T.C.
HARRAN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ŞANLIURFA'DA GELENEKSEL OLARAK ÜRETİLEN PUL BİBERLERDE AFLATOKSİN OLUŞUM AŞAMALARININ BELİRLENMESİ

Yusuf ARSLANĞRAY

GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ŞANLIURFA
2015

Yrd. Doç. Dr. Mehmet KARAASLAN danışmanlığında, Yusuf ARSLANĞRAY'ın hazırladığı "**Şanlıurfa'da Geleneksel Olarak Üretilen Pul Biberlerde Aflatoksin Oluşum Aşamalarının Belirlenmesi**" konulu bu çalışma 03/12/2014 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Harran Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

İmza

Danışman **:**Yrd. Doç. Dr. Mehmet KARAASLAN **…….**

Üye **:** Doç. Dr. Hasan VARDİN **…….**

Üye **:** Yrd. Doç. Dr. Ebru SAKAR **…….**

Bu Tezin Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yapıldığını ve Enstitümüz Kurallarına Göre Düzenlendiğini Onaylarım

Prof. Dr. Sinan UYANIK
Enstitü Müdürü

Bu Çalışma HÜBAK Tarafından Desteklenmiştir.
Proje No: 13084

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖZET i
ABSTRACT ii
TEŞEKKÜR iii
ŞEKİLLER DİZİNİ iv
ÇİZELGELER DİZİNİ v
SİMGELER DİZİNİ vi
1. GİRİŞ 1
1.1. Biber Bitkisi 1
1.1.1. Dünya Genelinde Biber Üretimi 2
1.1.2. Kırmızıbiber 3
1.1.3. Kırmızıbiberin Değerlendirilme Şekilleri 3
1.1.4. Kırmızı Pul Biber Üretimi 6
2.ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR 9
2.1. Kırmızıbiberin Genel Kalite Özellikleri 9
2.2. Aflatoksin 11
2.2.1. Baharatlarda Aflatoksin Bulaşısı 17
3. MATERYAL ve YÖNTEM 25
3.1. Materyal 25
3.1.1. Bitki materyali 25
3.2. Yöntem 25
3.2.1. Fizikokimyasal Analizler 27
3.2.1.1. Kuru Madde Tayini 27
3.2.1.2. Renk Tayini 27
3.2.1.3. Su Aktivitesi Tayini 27
3.2.1.4. Askorbik Asit (C Vitamini) Tayini 27
3.2.1.5. Hidroksimetil Furfural (HMF) Tayini 29
3.2.1.6. Polifenol Oksidaz Aktivitesi (PPO) Tayini 31
3.2.1.7. Maya ve Küf Tayini 33
3.2.1.8. Aflatoksin Tayini 33
3.2.2. Sonuçların Değerlendirilmesi ve İstatistiksel Yöntemler 37
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA 38
4.1. Yaş ve Kurutulmuş Biberlerde Genel Kalite Tayini 39
4.1.1. Kuru Madde Tayini 39
4.1.2. Renk Tayini 41
4.1.3. Su Aktivitesi Tayini 42
4.1.4. Askorbik Asit (C Vitamini) Tayini 44
4.1.5. Polifenol Oksidaz Aktivitesi (PPO) Tayini 45
4.1.6. Hidroksimetil Furfural (HMF) Tayini 46
4.1.7. Maya-Küf Sayısı Tayini 47
4.2. . Yaş ve Kurutulmuş Biberlerde Aflatoksin Tayini 50
4.2.1. Şanlıurfa Yöresinde Toplanan Pul Biberlerde Aflatoksin Tayini 50
4.2.2. Kurutma Aşamalarında Elde Edilen Numunelerde Aflatoksin Tayini 58
5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER 67
KAYNAKLAR 70
ÖZGEÇMİŞ 76
EKLER 77

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ŞANLIURFA'DA GELENEKSEL OLARAK ÜRETİLEN PUL BİBERLERDE AFLATOKSİN OLUŞUM AŞAMALARININ BELİRLENMESİ

Yusuf ARSLANĞRAY

Harran Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Mehmet KARAASLAN
Yıl: 2015, Sayfa: 91

Bu çalışma kapsamında Şanlıurfa'da yetiştirilen ve geleneksel olarak açık havada kurutulan *Capsicum annum* L. türü kırmızıbiberlerin taze halden, kurutulmuş pul biber haline işlenmesine kadar meydana gelen aşamalarda alınan örneklerin *Aspergillus flavus* tarafından üretilen aflatoksin içeriğini tespit etmeye yönelik çalışma yapılmıştır. Bu amaçla Şanlıurfa merkezde 20 farklı üretim alanından pul biber üretim işleminin; yıkama, sap ve tohum ayıklama, ilk kurutma, terleme, terleme sonrası ve son ürün aşamalarında örnekler alınarak aflatoksin analizleri yapılmış, üretimin hangi aşamasında aflatoksin oluşumu meydana geldiği belirlenmiştir. Bu çalışmada elde edilen sonuçlara göre toprak zemin üzerinde kurutulan numunelerde en yüksek aflatoksin birkimi terleme boyunca ve son ürün aşamalarında oluşmaya başlarken, beton zemin üzerinde kurutulan numunelerde ise limitleri aşan aflatoksin kontaminasyonu tespit edilememiştir. Ayrıca bu çalışma Şanlıurfa'da satılan pul biberlerde aflatoksin varlığını belirlemeyi de amaçlamıştır. Bu amaçla, perakende satış mağazalarından, süper marketlerden ve açıkta satış yapan pazarlardan toplamda 45 adet pul biber numunesi toplanmıştır ve pul biberler $AFLB_1$, $AFLB_2$, $AFLG_1$, $AFLG_2$ ve toplam aflatoksin düzeyleri bakımından incelenmiştir. Örneklerin aflatoksin seviyeleri immunoaffinite kolondan faydalanarak ön ayırma işleminden sonra HPLC sistemi kullanılarak belirlenmiştir. Toplamda incelenen 45 adet örneğin (ambalajlı ve ambalajsız) 42 tanesinde tanesinde 0.47-77.13 $\mu g.kg^{-1}$ aralığında değişen $AFLB_1$ bulunmuştur. Ayrıca örneklerin 20'sinde $AFLB_1$ seviyesi 2.5 $\mu g.kg^{-1}$ altında ve 9'unda 2.5-5 $\mu g.kg^{-1}$ arasında oluşurken 16 örnekte ise $AFLB_1$ seviyesi Türk Gıda Kodeksi, 2008/26 nolu "Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkındaki Tebliğ" e göre baharatlarda $AFLB_1$ için belirtilen maksiumum limit olan 5 ppb'nin üzerinde çıkmıştır. Elde edilen veriler hem bilimsel yayınlarla hem de konferans-sempozyumlarda hem de üreticilere doğrudan aktarılarak kırmızı pul biber üretiminde aflatoksin oluşumunun önüne geçilmeye çalışılacaktır.

ANAHTAR KELİMELER: Pul biber, İsot, Kurutma, Aflatoksin, HPLC

ABSTRACT

M.Sc.Thesis

DETERMINATION OF AFLATOXIN FORMATION STAGES IN TRADITIONAL RED PEPPER PRODUCED IN ŞANLIURFA

Yusuf ARSLANĞRAY

Harran University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Food Engineering Department

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Mehmet KARAASLAN
Year: 2015, Page : 91

In the scope of this study, the aflotoxin biosynthesis in traditionally produced dried red peppers (*Capsicum annum* L.*)* in Sanliurfa region was studied. The samples were collected in different stages of red peppers dryings, where there is the high risk of aflatoxin production by *Aspergillus flavus* for evaluating their aflotoxin content. For this purpose samples were collected from 20 different production areas at washing, seed and petal separation, first drying, during transpration, and final product stages. According to the results obtained in this study it was found that the highest aflatoxin accumulations in powdered red peppers start during perspiration and final product processed on soil contacted surfaces while there was no aflatoxin contamination in the samples exceeding limits produced on concrete surfaces. Besides, this study aimed to determine the prevalence of Aflatoxin contamination in powdered red peppers sold in Sanliurfa. A total of 45 samples were randomly collected from retail shops, super markets, open bazaars, apiaries, and examined for the occurrence and levels of AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2. total aflatoxin were determined by using an HPLC system after pre-separation utilizing immunoaffinity columns. 42 of 45 examined samples (packaged and unpackaged) were found AFB_1 ranging from 0.47 to 77.13 $\mu g.kg^{-1}$. AFB_1 levels were below 2.5 $\mu g.kg^{-1}$ in 20 samples, between 2.5 - 5 $\mu g.kg^{-1}$ in 9 samples whilst 16 samples had AFB_1 higher than the tolerable limit (5 $\mu g\ kg^{-1}$) according to the regulations of Turkish Food Codex and European Commission. The data obtained in this study will be conveyed to the scientific literature by scientific pubilications and to the producers to prevent aflotoxin production in dried red peppers.

KEYWORDS: Dry red pepper, Isot, Drying, Aflatoxin, HPLC

TEŞEKKÜR

Tezin her aşamasında yardımcı ve yol gösterici olan danışman hocam sayın Yrd. Doç. Dr. Mehmet KARAASLAN ve Doç. Dr. Hasan VARDİN'e laboratuvar analizlerinde teknik destek sağlayan değerli çalışma arkadaşlarım Laborant Uğur KESKİN, Gıda Mühendisi Şahabettin DAĞHAN, Veteriner Hekim Mehmet Sabri ESKİ'ye, ayrıca sabır ve desteklerinden dolayı AİLEM'e teşekkür ederim.

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa No

Şekil 2.1. Aflatoksinlerin kimyasal yapısı 12
Şekil 3.1. Şanlıurfa'da geleneksel pul biber (isot) üretimi 26
Şekil 4.1. Hedef numunelerinin kurutma aşamalarındaki nem değerlerinin grafiksel gösterimi 41
Şekil 4.2. Hedef numunelerinin kurutma aşamalarındaki su aktivitesi (a_w) değerlerinin grafiksel gösterimi 43
Şekil 4.3. T2 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin grafiksel gösterimi 61
Şekil 4.4. T3 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin grafiksel gösterimi 62
Şekil 4.5. T4 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin grafiksel gösterimi 63
Şekil 4.6. T6 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin grafiksel gösterimi 64
Şekil 4.7. T7 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin grafiksel gösterimi 65
Şekil 4.8. T10 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin grafiksel gösterimi 66

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa No

Çizelge 1.1. 2012 yılı verilerine göre dünyada başlıca kırmızıbiber üretimi yapan ülkeler 2
Çizelge 1.2. 2009-2013 yılları Türkiye biber üretim miktarları 2
Çizelge 1.3. Ülkemizde 2009-2013 yılları arasında baharatlık kırmızıbiber üretim miktarları 4
Çizelge 1.4. Türkiye ve Şanlıurfa'da kırmızıbiber üretimi 4
Çizelge 1.5. 2009 - 2013 yılları arasında Türkiye kırmızıbiber ihracat rakamları 5
Çizelge 2.1. Taze kırmızıbiberin bileşiminde (100g) bulunan maddeler 9
Çizelge 2.2. Kuru kırmızıbiberin bileşiminde (100g) bulunan maddeler 10
Çizelge 2.3. Türk Gıda Kodeksinde gıdalar için izin verilen maksimum aflatoksin düzeyleri 14
Çizelge 4.1. Taze biberlerin kurutma zeminine göre kodlanması. 39
Çizelge 4.2. Kurutulan biberlerin kuru madde değerleri 40
Çizelge 4.3. Hedef numunelerin kurutma aşamalarındaki kuru madde değerleri 40
Çizelge 4.4. Son ürün numunelerinin renk (L*, a*, b*) ve su aktivitesi (a_w) değerleri 42
Çizelge 4.5. Hedef numunelerin kurutma aşamalarındaki su aktivitesi (a_w) değerleri 43
Çizelge 4.6. Son ürün numunelerinin askorbik asit, HMF, PPO değerleri 47
Çizelge 4.7. Son ürün numunelerinin maya-küf değerleri 50
Çizelge 4.8. Ambalajsız (açık) pul biber numunelerinin aflatoksin değerleri. 53
Çizelge 4.9. Kapalı ambalajlı pul biber numunelerinin aflatoksin değerleri 54
Çizelge 4.10. Açık ve kapalı ambalajlı pul biber numunelerinin AFB_1 değer aralıkları 55
Çizelge 4.11. Son ürün (isot) numunelerinin aflatoksin değerleri 59
Çizelge 4.12. T2 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki aflatoksin değerleri 60
Çizelge 4.13. T3 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki aflatoksin değerleri 61
Çizelge 4.14. T4 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki aflatoksin değerleri. 62
Çizelge 4.15. T6 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki aflatoksin değerleri. 63
Çizelge 4.16. T7 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki aflatoksin değerleri. 64
Çizelge 4.17. T10 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki aflatoksin değerleri. 65

SİMGELER DİZİNİ

Abs	Absorbans
a_w	Su Aktivitesi
AFB_1	Aflatoksin B_1
AFB_2	Aflatoksin B_2
AFG_1	Aflatoksin G_1
AFG_2	Aflatoksin G_2
C	Konsantrasyon
EA	Enzim Aktivitesi
EÜ	Enzim Ünitesi
g	Gram
HMF	Hidroksimetil furfural
HPLC	Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi
IAC	İmmunoafinite Kolon
M	Molar
mg	Miligram
mL	Mililitre
nm	Nanometre
PPO	Polifenol oksidaz
PBS	Fosfat Tamponlu Tuz
TA_S	Toplam Aflatoksin

1. GİRİŞ

1.1. Biber Bitkisi

Biber Patlıcangiller *(Solanaceae)* familyasının *Capsicum* cinsinden olup ılıman iklimlerde tek yıllık olarak yetişen bir kültür bitkisidir (Beis, 1990). Anavatanı Orta ve Güney Amerika olan biber Amerika'dan Avrupa ülkelerine ilk kez 1493 yılında İspanya daha sonra 1548 yılında İngiltere'ye ve 1578 yılında diğer Avrupa bölgelerine yayılmıştır. Biber Anadolu topraklarına 16. yy'da ilk olarak Osmanlı İmparatorluğu döneminde girmiş, Orta Avrupa ülkeleriyle kurulan sıkı ilişkiler sonucunda ilk kez İstanbul'a getirilmiş ve daha sonra Anadolu'nun diğer bölgelerine yayılmıştır. Günümüzde Antarktika kıtası haricinde dünyanın tüm yörelerinde üretilir.

Biber bitkisi, türlere göre farklılık göstermekle birlikte, uzunca oval biçimli ve kenarları düz olan yapraklara sahiptir. Yapraklarının rengi yeşilin açıktan koyuya kadar değişen tonlarda olabilmektedir. Yaz aylarında açan küçük çiçekleri genellikle beyaz ve ender olarak menekşe rengindedir. Meyvesi 1-25 cm boyunda, şekil olarak oldukça değişken, genellikle kırmızı bazen turuncu, sarı, kahverengi, yeşil, sarı veya erguvanidir.

Biber ılık ve sıcak iklim sebzesi olup soğuğa karşı duyarlıdır. Biberin en uygun yetişme sıcaklık isteği 20–30 °C' dir. Bitkiler 5 °C'ye kadar hayati işlevlerini devam ettirirler. Yalnız, 8 °C' nin altında çiçek tomurcuklarının oluşumu durur. Bitkiler 0 °C ve bazen -2 °C' ye kadar olan çok kısa süreli soğukları nadiren donmadan atlatırlar. Biberin en iyi gelişim gösterdiği sıcaklıklar 15–32 °C' dir (Yemiş, 2001).

Biber tohumunun ekiminden hasat edilmeye başlanmasına kadar geçen süresi 18 hafta olan biber bitkisi, bölge koşullarına göre Mayıs-Haziran aylarından başlanarak hasat edilir. Çok verimli bir bitki olan biber, hasat edildikçe yeni ürünler verir. Bakım ve sulama işlemleri düzenli olarak sürdürüldüğü takdirde, bitki 5–6 ay süreyle ürün verebilmektedir. Biberler elle toplanarak hasat edilirler.

1.1.1. Dünya Genelinde Biber Üretimi

Dünyanın çeşitli ülkelerinde açıkta ve serada yetiştiriciliği yapılan biber; tüketici, üretici ve işleme endüstrisi açısından yüksek öneme sahip bir kültür bitkisidir. Çin dünya biber üretiminde ilk sırada yer almaktadır. Bu ülkeyi sırasıyla Meksika ve Türkiye takip etmektedir (Çizelge 1.1). Türkiye dünya biber üretiminde tek başına % 8, dünya işlenmiş biber üretiminde ise %3'lük bir paya sahip olması nedeniyle biber; ülke ekonomisi açısından önem taşıyan bir bitkisel ürün konumundadır (Duman ve ark. 2002).

Çizelge 1.1. 2012 yılı verilerine göre dünyada başlıca biber üretimi yapan ülkeler (Anonim a, 2014)

Ülkeler	Ekim Alanı (ha)	Üretim (ton)	Verim (ton/ha)
Çin	709 150	16 023 500	22.60
Meksika	136 132	2 379 736	17.48
Türkiye	96 000	2 072 132	21.58
ABD	30 880	1 064 800	34.48
İspanya	18 100	1 023 700	56.56
Nijerya	60 000	500 000	8.33
Dünya	1 914 685	31 171 567	16.28

2001 yılından itibaren Türkiye'de biber üretimi Dünya biber üretimindeki artışa parelel olarak 2013 yılında 2 083 000 tona ulaşmıştır (Çizelge 1.2).

Çizelge 1.2. 2009-2013 yılları Türkiye biber üretim miktarları (Anonim, 2013)

	2009	2010	2011	2012	2013
Salçalık biber	70 000	782 000	730 000	748 000	742 000
Dolmalık biber	384 000	387 000	364 000	383 000	396 000
Sivri biber	752 000	816 000	879 000	911 000	945 000
TOPLAM	1 836 000	1 985 000	1 973 000	2 042 000	2 083 000

2013 yılında Türkiye'de 91 557 hektar biber ekim alanında 2 083 000 ton biber üretimi gerçekleşmiştir. Türkiye'de her yıl üretilen biberin % 60'ını sivribiber, %28'ini dolmalık biber, % 4'ünü çarliston biber, % 8'ini ise kapya, domates biberi, kurutmalık biberler ve pul biber elde etmeye uygun biberler teşkil eder. (Anonim, 2013)

1.1.2. Kırmızıbiber

Kırmızıbiber meyvesi olgunlaşma öncesinde yeşil iken, daha sonra kırmızı renk alır (Kuşçu, 2002). Kırmızıbiberin diğer biberlere göre sahip olduğu farklı tat, aroma ve renk gibi özellikleri yoğun talep görmesine sebep olmaktadır.

Askorbik asit ve karoten içeriği bakımından zengin olan kırmızıbiber baharat, yem katkı maddesi ve antibiyotik hammaddesi olarak kullanılmaktadır. Bunun yanında yemeklerde, salatalarda, turşularda, sos yapımında, salça üretiminde ve konserve içeriğinde baharat olarak kullanılmaktadır (Akbay ve Candemir, 2007).

Türkiye önemli bir kırmızıbiber üreticisi ülke olup, kırmızıbiber verimi dünya ortalamasının üstündedir. Türkiye'de kırmızıbiber üretiminin % 76.5'i Güneydoğu Anadolu, % 17.5'i Akdeniz, % 6'sı Ege bölgelerinde gerçekleşmektedir (Paksoy ve Uslu, 2007). Ancak pazara uygunluk açısından en iyi üretim Kahramanmaraş bölgesinde ve Gaziantep ili İslahiye ve Nurdağı ilçesinde yapılmaktadır (Akbay ve Candemir, 2007).

1.1.3. Kırmızıbiberin Değerlendirilme Şekilleri

Tat, aroma, renk gibi özelliklerinin yanında kullanım şekli bakımından kırmızıbiber, ülkemizde ve dünyada yoğun olarak tüketilmektedir. Bazı kırmızıbiber çeşitleri doğal olarak kırmızı yetişirken bazı çeşitler ise olgunlaşma öncesi yeşil olup daha sonra dalında kızarırlar. Kırmızıbiber, genel olarak *C. annuum* L., *C. frutescens* L., *C. minimum* Mill. olmak üzere üç biber türünden hasat edilirler. Endüstride, *C. annuum* ve çeşitleri "İspanyol Biberi" veya "Paprika", *C. frutescens* ise "Çili (Chili)" olarak bilinir (Akgül, 1985). *C. frutescens* türü genellikle *C. annuum* türüne göre daha çok acılığa sahip kırmızıbiberlerdir. Ancak iki türde de acılık ve renkleri birbirinden oldukça farklı olan çeşitler vardır (Akgül, 1985).

Türkiye'de baharatlık yaş kırmızıbiber üretimi 2001 yılından itibaren artış göstererek 2013 yılı itibariyle 198 636 ton olarak gerçekleşmiştir (Çizelge 1.3).

Çizelge 1.3. Ülkemizde 2009-2013 yılları arasında baharatlık kırmızıbiber üretim miktarları (Anonim, 2013).

	2009	2010	2011	2012	2013
Kırmızıbiber	196 900	186 272	162 125	165 527	198 636

Ülkemizde baharatlık kırmızıbiber (*Capsicum annum* L.) üretim bölgeleri kuzey ve güney olarak ikiye ayrılır. Kuzey üretim bölgelerini Bilecik ve Bursa, güney üretim bölgelerini Kahramanmaraş, Şanlıurfa ve Gaziantep illeri oluşturur (Tıraş, 2003). Toplam kırmızıbiber üretim alanının büyük bir kısmı Kahramanmaraş, Gaziantep, Şanlıurfa, Diyarbakır, Adıyaman ve Hatay illerinden karşılanmaktadır (Buzkan ve Yüzer, 2009).

Şanlıurfa ilinde ise 2013 yılında 82 353 ton baharatlık işlenmemiş kırmızıbiber üretimi yapılmıştır. Bu rakam aynı yıl Türkiye baharatlık kırmızıbiber üretiminin yaklaşık yarısını teşkil etmektedir (Çizelge 1.4).

Çizelge 1.4. Türkiye ve Şanlıurfa'da kırmızıbiber üretimi (Anonim, 2013)

İl	Üretim Miktarı (ton)
Şanlıurfa	82 353
Türkiye	198 636

Türkiye kırmızıbiber ihracatının büyük kısmını Avrupa Birliği ülkelerine yapmaktadır. Türkiye, kırmızıbiber üretiminde dünyada üçüncü olmasına karşın, Avrupa Birliği ülkelerinde gıda maddelerinde kabul edilebilir aflatoksin limitlerinin üzerinde aflatoksin içeren kırmızıbiber üretiminden, ticaretteki yasal zorluklardan ve ülkemizde mevcut biber üreticilerinin çoğunun uluslararası ticarette deneyimsiz ve rekabet gücünden yoksun olmasından dolayı ihracat konusunda aynı başarıyı gösterememiştir (Çizelge 1.5).

Çizelge 1.5. 2009, 2013 yılları arasında Türkiye kırmızıbiber ihracat rakamları (Anonim, 2013)

	Toplam İhracat	İhracat (AB ülkelerine)
2009	185 010	152 020
2010	176 301	136 715
2011	177 871	131 336
2012	144 855	102 992
2013	159 397	108 567

Şanlıurfa biberi taze tüketimin yanında salça, turşu, sos ve kurutularak elde edilen pul biber şeklinde tüketilir. Şanlıurfa'yla özdeşleşmiş, kurutulmuş bibere yörede verilen isim isot'tur. İsot'un kelime anlamı Türkçe kökenli olup, ısı ve ot anlamına gelen kelimelerin birleşmesinden gelmektedir. Kırmızıbiberin rengi kararıncaya kadar kurutulması ve tekniğine uygun olarak öğütülmesiyle elde edilen pul biber türüdür (Anonim b, 2014).

Türk Gıda Kodeksi Baharat Tebliği (Tebliğ No:2013/12)' e göre isot; Capsicum cinsine giren bitkilerin tam olgunlaşmış meyvelerinin tekniğine uygun olarak kurutulması, su ile tavlanarak uygun partikül büyüklüğünde kırıcılarda kırılması, 70-80 ^{O}C sıcaklıkta 3-12 gün bekletilmesi ve yemeklik bitkisel sıvı yağ ve yemeklik tuz ilave edilmesiyle elde edilen, kendine özgü, tat, koku, aroma ve kırmızıdan siyah'a kadar farklı renklerdeki yarı fermente baharat türüdür.

Şanlıurfa'da isot üretimi; geleneksel yöntemle açık havada, beton, toprak veya bez üzerinde kurutularak gerçekleşmektedir. Bu bölgede isot üretimi için kullanılan taze kırmızıbiberlerin sapları alındıktan sonra 2-3 parçaya bölünüp açık havada 2-3 gün hafif nemli kalacak şekilde kurutulmaktadır. Kurutulan biberler büyük plastik ya da naylon torbalara doldurulduktan sonra torbanın ağzı kapatılır ve 2-5 gün boyunca terlemeye bırakılır. Terleme boyunca her gün çuvalın ağzı açılarak biberlerin istenilen renge ulaşıp ulaşılmadığına bakılır. İsot'un rengi kırmızıdan siyah'a kadar değişmektedir. Kırmızı renkli isot kebap ve yemekler, koyu renkli isot ise kısır, lahmacun ve çiğköfte için kullanılmaktadır. Terleme işleminden sonrası istenilen nem düzeyine gelen biberler son kurutma işlemine tabii tutulur. Son aşamada ise kıyma makinesine benzer biber kıyıcılarında parçalanarak pul biber haline getirilir (Anonim b, 2014).

Tebliğde belirtilen isot tanımında kırmızıbiberler tam olarak kurutulduktan sonra terleme işlemine geçmeden önce biberlerin hafif nemlenmesi için su ile tavlanmaktadır. Fakat Şanlıurfa'da yapılan isot üretiminde ise kurutma aşamasında taze kırmızıbiberler tam olarak kurutulmaz, hafif nemli bırakılır. Bu şekilde torbalara doldurulup terleme işlemine geçilir. Bu şekilde biberlerin su ile tavlanmasına gerek kalmaz.

1.1.4. Kırmızı Pul Biber Üretimi

Baharatlık toz veya kırmızı pul biber üretiminde en önemli aşama biberlerin kurutulması safhasıdır. Kurutma işlemi gıda maddesinin bünyesindeki suyun gıdadan uzaklaştırılması vasıtasıyla belli düzeye düşürülmesi işlemidir. Kurutma işlemi uzun süreli depolamalarda ürünün bozulmadan kalmasını, ürünün nemini mikrobiyal gelişme veya diğer reaksiyonları sınırlayacak yeterli seviyeye düşürerek sağlar. Buna ek olarak nem miktarının düşürülmesi ile aroma ve besin değeri gibi kalite özelliklerinin muhafazası, ürün hacminin azaltılmasıyla da, gıda maddesinin önemli bileşenlerinin taşınmasında ve depolanmasında verimliliğin artması sağlanır (Evranuz ve Çataltaş, 1989).

Kurutma işlemi genellikle doğal koşullarda (gölgede ve güneş altında), kabin veya tünellerde sıcak havayla ve vakumla kurutma yanında kızıl ötesi kurutma, osmotik kurutma, püskürtmeli kurutma, dielektrik kurutma ve mikrodalga kurutma gibi diğer enerji kaynaklarıyla da yapılabilir. Doğal koşullarda kurutma, düşük işleme maliyeti nedeniyle günümüzde en yaygın uygulanan dehidrasyon yöntemidir (Anonim, 2006).

Şanlıurfa'da da pul biber üretimi çoğunlukla doğal yollardan güneşte kurutma yoluyla yapılır. Bu yöntemin ekonomik olmasına rağmen ürünün mikrobiyal bulaşma ve gelişmeye açık olması, kuş, böcek gibi hayvanlar tarafından zarar görebilmesi, rüzgâr, toz, toprak gibi olumsuz koşullardan etkilenmesi ve büyük oranlarda ürünün işlenememesi bazı dezavantajları beraberinde getirmektedir. Diğer kurutucular ile kurutmada yüksek enerji maliyetlerne karşı yıllık toplam güneşli gün sayısı ve güneş radyasyon yoğunluğu bakımından Türkiye'nin en zengin yöresi olan Şanlıurfa ili için

güneş enerjisinin enerji kaynağı olarak kullanıldığı kapalı alan kurutma sistemlerinin ön plana çıkmasını sağlamıştır.

Şanlıurfa'da kurutulmuş biberin (isot) kullanım alanları oldukça yaygındır. İsot, Şanlıurfa'yla özdeşleşmiş kurutulmuş bibere yörede verilen isimdir. İsot çiğ köftenin olmazsa olmaz malzemelerindendir. Çiğ köftenin yanı sıra lahmacun, çorba ve birtakım sulu yemeklere de acı ve renk verici olarak eklenmektedir. Şanlıurfa'da kurutulmuş biber üretimi yöre halkına ciddi bir ekonomik gelir sağlamaktadır. Kırmızıbiberde hasat mevsiminin başlamasıyla bölge halkı kendi tarlalarında ürettikleri kırmızıbiberleri isot haline getirmek için ciddi bir şekilde çalışmakta ve bu da onlara ekonomik gelir kapısı sağlamaktadır. Genellikle kırmızıbiberlerin hasatı, temizlenmesi, kurutulması ve pul biber oluşuma kadar olan safhalarda kadınlar çalışmaktadır. Üretilen pul biberler aktarlara ve fabrikalara satılmaktadır.

Şanlıurfa ilinde kırmızıbiberler genellikle geleneksel yöntemle açık havada beton veya bez üzerlerine serilerek kurutulurlar. Bu kurutma şekli aflatoksin oluşumuna davetiye çıkarmaktadır. Aflatoksinler kırmızıbiberin tarlada veya bahçede gelişme aşamasında meydana gelebildiği gibi hasat, kurutma ve depolama aşamalarında da oluşabilmektedir. Kırmızıbiberlerin sıcak ve nemli bölgelerde yetişmesi ve hasat sırasında hijyen kurallarına uyulmaması kontaminasyon riskini artırmaktadır (Hesseltine, 1976).

Tropik ve yarı tropik bölgelerde sıcaklık ve nem küf gelişimi için optimal koşullar sağladığı için bu bölgelerde gıdalarda görülen aflatoksin sıklığı diğer bölgelere gore nispeten daha yüksektir (Rustom, 1997). Şanlıurfa, çok yüksek sıcaklık ve düşük neme sahip bir ilimizdir. Fakat Şanlıurfa Pul biberinin (isot) kendine has aroma, koyu renk ve acı bir tadın oluşması için kırmızıbiberler torbalara doldurularak terleme işlemine tabi tutulmaktadır. Terleme işlemi boyunca kırmızıbiberlerin nem değeri yükselmekte ve bu durum küflerin gelişimi için optimal ortam sağlayarak aflatoksinin oluşmasına neden olmaktadır. Şanlıurfa yöresinde pul biber üretimindeki genel hijyen ve sanitasyon eksikliği göz önünde bulundurulduğu takdirde aflatoksin riskinin güncelliğini sürdürme potansiyeline sahip olduğu

ortadadır. Bu nedenle yörede satılan kırmızı pul biberlerden 45 adet örnek toplanarak güncel aflatoksin kontaminasyon değerleri belirlenmiştir.

Ayrıca bu tez kapsamında; Şanlıurfa'da yetiştirilen ve geleneksel olarak açık havada kurutulan *C. annum* L. türü kırmızıbiberlerin taze halden, kurutulmuş pul biber (isot) oluşum aşamasına kadar meydana gelen süreçte, aflatoksin kontaminasyonlarının prosesle olan ilişkisini belirlemek amacıyla 10 tanesi beton 10 tanesi de toprak üzerinde kurutulan biberlerden olmak üzere 20 farklı kırmızı pul biber üretimi gerçekleştirilmiştir. Beton üzerinde ve toprak üzerinde üretilen pul biberler aflatoksin içerikleri bakımından değerlendirilebilmesi için gerek son ürünlerde gerekse çalışma öncesi belirlenen üretim safhalarından (taze, ayıklama, ilk kurutma, terleme, terleme sonrası, son ürün) örnekler alınarak aflatoksin analizleri yapılmıştır.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

2.1. Kırmızıbiberin Genel Kalite Özellikleri

Taze kırmızı biberin yapısında başta askorbik asit olmak üzere bazı vitaminler, karotenoidler, yağ, mineraller ve aromatik bileşikler bulunmaktadır. Askorbik asit ve karotenoidler sahip oldukları antioksidan özellikleri sayesinde, bazı tip kanserleri, kardiyovasküler hastalıkları, arteryosiklerozisi ve yaşlanmayı önleyici etki göstermektedir (Özalp, 2010). Karotenoidler, insan sağlığı açısından son derece faydalı olmaları yanı sıra kullanıldıkları gıdalara kazandırmış oldukları cazip renkten dolayı birçok araştırmaya konu olmuştur (Özalp, 2010). Taze Kırmızıbiberin bileşiminde bulunan maddeler Çizelge 2.1'de verilmiştir.

Çizelge 2.1**:** Taze kırmızıbiberin bileşiminde (100g) bulunan maddeler (Akgül, 1985)

İçerik	**Miktar**	**İçerik**	**Miktar**
Protein	2 g	Su	86.9 g
Yağ	0.8 g	Lif	1.7 g
Karbonhidrat	9.5 g	Demir	0.09 mg
β-Karoten	4.77 mg	Fosfor	47 mg
Tiamin	0.09 mg	Kalsiyum	11 mg
Riboflavin	0.12 mg	Potasyum	3.74 mg
Niasin	0.4 mg	Askorbik Asit	86 mg

Kırmızıbiber'e acılığı veren kapsaisin maddesidir. Kapsaisin, bilinen en acı maddelerden biridir. On yedi milyonda birlik çözeltisi bile, insanda acı hissi uyandırır. Kimyevî açıdan çok güçlü bir alkaloid olan kapsaisin, soğuğa ve sıcağa karşı dayanıklıdır; biberin pişirilmesi veya dondurulması sırasında aktivitesini kaybetmez. Kapsaisin aşırı miktarda alındığında zehirleme özelliği olan bir maddedir. Ancak öldürücü tesirinin ortaya çıkması, çok yüksek miktarda alınmasına bağlıdır. Bir kişinin tüketebileceği biber miktarı, toksik tesirin çok çok altındadır. Kapsaisinin tahriş edici özelliğinden yararlanılarak hazırlanan bazı spreyler, çeşitli ülkelerde sokak hayvanları ve park hayvanlarını insanlardan uzaklaştırmakta kullanılmaktadır (Lopez, 2003).

Kuru kırmızıbiber içerdiği birçok kimyasal bileşik nedeniyle insan beslenmesi ve sağlığı bakımından önem arz etmektedir (Akgül, 1985). Çizelge 2.2.'de kurutulmuş kırmızıbiberin bileşimi verilmiştir.

Çizelge 2.2. Kuru kırmızıbiberin bileşiminde (100g) bulunan maddeler (Akgül, 1985)

İçerik	Miktar	İçerik	Miktar
Protein	13.8 g	Su	7.9 g
Yağ	6.2 g	Lif	30.2 g
Karbonhidrat	31.6 g	Demir	0.23 mg
Pβ-Karoten	4.91 mg	Fosfor	0.3 mg
Tiamin	0.06 mg	Kalsiyum	0.2 mg
Riboflavin	1.36 mg	Potasyum	2.4 mg
Niasin	15.3 mg	Askorbik Asit	58.8 mg

Koç ve ark. (2004), kırmızıbiber kurutmada kullanılan güneş enerjili bir kurutucu performansı üzerine bir çalışma yapmışlardır. Yapmış oldukları çalışmada açık havada hızlı kurutma olmasına karşın, *l*-askorbik asit (C vitamini) ve renk seviyeleri incelendiğinde kurutucu ile kurutulan biberlerde elde edilen değerler (askorbik asit: 21.6 mg/100 g, ekstrakte edilebilir renk değeri:425.2) açıkta kurutulan biberlerden (askorbik asit: 20.2 mg/100g, ekstrakte edilebilir renk değeri: 286.2) daha yüksek bulunmuştur.

Goda ve ark. (1997), kırmızıbiberin en önemli renk bileşeni olan kapsantin ve kapsantin esterlerinin ışıktan etkilenme durumunu araştırmışlardır. Bu çalışmada serbest ve esterleşmiş kapsantin 4000 lüks ışığa maruz bırakılmış, serbest haldeki kapsantin uygulama başlangıcından itibaren bozulma gösterirken, esterleşmiş kapsantinde ancak birkaç hafta sonra bozulma saptanmıştır.

Vega-Galvez ve ark. (2009), yaptıkları çalışmada 50°C ve 90°C arasındaki kurutma sıcaklıklarının kırmızıbiberlerin bazı fizikokimyasal özelliklerine, rehidrasyon kapasitesine, rengine, askorbik asit içeriğine ve toplam fenolik madde içeriğine etkisini incelemişlerdir. Renk değerlerinin (L*,a*, b*) kurutma sıcaklığından etkilendiğini ifade etmişlerdir.

Akbulut (2011) tarafından yapılan çalışmada, dereotundan saflaştırılan polifenoloksidaz enziminin farklı substratlar kullanılarak değişik sıcaklıklardaki aktiviteleri belirlenmiş ve genel olarak 10 ile 60 °C arasında yüksek aktivite gözlenirken, 60 °C den sonra substrat türleri fark etmeksizin enzim aktivitesinin ilk andaki enzim aktivitesine oranının % 20 seviyelerine kadar düştüğü gözlenmiştir. Substrat olarak katekol kullanıldığında en yüksek aktivite 10 °C civarında gözlenirken, artan sıcaklıkla birlikte düşen enzim aktivitesi 80-90 °C arasında ilk andaki enzim aktivitesine oranla % 20 seviyelerine gerilemiştir.

Karapınar ve Tunçel (1986), İzmir'de satışa sunulan karabiber, kırmızıbiber ve kimyon üzerine yaptıkları bir çalışmada kırmızıbiber numunelerinin tamamı ve karabiber numunelerinin % 20'si küf sayısı açısından standardın üzerinde bulunmuştur.

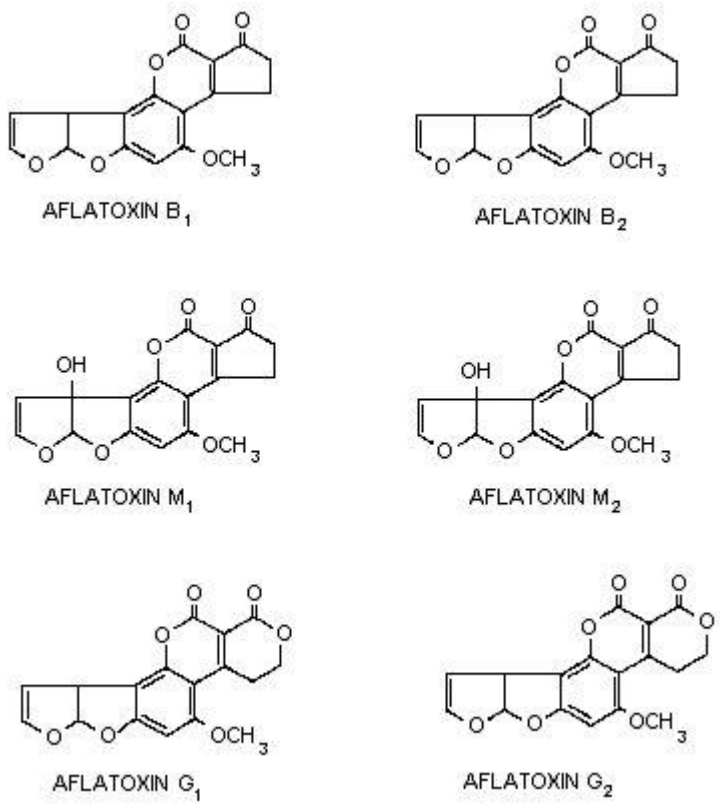
De Boer ve ark. (1985), Hollanda'da farklı türlerdeki 150 baharat örneğinde yaptıkları bir araştırmada, 27 (% 18) örnekte 10^4-10^5 kob/g düzeyinde küf bulunduğunu bildirmişlerdir.

2.2. Aflatoksin

Mikotoksinler, funguslar tarafından üretilen ve canlılarda latent, akut veya kronik tipte zehirlenmelere neden olan ikincil metabolitlerdir. Üç yüz'den fazla mikotoksin varlığı bilinmekte ve üç yüz elli'den fazla mikotoksin üreten fungusların olduğu tespit edilmiştir (Betina, 1989). Mikotoksin kelimesi Yunanca fungus anlamına gelen 'mykes' ve Latince zehir anlamına gelen 'toxicon' kelimelerin birleşmesinden meydana gelmektedir. Mikotoksinin çok düşük miktarı bile insan sağlığını olumsuz etkilemektedir (Charles ve Hamburgh, 1995). Mikotoksinler arasında üzerinde en fazla araştırma yapılan ve insan sağlığı açısından risk oluşturduğu düşünülen grubu aflatoksinler oluşturmaktadır (Reddy ve Waliyar, 2000).

Aflatoksinler, *Aspergillus flavus ve Aspergillus parasiticus* grubu küf mantarları tarafından gıdaların içinde veya üzerinde üretilen, kuvvetli toksik, kansorejenik, mutajenik ve bağışıklık sistemini olumsuz yönde etkileyen ikincil

metabolitler olarak tanımlanmaktadır (Reddy ve Waliyar, 2000). On sekiz değişik tipte aflatoksin tespit edilmekle birlikte bunlardan en önemlileri Aflatoksin B_1, B_2, G_1, G_2 'dir. Gıda maddelerinin ve kültürlerin içerisinden en fazla bulunan Aflatoksin B_1 (AFB_1)'dir. Aflatoksinler; metanol, kloform, aktan ve aktonitril içinde çözünebilirler. *A.flavus* AFB_1 ve AFB_2 ürettiği halde, *A.parasiticus* AFB_1 ve AFB_2 yanında AFG_1 ve AFG_2 de üretilebilmektedir. Bunlar haricinde *A.flavus* ve *A.parasiticus* kültürlerinden sonradan izole edilen 4 çeşit aflatoksin (M_1, M_2, B_2A, G_2A) çok düşük miktarda üretilmektedir (Reddy ve Waliyar, 2000). Şekil 2.1.'de aflatoksinin kimyasal yapısı gösterilmektedir.



Şekil 2.1. Aflatoksinlerin kimyasal yapısı (Betina, 1989)

Potansiyel toksik etkisi yüksek düzeyde olan 6 çeşit aflatoksinin etkileri çoktan aza doğru sıralandığı zaman AFB_1>AFM_1> AFG_1> AFB_2>AFM_2=AFG_2 şeklinde olur (Jay, 1992).

*Aspergillus flavu*s ve *Aspergillus parasaticus* izolatlarının % 60'ı aflatoksin meydana getimektedir. *Aspergillus parasiticus*, *Aspergillus flavus*'a göre daha sık toksin meydana getirmektedir (Eke, 1985). *Apergillus flavus*'un gelişimi ve

aflatoksin oluşturabilmesi için minumum % 85 nispi neme ihtiyaç duymaktadır (Sert, 1982). Aspergillus türlerinin aflatoksin sentezlemeleri için en düşük ortam sıcaklığı 12 ^{O}C, optimum 27-30 ^{O}C ve en yüksek sıcaklık ise 40-42 ^{O}C'dir (Davis ve Diener, 1978).

Ürünün fiziksel yapısının bozulması, küflerin gelişimini ve buna bağlı olarak da aflatoksin oluşumunu kolaylaştırmaktadır. Ayrıca ürünlere uygulanan depolama ve diğer işlemlerde bulaşmayı kolaylaştırmaktadır. Gıdaların küflerle bulaşması sonucu 3-7 gün içerisinde aflatoksin oluşmaktadır (Brien, 1976).

Aflatoksin oluşumunda birçok faktör rol oynamaktadır. Bunlar; ürün nemi, kurutma hızı, ortamın nisbi nemi, sıcaklık, ortamda bulunan fungus ve sporlarının yoğunluğu, gelişen türlerin toksin oluşturma güçleri, mikroorganizmalar arası rekabet ürünün ve yetiştirilen çeşidin direnci, böcek ve diğer zararlıların faaliyeti, bitki stresi, hava sıcaklığı, atmosferik gazların bileşimi gibi faktörler olarak sıralanabilir. Ayrıca aflatoksinler; hasat, kurutma, depolama, gıda ve yem halinde ürün işleme esnasından oluşabildiği gibi ürün tarlada veya bahçede de yetişirken meydana gelmektedir (Çoksöyler, 1999).

Aflatoksinin meydan geldiği ürünler arasında yağlı tohumlar, kuruyemişler, baklagiller, tahıllar, küspeler, yemler, hayvansal kökenli gıdalar, baharat vb. birçok ürün sayılabilmektedir (Nesheim, 1976). Dünyada hemen hemen bütün ülkeler aflatoksin tehlikesinden korunmak ve ihraç ettikleri ürünlerin geri dönüşümünü azaltmak için gıda ve yemlerde bulanabilecek aflatoksin düzeyleri için maksimum limitler belirlemişlerdir. Ülkemizde ise 1994 yılında Almanya ve İsviçre'ye ihraç edilen kırmızıbiberlerde aflatoksin bulunması üzerine, bu konuyla ilgili olarak 16.01.1995 tarihinde ilgili kuruluşların katılımıyla, o zamanki ismiyle Tarım ve Köyişleri Bakanlığında bir toplantı yapılmıştır. Bu toplantı sonucu çıkan karara göre kırmızıbiberlerde aflatoksin kontrolleri zorunlu hale getirilmiştir (Dokuzlu, 2000).

Türk Gıda Kodeksi Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimimum limitleri hakkında Tebliğ (Tebliğ No:2008/26)'e göre gıdalarda izin verilen maksimum limitler Çizelge 2.3' de verilmiştir.

Çizelge 2.3. Türk Gıda Kodeksinde gıdalar için izin verilen maksimum aflatoksin düzeyleri (ppb) (Anonim, 2008)

Gıda Maddesi	B_1	B_{1+} B_{2+} G_{1+} G_2	M_1
• Fındık, antepfıstığı gibi sert kabuklu meyveler, yağlı tohumlar, kuru meyveler ve bunlardan üretilen işlenmiş gıdalar	5.0	10.0	-
• Yerfıstığı (doğrudan tüketime sunulmadan veya gıda bileşeni olarak kullanılmadan önce sınıflandırma, ayıklama gibi fiziksel işlemlere tabi tutulacak olan)	8.0	15.0	-
• Tahıllar (karabuğday (Fagopyrum sp.) dahil) ve bunlardan üretilmiş olan işlenmiş gıdalar	2.0	4.0	-
• Mısır (doğrudan tüketime sunulmadan veya gıda bileşeni olarak kullanılmadan önce sınıflandırma, ayıklama gibi fiziksel işlemlere tabi tutulacak olan)	5.0	10.0	-
• Çiğ süt, ısıl görmüş süt, süt bazlı ürünlerin kullanılan süt	-	-	0.05
Baharatların aşağıdaki türleri için;			
• Kırmızıbiber (Capsicum spp.) (bunların kurutulmuş meyveleri, kırmızıbiber ve acı kırmızıbiberin bütün ve toz hali dahil) Karabiber, Hintcevizi, Zencefil, Zerdeçal	5.0	10.0	-
• Bebek ve küçük çocuk ek gıdaları	0.10	-	-
• Bebek formülleri ve devam formülleri	-	-	0,025
• Bebekler için özel tıbbi amaçlı diyet gıdalar	0.10	-	0.025
• Diğer Gıda Maddeleri (bulunması muhtemel riskli gıdalar)	5.0	10,0	0.5

Aflatoksinler akut ve kronik toksisiteye ve büyük bir bölümü ise karsinojenik, mutajenik ve teratojenik etkiye sahiptirler. Uluslararası Kanser Araştırma Kuruluşu (İnternational Agency of Research Canser, IARC) tarafından yapılan değerlendirmeye göre AFB_1 Grup 1 karsinojen, AFM_1 ise Grup 2 karsinojen olarak tanımlanmıştır. AFB_1'in toksik ve karsinojenik etkileri için temel hedef organlar karaciğer ve böbrektir (Anonim, 1993).

Mikotoksinler, kontamine olmuş besinler ve yemlerle beslenen hayvanlardan elde edilen ürünlerle insanlara bulaşırlar. Az gelişmiş veya gelişmekte olan ülkelerde halkın günlük diyetinde kullandığı gıdaların yaklaşık % 25'nin mikotoksinlerle veya metabolitleriyle kontamine olduğu görülmektedir (Şener, 2006).

Mikotoksinler büyük çoğunlukla kontamine gıdanın tüketilmesiyle vücuda alınmasının yanında toksijenik sporların doğrudan deri yoluyla insan vücuduna temasıyla da canlı metabolizmasına katılmaktadır (Salem ve Ahmad, 2010).

İnsanlar beslenme yoluyla vücutlarına toksin alabilmektedir. Ancak toksin bulaşısı uzun vadede düşünüldüğünde halk sağlığı açısından çok ciddi sorunlara yol açabilmektedir (Papp ve ark., 2002). Aflatoksinlerin toksisite derecesini; kişinin yaşı, beslenme düzeni, hepatit B enfeksiyonu gibi bazı sağlık faktörleri etkilemektedir. Aflatoksinlerin insan ve hayvanlarda oluşturduğu akut ve kronik seyirli mikotoksikoza aflatoksikoz adı verilmektedir (Sabuncuoğlu ve ark., 2008). Ayrıca aflatoksinlerin siroz, kronik gastrit, reye sendromu ve böbrek hastalıklarına neden olduğu belirtilmektedir. Bununla beraber aflatoksinlerin çocuklarda Kwashiorkor hastalığı (beslenme yetersizliği) oluşumuyla ile ilgili olduğu da belirtilmiştir (Rustom, 1997). Aflatoksin insan kordon kanının içerisinde tespit edilmiştir ve bu yolla gelişmekte olan fetüse geçebileceği öngörülmektedir. Ayrıca mikotoksinler havyanlarda verim kaybı, ağırlık artışında azalma ve kanser oluşumuna neden olabilmektedir. Bulaşmış yemlerle beslenen hayvanlarda zehirlenmeler ortaya çıktığı kayıtlarda bulunmaktadır (Özturan ve ark., 2007).

Aflatoksinlerin insanlar üzerindeki toksik dozu henüz bilinmemektedir. Dünya Sağlık Örgütü (WHO), Besin ve Tarım Örgütü besin maddelerinde bulunabilecek aflatoksin üst limitini 30 ppb olarak belirlemişlerdir (Erdem, 1980).

Gıdalara aflatoksin bulaşısı sadece insan sağlığını olumsuz etkilemekle kalmaz aynı zamanda ekonomik açıdan da kayıplara neden olabilmektedır. Aflatoksin bulaşısından dolayı meydana gelen kayıpların milyarlarca dolar olduğu tahmin edilmektedir. 1985 yılında Bileşmiş Milletler Dünya ve Tarım Örgütü (FAO)'nun bildirdiğine göre dünya gıda üretiminin % 25'i mikotoksinlerle kontamine olmuştur (Pohland, 1993). Bu ekonomik kayıplar üreticinin ürün kaybı, hayvan ve süt kayıpları, işletmecinin ve dağıtımcının yüksek maliyetler ve sağlık giderlerinin artması nedeniyle olumsuz etkilenmesine yol açmaktadır. Ayrıca bu konudaki mevzuat maliyeleri, araştırma ve eğitim maliyetleri de ek bir ekonomik yük getirmektedir (Pohland, 1993).

Bütün bu nedenlerle gıda ve yemlerde aflatoksin oluşumun önlenmesi büyük bir önem arz etmektedir. Aflatoksin oluşumun önlenmesinde öncelikle ham maddenin tarlada gelişimi, hasadı, depolanması, nakliyesi, ürüne işlenmesi ve ürünün elde edilmesi aşamalarında küf kontaminasyonun engellenmesi veya asgari düzeye indirilmesi büyük önem taşımaktadır. Aflatoksin kontaminasyonun önlenemediği durumlarda üründen aflatoksinin uzaklaştırılması ve detoksifikasyon için fiziksel, kimyasal ve biyolojik birçok yöntem uygulanmaktadır (Goldblatt ve Dollear, 1977).

Fiziksel ayırma yöntemleri arasında aflatoksin düzeylerini azaltmak için yaygın olarak elle veya elektronik yollarla ayıklama işlemi uygulanmaktadır. Rengi değişmiş, bozuk taneleri ayıklayarak aflatoksini azaltma yönünde bir işlem uygulanır. Bu işlem en çok yer fıstığında iyi sonuç vermektedir. Fiziksel dekontaminasyon yöntemleri arasında, iyonize ve iyonize olmayan ışınlar, solvent ekstraksiyonlarının ve mikrodalga ile ısıl işlemin aflatoksin üzerindeki etkileri de incelenmektedir (Goldblatt ve Dollear, 1977).

Aflatoksinlerin yapılarının bozulması ve inaktive edilmeleri kimyasal kullanımı yoluyla da mümkün olabilmektedir. Bunlar arasında sodyum hipoklorit, klorindioksit, klorin gazı, hidrolitik ajanlardan organik ve inorganik asitler ve sodyum hidroksit, amonyum hidroksit ve potasyum hidroksit gibi alkali çözeltiler vardır (Banu ve Muthumary, 2010). Bu kimyasalların bir kısmı gıda sanayinde kullanılmasına rağmen birçoğu toksik kalıntı bıraktığından, besin içeriğine zarar verdiğinden; tat, koku, renk, tekstür ve ürünün fonksiyonel özelliklerini

etkilediğinden dolayı kullanımlarının uygun olmadığı tespit edilmiştir (Banu ve Muthumary, 2010).

Aflatoksinler, biyolojik yöntemlerle de yok edilmektedir. 1000 kadar mikroorganizma taranarak aflatoksin üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Yapılan bu araştırmaya göre *Flavobacterium auranticum*'un sıvı ortamında aflatoksinleri yok ettiği tespit edilmiştir. Fakat bu işlemde ortaya çıkan büyük sorunlardan biri bakteri hücrelerinin ölümü sonucunda bakteri tarafından öncesinde absorbe edilmiş olan toksinin yeniden serbest kalmasıdır (Evren, 1999).

Yapılan çalışmalardan anlaşıldığı üzere aflatoksinin inhibisyonu için uygulanan yöntemlerin hiçbiri tam olarak sağlıklı sonuç vermemektedir. Çünkü bu işlemler üründen aflatoksini tam olarak izole edememekte, izole etse dahi mutlaka bir yan etki bırakmaktadır. Bu nedenle ürünün tarladan sofraya kadar olan oluşum süreçlerinde aflatoksinin oluşmaması için gerekli olan tedbirlerin önceden alınması gerekmektedir.

2.2.1. Baharatlarda Aflatoksin Bulaşısı

Baharatlar, lezzet verici, renklendirici, antioksidan ve antimikrobiyal özelliklerinden dolayı tek başlarına veya gıda maddelerine ilave edilerek kullanılmaktadır. Sağlık üzerine yararlı etkileri nedeniyle bir kısmı hastalıkları tedavi amacıyla değerlendirilmekte, diğer bir kısmı kozmetik sanayinde yer almaktadır. Bazı baharatlar belirli iklim koşulları ve toprak özelliklerine gereksinim duyduklarından dünyanın belirli bölgelerinde yetişmekte ve yaygın kullanım alanı nedeniyle dünya ticaretinde önemli yer tutmaktadır. Baharat, tıbbi ve aromatik bitkiler diğer bitkisel ürünlerde olduğu gibi, hasattan tüketime kadar olan süreçlerde, koşulların uygun olması durumunda aflatoksin oluşumuna maruz kalırlar (Heperkan, 2006).

Baharat türleri içerisinden en yüksek oranda aflatoksin içeren baharatların başında kırmızıbiber gelmektedir (Marin ve ark., 2009). Kırmızıbiber; üretim, hasat, kurutma ve daha sonraki işleme aşamalarında karşı karşıya kaldığı şartlar nedeniyle aflatoksin oluşumuna hassas ürünlerden birisidir (Ardıç ve ark., 2008).

Kırmızıbiberlerin mikotoksinler ile kontaminasyonunda bölgenin iklimi, ürün genotipi ve toprak tipi birçok faktör olduğu tespit edilmiştir (Hernandez-Hierro ve ark., 2008). Dünyada biber üretiminde önde olan ülkelere baktığımızda bu ülkelerin tropik bölgelerde olduğu görülmektedir. Bu yüzden tropikal bölgeler sahip olduğu sıcaklık-nem kırmızıbiber ve ürünlerinde küflerin gelişim için uygun iklim koşullardır (Marin ve ark., 2009).

Ülkemizdeki kırmızıbiberin yurtdışı ticaretiyle ilgili ilk sıkıntı 1994'te Almanya'ya ihraç edilen kırmızı pul ve toz biberlerin % 52'sinde limitlerin çok üstünde aflatoksin tespit edilmesi üzerine yaşanmıştır. Bu ihracatta ciddi ekonomik kayıplara neden olmuştur. Öğütülmüş/işlenmiş kırmızıbiberlerin ihracatı 1994'te 2094 ton iken, 1995'te 1036, 1996'da 285 ve 1997'de 313 tonlara gerilediği görülmüştür. İhracattaki bu azalma 2000'li yıllara kadar devam etmiştir (Özkaya ve ark., 2001).

Kurutulmuş kırmızıbiber ihracatı ülke ekonomisi açısından büyük önem arz etmektedir. Kırmızıbiberin yurtdışı ticaretinin gerçekleşebilmesi için ticarete konu olan ürünün aflatoksin içeriğinin, transferin gerçekleşeceği ülke mevzuatlarının kabul ettiği aflatoksin limitlerine uygunluk göstermesi gerekmektedir. Aksi takdirde bin bir emekle üretilen ürünlerin ihraç edilmek istenen ülke tarafından geri iade edilmektedir. Bu da ciddi ekonomik kayıplara neden olmaktadır.

Ülkemizde baharat olarak sevilerek tüketilen kırmızı pul ve toz biberlerin üretiminde kullanılan kırmızıbiberler; koyu kırmızı renkli, tat olarak acı, tatlı veya az acı; şekli ise konik veya uzundur. Kırmızıbiberlerin kuru maddesi yüksektir (Yıldırım, 1996).

Ülkemizde kırmızı pul biber üretimi geleneksel olarak açık havada, güneş altında kurutulmuş biberlerde yapılmaktadır. Tarladan toplanan kırmızıbiberler küçük parçalara ayrıldıktan sonra toprak üzerinde kurutulmakta, daha sonrasında ise değirmenlerde toz haline getirilmektedir. Bu işlemlerden sonra kurutulmuş olan biberler naylon veya bez torbalarla toptancılara satılmaktadır. Bu nedenlerden dolayı kırmızıbiberlerde toprak kökenli toksikojenik küf kontaminasyonuna ve toksin oluşumuna çok sık rastlanır (Yıldırım, 1996).

Capsium cinsinden olan kırmızıbiberler üzerinde yapılan çalışmalarda küf kontaminasyonu bitki üzerinde başlamakta hasat edilene kadar geçen sürede ve kurutma esnasında küf gelişimi ve toksin oluşumu devam etmekte olduğu görülmüştür. Aflatoksin oluşumunun henüz biber dalında iken başladığı tespit edilmiştir (Ünlütürk ve Turantaş, 1998). Kırmızıbiber bitkisi pek çok aerob ve anaerob bakteri ve küfün kaynağı olan su ve toprak ile temas halinde olduğundan dolayı doğal olarak mikroorganizmalar tarafından kontamine olmaktadır (Ünlütürk ve ark., 1999).

Kırmızıbiberlerin yetiştiriciliğinde karşılaşılan sorunlar bir yandan üretimi azaltmakta, diğer taraftan verimi düşürdüğü için maliyet yükseltmekte ve kırmızıbiber üretim karlılığını azaltarak üreticinin bu ürünü dışlamasına neden olmaktadır. Yetiştiricilik sorunlarına ek olarak kırmızıbiberlerin kurutulması ve işlenmesi sırasında yapılan hataların neden olduğu kalite bozuklukları da meydana gelmektedir (Paksoy ve Uslu, 2007).

Türk Gıda Kodeksi Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimimum limitleri hakkında Tebliğ (Tebliğ No:2008/26)'e göre Kırmızıbiber (capsicum spp.), kırmızıbiberin kurutulmuş hali, kırmızıbiberin bütün ve toz halinde bulunması gereken maksimum limit Aflatoksin B_1 için 5 ppb, toplam aflatoksin (B_{1+} B_{2+} G_{1+} G_2) için ise 10 ppb'dir (Anonim, 2008).

Genelde baharatlar ve özelde ise kırmızı pul biberlerin aflatoksin kontaminasyonuyla ilgili olmak üzere çeşitli bilimsel çalışmalar yürütülmüştür.

El-Kady ve ark. (1995) tarafından Mısır'da yapılan bir araştırmada 120 farklı baharat numunesinin 16'sında (% 13.3) 8-35 ppb düzeylerinde AFB_1 belirlemişlerdir.

Fufa ve Urga (1996), Etiyopya'da marketlerden toplanan 60 kırmızıbiber numunesinin 8'inde (% 13.3) 100-500 ppb aralığında AFB_1 olduğunu belirtmişlerdir.

Reddy ve ark. (2001) tarafından yapılan araştırmada ise Hindistan'da marketlerden toplanan 182 kırmızıbiber numunesinin % 59'unun AFB_1 ile kontamine

olduğunu, bunların % 18'indeki AFB_1 düzeyinin kabul edilen limitlerin üzerinde olduğunu belirlenmiştir.

Abdulkadir ve ark. (2004) tarafından Katar'da toz biber üzerine yaptıkları çalışmada örneklerin % 66' sının aflatoksinle kontamine olduğu ve kontamine olan örneklerde 5.60-69.28 ppb aralığında değişen toplam aflatoksin tespit etmişlerdir.

Romagnoli ve ark. (2007) tarafından kurutulmuş biber üzerine yaptıkları çalışmada örneklerin % 45.7' sinin aflatoksinle kontamine olduğu ve kontamine olan örneklerde 0.57-30.7 ppb aralığında değişen toplam aflatoksin tespit etmişlerdir.

Hazır ve Çoksöyler (1998), 141 adet kırmızı biber örneğinden 46'sında (% 32.6) 0.45-80.25 ppb aralığında AFB_1 belirlemişlerdir.

Ağaoğlu (1999) tarafından yapılan araştırmada Van ilinde açıkta satılan 40 adet kırmızı pul biber örneği AFB_1 yönünden incelenmiş; çalışma sonucu numunelerin tamamında AFB_1 saptanmış; numunelerin % 42.5'inde (17 örnek) 1.10-5.00 ppb, % 40'ında (16 örnek) 5.01-10.00 ppb, % 12.5'inde (5 örnek) 10.01-20.00 ppb ve % 5'inde (2 örnek) 20.01-44.00 ppb arasında AFB_1 tespit edilmiştir.

Aydın ve ark. (2007), yaptıkları çalışmada İstanbul'daki marketlerden toplanan 100 adet kırmızıbiber örneği ELISA ile incelenmiştir. Türk Gıda Kodeksi ve Avrupa Birliği'nin kabul ettiği tolerans limitlerine göre; 32 örnek (%32) belirlenen limitlerin altında, 50 örnek ise (%50) 0.025-5 µg/kg arasında, 18 örnek ise (%18) belirlenen tolerans limitlerinin üstünde çıkmıştır.

Taydaş ve Aşkın (1995), Türkiye'de pazarlanan kırmızıbiberlerde yapmış oldukları bir araştırmada, 33 adet taze, 33 adet kuru, 31 adet toz ve 30 adet pul kırmızıbiber olmak üzere toplam 127 adet kırmızıbiber örneği incelenmiş ve 127 adet kırmızıbiber örneğinin 83 tanesinde AFB_1, 2 tanesinde hem AFB_1 hem de AFB_2 bulunduğu tespit edilmiştir. 31 toz biber örneğinin 28 tanesinde AFB_1 bulunduğu, 3 tanesinde ise aflatoksine rastlanmadığı, örneklerdeki AFB_1 miktarının 0-28.5 ppb arasında değiştiği ve taze, kuru, toz ve pul biber örneklerinde aflatoksin bulunma

oranının ise sırasıyla; % 9.09, % 72.72, % 90.30 ve % 100 olduğunu tespit etmişlerdir.

Dokuzlu (2000), yapmış olduğu bir çalışmada, Bursa İl Kontrol Laboratuarına kontrol ve istek üzerine gelen 30 adet kırmızı toz biber örneğinin 13 tanesinde AFB_1, 1 tanesinde hem AFB_1 hem de AFG_1 tespit edildiği, örneklerdeki AFB_1 miktarlarının 5-25 ppb, AFG_1 miktarının ise 15 ppb olarak bulunduğu belirtilerek AFB_2 ve AFG_2'ye rastlanmadığı, aflatoksin bulunma oranın ise % 46.6 olarak bulunduğu belirtmiştir.

Karagöz (1999), Ankara'da satılan 25 adet pul biber örneğini incelemiş ve bu örneklerin 23 tanesinde AFB_1 tespit etmiştir. Örneklerdeki AFB_1 miktarının 1.2-14.8 ppb arasında bulunduğu, aflatoksin bulunma oranın % 92 olarak tespit ettiğini belirtmiştir. Yine aynı çalışmada kırmızı toz biber örneklerinin % 80'inde 1.3-19.8 ppb AFB_1 bulunduğu gözlenmiştir.

Özkaya ve ark. (2001), aflatoksinlerin oluşumu ile ilgili yapmış olduğu bir araştırmada üzerinde hiç zedelenme olmayan biberler, koruyucu tabakası zarar görmüş biberler ve parçalanan biberler toksijenik bir *A.flavus* suşuyla inoküle edilerek kurutulmuş ve inoküle edilmemişlerle birlikte aflatoksin düzeyleri yönünden incelenmiştir. İnoküle edilmemiş sağlam ve parçalanmış tanelerde ortalama AFB_1 miktarı 0 iken, zedelenmiş olanlarda 1.39 ppb, inoküle edilmiş sağlam, parçalı ve zedelenmiş olanlarda ise ortalama AFB_1 sırasıyla 2.66, 0.89 ve 115.63 ppb olduğu belirlenmiştir. Yani inokülasyon sağlam, parçalı ve zedelenmiş tanelerde aflatoksin oluşum düzeyini artırmış, ancak zedelenmiş olanlarda bu artış 10 kata yakın olmuştur. Bu durumun zedelenme ile toksijenik sporların biberde gelişmesi ve toksin oluşturmasını önemli ölçüde artırdığını rapor edilmiştir.

Demircioğlu ve Filazi (2010) yapmış oldukları bir çalışmada, Türkiye'nin değişik bölgelerinde açık olarak satılan 7 çeşit kurutulmuş kırmızıbiberden 7'şer adet incelendi. Bu biberler; pul biber, acı toz biber ve tatlı toz biber ile pul biber çeşitlerinden yaprak biber, ince biber, ipek biber ve isottur. Bu çalışmada piyasada toplanan 49 adet kurutulmuş kırmızıbiberde örneklerin 12 tanesinde (% 24.5) 3.5-80 ppb AFB_1, 11 tanesinde (% 22) 3-60 ppb AFB_2, 5 tanesinde (%10) 8-40 ppb AFG_1

ve 1 tanesinde (% 2) 20 ppb düzeyinde AFG_2' ye rastlanılmıştır. 49 adet kırmızıbiberden yalnızca 1 tanesinde AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2, 4 tanesinde AFB_1, AFB_2, AFG_1, 6 tanesinde AFB_1 ve AFB_2 bir arada tespit edilmiş ve 1 tanesinde yalnızca AFB_1 bulunmuştur. Böylece kırmızıbiberlerdeki aflatoksin rastlanma sıklığı % 24.5 olarak tespit edildi. Analizi yapılan kırmızıbiberlerden pul biber, isot ve ince biberde hiç aflatoksin kalıntısı bulunmazken, aflatoksin rastlanma sıklığı ipek biberde % 28.6, yaprak biberde % 57, tatlı toz biberde % 28.6 ve acı toz biberde % 57 olarak tespit edilmiştir. Türk Gıda Kodeksine göre kırmızıbiberlerden 38 tanesi (% 78) uygun olduğu halde 11 tanesinin (% 22) uygun olmadığı sonucuna varılmıştır.

Dinçoğlu ve Karaçal (2006) tarafından yapılan çalışmada, Aralık 2004–Temmuz 2005 tarihleri arasında İzmit Bölgesinde değişik satış noktalarından temin edilen 192 adet baharat örneği için (50 kırmızı pulbiber, 57 kimyon, 45 toz biber ve 40 siyah pul biber) toplam aflatoksin ve aflatoksin B_1 (AFB_1) düzeylerinin saptanması amacıyla ELISA metoduyla yapılan analizlerde; Toplam aflatoksin analizinde 132 (% 68.75) örnekte pozitiflik tespit edilmiştir. Pozitif örneklerin 35'i (% 26.52) kırmızı pul biber, 69'u (% 52.27) siyah pul biber, 18'i (% 13.64) kimyon ve 10'u (% 7.58) toz biber şeklinde ortaya çıkmış, örneklerin 78'inde (% 40.63) ise AFB_1 saptanmış, 25 (% 32,05) kırmızı pul biber, 47 (% 60.26) siyah pul biber, (% 5.13) kimyon ve 2 (% 2.56) toz biberde ise AFB_1 ile kontaminasyon belirlenmiştir. 192 baharat örneğinin 11'inin (% 5.73) toplam aflatoksin, 7'sinin ise (% 3.65) AFB_1 yönünden Türk Gıda Kodeksi'nde belirtilen limit değerlerin üzerinde etken içerdiği tespit edilmiştir. Tüm baharat türlerinde toplam aflatoksin miktarının 1-12 ppb, AFB_1 miktarının ise 1-10 ppb aralığında olduğu saptanmıştır.

Kanbur ve ark. (2006) tarafından yapılan çalışmada Kayseri'de tüketime sunulan 50 adet kırmızıbiber örneğindeki aflatoksin B_1 (AFB_1) EIA yöntemi ile analiz edilmiş, örneklerin tümünde AFB_1 varlığına rastlanmıştır. AFB_1 değerleri, 1.48-70.05 ppb aralığında tespit edilmiştir ve kırmızıbiber numunelerin üç adedinde (% 6.0) Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliğine göre baharatlarda bulunmasına izin verilen düzeyden (5 ppb) yüksek AFB_1 olduğu belirlenmiştir.

Öztekin ve ark. (2006), kurutulan kırmızıbiberde renk değişimi, aflatoksin oluşumu, mikrobiyal yük ve depolama zararlılarının değişimi incelenmişlerdir. Araştırmada elde edilen sonuçlara göre üretim ve depolama esnasında aflatoksin oluşumu ve depolama zararlılarının gelişimini önleyen renk, tat ve aromayı koruyan yeni bir üretim ve depolama stratejisine gereksinim olduğu belirlenmiştir. Bu yeni yaklaşımda ozonlu suyla ürün yıkama, kurutma sistemlerinin etkin kullanımı, vakum-hermetik depolama teknikleri, bilgisayar destekli depo kontrolü gibi işlemler öngörülmüştür.

Makaracı (2006), farklı kurutma yöntemlerinin kırmızıbiberlerde aflatoksin oluşumu üzerine etkisini incelemiştir. Yapmış olduğu çalışmada kırmızıbiberleri açık havada, fırında ve mikrodalga fırında kurutmuştur. Aflatoksin analizlerinde yapmış olduğu hiçbir kurutma yönteminde aflatoksine rastlamamıştır.

Apak (1995) tarafından Samsun ilinde satışa sunulan bazı gıdalarda yapılan aflatoksin çalışmasında, 8 pul biber, 8 ceviz, 3 fındık, 6 antepfıstığı, 6 yerfıstığı, 1 susam ve 1 tahin olmak üzere 33 örnek incelenmeye alınmıştır. Fındık örneklerinde aflatoksine rastlanmazken, 1 yerfıstığı örneğinde AFB_1 183.19 ppb, AFB_2 58.62 ppb olarak saptanmış ve 8 pul biber örneğinde ise AFB_1 4.46-24.25 ppb arasında tespit edilmiştir.

Eldessouki (1992), aflatoksin varlığını belirlemek için yaptığı bir çalışmada, rastgele seçilmiş 15 adet az acı toz kırmızıbiber örneği ile 24 adet acı toz kırmızı biber örneklerini incelemiştir. Bu çalışmanın sonucunda, 7 adet az acı toz kırmızıbiber örnekleri 15.3 ppb'e kadar toplam AFB_1, AFB_2, içerirken 13 adet acı toz kırmızıbiber örneklerinin 218.4 ppb'e kadar toplam AFB_1, AFB_2, AFG_2 içerdiği tespit edilmiştir.

Ardıç ve ark. (2008) yaptıkları çalışmada; Şanlıurfa'da üretilip yine Şanlıurfa merkezde pazarlarda ve aktarlarda satılan isot çeşitlerinden; kırmızı pul biber, kırmızı toz biber ve siyah pul biber'in AFB_1 miktarını belirlemek üzerine yaptıkları araştırmada 75 adet numune toplamışlardır. ELISA yöntemiyle yapılan bu çalışmada analizi yapılan 75 numunenin 72 tanesinde (% 96) 0.11-24.7 ppb arasında değişen AFB_1 tespit etmişlerdir. Bu 75 örneğin 11 tanesinin Türk Gıda Kodeksi ve Avrupa

Birliği tarafından bildirilen Aflatoksin limitlerinin üstünde çıktığı için uygun olmadığını belirtmişlerdir. Bunun için kırmızıbiberleri kimyasal tehlikelerden korumak ve kırmızıbiberlere mikroorganizmaların bulaşmasını önlemek için hijyen kontrollerine önem verilmesi gerektiğini vurgulamışlardır.

Alpsoy ve ark. (2013), İstanbul'un 40 farklı bölgesinde açıkta satılan paketlenmemiş kırmızı toz biberlerdeki toplam aflatoksin miktarını belirlemek amacıyla 36 adet numune toplamıştır. ELISA yöntemini kullanarak yaptığı analizlerde 36 numunenin 32 tanesinde (% 88) 0.2-106.4 ppb arasında değişen aflatoksin tespit etmiştir. Bu 36 örneğin 16 tanesinin değerleri (% 44) Türk Gıda Kodeksi'nde toplam aflatoksin için belirtilen limit'in (10 ppb) üstünde çıktığını belirterek Türk Gıda Kodeksine uygun olmadığını belirtmiştir.

Güntekin (2007), yaptığı çalışmada; 82 adet kırmızı pul biber örneği ELISA metoduyla incelenmiş, incelenen örneklerin 69 tanesi (% 84.14) kabul edilebilir limitlerin üzerinde, 13 tanesi ise (% 15.86) kabul edilebilir limitlerin altında bulunmuştur. Kabul edilebilir limitlerin üzerinde bulunan sonuçların değer aralığı 5.1-20.94 ppb, kabul edilebilir limitlerin altında bulunan sonuçların değer aralığı ise 1.62-4.94 ppb olarak tespit edilmiştir.

Fazekas ve ark. (2005), Macaristan'da yaptıkları çalışmada, 2004 yılı Ekim ve Kasım ayları boyunca toplam 91 adet kırmızıbiber örneği toplanmıştır. Aflatoksin B_1, B_2, G_1, G_2 ve okratoksin A açısından HPLC yöntemiyle örnekler incelenmiştir. İncelenen 70 adet kırmızı pul biberin 18 tanesinin aflatoksin B_1 ile kontamine olduğu bulunmuştur. Bunlardan 7 tanesinin ise maksimum limitlerin üzerinde çıktığını belirtmişlerdir. Bulunan değer aralığı ise 6.1-15.7 ppb'dir.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. MATERYAL

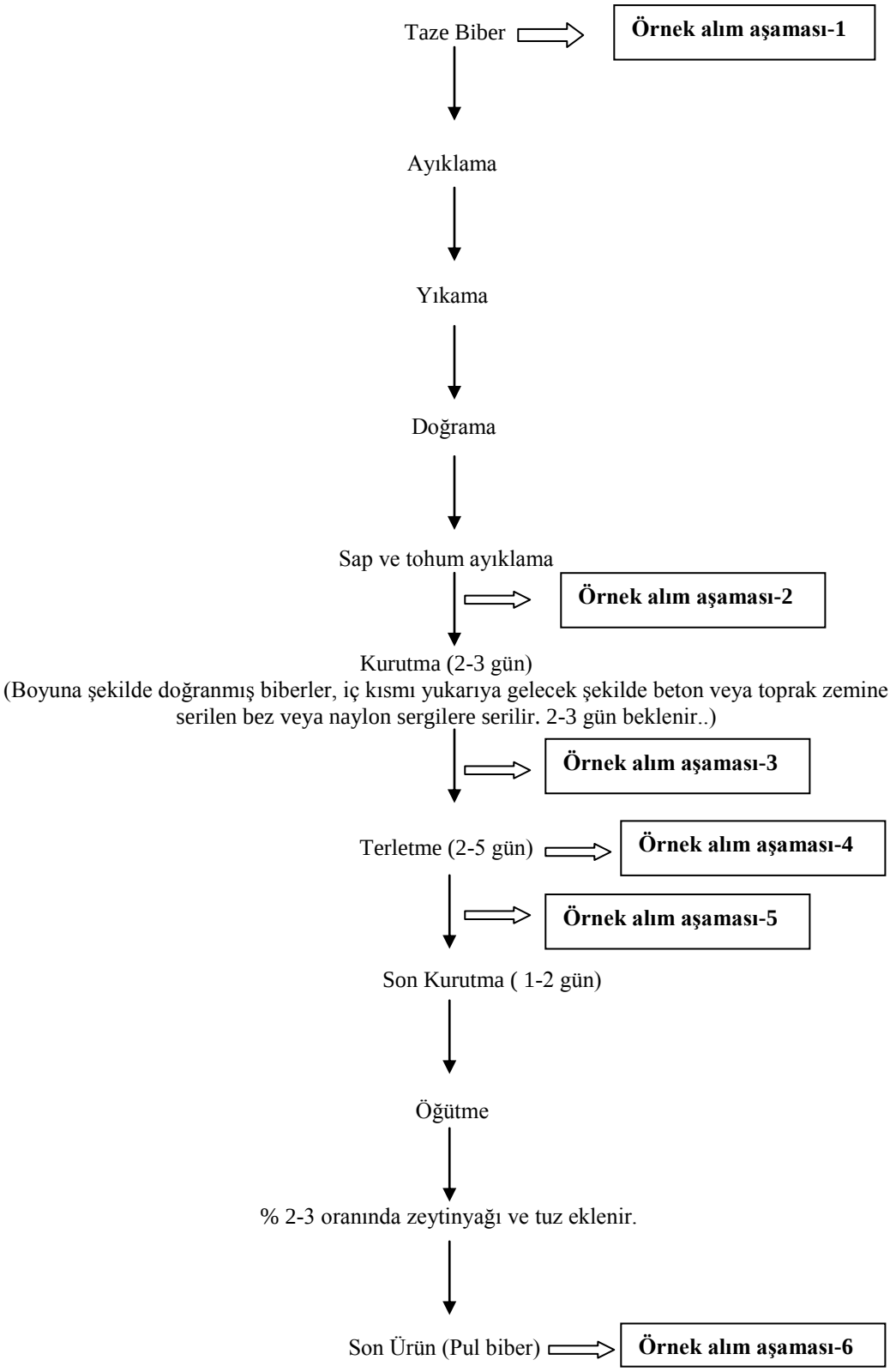
3.1.1.Bitki Materyali

Araştırmada materyal olarak *C. annum* L. türü kırmızıbiberler kullanılmıştır. Şanlıurfa'nın 20 farklı üretim alanından pul biber (isot) üretiminin belli aşamalarında numuneler alınmıştır. Analizler için elde edilen numuneler analizler yapılana kadar buzdolabında -20 °C'de, neme karşı korunaklı ambalajlarda muhafaza edilmiştir. Analizler için analitik saflıkta kimyasal maddeler kullanılmıştır.

3.2. YÖNTEM

Pul biber üzerine yaptığımız çalışma iki kısımdan oluşmaktadır. Çalışmamızın ilk kısmında; Şanlıurfa yöresinde satışa sunulan, bölge halkı ve ilimize gelen yerli yabancı turistler, misafirler, tarafından tüketilen pul biberlerin aflatoksin içeriğinin belirlenmesi amacıyla bölgede kırmızı pul biber satışı yapan işletmelerden 45 adet örnek toplanarak aflatoksin analizleri yapılmıştır.

Çalışmamızın ikinci kısmında; Şanlıurfa yöresinde üretilen kırmızı pul biberlerin olası aflatoksin kontaminasyonlarının prosesle olan ilişkisini belirlemek amacıyla geleneksel yöntemlerle 10 tanesi beton 10 tanesi de toprak üzerinde kurutulan biberlerden olmak üzere 20 farklı kırmızı pul biber üretimi yapılmıştır. Beton üzerinde ve toprak üzerinde üretilen pul biberler aflatoksin içerikleri bakımından değerlendirilebilmesi için gerek son ürünlerde gerekse çalışma öncesi belirlenen üretim safhalarından örnekler alınmış ve aflatoksin içerikleri bakımından değerlendirilmişlerdir. Örnek alım aşamaları Şekil 3.1.'de gösterilmektedir.



Şekil 3.1. Şanlıurfa'da geleneksel pul biber (isot) üretimi (Anonim b, 2014)

Son ürün olarak elde edilen 20 farklı pul biber numunesinin genel kalite özelliklerini belirlemek amacıyla son üründe kuru madde, su aktivitesi, L-askorbik asit, polifenol oksidaz, HMF, renk ve maya-küf tayini yapılmıştır. Ayrıca son ürün olarak aflatoksin oranı yüksek çıkan ve hedef numune olarak belirlediğimiz 6 numunenin her birinin 6 farklı pul biber oluşum aşamalarında kuru madde ve su aktivitesi tayini de yapılmıştır.

3.2.1. Fizikokimyasal Analizler

3.2.1.1. Kuru Madde Tayini

Kuru madde miktarı için partiküllerine ayrılmış olan örneklerden 5 g tartılarak, vakum fırınında 70 °C'de 100 mmHg basınç altında sabit ağırlığa gelinceye kadar (24 saat) kurutulmuştur (Kirk ve Sawyer, 1991).

3.2.1.2. Renk Tayini

Tüm örneklerin renkleri Hunter renk skalasına göre Lovibond (A.B.D) marka renk tayin cihazı kullanılarak analiz edilmiş ve Hunter L*, a* ve b* renk değerleri saptanmıştır.

3.2.1.3. Su Aktivitesi

Su aktivitesi miktarı Novasina marka (İsviçre) masa tipi su aktivitesi cihazı ile doğrudan belirlenmiştir.

3.2.1.4. Askorbik Asit (C Vitamini) Tayini

Askorbik asit analizinde AOAC.1990, Metod No: 986.13 metoduna göre Shimadzu marka HPLC cihazı kullanılmış ve L-Askorbik asit miktarındaki değişim belirlenmiştir (Anonim, 1990).

3.2.1.4.1. Kullanılan kimyasal maddeler

Analiz sırasında, analitik saflıktaki MeOH, Asetonitril, % 85 Fosforik Asit (o-Fosforik asit) ve ultra saf su kullanılmıştır.

3.2.1.4.2. Örnek hazırlama

2 g numune 100 ml % 60 metil alkol çözeltisinde 10 dakika düşük devirde homojenize edilir ve daha sonra 6000 rpm' de 5 dakika santrifüj edilir. C18 kartuşundan, enjektör yardımıyla, sırasıyla önce 10 mL Asetonitril, sonra da 10 mL H_2O geçirilerek kartuş şartlandırılır. Kartuştan 10 mL hava geçirilir (enjektör boş pompalanarak). 10 mL örnek kartuştan yavaş bir şekilde (damlalar halinde) geçirilir. İlk 4-5 mL örnek atılır. Kalan 4-5 mL örnek toplanır ve 0.45μm'lik filtreden geçirilerek viallere konup cihaza yerleştirilir.

3.2.1.4.3. Kromatografik şartlar

Mobil faz: 0.02 M KH_2PO_4 %100 oranında cihaza verilir.

Akış hızı: 0.8 mL/dak.

Dalga boyu: 214 nm (Diğer analitler için uygun dalga boyları spektrum alınarak bulunmalıdır).

Enjeksiyon hacmi: 20 µl

Kolon: Analitik kolon

Kolon sıcaklığı: Oda sıcaklığı (20^oC)

UV-DAD Dedektör

Analitik kolon: C18 kolon

3.2.1.4.4. Kalibrasyon eğrisi hazırlama

Minimum standart konsantrasyonu sıfır olmak üzere, aşağıdaki yol izlenerek standart bir kalibrasyon eğrisi hazırlanır.

Standart stok çözeltisi: 200 mL' lik balon jojeye askorbik asitten 200 mg tartılarak su ile çizgisine tamamlanır.

Standart çalışma çözeltisi: Stok çözeltiler 10, 20, 40, 60, 80 mg/100mL olacak şekilde gereken oranlarda seyreltilir. Örnek hazırlama safhasında belirtilen yöntemle filtre edilen stok çözeltiler viallere konarak cihaza verilir ve cihaz tarafından kalibrasyon eğrisi hesaplanır.

3.2.1.4.5. Hesaplama

Cihaza ait bilgisayar uygulaması ile kalibrasyon eğrisi kullanılarak, analiz edilen numunede bulunan askorbik asit konsantrasyonu hesaplanmıştır. Belirlenen kurutma yöntemlerinin uygulanması esnasında belirli aralıklarla alınan numunelerdeki askorbik asit düzeyi tespit edilmiş ve kurutma işlemi sürecinde askorbik asit düzeyindeki yüzde değişim belirlenmiştir. Sonuçlar kuru ve yaş bazda ayrı ayrı hesaplanmıştır.

3.2.1.5. Hidroksimetil Furfural (HMF) Tayini

Hidroksimetil furfural birçok aldehit gibi barbiturik asit ve p-toluidin ile kırmızı renkli bileşikler oluşturur. Oluşan kırmızı rengin intensitesi HMF miktarına bağlı olduğundan kantitatif kolorimetrik tayin için bu durum esas olarak kabul edilir.

Örnekler TS 6178 ISO 7466'da belirtildiği gibi hazırlandıktan sonra spektrofotometrede 1 cm optik yollu küvetler içerisinde, 550 nm dalga boyunda, tanık örneğe karşı absorbans ölçülerek değerlendirilmiştir. Bulunan sonuçlar mg hmf/kg biber olarak ifade edilmiştir (Anonim, 2002).

3.2.1.5.1. Kullanılan kimyasal maddeler

Carrez (I) çözeltisi: 160 g Potasyum demir (II) hekzasiyanür su içinde çözülerek 1 L'ye seyreltilir.

Carrez II çözeltisi: 300 g Çinko sülfat heptahidrat, suda çözülerek 1 L'ye seyreltilir.

P-toluidin çözeltisi: 20.0 g p-toluidin (erime noktası 45 °C olan) yaklaşık 100 mL propan-2-ol'de, gerekirse su banyosu üstünde ısıtılarak çözülüp, 20 mL buzlu asetik asit ilave edilerek kantitatif olarak 200 mL ölçülü balona aktarılır. Isıtıldığı takdirde soğutulup işaret çizgisine kadar propan-2-ol ile seyreltilir. Bu çözelti, koyu kahverengi bir şişede, soğutucu içinde 1 ay muhafaza edilebilir.

Barbitürik asit çözeltisi: 0.500 g Barbitürik asit yaklaşık 70 mL suda gerektiğinde su banyosu üstünde ısıtılarak çözülüp, kantitatif olarak 100 mL ölçülü balona aktarılır, ısıtıldığı takdirde soğutulup, işaret çizgisine kadar seyreltilir. Bu çözelti soğutucu içinde muhafaza edilmelidir.

3.2.1.5.2. Örnek hazırlanma

Numuneler iyice karıştırılarak homojenize edilir. Dondurulmuş veya derin dondurulmuş ürünler kapalı bir kapta çözülmeye bırakılır ve bu işlem sırasında oluşan sıvı, ürüne ilave edilerek karıştırılır ve homojenize edilir.

Analiz numunesinden 10 mL veya 10 g veya 5 mL veya 5 g gibi daha az miktarda deney numunesi alınabilir.

Deney numunesi 100 mL' lik ölçülü balona aktarılır. 50 mL su ilave edilir. 20°C ±1°C'de kontrol edilen su banyosu üzerine yerleştirilir. 2 mL Carrez-I ve 2 mL Carrez-II-ilave edilir. Her ilaveden sonra karıştırılır. İşaret çizgisine kadar su ile tamamlanır, çözelti süzülür, süzüntünün ilk 20 mL' si atılır.

3.2.1.5.3. Kalibrasyon eğrisi hazırlama

Minimum standart konsantrasyonu sıfır olmak üzere, aşağıdaki yol izlenerek standart bir kalibrasyon eğrisi hazırlanır.

Standart stok çözeltisi: 1000 ml' lik balon jojeye askorbik asitten 100 mg tartılarak su ile çizgisine tamamlanır. Stok çözeltiler 5, 10, 15, 20, 25 mg/L olacak şekilde gereken oranlarda seyreltilir. Örnek hazırlama ve tayin safhasında belirtilen aşamalardan sonra elde edilen absorbanslar vasıtasıyla kalibrasyon eğrisi hazırlanır.

3.2.1.5.4.Tayin

A ve B tüplerine 2' şer mL'lik deney çözeltisi konur. Her iki tüpe 5'er mL p-toluidin çözeltisi ilave edilip, kapağı kapatılır ve çalkalanır. 1-2 dakika bekletilir. A tüpüne 1 mL su ilave edilip çalkalanır. (Referans çözelti). B tüpüne 1 mL barbitürik asit çözeltisi ilave edilip çalkalanır. 550 nm' de absorbansı barbitürik asit ilavesinden sonraki 3-4 dakika içinde referans çözeltiye karşı ölçülür.

Not: Absorbans, barbitürik asit çözeltisi ilavesinden sonra 3-4 dakikada maksimuma erişir ve daha sonra hızla düşer. Okuma maksimum absorbansta yapılmalıdır.

3.2.1.5.5. Hesaplama

5-HMF miktarı kilogramda veya litrede mg olarak aşağıdaki formüllerle hesaplanır.

$$\text{5-HMF miktarı (mg/kg)} = \frac{m_1 \times V_1}{V_2 \times m_0}$$

m_1= Tayin'de ölçülen numune absorbansına karşılık gelen 5-HMF kütlesi (kalibrasyon eğrisinden okunan), μg

m_0= Deney numunesinin kütlesi (deney numunesi kütlece alındığında), g

V_0 = Deney çözeltisinin hacmi (deney numunesi hacimce alındığında), mL

V_1 = Deney çözeltisinin hacmi, mL (100 mL)

V_2 = Deney çözeltisinden alınan (tüpe konan) hacim , mL

3.2.1.6. Polifenol Oksidaz Aktivitesi (PPO) Tayini

3.2.1.6.1. Kullanılan kimyasal maddeler

0,05 M fosfat tamponu (pH=6,5) : 6 g NaH_2PO_4 (0.05 mol) 900 mL saf sudaçözüldü. pH=6.5 oluncaya kadar 1M NaOH ilave edildi ve saf suyla 1000 mL'ye tamamlandı.

0,01 M fosfat tamponu (pH=6,5) : 1.2 gram NaH_2PO_4 (0.01 mol) 900 ml saf sudaçözüldü. pH=6.5 oluncaya kadar 1M NaOH ilave edildi ve saf suyla 1000 ml'ye tamamlandı.

Katekol : 0.110 gram (1×10^{-3}mol) katekol tartıldı. 10 ml olacak şekilde saf sudaçözülerek 0.1 M çözelti hazırlandı.

3.2.1.6.2. Örnek hazırlama

Örneklerden 10 gr tartılarak, soğuk ortamda 90 ml sodyum fosfat tampon (pH: 6.5, 0.05 M) ve 0.5 gr PVPP (Polivinilpolipirolidone) ile 5 dk düşük devirde homojenize edilmiştir. Elde edilen homejenat önce kaba filtre kağıdından, daha sonra ise Whatman 2 filtre ile buz banyosundaki kaba süzülüp santrifüj (Elektro-mag M415 E) edilmiştir (10 dk, 4-6°C'de, 10000 g). Elde edilen bu süzüntü kaba enzimdir.

3.2.1.6.3. Tayin ve hesaplama

1 mL enzim oda sıcaklığına getirilip, 8 ml tampon (0.01 M) ve 1 mL katekol (0.1M) ile karıştırılıp, spektrofotometre ile 420 nm'de katekole (0.1 M) karşı absorbans değerleri okunmuş ve zamana karşı absorbans grafiği elde edilmiştir. Absorbans öncelikle zamana karşı doğrusal artış göstermekte olup, sonrasında sabitlenmektedir. Doğrusal artışın eğimi renk değişim (esmerleşme) hızı, yani enzim aktivitesini vermektedir.

Enzim aktivitesi; 1 dakikada 25 °C'de 0.001 absorbanslık artışa neden olan enzim miktarı anlamına gelmektedir. Bu yüzden 1 ünite için 1 ml enzimin göstermiş olduğu aktivite 0.001'e bölünmektedir (U/ml). Bu değer de suda çözünür kuru madde değerine bölünmüştür. Çünkü suda çözünür kuru madde değeri farklı kurutma yöntemleri ile kurutulan pul biberlerde farklılıklar göstermemektedir (Yemenicioğlu ve ark., 1997).

3.2.1.7. Maya ve Küf Tayini

Maya ve küf analizi TS İSO 21527-2:2008 metoduna göre yapılmıştır. Bu metoda göre örneklerin 10^{-1}, 10^{-2}, 10^{-3}, 10^{-4} dilüsyonları hazırlanarak DRBC (Dichloran rose bengal chloramphenicol) agar besiyerine ekim yapılarak 25 ± 1 °C' de 5 gün süre ile inkübe edildi. Beş günün sonunda petri kaplarındaki koloniler sayılarak dilüsyon oranlarına göre hesaplamaları yapılmış ve sonuçlar kob/gr olarak kaydedilmiştir (Anonim, 2012).

3.2.1.8. Aflatoksin Tayini

Aflatoksin analizlerinde AOAC.997.07 metoduna göre SHIMADZU marka HPLC cihazı kullanılmıştır (Anonim, 1999).

Gıda maddelerinde Aflatoksin tayini için kullanılan HPLC-FLD analiz yönteminin prensibi; örneğe uygulanan ön işlemlerden sonra (örnekleme, ekstraksiyon, ekstraktın temizlenmesi, immunoaffinity safhası, HPLC'ye enjeksiyon) kantitatif analiz ilkesine dayanmaktadır.

3.2.1.8.1 Kullanılan Alet ve Ekipmanlar

- Yüksek performanslı sıvı kromatografisi (HPLC)
  - -SHIMADZU LC-20AD HPLC Pump
  - -SHIMADZU SİL-20ADHT Auto Sample
  - -SHIMADZU RF-10AXL Fluorescence detector(FLD)
  - -SHIMADZU CTO-20AC COLUMN Oven
  - -Bilgisayar ve yazılım (HP, LCsolution)
  - -HPLC kolonu (ODS3 -250 mm-5µm- 4,6 mm)
- Türevlendirme Cihazı (Kobra Cell)
- Analitik Terazi (0.01 g hassasiyette)
- Blender
- Filtre Kağıdı
- Mikrofiber Cam Filtre

- Mobil Faz Süzme Aparatı
- Otomatik Pipet (0-1 mL,10-100 µl ve 5 mL)
- Laboratuvar Cam Malzemeleri (mezür, erlenmayer, beher, cam huni, vs.)
- Karıştırıcı: Vorteks
- İmmunoaffinity Column
- Enjektör (50 mL'lik tek kullanımlık)
- Vial (2 mL'lik)

Türevlendirme Cihazı (Kobra Cell): Gıdalarda ppb düzeyinde bulunan çok düşük miktarlardaki aflatoksinleri tespit etmek için türevlendirme işlemi yapılmaktadır. Bu çalışmada türevlendirme işlemi için Kobra Cell kullanılmıştır. Kobra Cell, türevlendirme ajanı olarak brominin reaktif formunu üreten elektrokimyasal bir cihazdır.

3.2.1.8.2 Kullanılan Kimyasallar

Sodyum Klorür	HPLC Grade
Asetonitril	HPLC Grade
Metanol	HPLC Grade
KBr	%99.5 saflıkta
Nitrik Asit	%65 saflıkta
PBS	HPLC Grade
Saf su	Ultra saf su

Aflatoksin B_1, B_2, G_1, G_2 Standartı: Supelco Aflatoksin Mix Kit-M Cat. No. 46300U, 1'er mL'lik 5 adet ampulden oluşan 2694ng/mL konsantrasyonlu, sertifikalı mix standart. Her ampul 1007 ng/mL B_1, 286 ng/mL B_2, 1071 ng/mL G_1, 330 ng/mL G_2 içeriyor.

PBS Hazırlanması: Hazır olarak temin edilebilen PBS tabletleri kullanıldı (1 tablet 100 mL distile suda çözündürülür). 25° C nin altında saklandı.

HPLC Mobil Faz Hazırlanması: Saf su : ACN : MeOH (600:200:300 / v:v:v) karışım hazırlanır. Çözeltinin litresinde 120 mg KBr ve 350µL 4N Nitrik Asit ilave edilerek kullanmadan önce 0.45 mikron gözenekli filtre kağıdından süzüldü.

Aflatoksin B_1, B_2, G_1, G_2 Standartları Hazırlanması: Konsantrasyonu belli olan sertifikalı hazır mix standart kullanılmıştır. 2-8°C'de gün ışığı almayan yerde muhafaza edilmiştir. Standart solüsyonu hazırlama ve tabloda verilen değerler sertifikalı standart değerleri farklı olduğunda değişecektir.

II. Aşama Standart Solüsyonu Hazırlanması: Ampüllerden 1 tanesi kırılarak 1 mL aflatoksin standardı 10 mL' lik Bolon jojeye aktarılır ve üzerine 9 mL metanol ilave edilir.

3.2.1.8.3. Kalibrasyon Standartlarının Hazırlanması

Kalibrasyon standardını hazırlamak için II. Aşama standarttan 90 µl 2.5 ml'lik balon jojeye aktarılır. Üzerine 910 µl metanol ve 1.5 ml ultra safsu ilave edilerek iyice karıştırılır. Sonrasında balon joje içerisindeki karışım viale aktarılarak cıhazın 20, 40, 60, 80 ve 100 µl enjeksiyonlarda kalibrasyon standardı olarak okutulur.

Oluşturulan kalibrasyon tablosu ile 5 noktalı kalibrasyon eğrisi çizilerek, korelasyon katsayısının en az 0.999 olması sağlanır.

3.2.1.8.4. Analiz İşlemi

Analiz işlemi ekstraksiyon, immunoaffinite safhası ve enjeksiyon safhalarından oluşmaktadır**.**

Ekstraksiyon işleminde; 1000 mL'lik blender kabına 50 g numune 0.01g hassasiyetli terazide tartılır. Üzerine 5 g NaCl ilave edilir, % 80'lik MeOH'den 300 ml eklenir. 5 dk yüksek devirde karıştırılır. Cam huni kullanılarak kaba filtre kâğıdından ve Whatman No:4 filtre kağıdından geçirilerek süzülür. Süzüntüden 10 mL pipetle alınır ve üzerine 60 mL PBS solüsyonu ile karışmaları sağlanır. Sonrasında İmmunoaffinite safhasına geçilir.

İmmunoaffinite safhasında; IAC kolonun başındaki mavi kısım çıkarılır ucu kesilir ve tekrar takılır. Kolon bu kısmından enjektöre sabitlenir. 50 mL'lik enjektöre pipetle 10 mL ekstrakt alınır. Kolondan saniyede 1 damla akacak şekilde geçirilir. Daha sonra 15 mL saf su geçirilerek yıkama yapılır. Akış hızı 5 mL/dk'yı geçmemelidir. Kolondan birkaç kez hava geçirilip su tamamen çıkarılır. 1 mL MeOH eklenerek kolondan yavaşça geçirilir. Tüm metanol 2.5 mL'lik balon jojede toplanır. 1.5 mL saf su ile işlem tekrarlanır ve su aynı balon jojeye alınır. Toplam hacim 2.5 ml ye tamamlanır. Vortekste iyice karıştırılır. 2 mL'lik viale alınarak enjeksiyon yapılır.

Enjeksiyon safhasında; Numunelerin cihaza enjeksiyonundan önce kalibrasyon eğrisi hazırlamış olduğumuz standart solüsyonu kullanarak kontrol edilir. Standart enjeksiyon sonucu kabul edilebilir bir sonuç ise numunelerin enjeksiyonu yapılabilir. Her bir numuneden 1 defa olmak üzere 100 µL enjeksiyon yapılır.

3.2.1.8.5. Hesaplama

Önce seyreltme faktörü hesaplanır. 50 gr numune 300 mL ye seyreltilir, bu karışımdan 10 mL alınır ve üzerine 60 mL PBS ilave edilir. İmmunuaffinite kolondan 70 mL geçirilir. 2.5 ml lik balon jojeye alınır, hacim tamamlandıktan sonra viale alınarak cihaza verilip 100 µl enjekte edilir. Cihaza seyreltme faktörü yazılır ve çıkan pikin integrasyonu alınarak sonuç ppb olarak bulunur.

Seyreltme faktörü ⇨

$$\frac{300\ \text{ml}}{50\ \text{gr}} \text{ x } \frac{70\ \text{ml}}{10\ \text{ml}} \text{ x } \frac{2{,}5\ \text{ml}}{70\ \text{ml}} \text{ x } \frac{1}{0{,}1\ \text{ml}} = 15$$

Kurutma aşamalarında elde edilen aflatoksin değerleri kuru madde üzerinden hesaplanmıştır. Ayrıca örneklerin aflatoksin değerlerine (B_1 ve Toplam Aflatoksin) geri kazanım oranları da eklenmiştir. Geri kazanım oranı;

Aflatoksin B_1 için % 93,59
Toplam Aflatoksin için % 92,93'tür.

Sonuçlar Türk Gıda Kodeksi, 2008/26 nolu "Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkındaki Tebliğ"de belirtilen aflatoksin limitlerine göre değerlendirilmiştir.

3.2.2. Sonuçların Değerlendirilmesi ve İstatistiksel Yöntemler

Laboratuar denemeleri ve analizler 3 kere tekrar edilmiş ve parelelli olarak yürütülmüştür. Sonuçlar ANOVA yöntemiyle Windows tabanlı MiniTab v16.1 istatistik programında varyans analizi yapılarak değerlendirilmiştir.

.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

Pul biber üzerine yaptığımız çalışma iki kısımdan oluşmaktadır. Çalışmamızın ilk kısmında Şanlıurfa bölgesinde satışa sunulan ve bölge halkı tarafından tüketilen pul biberlerdeki olası aflatoksin varlığını ölçmek amacıyla bölgede kırmızı pul biber satışı yapan işletmelerden örnekler toplanarak aflatoksin analizleri yapılmıştır. Bu amaçla yörede sayılan pul biberlerden 45 adet örnek toplanmıştır. Çalışmamızın ikinci kısmında ise Şanlıurfa yöresinde üretilen kırmızı pul biberlerin olası aflatoksin kontaminasyonlarının ve kontaminasyon kaynaklarının prosesle olan ilişkisini belirlemek amacıyla 20 farklı kırmızı pul biber üretiminden üretim aşamalarından örnekler alınarak aflatoksin analizleri yapılmıştır. Şanlıurfa yöresinde kırmızı pul biber üretimi temel olarak geleneksel yöntemlere dayanmaktadır ve yöre halkının esas tercihini endüstriyel yöntemlerle üretilen isot biberlerinden ziyade ev yapımı olarak tabir edilen bölge insanının ekonomik faaliyet olarak yürüttüğü kayıt dışı pul biber üretimi oluşturmaktadır.

Yörede üretilen pul biberlerin belirli bir kısmı ailelerin kendi öz ihtiyaçlarını gidermek için kullanılırken, önemli bir kısmı da Sırrın bölgesinde ve köy arazilerinde kurutulan biberlerin kıyılmasıyla elde edilir ve üreticiler tarafından satışa sunularak ekonomik kazanç elde edilir.

Genellikle ailelerin kendi ve yakın çevrelerinin tüketimi için ürettikleri pul biberler evlerin balkonlarında ya da damlarında işlenmektedirler. Bu şekilde üretilen biberler ticari amaçlarından ziyade ailelerin ve onların yakın çevrelerinin tüketiminde kullanılmaktadır. Diğer bir üretim şekli ise köylerde ve il merkezinin çevre mahallerinde toprağın üzerine serilen bezler veya plastik yüzeylerde kurutulan biberlerin kıyılmasıyla elde edilen kırmızı pul biberlerdir. Bu biberler genellikle piyasaya sürülmekte, Şanlıurfa iline gelen yerli ve yabancı turistlerin, biber üretmeyen yerli ailelerin, il genelinde faaliyet gösteren çeşitli gıda işletmelerinin, lokantaların, restorantların kullanımına sunulmaktadır.

Bu kapsamda çalışmamızda her iki durumu temsil etmek amacıyla 10 tanesi beton üzerinde kurutulan 10 tanesi de toprak üzerinde kurutulan biberlerden olmak üzere geleneksel yöntemlerle 20 farklı pul biber üretimi gerçekleştirilmiştir. Toprak üzerinde kurutulan biberlerden elde edilen pul biberler T1 ile T10 arasında kodlanmış, beton üzerinde kurutulanlar ise B1 ile B10 arasında kodlanmıştır. Bu şekilde üretilen 20 farklı pul biber örneğinde en önemli kalite kriterlerinden birisi olan ve tüketici sağlığını olumsuz yönde etkileme potansiyeli yüksek olan aflatoksin bulunma ve miktar tayin analizleri yürütülmüştür. Bir sonraki aşamada mevzuat ve yönetmeliklerde bulunan miktarların karşılaştırmasıyla elde edilen verilere bağlı olarak aflatoksin miktarı yüksek kabul edilen pul biberler tespit edilerek hedef numune olarak isimlendirilmiştir (Çizelge 4.1). Hedef numune olarak tespit edilen numunelerin üretim safhaları boyunca farklı evrelerde toplanan örneklerde aflatoksin analiz denemeleri yürütülmüştür.

Çizelge 4.1. Taze biberlerin kurutma yöntemlerine göre kodlanması

	Toprak Üzerinde	**Beton Üzerinde**
Numuneler	T1, T2.,,,,,,,T9, T10	B1, B2,……B9, B10
Hedef Numuneler	T2, T3, T4, T6, T7, T10	-

4.1. Yaş ve Kurutulmuş Biberlerde Genel Kalite Tayini

4.1.1 Kuru Madde Tayini

Nem ve kuru madde miktarı gıdanın kalitesini belirleyen önemli faktörlerdendir. Nem, kurutularak işlenen ve ambalajlanan gıda maddelerinin işleme öncesi ve işlendikten sonra raf ömrünü, depolama koşullarını belirlemede kalite ölçütüdür. Gıda laboratuarlarında nem ve kuru madde tayini hem üretici firmanın standartlara uygun üretim yapmasını kontrol açısından hem de üretim sonrası etikette belirtilen ölçütlere uyulup uyulmadığının saptanması açısından önemlidir.

Bu amaçla 20 farklı taze biber numunesinin ve bu taze biberlerin güneşte açık havada kurutulmasıyla son ürün olarak elde edilen 20 farklı pul biberlerin kuru madde analizleri yapılmıştır (Çizelge 4.2). Ayrıca hedef numuneler olarak belirlenen 6 farklı numunenin her birinin 6 farklı pul biber oluşum aşamalarındaki (taze biber, ayıklama, ilk kurutma, terleme, terleme sonrası, son ürün) kuru madde değerleri de Çizelge 4.3.'de gösterilmektedir.

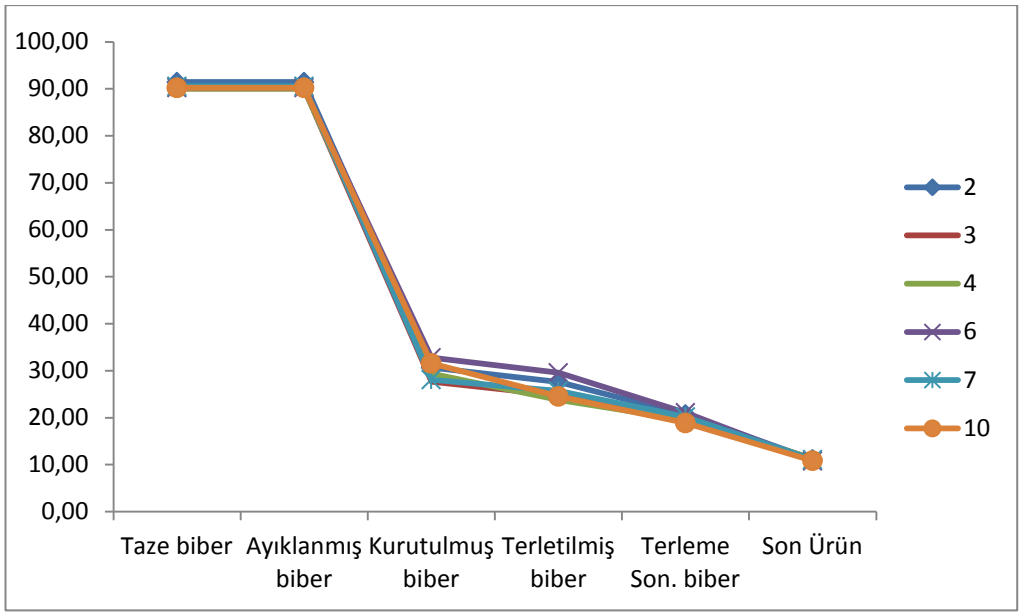
Taze biberlerin ortalama kuru madde miktarı % 9.39 olarak bulunurken, pul biberlerin ortalama kuru madde miktarı ise % 88.54 olarak bulunmuştur. Askorbik asit, HMF, polifenol oksidaz ve aflatoksin tayinlerinde elde edilen sonuçlar kuru madde bazında hesaplanarak değerlendirilmiştir. Hedef numunelerinin kurutma aşamalarındaki nem değerleri grafiksel olarak Şekil 4.1.'de gösterilmektedir.

Çizelge 4.2. Kurutulan biberlerin kuru madde değerleri (%)

Numune No	Kaynağı	Taze Biber	Pul Biber
T1	Toprak	8.64	88.65
T2	Toprak	8.57	88.88
T3	Toprak	9.89	88.87
T4	Toprak	9.95	88.71
T5	Toprak	9.12	88.56
T6	Toprak	9.73	88.21
T7	Toprak	8.43	88.90
T8	Toprak	9.25	89.33
T9	Toprak	9.65	88.42
T10	Toprak	9.78	89.15
B1	Beton	9.54	88.34
B2	Beton	9.61	88.25
B3	Beton	9.34	89.63
B4	Beton	9.42	87.88
B5	Beton	9.33	88.15
B6	Beton	9.46	88.57
B7	Beton	9.21	87.73
B8	Beton	9.28	87.21
B9	Beton	9.73	89.13
B10	Beton	9.81	88.17

Çizelge 4.3. Hedef numunelerin kurutma aşamalarındaki kuru madde değerleri (%)

	T2	T3	T4	T6	T7	T10
Taze biber	8.57	9.89	9.95	9.73	9.45	9.78
Ayıklanmış biber	8.57	9.89	9.95	9.73	9.45	9.78
Kurutulmuş biber	69.36	72.32	70.60	67.23	71.91	68.43
Terletilmiş biber	72.37	75.23	76.24	70.44	74.31	75.47
Terleme Son. biber	79.32	80.15	80.53	78.93	79.83	81.12
Son Ürün	88.88	88.87	88.71	89.21	88.90	89.15



Şekil 4.1. Hedef numunelerinin kurutma aşamalarındaki nem değerlerinin grafiksel gösterimi

4.1.2. Renk Tayini

Renk tüketicinin ürün beğenisini etkileyen en önemli faktörler arasındadır (Maskan, 2001). L*, a*, b* CIE tarafından kabul edilen uluslararası renk uzayıdır. Bu uzayda L* lüminisans veya parlaklığı temsil etmekte ve 0 (siyah) ile 100 (beyaz) arasında değişen değerler alabilmektedir. a* ve b* bileşenleri ise negatif değerler için yeşil ve maviyi, pozitif değerler için ise kırmızı ve sarıyı temsil etmektedirler. L*a*b* uzayında a* ve b* eksenleri kullanılarak matematiksel olarak hesaplanabilen literatürde CIE'nin önermiş olduğu L*a*b* uzayı veya HunterLab tarafından önerilen Lab uzayı gıdaların rengini temsil etmek için kullanılmaktadır (Bingöl ve Devres, 2009).

Toprak üzerinde kurutularak elde edilen pul biber numunelerinde yapılan renk analizinde ortalama L değeri +13.65, a değeri +9.06, b değeri +9.16, beton üzerinde kurutulan numunelerde ise ortalama L değeri 25.46, a değeri 21.68, b değeri 24.83 olarak saptanmıştır (Çizelge 4.4.). Bu değerler bize beton üzerinde kurutulan numuneler toprak üzerinde kurutulan numunelere göre L değeri bakımından daha parlak, a (kırmızı) ve b (sarı) değerleri bakımından daha açık bir renge sahip olduğunu göstermektedir. Şanlıurfa bölgesinde çiğköfte yapımında kullanılan pul biberlerin renk olarak daha koyu ve tad olarak da daha acı olması istenmektedir.

Bu amaçla pul biberler genellikle toprak üzerinde kurutulur ve daha uzun süre bir terleme işlemine tabi tutulurlar.

4.1.3. Su Aktivitesi Tayini

Su aktivitesi ise serbest suyun mikroorganizmalar tarafından kullanılabilirliğinin bir ölçüsüdür. Tüm mikroorganizmalar için optimum ve minimum bir su aktivitesi değeri vardır. Su aktivitesinin optimum seviyenin altına indirilmesi spor oluşumu ve bakteri gelişimini yavaşlatırken, minimumun altına indirilmesi bakteri gelişimini durdurmaktadır. Taze sebze, meyve, et ve sütün su aktivitesi değeri 0.97 ile 0.99 arasında iken, kurutulmuş gıdaların su aktivitesi değeri genellikle 0.70 ve altındadır (Bingöl ve Devres, 2009).

Toprak üzerinde kurutularak elde edilen pul biber numunelerinde yapılan su aktivitesi tayininde ortalama a_w değeri 0.365, beton üzerinde kurutulan numunelerde ise ortalama a_w değeri 0.305 olarak saptanmıştır (Çizelge 4.4.). Toprak ve beton üzerinde kurutulmuş numunelerde a_w değeri 0.4'ün altında olduğu için örnekler arasında istatistiki bir fark yoktur.

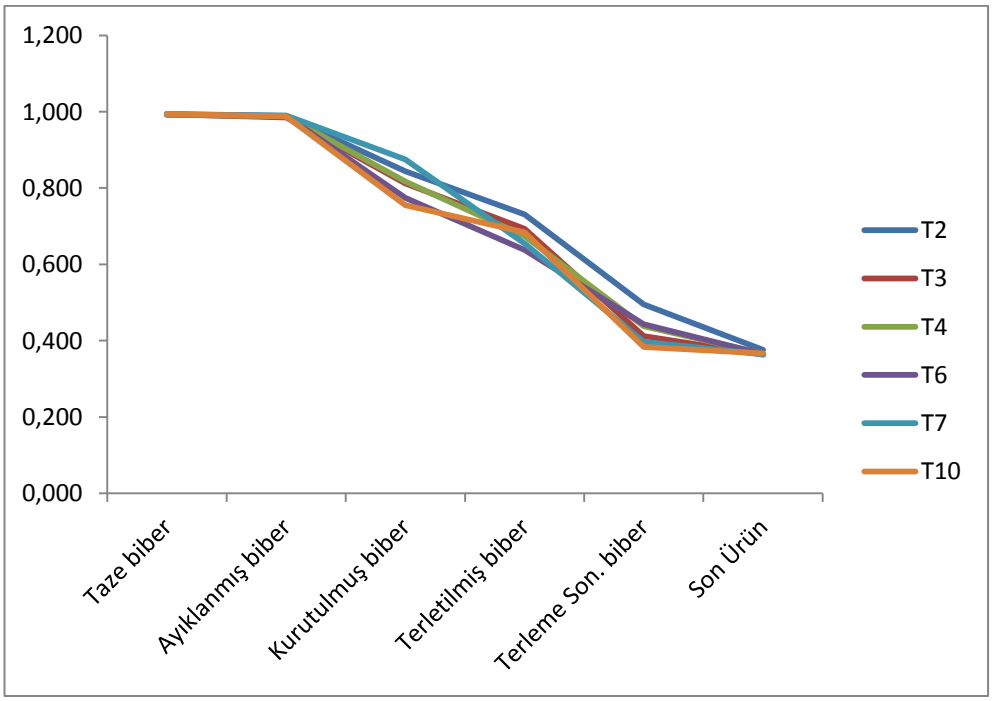
Çizelge 4.4. Son ürün numunelerinin renk (L*, a*, b*) ve su aktivitesi (a_w) değerleri

Numune No	Kaynağı	L	a	b	Su aktivitesi
T1	Toprak	13.82±0.25	9.25±0.43	9.09±0.14	0.364±0.01
T2	Toprak	13.42±0.34	11.59±0.23	11.64±0.23	0.376±0.02
T3	Toprak	14.14±0.54	7.99±0.21	8.42±0.22	0.363±0.02
T4	Toprak	14.34±0.23	8.62±0.32	8.56±0.43	0.366±0.01
T5	Toprak	10.24±0.19	8.71±0.32	8.49±0.12	0.357±0.03
T6	Toprak	13.60±0.24	8.46±0.12	8.57±0.18	0.365±0.01
T7	Toprak	14.61±0.12	8.86±0.21	9.34±0.87	0.364±0.02
T8	Toprak	15.69±0.07	8.95±0.25	9.57±0.19	0.361±0.01
T9	Toprak	14.76±0,21	8.86±0.35	8.82±0.18	0.364±0.02
T10	Toprak	11.91±0.15	9.31±0.19	9.05±0.21	0.367±0.02
B1	Beton	33.62±0.67	23.75±0.13	35.31±0.32	0.296±0.01
B2	Beton	28.64±0.43	19.47±0.45	26.50±0.26	0.294±0.02
B3	Beton	21.08±0.16	21.59±0.34	24.42±0.35	0.287±0.01
B4	Beton	20.11±0.19	18.63±0.65	20.33±0.76	0.304±0.02
B5	Beton	32.61±0.41	21.02±0.16	29.45±0.65	0.288±0.04
B6	Beton	26.46±0.67	24.25±0.17	28.62±0.32	0.324±0.03
B7	Beton	20.18±0.98	20.49±0.32	20.76±0.16	0.295±0.02
B8	Beton	21.26±0.14	21.98±0.47	24.90±0.27	0.294±0.01
B9	Beton	22.38±0.29	20.30±0.39	22.75±0.11	0.297±0.01
B10	Beton	28.25±0.36	25.31±0.42	31.05±0.57	0.302±0.01

Ayrıca hedef numuneler olarak belirlenen 6 farklı numunenin her birinin 6 farklı pul biber oluşum aşamalarındaki (taze biber, ayıklama, ilk kurutma, terleme, terleme sonrası, son ürün) su aktivitesi değerleri de tespit edilmiştir (Çizelge 4.5.). Hedef numunelerinin kurutma aşamalarındaki su aktivitesi değerleri grafiksel olarak Şekil 4.2.'de gösterilmektedir.

Çizelge 4.5. Hedef numunelerinin kurutma aşamalarındaki su aktivitesi (a_w) değerleri

	T2	T3	T4	T6	T7	T10
Taze biber	0.992±0.01	0.993±0.01	0.992±0.02	0.994±0.03	0.992±0.01	0.994±0.02
Ayıklanmış biber	0.987±0.02	0.985±0.03	0.988±0.03	0.989±0.02	0.990±0.02	0.987±0.03
Kurutulmuş biber	0.844±0.03	0.812±0.02	0.817±0.02	0.774±0.03	0.875±0.03	0.755±0.02
Terletilmiş biber	0.731±0.02	0.693±0.01	0.674±0.02	0.638±0.01	0.654±0.02	0.684±0.03
Terleme Son. biber	0.495±0.02	0.412±0.03	0.438±0.01	0.443±0.02	0.397±0.01	0.383±0.02
Son Ürün	0.376±0.01	0.363±0.04	0.366±0.03	0.365±0.02	0.364±0.02	0.367±0.01



Şekil 4.2. Hedef numunelerinin kurutma aşamalarındaki su aktivitesi (a_w) değerlerinin grafiksel gösterimi

4.1.4. Askorbik Asit (C Vitamini) Tayini

Kimyasal adıyla "askorbik asit", diğer adıyla C vitamini; $C_6H_8O_6$ kapalı formülüne sahip olup insan sağlığı açısından önemli bir kimyasal bileşendir. Molekül ağırlığı 176 g/mol'dür. Erime noktası 192 °C'dir (Anonim, 1996). Taze gıdalarda bol miktarda bulunan askorbik asit antioksidan ve oksidasyon reaksiyonlarında esmerleşme özelliği gibi birçok biyolojik fonksiyona sahiptir (Kulkarni ve Aradhya, 2005). Kurutma işlemi uygulanan gıdalarda askorbik asit miktarı korunuyorsa, genellikle gıdadaki diğer bileşenler de korunmaktadır (Orak ve ark., 2011).

Askorbik asit gıda maddelerinde bulunan önemli kalite bileşenlerinden biridir. Gıdaya uygulanan işlemler sırasında proses tipi, ürünün fiziksel özelliği ve sıcaklık-zaman ilişkisine bağlı olarak çeşitli miktarlarda askorbik asit kaybı meydana gelmektedir (Goula ve Adamopoulos, 2006).

Toprak üzerinde kurutularak elde edilen pul biber numunelerinde yapılan askorbik asit analizinde ortalama askorbik asit konsantrasyon oranı (C_t/C_o) 0.116 iken, beton üzerinde kurutulan numunelerde ise ortalama askorbik asit konsantrasyon oranı 0.174 olarak saptanmıştır (Çizelge 4.6). Toprak üzerinde kurutulan numuneler beton üzerinde kurutulan numunelere göre daha uzun süre kurutma işlemine tabii tutulduğu için daha düşük askorbik asit saptanmıştır. Toprak üzerinde kurutulan numunelerin kurutma süresi yaklaşık olarak 15-16 gün iken, beton üzerinde kurutulan numuneler ise 10-11 günde kurutulmuştur. Kuruma süresi ile askorbik asit içeriği arasında ters bir orantı olduğu görülmüştür.

Koç ve ark. (2004) tarafından yapılan çalışmada güneş enerjili kurutucuda açık havadan (34.1^{o}C) daha yüksek sıcaklık (38.7 ^{o}C) elde edilmesine rağmen daha yüksek değerde askorbik asit bulunması açık havada daha uzun süren kurutma işlemi (46 saat), oksijen ve güneş ışığı faktörüyle açıklanmıştır. Bizim çalışmamızda ise toprak üzerinde kurutulan numuneler beton üzerinde kurutulan numunelere göre daha uzun süre kurutma işlemine tabii tutulduğu için daha düşük askorbik asit saptanmıştır.

4.1.5. Polifenol Oksidaz Aktivitesi (PPO) Tayini

Polifenol oksidaz enzimi gıda maddelerinde enzimatik esmerleşmeye sebep olan, bazı gıda maddelerinde arzu edilen rengin elde edilmesine olanak sağladığı için istenen, bazı gıda maddelerinde ise istenmeyen bir enzimdir. Polifenol oksidaz enzimi sıcaklık artışından olumsuz yönde etkilenen bir enzim olmasından dolayı analizin ekstrakt hazırlama kısmı buz banyosunda gerçekleştirilmiştir. Esmerleşme birçok gıda maddesi için istenmeyen bir durum iken bazı gıda maddeleri için ise istenen bir durumdur. Örnek olarak çay, kahve, kakao, siyah üzüm ve siyah incirlerde PPO aktivitesi istenen bir durumdur. Çünkü enzim sayesinde bu ürünler istenen son ürün karakteristiklerine kavuşurlar (Gökkaya, 2009). Baharatlardan Şanlıurfa yöresinde üretimi yapılan "isot" adı verilen esmer pul biberin üretiminde polifenol oksidaz aktivitesi istenen bir durum iken Gaziantep-Kahramanmaraş yöresinde üretilen kırmızı pulbiberde istenmeyen bir durumdur. Gıda maddelerinde polifenol oksidaz enziminin tayini substrat üzerine olan aktivitesinin belirlenmesi yoluyla yapılmaktadır.

Kırmızıbiber numunelerinde polifenol oksidaz enziminin varlığı enzim içeren ekstraktın substrat olarak kullanılan kateşol maddesi üzerine olan etkinliğinin belirlenmesiyle tespit edilmiştir. Enzim aktivitesi; 1 dakikada 25 °C'de 0.001 absorbanslık artışa neden olan enzim ünitesi (EÜ) anlamına gelmektedir. Analiz sonucu elde edilen enzim aktivitesi değeri, kırmızıbiber numunelerinin suda çözünür kuru madde miktarına bölünerek doğru bir karşılaştırma yapılmasına olanak sağlanmıştır. Son üründe tespit edilen enzim aktivitesinin ilk ürün olan taze kırmızıbiberdeki enzim aktivitesine oranı (EA_{son}/EA_{ilk}) belirlenmiştir.

Toprak üzerinde kurutularak elde edilen pul biber numunelerinde yapılan polifenol oksidaz analizinde ortalama enzim aktivitesi oranı (EA_{son}/EA_{ilk}) 0.191 iken, beton üzerinde kurutulan numunelerde ise ortalama enzim aktivitesi oranı 0.194 olarak saptanmıştır (Çizelge 4.6). Toprak ve beton üzerinde kurutulmuş numunelerin enzim aktivitesi (EA_{son}/EA_{ilk}) değerleri arasında istatistiki bir fark yoktur.

Kocatürk (2008), tarafından enginardan saflaştırılan polifenol oksidaz enziminin aktivitesi ölçülmüş, katekolün substrat olarak kullanıldığı 5 ile 70°C arası sıcaklıklardaki aktiviteleri 10°C'den sonra sürekli bir düşüşle 70°C'de ilk andaki aktivitenin % 20-25 arası seviyeye indiğini belirtmiştir. Bizim çalışmamızda numuneler geleneksel olarak güneş altında yaklaşık olarak 47-48 ^{O}C'de kurutuldukları için polifenol oksidaz aktivitesi ilk andaki aktivitenin ortalama % 19.1-19.4 arası seviyeye inmiştir.

4.1.6. Hidroksimetil Furfural (HMF) Tayini

HMF bileşiği sanayi alanında birçok şekerli gıda ürününün, kurutulmuş gıdaların, kahvenin, meyve suyunun, reçel ve salçanın kendi proseslerinde ürüne yüklenen ısı düzeyinin bir indeksi olarak değerlendirilmektedir (Henares ve ark., 2008). Birçok şekerli üründe bulunan HMF miktarı, üretiminde meyve sularında 5 mg/l, meyve suyu konsantrelerinde 10 mg/kg'dan fazla HMF aşırı bir ısı yüklemesinin belirtisi olarak kabul edilir. Furfural (FUR) ve 5-hidroksimetilfurfural (HMF) bir çok gıda maddesinin bozulmasında kalite indeksi olarak kullanılmaktadır (Li ve ark., 1988; Cemeroğlu, 2004).

Pastörizasyon, kızartma veya kurutma gibi ısıl işlemler gıdaları korumanın en yaygın yöntemleridir. Uygun koşullar altında, gıdalar beklenen organoleptik ve besinsel özelliklerini korumakta; ancak, aşırı işlemenin bileşenlerin zarar görmesine ve besinsel değerlerin azalmasına neden olabilmektedir. HMF enzimatik olmayan esmerleşmenin bilinen bir göstergesi ve gıdaların aşırı ısıtma ve/veya depolama boyunca meydana gelen bozucu değişimlerin bir işareti olarak kullanılmaktadır.

Hidroksimetilfurfural **(**HMF) maillard reaksiyonu sırasında ortaya çıkan (Zhang ve ark., 2012) ve çeşitli gıda ürünlerinin (reçel, salça, kahve, kurutulmuş meyveler) prosesi aşamasında ısının etkisini belirleyen bir parametredir (Henares ve ark., 2008).

Toprak üzerinde kurutularak elde edilen pul biber numunelerinde yapılan HMF analizinde ortalama HMF değeri 65.36 mg/kg iken, beton üzerinde kurutulan numunelerde ise ortalama HMF değeri 48.9 mg/kg olarak saptanmıştır (Çizelge 4.6). Toprak üzerinde kurutulan numunelerin beton üzerinde kurutulan numunelere göre daha yüksek HMF konsantrasyonuna sahip olması terleme ve kurutma süresinin daha uzun olmasından kaynaklanmaktadır.

Zanoni ve ark. (1998), domatesi deneme tesisi boyutundaki kabin kurutucuda kurutmuşlar ve çalışmalarında HMF miktarındaki değişime kurutma sırasında oksidatif sıcaklık değişiminin neden olduğunu belirlemişlerdir.

Çizelge 4.6. Son ürün numunelerinin askorbik asit, HMF, PPO değerleri

Numune No	Kaynağı	Askorbik Asit (C_t/C_0)	HMF (mg hmf/kg kuru biber)	Polifenol Oksidaz (EA_{son}/EA_{ilk})
T1	Toprak	0.11±0.02	57.88±0.41	0.154±0.01
T2	Toprak	0.13±0.01	67.80±0.32	0.144±0.03
T3	Toprak	0.11±0.03	55.90±0.43	0.167±0.02
T4	Toprak	0.11±0.01	50.51±0.25	0.149±0.01
T5	Toprak	0.12±0.02	100.64±0.91	0.173±0.02
T6	Toprak	0.11±0.02	52.05±0.42	0.161±0.03
T7	Toprak	0.10±0.01	43.08±0.33	0.162±0.02
T8	Toprak	0.13±0.02	61.54±0.64	0.182±0.01
T9	Toprak	0.12±0.01	89.30±0.75	0.198±0.03
T10	Toprak	0.12±0.02	74.89±0.93	0.419±0.02
B1	Beton	0.16±0.01	10.22±0.44	0.207±0.02
B2	Beton	0.17±0.03	10.23±0.73	0.244±0.01
B3	Beton	0.17±0.01	43.64±0.64	0.183±0.02
B4	Beton	0.18±0.01	44.51±0.55	0.179±0.01
B5	Beton	0.17±0.02	92.80±0.86	0.218±0.02
B6	Beton	0.19±0.01	10.19±0.93	0.189±0.01
B7	Beton	0.18±0.02	10.29±0.42	0.165±0.02
B8	Beton	0.16±0.03	44.85±0.35	0.186±0.01
B9	Beton	0.17±0.01	43.88±0.26	0.174±0.02
B10	Beton	0.19±0.02	92.78±0.73	0.197±0.02

4.1.7. Maya-Küf Sayısı Tayini

Maya ve küfler gıdalarda renk bozulmaları ile kötü tat ve koku oluşumuna neden olabilmektedirler. Dondurma, ısıtma, radyasyon ve antibiyotik uygulaması gibi koruma ve depolama tekniklerine direnç gösterebilen küfler, gıdalarda mikotoksin oluşumuna neden olabilmektedir. Maya- küf sayısı açıkta pazarlanan, üretim teknolojisi gereği paketlemeden önce açık havaya maruz kalan, ürün pastörize

olsa dahi ambalaj materyalinden bulaşma olabilen yıkama, soğutma, dondurma haricinde teknolojik herhangi bir işlem görmeyen gıdalar önemli bir kalite göstergesidir (Akçelik ve ark., 1999). Baharat gibi toprakla teması fazla olan ve bazen yıkama işlemi bile yapılmadan öğütülüp ambalajlanan ürünlerde küf sayısı oldukça yüksek çıkabilmektedir (Akçelik ve ark., 1999).

Bu amaçla Maya-Küf sayımında son ürün olarak elde edilen 20 farklı pul biber numunelerinden, 10^{-1}, 10^{-2}, 10^{-3}, 10^{-4} dilüsyonları hazırlanarak DRBC (Dichloran rose bengal chloramphenicol) agar besiyerine ekim yapılarak 25 ± 1 °C'de 5 gün süre ile inkübe edildi. Beş günün sonunda petri kaplarındaki koloniler sayılarak dilüsyon oranlarına göre hesaplamaları yapılmış ve sonuçlar kob/gr olarak kaydedilmiştir.

Toprak üzerinde kurutularak elde edilen pul biber numunelerinde yapılan küf sayımında ortalama küf miktarı $3.12x10^5$ kob/gr iken, beton üzerinde kurutulan numunelerde ise ortalama küf miktarı $3.98x10^3$ kob/gr olarak saptanmıştır. Ayrıca incelenen örneklerin 10 tanesinde maya gelişimi gözlenmiştir. En yüksek maya değeri $1.9x10^5$ kob/gr olarak toprak zeminde kurutulan numunede tespit edilmiştir (Çizelge 4.7).

Toprak üzerinde kurutularak elde edilen pul biber numunelerindeki küf miktarı betondakilerine göre 100 kat daha fazla olduğu görülmektedir. Aynı zamanda toprak üzerinde kurutularak elde edilen pul biber numunelerindeki aflatoksin değerleri betondakilere göre çok daha yüksek düzeylerde çıktığı görülmüştür. Bu sonuçlar bize küf ve aflatoksin miktarları arasında doğrusal bir ilişkinin olduğunu göstermektedir.

Toprak üzerinde kurutularak elde edilen 10 farklı pul biber numunesinin tamamında küf miktarı, Türk Gıda Kodeksi Mikrobiyolojik Kriterler Yönetmeliği, baharatlarda bulunmasına izin verilen maksimum limit küfler için 10^4 kob/gr'ın üzerinde çıkmıştır. Ayrıca hem toprak hem de beton üzerinde kurutulan bütün numunelerde küf gelişimi gözlemlenmiştir (Çizelge 4.7).

Banarjee ve Sarkar (2003), Hindistan'da 27 farklı baharat türünde ve 154 örnekte yaptıkları çalışmada örneklerin % 97'sinde küf gelişimi gözlendiğini

bildirmişlerdir. Elde edilen sonuçlar bu çalışmada elde ettiğimiz sonuçlara benzerdir. Bu çalışmada incelenen bütün pul biber örneklerinde küf gelişimi gözlenmiştir.

Kıvanç ve Sert (1989), Erzurum piyasasında satılan karabiber, kırmızıbiber, yenibahar ve kimyonlardaki koliform bakteri ve küf sayısı üzerine yaptıkları çalışmada toz kırmızıbiber ve pul biber numunelerinin tamamında küf üremesi gözlendiğini bildirmiştir. Elde edilen sonuçlar bu çalışmada elde ettiğimiz sonuçlara benzerdir.

Karapınar ve Tunçel (1986), İzmir'de satışa sunulan karabiber, kırmızıbiber ve kimyon üzerine yaptıkları bir çalışmada kırmızıbiber numunelerinin tamamı ve karabiber numunelerinin % 20'si küf sayısı açısından standardın üzerinde bulunmuştur. Bizim çalışmamızda toprak üzerinde kurutulan bütün numuneler Türk Gıda Kodeksi Mikrobiyolojik Kriterler Yönetmeliği, baharatlarda bulunmasına izin verilen maksimum limit küfler için 10^4 kob/gr'ın üzerinde çıkmıştır.

De Boer ve ark. (1985), Hollanda'da farklı türlerdeki 150 baharat örneğinde yaptıkları bir araştırmada, 27 (% 18) örnekte 10^4-10^5 kob/g düzeyinde küf bulunduğunu bildirmişlerdir. Boer ve ark. yaptıkları araştırmada çalışılan numune sayısı bizim araştırmamızda çalıştığımız numune sayısının çok üstündedir. Ayrıca bizim çalışmamızda 10 (% 50) örnekte 10^5 kob/g düzeyinde küf gelişimi gözlemlenmiştir.

Vural ve ark. (2004), bazı öğütülmüş baharatlarda küf ve maya florasının incelenmesi üzerine yaptıkları araştırmada; acı toz biber, kırmızı pul biber ve siyah pul biber örneklerindeki küf kontamninasyon oranlarını sırasıyla % 90, % 60, % 30, maya kontaminasyon oranları ise sırasıyla % 20, % 50, % 10 olarak bildirmişlerdir. Bu çalışmada elde edilen bütün pul biber numunelerinde küf gelişimi gözlenmiş ve maya kontaminasyon oranı ise % 50 olarak tespit edilmiştir.

Çizelge 4.7. Son ürün numunelerinin maya-küf değerleri

Numune No	Kaynağı	Küf (kob/gr)	Maya (kob/gr Kob)
T1	Toprak	2.3×10^5	0
T2	Toprak	1.8×10^5	0
T3	Toprak	3.3×10^5	3.0×10^4
T4	Toprak	1.5×10^5	0
T5	Toprak	3.8×10^5	2.1×10^4
T6	Toprak	3.1×10^5	1.9×10^5
T7	Toprak	1.1×10^5	2.0×10^4
T8	Toprak	4.6×10^5	0
T9	Toprak	4.3×10^5	5.9×10^4
T10	Toprak	5.4×10^5	0
B1	Beton	6.5×10^3	0
B2	Beton	4.8×10^3	3.4×10^3
B3	Beton	3.2×10^3	1.5×10^3
B4	Beton	2.4×10^3	0
B5	Beton	3.9×10^3	0
B6	Beton	4.0×10^3	0
B7	Beton	3.7×10^3	1.0×10^4
B8	Beton	1.5×10^3	2.3×10^4
B9	Beton	2.8×10^3	0
B10	Beton	7.0×10^3	4.0×10^3

4.2. Yaş ve Kurutulmuş Biberlerde Aflatoksin Tayini

4.2.1. Şanlıurfa Yöresinden Toplanan Pul Biberlerde Aflatoksin Tayini

Kırmızıbiberlerde ve kurutulmuş son ürünlerde karşılaşılan en önemli sorunlardan biri aflatoksin oluşumudur. Aflatoksinler Kırmızıbiberlerin tarlada veya bahçede gelişme sırasında meydana gelebildiği gibi; hasat, kurutma, depolama ve mamüle işleme sırasında oluşabilmektedir (Hesseltine, 1976). Uluslararası Kanser Araştırma Kuruluşu (International Agency of Research Canser, IARC) tarafından yapılan değerlendirmeye göre AFB_1 Grup 1 karsinojen olarak tanımlanmıştır. AFB_1'in toksik ve karsinojenik etkileri için temel olarak hedef organlar karaciğer ve böbrektir (Anonim, 1993). Aflatoksin B1 bilinen en tehlikeli doğal karsinojendir ve toksijenik suşlar (*Aspergillus flavus, Aspergillus parasiticus*) tarafından üretilen önemli bir doğal toksindir. Aflatoksin ile kontamine olan pul biberler düzenli olarak günlük diyette ya da çiğ olarak tüketilmesi durumunda insan vücudunda zaman içerisinde birikerek önemli sağlık problemlerine yol açmaktadır. Aflatoksinlerin; siroz, kronik gastrit, reye sendromu böbrek hastalıklarına neden olduğu

belirtilmektedir. Bununla beraber aflatoksinlerin çocuklarda Kwashiorkor hastalığı (beslenme yetersizliği) ile ilgili olduğu da belirtilmiştir (Rustom, 1997).

Şanlıurfa'da kurutulmuş biberin (isot) kullanım alanları oldukça yaygındır. Şanlıurfa ile özdeşleşmiş olan isot çiğ köftenin olmazsa olmaz malzemelerindendir. Çiğ köftenin yanı sıra lahmacun, çorba ve birtakım sulu yemeklere de baharat olarak acı ve renk verici olarak eklenmektedir. Şanlıurfa pul biberiyle (isot) meşhur olan bir şehirdir ve üretilen pul biberler (isot) yerel ve uluslararası pazarlara satılmaktadır. Aynı zamanda Şanlıurfa ilini ziyaret eden çok sayıda yerli ve yabancı turist; ilde bulundukları süre zarfında isot biberi tüketmekte ve önemli miktarda isot biberini beraberlerinde götürmektedirler. Şanlıurfa ilinde isot üretimi Sırrın bölgesinde yoğunlaşmakla beraber, aileler de bütçelerine katkı sağlamak ya da kendileri için köylerde, evlerin damlarında isot üretimi yapmaktadır. Ayrıca bu bölgelerde pul biberler, genellikle toprak ya da bez bir parça üzerinde güneşte kurutularak elde edilmektedir. Bu yöntemin ekonomik olmasına rağmen ürünün mikrobiyal bulaşma ve gelişmeye açık olması, kuş, böcek gibi hayvanlar tarafından zarar görebilmesi, rüzgâr, toz, toprak gibi olumsuz koşullardan etkilenmesi gibi dezavantajları beraberinde getirmektedir.

Şanlıurfa'da isot üretimi; geleneksel yöntemle açık havada, beton, toprak veya bez üzerinde kurutularak gerçekleşmektedir. Bu bölgede isot üretimi için kullanılan taze Kırmızıbiberlerin sapları alındıktan sonra 2-3 parçaya bölünüp açık havada 2-3 gün hafif nemli kalacak şekilde kurutulmaktadır. Kurutulan biberler çuvallara doldurulduktan sonra çuvalın ağzı kapatılır ve 2-5 gün boyunca terlemeye bırakılır. Terleme boyunca her gün çuvalın ağzı açılarak biberlerin istenilen renge ulaşıp ulaşılmadığına bakılır. İsot'un rengi kırmızıdan siyah'a kadar değişmektedir. Bu renk değişiminin nedeni tüketicinin ihtiyacına göre oluşmaktadır. Yemeklik olarak daha çok kırmızı renkli kurutulmuş pul biberler tercih edilirken, bazı özel yemekler ve çiğ köfte üretiminde terletilmiş koyu renkli isot biber tercih edilmektedir. Terleme işleminden sonrası istenilen nem düzeyine gelen biberler son kurutma işlemine tabii tutulur. Son aşamada ise kıyma makinesine benzer biber kıyıcılarında parçalanarak pul biber haline getirilir (Anonim b, 2014).

Şanlıurfa Pul biberinin (isot) kendine has aroma, koyu renk ve acı bir tadın oluşması için kırmızıbiberler terleme işlemine tabi tutulmaktadır. Terleme işlemi boyunca kırmızıbiberlerin nem değeri yükselmekte ve bu durum küflerin gelişimi için optimal ortam sağlayarak aflatoksinin oluşmasına neden olmaktadır.

Ardıç ve ark. (2008), yaptıkları çalışmada Şanlıurfa'da üretilip yine Şanlıurfa merkezde pazarlarda ve aktarlarda satılan isot çeşitlerinden; kırmızı pul biber, kırmızı toz biber ve siyah pul biber'in AFB_1 miktarını belirlemek üzerine yaptıkları araştırmada 75 adet numune toplamışlardır. ELISA yöntemiyle yapılan bu çalışmada analizi yapılan 75 numunenin 72 tanesinde (% 96) 0.11-24.7 ppb aralığında değişen AFB_1 tespit etmişlerdir. Bu 75 örneğin 11 tanesinde (% 14.67) Türk Gıda Kodeksi ve Avrupa Birliği tarafından bildirilen Aflatoksin limitlerinin üstünde çıktığı için uygun olmadığını belirtmişlerdir. Dolayısıyla eldeki bulgulara, daha önce yapılmış çalışmalara ve bilimsel araştırmalara dayanarak genelde kuru gıdaların özelde ise baharatların ve kırmızı pul biberlerin aflatoksin kontaminasyonuna maruz kalma olasılığının yüksek olduğu düşünülmektedir.

Şanlıurfa bölgesinde satışa sunulan ve bölge halkı tarafından tüketilen pul biberlerdeki olası aflatoksin varlığını ölçmek amacıyla bölgede kırmızı pul biber satışı yapan işletmelerden örnekler toplanmıştır. Bu amaçla örneklerden;

- 15 adet açıkta biber satışı yapan Şanlıurfa geneline dağılmış aktarlardan
- 30 adet kapalı ambalajlı marketlerde, süper marketlerde, aktarlarda satılan ambalajlı ürünler'den olmak üzere toplamda 45 adet numune'de aflatoksin analizi yapılmıştır.

Aflatoksin analizi yapılan 15 adet açık (ambalajsız) örneklerin tamamında (% 100) AFB_1 ve AFB_2, 3 adet örnekte AFG_1 ve 1 adet örnekte AFG_2 bulunmuştur. AFB_1 2.4-77.13 ppb ve AFB_2 0.07-5.09 ppb aralığında tespit edilmiştir. Ayrıca 15 örneğin 10'unda (% 66.66) AFB_1 değeri Türk Gıda Kodeksi, 2008/26 nolu "Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkındaki Tebliğ" e göre baharatlarda AFB_1 için belirtilen maksiumum limit olan 5 ppb'nin üzerinde çıkmıştır (Çizelge 4.8).

Toplam aflatoksin en düşük 2.66 iken, en yüksek ise 83.45 olarak elde edilmiştir (Çizelge 4.8.).

Çizelge 4.8. Ambalajsız (açık) pul biber numunelerinin aflatoksin değerleri (µg/kg)

Numune No	Kaynağı	AFB_1	AFB_2	AFG_1	AFG_2	Toplam Aflatoksin
1	AÇIK	7.09±0.01	1.05±0.02	0.21±0.02	0,00	8.49±0.01
2	AÇIK	33.16±0.01	2.23±0.01	0,00	0,00	35.80±0.02
3	AÇIK	5.00±0.02	0.70±0.02	0,00	0,00	5.79±0.01
4	AÇIK	2.71±0.01	0.73±0.01	0,00	0,00	3.52±0.01
5	AÇIK	15.66±0.03	0.51±0.01	0,00	0,00	16.31±0.03
6	AÇIK	2.97±0.02	0.39±0.01	0,00	0,00	3.42±0.01
7	AÇIK	46.14±0.01	6.70±0.01	0,00	0,00	53.67±0.01
8	AÇIK	43.60±0.02	1.73±0.01	0,00	0,00	45.76±0.02
9	AÇIK	5.28±0.01	0.41±0.03	0,00	0,00	5.76±0.02
10	AÇIK	2.4±0.01	0.22±0.02	0,00	0,00	2.66±0.02
11	AÇIK	3.43±0.01	0.12±0.01	0,00	0,00	3.58±0.01
12	AÇIK	57.66±0.02	1.80±0.02	0,00	0,00	60.00±0.01
13	AÇIK	2.6±0.01	0.07±0.01	0,00	0,00	2.69±0.02
14	AÇIK	34.88±0.01	3.74±0.01	0.4±0.01	0,00	39.58±0.01
15	AÇIK	77.13±0.03	5.09±0.03	0.14±0.01	0.12±0.01	83.45±0.02

Kapalı ambalaj (Markalı) olarak alınan 30 adet pul biberde yapılan aflatoksin analizinde, 3 numunede (% 10) AFB_1 tespit edilmezken, 27 numunede (% 90) AFB_1 0.47-74.79 ppb aralığında tespit edilmiştir (Çizelge 4.9.). İncelenen örneklerin 6'sında (% 20) AFB_1 değeri Türk Gıda Kodeksi, 2008/26 nolu "Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkındaki Tebliğ" e göre baharatlarda AFB_1 için belirtilen maksiumum limit olan 5 ppb'nin üzerinde çıkmıştır.

Ayrıca 26 (% 86.66) örnekte 0.03-7.72 aralığında AFB_2, 23 (% 76.66) örnekte 0.01-4.42 aralığında AFG_1 ve 7 (% 23.33) örnekte 0.01-1.54 aralığında AFG_2 tespit edilmiştir. İncelenen örneklerde toplam aflatoksin değeri en yüksek 86.01 olarak elde edilmiştir (Çizelge 4.9.).

Çizelge 4.9. Kapalı ambalajlı pul biber numunelerinin aflatoksin değerleri (µg/kg)

Numune No	AFB_1	AFB_2	AFG_1	AFG_2	Toplam Aflatoksin
1	2.85±0.01	0.19±0.02	0.0	0.125±0.01	3.21±0.01
2	22.82±0.02	1.8±0.01	0.0	0.0	24.91±0.01
3	32.37±0.01	1.86±0.01	0.54±0.01	0.0	35.19±0.01
4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
5	2.24±0.01	0.28±0.02	0.17±0.01	0.0	2.74±0.02
6	74.79±0.03	7.72±0.01	2.21±0.01	0.0	86.01±0.01
7	1.04±0.01	0.37±0.01	0.16±0.02	0.236±0.01	1.87±0.02
8	2.3±0.01	0.21±0.02	0.2±0.01	0.128±0.03	2.89±0.01
9	6.9±0.02	1.38±0.01	4.42±0.02	1.542±0.01	14.86±0.01
10	1.4±0.01	0.22±0.03	0.17±0.01	0.131±0.02	1.96±0.03
11	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
12	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
13	1.23±0.02	0.04±0.02	0.0	0.0	1.28±0.03
14	1.62±0.01	0.06±0.02	0.02±0.02	0.01±0.02	2.03±0.01
15	0.58±0.02	0.34±0.02	0.0	0.0	1.37±0.02
16	0.47±0.01	0.03±0.02	0.03±0.02	0.0	0.54±0.01
17	2.31±0.03	0.08±0.01	0.02±0.02	0.0	2.42±0.02
18	1.62±0.02	0.04±0.01	0.03±0.04	0.0	1.68±0.01
19	1.18±0.01	0.0	0.01±0.01	0.0	1.26±0.03
20	2.89±0.01	0.06±0.02	0.01±0.03	0.0	2.96±0.01
21	1.57±0.04	0.06±0.01	0.02±0.01	0.0	1.95±0.03
22	1.49±0.01	0.03±0.02	0.06±0.01	0.0	1.82±0.01
23	27.15±0.04	1.72±0.01	0.36±0.03	0.0	29.58±0.02
24	65.46±0.01	2.9±0.03	1.06±0.01	0.0	70.19±0.01
25	4.92±0.01	0.3±0.01	0.61±0.02	0.0	7.1±0.04
26	1.2±0.03	0.05±0.02	0.02±0.01	0.0	1.53±0.01
27	3.29±0.01	0.04±0.02	0.04±0.02	0.02±0.02	3.79±0.02
28	2.83±0.02	0.07±0.02	0.02±0.01	0.0	2.98±0.01
29	2.49±0.01	0.05±0.02	0.03±0.01	0.0	2.59±0.01
30	1.05±0.01	0.04±0.02	0.02±0.01	0.0	1.09±0.02

Çizelge 4.10. Açık ve kapalı ambalajlı pul biber numunelerinin AFB_1 değer aralıkları (µg/kg)

Adet	Kaynak	AFB_1 Aralığı	AFB_1 Yüzdesi
20	Ambalajlı	0.0 – 2.5	% 44.44
9	Ambalajlı	2.5 – 5.0	% 20.00
16	Ambalajlı	5.0 – 77.13	% 35.55

Bu çalışma kapsamında; toplamda incelenen 45 adet numunenin (ambalajlı ve ambalajsız) 42 tanesinde (% 93.33) tanesinde 0.47-77.13 ppb aralığında değişen AFB_1 bulunmuştur. İncelenen bu 45 örneğin 16'sında (% 35.55) AFB_1 değeri Türk Gıda Kodeksi, 2008/26 nolu "Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkındaki Tebliğ" e göre baharatlarda AFB_1 için belirtilen maksiumum limit olan 5 ppb'nin üzerinde çıkmıştır.

Ayrıca toplamda incelenen 45 adet örneğin 41 tanesinde (% 91.11) 0.03-7.72 ppb aralığında AFB_2, 26 tanesinde (% 57.77) 0.01-4.42 ppb aralığında AFG_1 ve 8 tanesinde (% 17.77) 0.01-1.54 ppb aralığında AFG_2 tespit edilmiştir. İncelenen 45 örnekte toplam aflatoksin değeri en yüksek 86.01 ppb olarak elde edilmiştir.

Ağaoğlu (1999), yaptığı çalışmada Van ilinde açık olarak satışa sunulan kırmızı pul biber örnekleri ince tabaka kromatografi (TLC) yöntemiyle aflatoksin B_1 yönünden incelenmiştir. Örneklerin tamamının aflatoksin B1 ile değişik seviyelerde (1.10-44.00 ppb) kontamine olduğu tespit edilmiştir. İncelenen örneklerin 23 tanesi (% 57.5) ülkemizde izin verilen limitlerin üzerinde olduğu tespit edilmiştir. Üç tanesinin ise (%7.5) sınır değerde olduğu saptanmıştır. Yöntemler farklı olmasına rağmen Ağaoğlu'nun çalışmasında AFB_1 için bulduğu maksimum değer çalışmamızda bulduğumuz değerden daha azdır. Ancak AFB_1 için belirlenen üst limiti aşan örnek sayısı bizim çalışmamızdaki örneklere göre daha yüksek çıkmıştır.

Güntekin (2007) yaptığı çalışmada; 82 adet kırmızı pul biber örneği ELISA metoduyla incelenmiş, incelenen örneklerin 69 tanesi (% 84.14) kabul edilebilir limitlerin üzerinde, 13 tanesi ise (% 15.86) kabul edilebilir limitlerin altında bulunmuştur. Kabul edilebilir limitlerin üzerinde bulunan sonuçların değer aralığı 5.1-20.94 ppb, kabul edilebilir limitlerin altında bulunan sonuçların değer aralığı ise 1.62-4.94 ppb olarak tespit edilmiştir. Bu çalışmada kullanılan analiz yöntemi farklı

olmasına rağmen incelenen örnek sayısı bizim çalışmamızdan daha fazla ve Türk Gıda Kodeksinde AFB_1 için belirlenen üst limit olan 5 ppb in üzerinde çıkan örnek sayısı da bizim çalışmamızdan daha fazladır. Fakat Güntekin'in yaptığı çalışmada incelen 82 örneğin sadece 4 tanesi kapalı ambalajdır. Bu sayı bizim çalışmamızda kapalı ambalaj olarak incelediğimiz örneklerden daha azdır.

Fazekas ve ark. (2005), Macaristan'da yaptıkları çalışmada; 2004 yılı Ekim ve Kasım ayları boyunca toplam 91 adet kırmızıbiber örneği toplanmıştır. Aflatoksin B_1, B_2, G_1, G_2 ve okratoksin A açısından HPLC yöntemiyle örnekler incelenmiştir. İncelenen 70 adet kırmızı pul biberin 18 tanesinin aflatoksin B_1 ile kontamine olduğu bulunmuştur. Bunlardan 7 tanesinin aflatoksin içeriğinin maksimum limitlerin üzerinde çıktığını belirtmişlerdir. Bulunan değer aralığı ise 6.1-15.7 ppb'dir. Bu çalışmada kullanılan analiz yöntemi aynı ve incelen örnek sayısı bizim çalışmamızın iki katıdır. Fakat Türk Gıda Kodeksinde AFB_1 için belirlenen üst limit olan 5 ppb'in üzerinde çıkan örnek sayısı da bizim çalışmamızdan çok daha azdır.

Eldessouki (1992), aflatoksin varlığını tespit etmek için yaptığı bir çalışmada, rastgele seçilmiş 15 adet az acı toz kırmızıbiber örneği ile 24 adet acı toz kırmızıbiber örneklerini incelemiştir. Bu çalışmanın sonucunda, 7 adet az acı toz kırmızıbiber örnekleri 15.3 ppb'e kadar toplam AFB_1, AFB_2, içerirken 13 adet acı toz kırmızı biber örneklerinin 218.4 ppb'e kadar toplam AFB_1, AFB_2, AFG_2 içerdiği tespit edilmiştir. Bu çalışmada incelenen örnek sayısı bizim çalışmamızla yakın olup, örneklerde toplam aflatoksin için bulunan maksimum değer çalışmamızda bulduğumuz maksimum değerin 3 katı çıkmıştır.

Martins ve ark. (2001), yaptıkları çalışmada 12 farklı tipte toplam 79 adet baharatın aflatoksin kontaminasyonu HPLC metoduyla incelenmiştir. İncelenen örneklerin 8 tanesi kırmızıbiber, 12 tanesi ise paprika olarak bilinen kırmızıbiber türüdür. İncelenen kırmızıbiberlerin 3 tanesi kabul edilebilir limitlerin üzerinde bulunmuş ve aflatoksin bulunma değeri 1-5 ppb olarak, paprikaların ise 8 tanesi kabul edilebilir limitlerin üzerinde bulunmuş ve bu değer ise 1-20 ppb arasında belirtilmiştir. Bu çalışmada kullanılan analiz yöntemi aynı olup, pul biber olarak incelenen örnek sayısı ve kabul edilebilir limitlerin üzerinde çıkan örnek sayısı bizim çalışmamızdan daha azdır.

Aydın ve ark. (2007), yaptıkları çalışmada İstanbul'daki marketlerden toplanan 100 adet kırmızıbiber örneği ELISA ile incelenmiştir. Türk Gıda Kodeksi ve Avrupa Birliği'nin kabul ettiği tolerans limitlerine göre; 32 örnek (% 32) belirlenen limitlerin altında, 50 örnek ise (% 50) 0.025-5 µg/kg arasında, 18 örnek ise (% 18) belirlenen tolerans limitlerinin üstünde çıkmıştır. Türk Gıda Kodeksinde AFB_1 için belirlenen üst limit olan 5 ppb'in üzerinde çıkan örnek sayısı oran olarak bizim çalışmamızdan daha düşük olduğu görülmüştür.

Erdoğan (2004), Erzurum'da yaptığı çalışmada, 44 adet kırmızı pul biber, 26 adet kırmızı toz biber ve 20 adet Şanlıurfa'da üretilen isot örneği TLC metoduyla incelenmiştir. İncelenen kırmızı pul biber örneklerinin 8 tanesinde (% 18.2), kırmızı toz biber örneklerinin 3 tanesinde (% 10.7) ve isotların ise 1 tanesinde (% 5) aflatoksin B ve G kontaminasyonu bulunmuştur. Aflatoksin bulunma aralığı incelenen tüm örneklerde 1.1-97.5 ppb aralığında belirtilmiştir. En yüksek kontaminasyon değer aralığının kırmızı pul biberde olduğu bildirilmiştir. Bu çalışmada incelenen örnek sayısı bizim çalışmamızın iki katı olup kontamine olan örnek sayısı bizim çalışmamızdan daha düşük çıkmıştır. İncelen örneklerde AFB_1 için bulunan maksimum değer çalışmamızda bulduğumuz maksimum değerden daha yüksek çıktığı görülmüştür.

Alpsoy ve ark. (2013), İstanbul'un 40 farklı bölgesinde açıkta satılan paketlenmemiş kırmızı toz biberlerdeki toplam aflatoksin miktarını belirlemek amacıyla 36 adet numune toplamıştır. ELISA yöntemini kullanarak yaptığı analizlerde 36 numunenin 32 tanesinde (% 88) 0.2-106.4 ppb arasında değişen aflatoksin tespit etmiştir. Bu 36 örneğin 16 tanesi (% 44) Türk Gıda Kodeksi'nde toplam aflatoksin için belirtilen limit'in (10 ppb) üstünde çıktığını belirterek Türk Gıda Kodeksine uygun olmadığını belirtmiştir. Bu çalışmada kullanılan analiz yöntemi farklı olmasına rağmen incelenen örnek sayısı çalışmamızda incelediğimiz örnek sayısına yakındır. Erdoğan'ın çalışmasında tespit edilebilir düzeyde AFB_1 bulunan örnek sayısı bizim çalışmamıza yakın olup, Türk Gıda Kodeksinde AFB_1 için belirlenen üst limit olan 5 ppb'in üzerinde çıkan örnek sayısı da bizim çalışmamızda ortaya çıkan örnek sayısı ile aynıdır.

Şu ana kadar kurutulmuş biber üzerinde yapılan bütün çalışmalar birbirine benzer olmakla birlikte incelenen numuneler genellikle pazarlardan, aktarlardan, marketlerden, süper marketlerden temin edildi. Biz de çalışmamızın ilk kısmında benzer bir çalışma ile piyasadan 45 adet pul biber numunesi alarak aflatoksin açısında inceleme yaptık. Elde edilen veriler pul biberlerde aflatoksin bulunma ihtimalinin çok yüksek olduğunu göstermektedir. Kurutulmuş biberde aflatoksin tespiti üzerinde yapılan çalışmalar bize bu konuda ayrıntılı bir çalışma ve aflatoksin sorunun kaynağını tespit etme noktasında bir gereklilik sunmaktadır. Bu amaçla çalışmamızın ikinci kısmında diğer çalışmalardan farklı olarak pul biber üretim süreci boyunca aflatoksin oluşturma ihtimali yüksek olan safhalarda (taze, ayıklama, ilk kurutma, terleme, terleme sonrası, son ürün) numuneler alarak aflatoksinin hangi aşamada kontamine olduğunu tespit etmeye çalıştık.

4.2.2. Kurutma Aşamalarında Elde Edilen Numunelerde Aflatoksin Tayini

Çalışmamızın ilk kısmında ortaya konulan veriler Şanlıurfa bölgesinde pul biberlerde aflatoksin bulaşısının önemli bir gıda güvenliği riski oluşturduğunu göstermektedir. Bu amaçla çalışmanın ikinci kısmında Şanlıurfa'da yetiştirilen ve geleneksel olarak açık havada kurutulan *C. annum* L. türü kırmızıbiberlerin taze halden, kurutulmuş pul biber (isot) oluşum aşamasına kadar meydana gelen süreçte aflatoksin oluşturma ihtimali yüksek olan safhalarda (taze, ayıklama, ilk kurutma, terleme, terleme sonrası, son ürün) numune alınarak aflatoksin analizleri yapılmıştır. Şanlıurfa'nın 20 farklı üretim merkezinden alınan taze biberler toprak ve beton üzerinde kurutularak iki farklı gruba ayrılmıştır. Toprak ve beton üzerinden kurutularak elde edilen 20 farklı son numune'de (isot) aflatoksin analizi yapılmıştır. Çizelge 4.11.'de sonuçlar gösterilmektedir.

Çizelge 4.11. Son ürün (isot) numunelerinin aflatoksin değerleri (µg/kg)

Numune No	Kurutma Yeri	AFB_1	AFB_2	AFG_1	AFG_2	Toplam Aflatoksin
T1	Toprak	2.32±0.01	0.19±0.02	0.00	0.00	2.54±0.01
T2	Toprak	3.64±0.02	0.34±0.01	0.00	0,00	3.98±0.02
T3	Toprak	3,94±0.03	0.28±0.01	0.00	0,00	4.22±0.01
T4	Toprak	10.49±0.02	0.48±0.01	0.16±0.01	0,15±0.01	11.28±0.02
T5	Toprak	2.06±0.02	0.13±0.02	0.00	0,00	2.19±0.04
T6	Toprak	4.55±0.04	1.35±0.02	0.00	0,00	4.80±0.03
T7	Toprak	4.85±0.02	0.30±0.01	0.00	0,00	5.15±0.01
T8	Toprak	3.51±0.02	0.25±0.01	0.00	0,16±0.01	3.93±0.01
T9	Toprak	3.49±0.02	0.29±0.01	0.00	0,13±0.01	3.90±0.02
T10	Toprak	6.12±0.03	0.34±0.02	0.21±0.01	0,45±0.02	7.12±0.03
B1	Beton	0,00	0.00	0.00	0,00	0,00
B2	Beton	0.14±0.01	0.13±0.01	0.00	0,00	0.27±0.02
B3	Beton	0.00	0.13±0.01	0.00	0,19±0.01	0.31±0.01
B4	Beton	0.45±0.01	0.13±0.01	0,12±0.01	0,13±0.01	0.83±0.02
B5	Beton	0.00	0.13±0.01	0.00	0,00	0.13±0.01
B6	Beton	0.14±0.01	0.00	0.13±0.01	0,00	0.27±0.01
B7	Beton	0.00	0.13±0.02	0.00	0,22	0.35±0.01
B8	Beton	0.00	0.14±0.01	0.00	0,23±0.01	0.37±0.01
B9	Beton	0.00	0.00	0.00	0,14±0.01	0.14±0.01
B10	Beton	1.52±0.03	0.14±0.01	0.00	0,00	1.66±0.02

Yapılan analiz sonucunda toprak üzerinde kurutularak elde edilen 10 farklı pul biber numunesinin tamamında (% 100) AFB_1 tespit edilmiştir. AFB_1 değeri en düşük 2.06 ppb olurken en yüksek AFB_1 değeri ise 10.49 ppb olarak tespit edildi. Beton üzerinde kurutularak elde edilen 10 farklı pul biber numunesinin sadece 4 ünde (% 40) AFB_1 bulunurken, en yüksek AFB_1 değeri ise 1.52 ppb olarak tespit edilmiştir ve limitleri aşmamaktadır.

Geleneksel yöntemle açık havada toprak üzerinde kurutulan bütün numunelerde aflatoksinin (AFB_1, AFB_2) çıkması toprak kökenli bir bulaşının olduğunu göstermektedir. Toprak kökenli bir küf olan *Aspergillus flavus* aflatoksin üretmektedir (Reddy and Waliyar, 2000). *Apergillus flavus*'un gelişimi ve aflatoksin oluşturabilmesi için % 85 nispi neme ihtiyaç duymaktadır (Sert, 1982). Davis ve Diener (1978)'e göre aflatoksin oluşumu için en düşük sıcaklık 12 ^{O}C, optimum 27-30 ^{O}C ve en yüksek sıcaklık ise 40-42 ^{O}C'dir. Ağustos ayında yapılan kurutma işleminde ortamın sıcaklığı 39 ^{O}C-41 ^{O}C olarak kaydedilmiştir. Bu sıcaklık değerleri Davis ve Diener (1978)'in aflatoksin oluşumu için bahsettiği sıcaklık aralığındadır.

Geleneksel yöntemle açık havada beton üzerinde kurutulan 10 numunenin 6' sında (% 60) AFB_1 değerinin tespit edilebilir düzeyin altında kalması ve kalan 4 numunenin AFB_1 değeri 0.14-1.52 ppb düzeyinde olması beton üzerinde yapılan kurutmada bulaşının hiç olmadığı ya da çok az bir bulaşının olduğunu göstermektedir.

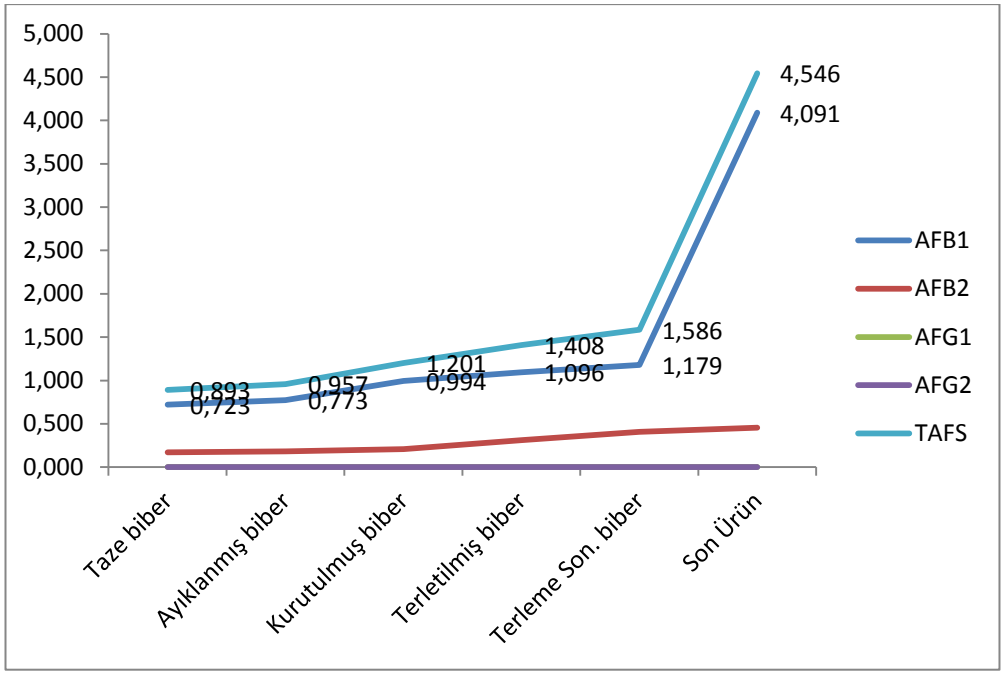
Toprak üzerinde kurutularak elde edilen 10 farklı numuneden son üründe aflatoksin oranı en yüksek olan 6 numune (T2, T3, T4, T6, T7, T10) hedef numune olarak belirlendi. Bu 6 numunenin taze halden son ürüne kadar olan 6 farklı kurutma aşamasında (taze, ayıklama, ilk kurutma, terleme, terleme sonrası, son ürün), aflatoksinin hangi aşamada oluştuğunu tespit etmek için numuneler alınarak aflatoksin analizleri yapıldı. Sonuçlar kuru madde üzerinden baz alınarak değerlendirildi.

Çizelge 4.12. T2 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki aflatoksin değerleri (µg/kg)

	AFB_1	**AFB_2**	**AFG_1**	**AFG_2**	**Toplam Aflatoksin**
Taze biber	0.723±0.01	0.169±0.02	0.00	0.00	0.893±0.01
Ayıklanmış biber	0.773±0.02	0.184±0.03	0.00	0.00	0.957±0.02
Kurutulmuş biber	0.994±0.02	0.208±0.02	0.00	0.00	1.201±0.02
Terletilmiş biber	1.096±0.02	0.313±0.04	0.00	0.00	1.408±0.03
Terleme Son. biber	1.179±0.01	0.407±0.02	0.00	0.00	1.586±0.01
Son Ürün	4.091±0.02	0.455±0.01	0.00	0.00	4.546±0.01

T2 Hedef numunesinin kurutma işlemine tabi tutulmadan önce daha taze haldeyken AFB_1'in 0.723 ppb düzeyinde çıkması taze bibere bir küf kontaminasyonu bulaştığını göstermektedir. Capsicum cinsinden olan kırmızıbiberler üzerinde yapılan çalışmalarda küf kontaminasyonu bitki üzerinde başlamakta, hasat edilene kadar geçen sürede ve kurutma esnasında küf gelişimi ve toksin oluşumu devam etmekte olduğu görülmüştür. Aflatoksin oluşumunun henüz biber dalında iken başladığı tespit edilmiştir (Ünlütürk ve Turantaş, 1998). Bu bulgu taze bibere küf bulaşısının hasat aşamasında veya hasattan önceki aşamalarda meydana geldiğini göstermektedir. Ayrıca T2 hedef numunesinin diğer kurutma aşamalarında (ayıklama, ilk kurutma, terleme, terleme sonrası, son numune) da 0.773-4.091 ppb düzeyinde AFB_1'in bulunması, küflerin kurutma aşamaları boyunca gelişip çoğaldığını ve son üründe AFB_1'in en yüksek düzeyde (4.091 ppb) biriktiğine işaret etmektedir (Çizelge 4.12).

Şekil 4.3.' de T2 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin değişimi grafiksel olarak gösterilmektedir.



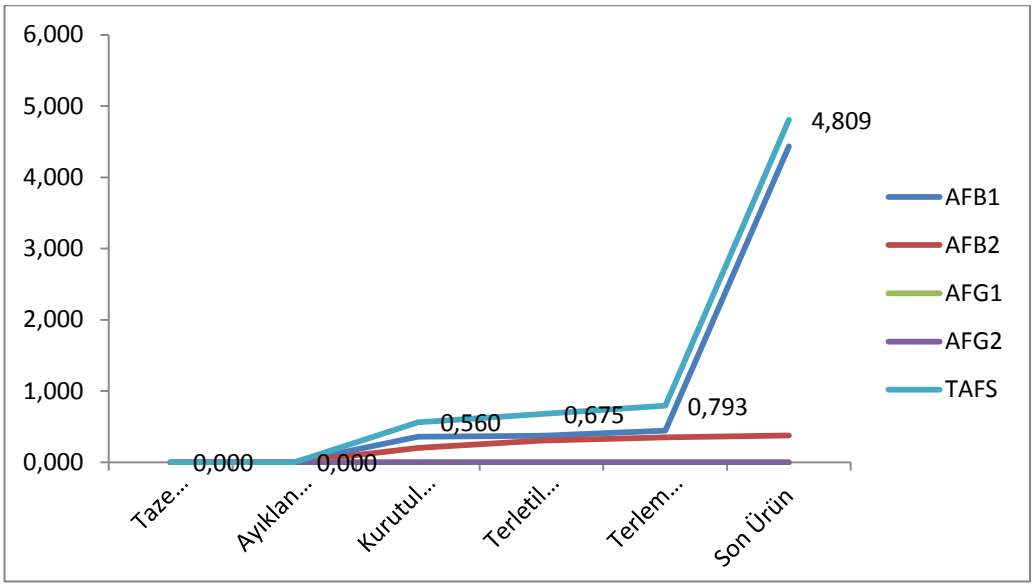
Şekil.4.3. T2 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin grafiksel gösterimi

Çizelge 4.13. T3 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki aflatoksin değerleri (µg/kg)

	AFB_1	**AFB_2**	**AFG_1**	**AFG_2**	**Toplam Aflatoksin**
Taze biber	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Ayıklanmış biber	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Kurutulmuş biber	0.359±0.02	0.201±0.02	0.00	0.00	0.560±0.02
Terletilmiş biber	0.369±0.02	0.306±0.03	0.00	0.00	0.675±0.03
Terleme Son. biber	0.445±0.01	0.347±0.02	0.00	0.00	0.793±0.01
Son Ürün	4.433±0.02	0.376±0.01	0.00	0.00	4.809±0.01

T3 Hedef numunesinin taze ve ayıklama aşamalarında AFB_1 ve AFB_2 tespit edilmezken, AFB_1'in ilk ortaya çıktığı aşama ilk kurutma aşamasıdır. Taze ve ayıklama aşamalarında aflatoksinin çıkmaması, bu örnek için hasat veya hasat edilmeden önceki aşamalarda bir bulaşının olmadığını göstermektedir. Toprak üzerinde kurutulan taze kırmızıbiberin kurutma aşamalarından biri olan ilk kurutma aşamasında AFB_1 in bulunması, topraktan ürüne bir küf kontaminasyonun bulaştığını göstermektedir (Çizelge 4.13). T3 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki

AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin değişimi Şekil 4.4.' de grafiksel olarak gösterilmektedir.

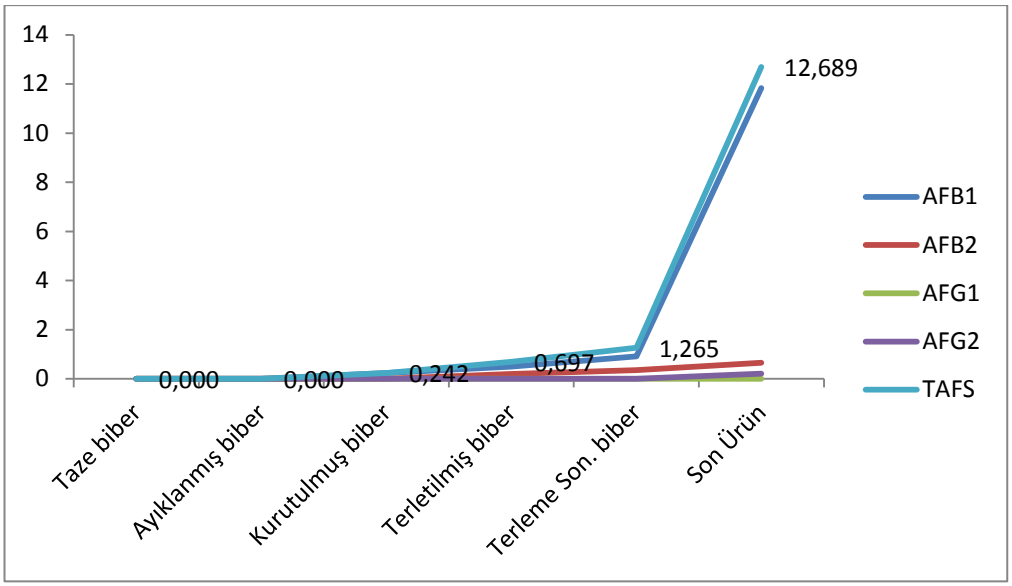


Şekil.4.4. T3 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin grafiksel gösterimi

Çizelge 4.14. T4 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki aflatoksin değerleri (µg/kg)

	AFB_1	**AFB_2**	**AFG_1**	**AFG_2**	**Toplam Aflatoksin**
Taze biber	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Ayıklanmış biber	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Kurutulmuş biber	0.242±0.02	0.00	0.00	0.00	0.242±0.02
Terletilmiş biber	0.499±0.01	0.198±0.01	0.00	0.00	0.697±0.03
Terleme Son. biber	0.912±0.01	0.353±0.02	0.00	0.00	1.265±0.01
Son Ürün	11.83±0.03	0.652±0.02	0.00	0.21±0.01	12.689±0.03

T4 hedef numunesi de tıpkı T3 hedef numunesi gibi taze ve ayıklama aşamalarında AFB_1 ve AFB_2 tespit edilememiştir. AFB_1'in ilk ortaya çıktığı aşama ilk kurutma aşamasıdır. Daha sonra terleme, terleme sonrası aşamalarda küf kontaminasyonu gelişip çoğalarak son üründe AFB_1'in 11.83 ppb gibi çok yüksek düzeyde çıkmasına neden olmuştur. Bu sonuç, Türk Gıda Kodeksi, 2008/26 nolu "Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkındaki Tebliğ" e göre baharatlarda AFB_1 için belirtilen maksiumum limit 5 ppb'nin üzerinde çıkmıştır (Çizelge 4.14). T4 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin değişimi Şekil 4.5.' de grafiksel olarak gösterilmektedir.

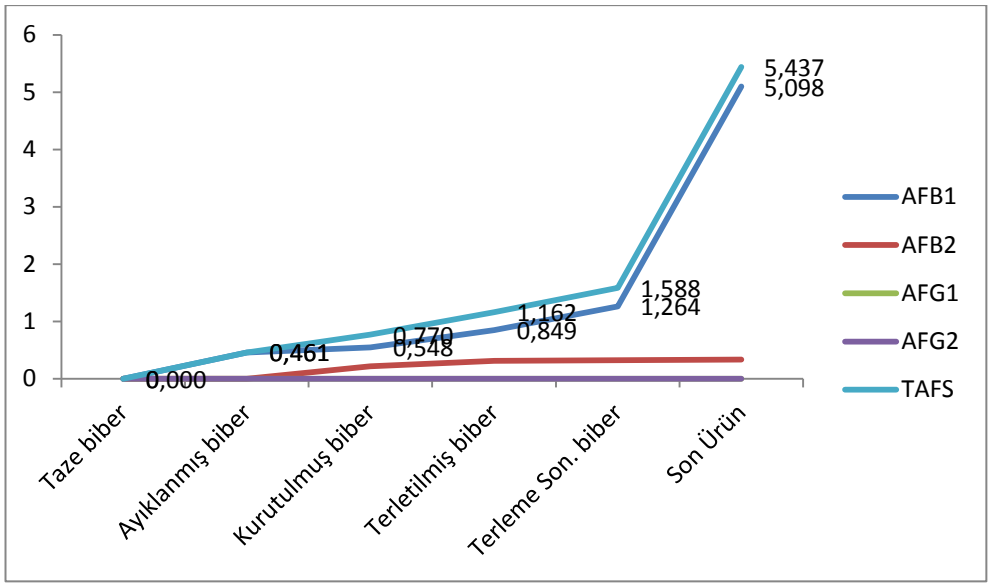


Şekil.4.5. T4 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin grafiksel gösterimi

Çizelge 4.15. T6 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki aflatoksin değerleri (µg/kg)

	AFB_1	**AFB_2**	**AFG_1**	**AFG_2**	**Toplam Aflatoksin**
Taze biber	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Ayıklanmış biber	0.461±0.01	0.00	0.00	0.00	0.461±0.02
Kurutulmuş biber	0.548±0.02	0.221±0.01	0.00	0.00	0.770±0.01
Terletilmiş biber	0.849±0.01	0.313±0.02	0.00	0.00	1.162±0.03
Terleme Son. biber	1.264±0.02	0.324±0.02	0.00	0.00	1.588±0.02
Son Ürün	5.098±0.03	0.339±0.02	0.00	0.00	5.437±0.02

T6 hedef numunesinin taze kırmızıbiber aşamasında AFB_1 tespit edilmezken,. AFB_1 varlığı ilk olarak ayıklama aşamasında alınan numunelerde 0.461 ppb düzeyinde ölçülmüştür. T6 hedef numunesinin kurutma aşamalarının ikinci basamağı olan ayıklama basamağında AFB_1 tespit edilmesi, ayıklama işlemi yapan kişilerin çıplak ellerinden veyahut kullandıkları eldivenlerin bulaşı kaynağı olabileceğini düşündürmektedir. Genel hijyen kurallarına riayet edilmediği için açıkta biber üreten kişilerden, topraktan veyahut kırmızıbiberlerin ayıklaması için kullandıkları eldivenlerden taze haldeki kırmızıbiberlere küf kontaminasyonu meydana geldiği akla gelmektedir. Daha sonra kurutma, terleme ve terleme sonrası aşamalarda topraktan gelen küf kontaminasyonu uygun ortam ve sıcaklıkta gelişip çoğalarak son üründe (pul biber) AFB_1' in 5.098 ppb düzeyinde çıkmasına neden olmuştur (Çizelge 4.15). T6 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin değişimi Şekil 4.6.' da grafiksel olarak gösterilmektedir

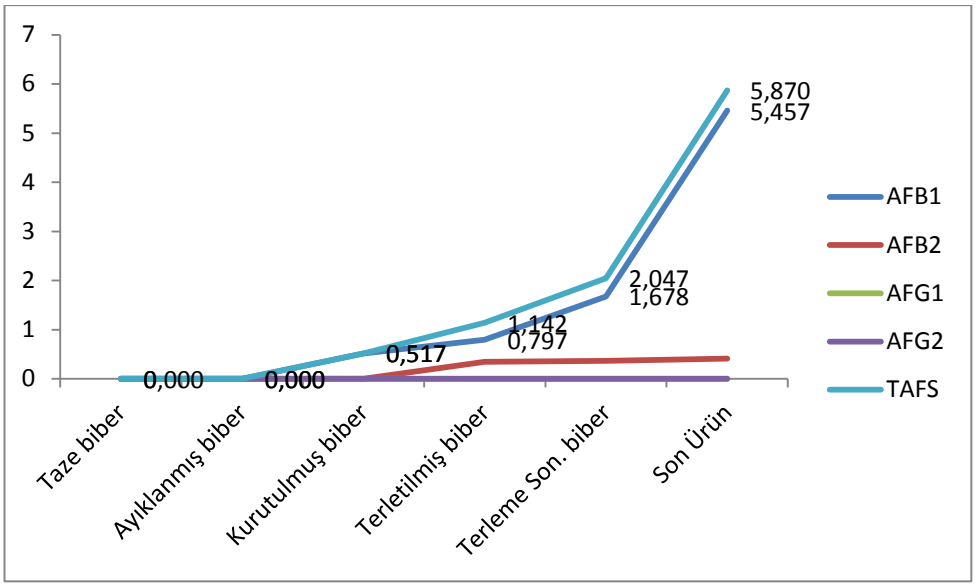


Şekil.4.6. T6 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin grafiksel gösterimi

Çizelge 4.16. T7 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki aflatoksin değerleri (µg/kg)

	AFB_1	**AFB_2**	**AFG_1**	**AFG_2**	**Toplam Aflatoksin**
Taze biber	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Ayıklanmış biber	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Kurutulmuş biber	0.517±0.02	0.00	0.00	0.00	0.517±0.02
Terletilmiş biber	0.797±0.01	0.345±0.02	0.00	0.00	1.142±0.03
Terleme Son. biber	1.678±0.02	0.368±0.01	0.00	0.00	2.047±0.01
Son Ürün	5.457±0.03	0.414±0.02	0.00	0.00	5.870±0.02

T7 hedef numunesinin kurutma aşamalarında alınan örneklerde yapılan aflatoksin analizlerinde taze ve ayıklama aşamalarında AFB_1'e rastlanmazken, ilk kurutma, terleme, terleme sonrası ve son ürün aşamalarında 0.517-5.457 ppb düzeyinde AFB_1 tespit edilmiştir. T7 hedef numunesinin ilk kurutma aşamasında AFB_1'in çıkması, taze kırmzıbiberin kurutulduğu toprakta bir bulaşının olduğunu göstermektedir. Daha sonra terleme ve terleme sonrası aşamalarda gelişen ve çoğalan küf kontaminasyonu son üründe (pul biber) AFB_1'in 5.457 ppb düzeyinde çıkmasına neden olmuştur. Bu sonuç, Türk Gıda Kodeksi, 2008/26 nolu "Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkındaki Tebliğ" e göre baharatlarda AFB_1 için belirtilen maksiumum limit 5 ppb'nin üzerinde bulunmaktadır (Çizelge 4.16). T7 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin değişimi Şekil 4.7.' de grafiksel olarak gösterilmektedir.



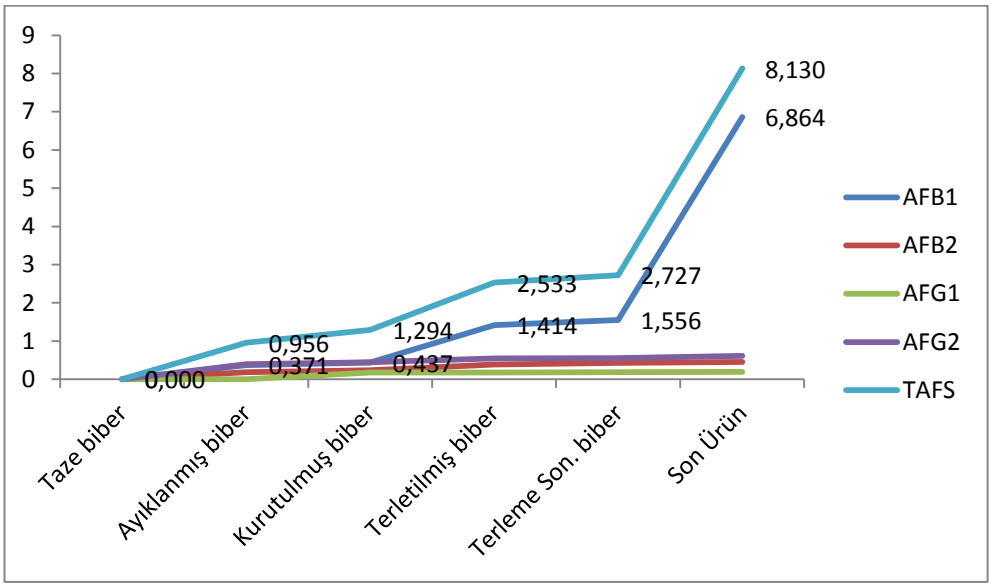
Şekil.4.7. T7 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin grafiksel gösterimi

Çizelge 4.17. T10 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki aflatoksin değerleri (µg/kg) (µg/kg)

	AFB_1	**AFB_2**	**AFG_1**	**AFG_2**	**Toplam Aflatoksin**
Taze biber	0.00	0.0	0.00	0.00	0.00
Ayıklanmış biber	0.371±0.02	0.186±0.02	0.00	0.399±0.02	0.956±0.02
Kurutulmuş biber	0.437±0.02	0.235±0.02	0.177±0.02	0.445±0.01	1.294±0.01
Terletilmiş biber	1.414±0.01	0.388±0.01	0.181±0.03	0.549±0.01	2.533±0.03
Terleme Son. biber	1.556±0.02	0.431±0.03	0.185±0.02	0.556±0.02	2.727±0.02
Son Ürün	6.864±0.03	0.456±0.02	0.194±0.01	0.616±0.03	8.130±0.02

T10 hedef numunesi de tıpkı T6 hedef numunesi gibi taze kırmızıbiber aşamasında AFB_1 tespit edilmezken, AFB_1 varlığı ilk olarak ayıklama aşamasında alınan numunelerde belirlenmiştir. T10 hedef numunesinin kurutma aşamalarının ikinci basamağı olan ayıklama basamağında AFB_1 tespit edilmesi, ayıklama işlemi yapan kişilerin çıplak ellerinden veyahut kullandıkları eldivenlerin bulaşı kaynağı olabileceğini düşündürmektedir. Genel hijyen kurallarına riayet edilmediği için açıkta biber üreten kişilerden, topraktan veyahut kırmızıbiberlerin ayıklaması için kullandıkları eldivenlerden taze haldeki kırmızıbiberlere küf kontaminasyonu meydana geldiği akla gelmektedir. Daha sonra kurutma, terleme ve terleme sonrası aşamalarda topraktan gelen küf kontaminasyonu uygun ortam ve sıcaklıkta gelişip çoğalarak son üründe (pul biber) AFB_1'in 6.864 ppb düzeyinde çıkmasına neden olmuştur (Çizelge 4.17). Bu sonuç, Türk Gıda Kodeksi, 2008/26 nolu "Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkındaki Tebliğ" e göre

baharatlarda AFB_1 için belirtilen maksiumum limit olan 5 ppb'nin üzerinde bulunmaktadır. T10 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin değişimi Şekil 4.8.' de grafiksel olarak gösterilmektedir.



Şekil 4.8. T10 hedef numunesinin kurutma aşamalarındaki AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve TA_S değerlerinin grafiksel gösterimi

5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

Bu tez kapsamında Şanlıurfa'da yetiştirilen ve geleneksel olarak açık havada, toprak ve beton üzerinde kurutulan *C. annum* L. türü kırmızıbiberlerin taze halden, kurutulmuş pul biber (isot) oluşum aşamasına kadar meydana gelen süreçte aflatoksin oluşturma ihtimali yüksek olan 6 farklı kurutma aşamasında (taze, ayıklama, ilk kurutma, terleme, terleme sonrası, son ürün) numune alınarak AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2 ve toplam aflatoksin analizleri yapılmıştır. Bu amaçla Şanlıurfa'da yetiştirilen kırmızıbiberlerden örnekler alınarak 20 farklı kırmızı pul biber üretimi yapılmıştır. Bunlardan 10 tanesi toprak, 10 tanesi de beton zemin üzerinde kurutulmuştur. Kurutularak elde edilen örneklerde aflatoksin oranı yüksek çıkan 6 farklı pul biber numunesi hedef numune (T2, T3, T4, T6, T7, T10) olarak belirlenerek 6 farklı numunenin her birinin 6 farklı pul biber üretim aşamalarında (taze, ayıklama, ilk kurutma, terleme, terleme sonrası, son ürün) aflatoksin tayinleri (AFB_1, AFB_2, AFG_1, AFG_2) yapılmıştır. Ayrıca Şanlıurfa'da satışa sunulan ve bölge halkı tarafından tüketilen pul biberlerdeki olası aflatoksin varlığını ölçmek amacıyla bölgede kırmızı pul biber satışı yapan işletmelerden 30 tanesi kapalı ambalaj, 15 tanesi de açık (ambalajsız) olmak üzere toplam 45 adet numune toplanarak aflatoksin analizleri yapılmıştır.

Aflatoksin analizi yapılan 15 adet açık (Ambalajsız) örneklerin tamamında (% 100) AFB_1 tespit edilmiştir. Ayrıca 15 örneğin 10'unda (% 67) AFB_1 değeri Türk Gıda Kodeksi, 2008/26 nolu "Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkındaki Tebliğ" e göre baharatlarda AFB_1 için belirtilen maksiumum limit olan 5 ppb'nin üzerinde çıkmıştır. Kapalı ambalaj (Markalı) olarak alınan 30 adet pul biberde yapılan aflatoksin analizinde, 3 numunede (% 10) AFB_1 tespit edilebilir düzeyin altında kalırken, 27 numunede (% 90) AFB_1 0.47-74.79 ppb aralığında tespit edilmiştir. İncelenen örneklerin 6'sında (% 20) AFB_1 değeri Türk Gıda Kodeksi, 2008/26 nolu "Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkındaki Tebliğ" e göre baharatlarda AFB_1 için belirtilen maksimum limit olan 5 ppb'nin üzerinde çıkmıştır.

Bu çalışma kapsamında; toplamda incelenen 45 adet numunenin (ambalajlı ve ambalajsız) 42 tanesinde (% 93.33) tanesinde 0.47-77.13 ppb aralığında değişen AFB_1 bulunmuştur. İncelenen bu 45 örneğin 16'sında (% 35.55) AFB_1 değeri Türk Gıda Kodeksi, 2008/26 nolu "Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkındaki Tebliğ" e göre baharatlarda AFB_1 için belirtilen maksiumum limit olan 5 ppb'nin üzerinde çıkmıştır.

Geleneksel yöntemle kurutularak elde edilen son numuneler (pul biber) üzerinde yapılan incelemede, toprak üzerinde kurutularak elde edilen 10 farklı pul biber numunesinin tamamında (% 100) AFB_1 tespit edilmiştir. AFB_1 değeri en düşük 2.06 ppb olurken en yüksek AFB_1 değeri ise 10.49 ppb olarak tespit edildi. Toprak üzerinde kurutulan bütün numunelerde aflatoksinin (AFB_1, AFB_2) çıkması toprak kökenli bir bulaşının olduğunu göstermektedir. Hedef numune olarak belirlenen 6 farklı numunenin 6 farklı pul biber oluşum aşamalarında yapılan incelemede aflatoksin kontaminasyonun taze, ayıklama, ilk kurutma ve terleme aşamasında oluşabileceğini göstermektedir.

Geleneksel yöntemle açık havada beton üzerinde kurutulan 10 numunenin 6' sında (% 60) AFB_1 değerinin tespit edilebilir düzeyinin altında kalması ve kalan 4 numunenin AFB_1 değeri 0.14-1.52 ppb düzeyinde olması beton üzerinde yapılan kurutmada bulaşının hiç olmadığı ya da çok az bir bulaşının olduğunu göstermektedir.

Toprak üzerinde kurutularak elde edilen pul biber numunelerinde yapılan küf sayımında ortalama küf miktarı $3.12x10^5$ kob/gr iken, beton üzerinde kurutulan numunelerde ise ortalama küf miktarı $3.98x10^3$ kob/gr olarak saptanmıştır. Toprak üzerinde kurutularak elde edilen pul biber numunelerindeki küf miktarı betondakilerine göre 100 kat daha fazla olduğu görülmektedir. Aynı zamanda toprak üzerinde kurutularak elde edilen pul biber numunelerindeki aflatoksin değerleri betondakilere göre çok daha yüksek düzeylerde çıktığı görülmüştür. Bu sonuçlar bize küf ve aflatoksin miktarları arasında doğrusal bir ilişkinin olduğunu göstermektedir.

Bu çalışmada elde edilen bulgular pul biber üretiminin toprak üzerinde yapılmaması gerektiğini göstermektedir. *Aspergillus flavus* ve *Aspergillus parasiticus* toprak kökenli mikroorganizmalar olması ve pul üretim süreci boyunca kırmızıbiberlerin toprakla temas halinde olması Şanlıurfa yöresinde üretilen pul biberlerin aflatoksin ile kontamine olmalarının ana sebeplerinden biri olabilir. Pul biberlerde muhtemel aflatoksin kontaminasyonu kırmızıbiberlerin hasat öncesi aşamalarda ve pul biberlerin üretim ve depolama boyunca uygun olmayan sıcaklık ve nem ortamında meydana gelebilmektedir. Ayrıca bu çalışma, toprak üzerinde pul biber üretiminin küf ve mikotoksin birikimi için önemli bir neden olabileceğini göstermektedir.

Bu çalışmada incelenen numunelerde $AFLB_1$ düzeyinin 77.13 ppb e kadar çıkmış olması pul biberlerdeki aflatoksin düzeyinin insan sağlığın ciddi bir risk olabileceğini göstermektedir. Bu çalışmada elde edilen veriler bize gösteriyor ki baharatlarda aflatoksin kontaminasyonu bölgede ciddi bir problem olabilir. Bu nedenle aflatoksin kontaminasyonu bağlamında baharatlar sürekli ve düzenli olarak izlenmesi ve takip edilmesine ihtiyaç duyulmaktadır.

Tüm bunların ötesinde geleneksel olarak uzun yıllardır bölgede kırmızı pul biber üretiminin yapıldığı bir gerçektir ve bu üretimin önümüzdeki yıllarda artarak devam edeceği öngörülmektedir. Dolayısıyla bu çalışmada elde edilen verilere göre; pul biber üretimi her ne kadar hijyenik koşullarda, gerekli sertifikasyonlarla üretimi düzenli olarak kontrol edilen sanayi tesislerinde yapılması gerekse de; geleneksel üretimin en azından toprak zeminlerden uzaklaştırılması bölge insanının sağlığı için gereklidir. Geleneksel üretim toprak ve toprağa yakın yüzeylerde yapılmamalı ve bu bilgi insanlara aktarılmalıdır.

6. KAYNAKLAR

ABDULKADAR, A. H. W., AL-ALİ, A. A., AL-KİLDİ, A. M., AL-JEDAH, J. H., 2004. Mycotoxins in Food Products Available in Qatar. Food Control. 15, 543-548.

AĞAOĞLU, S., 1999. Van ilinde Açıkta Satılan Kırmızı Pul Biberlerde Aflatoksin B_1 Varlığının Araştırılması. Van Tıp Derg, 6:28-30.

AKBAY, C., CANDEMİR, S., 2007. K.Maraş'ta Kırmızı Biber Üretimi ve Sorunları. http://ciftci.ksu.edu.tr/dokumanlar/kirmizibibersorunlari.htm, 24 Eylül, 2009.

AKÇELİK, M., AYDAR, L.Y., AYHAN, K., 1999. Gıda Mikrobiyolojisi ve Uygulamaları, gıdalarda maya ve küf sayımı, 1. baskı, Armoni matbaacılık, 211-214. Ankara.

AKGÜL, A. 1985. Tad, Koku ve Renk Katkısı Olarak Kırmızıbiber. Gıda, 10 (6): 355-360.

AKBULUT, N., 2011. Dereotundan (*Anethum Graveolens*) İzole Edilen Polifenoloksidaz Enziminin Bazı Killerle İmmobilizasyonu ve Seçilmiş Özelliklerinin İncelenmesi Konulu Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi FBE, Erzurum.

ALPSOY, L., KIREN, A., CAN, S.N., KOPRUBASI, A., 2013. Assessment of total aflatoxin level in red pepper in Istanbul. Toxicology and Industrial Health. DOI: 10.1177/0748233712451766, Vol. 29, No.9.

ANONİM, 1990. AOAC Official Method 986.13, Quinic, malic and citric acids in cranberry juice cocktail and apple juice, liquid chromatographic method.

ANONİM, 1993. Some Naturally-Occurring substances: Food İtems and Constituens, Heterocylic aromatic amines and mycotoxins. Lyon: IARC monographs, 56 : 359-62.

ANONİM, 1996. Merck Catalogue (Reagents, Chemicals, Diagnostics).

ANONİM, 1999. AOAC Offical Method 999.07 AflatoxinB1 and Total Aflatoxins in Penaut Butter, Pistachio Paste, and Paprika Powder.

ANONİM, 2002. TS 6178 ISO 7466, Meyve ve Sebze Ürünleri-HMF İçeriğinin Tayini.

ANONİM, 2006. GAP Girişimci Destekleme Merkezleri, Güneş Enerjisi ile kurutulmuş gıda ürünleri ve pazar potansiyeli, GAP GİDEM yayınları. s 20-25, Ankara.

ANONİM, 2008. Türk Gıda Kodeksi - 2008/26 No'lu Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkında Tebliğ.

ANONİM, 2012. TS İSO 21527-2:2008, Mikrobiology of food and animal feeding stuffs-Horizontal method for the enumeration of yeasts and moulds.

ANONİM, 2013. http://www.tuik.gov.tr/UstMenu.do?metod=temelist.

ANONİM a, 2014. http://faostat.fao.org/site/567/default.aspx#ancor.

ANONİM b, 2014, http://www.isotcunuz.com/isot-cesitleri-s.html

APAK, S., 1995. Samsun'da Satışa Sunulan Bazı Besinlerin Aflatoksin Yönünden Araştırılması. Uludağ Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Yüksek Lisans Tezi.

ARDIÇ, M., KARAKAYA, Y., ATASEVER, M., DURMAZ, H., 2008. Determination of aflatoxin B1 levels in deep-red ground pepper (isot) using immunoaffinity column combined with ELİSA. Food Chem Toxicol., 46:1596-9.

AYDIN, A., ERKAN, M.E., BAŞKAYA, R., ÇİFTÇİOĞLU, G., et al. 2007. Determination of Aflatoxin B1 Levels in Powdered Red Pepper. Food Control; 18: 1015-1018

BANU, N., MUTHUMARY, J., 2010. Taxol as Chemical Detoxificant of Aflatoxin Produced by Aspergillus flavus İsolated From Sunflower seed. Healt, 2 (7) : 789-95.

BANERJEE, M., SARKAR, P.K., 2003. Microbiological quality of some retail spices in India. Food Research International, 36: 469-474.

BAYSAL, A., 1984. Beslenme, Haccetepe Üniv. Yayınları A-13, Ankara.

BEİS, S. H., 1990. Kırmızıbiberden Gıda Boyası Eldesi. Anadolu Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi, Eskişehir.

BETİNA, V., 1989, Mycotoxins-Chemical, Biological and Environmental Aspects. Elsivier (473 p.).

BİNGÖL, G., DEVRES, Y.O., 2009. Gıda İşlemede Kurutma Teknolojilerinin Temel İlkeleri, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi FBE, 13, İstanbul.

BRİEN, C.A.O., 1976. Current of Aflatoxin Problem. The Southwest Vet. 29(3):'226

BUZKAN, N., YÜZER, D., 2009 ."Kahramanmaraş Kırmızı Biberlerinde Tohumla Taşınan Virüslerin Moleküler Tanısı" Alatarım, , 8 (1) : 1-7.

CEMEROĞLU, B. 2004. Meyve ve Sebze İşleme Teknolojisi.1.Cilt. Kültür ve Turizm Bakanlığı Yayınları. s.79–95.

CHARLES, R., HURBURGH, J.R., 1995. Mycotoxins in the Grain Market. World Grain, October, pp 23-26.

ÇOKSÖYLER, N., 1999. Farklı Yöntemlerle Kurutulan Kırmızıbiberlerde Aspergillus flavus Gelişimi ve Aflatoksin Oluşumunun İncelenmesi. Gıda, 24 (5) : 297-306.

DAVİS, N.D., DİENER, U.L., 1978. Mycotoxins: Food and Beverage Mycolojy, Ed: L.R. Beuchat, AVI Publishing Company, İnc. Westport, Conecticut, 397-444.

DE BOER, E., SPIEGEENBERG, W.M., JANSENN, F.W., 1985. Microbiology of spices and herbs.Antonie van Leeuwenhoek, 51:435-438.

DEMİRAY, E., 2009. Kurutma İşleminde Domatesin Likopen, â-Karoten, Askorbik Asit ve Renk Değişim Kinetiğinin Belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Pamukkale Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Denizli.

DEMİRCİOĞLU, S., FİLAZİ, A., 2010. Türkiye'de üretilen kırmızıbiberlerde aflatoksin kalıntılarının araştırılması. Vet Hekim Der Derg, 81(2):63-66.

DİNÇOĞLU, A.H., KARAÇAL, F., 2006. Türkiye 9. Gıda Kongresi; İzmit Bölgesinden Elde Edilen Çesitli Baharat Türlerindeki Aflatoksin Düzeylerinin Saptanması, Türkiye 9. Gıda Kongresi, 24-26 Mayıs 2006. Gıda Teknolojisi Derneği, 33:831-834, Bolu.

DOKUZLU, C., 2000. Kırmızı Toz Biberlerde Aflatoksin, Bursa.

DUMAN, A.D., ZORLUGENÇ, B., EVLİYA,. B., 2002. Kahramanmaraş'ta Kırmızı Biberin Önemi ve Sorunları, KSÜ Fen ve Müh. Dergisi, 5: 111-117.

ELDESSOUKİ, S., 1992. Aflatoxins in Cayenne-Pepper and Paprika-Powder. DeutscheLebensmittel-Rundschau. 88(3):78.

EL-KADY, I.A., EL-MARAGHY, S.M., MOSTAFA, M.E., (1995). Natural occurrence of mycotoxins in different spices in Egypt. Folia Microbiologic., 40(3): 297-300.

EKE, D., 1985. Fındıklarda Aflatoksin Gelişimi. Doktora Tezi. Tübitak-Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi. Beslenme ve Gıda Teknolojisi Bölümü. İzmir.

ERDEM, Ş., 1980. Ekmeklik Un ve Bu Undan Yapılmış Ekmeklerde Aflatoksin Durumunun Araştırılması, Haccetepe Üniv. Sağlık Bilimleri Fak., Beslenme ve Diyetetik Programı Bilim Uzmanlı Tezi, Ankara.

ERDOĞAN, A., 2004. The Aflatoxin Contamination Of Some Pepper Types Sold İn Turkey. Chemosphere 56: 321-325.

EVRANUZ, Ö., ÇATALTAŞ, İ., 1989. Gıda İşleme Teknolojisi, Anka Ofset Birinci Baskı, 260-262.

EVREN, M., 1999. Aflatoksinlerin Etki Şekilleri, Gıdalarda Bulunma Durumları ve Önleme Çareleri, O.M.Ü, Ziraat Fakültesi Dergisi, Cilt:14, Sayı:2, Samsun.

FAZEKAS, B., TAR, A., KOVACS, M., et al. 2005. Aflatoxin and Cchratoxin a Content of Spices in Hungary. Food Addit Contam 22(9): 856-863.

FUGA, H., URGA, K., 1996. Screening of Aflatoxins in Shiro and Ground Red Pepper in Addis Ababa. Ethiopian Medical Journal. 1;34:243.

GODA, Y., NAKAMURA, H., SAKAMOTO, S. S., ISHİKAWA, K., MAİTANİ, T., YAMADA, T. 1997. Photo- stability of coloring constituents in paprika color. Journal of the Food Hygienic Society of Japan , 38 (4): 240-247.

GOLDBLATT, L.A., DOLLEAR, F.G., 1977. Detoxification Of Contaminated Crops: Mycotoxins İn Human And Animal Health. Rodricks, J.v., Hesseltine, C.w., Mehlman, M.a. (eds.), Pathotox Publishers, İnc., Park Forest South, İllinois. pp. 139-150.

GOULA, A.M., ADAMOPOULOS, K. G., 2006. Retention of Ascorbic Acid During Drying of Tomato Halves and Tomato Pulp. Drying Technology, 24:57-64.

GÖKKAYA, Ö., 2009. Beyaz Kirazmeyvesi (Starks Gold) Polifenoloksidaz Enziminin Karakterizasyonu Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniveritesi FBE, s:4, Adana.

GÜNTEKİN, S., 2007. Tüketime Sunulan Kırmızı Pul Biberlerde Aflatoksin B1 Miktarının Elisa Yöntemiyle İle Araştırılması, Gazi Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Farmasotik Mikrobiyoloji Ana Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi.

HERNANDEZ-HİERRO, J.M., GARCİA-VİLLANOVA, R.J., GONZALEZ-MARTİN, I., 2008. Potential of Near İnfrared Spectroscopy For The Analysis of Mycotoxins Applied to Naturally Contamined Red Paprika Found in The Spanish Market. Anal Chim Acta 622 (1-2) : 189-94.

HAZIR, Z., ÇOKSÖYLER, N., 1998. Farklı bölgelerde ve farklı yöntemlerle elde edilen kırmızı biberlerde aflatoksin düzeyleri, Gıda Mühendisliği Kongre ve Sergisi, ss 479-483. 16-18 Eylül, Gaziantep-Türkiye.

HENARES, J.A. R., VILLANOVA, B.G., and HERNANDEZ, E.G., 2008. Occurrence of Frosine and Hydroxymethylfurfural as Markers of Thermal Damage in Dehydrated Vegetables. Eur Food Research Technology, 228:249-256.

HEPERKAN, D., 2006. Wageningen Academic Publisher. Netherlands.

HESSELTİNE, C.V., 1976. Conditions Leading to Mycotoxcin Contamination of Foods and Feeds. Mycotoxins and Other Fungal Related Food Problems.Ed.J.V. Rodricks. Washington D.c. Sa:1-22 (411 sa.).

JAY, J.M., 1992. Modern Food Mikrobiology. Pub. By Vam Mostrand Reinhold, New York., pp. 648-649.

KANBUR, M., LİMAN, B.C., ERASLAN, G., ALTINORDULU, Ş., 2006. Kayseri'de Tüketime Sunulan Kırmızıbiberlerde Aflatoksin B_1'in Enzim Immunoassay (EIA) ile Kantitatif Analizi, Erciyes Üniversitesi, Veterine Fakültesi Dergisi 3(1): 21-24, Kayseri.

KARAGÖZ, S., 1999. Türkiye'de bazı baharlarda *Aspergillus flavus* üremesi ve aflatoksin oluşturmasının saptanması. Yüksek Lisans Tezi, No: 1234, Ankara Üniversitesi Veteriner Fakültesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

KARAPINAR, M., TUNCEL, G., 1986. Parekende satılan toz baharatların mikrobiyolojik kaliteleri. E. Ü. Müh Fak Derg, 4: 27-36.

KIRK, R., S., SAWYER, R., 1991. Pearson's Compostion and Analysis of Foods. Longmans Scientific and Technical, Singapore.

KIVANÇ, M., SERT, S., 1989. Erzurum'da parakende satış mağazalarındaki bazı öğütülmüş baharatların mikrobiyel kalitesi. Doğa Tarım Ormancılık, 13: 316-325.

KOCATÜRK, S., 2008. Enginar Polifenoloksidazının Alginat ve Karragenan Jellerde İmmobilizasyonu ve Bazı Biyokimyasal Özelliklerinin İncelenmesi Konulu Yüksek Lisans Tezi, Trakya Üniversitesi FBE, Edirne.

KOÇ, A.B., TOY, M., HAYOĞLU, İ., VARDİN, H., 2004. Kırmızıbiber Kurutmada Kullanılan Güneş Enerjili Bir Kurutucu Performansı, Harran Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi, 8, 57-65.

KULKARNI, A. P., ARADHYA, S. M., 2005. Chemical Changes and Antioxidant Activity in Pomegranate Arils During Fruit Development. Food Chemistry, 93:319-324.

KUŞÇU, A., 2002. Sürekli Sistemde Kurutma İşleminin Kırmızı Biberde Kalite Özelliklerine Etkisi. Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta.

LII, Z., SAWAMURA, M., KUSUNOSE, H., 1988. Rapid Determination of Furfuraland 5-Hydroxymetylfurfural in Processed Citrus Juices by HPLC. Agricultural Biological Chemistry, 52(9): 2231-2234.

LOPEZ, C., 2003. Capsaicin consumption, Helicobacter pylori positivity and gasriccancerin Mexico, Int J. Cancer; 20:277-282X.

MAKARACI, A., 2006. Farklı Kurutma Yöntemlerinin Kırmızıbiberlerde Aflatoksin Oluşumu Üzerine Etkisi,Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 21-22, Tekirdağ.

MARİN, S., COLOM, C., SANCHİS, V., RAMOS, A.J., 2009. Modelling of Growth of Aflatoxigenic A. Flavus İsolates From Red Chili Powder As a Function of Water Availability. İnt. J, Food Micobiol, 128 (3) : 491-6

MARTİNS, M.L., MARTİNS, H.M., BERNARDO, F., et al. 2001. Aflatoxins in Spices Marketed in Portugal. Food Addit Contam; 18(4): 315-319

MASKAN, M. (2001). Kinetics of colour change of kiwi fruits during hot air and microwave drying, Journal of Food Engineering, 48, 169-175.Taylor and Francis Group, LLC., Florida

NESHEİM, S., 1976. The Ochratoxins and Other Related compounds, Mycotoxins and Other Fungal Related Food Problems, J.V., Rodricks, Food and Drug Administartion, Advance in Chemistry Series 149. American Chemical Society, Washington, 276-295.

ORAK, H.H., AKTAS, T., YAGAR, H., ISBILIR, S.S., EKINCI, N., and SAHIN, F.H., 2011. Antioxidant Activity Some Nutritional and Colour Properties Of Vacuum Dried Strawberry Tree (*Arbutus Polonorum* L.) Fruit. Acta Scientiarum Polonorum Technology Alimentearus, 10:327-38.

ÖZALP, R., 2010. Ülkemizde Biber Üretimi ve Örtü altı Biber Yetiştiriciliği. Tarım Türk Dergisi, 24: 29-32.

ÖZKAYA, Ş., KAYMAK, T., BALIKÇI, T., ELDEN, E., ÇOKSÖYLER, N., ÖZKAN, R., BAŞARAN, A., KESİCİ, S., ALMA, A., 2001. Kırmızı Biberlerde Aflatoksin Oluşum Nedenleri ve Çözüm Yolları Üzerinde Araştırmalar. İl Kontrol Laboratuvar Genel Müdürlüğü –ANKARA. 72-37, 4.

ÖZTEKİN, S., IŞIKBER, A.A.., DAYISOYLU, K.S., DUMAN, A.D., SOYSAL, Y., 2006. Present Status of Turkish Red Chili Pepper. Deutsch-Türkische Agrarforschung, 8.Symposium Oktober, 2005. an der Bundesforschungsanstalt für Landwirtschaft(FAL) inBraunschweig, Cuvillier Verlag-Göttingen. s :201-207.

ÖZTURAN, K., ÜNSAL, C., KARAKAYA, Y., ATASEVER, M., CEYLAN, Z.G, ATASEVER, M.A., 2007. Erzurum'da Tüketime Sunulan Buğday Unlarının Toplam Aflatoksin, Aflatoksin B1 ve Okratoksin A Yönünden İncelenmesi. Atatürk Üniversitesi Vet. Bil. Derg. 2 (4) : 172-6.

PAKSOY, M., USLU, S., 2007. 'Türkiye'de Kırmızıbiberin Pazarlanması ve Sorunları', 6. Sebze Tarımı Sempozyumu, Kahramanmaraş, 19-22 Eylül.

PAPP, E., H-OTTA, K., ZARAY, G., MİNCSOVİCS, E., 2002. Liquid Chromatographic Determination of Aflatoxins. Microchem J.; 73 (1-2) : 39-46.

POHLAND, A.E., 1993. Mycotoxins in Review. Food Addivites and Contaminants. 10 (1), 17-28.

ROMAGNOLİ, B., MENNA, V., GRUPPİONİ, N., BERGAMİNİ, C., 2007. Aflatoxins in Spices, Aromatic HEerbs, Herb-Teas and Medicinal Plants Marketed in Italy. Food Control. 18, 697 – 701.

REDDY, S.V., WALİYAR, F., 2000. Properties of Aflatoxin and it Procuding Fungi, İnternaitonal Crops Research İnstute Fort He Semi- Arid Tropiks.

REDDY, S.V., MAYİ, D.K., REDDY, M.U., THİRUMALA-DEVİ, K., REDDY D.V., 2001. Aflatoxin B1 İndifferent Grades of Chillies (Capsicum annum L.) in India as Determined by Indirect Competetive-ELISA, *Food Addit Contam*, 18:553-558.

RUSTOM, İ.Y.S., 1997. Aflatoxin in Food and Feed: Occurence, Legislation and İnactivation by Physical Methods. Food Chem. 59 (1) : 57-67.

SABUNCUOĞLU, S.A., BAYDAR, T., GİRAY, B., ŞAHİN, G., 2008. Mikotoksinler: Toksik Etkileri Degredasyonları, Oluşumlarının Önlenmesi ve Zararlı Etkilerinin Azaltılması. Hacettepe Üniv. Ecz. Fak. Derg. 28 (1) : 63-92.

SALEM, N.M., AHMAD, R., 2010. Mycotoxins in Food from Jordan: Preliminary Survey. Food Control, 21 (8) : 1099- 103.

SERT, S., 1982. Bazı Çevre Faktörlerinin Karma Yemlerde Aflatoksin Oluşumuna Etkisi Üzerine Araştırmalar. Doktora Tezi, Rota Baskı A.Ü. Ziraat Fakültesi Süt ve Gıda Teknolojileri Bölümü. Erzurum. S. 92

ŞENER, S., 2006. Gıda Güvenliği Açısından Mikotoksinler. Türkiye Klinikleri J. Surg. Med. Sci., 2 (46) : 135-9.

TAYDAŞ, E.E., AŞKIN, O., 1995. Kırmızı Biberlerde Aflatoksin Oluşumu, *Gıda*, 20: 3-8.

TIRAŞ, M., 2003. Kahramanmaraş Merkez İlçede Kırmızı Biber Tarımı, Doğu Coğrafya Dergisi, 10, 66-80.

ÜNAL, M.Ü., ŞENER, A., 2006. Determination of Some Biochemical Reporties of Polyfenol Oksidaz From Emir Grape (Vitis vinifera L. Cv. Emir) journal of the science of food an Agricultural, 86: 2374-2379.

ÜNLÜTÜRK, A., TURANTAŞ, F., 1998. Gıda Mikrobiyolojisi, Kurutulmuş Meyve ve Sebzeler, Mengi Tan Basımevi, 337-340.

ÜNLÜTÜRK, A., TURANTAŞ, F., ACAR, J., 1999. Gıda Mikrobiyolojisi, 2. Baskı, Mengi Tan Basımevi, 414-416.

VEGA-GALVEZ, A., Dİ SCALA, K., RODRIGUEZ, K., 2009. Effect of airdryingtemperature on physico-chemical properties, antioxidantcapacity, colour and total phenolic content of red pepper(Capsicum annum, L. var. Hungarian). Food Chemistry, 117,647–653.

VURAL, A., BERRİN KAYA, N.B.A., METE, M., 2004. Bazı Öğütülmüş Baharatlarda Küf ve Maya Florasının İncelenmesi, Dicle Tıp Dergisi, 31(3): 15-19.

YALÇIN, D., 2008. Kırmızı Pul Biber Üretiminde Kritik Kontrol Noktaları ve Tehlike Analizleri. KSÜ Fen ve Mühendislik Dergisi, 11 (2).

YEMENİCİOĞLU, A., ÖZKAN, M. ve CEMEROĞLU, B., 1997. Heat Inactivation Kinetics of Apple Polyphenoloxidase and Activation of its Latent Form. Journal of Food Science, 62(3): 508-510.

YEMİŞ, O., 2001. Kırmızıbiberlerden Oleoresin Capsicum Üretimi Üzerine Araştırma. Yüksek LisansTezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

YILDIRIM, T., 1996. Bursa ve Sakarya Yöreleri Kırmızı Biberlerinde Aflatoksin Çalışması. Gebze İleri Teknoloji Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi.

ZANONI, B., PERI, C., NANI, R., and LAVELLIA, V., 1998. Oxidative Heat Damage of Tomato Halves as Affected by Drying,. Food Research International, 5:395-401.

ZHANG, Y., HAN, B., and EZEJI, T. C., 2012. Biotransformation of Furfural 5 Hydroxiymethyl Furfural (HMF) by *Clostridium acetobutylicum* ATCC824 During Butanol Fermantation. New Biotechnology, 29:345-351.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı **:** Yusuf ARSLANĞRAY

Uyruğu **:**T.C.

Doğum Yeri ve Tarihi **:**Batman, 1986

Telefon **:**0414-3121525

Fax **:**0414-3135998

e-mail **:**yusufarslan72@gmail.com

EĞİTİM

Derece	Adı, İlçe, İl	Bitirme Yılı
Lise	: Batman Lisesi, Batman	2004
Üniversite	: İnönü Üniversitesi, Gıda Mühendisliği, Malatya	2009
Yüksek Lisans	: Harran Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Şanlıurfa	2015

İŞ DENEYİMLERİ

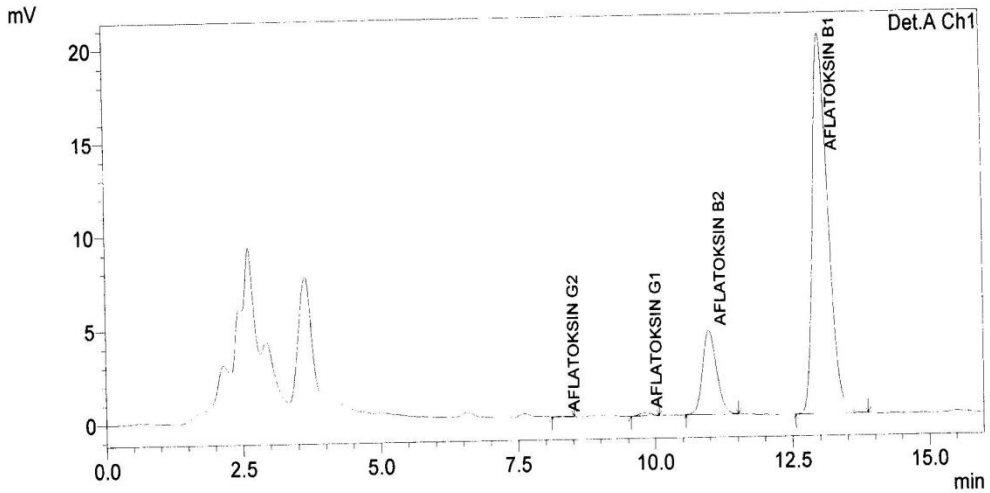
Yıl	Kurum	Görevi
2011-Devam Ediyor	Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı	İç Kontrol Birim Sorumlusu

YABANCI DİLLER

İngilizce (İleri seviye), YDS:90

EKLER

EK 1.1. 1 nolu ambalajsız (açık) pul biber numunesinin kromatogramı



1 Det.A Ch1/360nm - 430nm

PeakTable

Detector A Ch1 360nm - 430nm

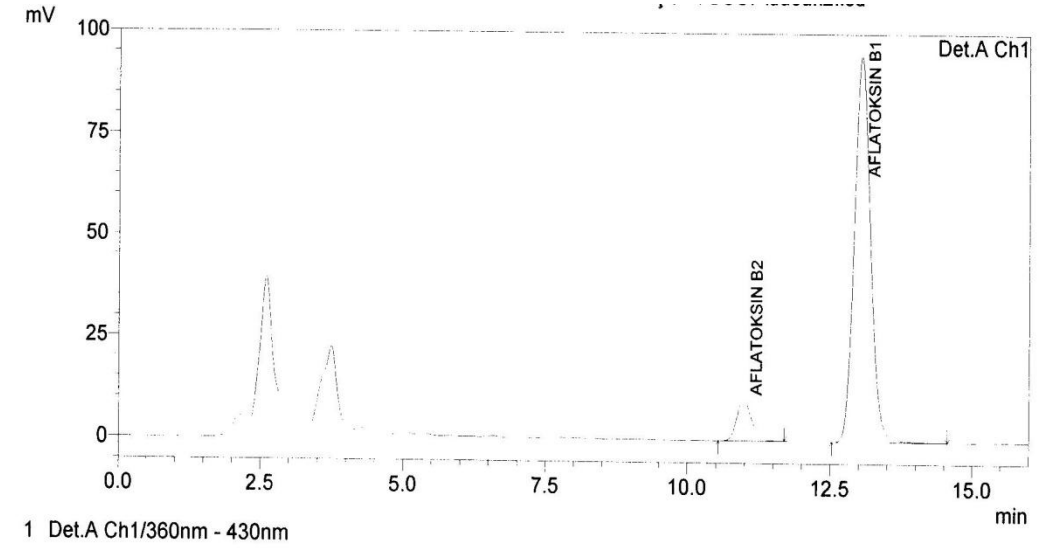
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Name	Conc.	Units
1	8.299	-225	3	AFLATOKSIN G2	0.000	ug/kg
2	9.810	2477	163	AFLATOKSIN G1	0.211	ug/kg
3	10.986	78564	4460	AFLATOKSIN B2	1.050	ug/kg
4	13.041	391400	20250	AFLATOKSIN B1	6.631	ug/kg
Total		472216	24875			

Grouping Results

Detector A

Group#	Group Name	Conc.	Area	Height
1	Toplam Aflatoksin	7.891	472216	24875
Total		7.891	472216	24875

EK 1.2. 2 nolu ambalajsız (açık) pul biber numunesinin kromatogramı



PeakTable

Detector A Ch1 360nm - 430nm

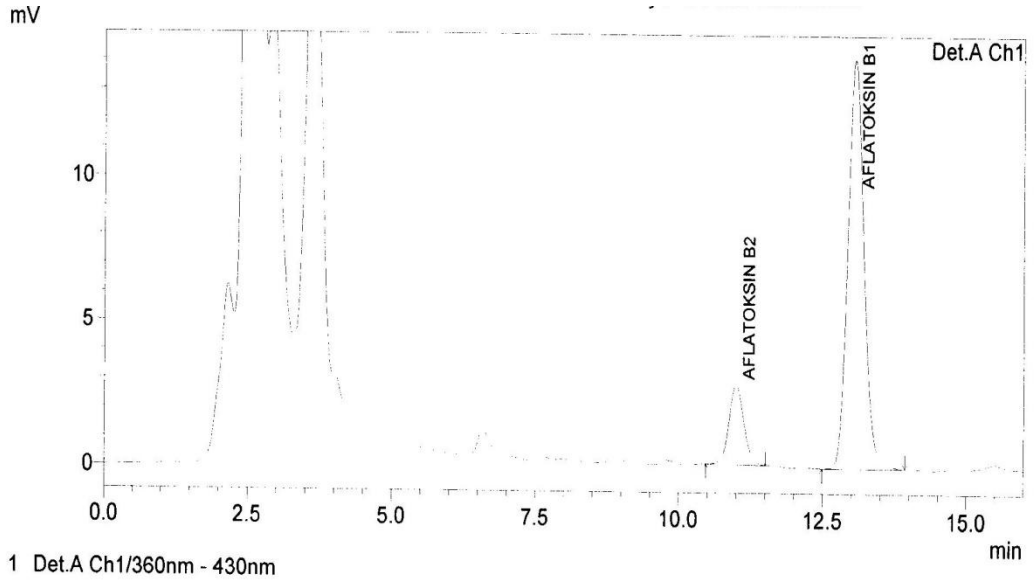
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Name	Conc.	Units
1	10.978	177957	9953	AFLATOKSIN B2	2.226	ug/kg
2	13.031	1862733	94551	AFLATOKSIN B1	31.039	ug/kg
Total		2040690	104504			

Grouping Results

Detector A

Group#	Group Name	Conc.	Area	Height
1	Toplam Aflatoksin	33.264	2040690	104504
Total		33.264	2040690	104504

EK 1.3. 3 nolu ambalajsız (açık) pul biber numunesinin kromatogramı



PeakTable

Detector A Ch1 360nm - 430nm

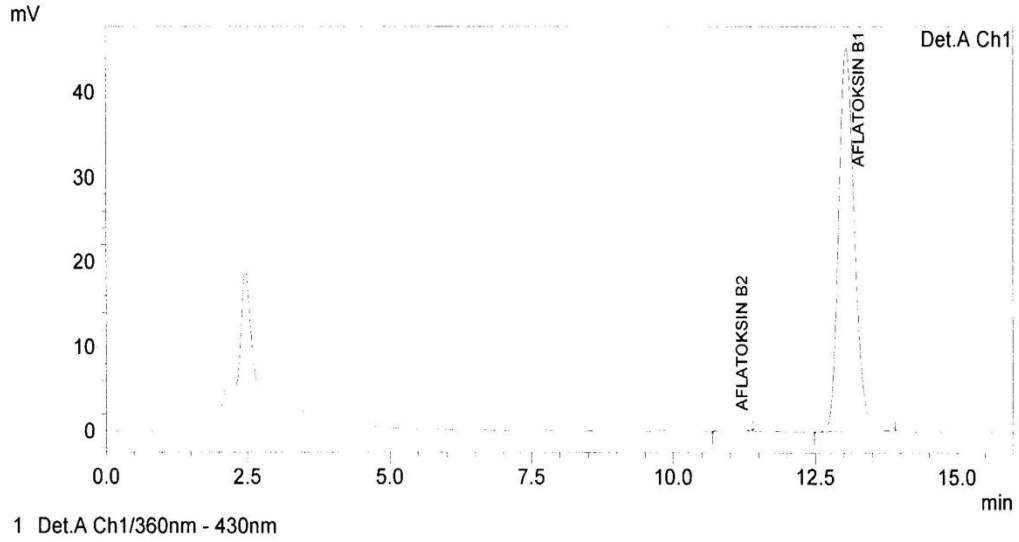
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Name	Conc.	Units
1	10.986	48943	2754	AFLATOKSIN B2	0.699	ug/kg
2	13.041	273653	14079	AFLATOKSIN B1	4.678	ug/kg
Total		322597	16833			

Grouping Results

Detector A

Group#	Group Name	Conc.	Area	Height
1	Toplam Aflatoksin	5.377	322597	16833
Total		5.377	322597	16833

EK 1.4. 5 nolu ambalajsız (açık) pul biber numunesinin kromatogramı



PeakTable

Detector A Ch1 360nm - 430nm

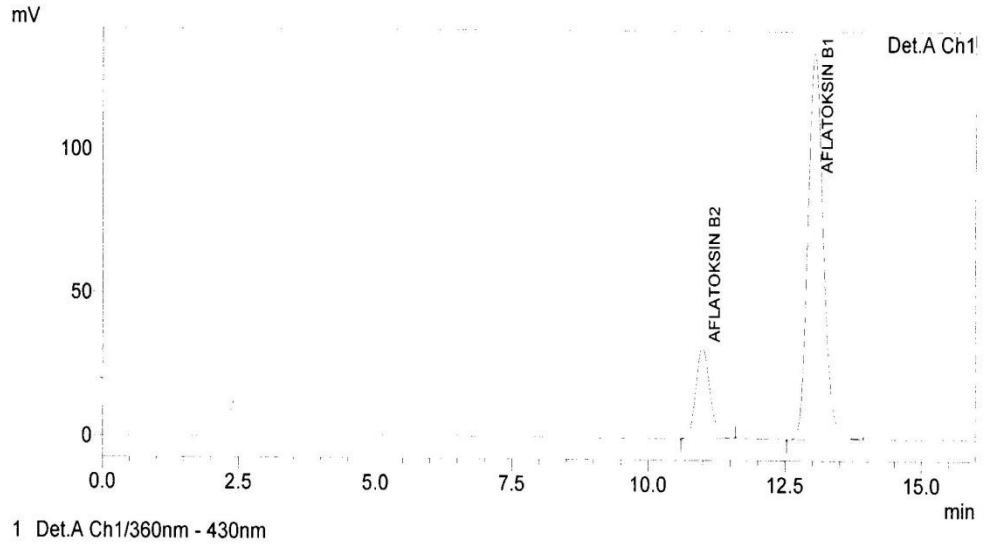
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Name	Conc.	Units
1	10.986	32562	1923	AFLATOKSIN B2	0.505	ug/kg
2	13.040	875096	45262	AFLATOKSIN B1	14.655	ug/kg
Total		907658	47185			

Grouping Results

Detector A

Group#	Group Name	Conc.	Area	Height
1	Toplam Aflatoksin	15.160	907658	47185
Total		15.160	907658	47185

EK 1.5. 7 nolu ambalajsız (açık) pul biber numunesinin kromatogramı



PeakTable

Detector A Ch1 360nm - 430nm

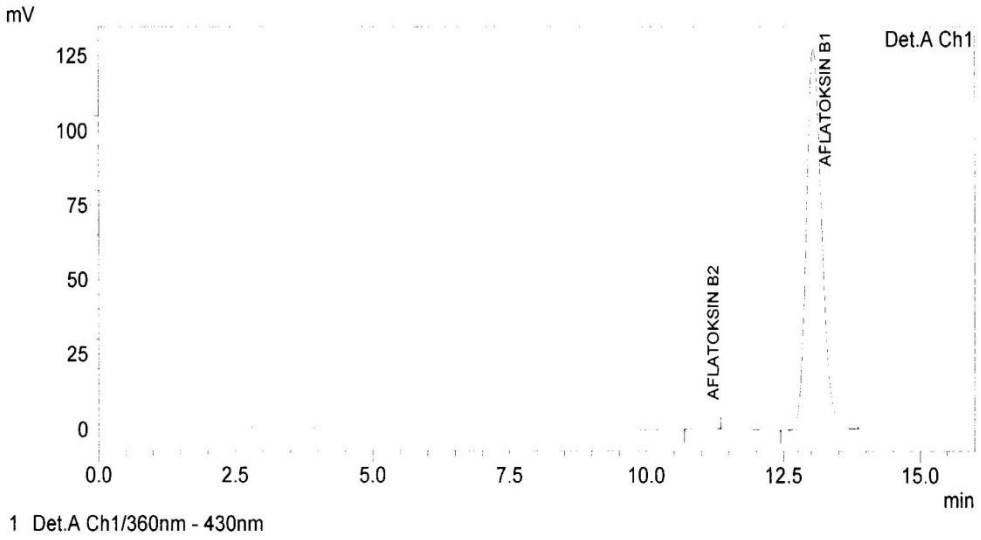
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Name	Conc.	Units
1	10.985	555797	31837	AFLATOKSIN B2	6.696	ug/kg
2	13.039	2594717	134215	AFLATOKSIN B1	43.181	ug/kg
Total		3150514	166052			

Grouping Results

Detector A

Group#	Group Name	Conc.	Area	Height
1	Toplam Aflatoksin	49.877	3150514	166052
Total		49.877	3150514	166052

EK 1.6. 8 nolu ambalajsız (açık) pul biber numunesinin kromatogramı



PeakTable

Detector A Ch1 360nm - 430nm

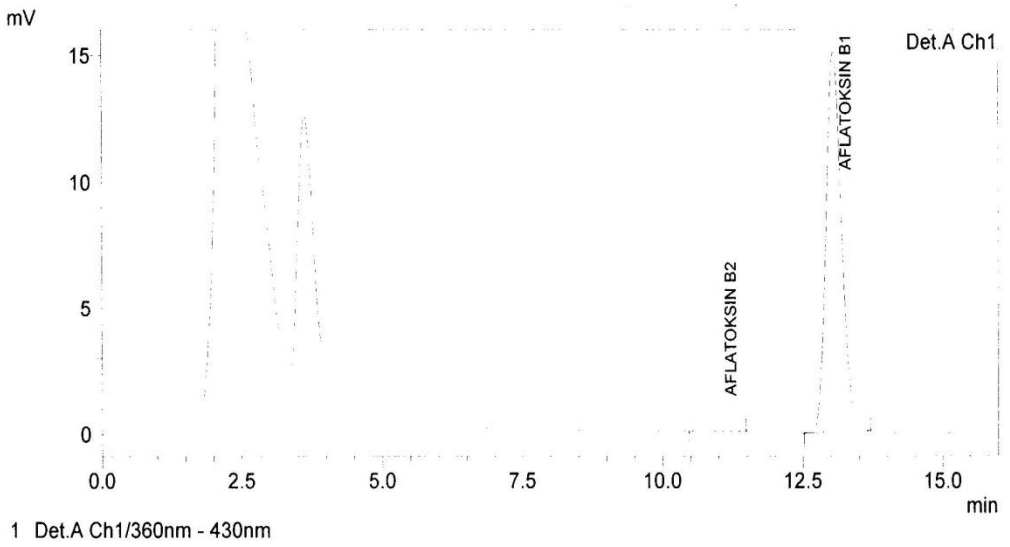
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Name	Conc.	Units
1	10.989	135610	8131	AFLATOKSIN B2	1.725	ug/kg
2	13.040	2451299	127278	AFLATOKSIN B1	40.802	ug/kg
Total		2586909	135410			

Grouping Results

Detector A

Group#	Group Name	Conc.	Area	Height
1	Toplam Aflatoksin	42.527	2586909	135410
Total		42.527	2586909	135410

EK 1.7. 9 nolu ambalajsız (açık) pul biber numunesinin kromatogramı



PeakTable

Detector A Ch1 360nm - 430nm

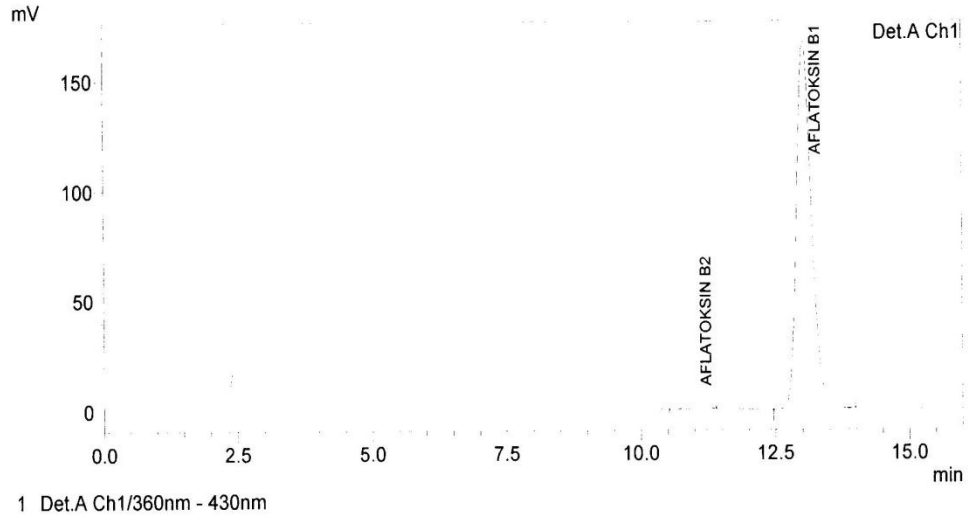
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Name	Conc.	Units
1	10.989	24362	1218	AFLATOKSIN B2	0.408	ug/kg
2	13.044	289628	15086	AFLATOKSIN B1	4.943	ug/kg
Total		313990	16304			

Grouping Results

Detector A

Group#	Group Name	Conc.	Area	Height
1	Toplam Aflatoksin	5.351	313990	16304
Total		5.351	313990	16304

EK 1.8. 12 nolu ambalajsız (açık) pul biber numunesinin kromatogramı



PeakTable

Detector A Ch1 360nm - 430nm

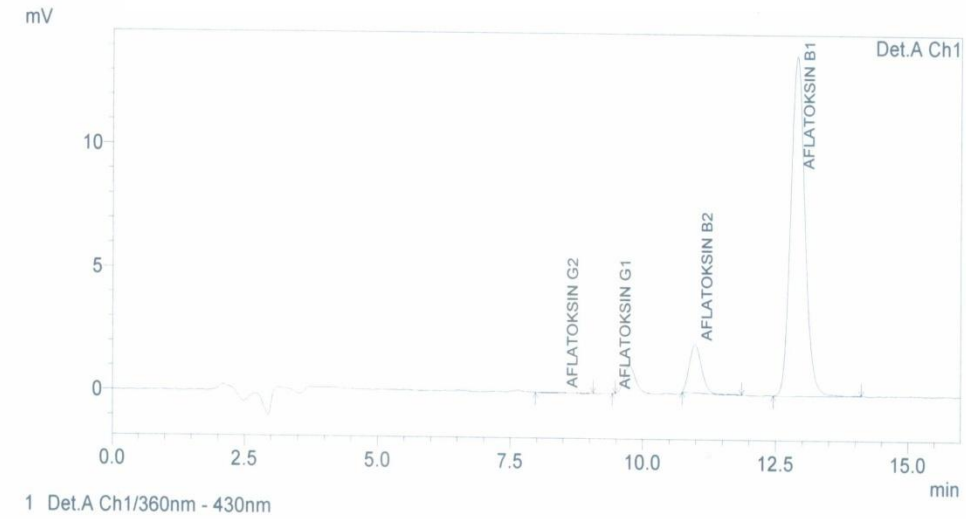
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Name	Conc.	Units
1	10.987	141617	8371	AFLATOKSIN B2	1.796	ug/kg
2	13.040	3228197	166887	AFLATOKSIN B1	53.690	ug/kg
Total		3369813	175258			

Grouping Results

Detector A

Group#	Group Name	Conc.	Area	Height
1	Toplam Aflatoksin	55.486	3369813	175258
Total		55.486	3369813	175258

EK 1.9. 15 nolu ambalajsız (açık) pul biber numunesinin kromatogramı



PeakTable

Detector A Ch1 360nm - 430nm

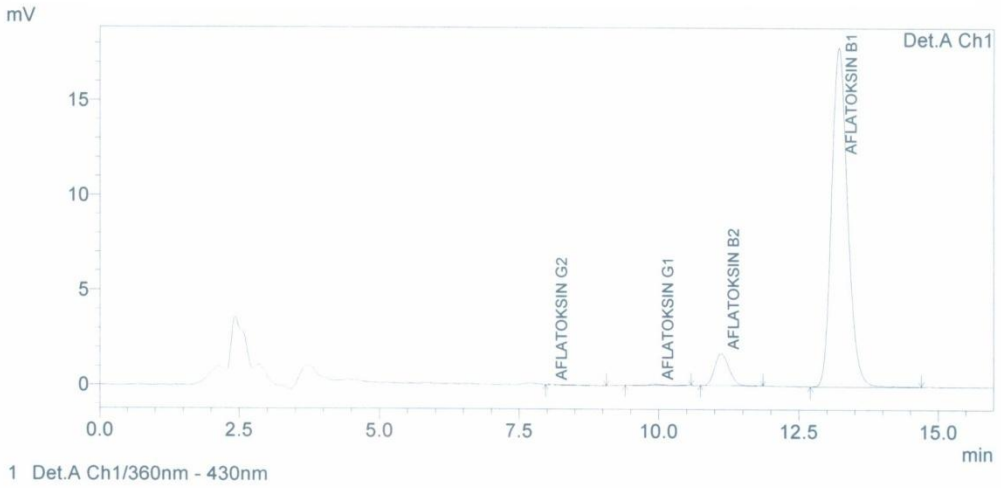
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Name	Conc.	Units
1	8.447	-415	11	AFLATOKSIN G2	0.000	ug/kg
2	9.437	4	7	AFLATOKSIN G1	2.208	ug/kg
3	10.974	30624	1935	AFLATOKSIN B2	7.720	ug/kg
4	12.888	255400	13780	AFLATOKSIN B1	69.999	ug/kg
Total		285613	15733			

Grouping Results

Detector A

Group#	Group Name	Conc.	Area	Height
1	Toplam Aflatoksin	79.927	285613	15733
Total		79.927	285613	15733

EK 2.1. 2 nolu ambalajlı (kapalı) pul biber numunesinin kromatogramı



PeakTable

Detector A Ch1 360nm - 430nm

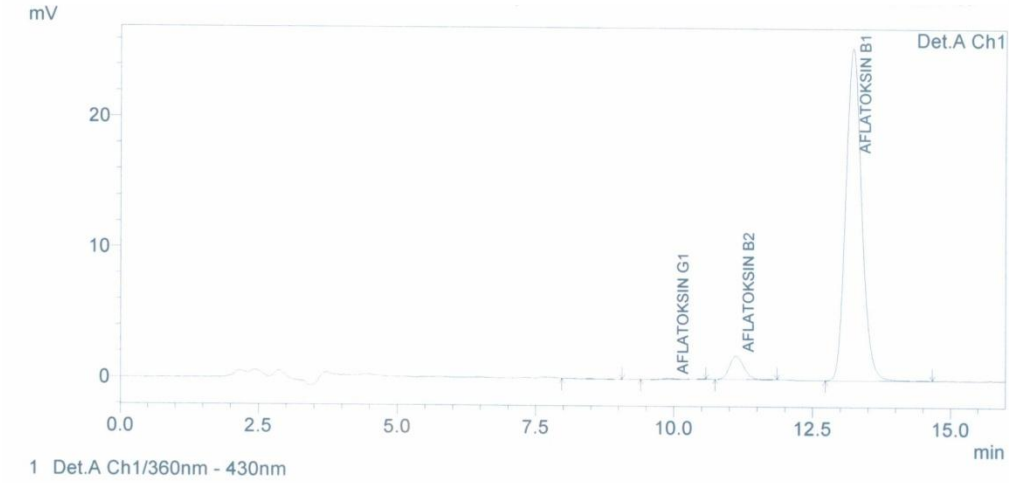
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Name	Conc.	Units
1	8.034	-288	7	AFLATOKSIN G2	0.000	ug/kg
2	9.935	-167	62	AFLATOKSIN G1	0.000	ug/kg
3	11.111	29273	1687	AFLATOKSIN B2	1.790	ug/kg
4	13.210	357067	17855	AFLATOKSIN B1	21.354	ug/kg
Total		385886	19612			

Grouping Results

Detector A

Group#	Group Name	Conc.	Area	Height
1	Toplam Aflatoksin	23.144	385886	19612
Total		23.144	385886	19612

EK 2.2. 3 nolu ambalajlı (kapalı) pul biber numunesinin kromatogramı



PeakTable

Detector A Ch1 360nm - 430nm

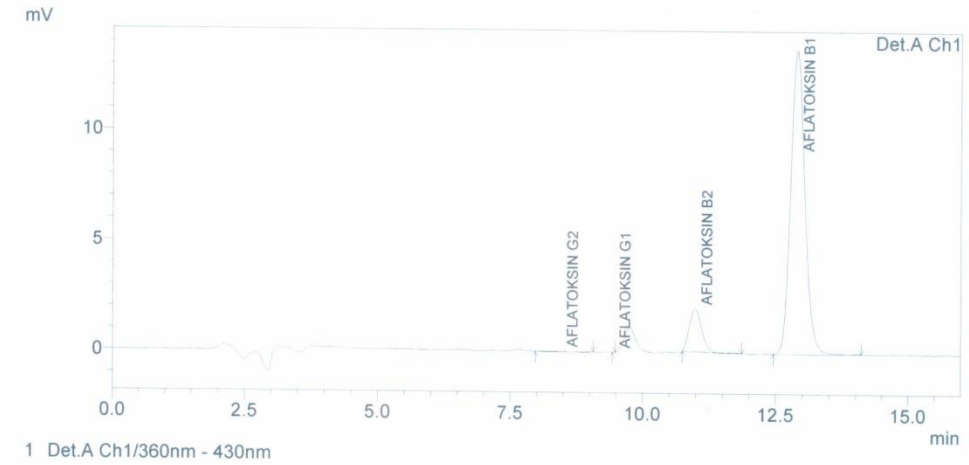
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Name	Conc.	Units
1	8.001	-71	3		0.000	
2	9.935	559	88	AFLATOKSIN G1	0.545	ug/kg
3	11.120	30835	1769	AFLATOKSIN B2	1.859	ug/kg
4	13.216	509879	25496	AFLATOKSIN B1	30.292	ug/kg
Total		541203	27357			

Grouping Results

Detector A

Group#	Group Name	Conc.	Area	Height
1	Toplam Aflatoksin	32.695	541274	27354
Total		32.695	541274	27354

EK 2.3. 6 nolu ambalajlı (kapalı) pul biber numunesinin kromatogramı



PeakTable

Detector A Ch1 360nm - 430nm

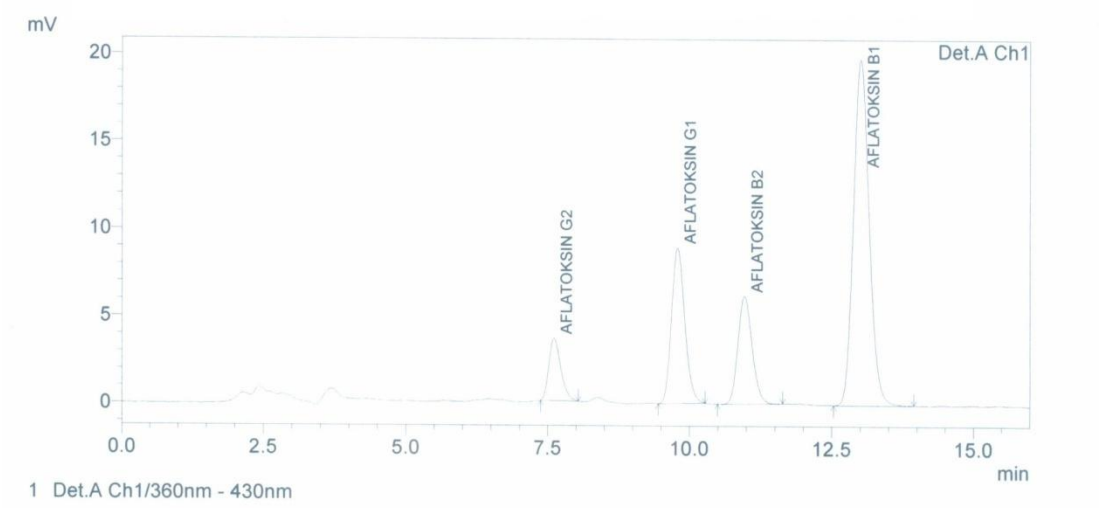
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Name	Conc.	Units
1	8.447	-415	11	AFLATOKSIN G2	0.000	ug/kg
2	9.437	4	7	AFLATOKSIN G1	2.208	ug/kg
3	10.974	30624	1935	AFLATOKSIN B2	7.720	ug/kg
4	12.888	255400	13780	AFLATOKSIN B1	69.999	ug/kg
Total		285613	15733			

Grouping Results

Detector A

Group#	Group Name	Conc.	Area	Height
1	Toplam Aflatoksin	79.927	285613	15733
Total		79.927	285613	15733

EK 2.4. 9 nolu ambalajlı (kapalı) pul biber numunesinin kromatogramı



PeakTable

Detector A Ch1 360nm - 430nm

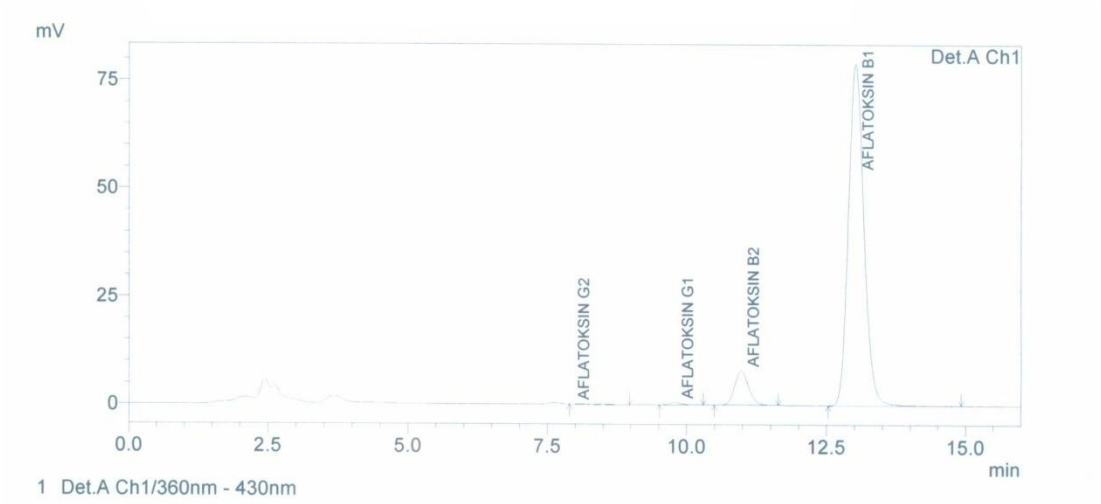
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Name	Conc.	Units
1	7.606	52659	3596	AFLATOKSIN G2	1.542	ug/kg
2	9.784	145515	8926	AFLATOKSIN G1	4.423	ug/kg
3	10.960	106804	6171	AFLATOKSIN B2	1.384	ug/kg
4	12.999	380950	19800	AFLATOKSIN B1	6.458	ug/kg
Total		685929	38492			

Grouping Results

Detector A

Group#	Group Name	Conc.	Area	Height
1	Toplam Aflatoksin	13.807	685929	38492
Total		13.807	685929	38492

EK 2.5. 23 nolu ambalajlı (kapalı) pul biber numunesinin kromatogramı



PeakTable

Detector A Ch1 360nm - 430nm

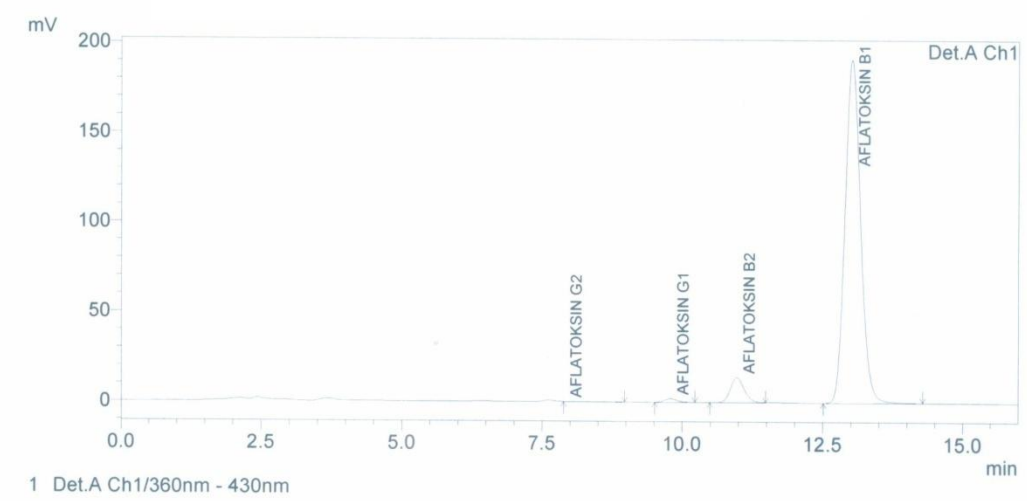
Peak#	Ret. Time	Area	Height	Name	Conc.	Units
1	7.927	-1159	6	AFLATOKSIN G2	0.000	ug/kg
2	9.791	7533	483	AFLATOKSIN G1	0.360	ug/kg
3	10.967	135370	7833	AFLATOKSIN B2	1.722	ug/kg
4	13.011	1523255	79052	AFLATOKSIN B1	25.407	ug/kg
Total		1664999	87375			

Grouping Results

Detector A

Group#	Group Name	Conc.	Area	Height
1	Toplam Aflatoksin	27.489	1664999	87375
Total		27.489	1664999	87375

EK 2.6. 24 nolu ambalajlı (kapalı) pul biber numunesinin kromatogramı



PeakTable

Detector A Ch1 360nm - 430nm

Peak#	Ret. Time	Area	Height	Name	Conc.	Units
1	7.883	-1944	0	AFLATOKSIN G2	0.000	ug/kg
2	9.789	31526	1992	AFLATOKSIN G1	1.066	ug/kg
3	10.968	235327	13751	AFLATOKSIN B2	2.904	ug/kg
4	13.012	3684657	191552	AFLATOKSIN B1	61.262	ug/kg
Total		3949566	207295			

Grouping Results

Detector A

Group#	Group Name	Conc.	Area	Height
1	Toplam Aflatoksin	65.233	3949566	207295
Total		65.233	3949566	207295