined in this study. Out of 100 samples in the study, at least one pesticide residue was detected in 95 of them. This indicates that the majority of the samples contained pesticide residues. Among these samples, 42 had 1 pesticide residue, while 53 had 2 or more pesticide residues. Cypermethrin, indoxacarb, and malathion are active ingredients from the insecticide group, while boscalid, flubendiamide, fluopyram, pyrimethanil, and spiromamine are from the fungicide group. All the identified 200 pesticide residue values were within the LOQ (Limit of Quantification) and MRL (Maximum Residue Level) limits. No residue value exceeding MRL was detected. According to the analysis results, eight different pesticides were identified in the samples.

Keywords: LC-MS/MS, Raisin, Pesticide residue, QuEChERS, Pyrimethanil

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖNSÖZ	i
ÖZET	ii
ABSTRACT	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ÇİZELGE LİSTESİ.....	v
ŞEKİL LİSTESİ.....	vi
SİMGE ve KISALTMALAR.....	vii
1. GİRİŞ	1
2. LİTERATÜR ÖZETLERİ	5
3. MATERYAL ve YÖNTEM.....	10
3.1. Materyal	10
3.2. Yöntem.....	12
3.2.1. Numunelerin toplanması	12
3.2.2. Numunelerin ekstraksiyonu ve clean-up	13
3.2.3. Metot verifikasyon çalışmaları	17
3.2.4. Cihaza ait bilgiler.....	18
3.2.4. Kalıntı analizleri	18
4. BULGULAR ve TARTIŞMA.....	19
4.1. Metot Doğrulama Sonuçları	19
4.2. Pestisit Kalıntı Miktarları	19
5. KAYNAKLAR	24
6. EKLER.....	34
Ek 1. Numunelerde aranan aktif maddelerin listesi	34
Ek 2. Kuru üzüm numunelerindeki pestisit kalıntı miktarları.....	38

ÇİZELGE LİSTESİ

Çizelge No

Sayfa

Çizelge 1. Üzüm üretim alanı bakımından ilk 6 ülke (1000 ha)	1
Çizelge 2. Toplanan kuru üzüm numuneleri ile ilgili bilgiler.....	12
Çizelge 3. LC-MS/MS analiz koşulları.....	18
Çizelge 4. Tespit edilen pestisitlerin metot doğrulama parametreleri	19
Çizelge 5. Kuru üzüm numunelerinde tespit edilen pestisitler	20



ŞEKİL LİSTESİ

Şekil No

Sayfa

Şekil 1. Numune alınan noktaların Adıyaman ili üzerindeki konumları	11
Şekil 2. QuEChERS analiz basamakları	13
Şekil 3. Kuru üzüm homojenizasyonu	14
Şekil 4. Homojenize edilmiş numune tartımı	14
Şekil 5. Solvent ve QuEChERS ekstraksiyon çözeltisinin eklenmesi	15
Şekil 6. Vortex ile karıştırma, santrifüj işlemi ve üst faz	15
Şekil 7. Üst fazdan 15 ml’lik tüpe aktarma, çalkalama ve santrifüj işlemi	16
Şekil 8. Filtreleme ve vial e aktarma işlemi.....	16
Şekil 9. Kuru üzümlerdeki pestisit kalıntı düzeyleri.....	20
Şekil 10. Tespit edilen pestisitler ve bulunma sıklıkları	21

SİMGE ve KISALTMALAR

Simge	Açıklama
MgSO ₄	Magnezyum Sülfat
NH ₄ CH ₃ CO ₂	Amonyum Asetat

Kısaltma	Açıklama
AB	Avrupa Birliği
AB-MRL	Avrupa Birliği- Maksimum Kalıntı Limiti
FAO	Dünya Gıda ve Tarım Örgütü
GCB	Grafitize Karbon Siyahı
HAc	Asetik Asit
LC-MS/MS	Sıvı Kromatografisi-Tandem Kütle Spektrometresi
MeCN	Asetonitril
MRL	Maksimum Kalıntı Limiti
NaAc	Sodyum Asetat
PSA	Primer Sekonder Amin
RASSF	Gıda ve Yem için Hızlı Uyarı Sistemi
TÜİK	Türkiye İstatistik Kurumu

1. GİRİŞ

Üzüm, Vitaceae familyası *Vitis* cinsine ait, tarihçesi M.Ö. 3500 yılına kadar uzanan bir bitki olup Küçük Asya ve Kafkasya'yı içerisine alan bölge anavatanı olarak kabul edilir. Anadolu'da yaklaşık 1200 çeşidi olduğu söylenmektedir (Güçer ve ark., 2021).

Üzüm üretimi ilk aşamada yaş üzüm şeklinde yapılır. Sonraki aşamada ise sofralık, kuru üzüm veya şaraplık üzüm olarak değerlendirilir. 2020 yılında dünya üzüm üretim alanı yaklaşık 6,95 milyon hektar olup, bu alanda 78 milyon ton üzüm üretilmiştir. Dünyadaki üzüm üretim alanlarının aşağı yukarı yaklaşık %6'lık kısmının Türkiye'de olduğu kabul edilmektedir. Türkiye, üzüm üretiminde İspanya (%14), Çin (%11), Fransa (%11) ve İtalya'dan (%10) sonra 5. sırada yer almaktadır. Ülkemizi, Amerika Birleşik Devletleri (%5) ve Arjantin (%3) takip etmektedir (FAO, 2022a). 2021 yılı Dünya üzüm üretimi ile ilgili detaylı veriler Çizelge 1'de verilmiştir.

Çizelge 1. Üzüm üretim alanı bakımından ilk 6 ülke (1000 ha) (FAO, 2022a)

Yıllar	İspanya	Fransa	Çin	İtalya	Türkiye	ABD	Dünya
1990	1402	908	127	1024	580	299	7972
1995	1160	895	158	899	565	317	7235
2000	1168	861	286	873	535	383	7191
2005	1161	855	411	793	516	378	7212
2010	1002	772	516	778	478	385	6971
2015	941	752	802	673	462	414	7107
2016	935	751	725	668	435	409	6900
2017	937	750	170	670	417	404	6833
2018	940	751	728	676	417	380	6873
2019	937	755	746	698	405	378	9612
2020	932	759	745	704	401	373	6951
2021	929	757	582	702	390	365	6729

Oldukça fazla sayıda üzüm çeşidinin yetiştirildiği ülkemiz dünyanın önemli üzüm gen merkezlerinden birisidir. Türkiye dünya genelinde kuru üzüm üretilen ve ihraç eden önemli bir ülke konumundadır. Türkiye, dünyanın en önemli üzüm üreticilerinden biri olmasına rağmen, uluslararası üzüm piyasalarında genellikle kuru üzümle öne çıkmaktadır. Bu durum, Türkiye'nin bağcılık için uygun iklim ve bağ alanlarına sahip olmasına rağmen sofralık üzüm konusunda diğer ülkelerin gerisinde kaldığını göstermektedir. Özellikle, çekirdeksiz kuru üzümlerin büyük bir kısmı Ege bölgesinde üretilmekte, özellikle Manisa, İzmir ve Denizli şehirlerinde yoğunlaşmaktadır. Ülkemizde çekirdeksiz kuru üzüm üretimi incelendiğinde, bu üretimin büyük çoğunluğunun yukarıda belirtilen şehirlerde gerçekleştirildiği görülmektedir. Bununla birlikte, Türkiye'nin diğer üzüm üretim bölgelerinde de kuru üzüm üretimi gerçekleştirilmektedir. 2010-2021 yılları arasındaki 10 yıllık döneme bakıldığında, Türkiye'de toplam üzüm üretiminin %51'inin sofralık üzüm olarak değerlendirildiği belirlenmiştir. Kuru üzüm üretimi ise %38'i kapsamakta, üretim Ege bölgesinde yoğunlaşmaktadır. Ayrıca, üzüm üretiminin %15'i alkollü içecek üretiminde kullanılmaktadır. Bu veriler, Türkiye'nin özellikle kuru üzümde güçlü bir aktör olduğunu ve üzüm üretiminin farklı alanlarda kullanıldığını göstermektedir (Demiray ve Hatırlı, 2022).

2019 yılı istatistiklerine göre, dünya üzüm üretiminin %7'si kuru üzüm olarak değerlendirilmiştir. 2020/21 sezonunda ise en yüksek kuru üzüm üretimini gerçekleştiren ülkeler; Türkiye, ABD, İran ve Hindistan'dır. Dünya genelinde üretilen kuru üzümün %60'ından fazlası bu dört ülkeye aittir (Demiray ve Hatırlı, 2022).

Bağcılık ve üzüm üretimi, geçmişi çok eskilere dayanan Besni'de (Adıyaman) de yapılmaktadır. Besni ilçe sınırlarında 17 farklı üzüm türünün olduğu belirtilmiştir. Bu türler Tahannebi, kara üzüm, ağ üzüm, peygamber üzümü (Besni üzümü- Besni), koreş üzümü, kızlar tahtası, serpene kıran, azezi, tümmü, kırmızı üzüm, hunisi, tilkikuyruğu, kara kurnur, ağ kurnur, çınar yaprağı, cuvek, hatun parmağı olarak isimlendirilmektedir. Bunlar içerisinde yaş meyvesine peygamber üzümü, kurutulmuş meyvesine ise Besni üzümü adı verilen çeşittir. Bu üzüm yoğun olarak Besni civarında yetiştirilir ve kurutmalık olarak ülke genelinde satışa sunulur. Bu yönüyle bölge ekonomisine

azımsanmayacak oranda katma değer sağlamaktadır. Kurutulmuş Besni üzümü Türkiye’de tanınan bir tarımsal emtiadır (Sucu, 2006).

Adıyaman ili bağ alanlarında üretimi sınırlayan birçok hastalık ve zararlı bulunmaktadır. Bunlar *Planococcus citri* (Risso, 1813) (Hemiptera; Pseudococcidae), *Empoasca vitis* (Gothe, 1875) (Hemiptera; Cicadellidae), *Rubiothrips vitis* (Priesner, 1933) (Thysanoptera; Thripidae), *Lobesia botrana* (Denis ve Schiffermüller, 1775) (Lepidoptera; Tortricidae), *Tetranychus urticae* (Koch, 1836) (Acarina: Tetranychidae), *Erysiphe necator* (Schw.) (Bağ küllemesi), *Plasmopara viticola* (Bağ mildiyözü), *Botrytis cinerea* (Pers. Ex. Fr.) (Bağda kurşuni küf hastalığı), *Phomopsis viticola* (Sacc.) (Bağda ölükol hastalığı), *Stereum hirsutum* (Willd.) Pers., *Phellinus igniarius* (L.) Quél., *Fomitiporia editerranea* M. Fisch. (Bağda kav hastalıkları) şeklinde sayılabilir. Bunlara ilaveten farklı familyalara ait birçok yabancı ot türü de bağ alanlarında mevcut olup mücadeleyi gerektirmektedir. Üreticiler kaliteli ve yüksek verimli ürün yetiştirebilmek adına yoğun bir şekilde farklı gruplara ait pestisit kullanımına yönelmektedirler. Pestisitler, etkilerinin kısa sürede görülmesi, elde edilmelerinin ve uygulanabilirliklerinin kolay olması nedeniyle üreticiler tarafından tercih edilmektedir. Bu avantajlarının yanı sıra pestisitlerin çevre kirliliği, sağlık sorunları, direnç ve kalıntı gibi istenmeyen sonuçları da söz konusudur.

Tarımsal üretimde pestisit kullanımının insan ve çevre sağlığı üzerindeki negatif etkileri, son yıllarda toplumda farkındalık yaratmıştır. Bu nedenle, pestisit kalıntılarının çeşitli matrislerde, toprak ve tarım ürünleri dahil, takip edilmesi son derece önemlidir. Bu izleme süreci, tarım ürünlerinin ve çevrenin pestisit maruziyetini anlamak, kontrol etmek ve düzenlemek amacıyla gerçekleştirilmektedir. Bu önlemler, hem tüketicilerin sağlığını koruma amacını taşımakta hem de tarımın çevresel sürdürülebilirliğini sağlamak adına önemli bir rol oynamaktadır. Pestisit kalıntılarının izlenmesi, tarımsal uygulamaların daha güvenli ve sürdürülebilir hale getirilmesi adına bilimsel bir temel sağlamaktadır.

Ülkemizdeki üzüm üreticilerinin büyük çoğunluğu, pestisit kullanımıyla ilgili kararlarını kendi bilgi ve deneyimlerine veya tarım bayilerinin tavsiyelerine

dayandırmaktadır. Bitki koruma problemleri arttığında ise, bazen tavsiye dışı ilaçlara dahi kullanılmaktadır.

Bunun yanında dozla ilgili direktiflere uymama ve aşırı doz kullanımı sıklıkla karşılaşılan durumlardır. Müstahsillerin kahir ekseriyeti bitkisel üretimde kalıntı problemini yadsımakta, pestisit uygulama sonrası bekleme sürelerine de çoğunlukla uyulmamaktadır. Bu olumsuzlukları önleyebilme adına pestisit kalıntı çalışmaları önemli olup bu toksik kimyasalların uygulamadan sonraki davranışları da iyi bilinmelidir.

Türkiye’de pestisit kalıntı çalışmaları, 1959 yılında Ankara Zirai Mücadele İlaç ve Aletleri Enstitü Kalıntı Analiz Laboratuvarının kurulmasıyla başlamış, ilk pestisit kalıntı analizi tohumluk buğdayda yapılmıştır (Otacı ve ark., 1959). Sonraki yıllarda konu ile ilgili çalışmalar artsa da gelişmiş ülkelerle mukayese edildiğinde istenilen seviyelerde değildir. Bu çalışmaların bazıları farklı kültürlerde pestisitlerin kalıntı seviyelerini belirlemeye yönelik ve pestisit kalıntı veri tabanına katkı sağlayan önemli çalışmalardır.

Önemli bitkisel üretim gelir kalemlerimizden olan bağ kültüründe yeni preparatlar piyasaya sunulmakta, aynı zamanda karışım halinde kullanılan ilaçlar da avantajları nedeniyle üreticiler tarafından yoğun bir şekilde tercih edilmektedir. Bu noktada güncel kalıntı çalışmaları önem arz etmekte, kurutulmuş dayanıklılığı artırılan üzümlerdeki kalıntı ile ilgili veri tabanının zenginleştirilmesi de önem kazanmaktadır.

Gelişmiş ülkeler bitkisel mamullerde kalıntı belirleme ve izlenmesine son derece önem vermektedir. Aynı zamanda AB ülkeleri gıda veya yemlerden kaynaklanan sağlıkla ilgili tehditlere karşı ani reaksiyon verebilme adına Gıda ve Yem için Hızlı Uyarı Sistemi (RASFF) uygulamasını benimsemişlerdir. Konu ile ilgili olumsuzluklar RASFF üyelerinin ilgili kurumlarına bildirilerek üye ülkelerin önlem bir güvenlik duvarı oluşturması sağlanmaktadır. Bu bağlamda Türkiye’nin dış ticaretinde önemli kalemlerimizden birisi olan üzümle ilgili 2021 yılında RASFF tarafından ilan edilen 48 adet pestisit kalıntı bildirimi mevcuttur (RASFF, 2023). Bu bildirimler incelendiğinde chlorpyrifos-ethyl ve chlorpyrifos-methyl, acetamiprid ve buprofezin etken

maddelerinin MRL limitlerini aştığı görülmektedir. Son yıllarda tüketicilerin güvenilir gıdaya erişimde hassasiyetlerinin arttığı gözlemlenmekte, bitkisel ihraç mamullerimizin kalıntı dolayısıyla gümrüklerden geri döndüğü ve ülke imajının olumsuz etkilendiği de sıkça tartışma konusu olmaktadır. Tüm bu olumsuzlukları gidermek adına üretim aşamasında uygulanan işlemlerin ve çıktıların şeffaf bir biçimde ortaya konulması önemlidir. Bu yüzden tüm bitkisel üretim yapılan lokasyonlarda kalıntı takibinin yerinde yapılması gereklidir. Bu çalışmada Adıyaman Besni yöresinde önemli bir ekonomik ürün olan kuru üzümde kalıntı durumunun ortaya konulması hedeflenmiştir. Bunun yanında bulunan pestisit kalıntılarının Maksimum Kalıntı Limit (MRL) değerlerine göre uygunluğu tartışılmıştır.

2. LİTERATÜR ÖZETLERİ

Dünya nüfusunun artmasıyla birlikte, gıdaya olan talep her geçen gün artmaktadır. Tarım alanlarının genişlemesi ve endüstriyel tarıma geçişle beraber hastalık ve zararlı popülasyonlarında ve çeşitliliğinde artışlar meydana gelmiş, bu durum zararlılar, hastalıklar ve yabancı otlara karşı kullanılan pestisitlerin artması ve beraberinde kalıntı sorununu da ortaya çıkarmıştır.

FAO verilerine göre, 2019'da küresel pestisit tüketimi 4,16 milyon ton olup, pestisit kullanımı 2019'da 2,69 kg/ha olarak kayıtlara geçmiştir. Dünya genelinde Çin, Amerika Birleşik Devletleri ve Brezilya yoğun pestisit kullanan ülkeler olup, bunlar dünya pestisit kullanımının %61,1'ini gerçekleştirmektedirler (FAO, 2022b). Türkiye, pestisit kullanımında dünya sıralamasında 12. sıradadır ve toplam pestisit kullanımının %1,23'ünü temsil etmektedir. Türkiye'de hektar başına pestisit kullanımı 2.2 kilogramdır (FAO 2022c). Pestisit kullanmaksızın tarım yapmanın neredeyse imkansızlığı, kalıntı sorunu ve bununla ilişkili sağlık risklerini gündeme getirmiş ve kalıntı ile ilgili çalışmalar son yıllarda hayati önem kazanmıştır.

Kaliteli pestisit kalıntı çalışmalarının sayısı bir ülkenin gıda güvenliği noktasındaki hassasiyetinin göstergesidir (Tiryaki, 2016). Gelişmiş ülkelerde pestisit kalıntı analiz çalışmaları 1950'li yıllarda başlamış, günümüze kadar oldukça hızlı ve artarak devam

edegelmiş ve kamuoyu hassasiyeti noktasında oldukça önemli bir yol kat edilmiştir. Ülkemizde ise konu ile farklı kültürlerde kalıntı ile ilgili çalışmalar artarak devam etmektedir (Otacı ve Güvener, 1959; Güvener ve Günay, 1967; Otacı ve ark., 1972; Otacı ve ark., 1974; Durmuşoğlu, 2002; Durmuşoğlu ve Çelik, 2002; Ay ve ark., 2003; Güngör ve ark., 2003; Güncan ve Durmuşoğlu, 2003; Zeren ve ark., 2003; Altındağ ve Özgökçe, 2005; Ay ve ark., 2007; Özkan, 2007; Özel ve Tiryaki, 2009; Ersoy ve ark., 2011a,b; Özata, 2012; Dinçay ve Civelek, 2012; Cingöz, 2013; Burcak ve ark., 2015; Yalçın ve ark., 2015; Yalçın ve Turgut, 2016; Zengin ve ark., 2017; Nalcı ve ark., 2018; Polat ve Tiryaki, 2018; Bakırcı ve ark., 2019; Demir ve ark., 2019; Balkan ve Kara, 2020; Gölge, 2020; Çatak ve Tiryaki, 2020; Polat ve Tiryaki, 2020; Turgut ve ark., 2021; Balkan ve Kara, 2022; Balkan ve Yılmaz, 2022a,b; Dülger ve Tiryaki, 2022; Duman ve Tiryaki, 2022; Balkan ve Kara, 2023a,b; Balkan ve Karaağaçlı, 2023; Serbes ve Tiryaki, 2023; Tiryaki ve Polat, 2023; Yalçın ve ark., 2023).

Bağ kültüründe de önemli sayıda çalışma mevcuttur (Otacı, 1972; Otacı ve ark., 1974; Güvener ve ark., 1986; Cabras ve Conte, 2001; Tatlı, 2006; Poulsen ve ark., 2007; Venkateswarlu ve ark., 2007; Cesnik et al., 2008; Örnek, 2008; Poulsen et al., 2010; Ersoy ve ark., 2011; Turgut ve ark., 2011; Bakırcı ve ark., 2014; Cangi ve ark., 2014; Dinçay ve ark., 2017; Gazioğlu Şensoy ve ark., 2017; Gölge ve Kabak, 2018; Kaya ve Tuna, 2018; Nalcı ve ark., 2018; Yakar, 2018; Zengin ve Karaca, 2018; Bouagga ve ark., 2019; İçli ve Kahyaoğlu, 2020; Kazar Soydan ve ark., 2021; Schusterova ve ark., 2021; Duman ve Tiryaki, 2022; Ashraf ve ark., 2022; Balkan ve Kara, 2023a, Mahadavi ve ark., 2022; Kanbolat ve ark., 2023; Eryılmaz, 2023; Gormez ve ark., 2023a,b;).

Ülkemizde kuru üzümle ilgili yapılan kalıntı çalışmaları incelendiğinde;

Pire (2001), Ege Bölgesi'nden toplanan kuru üzüm örneklerinde Parathion-methyl, procymidone ve bromopropylate miktarlarının, insan sağlığını tehdit etmeyecek düzeyde olduğunu belirtmiştir. Ancak, bazı örneklerde lambda-cyhalothrin, cypermethrin ve deltamethrin miktarlarının Türk Gıda Kodeksi'ndeki kabul edilebilir maksimum değerlerin üzerinde olduğu gözlemlenmiştir.

Tatlı (2006), Ege bölgesinde kuru üzümde chlorpyrifos-ethyl (0,009-0,038 mg/kg), lambda-cyhalothrin (0,010-0,050 mg/kg), pyrimethanil (0,050-0,101 mg/kg), chlorpyrifos-methyl (0,051 mg/kg), deltamethrin (0,032 mg/kg), dichlofluanid (0,113 mg/kg), kresoxim-methyl (0,022 mg/kg), procymidone (0,013-0,174 mg/kg), cypermethrin (0,018-0,096 mg/kg) ve monocrotophos (0,094 mg/kg) etken maddelerini tespit etmiş, Türk Gıda Kodeksi (TGK) ve AB MRL tolerans değeri bulunmadığından herhangi bir değerlendirme yapmamıştır.

Örnek (2008), Kuru üzümde deltamethrin (0,012-0,12 mg/kg), lambda-cyhalothrin (0,11-1,09 mg/kg), chlorpyrifos-ethyl (0,014-0,052 mg/kg), iprodion (0,105-0,57 mg/kg), procymidone (0,024-0,56 mg/kg), dichlofluanid (0,051-0,51 mg/kg) etken maddelerini tespit etmiş, bazı numunelerde lambda-cyhalothrin, chlorpyrifos-ethyl ve methyl (0,007-0,82 mg/kg)'in MRL üzeri değerlerde çıktığını bildirmiştir.

Turgut ve ark., (2010), Ege bölgesinde kurutulmuş üzümde pestisit kalıntılarını tespit için yaptıkları çalışmada chlorpyrifos methyl (0–0,82 mg/kg), chlorpyrifos ethyl (0–0,52 mg/kg), deltamethrin(0–0,12 mg/kg),, lambda-cyhalothrin(0,011–1,09 mg/kg), dichlofluanid(0–0,51 mg/kg), iprodione(0–0,57 mg/kg) ve procymidone(0,024–0,56 mg/kg) etken maddelerini tespit etmişler, 7 örnekte (chlorpyrifos-ethyl 1 numune; chlorpyrifos-methyl 2 numune; lambda-cyhalothrin 4 numune) MRL limitlerinin aşıldığını belirtmişlerdir.

Dinçay ve ark., (2017), 6 farklı bağda yaptıkları çalışmada kuru üzümde pek çok etken madde tespit etmiş, işleme faktörleri de devreye sokulduktan sonra birinci bağ potasalı kuru üzümde chlorpyrifos ethyl (0,105 mg/kg); dördüncü bağ potasalı kuru üzümde chlorpyrifos ethyl (0,029 mg/kg), natural (0,067 mg/kg) ve potasalı (0,150 mg/kg) kuru üzümde fenbutatin oxide; beşinci bağ potasalı kuru üzümde chlorpyrifos ethyl (0,019 mg/kg), natural (0,023 mg/kg) ve potasalı (0,040 mg/kg) kuru üzümde fenbutatin oxide ve potasalı kuru üzümde pyrimethanil (5,319 mg/kg) etken maddesinin MRL değerlerini aştığını ifade etmişlerdir.

Gazioğlu Şensoy ve ark., (2017), Van ilinde yaptıkları çalışmada kurutulmuş üzümelerde butocarboxim sulfoxide (9,0-18,2 mg/kg arasında), dimethenamide (48,7 mg/kg), deltamethrin (9,35 ve 45,5 mg/kg), trifloxystrobin (10,4-96,9 mg/kg arasında), fenthion (69 ve 162 mg/kg), myclobutanil (9,12-13 mg/kg), methamitron (43,4-79,4 mg/kg), fenhexamide (12,8 mg/kg), azoxystrobin (32,80 mg/kg) ve malathion (164,00 mg/kg) olmak üzere 10 farklı pestisit saptamışlar, fakat bu konuda ulusal ya da uluslararası referans değeri olmadığından, değerlendiremediklerini ifade etmişlerdir.

Kuru üzüm numunelerinde pestisit kalıntıları ile ilgili ülke dışında yapılan çalışmalar ise;

Lentza-Rizos ve Kokkinaki (2002), yaptıkları araştırmalarda Thomson Seedless (Sultana) çeşidini, cypermethrin ile muamele ettiklerini, kuru üzümlerdeki kalıntının 0,25 ila 0,46 mg/kg arasında değiştiğini kaydetmişlerdir.

Sabale ve ark., (2014), yaptıkları çalışmada üzümün kurutulmasıyla pestisit yoğunluğunun arttığını ve pazardan alınan 22 kuru üzüm numunesindeki kresoxim methyl kalıntılarının (0,010-0,037 mg/kg), AB-MRL değerinin oldukça altında ve aynı zamanda diyet maruziyetiyle ilişkili akut toksisite riskinden yoksun olduğunu bildirmişlerdir.

Shabeer ve ark., (2015a), kuru üzümün kurutulması esnasında pyraclostrobin ve metiram'ın dağılım kinetiği, işleme faktörü oluşturulması ve güvenlik değerlendirmesi ile ilgili yaptıkları çalışmada, kuruma süreci boyunca kalıntı verilerinin, pyraclostrobin için 6 ile 7 gün, metiram için 4 gün yarı ömre sahip olduğunu belirtmişlerdir. Metiram ve pyraclostrobin için yıkama ve yağa batırma ile ilişkilendirilen PF'ler (işleme faktörleri), tek doz (SD) ve çift doz (DD) için sırasıyla 0,47 ve 0,41 ile 0,78 ve 0,63 olarak belirlenmiş, kuruma işlemi için PF değeri (>1) (metiram için 1,01 ve 1,31 , pyraclostrobin için 1,34 ve 1,10) olarak tespit edilmiştir. Her iki dozda da ilgili değerler MRL altında bulunmuştur.

Shabeer ve ark., (2015b), yaptıkları çalışmada piyasadan aldıkları kuru üzüm numunelerinin insan tüketimi için güvenli olduğunu ve dimethomorph (0- 0,13 mg/kg),

famoxadone (0- 0,028 mg/kg), cymoxanil (0- 0,04 mg/kg)'in beslenme maruziyeti nedeniyle herhangi bir akut toksisiteye neden olmadığını kaydetmişlerdir.

Shabeer ve ark., (2017), kuru üzümde yaptıkları çalışmalarda diyet maruziyetlerinin, maksimum izin verilen alım (MPI) değerlerinin çok altında olduğunu, toplanan kuru üzüm örneklerinin akut toksisite riski olmadan insan tüketimi için güvenli kabul edilebileceğini belirtmişlerdir. 94 kuru üzüm örneği kalıntı verilerinin, akut toksisite riski olmadan insan tüketimi için güvenli olduğunu ifade etmişlerdir.

Thekkumpurath ve ark., (2020), kuru üzümdeki hexythiazox kalıntılarını eş zamanlı olarak analizini sağlamak için sıvı kromatografi-tandem kütle spektrometresi (LC-MS/MS) analizi ile doğrulanan analitik bir metod geliştirmişler, pazardan aldıkları kuru üzüm örneklerinde bifenezate kalıntısı tespit edememişler, ancak 3 numunede ortalama 0,014 mg/kg hexythiazox tespit etmişlerdir. Bu sonuçların diyet maruziyetine bağlı akut toksisite riski taşımadığını ifade etmişlerdir.

Constantinou ve ark., (2021), kuru üzümde yaptıkları çalışmalarda 55 farklı pestisit tespit etmişlerdir. Bunlar içerisinde en yaygın olarak pyrimethanil (%56,8), boscalid ve cyprodinil (%54,1), fludioxonil ve tebuconazole (%40,5), indoxacarb (%37,8), fenhexamid (%32,4) ve imidacloprid (%37,8)'e rastlamışlardır. Tespit edilen pestisitlerden 10 tanesinin AB'de ruhsatsız olduğunu bildirmişlerdir. Toplamda, 6 pestisit (carbendazim, ethion, fenprothrin, fenvalerate, iprodione ve phosmet) MRL'leri ihlal ettiğini kaydetmişlerdir.

Rahimi ve ark., (2022), üzümde farklı kurutma yöntemlerinin pestisit kalıntıları ile ilişkilerini incelemişler, tüm pestisit kalıntılarının kuru ağırlığa göre arttığını ve bunun dehidratasyona bağlı olduğunu ifade etmişlerdir. Güneşte kurutmanın diazinon, ethion, phosalone, penconazole ve hexaconazole seviyelerini sırasıyla %76,65, %68,40, %69,55, %72,74 ve %82,19 (kuru ağırlık) azalttığını kaydetmişlerdir. Kuru üzümde pestisit kalıntı seviyesinin maksimum kalıntı limitlerinden (MRL) daha yüksek olduğunu ve üzümde pestisit uygulamasında hasat öncesi aralığın dikkate alınması gerektiğini belirtmişlerdir.

Mahdavi ve ark., (2022), İran pazarlarından temin edilen 60 ticari olarak satışa sunulan hazır yenilebilir paketlenmiş kuru üzüm örneğinde 57 pestisit kalıntısını analiz etmeyi amaçlamış ayrıca, olasılıksal sağlık risk değerlendirmesi, non-kanserojenik ve kanserojenik riskleri tehlike katsayısı (HQ), Tehlike İndeksi (HI) ve kanser riski (CR) kullanılarak Monte Carlo Simülasyonu (MCS) yöntemi ile tahmin eden bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Çalışma sonuçları örneklerin %23'ünün ulusal MRL'lere göre en az bir pestisit tarafından kontamine olduğunu göstermiştir. HQ' ya dayalı pestisitlerin sıralanması, kuru üzüm için yüzde 95'lik referans noktasıyla carbendazim> acetamiprid > thiodicarb> iprodion olarak tespit edilmiş, risk değerlendirme sonuçlarına göre, kuru üzüm tüketiminin kısa vadeli maruziyetlerde dikkate değer sağlık riskleri oluşturmadığını ifade etmişlerdir. CR'ya dayalı pestisitlerin sıralaması thiodicarb> iprodion olarak bulunmuş, elde edilen değerler incelendiğinde tüketiciler için bu ürünün önemli bir kanserojenik risk oluşturmadığını göstermiştir. Ayrıca acetamiprid ve carbendazim'in insanlar için bir kanser riski oluşturmadığı da kaydedilmiştir.

Farshidi ve ark., (2023), Urmia, Malayer, Quchan ve Qazvin'de (İran) yaptıkları çalışmada toplanan örneklerin %46'sında, Qazvin'den %14.81'inde, Quchan'dan %11.42'sinde ve Malayer'den %31.81'inde pestisit içeriğinin İran Ulusal Standardizasyon Organizasyonu tarafından önerilen maksimum kalıntı limitlerini aştığını belirtmişler, penconazole (0,014–0,03 mg/kg) ve diazinon'u (0,014–0,168 mg/kg) 'Sultana' ve 'Thomson' çeşitlerinde en yaygın olarak bulunduğunu tespit etmişlerdir. Araştırmacılar kuru üzüm örneklerinde en sık tespit edilen pestisitleri diazinon, permethrin, chlorpyrifos, ethion, kresoxim-methyl, penconazole, phosalone, malathion, bromopropylate, fenvalerate, metalaxyl, azoxystrobin, cypermethrin, fenprothrin, fenitrothion, piperonyl butoxide ve difenoconazole olarak kaydetmişler, çalışmada, MRL'leri aşan pestisit kalıntılarının yüzdesinin 'Sultana' örneklerinde 'Thompson' örneklerine göre daha yüksek olduğunu ifade etmişlerdir.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

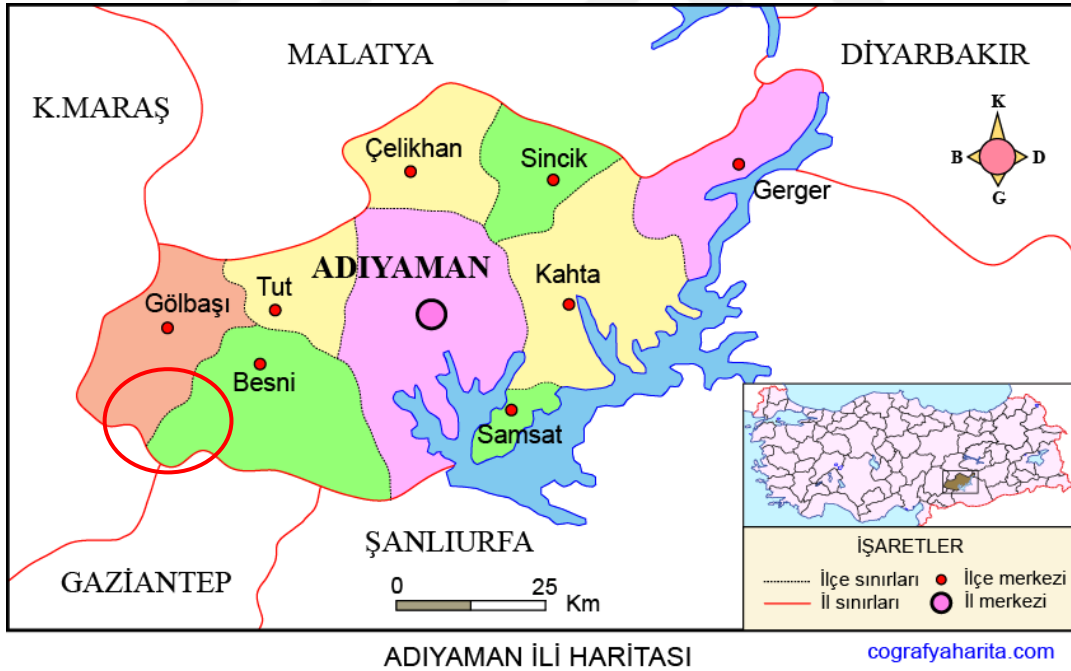
3.1. Materyal

Kalıntı çalışmalarında kullanılan materyaller Güneydoğu Anadolu bölgesinde yer alan Adıyaman ili Besni ve Gölbaşı ilçelerinde yetiştirilen ve kurutulan üzüm numuneleridir.

Materyallerin toplandıđı yerler Şekil 1’de gösterilen lokasyonlardan rastgele toplanmıştır. Çizelge 2’de ise üzümelerin toplandıđı yer, tarih ve çeşit bilgileri verilmiştir.

Kalıntı analizlerinde 10, 100, 1000 µl’lik pipetler ve pipet uçları, hassas terazi, tartım kabı, lateks eldiven, sanayi tipi öğütücü, 15 ve 50 ml’lik falkon tüpleri, 2 ve 12 ml’lik vida kapaklı vialler, 5 ml’lik şırıngalar, 0,22 mikron 4 mm’lik şırınga filtreleri, metanol, asetonitril, asetik asit, susuz magnezyum sülfat (MgSO₄), susuz sodyum asetat (NaAc), amonyum asetat (NH₄CH₃CO₂), primer sekonder amin (PSA), grafitize karbon siyahı (GCB), distile su ve LC-MS/MS (Shimadzu, 80-50 modeli) cihazı kullanılmıştır.

Yapılan analizlerde, kuru üzüm numuneleri içerisinde 260 adet pestisit etken maddesi araştırılmıştır. EK 1’de etken maddelere ait çeşitli bilgiler verilmiştir.



Şekil 1. Numune alınan noktaların Adıyaman ili üzerindeki konumları (Anonim, 2023)

Çizelge 2. Toplanan kuru üzüm numuneleri ile ilgili bilgiler

Numune kodu	Toplanan Yer	Tarih	Numune kodu	Toplanan Yer	Tarih	Numune kodu	Toplanan Yer	Tarih
1	Besni- Ç	25.08.2022	35	Gölbaşı- B	07.09.2022	69	Gölbaşı-H	29.08.2022
2	Besni- Ç	25.08.2022	36	Gölbaşı- B	07.09.2022	70	Gölbaşı-H	29.08.2022
3	Besni- Ç	25.08.2022	37	Gölbaşı- B	07.09.2022	71	Gölbaşı-H	29.08.2022
4	Besni- Ç	25.08.2022	38	Gölbaşı- B	07.09.2022	72	Gölbaşı-H	29.08.2022
5	Besni- Ç	25.08.2022	39	Gölbaşı- B	07.09.2022	73	Gölbaşı-H	29.08.2022
6	Besni- Ç	25.08.2022	40	Gölbaşı- B	07.09.2022	74	Gölbaşı-H	29.08.2022
7	Besni- Ç	25.08.2022	41	Gölbaşı- B	07.09.2022	75	Gölbaşı-H	29.08.2022
8	Besni- Ç	25.08.2022	42	Gölbaşı- B	07.09.2022	76	Gölbaşı- Y	03.09.2022
9	Besni- Ç	25.08.2022	43	Gölbaşı- B	07.09.2022	77	Gölbaşı- Y	03.09.2022
10	Besni- Ç	26.08.2022	44	Gölbaşı- B	07.09.2022	78	Gölbaşı- Y	03.09.2022
11	Besni- Ç	26.08.2022	45	Gölbaşı- B	07.09.2022	79	Gölbaşı- Y	03.09.2022
12	Besni- Ç	26.08.2022	46	Gölbaşı- B	07.09.2022	80	Gölbaşı- Y	03.09.2022
13	Besni- Ç	26.08.2022	47	Gölbaşı- B	07.09.2022	81	Gölbaşı- Y	03.09.2022
14	Besni- Ç	26.08.2022	48	Gölbaşı- B	07.09.2022	82	Gölbaşı- Y	03.09.2022
15	Besni- Ç	26.08.2022	49	Gölbaşı- B	07.09.2022	83	Gölbaşı- Y	03.09.2022
16	Besni- Ç	26.08.2022	50	Gölbaşı- B	07.09.2022	84	Gölbaşı- Y	03.09.2022
17	Besni- Ç	26.08.2022	51	Gölbaşı- H	28.08.2022	85	Gölbaşı- Y	03.09.2022
18	Besni- Ç	26.08.2022	52	Gölbaşı- H	28.08.2022	86	Gölbaşı- Y	03.09.2022
19	Besni- Ç	26.08.2022	53	Gölbaşı- H	28.08.2022	87	Gölbaşı- Y	03.09.2022
20	Besni- Ç	26.08.2022	54	Gölbaşı- H	28.08.2022	88	Gölbaşı- Y	03.09.2022
21	Besni- Ç	26.08.2022	55	Gölbaşı- H	28.08.2022	89	Gölbaşı- Y	03.09.2022
22	Besni- Ç	26.08.2022	56	Gölbaşı- H	28.08.2022	90	Gölbaşı- Y	03.09.2022
23	Besni- Ç	26.08.2022	57	Gölbaşı- H	28.08.2022	91	Gölbaşı- Y	03.09.2022
24	Besni- Ç	26.08.2022	58	Gölbaşı- H	28.08.2022	92	Gölbaşı- Y	04.09.2023
25	Besni- Ç	26.08.2022	59	Gölbaşı- H	28.08.2022	93	Gölbaşı- Y	04.09.2023
26	Gölbaşı- B	06.09.2022	60	Gölbaşı- H	28.08.2022	94	Gölbaşı- Y	04.09.2023
27	Gölbaşı- B	06.09.2022	61	Gölbaşı- H	29.08.2022	95	Gölbaşı- Y	04.09.2023
28	Gölbaşı- B	06.09.2022	62	Gölbaşı- H	29.08.2022	96	Gölbaşı- Y	04.09.2023
29	Gölbaşı- B	06.09.2022	63	Gölbaşı- H	29.08.2022	97	Gölbaşı- Y	04.09.2023
30	Gölbaşı- B	06.09.2022	64	Gölbaşı- H	29.08.2022	98	Gölbaşı- Y	04.09.2023
31	Gölbaşı- B	06.09.2022	65	Gölbaşı- H	29.08.2022	99	Gölbaşı- Y	04.09.2023
32	Gölbaşı- B	06.09.2022	66	Gölbaşı- H	29.08.2022	100	Gölbaşı- Y	04.09.2023
33	Gölbaşı- B	06.09.2022	67	Gölbaşı- H	29.08.2022			
34	Gölbaşı- B	06.09.2022	68	Gölbaşı- H	29.08.2022			

B: Belören, Ç: Çorak, H: Haydarlı, Y: Yukarı Nasırlı

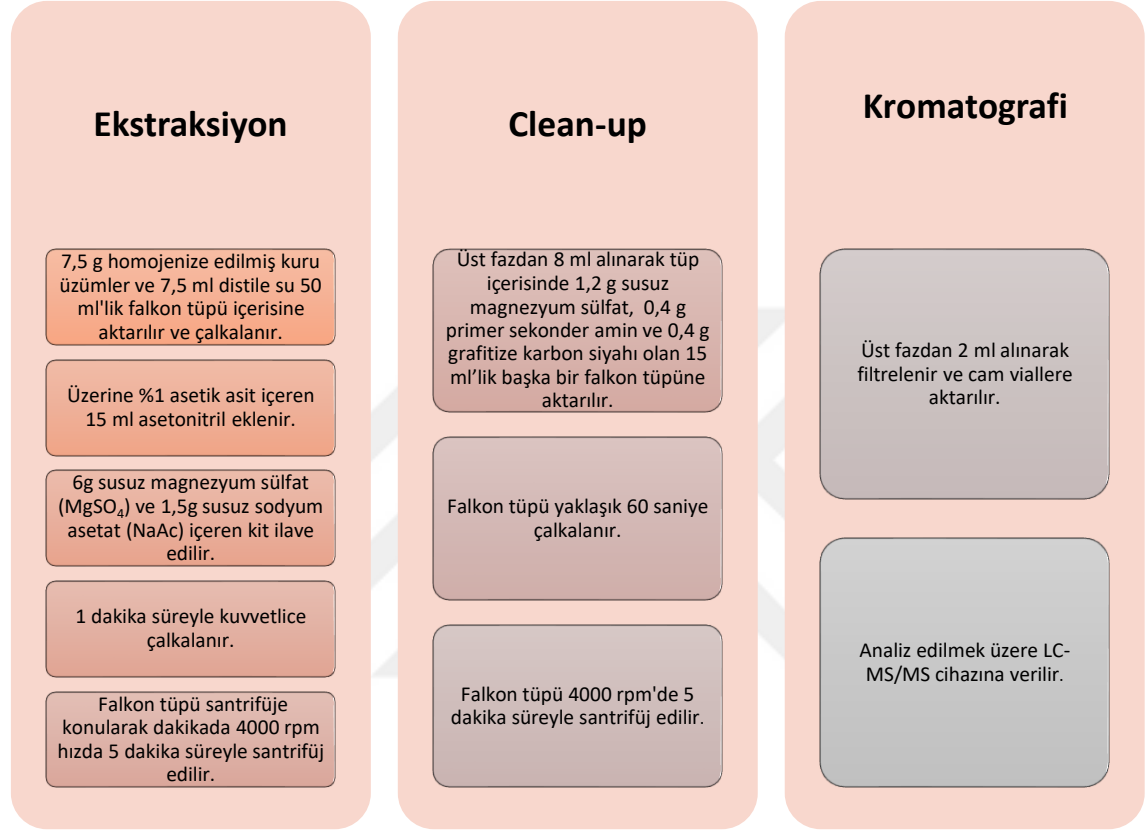
3.2. Yöntem

3.2.1. Numunelerin toplanması

Numuneler ticari olarak yoğun üretimin yapıldığı bağlardan alınmış olup ‘‘Bitkisel ve hayvansal orijinli gıda maddelerinde pestisit kalıntılarının resmi kontrolü için numune alma metotları talimatı’’na göre Bitkisel orijinli işlenmiş ürünler sınıfından (Diğer katı ürünler; Kurutulmuş meyve) en az 0,5 kg alınmış ve en geç 24 saat içerisinde araç içi buzdolabında uygun koşullarda muhafaza edilerek laboratuvara getirilmiştir (Anonim, 2016).

3.2.2. Numunelerin ekstraksiyonu ve clean-up

Modifiye edilen QuEChERS yöntemi temel olarak ekstraksiyon ve clean-up aşamasından oluşmaktadır (Şekil 2).



Şekil 2. QuEChERS analiz basamakları

Bu yöntemle göre izlenen adımlar detaylı bir şekilde aşağıda ifade edilmiştir.

- Analize alınan yaklaşık 0,5 kg numunenin tamamı öncelikle bir öğütücü yardımıyla homojenize edilmiştir Şekil 3.



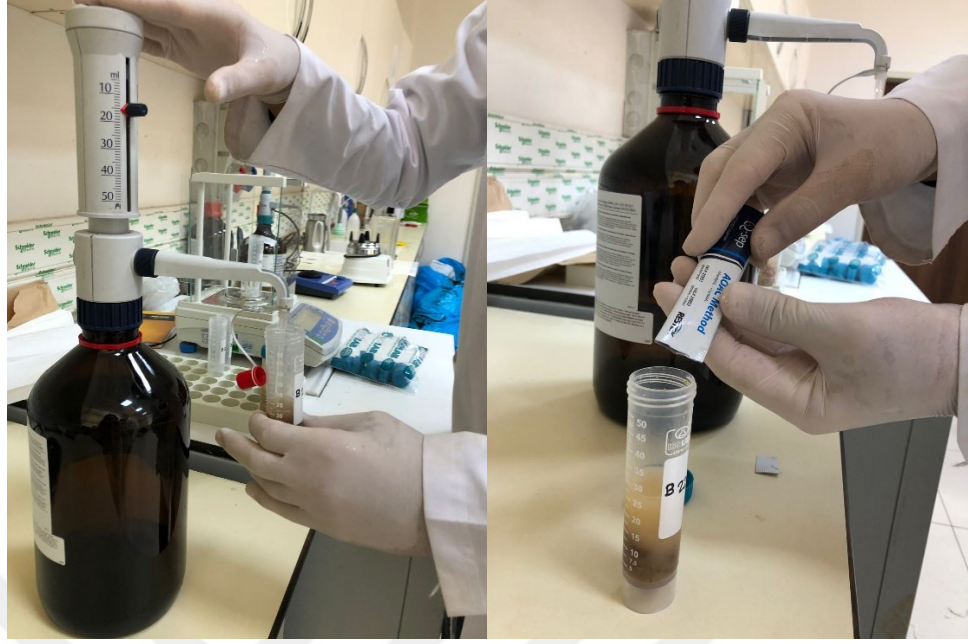
Şekil 3. Kuru üzüm homojenizasyonu

- Daha sonra homojen hale gelen numuneden 50 ml'lik falkon tüpü içerisine 7,5 g tartılarak konulmuş, üzerine 7,5 ml distile su ilave edilmiştir (Şekil 4).



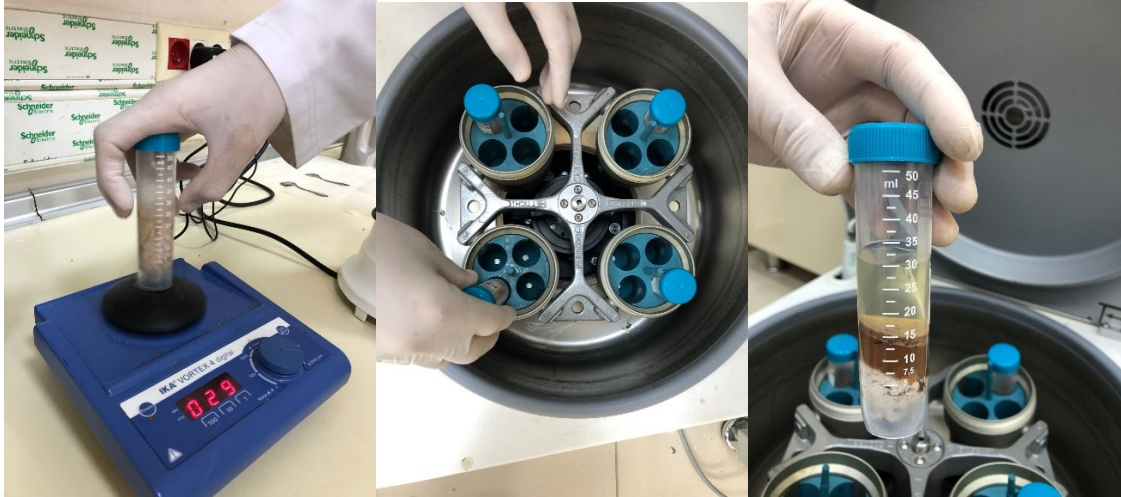
Şekil 4. Homojenize edilmiş numune tartımı

- Bu karışımın üzerine 15 ml %1 asetik asit (HAc) içeren asetronitril (MeCN), 6 g susuz magnezyum sülfat ($MgSO_4$) ve 1,5 g susuz sodyum asetat (NaAc) içeren kit ilave edilmiştir (Şekil 5).



Şekil 5. Solvent ve QuEChERS ekstraksiyon çözeltisinin eklenmesi

- Falcon tüpünün kapağı kapatıldıktan sonra 1 dakika süreyle vortexlenmiş, çalkalama işlemi tamamlandıktan sonra tüp santrifüje konularak dakikada 4000 devir hızda 5 dakika süreyle santrifüj edilmiştir. Böylece ekstraksiyon işlemi tamamlanmıştır (Şekil 6).



Şekil 6. Vortex ile karıştırma, santrifüj işlemi ve üst faz

- Santrifüj işlemi sonrasında tüp içerisinde oluşan üst fazdan 8 ml alınmış ve clean up işlemi için içerisinde 1,2 g susuz magnezyum sülfat, 0,4 g primer sekonder amin ve 0,4 g grafitize karbon siyahı olan 15 ml'lik başka bir falkon tüpe aktarılmıştır. Ağzı kapatılan tüp yaklaşık 60 saniye çalkalanmış ve yine 4000 devirde 5 dakika süreyle santrifüj edilmiştir. Böylece clean-up işlemi de tamamlanmıştır (Şekil 7).



Şekil 7. Üst fazdan 15 ml'lik tüpe aktarma, çalkalama ve santrifüj işlemi

- 15 ml'lik falkon tüp içerisinde santrifüj sonrası oluşan üst faz filtrelenerek alınmış LC-MS/MS'e verilmek üzere 2 ml'lik cam viallere konulmuştur (Şekil 8) (Lehotay ve ark., 2005).



Şekil 8. Filtreleme ve vial aktarma işlemi

3.2.3. Metot verifikasyon çalışmaları

Yöntem validasyonu/verifikasyonu, kalite güvencesinin (QA) ve kalite kontrolünün (QC) önemli bir bileşenidir. QuEChERS yöntemi genellikle iyi donanımlı laboratuvarlarda kullanıldığından yerel laboratuvarlarda validasyon/verifikasyona ihtiyaç vardır (Dülger ve Tiryaki, 2021). Metot performans kriterleri arasında doğrusalılık, LOD, LOQ, doğruluk, gerçeklik, kesinlik (tekrarlanabilirlik ve laboratuvar içi tekrarüretilebilirlik), belirsizlik ve matris etkisi yer alır. Metot, “Gıda ve Yemde Pestisit Kalıntıları Analizi İçin Analitik Kalite Kontrol ve Metot Validasyonu Prosedürleri (SANTE/11312/2021) dokümanı izlenerek doğrulanmıştır (SANTE, 2021; Balkan ve Yılmaz, 2022).

Doğrusallık için 7 noktalı (Blank, 5, 10, 25, 50, 100 ve 200 µg/kg) ve 3 tekrarlı enjeksiyon gerçekleştirilmiştir. Matris etkisini dengelemek üzere “matrix-matched kalibrasyon” kullanılmıştır (Balkan ve Karaağaçlı, 2023). LOD ve LOQ için pestisitten ari matris (kuru), 10 µg/kg seviyesinde çalış ma solüsyonu ile zenginleştirilerek (spike) 10 tekrarlı analiz gerçekleştirilmiş ve çıkan sonuçların standart sapması (SD) hesaplanmıştır. LOD'ler, hesaplanan SD değerinin üç katı, LOQ'lar ise 10 katı olarak hesaplanmıştır (Magnusson ve Örnemark, 2014). Pestisitlerin matristen geri kazanımı ve yöntemin kesinliği, beş tekrar halinde üç farklı konsantrasyon seviyesinde (10 ve 50 µg/kg) zenginleştirilmiş numunelerin analizleriyle belirlenmiştir. Tekrarlanabilirlik (RSD_r) aynı gün iki farklı analist tarafından çalışılarak değerlendirilmiştir. Laboratuvar içi tekrar üretilirlik (RSD_{wR}) ardışık beş haftada 2 analist tarafından gerçekleştirilmiştir. Kesinlik değerleri, bağıl standart sapma (RSD) olarak ifade edilmektedir. %RSD değerleri hesaplanarak, bu değerlerin ≤%20 koşulunu sağlayıp sağlamadığı kontrol edilmiştir. Gerçeklik ise; tekrarlanabilirlik ve tekrarüretilebilirlik çalışmalarından elde edilen geri kazanım değerlerinin %70-120 aralığına uygunluğu ile kontrol edilmiştir (SANTE, 2021). Cihazlardaki sonuçlar ve veri hesaplamaları “LabSolution® (5.97 version)” yazılımı kullanılarak hesaplanmıştır.

3.2.4. Cihaza ait bilgiler

Analizler, Shimadzu® LC–MS 8050 (Kyoto, Shimadzu Corporation, Japonya) modeli ile gerçekleştirilmiştir. LC–MS/MS sistemi: LC-30AD pompası × 2, SIL-20A otomatik örnekleyici, DGU-20A3R gaz giderici, CTO-20ACV kolon fırını ve triple kuadrupol (triple quadrupole) MS/MS dedektöründen oluşmaktadır. Purospher STAR RP-18 endcapped 2 µM, 2.1x100 mm (Merck, Almanya) boyut ve özelliğe sahip kolon kullanılmıştır. Cihaza ait çalışma koşulları Çizelge 3’te verilmiştir.

Çizelge 3. LC-MS/MS analiz koşulları

LC Koşulları (Nexera X2)		MS Koşulları (LCMS-8050)	
Kolon	Purospher STAR RP-18 endcapped (2,1 mm x 100 mm, 2 µm)	İyon Kaynağı	ESI (+/-)
Kolon Fırın Sıcaklığı	50 °C	Desolvation line sıcaklığı	250 °C
Mobil Faz A	10 mmol/L amonyum asetat/ distile su	Interface sıcaklığı	300 °C
Mobil Faz B	Metanol	Block heater sıcaklığı	400 °C
Akış Program	25%B. (0.5 dk)- 98%B. (10.5-13.0 dk)-25%B. (13.1-16 dk)	Nebulizing Gazı Akış Hızı	3 L/ dk
Akış Hızı	0.4 ml/ dk	Kurutma Gazı Akış Hızı	10.0 L/ dk.
Enjeksiyon Hacmi	10 µl	Isıtma Gazı Akış Hızı	15.0 L/ dk
Yıkama Solüsyonu	% 50 metanol-distile su	Dwell time (Minimum-Maksimum)	1-33 ms

3.2.4. Kalıntı analizleri

Ekstraksiyon ve clean-up işlemleri tamamlanmış olan numunelerdeki farklı yapılarıdaki pestisitlerin tespit edilebilmesi amacıyla doğrulanmış QuEChERS- LC-MS/MS metodu kullanılmıştır. Her örnekten 3 analitik porsiyon alınmış ve 3 tekerrürlü analiz yapılmıştır. Örneklerde saptanan pestisitler Avrupa Birliği Maksimum Kalıntı Limitleri (AB-MRL) dikkate alınarak değerlendirilmiştir (EU-MRL, 2023).

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

4.1. Metot Doğrulama Sonuçları

Kuru üzümelerde kalıntısı tespit edilen pestisit etken maddelerine ait metot doğrulama parametreleri çizelge 4’de yer almaktadır. Tespit edilen pestisitlerin kalibrasyonlarına ait korelasyon katsayıları (R^2) 0,9949 değerinin üzerinde bulunmuştur. LOD değerleri 0,85 ile 2,65 arasında, LOQ değerleri ise 2,83 ile 8,85 arasında hesaplanmıştır. Metot kapsamındaki geri alım değerleri %79,05-114,87, RSD değerleri %4,40-19,94 aralığında bulunmuştur (Çizelge 4). SANTE dokümanına göre metot performans kriterlerinin sağlanması için her bir etken maddenin %70-120 geri kazanım ve $\leq$ %20 RSD değerlerini karşılaması gerekmektedir. Tespit edilen pestisitlerin bu kriterleri karşıladığı görülmektedir (Çizelge 4).

Çizelge 4. Tespit edilen pestisitlerin metot doğrulama parametreleri

Pestisit	R^2	LOD	LOQ	Spike Seviyesi ($\mu\text{g/kg}$)					
				10			50		
				Gerialım	RSD _r	RSD _{Rw}	Gerialım	RSD _r	RSD _{Rw}
				(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
Boscalid	0,9949	2,65	8,84	94,83	8,85	5,28	83,16	4,80	4,91
Cypermethrin	0,9993	2,12	7,05	97,14	11,52	12,46	85,76	13,40	9,68
Flubendiamide	0,9973	2,49	8,29	96,89	11,01	13,68	110,15	13,66	10,41
Fluopyram	0,9953	1,56	5,22	99,37	9,71	9,57	96,78	5,53	5,61
Indoxacarb	0,9927	0,94	3,12	97,51	9,91	13,85	114,87	11,04	8,52
Malathion	0,9999	1,42	4,73	86,35	5,59	15,94	91,14	3,53	3,99
Pyrimethanil	0,9987	2,36	7,88	79,05	7,94	8,50	96,69	3,77	4,39
Spiroxamine	0,9997	0,85	2,83	85,85	2,40	5,15	93,03	3,82	1,99

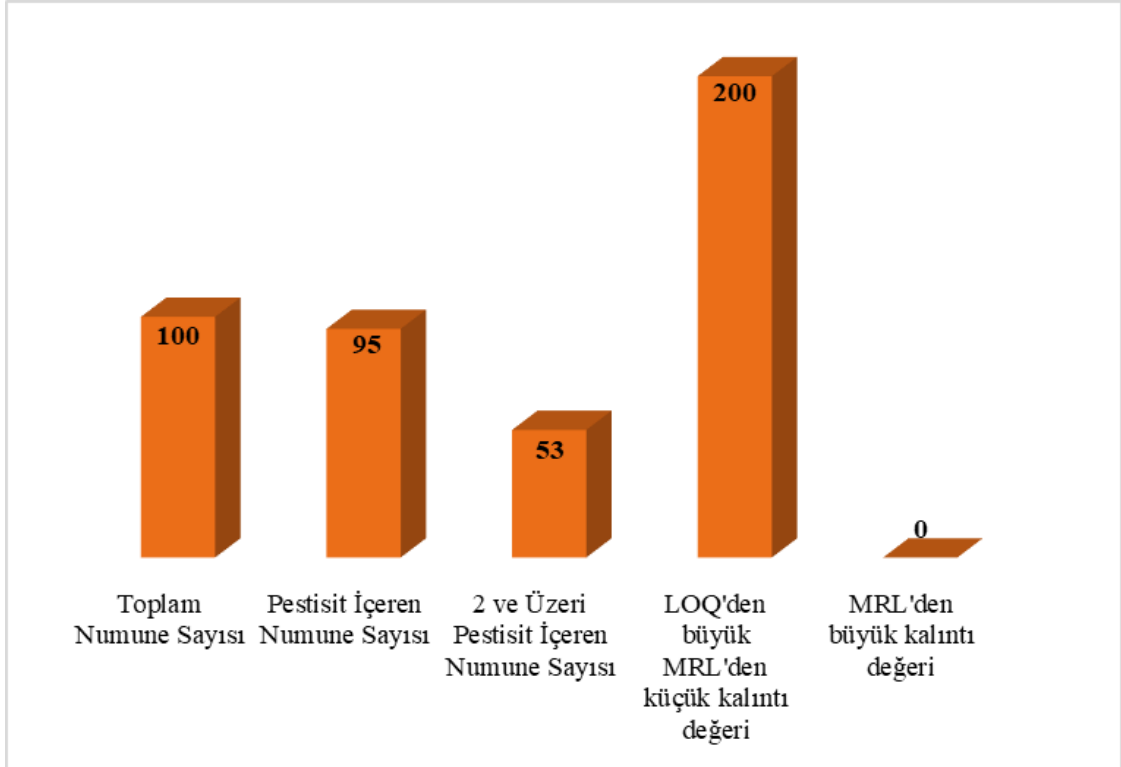
4.2. Pestisit Kalıntı Miktarları

100 adet kuru üzüm numunesinde yapılan pestisit kalıntı analizi sonuçları özet olarak Çizelge 5’te verilmiştir. Tüm sonuçlara ait değerler ise Ek 2’de mevcuttur.

Çizelge 5. Kuru üzüm numunelerinde tespit edilen pestisitler

Tespit edilebilir seviyede pestisit bulunan numune sayısı (%)	Tespit edilen pestisitler	Pestisit bulunan örnek sayısı	Kalıntı miktarları (mg/kg)		AB-MRL* (mg/kg)	MRL'den büyük numune sayısı
			En düşük	En yüksek		
95 (95)	Boscalid	19	0,013	0,123	5	-
	Cypermethrin	90	0,010	0,219	0,5	-
	Flubendiamide	2	0,031	0,121	2	-
	Fluopyram	50	0,010	0,082	2	-
	Indoxacarb	2	0,014	0,016	2	-
	Malathion	1	0,012		0,02	-
	Pyrimethanil	18	0,011	0,049	5	-
	Spiroxamine	1	0,016		0,6	-

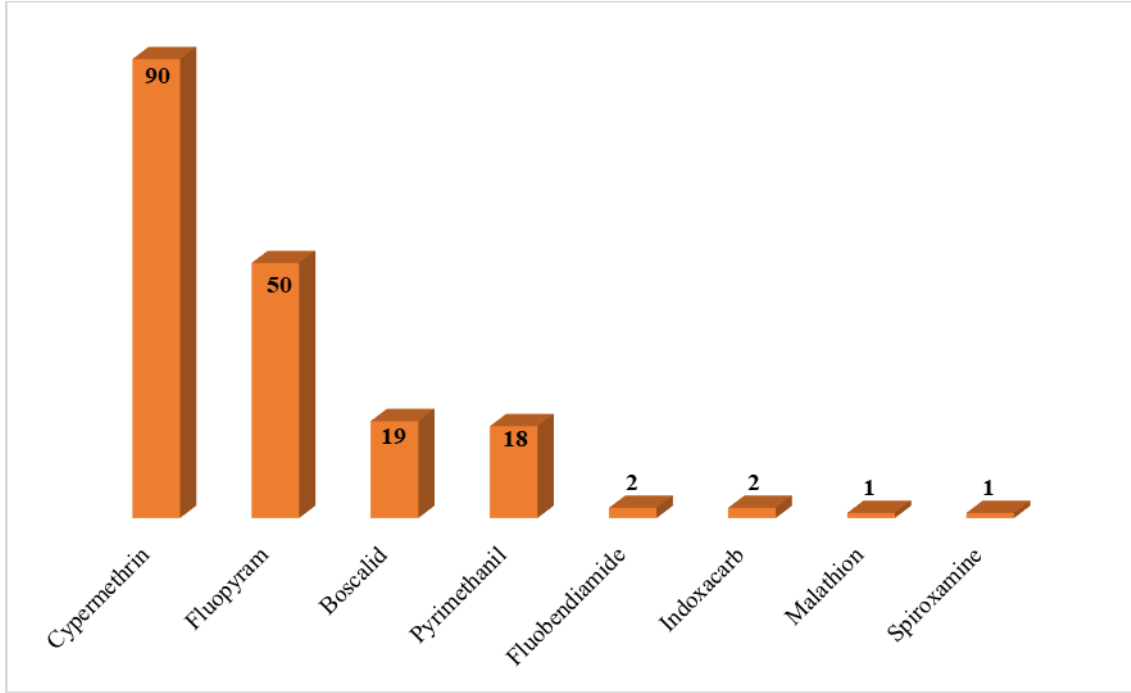
*EU-MRL, 2023



Şekil 9. Kuru üzümlerdeki pestisit kalıntı düzeyleri

Çalışmada 100 adet kuru üzüm numunesinin 95'inde en az bir pestisit kalıntısı tespit edilmiştir. Bu numunelerin 42'sinde 1, 53'ünde ise 2 ve üzeri pestisit kalıntısı bulunmuştur. Tespit edilen 200 pestisit kalıntı değerinin tamamı LOQ ve MRL arasında

bulunmuştur. MRL üzerinde herhangi bir kalıntı değeri tespit edilememiştir (Şekil 9). Analiz sonuçlarına göre üzüm numunelerinde 8 farklı pestisit etken maddesi tespit edilmiştir (Çizelge 5). Bunların 3'ü insektisit grubundan cypermethrin, indoxacarb ve malathion, 5'i ise fungusit grubundan boscalid, flubendiamide, fluopyram, pyrimethanil ve spiroxamine etken maddeleridir.



Şekil 10. Tespit edilen pestisitler ve bulunma sıklıkları

Kuru üzüm numunelerinde tespit edilen etken maddeler Şekil 10'da verilmiştir. En fazla tespit edilen etken maddeler cypermethrin, fluopyram, boscalid ve pyrimethanil'dir. Bitki Koruma Ürünleri (BKÜ) veri tabanında cypermethrin: 200 g/l cypermethrin (PHI: 7 gün) Salkım güvesi (*Lobesia botrana*)'ne karşı; fluopyram: 200 g/l Fluopyram + 200 g/l Tebuconazole (PHI: 14 gün) Bağ küllemesi (*Erysiphe necator*)'ne karşı; boscalid: 200 g/l boscalid + 100 g/l kresoxim-methyl, %50 boscalid (PHI: 28 gün) Bağ küllemesi (*Erysiphe necator*)'ne karşı; pyrimethanil: 300 g/l pyrimethanil (PHI: 7 gün) Kurşuni küf (*Botrytis cinerea*)'e karşı ruhsatludur (BKÜ, 2023).

Ülkemizde kuru üzüm ile ilgili yapılan pestisit kalıntı çalışmaları incelendiğinde Pire (2001), Ege Bölgesi'nde hasat sonrası toplanan kuru üzüm örneklerinde parathion-methyl, procymidone, bromopropylate, lambda-cyhalothrin, cypermethrin ve deltamethrin tespit etmiş, lambda-cyhalothrin, cypermethrin ve deltamethrin'in MRL

üzerinde olduğunu bildirmiştir. Tatlı (2006), Ege bölgesinde kuru üzümde chlorpyrifos-ethyl, lambda-cyhalothrin, chlorpyrifos-methyl, deltamethrin, dichlofluanid, kresoxim-methyl, procymidone ve monocrotophos etken maddelerini tespit etmiştir. Örnek (2008), Ege bölgesi, kuru üzüm örneklerinde deltamethrin, lambda-cyhalothrin, chlorpyrifos-ethyl, chlorpyrifos-methyl, iprodione, procymidone, dichlofluanid etken maddelerini tespit etmiştir. Turgut ve ark., (2010), Ege bölgesinde kurutulmuş üzümde pestisit kalıntılarını tespit için yaptıkları çalışmada kurutulmuş üzümde chlorpyrifos-ethyl, chlorpyrifos-methyl, deltamethrin, lambda-cyhalothrin, dichlofluanid, iprodione ve procymidone etken maddelerini tespit etmişlerdir. Ege bölgesindeki iki çalışmada da lambda-cyhalothrin, chlorpyrifos ethyl ve methyl'in MRL üzeri değerlerde olduğu bildirilmiştir. Dinçay ve ark., (2017), yaptıkları çalışmada kuru üzümde boscalid, cypermethrin, fluopyram, indoxacarb ve pyrimethanil etken maddelerini tespit etmişlerdir. Araştırmacılar pyrimethanil'in posalı kuru üzümde MRL değerinin aştığını belirtmişlerdir. Türkiye'de daha önce kuru üzümde yapılan pestisit kalıntı çalışmalarına bakıldığında; boscalid, cypermethrin ve pyrimethanil etken maddelerinin benzer olarak tespit edildiği görülmektedir. Ayrıca daha önce yapılan çalışmalarda bazı pestisitler MRL üzerinde tespit edilmişken bizim çalışmamızda MRL üzeri bir değer tespit edilmemiştir. Adıyaman bölgesinde tespit edilen kalıntı değerlerinin MRL altı çıkması, cypermethrin'in çiçeklenme öncesi ve çiçeklenme sonrası koruk gelişiminin erken evresinde kullanılıyor olması, pyrimethanil'in ise erken dönemde uygulanmasından kaynaklanabilir. Cypermethrin yörede 1-2 kez uygulanmakta, pyrimethanil ise 1 kez uygulanmaktadır. Yapılan bu uygulamalar vejetasyon döneminde yörede orantılı nemin yüksek olmaması nedeniyle kâfi gelmekte, herhangi bir mükerrer ilaçlamaya gereksinim duyulmamaktadır. Ege bölgesinde ise nem oranının yüksek olması uygulama sayısının artmasına neden olmaktadır. Ayrıca son ilaçlama ile hasat arasındaki geçmesi gereken süre en az 20 gün olması nedeni ile tespit edilen değerler MRL üzerine çıkmamıştır.

Yurt dışında kuru üzümde pestisit kalıntılarına ilişkin araştırmalar incelendiğinde; Constantinou ve ark., (2021), yaptıkları çalışmada kuru üzümde pyrimethanil, boscalid, cyprodinil, fludioxonil, tebuconazole, indoxacarb, fenhexamid ve imidacloprid tespit etmişler, bu pestisitlerden 10 tanesinin AB'de ruhsatsız olduklarını

bildirmişlerdir. Toplamda, 6 pestisit (carbendazim, ethion, fenpropatrin, fenvalerate, iprodione ve phosmet) maksimum kalıntı limitlerini ihlal ettiğini kaydetmişlerdir.

Farshidi ve ark., (2023), kuru üzüm örneklerinde diazinon, permethrin, chlorpyrifos, ethion, kresoxim-methyl, penconazole, phosalone, malathion, bromopropylate, fenvalerate, metalaxyl, azoxystrobin, cypermethrin, fenpropathrin, fenitrothion, piperonyl-butoxide ve difenoconazole etken maddelerinin kalıntılarını kaydetmişlerdir. Yurtdışında yapılan çalışmalarla mukayese edildiğinde yaptığımız tez çalışmasında kuru üzüm numunelerinde benzer olarak boscalid, cypermethrin, indoxacarb ve pyrimethanil etken maddeleri bulunduğu sonucuna ulaşılmaktadır.

SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu çalışmada, Adıyaman ili Besni ve Gölbaşı ilçelerinde üretilen ve kurutulan üzüm numunelerindeki pestisit kalıntılarını belirlemek amacıyla yapılmıştır. Çalışma kapsamında, toplam 260 farklı pestisit etken maddesi taranmış, analiz edilen 100 adet kuru üzüm numunesinin %95'inde en az bir pestisit kalıntısı tespit edilmiştir. Çoklu pestisit kalıntısı açısından bakıldığında, incelenen numunelerin 42'sinde bir, 53'ünde ise iki veya daha fazla pestisit kalıntısı bulunmuştur. Bu durum birden fazla pestisit aynı üzüm numunesinde bulunabileceğini göstermektedir. Tespit edilen 200 pestisit kalıntı değeri, LOQ (Hesaplama limiti) ve MRL (Maksimum kalıntı limitleri) arasında bulunmuştur. Elde edilen sonuçlar kalıntı değerlerinin altında olduğunu göstermektedir. Bu durum kuru üzümdeki pestisit kalıntılarının insan sağlığı için daha az risk oluşturmaktadır. Analiz sonuçlarına göre, Besni üzüm (kuru) numunelerinde 8 farklı pestisit etken maddesi tespit edilmiştir. Bu pestisitler, 3 farklı insektisit (cypermethrin, indoxacarb ve malathion) ile 5 farklı fungusitten (boscalid, flubendiamide, fluopyram, pyrimethanil ve spiroxamine) oluşmaktadır. Bu bulgular, bölgedeki üzüm yetiştiriciliği için kullanılan pestisitlerin çeşitliliğini de göstermektedir. Bu bağlamda rutin kalıntı izleme çalışmaları yapılmalı, MRL'leri aşan pestisitlerin durumu hassasiyetle tartışılmalıdır. Bu çalışmalar özellikle yasal olarak belirlenmiş MRL'ler ile uyumun belirlenmesi, tespit edilen kalıntıların nedeninin belirlenmesi ve MRL'leri aşan örnekler için sağlık riskinin değerlendirilmesinde önem kazanmaktadır. Sonuçlar, bölgedeki üzüm üretiminde pestisit kullanımının izlenmesi ve gıda güvenliğinin sağlanması adına önemli bir referans olabilir.

5. KAYNAKLAR

- Altındağ, S. ve Özgökçe, S. M., 2006. Van İlinde Örtü Altı Hıyar Yetiştiriciliğinde Dichlorvos ve Dichlofol Uygulamalarından Sonra Kalıntı Miktarı Belirlenmesi. Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarım Bilimleri Dergisi, 16(1), 63-68.
- Ashraf, H. N., Walayat, N., Saleem, M. H., Niaz, N., Hafeez, A., Atiq, M. N., Chattha, M. S., EL-Sheikh, M. A. ve Ali, S., 2022. Determination of pesticide residues from grapes procured from different markets using through high performance liquid chromatography HPLC. Pakistan Journal of Botany 54(2), 737-741.
- Anonim, 2016. Bitkisel ve Hayvansal Orijinli Gıda Maddelerinde Pestisit Kalıntılarının Resmi Kontrolü İçin Numune Alma Metotları Talimatı http://www.tarim.gov.tr/Belgeler/Mevzuat/Talimatlar/gkgm/pestisit_numune_alma.pdf. (Erişim tarihi: 16.07.2021).
- Anonim, 2023. Adıyaman haritası. <https://s.milimaj.com/others/image/harita/adiyaman-ili-haritasi.png> (Erişim tarihi: 15.09.2023).
- Ay, R., Karaca, İ. ve Seçilmiş, H., 2003. Isparta ilindeki elma bahçelerinde yaygın kullanılan chlorpyrifos ve diazinon'un kalıntı düzeylerinin HPLC ile belirlenmesi. Türkiye Entomoloji Dergisi, 27(4), 293-304.
- Ay, R., Yaşar, B., Demirözer, O., Aslan, B., Yorulmaz, S., Kaya M. ve Karaca, İ., 2007. Isparta İli elma bahçelerinde yaygın kullanılan bazı ilaçların kalıntı düzeylerinin belirlenmesi. Türkiye Entomoloji Dergisi, 31 (4), 297-306.
- Bakırcı, G. T., Acay, D. B. Y., Bakırcı, F. ve Ötleş, S., 2014. Pesticide residues in fruits and vegetables from the Aegean region, Turkey. Food Chemistry, 160, 379-392.
- Bakırcı, T. G., Çınar, E. ve Karakaya, E., 2019. Manisa İlinden Toplanan Asma Yapraklarında Pestisit Kalıntıları. Dokuz Eylül Üniversitesi, Seferihisar Fevziye Hepkon Uygulamalı Bilimler Yüksekokulu, Seferihisar, İzmir 2EDGE Gıda Kontrol ve Araştırma Laboratuvarı, Bornova, İzmir Akademik Gıda 17(1), 55-60.
- Balkan, T. ve Kara, K., 2020. Determination of Pesticide Residues in Sour Cherry used in the Sour Fruit Juice Production in Tokat provinces. Turkish Journal of Agriculture-Food Science and Technology, 8, 106-110.

- Balkan, T. ve Kara, K., 2022. Determination of pesticide residues and risk assessment in some vegetables grown in Tokat province. *Plant Protection Bulletin*, 62(2), 26-35.
- Balkan, T. ve Yılmaz, Ö., 2022a. Method validation, residue and risk assessment of 260 pesticides in some leafy vegetables using liquid chromatography coupled to tandem mass spectrometry. *Food Chemistry*, 384: 132516.
- Balkan, T. ve Yılmaz, Ö., 2022b. Investigation of insecticide residues in potato grown in Türkiye by LC-MS/MS and GC-MS and health risk assessment. *Turkish Journal of Entomology*, 46(4), 481-500.
- Balkan, T. ve Kara, K., 2023a. Dissipation kinetics of some pesticides applied singly or in mixtures in/on grape leaf. *Pest management science*, 79(3), 1234–1242.
- Balkan, T. ve Kara, K., 2023b. Pesticide residues in sauce manufactured from agricultural products. *International Journal of Agriculture Environment and Food Sciences*, 7(1), 131-135.
- Balkan, T. ve Karaağaçlı, H., 2023. Determination of 301 pesticide residues in tropical fruits imported to Turkey using LC–MS/MS and GC-MS. *Food Control*, 109576.
- Bouagga, A., Chaabane, H., Toumi, K., Mougou Hamdane, A., Nasraoui, B. ve Joly, L., 2019. Pesticide residues in Tunisian table grapes and associated risk for consumer's health. *Food additives ve contaminants. Part B, Surveillance*, 12(2), 135–144.
- Burcak, A. A., Duru, A. ve Örnek, H., 2015. Bitki koruma ürünleri ve pestisit kalıntıları. *Tarımsal Araştırmalar ve Politikalar Genel Müdürlüğü Ankara s;* 103-115.
- BKÜ, 2023. Bitki Koruma Ürünleri Veritabanı, <https://bku.tarimorman.gov.tr/Kullanım/TavsiyeArama?csrt=278982086205620932> (Erişim tarihi: 17.07.2023).
- Cabras, P. ve Conte, E., 2001. Pesticide residues in grapes and wine in Italy. *Food Additive Contamniant*, 18(10), 880-8855.
- Cangi, R., Yanar, Y., Yağcı, A., Topçu, N., Sucu, S. ve Dülgeroğlu, Y., 2014. Narince Üzüm Çeşidinin Yapraklarında Farklı Fungisit Uygulamaları ve Salamura Yöntemlerine Bağlı Olarak Fungisit Kalıntı Düzeylerinin Belirlenmesi. *Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Ziraat Fakültesi Dergisi*, 31 (2), 23-30

- Cingöz, Ş., 2013. Kurutma işleminin üzümlerdeki bazı pestisit kalıntıları üzerine etkisi. Yüksek Lisans Tezi, Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü/Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Tokat.
- Constantinou, M., Louca-Christodoulou, D., ve Agapiou, A., 2021. Method validation for the determination of 314 pesticide residues using tandem MS systems (GC–MS/MS and LC-MS/MS) in raisins: Focus on risk exposure assessment and respective processing factors in real samples (a pilot survey). Food Chemistry, 360, 129964.
- Cönger, E., Aksu, P., Yiğit, N., Dokumacı, B. S. ve Burçak, A., 2012. Bazı pestisitlerin sebzelerdeki kalıntı davranışlarının belirlenmesi üzerine çalışmalar. Bitki Koruma Bülteni, 52(3), 273-288.
- Çatak, H. ve Tiryaki, O., 2020. Insecticide residue analyses in cucumbers sampled from Çanakkale open markets. Turkish Journal of Entomology, 44 (4), 449-460.
- Demir, S., Tosunoğlu, H. ve Altan, D., 2019. Natürel Sızma Zeytinyağlarında Bazı Pestisit Kalıntılarının GPC-GC Yöntemiyle Belirlenmesi. Gıda ve Yem Bilimi Teknolojisi Dergisi, 22, 11-18.
- Demiray, A. ve Hatırlı, S. A., 2022. Dünya Kuru Üzüm Piyasasında Türkiye'nin Pazar Gücü. Eğitim yayınevi, İstanbul, 126s.
- Deveci, B., Golge, O. ve Kabak, B., 2023. Quantification of 363 Pesticides in Leafy Vegetables (Dill, Rocket and Parsley) in the Turkey Market by Using QuEChERS with LC-MS/MS and GC-MS/MS. Foods, 12(5), 1034.
- Dinçay, O. ve Civelek, S. H., 2012. Muğla ili Ortaca Bölgesi turunçgil ekosistemlerindeki insektisit kalıntılarının belirlenmesi. Türkiye Entomoloji Bülteni, 7(1), 31-40.
- Dinçay, O., İsfendiyoğlu, G. ve Aydın, A., 2017. Determination and Comparison of Pesticide Residues in Fresh Grapes Harvested from Different Vineyards and Raisins Obtained from Fresh Grapes After Two Different Drying Methods. Turkish Journal of Agriculture - Food Science and Technology, 5(9), 1031–1037.
- Duman, A. ve Tiryaki, O., 2022. Determination of chlorpyrifos-methyl, lambda-cyhalothrin and tebuconazole residues in Sultana seedless grapes sprayed with pesticides under farmer's conditions. Journal of environmental science and

- health. Part. B, Pesticides, food contaminants, and agricultural wastes, 57(4), 325–332.
- Durmuşoğlu, E. ve Çelik, C., 2002. Kemalpaşa (İzmir) İlçesi'nde Yetiştirilen Kirazlarda Bazı Organik Fosforlu İnsektisit Kalıntıları Üzerinde Araştırmalar, Ege Üniversitesi, Ziraat Fakültesi Dergisi, 39, 65–72.
- Durmuşoğlu, E., 2002. İzmir'de pazara sunulan domates ve hıyarlarda bazı organik fosforlu insektisit kalıntılarının saptanması üzerinde araştırmalar. Türkiye Entomoloji Dergisi, 26 (2), 93-104.
- Dülger, H. ve Tiryaki, O., 2021. Investigation of pesticide residues in peach and nectarine sampled from Çanakkale, Turkey, and consumer dietary risk assessment. Environmental monitoring and assessment, 193(9), 561.
- Ersoy, N., Tatlı, Ö., Özcan, S., Evcil, E., Coşkun, L. ve Erdoğan, E., 2011a. Bazı Tropikal ve Suptropikal Meyve Türlerinde Pestisit Kalıntıları. Selçuk Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi, 25(2), 81-88.
- Ersoy, N., Tatlı, Ö., Özcan, S., Evcil, E., Coşkun, L. Ş., Erdoğan, E. ve Keskin, G., 2011b. Üzüm ve Çilekte Pestisit Kalıntılarının LC-MS/MS ve GC-MS ile Belirlenmesi. Selçuk Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi, 25(2), 70-80.
- Eryılmaz, M., 2023. Manisa İlinde Üretilen Üzümlerde Pestisit Kalıntı Düzeylerinin Tespiti Üzerine Araştırmalar. Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Bitki Koruma Ana Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Tokat.
- EU-MRL, 2023. EU Pesticide Database. (<https://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/eu-pesticides-database/start/screen/mrls>) (Erişim Tarihi: Aralık 2023).
- FAO, 2022a. Cropsdata. (<http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC>) (Erişim tarihi: 20.02.2022).
- FAO, 2022b. Pesticide Use. <https://www.fao.org/faostat/en/#data> Input/Pesticide use. (Erişim Tarihi: Nisan 2022).
- FAO, 2022c. Pesticide indicators. <https://www.fao.org/faostat/en/#data> Sustainability indicators/ Pesticide indicators (Erişim Tarihi: Nisan 2022).
- Farshidi, M., Mohebbi, A., Moludi, J., ve Ebrahimi, B., 2023. Evaluation of Ready-to-Eat Raisins Marketed in Iran: Physicochemical Properties, Microbiological Quality, Heavy Metal Content, and Pesticide Residues. Erwerbs-obstbau, 65(4), 1013-1025.

- Gazioğlu Şensoy, R., Ersayar, L., ve Doğan, A., 2017. Determination of Pesticide Residue Amounts in Fresh Grapes, Raisins and Pickled Grape Leaves Sold in Van Province. *Yuzuncu Yıl University Journal of Agricultural Sciences*, 27(3), 436-446.
- Golge, O. ve Kabak, B., 2018. Pesticide residues in table grapes and exposure assessment. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 66(7), 1701-1713.
- Gölge, Ö., 2020. Alanya ve Gazipaşa’da Üretilen Avokadolarda Pestisit Kalıntı Varlığının Araştırılması ve Quechers Analiz Metodunun Verifikasyonu. *Uluslararası Tarım ve Yaban Hayatı Bilimleri Dergisi*, 6(2), 229-245.
- Gormez, E., Golge, O., González-Curbelo, M. Á. ve Kabak, B., 2023a. Monitoring and Exposure Assessment of Fosetyl Aluminium and Other Highly Polar Pesticide Residues in Sweet Cherry. *Molecules*, 28(1), 252.
- Gormez, E., Golge, O., González-Curbelo, M. Á. ve Kabak, B., 2023b. Pesticide Residues in Mandarins: Three-Year Monitoring Results. *Molecules*. 2023; 28(14):5611.
- Güçer, Y., Poyrazoğlu, E. S. ve Artık, N., 2021. Soğuk maserasyon ile üretilen Kalecik Karası şirasının uçucu aroma bileşenleri dağılımının belirlenmesi. *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 36 (3), 1531-1538. DOI: 10.17341/gazimmfd.719047.
- Güncan, A. ve Durmuşoğlu, E., 2003. Mustafakemalpaşa (Bursa)'da yetiştirilen sanayi domatesinde bazı organik fosforlu insektisit kalıntıları üzerinde araştırmalar. *Türkiye Entomoloji Dergisi*, 27 (3), 223-230.
- Güngör, T., Urkun, T. ve Er, E., 2003. Gıdalarda katkı kalıntı ve bulaşanların izlenmesi. *Bursa Gıda Kontrol Araştırma Enstitüsü Yayını*, 6, 39-44.
- Güvener, A. ve Günay, Y., 1967. Kiraz ve mandarinlerde rogor bakiyeleri üzerine araştırmalar, *Bitki Koruma Bülteni*. 7 (1), 17-29.
- Güvener, A., Küçükkalıpçı, F., Koçer, F. ve Nurlu, K., 1986. Gıda maddelerinde tarımsal ilaç bakiyelerinin araştırılması. *TUBİTAK, TOAG/497*, 1-71.
- İçli, N. ve Tahmas Kahyaoğlu, D., 2020. Investigation of pesticide residues in fresh Sultani grapes and antioxidant properties of fresh/sun-dried/oven-dried grapes. *Turkish Journal of Agriculture and Forestry*, 44(4), 350-360.

- Kanbolat, M., 2021. Tokat ilinde üretilen bazı yaş meyvelerdeki pestisit kalıntı düzeylerinin tespiti üzerine araştırmalar. Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Bitki Koruma Ana Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Tokat.
- Kanbolat, M., Kara, K. ve Balkan, T., 2023. Verification of QuEChERS Method for the Analysis of Pesticide Residues and Their Risk Assessment in Some Fruits Grown in Tokat, Turkey. *Journal of Agricultural Sciences*, 29(2), 573-588.
- Kaya, T. ve Tuna, A. L., 2019. İzmir ilindeki üç halk pazarından alınan meyve ve sebze örneklerindeki pestisit kalıntı miktarının araştırılması. *Türkiye Tarımsal Araştırmalar Dergisi*, 6(1), 32-38.
- Kazar Soydan, D., Turgut, N., Yalçın, M., Turgut, C., ve Karakuş, P. B. K., 2021. Evaluation of pesticide residues in fruits and vegetables from the Aegean region of Turkey and assessment of risk to consumers. *Environmental Science and Pollution Research*, 28, 27511-27519.
- Lehotay, S. J., Maštovská, K. ve Lightfield, A. R., 2005. Use of buffering and other means to improve results of problematic pesticides in a fast and easy method for residue analysis of fruits and vegetables. *Journal of AOAC Inter.* 88(2), 615-629.
- Lentza-Rizos, C., ve Kokkinaki, K., 2002. Residues of cypermethrin in field-treated grapes and raisins produced after various treatments. *Food Additives and Contaminants*, 19(12), 1162-1168.
- Mahdavi, V., Gordan, H., Peivasteh-Roudsari, L., ve Fakhri, Y., 2022. Carcinogenic and non-carcinogenic risk assessment induced by pesticide residues in commercially available ready-to-eat raisins of Iran based on Monte Carlo Simulation. *Environmental Research*, 206, 112253.
- Nalcı, T., Dardeniz, A., Polat, B., ve Tiryaki, O., 2018. Erkenci ve Orta Geç/Son Turfanda Üzüm Çeşitlerinin Pestisit Kalıntı Miktarlarının QuEChERS Analiz Yöntemi ile Belirlenmesi. *ÇOMÜ Ziraat Fakültesi Dergisi*, 6(özel sayı), 39-44.
- Otacı, C. ve Güvener, A., 1959. Hexachlorbenzenle ilaçlanmış tohumluk buğdaylarda hexachlorbenzen tayini. *Bitki Koruma Bülteni*, 1(2), 26-29.

- Otacı, C., 1972. Marmara Bölgesi'nde Salkım güvesi'nin bio-ekolojisi ve savaşı için kullanılan ilaçların bakiye durumları üzerinde araştırmalar. Zirai Mücadele Araştırma Yıllığı, 49-50.
- Otacı, C., Tuğlular, P., Turhan, K., Barkın, S. ve Ertuğrul, G., 1972. Sebzelerde parathion bakiyeleri, Bitki Koruma Bülteni. 12 (2): 124-128.
- Otacı, C., 1974. Ege ve Güney Anadolu bölgesinde zarar yapan Salkım güvesi'ne (*Lobesia botrana* Schiff) karşı ilaç denemelerinde kullanılan bazı ilaçların bakiye durumları üzerinde araştırmalar. Zirai Mücadele Araştırma Yıllığı, 30-31.
- Örnek, H., 2008. Ege Bölgesi Bağlarından Elde Edilen Yaş ve Kuru Üzümlerde Bazı Pestisit Kalıntılarının ve Risk Durumunun Araştırılması. Adnan Menderes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bitki Koruma Anabilim Dalı. Aydın.
- Özata, K., 2012. Tokat yöresinde üretilen salamuralık asma yapraklarında pestisit kalıntı düzeylerinin belirlenmesi (Yüksek lisans tezi). Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bahçe Bitkileri Anabilim Dalı, Tokat.
- Özel, E. ve Tiryaki O., 2019. Elma ve işlenmiş ürünlerinde imidacloprid ve indoxacarb kalıntılarının belirlenmesi. Bitki Koruma Bülteni, 59(2), 23-32.
- Pire, R., 2001. Kuru Üzümlerdeki Bazı Pestisit Kalıntılarının GC/ECD (Gaz Kromatografisi/Elektron Yakalama Dedektörü) ve GC/MS (Gaz Kromatografisi/Kütle Spektrometresi) Teknikleri ile Analizi. Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, İzmir.
- Polat, B. ve Tiryaki, O., 2018. Çanakkale İli Açık Alan Domates Yetiştiriciliğinde Pestisit Kalıntılarının QuEChERS Yöntemi ile Araştırılması. ÇOMÜ Ziraat Fakültesi Dergisi, 6(1), 71-79.
- Polat, B. ve Tiryaki, O., 2020. Assessing washing methods for reduction of pesticide residues in Capia pepper with Lc-Ms/Ms. Journal of Environmental Science and Health Part B-Pesticides Food Contaminants And Agricultural Wastes, 55(1), 1-10.
- Polat, B., 2021. Reduction of some insecticide residues from grapes with washing treatments. Türkiye Entomoloji Dergisi, 45 (1), 125-137.
- Polat, B. ve Tiryaki, O., 2023. Determination of fungicide residues in soil using QuEChERS coupled with LC-MS/MS, and environmental risk assessment. Environ Monit Assess, 195, 986.

- Poulsen, M. E., Hansen, H. K., Sloth, J. J., Christensen, H. B. ve Andersen, J. H., 2007. Survey of pesticide residues in table grapes: Determination of processing factors, intake and risk assessment, *Food Additives and Contaminants*, 24(8), 886-895.
- Rahimi, A., Heshmati, A., ve Nili-Ahmadabadi, A., 2022. Changes in pesticide residues in field-treated fresh grapes during raisin production by different methods of drying. *Drying Technology*, 40(8), 1715-1728.
- RASFF, 2023. Rapid Alert System for Food and Feed. <https://webgate.ec.europa.eu/rasff-window/screen/list>. (Erişim Tarihi: Eylül 2023).
- Sabale, R., Shabeer, T. A., Utture, S. C., Banerjee, K., Jadhav, M. R., Oulkar, D. P., ve Deshmukh, M. B., 2014. Dissipation kinetics, safety evaluation, and assessment of pre-harvest interval (PHI) and processing factor for kresoxim methyl residues in grape. *Environmental monitoring and assessment*, 186, 2369-2374.
- Schusterova, D., Hajslova, J., Kocourek, V. ve Pulkrabova, J., 2021. Pesticide Residues and Their Metabolites in Grapes and Wines from Conventional and Organic Farming System. *Foods (Basel, Switzerland)*, 10(2), 307.
- Shabeer T. P. A., Girame, R., Hingmire, S., Banerjee, K., Sharma, A. K., Oulkar, D., ve Jadhav, M., 2015a. Dissipation pattern, safety evaluation, and generation of processing factor (PF) for pyraclostrobin and metiram residues in grapes during raisin preparation. *Environmental monitoring and assessment*, 187, 1-8.
- Shabeer T. P. A., Banerjee, K., Jadhav, M., Girame, R., Utture, S., Hingmire, S., ve Oulkar, D., 2015b. Residue dissipation and processing factor for dimethomorph, famoxadone and cymoxanil during raisin preparation. *Food chemistry*, 170, 180-185.
- Shabeer, T. P. A., Jadhav, M., Girame, R., Hingmire, S., Bhongale, A., Pudale, A., ve Banerjee, K., 2017. Targeted screening and safety evaluation of 276 agrochemical residues in raisins using buffered ethyl acetate extraction and liquid chromatography–tandem mass spectrometry analysis. *Chemosphere*, 184, 1036-1042.
- Serbes, E. B. ve Tiryaki, O., 2023. Determination of insecticide residues in “Bayramiç Beyazı” nectarines and their risk analysis for consumers. *Turkish Journal of Entomology*, 47(1), 73-85.

- Sucu, M., 2006. Tarih Kültür ve Medeniyet Diyarı Besni. ISBN:975-95588-2-3, Ankara, 334s.
- Tatlı, Ö., 2006. Ege Bölgesine Özgü Bazı Yaş Meyve, Sebze ve Kurutulmuş Gıda Ürünlerinde Pestisit Kalıntı Düzeylerinin Tespiti. Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Toprak Ana Bilim Dalı. Adana.
- Thekkumpurath, A. S., Girame, R., Hingmire, S., Jadhav, M. ve Jain, P., 2020. Residue dissipation, evaluation of processing factor and safety assessment of hexythiazox and bifenazate residues during drying of grape to raisin. *Environ Sci Pollut Res* 27, 41816–41823
- Tiryaki, O., 2016. Türkiye’de yapılan pestisit kalıntı analiz ve çalışmaları, Erciyes Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü Dergisi, 32(1), 72-82.
- Turgut, C., Ornek, H. ve Cutright, T. J., 2010. Pesticide residues in dried table grapes from the Aegean region of Turkey. *Environ Monit Assess* 167, 143–149.
- Turgut, C., Ornek, H. ve Cutright, T. J., 2011. Determination of pesticide residues in Turkey’s table grapes: the effect of integrated pest management, organic farming, and conventional farming. *Environ Monit Assess*, 173, 315–323.
- Turgut, C., Yalçın, M. ve Koca, O., 2021. Tohum Kaplamasında Kullanılan Bazı Pestisitlerin Mısırın Morfolojik ve Kalite Özelliklerine Etkileri. *Iğdır Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 11, 3519-3527.
- Venkateswarlu, P., Mohan, K. R., Kumar, Ch. R. ve Sessaiah, K., 2007. Monitoring of multi-class pesticide residues in fresh grape samples using liquid chromatography with electrospray tandem mass spectrometry, *Food Chemistry*, 105(4), 1760-1766.
- Yakar, Y., 2018. Çekirdeksiz Sofralık Üzümlerde Pestisit Kalıntılarının Belirlenmesi. *Yuzuncu Yıl University Journal of Agricultural Sciences*, 28(4), 444-447.
- Yalçın, M. ve Turgut, C., 2016. Determinatin of pesticide residues in tomatoes collected from Aydın Province of Turkey. *Scientific Papers Series A. Agronomy*, 59, 547-551.
- Yalçın, M., Turgut, N., Gökbulut, C., Mermer, S., Sofuoğlu, C., Tari, V. ve Turgut, C., 2023. Removal of pesticide residues from apple and tomato cuticle. *Environmental Science and Pollution Research*, 30, 15821–15829

- Zengin, E. ve Karaca İ., 2017. Uşak İlinde Örtü Altı Üretimi Yapılan Domateslerdeki Pestisit Kalıntılarının Belirlenmesi. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 21(2), 554- 559.
- Zengin, E., ve Karaca, İ., 2018. Determination of Pesticide Residues in Grapes from Vineyards Implemented Good Agricultural Practice in Uşak. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 22(3), 1121-1124.
- Zeren, O., Uysal, Y., Yalvaç, M., Arslan, H. ve Avcı, E. D., 2003. İçel ilinde hıyar ve domateste dichlorvos ve methamidophos'un parçalanma süresinin araştırılması. Çevre Koruma Dergisi 12(47), 23-26.



6. EKLER

Ek 1. Numunelerde aranan aktif maddelerin listesi (Kanbolat, 2021)

No	Aktif Madde	Sınıf	Grubu
1	2,4-D	Phenoxy	Herbisit
2	Abamectin	Neonicotinoid	İnsektisit
3	Acephate	Organophosphorous	İnsektisit
4	Acequinocyl	Unclassfield	Akarisit
5	Acetamiprid	Neonicotinoid	İnsektisit
6	Acetochlor	Chloroacetamide	Herbicide
7	Acrinathrin	Pyrethroid	İnsektisit
8	Alachlor	Chloroacetamide	Herbicide
9	Aldicarb	Oxime carbamate	İnsektisit
10	Aldicarb-sulfone	Oxime carbamate	İnsektisit, Nematisit
11	Aldicarb-sulfoxide	Oxime carbamate	İnsektisit
12	Ametoctradin	Triazolopyrimide	Fungisit
13	Amitraz	Amidine	İnsektisit
14	Atrazine	Triazine	Herbisit
15	Azinphos-ethyl	Strobilurin	Fungisit, Akarisit
16	Azinphos-methyl	Organophosphorous	İnsektisit
17	Azoxystrobin	Strobilurin	Fungisit
18	Benalaxyl	Acylalanine	Fungisit
19	Benfuracarb	Carbamate	İnsektisit, Nematisit
20	Bensulfuron-methyl	Sulfonylurea	Herbisit
21	Bentazone	Diazinone	Herbisit
22	Bifenazate	Pythophagous	İnsektisit
23	Bitertanol	Conazole	Fungisit
24	Boscalid	Pyridinecarboxamide	Fungisit
25	Bromoxynil	HBN	Herbisit
26	Bromuconazole	Triazole	Fungisit
27	Bupirimate	Pyridinecarboxamide	Fungisit
28	Buprofezin	Unclassfield	İnsektisit
29	Butralin	Dinitroaniline	Herbisit
30	Butylate	Thiocarbamate	Herbisit
31	Cadusafos	Organophosphorous	İnsektisit
32	Carbaryl	Carbamate	İnsektisit
33	Carbendazim	Benzimidazole	Fungisit
34	Carbofuran	Carbamate	İnsektisit
35	Carbofuran-3	Carbamate, N-methyl	İnsektisit
36	Carbosulfan	Carbamate	Insectisite
37	Carboxin	Oxathiin	Fungisit
38	Carfentrazone-ethyl	Triazolone	Herbisit
39	Chlorantraniliprole	Anthranilic diamide	İnsektisit
40	Chlorbufam	Carbanilate	Herbisit
41	Chlorfenvinphos	Organophosphorous	İnsektisit
42	Chlorfluazuron	Benzoylurea	İnsektisit
43	Chloridazon	Pyridazinone	Herbisit
44	Chlorpyrifos	Organophosphate	İnsektisit
45	Chlorsulfuron	Sulfonylurea	Herbisit
46	Clethodim	Cyclohexonadione	Herbisit
47	Clodinofof-propargyl	Aryloxy phenoxy propionic acid/ester	Herbisit
48	Clofentezine	Tetrazine	Akarisit
49	Clothianidine	Neonicotinoid	İnsektisit
50	Cyantraniliprole	Diamide	İnsektisit
51	Cyazofamid	Cyanoimidazole	Fungisit
52	Cycloate	Thiocarbamate	Herbisit
53	Cycloxydim	Cyclohexonadione	Herbisit
54	Cyflufenamid	Amidoxine	Fungisit
55	Cyhalothrin	Pyrethroid	İnsektisit
56	Cymoxanil	Unclassfield	Fungisit
57	Cypermethrin	Pyrethroid	İnsektisit
58	Cyproconazole	Triazole	Fungisit
59	Cyprodinil	Anilinopyrimidine	Fungisit
60	Dazomet	Dithiocarbamate	İnsektisit
61	Deltamethrin	Pyrethroid	İnsektisit
62	Demeton-s-methyl	Organophosphorous	İnsektisit
63	Demeton-S-methyl-sulfone	Organophosphate	İnsektisit

64	Desmedipham	Carbamate	Herbisit
65	Diafenthuran	Unclassfield	İnsektisit
66	Diazinon	Organophosphorous	İnsektisit
67	Dichlofluanid	Sulphamide	Fungisit
68	Dichlorfos	Organophosphorous	İnsektisit
69	Diclofop -methyl	Aryloxy phenoxy propionic acid/ester	Herbisit
70	Dicrotophos	Organophosphorous	İnsektisit
71	Diethofencarb	Carbamate, N-phenyl	Fungisit
72	Difenoconazole	Triazole	Fungisit
73	Diflubenzuron	Benzoylurea	İnsektisit
74	Dimethenamid	Chloroacetamide	Herbisit
75	Dimethoate	Organophosphorous	İnsektisit
76	Dimethomorph	Cinnamic acid	Fungisit
77	Diniconazole	Triazole	Fungisit
78	Dinocap	Dinitrophenol	İnsektisit
79	Dioxacarb	Carbamate	İnsektisit
80	Diphenamid	Alkanimide	Herbisit
81	Diphenylamine	Synthetic	Fungisit
82	Diuron	Urea	Herbisit
83	DMF	Unclassfield	Metabolit
84	Dodine	Guanidine	Fungisit
85	Emamectin	Benzocid acid	İnsektisit
86	Emamectin benzoat	Benzocid acid	İnsektisit
87	EPN	Organophosphate	İnsektisit
88	Epoxiconazole	Triazole	Fungisit
89	EPTC	Thiocarbamate	Herbisit
90	Ethiofencarb	Carbamate, N-methyl	İnsektisit
91	Ethion	Organophosphorous	İnsektisit
92	Ethirimol	Pyrimidinol	Fungisit
93	Etofenprox	Pyrethroid, non-ester	İnsektisit
94	Etoxazole	Unclassfield	Akarisit
95	Famaxadone	Strobilurin	Fungisit
96	Fenamidone	Imidazole	Fungisit
97	Fenamiphos	Organophosphorous	İnsektisit
98	Fenamiphos-sulfone	Unclassfield	Metabolit
99	Fenamiphos-sulfoxide	Unclassfield	Metabolit
100	Fenarimol	Pyrimidine	Fungisit
101	Fenazaquin	Unclassfield	Akarisit
102	Fenbuconazole	Triazole	Fungisit
103	Fenbutatin oxide	Organometal	İnsektisit
104	Fenhexamide	Hydroxyanilide	Fungisit
105	Fenoxycarb	Carbamate	İnsektisit
106	Fenoxypop -ethyl	Aryloxy phenoxy propionic acid/ester	Herbisit
107	Fenpropathrin	Pyrethroid	İnsektisit
108	Fenproxymate	Pyrazolium	İnsektisit
109	Fenthion	Organophosphorous	İnsektisit
110	Fenthion-sulfone	Organophosphate	İnsektisit
111	Fenthion-sulfoxide	Organophosphate	İnsektisit
112	Fipronil	Phenylpyrazole	İnsektisit
113	Fipronil-sulfone	Phenylpyrazole	İnsektisit
114	Fluazifop-p-butyl	Aryloxy phenoxy propionic acid/ester	Herbisit
115	Fluazinam	Phenylpyridinamine	Fungisit
116	Flubendiamide	Benzene-dicarboxamide	İnsektisit
117	Fludioxinil	Phenylpyrrole	Fungisit
118	Flufenoxuron	Benzoylurea	İnsektisit
119	Fluopicolide	Benzamide	Fungisit
120	Fluopyram	Benzamide	Fungisit
121	Fluquinconazole	Triazole	Fungisit
122	Fluroxypyr	Pyridine	Herbisit
123	Flusilazole	Triazole	Fungisit
124	Flutriafol	Triazole	Fungisit
125	Forchlorfenuron	Phenylurea	Bitki gelişim düzenleyici
126	Formetanete hydrochloride	Carbamate	Akarisit, İnsektisit
127	Fosthiazate	Organophosphate	İnsektisit
128	Furathiocarb	Carbamate	İnsektisit
129	Haloxypop-R-methyl	Aryloxy phenoxy propionic acid/ester	Herbisit
130	Heptenophos	Organophosphorous	İnsektisit
131	Hexaconazole	Triazole	Fungisit
132	Hexaflumuron	Benzoylurea	İnsektisit

133	Hexythiazox	Unclassified	Insektisit
134	Imazalil sulfate	Imidazole	Fungisit
135	Imazapyr	Imidazolinone	Herbisit
136	Imidacloprid	Neonicotinoid	Insektisit
137	Indoxacarb	Oxadiazine	Insektisit
138	Iodosulfuron-methyl-sodium	Sulfonylurea	Herbisit
139	Ioxynil	Hydroxybenzonitrile	Herbisit
140	Isocarbofos	Organophosphate	Insektisit
141	Kresoxim Methyl	Strobilurin	Fungisit
142	Lenacil	Uracil	Herbisit
143	Linuron	Urea	Herbisit
144	Lufenuron	Benzoylurea	Insektisit
145	Malaoxon	Organophosphorous	
146	Malathion	Organophosphorous	Insektisit
147	Mandipropamid	Mandelamide	Fungisit
148	MCPA	Aryloxy alkanoic acid	Herbisit
149	Mecarbam	Organophosphorous	Insektisit
150	Mepanipyrim	Anilinyrimidine	Fungisit
151	Mepanipyrim-hydroxypropyl	Anilinyrimidine	Fungisit
152	Metaflumizone	Semicarbazone	Insektisit
153	Metalaxyl M	Acylalanine	Fungisit
154	Metamitron	Triazinone	Herbisit
155	Methacryfos-poz	Organophosphorous	Insektisit
156	Methamidophos	Organophosphorous	Insektisit
157	Methidathion	Organophosphorous	Insektisit
158	Methiocarb	Carbamate, N-methyl	Insektisit
159	Methiocarb-sulfone	Carbamate, N-methyl	Insektisit
160	Methiocarb-sulfoxide	Carbamate, N-methyl	Insektisit
161	Methomyl	Oxime carbamate	Insektisit
162	Methoxyfenozide	Diacylhydrazine	Insektisit
163	Metolachlor-S	Chloroacetamide	Herbisit
164	Metosulam	Triazolopyrimidine	Herbisit
165	Metrafenone	Benzophenone	Fungisit
166	Metribuzin	Triazinone	Herbisit
167	Mevinphos	Organophosphorous	Insektisit
168	Molinate	Thiocarbamate	Herbisit
169	Monocrotophos	Organophosphorous	Insektisit
170	Monolinuron	Urea	Herbisit
171	Myclobutanil	Triazole	Fungisit
172	Nicosulfuron	Sulfonylurea	Herbisit
173	Novaluron	Benzoylurea	Insektisit
174	Nuarimol	Pyrimidine	Fungisit
175	Omethoate	Organophosphorous	Insektisit
176	Oxadixyl	Phenylamide	Fungisit
177	Oxamyl	Oxime carbamate	Insektisit
178	Oxycarboxin	Oxathiin	Fungisit
179	Oxydemeton-methyl	Organophosphorous	Insektisit
180	Paclobutrazol	Triazole	Fungisit
181	Paraaxon-ethyl	Organophosphorous	Insektisit
182	Paraaxon-methyl	Organophosphorous	Insektisit
183	Parathion-ethyl	Organophosphate	Insektisit
184	Penconazole	Triazole	Fungisit
185	Pencycuron	Phenylurea	Fungisit
186	Pendimethalin	Dinitroaniline	Herbisit
187	Permethrin	Pyrethroid	Insektisit
188	Phenmedipham	Bis-carbamate	Herbisit
189	Phenthoate	Organophosphorous	Insektisit
190	Phorate	Organophosphorous	Insektisit
191	Phorate-sulfone	Organophosphorous	Metabolit
192	Phorate-sulfoxide	Organophosphorous	Metabolit
193	Phosalone	Organophosphorous	Insektisit
194	Phosmet	Organophosphorous	Insektisit
195	Phosphamidon	Organophosphorous	Insektisit
196	Pirimicarb-Desmethyl	Carbamate	Insektisit
197	Primicarb	Carbamate	Insektisit
198	Primiphos -ethyl	Organophosphorous	Insektisit
199	Primiphos -methyl	Organophosphorous	Insektisit
200	Prochloraz	Imidazole	Fungisit
201	Profenofos	Organophosphorous	Insektisit

202	Profoxydim-lithium	Cyclohexadione	Herbisit
203	Promecarb	Carbamate	Insektisit
204	Prometryn	Triazine	Herbisit
205	Propaquizafob	Aryloxyphenoxypionic	Herbisit
206	Propargite	Sulphite ester	Insektisit
207	Propazine	Triazine	Herbisit
208	Propiconazole	Triazole	Fungisit
209	Propoxur	Carbamate	Insektisit
210	Propyzamide	Benzamide	Herbisit
211	Prothiophos	Organophosphorous	Insektisit
212	Pymetrozine	Pyridine I	Insektisit
213	Pyraclostrobin	Strobilurin	Fungisit
214	Pyrazophos	Phosphorothiolate	Fungisit
215	Pyridaben	Pyridazinone	Insektisit
216	Pyridaphenthion	Organophosphorous	Insektisit
217	Pyridate	Phenylpyridazine	Herbisit
218	Pyrimethanil	Anilinopyrimidine	Fungisit
219	Pyriproxyfen	Juvenile hormon mimic	Insektisit
220	Quinalphos	Organophosphorous	Insektisit
221	Quizalofop-ethyl	Unclassfield	Herbisit
222	Rimsulfuron	Pyrimidinylsulfonylurea	Herbisit
223	Sethoxydim	Cyclohexanedione oxime	Herbisit
224	Simazine	Triazine	Herbisit
225	Spinosyn A	Micro-organism derived	Insektisit
226	Spinosyn D	Micro-organism derived	Insektisit
227	Spirodiclofen	Tetronic acid	Insektisit
228	Spiromesifen	Tetronic acid	Insektisit
229	Spiroxamine	Morpholine	Fungisit
230	Sulfoxaflor	Sulfoximine	Insektisit
231	Tebuconazole	Triazole	Fungisit
232	Tebufenozide	Diacylhydrazine	Insektisit
233	Tebufenpyrad	Pyrazole	Akarisit
234	Teflubenzuron	Benzoylurea	Insektisit
235	Tepraloxymid	Cyclohexanedione	Herbisit
236	Terbutryn	Triazine	Herbisit
237	Terbutylazine	Triazine	Herbisit
238	Tetraconazole	Triazole	Fungisit
239	Tetramethrin	Pyrethroid	Insektisit
240	Thiabendazole	Benzimidazole	Fungisit
241	Thiacloprid	Neonicotinoid	Insektisit
242	Thiamethoxam	Neonicotinoid	Insektisit
243	Thifensulfuron-methyl	Triazinylsulfonylurea	Herbisit
244	Thiobencarb	Thiocarbamate	Herbisit
245	Thiodicarb	Oxime carbamate	Insektisit
246	Thiophanate-methyl	Benzimidazole	Fungisit
247	Tolclofos-methyl	Cholophenly	Fungisit
248	Tolfenpyrad	Pyrazolium	Insektisit, Fungisit
249	Tolyfluand	Sulphamide	Fungisit
250	Tralkoxydim	Cyclohexanedione	Herbisit
251	Triadimefon	Triazole	Fungisit
252	Triadimenol	Triazole	Fungisit
253	Triasulfuron	Triazinylsulfonylurea	Herbisit
254	Triazophos	Organophosphorous	Insektisit
255	Tribenuron methyl	Unclassfield	Metabolit
256	Trichlorfon	Organophosphorous	Insektisit
257	Trifloxystrobin	Strobilurin	Fungisit
258	Triflumizole	Imidazole	Fungisit
259	Triflumuron	Benzoylurea	Insektisit
260	Triticonazole	Triazole	Fungisit

Ek 2. Kuru üzüm numunelerindeki pestisit kalıntı miktarları

Pestisitler	Boscalid	Cypermethrin	Flubendiamide	Fluopyram	Indoxacarb	Malathion	Pyrimethanil	Spiroxamine
AB-MRL (mg/kg)	5	0,5	2	2	2	0,02	5	0,6
Kuru Üzum-1								
Kuru Üzum-2								
Kuru Üzum-3								
Kuru Üzum-4		0,01						
Kuru Üzum-5		0,11		0,03				0,02
Kuru Üzum-6		0,01						
Kuru Üzum-7		0,01						
Kuru Üzum-8	0,02	0,09		0,05				
Kuru Üzum-9	0,11	0,04		0,07		0,01		
Kuru Üzum-10		0,12		0,06				
Kuru Üzum-11		0,03		0,06				
Kuru Üzum-12		0,01		0,03				
Kuru Üzum-13		0,01						
Kuru Üzum-14		0,03	0,12	0,04				
Kuru Üzum-15		0,02						
Kuru Üzum-16	0,06	0,03		0,06				
Kuru Üzum-17		0,22		0,06				
Kuru Üzum-18		0,05		0,05				
Kuru Üzum-19		0,02	0,03	0,03				
Kuru Üzum-20		0,02						
Kuru Üzum-21	0,05	0,06		0,04				
Kuru Üzum-22		0,03				0,01		
Kuru Üzum-23		0,03						
Kuru Üzum-24		0,03						
Kuru Üzum-25		0,11		0,04		0,01		
Kuru Üzum-26		0,09		0,01				
Kuru Üzum-27								
Kuru Üzum-28		0,02						
Kuru Üzum-29	0,05	0,07		0,07		0,02		
Kuru Üzum-30		0,09		0,01				
Kuru Üzum-31	0,04	0,02		0,02				
Kuru Üzum-32		0,02						
Kuru Üzum-33		0,09		0,07				
Kuru Üzum-34		0,08						
Kuru Üzum-35		0,02		0,07				
Kuru Üzum-36		0,02						
Kuru Üzum-37		0,03				0,02		
Kuru Üzum-38	0,12	0,07		0,03				
Kuru Üzum-39		0,08				0,01		
Kuru Üzum-40	0,04	0,01		0,02				
Kuru Üzum-41		0,01						
Kuru Üzum-42	0,01	0,04		0,04				
Kuru Üzum-43		0,08						
Kuru Üzum-44		0,03						
Kuru Üzum-45		0,15		0,08				
Kuru Üzum-46		0,12		0,06				
Kuru Üzum-47		0,03						
Kuru Üzum-48								
Kuru Üzum-49	0,02	0,13		0,07		0,02		
Kuru Üzum-50		0,02						
Kuru Üzum-51		0,02						
Kuru Üzum-52		0,02		0,04				
Kuru Üzum-53		0,02						
Kuru Üzum-54		0,10		0,01		0,01		
Kuru Üzum-55					0,01	0,01		
Kuru Üzum-56		0,06						
Kuru Üzum-57		0,09						
Kuru Üzum-58		0,04						
Kuru Üzum-59	0,02	0,06		0,04				
Kuru Üzum-60				0,02	0,02			
Kuru Üzum-61		0,03						
Kuru Üzum-62	0,08	0,08		0,08				
Kuru Üzum-63	0,02	0,02		0,04				
Kuru Üzum-64		0,08		0,01				

Kuru Üzum-65		0,02					
Kuru Üzum-66		0,02					
Kuru Üzum-67		0,03		0,05			
Kuru Üzum-68		0,02					
Kuru Üzum-69		0,12		0,05			
Kuru Üzum-70				0,03			
Kuru Üzum-71		0,02					
Kuru Üzum-72	0,02	0,12		0,01		0,01	
Kuru Üzum-73		0,07				0,01	
Kuru Üzum-74	0,05	0,03		0,07			
Kuru Üzum-75		0,04				0,01	
Kuru Üzum-76		0,11					
Kuru Üzum-77		0,01		0,01			
Kuru Üzum-78		0,12		0,08			
Kuru Üzum-79		0,03					
Kuru Üzum-80		0,02				0,01	
Kuru Üzum-81		0,01					
Kuru Üzum-82		0,02					
Kuru Üzum-83		0,17		0,07			
Kuru Üzum-84		0,21		0,01			
Kuru Üzum-85		0,14					
Kuru Üzum-86		0,10		0,02			
Kuru Üzum-87		0,04		0,02			
Kuru Üzum-88	0,06	0,14		0,04		0,02	
Kuru Üzum-89	0,06	0,08		0,04		0,01	
Kuru Üzum-90	0,04	0,08		0,02		0,01	
Kuru Üzum-91		0,03				0,01	
Kuru Üzum-92		0,04					
Kuru Üzum-93	0,03	0,05		0,04			
Kuru Üzum-94		0,02					
Kuru Üzum-95		0,19		0,04			
Kuru Üzum-96						0,05	
Kuru Üzum-97		0,07				0,02	
Kuru Üzum-98		0,06					
Kuru Üzum-99				0,05			
Kuru Üzum-100		0,14		0,08			