T.C.
HARRAN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ANTEP FISTIĞINDA PESTİSİT KALINTILARININ BELİRLENMESİ

Sait ÖZTÜRK

GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ŞANLIURFA
2021

T.C.
HARRAN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ANTEP FISTIĞINDA PESTİSİT KALINTILARININ BELİRLENMESİ

Sait ÖZTÜRK

GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ŞANLIURFA
2021

Dr. Öğr. Üyesi Yasin YAKAR danışmanlığında, Sait ÖZTÜRK'ün hazırladığı "**Antep fıstığında pestisit kalıntılarının belirlenmesi"** konulu bu çalışma 12.11.2021 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 : Dr. Öğr. Üyesi Yasin YAKAR …..……

Üye : Prof. Dr. İbrahim HAYOĞLU …..……

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Murat METLİ …..……

Bu Tezin Gıda Mühendisliği Anabilim Dalında Yapıldığını ve Enstitümüz Kurallarına Göre Düzenlendiğini Onaylarım.

Prof. Dr. İsmail HİLALİ
Enstitü Müdürü

Bu Çalışma HÜBAK Tarafından Desteklenmiştir.
Proje No: 21016

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 ve KISALTMALAR DİZİNİ vi
1. GİRİŞ 1
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR 7
2.1. Türkiye'de Yapılan Çalışmalar 7
2.2. Diğer Ülkelerde Yapılan Çalışmalar 8
3. MATERYAL ve YÖNTEM 15
3.1.Materyal 15
3.1.1. Kimyasallar ve standartlar 15
3.1.2 Standart çözeltilerin hazırlanması 16
3.1.3. Kullanılan cihaz ve gereçler 16
3.2. Yöntem 16
3.2.1. Ekstraksiyon 16
3.2.2.Kromatografik şartlar 17
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA 18
4.1. Taze Antep fıstığı Numunelerinin Kalıntı İçerikleri 18
4.2. Kurutulmuş Antep fıstığı Numunelerinin Kalıntı İçerikleri 20
4.3. Kavrulmuş Antep fıstığı Numunelerinin Kalıntı İçerikleri 22
4.4. İç Antep fıstığı Numunelerinin Kalıntı İçerikleri 24
5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER 28
5.1. Sonuçlar 28
5.2. Öneriler 29
KAYNAKLAR 31
ÖZGEÇMİŞ ..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
EKLER 34
EK 1.Çalışmada kullanılan pestisitlere ait bazı veriler 34
EK 2. Antep fıstığında tespit edilen pestisitlere ait MRL değerleri 41

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ANTEP FISTIĞINDA PESTİSİT KALINTILARININ BELİRLENMESİ

Sait ÖZTÜRK

Harran Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Yasin YAKAR
Yıl: 2021, Sayfa: 42

Bu çalışmanın amacı Antep fıstığında pestisit kalıntılarını belirlemek ve Türk Gıda Kodeksi'ne göre değerlendirmektir. Taze, kurutulmuş, kavrulmuş ve iç olarak tüketime sunulan toplam 70 adet numune Gaziantep ve Şanlıurfa illerimizden temin edilmiş ve 264 pestisit kalıntısı bakımından analiz edilmiştir. Analizlerde, QuEChERS ekstraksiyon yöntemi ve Likit Kromatoğrafi-Tandem Kütle Spektrometri (LC-MS/MS) tekniği kullanılmıştır. Yapılan analizlerde 20 adet taze Antep fıstığı numunesinin yaklaşık % 5'inin herhangi bir kalıntı içermediği, %5'inin maksimum kalıntı limitinin (MRL) altında, ve %90'ının ise MRL'yi aşan düzeylerde kalıntı içerdiği tespit edilmiştir. Kurutulmuş Antep fıstığı numunelerinin tamamının pestisit kalıntısı içerdiği, bunlardan ise %10'unun MRL'nin altında, %90'ının ise MRL'yi aşan seviyelerde olduğu saptanmıştır. Kavrulmuş Antep fıstığı numunelerin %25'inin herhangi bir kalıntı içermediği, %40'ının MRL'nin altında, %35'inin ise MRL'yi aşan seviyelerde kalıntı içerdiği görülmüştür. İç Antep fıstığı numunelerinde ise %10'unun herhangi bir kalıntı içermediği, %40'ının limitlerin altında, %50'inin ise limitlerin üzerinde kalıntı içerdiği tespit edilmiştir. Taze ve kurutulmuş Antep fıstığı numunelerin oldukça yüksek bir kısmının limitlerin üzerinde kalıntı içerdiği görülmüştür. Kavrulmuş ve iç Antep fıstığı numunelerinde ise kalıntı sayısı ve miktarlarında önemli azalmalar görülmüş olsa da bazı kalıntıların limitleri aştığı tespit edilmiştir. Bu durum tüketiciler açısından potansiyel sağlık riskini azaltmak için bazı önlemlerin alınması gerektiğini ortaya koymaktadır.

ANAHTAR KELİMELER: Pestisit kalıntısı, antep fıstığı, QuEChERS, LC-MS/MS

ABSTRACT

DETERMINATION OF PESTICIDE RESIDUES IN PISTACHIO

MSc Thesis

Sait ÖZTÜRK

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

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Yasin YAKAR
Year: 2021, Page: 42

This study aims to determine the pesticide residues in pistachios and to evaluate them according to the Turkish Food Codex. A total of 70 samples, which are fresh, dried, roasted, and offered for domestic consumption, were obtained from Gaziantep and Şanlıurfa provinces and analyzed in terms of 264 pesticide residues. QuEChERS extraction method and Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry (LC-MS/MS) technique were used in the analyses. In the analyzes made, it was determined that approximately 5% of 20 fresh pistachio samples did not contain any residue, 5% had residues below the maximum residue limit (MRL), and 90% contained residues at levels exceeding the MRL. It was determined that all of the dried pistachio samples had pesticide residues, of which 10% were below the MRL and 90% were above the MRL. It was observed that 25% of the roasted pistachio samples did not contain any residue, 40% had residues below MRL, and 35% above MRL. The pistachio stuffed samples determined that 10% did not contain any residue, 40% contained residues below the limits, and 50% above the limits. It was observed that a very high part of the fresh and dried pistachio samples contained residues above the limits. Although significant decreases were observed in the number and amount of residues in roasted and stuffed pistachio samples, it was determined that some residues exceeded the limits. This situation reveals that should take some measures to reduce the potential health risk for consumers.

KEY WORDS: Pesticide residue, pistachio, QuEChERS, LC-MS/MS

TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın yürütülmesinde mesleki bilgi ve deneyimleriyle bana yol gösteren, yardımlarını esirgemeyen ve danışmanlığında çalışmaktan mutluluk duyduğum değerli hocam Sayın Dr. Öğr. Üyesi Yasin YAKAR'a teşekkürü bir borç bilirim.

Tezimin laboratuvar çalışmaları aşamasında bana imkân sağlayan Harran Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi (HÜPTAM) yetkililerine teşekkür ederim.

Tez savunmama katılarak tezin son şeklini almasında önemli katkılar sağlayan değerli hocalarım Prof. Dr. İbrahim HAYOĞLU ve Dr. Öğr. Üyesi Murat METLİ'ye çok teşekkür ederim.

Hayatım boyunca benden desteklerini ve sevgilerini esirgemeyen, varlıklarıyla yanımda hissettiğim aileme ve eşime çok teşekkür eder, şükranlarımı sunarım.

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa No

Şekil 1.1. Başlıca Antep fıstığı üretimi yapan ülkeler ve üretimdeki payları (%) 2
Şekil 1.2. 2019 yılında ülkemizde Antep fıstığı üretimi yapılan başlıca iller ve üretim miktarları (ton) 3
Şekil 4.1. Taze Antep Fıstığı numunelerinin kalıntı içerikleri 20
Şekil 4.2. Kurutulmuş Antep Fıstığı numunelerinin kalıntı içerikleri 22
Şekil 4.3. Kavrulmuş Antep Fıstığı numunelerinin kalıntı içerikleri 24
Şekil 4.4. İç Antep Fıstığı numunelerinin kalıntı içerikleri 25

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa No

Çizelge 1.1. Başlıca Antep fıstığı üretimi yapan ülkeler ve üretim miktarları (ton)..... 2
Çizelge 3.1. Antep fıstığı numuneleri ve kodları 15
Çizelge 4.1. Taze Antep Fıstığı Numunelerindeki Pestisit Değerleri (µg/kg)..... 19
Çizelge 4.2. Kurutulmuş Antep Fıstığı Numunelerindeki Pestisit Değerleri (µg/kg)..... 21
Çizelge 4.3. Kavrulmuş Antep Fıstığı Numunelerindeki Pestisit Değerleri (µg/kg)..... 23
Çizelge 4.4. İç Antep Fıstığı Numunelerindeki Pestisit Değerleri (µg/kg) 25

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

GC-MS	Gaz Kromatografi- Kütle Spektrometrisi
HPLC	Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi
LC-MS/MS	Likit Kromatografi-Tandem Kütle Spektrometrisi
LOQ	Tayin limiti
MRL	Maksimum Kalıntı Limit
TGK	Türk Gıda Kodeksi

1. GİRİŞ

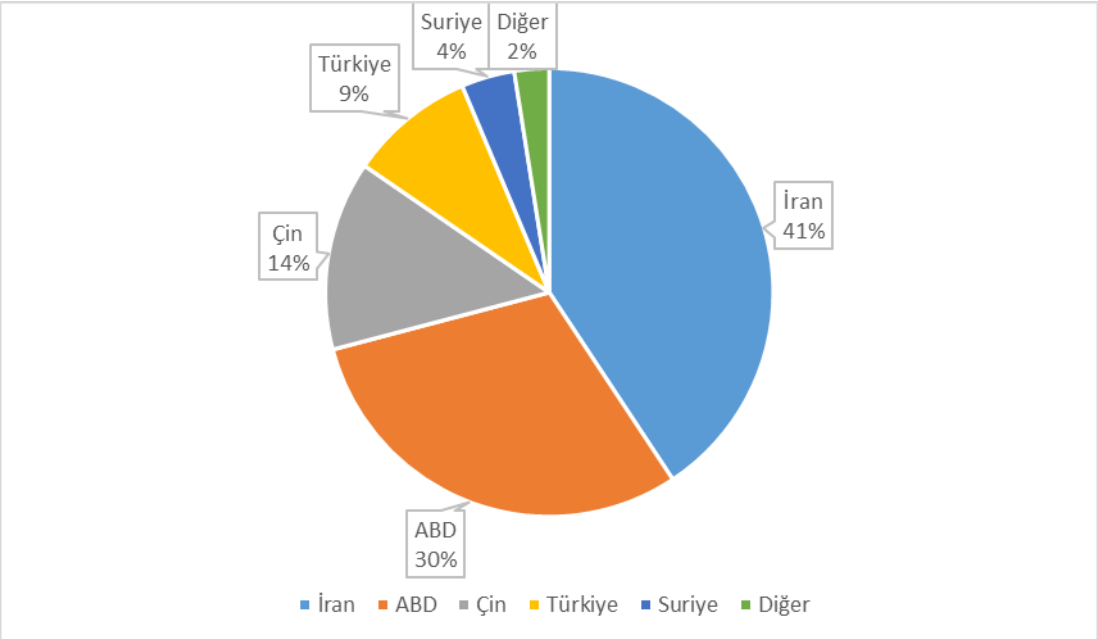
Antep fıstığı İran, Suriye, Türkiye, Amerika Birleşik Devletleri, Çin ve Avustralya'nın içinde bulunduğu 30-40° güney-kuzey paralelleri arasında, mikro klima özelliğine sahip alanlarda yaygın olarak yetiştirilmektedir (Ertürk ve ark., 2015). Antep fıstığı, hem beslenme hem de sağlık üzerine olumlu etkilerinden dolayı tarih öncesi çağlardan beri insan diyetinin bir parçası olmuştur. Türkiye'de fıstık tüketimine ilişkin arkeolojik kayıtlar, MÖ 7.000'e kadar uzanmaktadır. Sıcak iklimlerde gelişen fıstık ağaçları, Orta Doğu'dan Akdeniz'e yayılmış ve fıstıklar kraliyet, gezginler ve halk arasında değerli bir lezzet haline gelmiştir. Efsaneye göre, Sheba Kraliçesi Antep fıstığını yalnızca kraliyet yemeği olarak kabul etmiştir. Milattan sonra birinci yüzyılda, Antep fıstığı Roma'da değerli bir ürün olarak piyasaya sürülmüştür. Antep fıstığı, çeşitli rahatsızlıklar için bir halk ilacı olarak kullanılmıştır ve yüksek besin değeri ve uzun depolama ömrü, onu ilk kaşifler ve tüccarlar arasında önemli bir gıda maddesi haline getirmiştir (Dreher, 2012).

Antep fıstığının iki anavatanı olduğuna dair öngörüler bulunmaktadır. Bunlardan birincisi Kafkasya, İran ve Türkmenistan'ın içinde bulunduğu Yakın Doğu gen merkezi, ikincisi ise Hindistan, Afganistan, Tacikistan ve Pakistan'ı kapsayan Orta Asya gen merkezidir. Anadolu, Kafkasya, İran, Suriye, Afganistan ve Filistin'in Antep fıstığının kültür formlarına ait gen merkezi olduğu bildirilmektedir. Türkiye, Antep fıstığının en önemli gen merkezlerinden birisi olup yakın doğu gen merkezinde yer almaktadır. Türkiye, uygun ekolojik koşullara sahip olduğundan dolayı, en verimli ürün alınabilen ülkelerden birisidir (Ertürk ve ark., 2015).

2015-2019 yıllarına ait antepfıstığı üretim miktarları ve bu yıllara ait ortalama üretim ile % üretim miktarları Çizelge 1.1 ve Şekil 1.1'de verilmiştir. Çizelgeden İran, ABD, Türkiye, Çin ve Suriye'nin dünyanın başlıca fıstık üreticileri olduğu görülmektedir. İran 427086 ton (%40,70) ile ilk sırada yer almaktadır. Bunu 316953 ton (%30,20) ile ABD izlemektedir. Türkiye ise 143400 tonluk üretimle (%13,66) üçüncü sırada bulunmaktadır (FAOSTAT, 2021).

Çizelge 1.1. Başlıca Antep fıstığı üretimi yapan ülkeler ve üretim miktarları (ton)

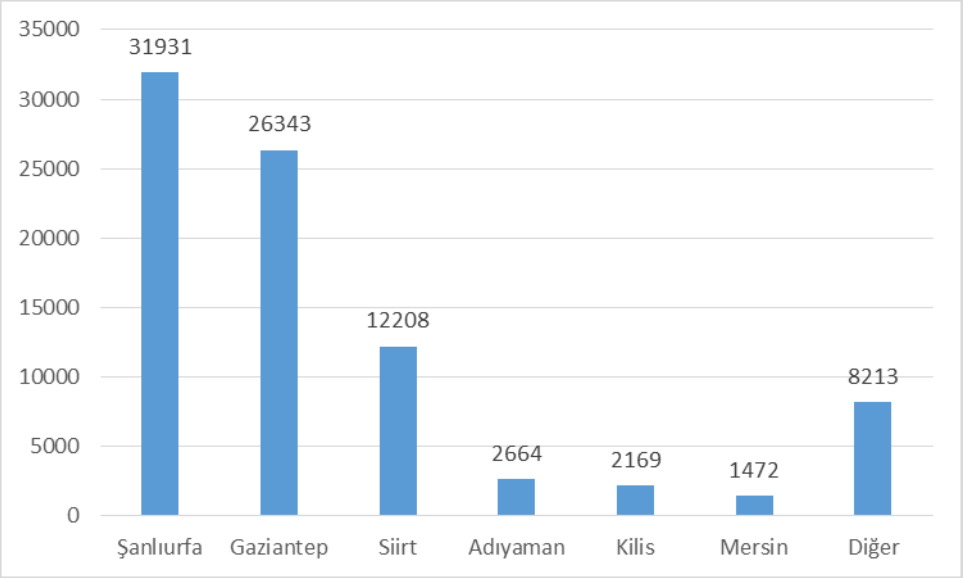
Ülkeler	2015	2016	2017	2018	2019	Ort.	%
İran	430000	574987	648934	143695	337815	427086	40,70
ABD	122470	406646	272290	447700	335660	316953	30,20
Türkiye	144000	170000	78000	240000	85000	143400	13,66
Çin	83533	90310	95591	100873	106155	95292	9,08
Suriye	28800	28800	51048	61631	31813	40418	3,85
Yunanistan	9745	11265	11836	0	0	6569	0,63
Madagaskar	2400	3600	3500	4010	4642	3630	0,35
Tunus	3000	3400	3617	3135	3109	3252	0,31
İspanya	2599	5618	7545	0	0	3152	0,30
Afganistan	2742	2729	2738	2746	2755	2742	0,26
İtalya	3868	3649	3873	0	0	2278	0,22
Avusturalya	1488	1457	1491	1525	1559	1504	0,14
Kırgızistan	899	1002	1017	1045	1073	1007	0,10
Özbekistan	800	861	808	868	909	849	0,08
Pakistan	659	706	667	654	695	676	0,06
Ürdün	753	967	523	463	528	647	0,06



Şekil 1.1. Başlıca Antep fıstığı üretimi yapan ülkeler ve üretimdeki payları (%)

Antep fıstığı (*Pistacia vera* L.) sakız ağacıgiller (Anacardiaceae) familyasında yer alan sert kabuklu meyvesi olan bir bitkidir. Antep fıstığı ismini en fazla yetiştirildiği illerimizden biri olan Gaziantep'ten almaktadır. Kuruyemiş, çikolata ve tatlıcılık gibi gıda sektörleri başta olmak üzere, tıp ve eczacılık alanlarında da kullanılmaktadır (Gaziantep Ticaret Odası, 2013).

Antepfıstığı ülkemizin yaklaşık 56 ilinde yetiştirilmekle birlikte Şanlıurfa, Gaziantep, Siirt, Adıyaman ve Kahramanmaraş illerinde ekonomik olarak yetiştiriciliği yapılmaktadır (Ertürk ve ark., 2015). 2019 yılı TÜİK verilerine göre Türkiye'de toplam 85000 ton Antep fıstığı üretilmiştir. Şekil 1.2 incelendiğinde bu üretimin 31931 tonunu (% 37.6) gerçekleştiren Şanlıurfa'nın ilk sırada geldiği görülmektedir. İkinci sırada ise 26343 tonla (% 31.0) Gaziantep bulunmaktadır. Siirt ise 12208 tonluk üretimle (% 14.4) üçüncü sırada yer almaktadır (Şanlıurfa Ticaret Borsası, 2019). Bu üç ilimiz toplam Antep fıstığı üretiminin yaklaşık %83'ünü karşılamaktadır.



Şekil 1.2. 2019 yılında ülkemizde Antep fıstığı üretimi yapılan başlıca iller ve üretim miktarları (ton)

Son zamanlarda sağlığa olan faydaları nedeniyle Antep fıstığının tanınırlığı artmıştır. Toplam fıstık ağırlığının yaklaşık %50-60 kadarını fıstık yağı

oluşturmaktadır. Yağ asidi bileşimine bakıldığında oleik asitin ilk sırada yer aldığı, bunu linoleik ve palmitik asitlerin takip ettiği görülmektedir (Roxas ve ark., 2020).

Antep fıstığının sağlığa olan faydaları, dikkat çekici konsantrasyonlarda antioksidanlar, fitosteroller, lif, vitaminler, mineraller ve sağlıklı yağ asitlerinden kaynaklanmaktadır. Literatüre göre, Antep fıstığının diyetle tüketimi glisemik kontrol ve kardiyovasküler bozuklukların önlenmesi ile ilişkilendirilmiştir (Tajdar-oranj ve ark., 2021).

Son yıllarda tarımsal üretimde pestisit kullanımındaki artış nedeniyle, gıda ve tarım ürünlerindeki pestisit kalıntılarına ilişkin endişeler artmaktadır. Modern tarımda, mahsulleri yabani otlardan ve zararlı böceklerden korumak, kalitelerini ve verimini artırmak için pestisitler sıklıkla kullanılmaktadır (Khanehzar ve ark., 2021).

Her ne kadar pestisitlerin sadece belirli zararlılar için etkili olması beklense de üretim, depolama, pazarlama ve özellikle tarımsal mücadelede kullanıldıklarından dolayı hava, su ve toprağa karışarak faydalı canlıları da etkilemektedirler. Özellikle bilinçli ve dikkatli bir şekilde kullanılmadıkları zaman su, toprak, bitkisel ve hayvansal gıdalarda artarak birikme eğilimindedirler.

Pestisitler uygulamasıyla tarımsal üretim arttırılabilmektedir. Bununla beraber bilinçsiz ve yanlış bir şekilde kullanıldıklarında hem insan sağlığı hem de çevre üzerinde bazı sorunlara neden olabilmektedirler. Pestisitlerin tarımsal ürünlerde limitlerin üzerinde kalıntı bırakmaması için özellikle önerilen dozun üzerinde kullanılmamaları gerekir. Ayrıca olması gerekenden daha fazla ilaçlama yapılmamalı, ihtiyaç olmadan birden fazla tarım ilacı karıştırılmak suretiyle kullanılmamalıdır. Bununla beraber son ilaçlama ile hasat arasındaki süreye de uymak gerekmektedir. Yüksek oranda kalıntı içeren gıdaları tüketen insanlar ve diğer canlılarda akut veya kronik olarak seyreden zehirlenmeler görülebilir. Yine bazı gıda maddelerinin aroma ve kalitesinde değişimler gözlenebilmektedir (Göktürk, 2007).

Fazla miktarda pestisit kalıntısı ihtiva eden meyve ve sebzeler tüketiciler için potansiyel bir risk oluşturmaktadır. Bu tür gıdaların tüketilmesi sonucu hepatotoksisite, nefrotoksisite, nörotoksisite, üreme toksisitesi, kanserler, davranış değişiklikleri, immünolojik, kardiyovasküler ve solunum koşullarının yanı sıra Alzheimer ve Parkinson hastalıkları gibi çok çeşitli akut ve kronik etkiler ortaya çıkabilmektedir (Yuan ve ark., 2014; Sircu ve ark., 2019; Taghizadeh ve ark., 2019; Ramadan ve ark., 2020).

Bu nedenle çevremizdeki, gıdalardaki vb. pestisit kalıntı düzeylerinin sık sık izlenmesi ve elde edilen verilere dayalı olarak risk değerlendirmelerinin yapılması büyük önem taşımaktadır. İzleme, izin ve tescil bakımından pestisitlerin doğru bir şekilde kullanılmasına ve MRL'ne uygunluk üzerine odaklanmaktadır (Yuan ve ark., 2014; Taghizadeh ve ark., 2019).

Dünyada birçok kuruluş ve ülke hem gıda güvenliğini sağlamak hem de tüketici sağlığını korumak amacıyla, gıdalarda pestisitler için maksimum kalıntı limitleri (MRL) belirlemiştir. MRL, gıda ve hayvan yeminde yasal olarak izin verilen bir pestisit kalıntısına ait maksimum seviyedir. Yine gıdalarda MRL'nin uygunluğunu takip etmek amacıyla hükümetler tarafından çeşitli mevzuat ve yaptırım mekanizmaları da uygulanmaktadır (Jallow ve ark., 2017).

Ülkemizde gıda ürünlerindeki pestisitlerin MRL'ne ilişkin düzenlemeler 23/2/2005 tarihinde yayımlanan "Bitkisel ve Hayvansal Gıdalardaki Pestisitlerin Maksimum Kalıntı Limitleri Hakkında Avrupa Parlamentosu ve Konsey Tüzüğü" dikkate alınarak hazırlanmış olup 27 Eylül 2021 tarihinde Tarım ve Orman Bakanlığı tarafından "Türk Gıda Kodeksi Pestisitlerin Maksimum Kalıntı Limitleri Yönetmeliği" adıyla yayımlanarak yürürlüğe girmiştir.

Meyve ve sebzeler başta olmak üzere çoğu gıda ürünlerinde pestisit kalıntılarının tespitine yönelik çok sayıda çoklu kalıntı analiz yöntemleri geliştirilmiştir. Tarımsal ürünlerde pestisit kalıntılarının doğru ve eş zamanlı olarak tespiti için genellikle gaz kromatografi-tandem kütle spektrometresi (GC-MS/MS) ve sıvı kromatografi-tandem

kütle spektrometresi (LC-MS/MS) cihazları sıklıkla kullanılmaktadır. Örneklerden pestisit kalıntılarının ekstraksiyonu amacıyla katı faz ekstraksiyonu (SPE), katı faz mikro ekstraksiyon (SPME), sıvı-sıvı ekstraksiyon (LLE) hızlandırılmış solvent ekstraksiyonu (ASE), süper kritik sıvı ekstraksiyonu (SFE), matriks katı faz dağılımı (MSPD), mikrodalga destekli ekstraksiyon (MAE), membran ekstraksiyonu, jel permeasyon kromatografisi (GPC) ve QuEChERS (hızlı, kolay, ucuz, etkili, sağlam ve güvenli) gibi birçok yöntem kullanılmaktadır. Bu yöntemlerden QuEChERS, basit, hızlı, düşük maliyetli, yüksek verim ve minimum çözücü gereksinimi gibi nedenlerden dolayı son yıllarda uygulanan en popüler yöntemlerden biridir (Gölge ve ark., 2018; Tajdar-oranj ve ark., 2021).

Ülkemizde tarımsal üretimde pestisitler yoğun bir şekilde kullanılmaktadır. Bu nedenle tarımsal ürünlerdeki pestisit kalıntılarının belirlenebilmesine yönelik sistematik araştırmaların yapılması ve mevcut durumun ortaya konulması büyük bir önem arz etmektedir. Her ne kadar çoğu tarımsal ürünlere yönelik yapılmış çalışmalar olsa da Antep fıstığında yapılan çalışmaların birkaç taneyi geçmediği görülmektedir.

Bu çalışmayla Antep fıstığı üretiminin büyük bir çoğunluğunun yapıldığı Şanlıurfa ve Gaziantep illerinden temin edilen taze, kurutulmuş, kavrulmuş ve iç Antep fıstığı numuneleri pestisit kalıntısı bakımından incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar, Türk Gıda Kodeksi'ne göre değerlendirerek Antep fıstığındaki pestisit kalıntısı varlığı ortaya konulmuş ve böylece bu konuda bir farkındalık oluşturulmaya çalışılmıştır.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

2.1. Türkiye'de Yapılan Çalışmalar

Özkan (2015) Gaziantep'te yerel pazarlarda satılan bazı yağlı tohum ve sert kabuklu yemişlerde bulunan pestisit kalıntılarını belirlemek amacıyla bir çalışma gerçekleştirmiştir. Bu kapsamda 43 adet (6 fıstık, 5 ayçiçeği, 6 balkabağı, 3 karpuz, 15 ceviz ve 8 zeytin meyvesi) numunede LC-MS/MS kullanarak pestisit kalıntı analizi yapmıştır. Analizlerde, sırasıyla iki fıstık örneğinde (0.130±0.032 ve 0.296±0.074 mg/kg) dichlorvos ve bir fıstık örneğinde ise (0.021±0.001 mg/kg) acetamiprid tespit edilmiştir. Sonuçların ikisi de Türk Gıda Kodeksinde dichlorvos ve acetamiprid için 0.01 mg/kg olarak belirlenen maksimum kalıntı limitinden daha yüksek olarak bulunmuştur. İki zeytin örneğinde tespit edilen Omethoate (0.713±0.014 ve 0.595±0.012 mg/kg) miktarlarının MRL'nin (2 mg/kg) altında olduğu görülmüştür.

Aydin ve Ulvi (2019) kuruyemişleri (kuru incir, kuru kayısı, kuru üzüm, ceviz, antep fıstığı, fındık, badem, yer fıstığı, hurma, ay çekirdeği, kabak çekirdeği, beyaz leblebi ve sarı leblebi) 227 pestisit kalıntısı bakımından incelemişlerdir. Numunelerin ekstraksiyonu QuEChERS yöntemi kullanılarak, kalıntı analizleri ise LCMS/MS, GC-MS, GC-MS/MS ile gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar Avrupa Birliği ve Türk Gıda Kodeksi (TGK) yönetmeliklerine göre değerlendirilmiş ve tüketiciler için risk değerlendirmesi yapılmıştır. Örneklerin %29'unda en az bir tür pestisit kalıntısı tespit edilmiştir. 4 antep fıstığında thiacloprid ve 3 kabak çekirdeğinde imidacloprid kalıntısının TGK'nde verilen maksimum kalıntı limitini (MRL) aştığı görülmüştür. 9 adet kabak çekirdeği örneğinde yasaklı tarım ilaçları listesinde yer alan trifluralin tespit edilmiştir. Yapılan risk değerlendirmesinde chlorpyrifos, cypermethrin ve chlorpyrifos -methyl pestisitlerinin çocuklar ve yetişkinler için akut ve kronik bir risk oluşturduğu sonucuna varılmıştır. Tespit edilen pestisitlerin tümü için hedef tehlike katsayısı <1 olarak hesaplanmıştır. Tehlike İndeksi değeri yetişkinler için 0,264, çocuklar için 0,156 olarak belirlenmiştir.

2.2. Diğer Ülkelerde Yapılan Çalışmalar

Husain ve ark. (2003), Antep fıstığındaki diazinon ve ethion kalıntılarını, matris katı faz dağılımı (MSPD) ve sonrasında azot-fosfor dedektörlü gaz kromatografisi (GC-NPD) kullanılarak analiz etmişlerdir. Antep fıstığının MSPD'si için farklı adsorbanların (C_{18}, siyano, fenil ve amino) etkinlikleri karşılaştırmışlar ve yardımcı kolon malzemesi olarak lantan silikat iyon değiştirici kullanmışlardır. C_{18}-MSPD ortak kolon lantan silikat için geri kazanımlar, 0.5-4 mg kg^{-1} konsantrasyon aralığında %7-13'lük nispi standart sapmalarla ethion için %95 ve diazinon için %94 olarak saptanmıştır. LOD değerleri ethion için 0.02 mg kg^{-1} ve diazinon için 0.035 mg kg^{-1} olarak elde edilmiştir. Bu değerler WHO/FAO tarafından belirlenen maksimum kalıntı limitlerinden (MRL) daha düşüktü.

Emami ve ark. (2015), kör numunelerin eklenmesine dayalı bir "Hızlı, Kolay, Ucuz, Etkili, Sağlam ve Güvenli (QuEChERS) yöntemi geliştirmiş ve verileri standart çözeltiler yerine kalibrasyon eğrileri çizmek için kullanmışlardır. Antep fıstığında bulunan 12 pestisit kalıntısının gaz kromatografi-kütle spektrometrisi (GC/MS) ile belirlenmesi için numune preparatları geliştirmişlerdir. Pestisitlerin 5 konsantrasyon seviyesinde (n=3) geri kazanımı %81.40 - %93.08 aralığında olmuştur. Yöntemin, %20'den daha düşük bir bağıl standart sapma (RSD) ile numunelerin çoğunda tekrarlanabilir olduğu kanıtlanmıştır. Tüm pestisitlerin LOD ve LOQ limitleri sırasıyla 2 ppb ve 10 ppb olarak elde edilmiştir. Pestisitlerin kalibrasyon eğrilerinin 10-500 (ng/g) aralığında doğrusallık gösterdiği ve tüm pestisitlerin korelasyon katsayılarının 0.994'ten yüksek olduğu görülmüştür.

Yapılan bir çalışmada, kombine iyon hareketlilik spektrometrisi (IMS) ile QuEChERS ekstraksiyon yöntemi kullanılarak antepfıstığı yağında klorpirifos kalıntısının belirlenmesi amaçlanmıştır. Chlorpyrifos analizi için QuEChERS-IMS'yi etkileyebilecek farklı parametreler optimize edilmiştir. Optimum koşullar altında, R^2 = 0.997 ile doğrusal dinamik aralık 0,4 ila 20 μg g^{-1} üzerinde elde edilmiş ve bağıl standart sapma olarak kesinlik %7,1 olarak saptanmıştır. LOD ve LOQ değerleri sırasıyla 0.1 ve 0.3 μg g^{-1} olarak tespit edilmiştir. Geri kazanım oranı ortalama 78.3–92.3 ile kabul edilebilir aralıkta bulunmuştur (Ghotbadini-Bahraman ve ark., 2017).

Dini ve ark. (2018) yaptıkları araştırmada, Ouhadi çeşidinden taze, kurutulmuş, çatlamış ve çatlamamış kabuklu fıstıklarda chlorpyrifos ve acetamiprid kalıntılarını araştırmışlardır. Pestisitlerin ekstrakte edilmesi ve temizlenmesi için QuEChERS yöntemi kullanılmıştır. Chlorpyrifos ve acetamiprid konsantrasyonları, sırasıyla HPLC ve İyon Hareketlilik Spektrometresi (IMS) kullanılarak belirlenmiştir. Sonuçlar, çatlamış numunelerdeki chlorpyrifos ve acetamiprid kalıntı miktarlarının, çatlamamış kabuklulara göre daha yüksek olduğunu ve kurutulmuş numunelerdeki her iki pestisit kalıntısı miktarlarının da taze numunelere göre daha düşük olduğunu göstermiştir. Taze çatlamış numunelerdeki chlorpyrifos ve acetamiprid kalıntı seviyeleri, Maksimum Kalıntı Seviyesinden (MRL) sırasıyla 2 ve 2.5 kat daha yüksek olarak tespit edilmiştir. Kurutulmuş çatlak ve kurutulmuş çatlamamış örneklerde her iki pestisit miktarı da MRL'dendaha düşük olarak bulunmuştur.

Mahmoudabadi ve ark. (2018) tarafından yapılan bir çalışmada üç farklı fıstık çeşidinde (Akbari, Fandoghi ve Kalachuchi) asetamiprid pestisit kalıntısını belirlemek için pozitif modda ve korona iyonizasyon kaynağı ile İyon Hareketlilik Spektrometresi (IMS) cihazı kullanılmıştır. Bu çalışmada, örneklerin ekstraksiyonu amacıyla QuEChERS yöntemi kullanılmıştır. Hücre ve enjeksiyon için optimum sıcaklığı elde etmek amacıyla farklı sıcaklıklarda birçok deney yapılmıştır. Amonyak ve aseton katkı maddeleri olarak kullanılmış ve amonyak gazının asetonun aksine sinyal yoğunluğunu ve hassasiyetini önemli ölçüde arttırdığı ve istenen piklerin çakışmasını önlediği görülmüştür. Acetamiprid için LOD 0,5 μg g^{-1} ve LOQ 1,66 μg g^{-1} olarak elde edilmiştir. Kalibrasyon eğrisi 0,5–11,5 μg g^{-1} arasındaki konsantrasyonlarda dinamik aralıkta ve korelasyon katsayısı 0,998 olarak tespit edilmiştir. Ayrıca, acetamiprid iyonu için iyon hareketliliği ve azaltılmış iyon hareketliliği hesaplanmıştır. Beş numunenin IMS cihazı ile yapılan analizlerde her üç fıstık çeşidinde de izin verilen sınırın altında kalıntı olduğu olduğu görülmüştür.

Faraji ve ark. (2018), Antepfıstığındaki acetamiprid, imidacloprid ve spirotetramat ve bunların ilgili metabolitlerinin sıvı kromatografi-tandem kütle spektrometrisi (LC-MS/MS) ile ilk kez eş zamanlı tanımlanması ve miktar tayini için QuEChERS tabanlı bir metodoloji geliştirmişlerdir. İlk olarak, MeCN:sitrat

tamponu:NaHC03 ile numune ekstraksiyonu, ardından MgSO4:NaCl ile faz ayrımı gerçekleştirmişlerdir. Süpernatan daha sonra primer sekonder amin (PSA), GCB ve MgS04 ile temizlenmiştir. Önerilen yöntem 5-200 μg L^{-1} aralığında iyi bir doğrusallık sağlamış ve doğrusal regresyon katsayıları ise 0.99'dan yüksek olarak bulunmuştur. LOD ve LOQ, imidacloprid-olefin (5 ve 10 μg kg^{-1}) haricinde, çalışılan insektisitler için sırasıyla 2 ve 5 μg kg^{-1} olarak elde edilmiş. Tüm analitler için geri kazanımlar %91-110 aralığında elde edilmiştir. Yöntem daha sonra gerçek fıstık numuneleri için kullanılmıştır. Analit konsantrasyonları ilk ilaçlamadan 2 saat sonra toplanan numunelerde 8–4351 μg kg^{-1}, 14 gün sonra toplanan numunelerde ise 4,7-819 μg kg^{-1} aralığında tespit edilmiştir.

Taghizadeh ve ark. (2019) yaptıkları çalışmada, 2016 yılının Ağustos ve Eylül aylarında İran'ın dört farklı fıstık üretim bölgesinden beş fıstık çeşidi toplamış ve bu örnekleri 18 adet organofosfor, karbamat, piretroid ve nikotinoid pestisit kalıntısı bakımından Gaz Kromatografi-Kütle Spektrometresi kullanarak analiz etmişlerdir. Daha sonra, gıdaya özel tehlike katsayısı ve olumsuzluğa özel tehlike indeksinin yeni yaklaşımlarına dayalı olarak tek kimyasal ve kronik kümülatif risk değerlendirmesini yapmışlardır. İlgili kontaminasyonun MRL'lerin altında olduğu durumlarda bile, gıdaya özgü on sekiz tehlike katsayısından on beşi 1'in üzerinde tespit edilmiştir. Olumsuzluklara özel tehlike indeks değerleri, Antep fıstığının pestisit karışımından kaynaklanan kirlenme seviyelerinde çeşitli riskleri gösteren altı olumsuzluktan beşi için 1'in üzerinde bulunmuştur. Ancak kanserojenlik riski bulunamamış. Veriler, İran'da fıstık yetiştiriciliğinde pestisit uygulamasını kontrol etmek/standartlaştırmak için uygun önlemlerin alınması gerekliliğini ve kümülatif maruziyete dayalı olarak MRL'lerin yeniden oluşturulması gerektiğini ortaya koymuştur.

Soltani-Sarvestani ve ark. (2020), fıstık çekirdeklerinde yaygın olarak bulunan organofosfatlardan biri olan fenitrothion'un düşük seviyelerinin zenginleştirilmesi ve miktar tayini için hassas, kolay ve verimli bir yöntem önermişlerdir. Bu teknikte, ilk adımda, sulu bir ortamdan fenitrothion, dağıtıcı sıvı-sıvı mikro ekstraksiyon yöntemi kullanılarak birkaç mikrolitre kloroforma ekstrakte edilmiş, kloroform damlasının santrifüjlenmesi ve ayrılmasından sonra, karbon nanotüplerle modifiye edilmiş camsı

bir karbon elektrotun yüzeyine dökülmüş ve kloroformun oda sıcaklığında buharlaşması sağlanmıştır. Son olarak, elektrot 0.10 M fosfat tampon çözeltisine (pH 7.0) daldırılmış, burada biriken fenitrothionun döngüsel bir voltamogramı kaydedilmiştir. Ekstraksiyon ve elektrokimyasal adımları etkileyen farklı deneysel parametrelerin optimizasyonundan sonra fenitrothiona ait lineer aralık 0,54–6,84 μM ve tespit limiti 0.090 μM olarak belirlenmiştir.

Arabameri ve ark. (2020) çalışmalarında, İran'ın önde gelen fıstık üretim bölgelerinden biri olan Damghan'dan toplanan 40 fıstık örneğinde pestisit kalıntılarını araştırmışlardır. Numuneler Organofosfatlar, organoklorinler, piretroidler ve nikotinoidler dahil olmak üzere dört kimyasal gruba ait toplam 11 ayrı pestisit kalıntısı bakımından Sıvı-Kromatografi-Kütle Spektrometrisi ve Gaz-Kromatografi-Kütle Spektrometrisi kullanılarak incelenmiştir. Sonuçlara göre, tespit edilen pestisitlerin %71.4'ünde LOQ ile MRL arasında ve %14,2'sinde ise Avrupa Birliği tarafından belirlenen maksimum kalıntı sınırının (MRL) üzerinde olduğu görülmüştür. İmidacloprid (0.1359 mg/kg) ve acetamiprid (0.3448 mg/kg) kalıntılarının MRL'yi aştığı ve Antep fıstığı ile imidacloprid ve acetamiprid alınmasına bağlı olarak çocuklarda ve yetişkinlerde tehlike kat sayısı (HQ) sırasıyla 9.43E-4, 2.04E-4 ve 1.95E-3, 4.1e-4 olarak hesaplanmıştır. Monte Carlo yaklaşımına göre yapılan risk değerlendirmesi, tüketicilerin fıstık tüketimi yoluyla önemli ölçüde kanserojen ve kanserojen olmayan sağlık riskleri taşımadığını göstermiştir.

Sadat ve ark. (2020) yaptıkları çalışmada, fıstıkta diazinon ve fosalon kalıntılarını tespit edebilmek için pozitif modda iyon hareketlilik spektrometrisi kullanmışlardır. Bu pestisitlerin kalibrasyon eğrileri, standart çözeltiler kullanılarak elde edilmiştir. İyon hareketliliği ile ölçülen diazinon ve fosalonun saptama limitleri sırasıyla 0.1 ve 0.5 ppm olarak saptanmıştır. Fıstık örnekleri Kazvin (İran) yakınlarındaki pazar ve bahçelerden temin edilmiştir. Ölçümler, numunelerde tespit edilebilir bir fosalon olmadığını, ancak bahçe fıstıklarında diazinon tespit edildiğini göstermiştir. Püskürtmeden bir gün sonra açık ve kapalı kabuklu fıstıklardaki diazinon kalıntıları sırasıyla 0.071 ve 0.008 mg/kg, 5 gün sonra ise sırasıyla 0.004 ve 0.006 mg/kg olarak bulunmuştur.

Tandem kütle spektrometrisi ile birleştirilmiş Ultra Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi (UHPLC-MS/MS) ile birlikte hızlı, kolay, ucuz, etkili, sağlam ve güvenli (QuEChERS) yöntemine dayalı olarak İran fıstıklarındaki 25 çeşit pestisit kalıntısını ölçmeyi amaçlayan bir çalışma gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre tespit limitleri 3 μg L^{-1} ve ortalama geri kazanımlar tüm analitler için %80-110 arasında bulunmuştur. Antep fıstığı örneklerinin analizleri sonucunda chlorpyrifos, imidacloprid ve acetamiprid gibi bazı hedef pestisitler sırasıyla 0.95 ± 0.01, 0.55 ± 0.02 ve 0.51 ± 0.02 mg kg^{-1} olarak tespit edilmiştir. Antep fıstığı örneklerinde acetamiprid (%53), fenitrothion (%39), imidacloprid (%34) ve thiacloprid (%25) sıklıkla tespit edilen pestisitler olmuştur. Chlorpyrifos, fenitrothion ve imidaclopridin ortalama kalıntı konsantrasyonu EU maksimum kalıntı limitini (MRL) aştığı görülmüştür. Kanserojen olmayan sağlık risk değerlendirmesine göre HQ ve THQ değerleri birden düşük bulunmuştur. Bu nedenle fıstık tüketiminin tüketiciler için kayda değer bir sağlık riski oluşturmadığı sonucuna varılmıştır. Bununla birlikte, fıstık örneklerinde chlorpyrifos, fenitrothion ve imidacloprid için bulunan nispeten yüksek değerler nedeniyle, pestisit kullanımını kontrol etmek için düzenli ve etkili bir izleme programı önerilmiştir (Tajdar-oranj ve ark., 2021).

Torabi ve ark. (2021) İran'ın Tahran şehrinde bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Bu araştırmada, Antep fıstığında imidacloprid (IMI), thiacloprid (THI), thiamethoxam (THX) ve abamectin (ABA) insektisitlerinin alım ve dağılım kinetiği incelenmiştir. Fıstık bahçesinde tarla denemeleri yapılmıştır. Fıstık ağaçlarına her bir insektisit formülasyonunun önerilen dozu ve kontrol olarak su püskürtülmüştür. Örneklemeler 49 güne kadar gerçekleştirilmiştir. Analizler modifiye QuEChERS yöntemi ve HPLC-UV/VIS cihazı kullanarak gerçekleştirilmiştir. Sonuçlara göre, pestisit alımı ve dağılma kinetiği, sırasıyla birinci dereceden üstel büyüme (FOEG) ve tekli birinci dereceden kinetik (SFOK) modellerine en iyi şekilde uyarlanmıştır. Pestisit alım/dağıtım oranlarındaki farklılıklar çoğunlukla suda çözünürlükleri, pKa ve log K_{ow} ile ilgilidir. THX, IMI (0.10 ± 0.01) ve THI (0.06 ± 0.01) ile karşılaştırıldığında daha yüksek bir alım oranı (0.16 ± 0.04) göstermiştir. En hızlı dağılma oranları IMI (0,04 ± 0,002 gün-1) ve THX (0,03 ± 0,001 gün-1) için gözlenirken, en yavaş dağılım THI

(0,02 ± 0,003 gün-1)'e aitti. ABA kalıntıları deney boyunca teşhis sınırının (LOQ) altındaydı. FOEG ve SFOK model tahminlerine dayalı olarak, THI ve THX ile çoklu püskürtme, maksimum kalıntı limitini (MRL) aşan nihai konsantrasyonlarla sonuçlanmıştır. Tüm pestisitler için tehlike oranları <1 olup, fıstık tüketimi yoluyla insanlar için hiçbir risk olmadığını göstermektedir.

Mahdavi ve ark. (2021), Bayer tarafından geliştirilen yeni sistemik pestisitlerden olan fluopyram, flupyradifurone ve indaziflam kalıntıları üzerine bir çalışma gerçekleştirmişlerdir. Burada, hızlı, kolay, ucuz, etkili, sağlam ve güvenli bir prosedürle birlikte tandem kütle spektrometrisi ile ultra yüksek performanslı sıvı kromatografisi kullanarak geliştirilen yeni pestisitlerin belirlenmesi için etkili bir analitik yöntemi rapor etmişlerdir. Bu hedef bileşikler asetonitril ile ekstrakte edildikten sonra, PSA ile temizlenmiş ve bir elektrosprey iyonizasyon kaynağına bağlı bir C_{18} kromatografik kolon kullanılarak 10.2 ile 18.3 dakika arasında başarılı bir şekilde ayrılmıştır. Üç farklı seviyede (0.01, 0.1 ve 0.5 mg kg^{-1}) spike edilmiş tüm matris uyumlu numuneler, %10.8'in altında nispi standart sapmalar ile %80,6-93,5 aralığında tatmin edici geri kazanımlar sağlamıştır. LOD ve LOQ değerleri fıstıkta fluopiram için sırasıyla 0,0015 mg kg^{-1} ile 0,0055 mg kg^{-1}, hurma meyvelerinde flupiradifuron için 0,0019 mg kg^{-1} ile 0,0062 mg kg^{-1} ve toprak kompleks matrisinde indaziflam için 0,0025 mg kg^{-1} ile 0,0083 mg kg^{-1} olarak tespit edilmiştir. Hurma meyvesi gerçek numunelerde yapılan çalışmalarda hurmada flupiradifuron kalıntısı bulunmazken, bazı fıstık ve toprak numunelerinde LOQ değerlerinin altında fluopyram ve indaziflam kalıntısı tespit edilmiştir.

Khanehzar ve ark. (2021) yaptıkları çalışmada, ilk kez QuEChERS tekniğini, derin ötektik çözücüye (QuEChERS-DES-DLLME) dayalı dağıtıcı sıvı-sıvı mikro özütleme ile birleştirmişlerdir. Yöntem, , yaygın olarak kullanılan iki pestisit olan acetamiprid (ACE) ve imidaclopridin (IMI) HPLC-UV ile tayinlerinden önce verimli ekstraksiyonu, temizlenmesi ve zenginleştirilmesi için geliştirilmiştir. Pestisitler ilk olarak fıstık örneklerinden ekstrakte edilmiş ve QuEChERS ile temizlenmiş ve daha sonra üst fazları, daha fazla saflaştırma ve zenginleştirme için DLLME'nin ardından dispersan olarak kullanılmıştır. DLLME'de kullanılan ekstraksiyon çözücüsü, derin

ötektik çözücülere (DES'ler) dayanıyordu. Hidrofobik DES'nin hazırlanması, hidrojen bağı vericisi olarak amil alkolün ve hidrojen bağı alıcısı olarak trioktilmetilamonyum klorürün (TOMAC) karıştırılmasıyla yapılmıştır. İki adımın verimliliğini etkileyen farklı parametreler değerlendirilmiş ve optimize edilmiştir. Optimal koşullar altında, LOD değeri ACE ve IMI için 1,5 ve 3,0 μg kg^{-1} ve LOQ değeri ise sırasıyla 1,5 ve 4,5 μg kg^{-1} olarak tespit edilmiştir. Kalibrasyon eğrileri, 0.99'dan yüksek korelasyon katsayıları ile 5.0–500 μg kg^{-1} aralığında doğrusal olarak bulunmuştur. ACE ve IMI için zenginleştirme faktörü sırasıyla 16 ve 13, 10 ve 100 μg kg^{-1} konsantrasyon seviyelerinde gün içi ve günler arası kesinlik <%7.0 ve geri kazanımlar %95,6-99,4 olarak saptanmıştır.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1.Materyal

Antep fıstığında pestisit kalıntı analizleri taze, kurutulmuş, kavrulmuş ve iç fıstık olmak üzere 4 farklı üründe gerçekleştirilmiştir. Her bir ilimizden 10 adet taze, 10 adet kurutulmuş, 10 adet kavrulmuş ve 5 adet iç fıstık olmak üzere 35 adet, toplamda ise 70 adet numune 2020 yılının Ağustos ve Eylül aylarında Şanlıurfa ve Gaziantep'te bulunan farklı çerezci ve tablacılardan 0.250'şer kg olarak satın alınmıştır. Numuneler Çizelge 3.1'de gösterildiği gibi kodlanmıştır. Numuneler kabuklarıyla birlikte blenderda öğütülerek homojen hale getirilmiş, sonrasında 50 ml'lik tüplere konularak -18 °C°'de analiz edilinceye kadar saklanmıştır.

Çizelge 3.1. Antep fıstığı numuneleri ve kodları

Şanlıurfa'dan alınan numuneler				Gaziantep'ten alınan numuneler			
Taze	**Kurutulmuş**	**Kavrulmuş**	**İç**	**Taze**	**Kurutulmuş**	**Kavrulmuş**	**İç**
U-T-1	U-K-1	U-KAV-1	U-İÇ-1	A-T-1	A-K-1	A-KAV-1	A-İÇ-1
U-T-2	U-K-2	U-KAV-2	U-İÇ-2	A-T-2	A-K-2	A-KAV-2	A-İÇ-2
U-T-3	U-K-3	U-KAV-3	U-İÇ-3	A-T-3	A-K-3	A-KAV-3	A-İÇ-3
U-T-4	U-K-4	U-KAV-4	U-İÇ-4	A-T-4	A-K-4	A-KAV-4	A-İÇ-4
U-T-5	U-K-5	U-KAV-5	U-İÇ-5	A-T-5	A-K-5	A-KAV-5	A-İÇ-5
U-T-6	U-K-6	U-KAV-6		A-T-6	A-K-6	A-KAV-6	
U-T-7	U-K-7	U-KAV-7		A-T-7	A-K-7	A-KAV-7	
U-T-8	U-K-8	U-KAV-8		A-T-8	A-K-8	A-KAV-8	
U-T-9	U-K-9	U-KAV-9		A-T-9	A-K-9	A-KAV-9	
U-T-10	U-K-10	U-KAV-10		A-T-10	A-K-10	A-KAV-10	

3.1.1. Kimyasallar ve standartlar

264 adet pestisit standartı (EK 1) Referans Kimya Laboratuvar Cihazları Limited Şirketi'nden (Ankara, Türkiye) satın alınmıştır. Asetonitril (%99.9), Magnezyum sülfat heptahidrat, Sodyum Asetat, Asetik Asit, Graphitized Carbon Black (GCB), Metanol (%99.9) ve Primary Secondary Amine (PSA) ise Merck'den (Darmstat, Germany), temin edilmiştir.

3.1.2 Standart çözeltilerin hazırlanması

Pestisit standartlarının her birinden stok çözeltiler (1000 mg/kg) hazırlanmıştır. Daha sonra stok çözeltiler karıştırılmak suretiyle 10 mg/kg'lik miks stok çözeltisi hazırlanmıştır. Bu çözeltiden hazırlanan 200 µg/kg'lik ara stok çözeltisinden ise uygun seyreltmeler yapılarak kalibrasyon çözeltileri hazırlanmıştır. Matriks etkisini dengelemek için kalibrasyon çözeltileri matrix-matched yöntemine göre hazırlanmıştır.

3.1.3. Kullanılan cihaz ve gereçler

Antep fıstığı örneklerindeki pestisit kalıntılarının tespitinde Shimadzu marka ve 8030 model, (LC-20ADXR pompası, CBM-20 Alite kontrolörü SIL-20ACXR otomatik örnekleyici, CTO-20ASvp kolon fırını) LC-MS/MS (Kyoto, Japan), kullanılmıştır. Hettich marka soğutmalı santrifüj (Tuttlingen, Germany), hassas terazi (Shimadzu ATX224), çelik hazneli blender (Waring blander), vortex (Velp scientifica), 50 ve 20 ml'lik Falcon tüpleri ve farklı hacimde mikropipetler analizlerde kullanılanılmıştır.

3.2. Yöntem

3.2.1. Ekstraksiyon

Antep fıstığı numunelerinden pestisit kalıntılarının ekstraksiyonu QuEChERS metodunun AOAC 2007.01 versiyonuna göre yapılmıştır (Lehotay ve ark., 2007). 50 ml hacimli falcon tüpüne 15±0.2 g olacak şekilde homojenize numuneden tartılmış ve üzerine 15 ml asetonitril (%1 Asetik asit ilaveli) eklendikten sonra 1 dk karıştırılmıştır. Daha sonra tüpe 6 g susuz magnezyum sülfat ile 1.5 g sodyum asetat eklenerek tekrar karıştırılmış ve 5000 rpm'de 10 dakika santrifüj edilmiştir. Üst fazdan alınan 2 mL'lik kısım içerisinde 600 mg susuz magnezyum sülfat ve 200 mg PSA olan 20 mL'lik santrifüj tüpüne aktarılmıştır. Vortekslendikten sonra tekrar 5000 rpm hızda 5 dakika santrifüj edilmiştir. Üst faz şırınga ile alınmış ve 0.45 µm'lik şırınga uçlu filtreden geçirilerek viale aktarılmıştır.

3.2.2.Kromatografik şartlar

Kromotagrafik ayırım ODS-4 C18 kolonu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Mobil faz A olarak su (10 mmol amonyum asetat) ve mobil faz B olarak ise metil alkol kullanılmıştır. Basınç, 400 bar olarak ayarlanmıştır. MS analizleri çoklu reaksiyon izleme modu (MRM) ve pozitif iyon modunda çalışılmıştır.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

Yaptığımız çalışmada Antep fıstığı numuneleri QuEChERS yöntemine göre ekstrakte edildikten sonra LC-MS/MS cihazında kalıntı analizleri gerçekleştirilmiştir. Numunelerdeki kalıntıların kantitatif olarak tespit edilebilmesi amacıyla cihaza 264 adet pestisit standartı miksi verilerek kalibrasyon eğrileri elde edilmiştir. Her bir standarta ait kalibrasyon grafiği denklemi, kolerasyon katsayısı ve LOQ değerleri EK 1'de verilmiştir. Elde edilen sonuçlar Tarım ve Ormancılık Bakanlığı tarafından yayımlanan "Türk Gıda Kodeksi Pestisitlerin Maksimum Kalıntı Limitleri Yönetmeliği" ne göre değerlendirilmiştir (Resmi Gazete, 2021). Yapılan analizlerde saptanan pestisitlere ait MRL değerleri EK 2'de verilmiştir.

4.1. Taze Antep Fıstığı Numunelerinin Kalıntı İçerikleri

Taze Antep fıstığı numunelerinde yapılan analizlerde elde edilen sonuçlar Çizelge 4.1.'de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde yapılan analizlerde 7 farklı pestisit kalıntısı tespit edildiği görülmektedir. Bunlar acetamiprid, azoxystrobin, chlorpyrifos, difenoconazole, propiconazole, spirotetramat ve thiacloprid kalıntılarıdır.

Bunlar içerisinde difenoconazole en fazla tespit edilen pestisit olmuştur. Fungusit sınıfında yer alan difenoconazole için TGK'nde belirlenen MRL değeri 50 µg/kg'dır. Gaziantep'ten alınan örneklerin tamamında, Şanlıurfa'dan alınan örneklerin ise 9 tanesinde tespit edilmiştir. 17 numunede MRL'yi aşan oranlarda, 2 numunede ise MRL'nin altında saptanmıştır.

İkinci sırada toplam 18 numunede tespit edilen propiconazole gelmektedir. Propiconazole de fungisit etkili bir pestisit olup MRL değeri 10 µg/kg'dır. Gaziantep'ten alınan örneklerin tamamında, Şanlıurfa'dan alınan örneklerin ise 8 tanesinde tespit edilmiştir. Tespit edilen tüm numunelerde MRL'yi aştığı görülmüştür.

Toplam 6 numunede tespit edilen azoxystrobin ise en çok saptanan üçüncü pestisit kalıntısı olmuştur. Azoxystrobin de fungusit etkili bir pestisittir. TGK'nde

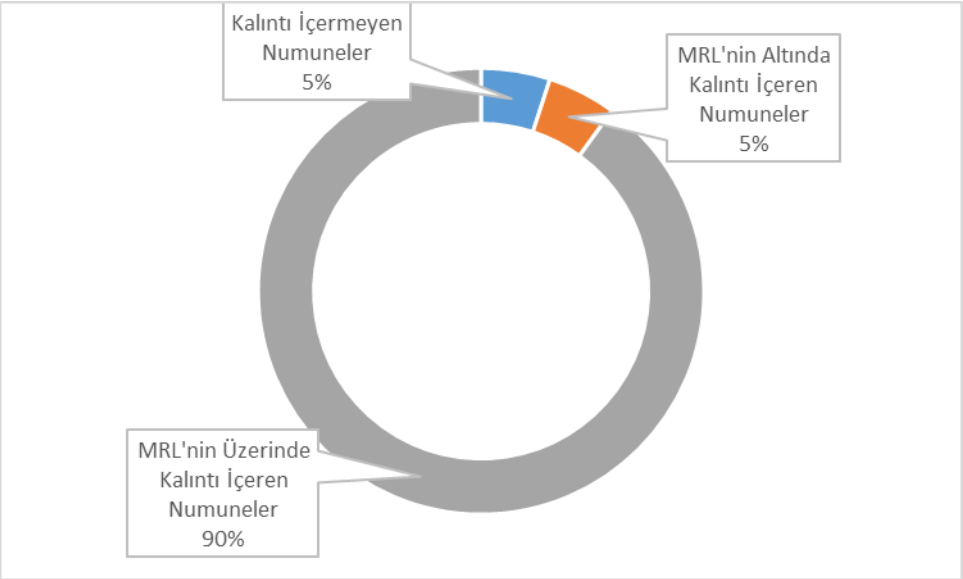
MRL değeri 1000 µg/kg olarak belirlenmiştir. Bu illerimizden alınan numunelerin 3'er tanesinde tespit edilen kalıntı miktarları limitlerin altındadır.

Bunların dışında 2'şer numunede acetamiprid ve spirotetramat ve 1'er numunede ise chlorpyrifos ve thiacloprit kalıntısı tespit edilmiştir. Şekil 4.1 incelendiğinde numunelerin sadece %5'inde pestisit kalıntısına rastlanmadığı anlaşılmaktadır. % 5'inde ise limitlerin altında kalıntı tespit edilmiştir. Numunelerin %90'ının MRL'yi aşan oranlarda pestisit kalıntısı içerdiği saptanmıştır.

Çizelge 4.1. Taze Antep Fıstığı Numunelerindeki Pestisit Değerleri (µg/kg)

	Ace	Azo	Chl	Dif	Pro	Spi	Thi
A-T-1	-	683,2	-	715,5	449,9	-	-
A-T-2	-	63,8	-	428,0	508,1	-	-
A-T-3	-	17,2	-	421,2	712,4	-	-
A-T-4	-	-	-	683,8	966,0	-	-
A-T-5	-	-	-	157,4	67,1	-	-
A-T-6	-	-	-	176,1	258,1	-	-
A-T-7	-	-	-	252,7	407,3	-	-
A-T-8	21,9	-	-	717,1	280,6	-	-
A-T-9	-	-	73,9	20,6	26,8	-	-
A-T-10	64,6	-	-	241,9	364,5	374,0	-
U-T-1	-	-	-	-	-	-	-
U-T-2	-	997,3	-	728,7	-	-	39,9
U-T-3	-	83,5	-	488,7	537,2	-	-
U-T-4	-	27,9	-	177,3	100,3	-	-
U-T-5	-	-	-	111,4	155,8	-	-
U-T-6	-	-	-	158,4	213,1	-	-
U-T-7	-	-	-	34,9	36,7	-	-
U-T-8	-	-	-	475,8	754,2	-	-
U-T-9	-	-	-	157,8	281,7	100,7	-
U-T-10	-	-	-	199,4	320,1	-	-

Ace: Acetamiprid, **Azo**: Azoxystrobin, **Chl**: Chlorpyrifos, **Dif**: Difenoconazole, **Pro**: Propiconazole, **Spi**: Spirotetramat, **Thi**: Thiacloprit



Şekil 4.1. Taze Antep Fıstığı numunelerinin kalıntı içerikleri

4.2. Kurutulmuş Antep Fıstığı Numunelerinin Kalıntı İçerikleri

Kurutulmuş Antep fıstığı numunelerinde yapılan analizlerde elde edilen sonuçlar Çizelge 4.2.'de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde yapılan analizlerde 9 farklı pestisit kalıntısı tespit edildiği görülmektedir. Bunlar acetamiprid, azoxystrobin, difenoconazole, fenthion, imidacloprid, propiconazole, spirotetramat, tebucanazole ve thiacloprid kalıntılarıdır.

Bunlar içerisinde difenoconazole ve propiconazole en fazla tespit edilen pestisit kalıntıları olmuştur. Difenoconazole, Gaziantep'ten alınan örneklerin tamamında tespit edilmiştir. 9 numunedeki oranların MRL'yi aştığı, sadece bir numunedeki miktarın MRL'nin altında kaldığı belirlenmiştir. Şanlıurfa'dan alınan örneklerin ise 9 tanesinde tespit edilmiştir. Tespit edilen miktarların tamamı MRL'nin üzerindedir.

Propiconazole baktığımızda Gaziantep'ten alınan numunelerin tamamında tespit edildiği ve bunların da tamamının MRL'nin üzerinde olduğu görülmektedir. Şanlıurfa'dan alınan örneklerin ise 9 tanesinde tespit edilmiştir. Tespit edilen miktarların tamamı MRL'nin üzerindedir.

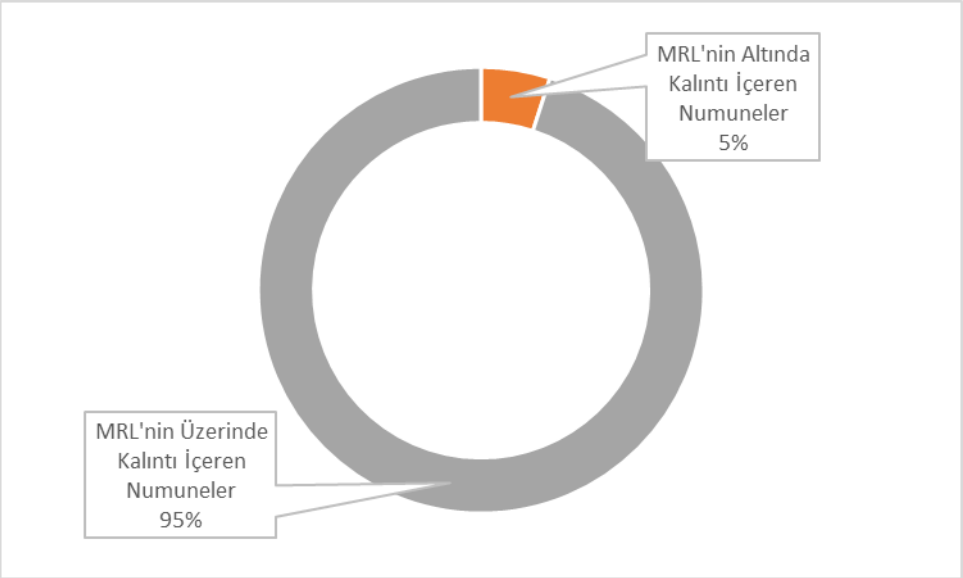
Bunların dışında 3 numunede acetamiprid, 1 numunede azoxystrobin, 1 numunede spirotetramat ve 1 numunede imidacloprid kalıntısı tespit edilmiştir. Tespit edilen miktarlar TGK'nde belirlenen değerlerin altındadır. Gaziantep'ten alınan 1 numunedeki tebuconazole miktarı ve Şanlıurfa'dan alınan iki örnekteki fenthion ile 1 örnekteki thiacloprid miktarının MRL'nin üzerinde olduğu görülmüştür.

Şekil 4.2 incelendiğinde numunelerin tamamında pestisit kalıntısına rastlandığı anlaşılmaktadır. Çalışılan örneklerin sadece % 5'inde limitlerin altında kalıntı tespit edilmiştir. Numunelerin %95inin MRL'yi aşan oranlarda pestisit kalıntısı içerdiği saptanmıştır.

Çizelge 4.2. Kurutulmuş Antep Fıstığı Numunelerindeki Pestisit Değerleri (µg/kg)

	Ace	Azo	Dif	Fen	İmi	Pro	Spi	Teb	Thi
A-K-1	-	-	299,3	-	-	460,4	-	-	-
A-K-2	-	-	519,7	-	-	771,8	-	-	-
A-K-3	-	-	400,7	-	-	732,3	-	136,1	-
A-K-4	-	-	388,1	-	-	302,1	-	-	-
A-K-5	-	-	29,9	-	-	30,5	-	-	-
A-K-6	-	-	361,1	-	-	458,4	-	-	-
A-K-7	-	-	430,9	-	-	353,9	-	-	-
A-K-8	-	-	294,9	-	-	429,6	-	-	-
A-K-9	-	-	258,5	-	-	89,3	-	-	-
A-K-10	-	957,5	119,1	-	-	136,7	118,4	-	-
U-K-1	-	-	83,0	-	-	138,7	-	-	-
U-K-2	19,8	-	421,1	-	-	339,2	-	-	42,1
U-K-3	25,0	-	401,5	-	-	628,5	-	-	-
U-K-4	50,1	-	304,5	-	-	505,4	-	-	-
U-K-5	-	-	186,3	-	29,1	207,7	-	-	-
U-K-6	-	-	140,3	86,7	-	101,0	-	-	-
U-K-7	-	-	142,5	-	-	210,7	-	-	-
U-K-8	-	-	-	85,2	-	-	-	-	-
U-K-9	-	-	615,8	-	-	1041,6	-	-	-
U-K-10	-	-	170,0	-	-	284,2	-	-	-

Ace: Acetamiprid, **Azo**: Azoxystrobin, **Dif**: Difenoconazole, **Fen**: Fenthion, **İmi**: İmidacloprid **, Pro**: Propiconazole, **Spi**: Spirotetramat, **Teb**: Tebucanazole, **Thi**: Thiacloprit



Şekil 4.2. Kurutulmuş Antep Fıstığı numunelerinin kalıntı içerikleri

4.3. Kavrulmuş Antep Fıstığı Numunelerinin Kalıntı İçerikleri

Kavrulmuş Antep fıstığı numunelerinde yapılan analizlerde elde edilen sonuçlar Çizelge 4.3.'de verilmiştir. Difenoconazole, fenthion, propiconazole, spirotetramat ve thiacloprid tespit edilen pestisitlerdir. Çizelge incelendiğinde tespit edilen pestisitlerin hem sayı hem de miktar bakımından azaldığı anlaşılmaktadır. Özellikle difenoconazole ve propiconazole miktarlarında önemli azalmalar görülmektedir. Bunda özellikle yumuşak kabuk kısmının uzaklaştırılmasının ve ısıl işlem uygulamasının etkili olduğu düşünülmektedir.

Propiconazole kalıntısı Gaziantep'ten alınan 4 numunede tespit edilmiş olup, tespit edilen miktarların MRL'nin üzerinde olduğu görülmektedir. Yine bu ilimizden alınan 1 numunede tespit edilen fenthion miktarı MR'nin üzerindedir. 3 numunede ise difenoconazole kalıntısı tespit edilmiş olup, miktarlar MRL'nin altındadır.

Şanlıurfa'dan alınan numunelerde difenoconazole ve propiconazole kalıntılarına rastlanmamıştır. Bu ilimizden alınan 1'er numunede fenthion ve thiacloprid kalıntısı saptanmış olup değerler MRL'nin üzerindedir. Bunlardan başka 3 numunede

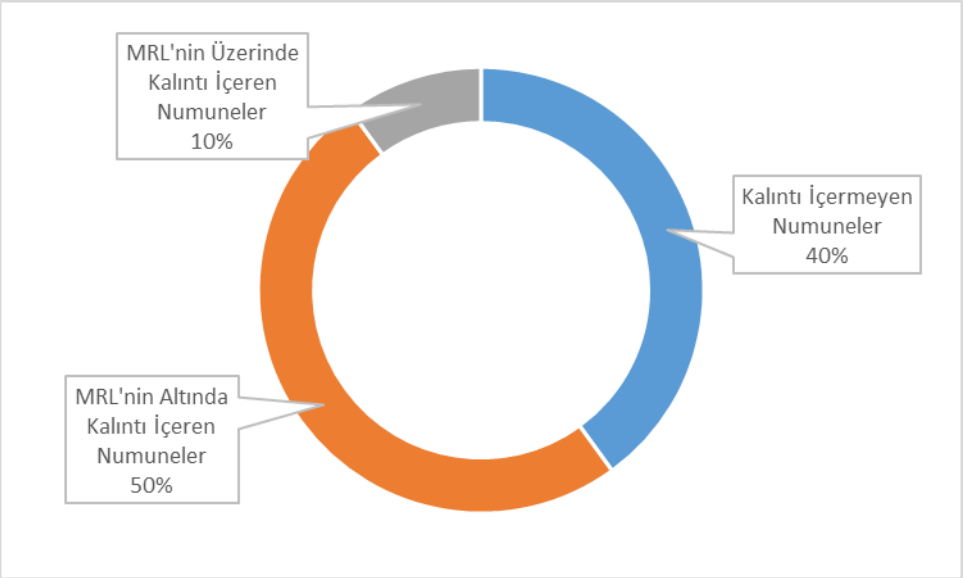
spirotetramat ve 1 numunede thiacloprid kalıntısı tespit edilmiştir. Tespit edilen miktarların kodekste belirtilen değerlerden daha düşük olduğu görülmüştür.

Genel olarak baktığımızda analiz edilen kavrulmuş Antep fıstığı numunelerinde kalıntı içermeyen numune sayısının arttığını (%50) ve MRL'nin üzerinde kalıntı içeren numune sayısının azaldığını (%35) söyleyebiliriz.

Çizelge 4.3. Kavrulmuş Antep Fıstığı Numunelerindeki Pestisit Değerleri (µg/kg)

	Dif	Fen	Pro	Spi	Thi
A-KAV-1	30,6	-	42,7	-	-
A-KAV-2	17,3	-	23,8	-	-
A-KAV-3	16,8	-	22,5	-	-
A-KAV-4	-	-	12,8	-	-
A-KAV-5	-	-	-	-	-
A-KAV-6	-	-	-	-	-
A-KAV-7	-	141,2	-	-	-
A-KAV-8	-	-	-	-	-
A-KAV-9	-	-	-	-	-
A-KAV-10	-	-	-		
U-KAV-1	-	-	-	446,8	33,1
U-KAV-2	-	-	-	-	-
U-KAV-3	-	89,8	-	-	-
U-KAV-4	-	-	-	-	-
U-KAV-5	-	-	-	-	-
U-KAV-6	-	-	-	-	-
U-KAV-7	-	-	-	-	-
U-KAV-8	-	-	-	-	12,1
U-KAV-9	-	-	-	53,8	-
U-KAV-10	-	-	-	173,2	-

Dif: Difenoconazole, **Fen**: Fenthion, **Pro**: Propiconazole, **Spi**: Spirotetramat, **Thi**: Thiacloprit



Şekil 4.3. Kavrulmuş Antep Fıstığı numunelerinin kalıntı içerikleri

4.4. İç Antep Fıstığı Numunelerinin Kalıntı İçerikleri

İç Antep fıstığı numunelerinde yapılan analizlerde elde edilen sonuçlar Çizelge 4.4.'de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde tespit edilen pestisit sayısının 4 olduğu görülmektedir. Bunlar acetamiprid, fenthion, propiconazole, spirotetramat kalıntılarıdır.

Gaziantepten alınan numunelerin 1 tanesinde acetamiprid, 1 tanesinde propiconazole ve 1 tanesinde ise spirotetramat kalıntısı tespit edilmiş olup saptanan değerler limitlerin altındadır. 2 numunede ise herhangi bir pestisit kalıntısına rastlanmamıştır. Şanlıurfa'dan temin edilen numuneler baktığımızda 1 numunede limitlerin üzerinde fenthion kalıntısı tespit edildiği görülmektedir. 2 numunede tespit edilen spirotetramat kalıntısının ise limitlerin altında olduğu anlaşılmaktadır. 2 numunenin ise kalıntı içermediği tespit edilmiştir.

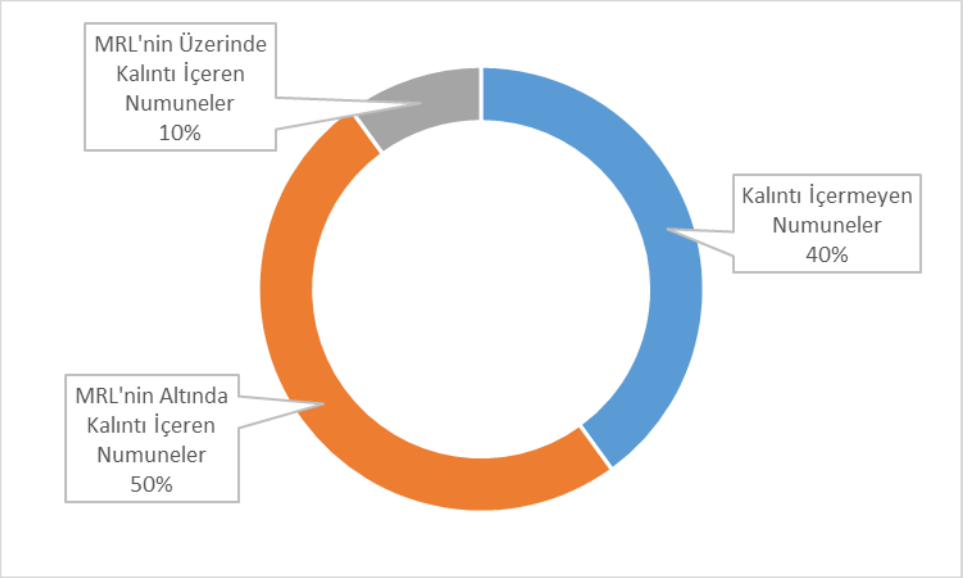
Şekil 4.4 incelendiğinde numunelerin sadece %10'unun MRL'yi aşan seviyelerde kalıntı içerdiği görülmektedir. Özellikle taze ve kabuklu Antep fıstıklarında hem sayı hemde miktar bakımından yüksek olan değerlerin iç Antep fıstıklarında oldukça düşük seviyelerde kalması pestisitlerin iç kısma fazla nüfuz

etmediğini göstermesi bakımından önemlidir. Numunelerin %50'nın MRL'nin altında kalıntı içerdiği, %40'sinin ise herhangi bir kalıntı içermediği şekilden anlaşılmaktadır.

Çizelge 4.4. İç Antep Fıstığı Numunelerindeki Pestisit Değerleri (µg/kg)

	Ace	Fen	Pro	Spi
A-IC-1	17,2	-	-	-
A-IC-2	-	-	-	137,7
A-IC-3	-	-	-	-
A-IC-4	-	-	-	-
A-IC-5	-	-	9,0	-
U-IC-1	-	82,2	-	-
U-IC-2	-	-	-	146,5
U-IC-3	-	-	-	-
U-IC-4	-	-	-	75,9
U-IC-5	-	-	-	-

Ace: Acetamiprid, **Fen**: Fenthion, **Pro**: Propiconazole, **Spi**: Spirotetramat,



Şekil 4.4. İç Antep Fıstığı numunelerinin kalıntı içerikleri

Aydin ve Ulvi (2019), 15 Antep fıstığının 4 tanesinde acetamiprid ve thiacloprid kalıntısı tespit etmişlerdir. Acetamiprid konsantrasyonu 0.009-0.018 mg/kg iken, thiacloprid konsantrasyonu 0.012-0.024 mg/kg aralığında olmuştur. Acetamiprid

değerleri TGK'de verilen 0.07 mg/kg MRL değerinin altında iken, bazı thiacloprid miktarları TGK'nde verilen 0.02 mg/kg MRL değerinin biraz üzerinde çıkmıştır.

Özkan (2015) tarafından Antep fıstığı numunelerinde yapılan bir çalışmada acetamiprid konsantrasyonu bir numunede 0,021±0,001 mg/kg, dichlorvos konsantrasyonu ise iki numunede 0,13±0,032 ve 0,296±0,074 mg/kg olarak bulunmuştur. Her iki pestisit kalıntısının MRL değerlerinin üzerinde olduğu görülmüştür.

Tajdar-oranj ve ark. (2021), 36 adet Antep fıstığı örneğinden %75'inin pestisit kalıntısı içerdiğini belirlemişlerdir. Acetamiprid, chlorpyrifos, cypermethrin, endosulfan, fenitrothion, imidacloprid ve thiacloprid pestisitlerini sırasıyla 0.06, 0.065, 0.0018, 0.0021, 0.026, 0.06 ve 0.019 mg/ kg ortalama konsantrasyon seviyelerinde tespit etmişlerdir. Test edilen numuneler arasında gözlemlenen en yüksek konsantrasyonlar sırasıyla 0.95, 0.55 ve 0.51 mg/kg kalıntı değerleriyle chlorpyrifos, imidacloprid ve acetamipride ait olmuştur.

Arabameri ve ark. (2020) analiz ettikleri Antep fıstığı numunelerin %22.5'inde MRL'lerin üzerinde kalıntı tespit etmişlerdir. Tespit edilen iki pestisit türünden biri olan acetamipritin ortalamasını 135.9 µg/kg, imidaclopritin ortalamasını ise 344.8 µg/kg olarak saptamışlardır. Tespit ettikleri diğer kalıntı miktarları ise MRL'nin altında olmuştur.

Dini ve ark., (2018) taze çatlak ve çatlak olmayan kabuklu numunelerde chlorpyrifos kalıntıları sırasıyla 100 µg/kg ve 29 µg/kg olarak ayrıca bölünmüş kurutulmuş numunelerde 27.5 µg/g ve bölünmemiş kabuklu kurutulmuş numunelerde chlorpyrifos miktarı LOD'den daha düşük olarak bulunmuştur. Bölünmüş ve bölünmemiş taze numunelerdeki Acetamiprid pestisit kalıntısı sırasıyla 128 µg/kg ve 48 µg/kg olarak saptamışlardır eşitti. Çatlak ve çatlak olmayan kurutulmuş numunelerde pestisit kalıntısını, sırasıyla 45 µg/kg ve 3.5 µg/kg olarak MRL'den daha düşük olarak tespit etmişlerdir.

Emami ve ark. (2015), 50 adet Antep fıstığı numunesinde yaptıkları çalışmada fenitrothion, carbaril ve diazinon kalıntısı tespit etmişlerdir. Fenitrothion ve carbaril bir numunede sırasıyla 48.6 µg/kg ve 97.3 µg/kg seviyelerinde tespit edilmiştir. Diazinon bir numunede 43.2 µg/kg düzeyinde tespit edilmiştir. Carbaril ayrıca üç numunede 78.0 µg/kg, 61.0 µg/kg ve 19.5 µg/kg seviyelerinde saptanmıştır. Tespit edilebilir pestisit kalıntısı örneklerin %10'unda bulunmuştur.

5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

Yapmış olduğumuz çalışmada taze, kurutulmuş, kavrulmuş ve iç Antep fıstığından oluşan toplam 70 adet numune 264 pestisit etken maddesi bakımından incelenmiştir. Taze ve kurutulmuş Antep fıstığı numunelerinde fungusit etkili difenoconazole ve propiconazole kalıntılarının en fazla tespit edilen kalıntılar olduğu belirlenmiştir. Gaziantep ilinden temin edilen taze Antep fıstığı numunelerinde tespit edilen ortalama difenoconazole ve propiconazole miktarları sırasıyla 381.4 ve 404.1 µg/kg iken Şanlıurfa'dan alınan numunelerde daha düşük olmak üzere sırasıyla 253.2 ve 239.9 µg/kg olarak tespit edilmiştir. Taze Antep fıstıklarında sadece 1 örneğin pestisit kalıntısı içermediği ve yine 1 örneğin MRL'nin altında kalıntı içerdiği görülmüştür. 18 örnekte ise MRL'nin üzerinde kalıntıya rastlanmıştır.

Gaziantep ilinden temin edilen kurutulmuş Antep fıstığı numunelerinde tespit edilen ortalama difenoconazole ve propiconazole miktarları sırasıyla 310.2 ve 376.5 µg/kg iken Şanlıurfa'dan alınan numunelerde daha düşük olmak üzere sırasıyla 246.5 ve 345.7 µg/kg olarak tespit edilmiştir. Kurutulmuş Antep fıstıklarında tüm örneklerde pestisit kalıntısı tespit edilmiş olup bunlardan sadece 1 örneğin MRL'nin altında diğer 19 örneğin ise MRL'nin üzerinde kalıntı içerdiği saptanmıştır.

Taze Antep fıstıklarında 1 numunede 4 adet, 9 numunede 3 adet, 9 numunede 2 adet kalıntı tespit edilmitir. 1 numunede ise herhangi bir kalıntıya rastlanmamıştır. Kurutulmuş Antep fıstıklarında ise 2 numunede 4 adet, 5 numunede 3 adet, 12 numunede 2 adet ve 1 numunede 1 adet kalıntı tespit edilmiştir.

Kavrulmuş ve iç Antep fıstığı analiz sonuçlarına baktığımızda kalıntı sayısı ve miktarlarında önemli oranda azalmalar olduğu görülmüştür. Azalmaların nedeni olarak kavrulmuş Antep fıstığı numunelerinde dış kısımdaki kabuk kısmının, iç Antep fıstığında ise hem dış kısımdaki kabuk hem de sert kabuk kısmının uzaklaştırılmış

olmasının etkili olduğunu söyleyebiliriz. Özellikle difenoconazole, propiconazole ve azoxystrobin kalıntı miktarlarındaki azalmalar bariz bir şekilde kendini göstermektedir.

Bununla beraber, fenthion ve spirotetramat kalıntılarının iç Antep fıstıklarında yüksek oranlarda kalması dikkat çekmektedir.

5.2. Öneriler

Antep fıstığı içerdiği antioksidanlar, fitosteroller, lif, vitaminler, mineraller ve yağ asitlerinden dolayı sağlık üzerine oldukça faydalı bir gıdadır. Yapılan bazı çalışmalar glisemik kontrol ve kardiyovasküler bozuklukların önlenmesinde de etkili olduğunu ortaya koymuştur.

Pestisitler, tarımsal ürünleri zararlılara karşı korumak ve böylece tarımsal verimi arttırmak için yaygın olarak kullanılmaktadır. Fakat pestisit kullanımına bağlı olarak hem çevre sorunları hem de bu ürünleri tüketen insanlarda bazı sağlık problemleri ortaya çıkabilmektedir. Özllikle sağlık üzerine olumsuz etkileri göz önüne alındığında hem tarımsal ürünlerde hem de bu ürünlerin işlenmesiyle elde edilen ürünlerde muhtemel pestisit kalıntıların izlenmesi büyük önem taşımaktadır.

Her ne kadar, pestisit kullanımını ortadan kaldırmak mümkün olmasa da alınacak bazı tedbirlerle limitlerin altında bir düzeyde olması sağlanabilir. Bu bağlamda;

- ✓ Meyve ve sebzeleri çeşitli zararlılardan korumak amacıyla tarımsal mücadelede farklı yöntemler birlikte ve dengeli bir biçimde uygulanabilir.
- ✓ Hasat öncesi ve sonrası pestisit denetim çalışmaları etkili bir şekilde yürütülmelidir.
- ✓ Çiftçilere ilaçlama konusunda yaygın ve uygulamalı eğitimler verilerek bu konudaki farkındalık arttırılabilir.

- ✓ Ülkemizde 2010 yılında yürürlüğe giren "İyi Tarım Uygulamaları Yönetmeliği" belirlenen amaç ve hedefler doğrultusunda kararlı ve etkili bir biçimde uygulanmalıdır.
- ✓ Tarım ve Orman Bakanlığı'nca yapılan denetimlerde Antep fıstığına yönelik daha çok sayıda numune alınarak kalıntı analizleri yaptırılabilir. Böylece, elde edilecek veriler değerlendirilerek bu konuda gerekli tedbirlerin alınması sağlanabilir.
- ✓ Zararlıları kontrol etmek için doğru ve kaliteli pestisit, doğru ilaçlama zamanında, uygun ilaçlama alet ve makinaları kullanılarak ve hasat öncesi aralığa uymak suretiyle uygulanmalıdır.

KAYNAKLAR

ARABAMERI, M., MOHAMMADI MOGHADAM, M., MONJAZEB MARVDASHTI, L., MEHDINIA, S. M., ABDOLSHAHI, A., and DEZIANIAN, A., 2020. Pesticide residues in pistachio nut: a human risk assessment study. International Journal of Environmental Analytical Chemistry, 7:1-14. https://doi.org/10.1080/03067319.2020.1777289

AYDIN, S., and ULVİ, M., 2019. Residue levels of pesticides in nuts and risk assessment for consumers. Quality Assurance and Safety of Crops and Foods, 11(6):539-548. https://doi.org/10.3920/QAS2018.1405

DREHER, M. L., 2012. Pistachio nuts: Composition and potential health benefits. In Nutrition Reviews, 70(4):234-240. https://doi.org/10.1111/j.1753-4887.2011.00467.x

DINI, A., ALIZADEH, A. and ALIZADEH, E., 2018. Assessment of Acetamiprid and Chlorpyrifos Residues on Fresh and Dried Pistachio Nuts. Pistachio and Health Journal, 1(2):1-6. doi: 10.22123/PHJ.2018.108287.1002

EMAMI, A., RASTEGAR, H., AMIRAHMADI, M., SHOEIBI, S., and MOUSAVI, Z., 2015. Multi-Residue Analysis of Pesticides in Pistachio Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC/MS). Iranian Journal of Toxicology, 8(27):1174-1181. http://www.ijt.ir

ERTÜRK, Y.E., GEÇER, M.K., GÜLSOY, E. ve YALÇIN, S., 2015. Antep fıstığı üretim ve pazarlaması. Iğdır Üniv. Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 5(2):43-62.

FAOSTAT., 2021. Food and Agriculture Organization. Available online: http://www.fao.org/faostat/en/#data/QL (accessed on 1 February 2021).

FARAJI, M., NOORBAKHSH, R., SHAFIEYAN, H., and RAMEZANI, M., 2018. Determination of acetamiprid, imidacloprid, and spirotetramat and their relevant metabolites in pistachio using modified QuEChERS combined with liquid chromatography-tandem mass spectrometry. Food Chemistry, 240:634-641. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.08.012

GAZİANTEP TİCARET ODASI, 2013. Antepfıstığı Sektörünün Geliştirilmesi Projesi Mevcut Durum Analizi ve Gelişim Stratejileri Raporu, Gaziantep, 59s.

GHOTBADINI-BAHRAMAN, N., SHEIBANI, A., and REZA SHISHEHBORE, M., 2017. Off-line coupling of QuEChERS sample preparation to ion mobility spectrometry for the determination of chlorpyrifos residue in pistachio oil. International Journal for Ion Mobility Spectrometry, 20(1-2):41-45. https://doi.org/10.1007/s12127-017-0214-y

GÖLGE, O., HEPSAG, F., and KABAK, B., 2018. Health risk assessment of selected pesticide residues in green pepper and cucumber. Food and Chemical Toxicology, 121:51–64. https://doi.org/10.1016/j.fct.2018.08.027

GÖKTÜRK, F.A., 2007. Pestisit Endüstrisi Atıksularının Fenton Prosesi İle Arıtımı. Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Konya, 84s.

HUSAIN, S. W., KIAROSTAMI, V., MORROVATI, M., and TAGEBAKHSH, M. R., 2003. Multiresidue determination of diazinon and ethion in pistachio nuts by use of matrix solid phase dispersion with a lanthanum silicate co-column and gas chromatography. Acta Chromatographica, 13:208-214.

JALLOW, M.F.A., AWADH, D.G., ALBAHO, M.S., DEVI, V.Y. and AHMAD, N., 2017. Monitoring of Pesticide Residues in Commonly Used Fruits and

Vegetables in Kuwait. Int. J. Environ. Res. Public Health, 14:833. https://doi.org/10.3390/ijerph14080833

KHANEHZAR, H., FARAJİ, M., NEZHADALI, A., and YAMINI, Y., 2021. Combining of modified QuEChERS and dispersive liquid–liquid microextraction as an efficient sample preparation method for extraction of acetamiprid and imidacloprid from pistachio samples. Journal of the Iranian Chemical Society, 18(3): 641-649. https://doi.org/10.1007/s13738-020-02050-6

LEHOTAY, S. J., O'NEIL, M., TULLY, J., GARCÍA, A. V., CONTRERAS, M., MOL, H., HEINKE, V., ANSPACH, T., LACH, G., FUSSELL, R., MASTOVSKA, K., POULSEN, M. E., BROWN, A., HAMMACK, W., COOK, J. M., ALDER, L., LINDTNER, K., VILA, M. G., HOPPER, M., … and PARKER, A., 2007. Determination of pesticide residues in foods by acetonitrile extraction and partitioning with magnesium sulfate: Collaborative study. Journal of AOAC International, 90(2):485-520. https://doi.org/10.1093/jaoac/90.2.485

MAHDAVI, V., BEHBAHAN, A. K., MORADI, F., and ABOUL-ENEIN, H. Y., 2021. Analysis of Alternative New Pesticide (Fluopyram, Flupyradifurone, and Indaziflam) Residues in Pistachio, Date, and Soil by Liquid Chromatography Triple Quadrupole Tandem Mass Spectrometry. Soil and Sediment Contamination, 30(4): 373-383. https://doi.org/10.1080/15320383.2020.1854173

MAHMOUDABADI, M., ABEDINI, E., ZAHEDI, H., and ALIZADEH, A., 2018. Experimental determination of acetamiprid pesticide residue in three different types of pistachio by ion mobility spectrometry and using QuEChERS method in the different temperatures and in the presence of ammonia as dopant gas. International Journal for Ion Mobility Spectrometry, 21(1–2): 11-18. https://doi.org/10.1007/s12127-017-0228-5

ÖZKAN, A., 2015. Determination of pesticide residues in some oilseeds and nuts using LC-MS/MS analysis. Fresenius Environmental Bulletin, 24(2A):615-620.

RAMADAN, M.F.A., ABDEL-HAMID, M.M.A., ALTORGOMAN, M.M.F., …, and AWWAD, N.S., 2020. Evaluation of Pesticide Residues in Vegetables from the Asir Region, Saudi Arabia. Molecules, 25(1):205.

RESMİ GAZETE, 2021. Türk Gıda Kodeksi Pestisitlerin Maksimum Kalıntı Limitleri Yönetmeliği. Sayı:31611, Başbakanlık Basımevi, Ankara.

ROXAS, A. A., MARINO, G., AVELLONE, G., CARUSO, T., and MARRA, F. P., 2020. The effect of plantwater status on the chemical composition of pistachio nuts (Pistacia vera l. cultivar bianca). Agriculture (Switzerland), 10(5):5-7. https://doi.org/10.3390/agriculture10050167

SADAT, S. A. A., ILBEIGI, V., VALADBEIGI, Y., and SOLEIMANI, M., 2020. Determination of pesticides phosalone and diazinon in pistachio using ion mobility spectrometry. International Journal for Ion Mobility Spectrometry, 23(2): 127-131. https://doi.org/10.1007/s12127-020-00262-3

SOLTANI-SARVESTANI, M., SHAMSPUR, T., MOSTAFAVI, A., FALAHATI-POUR, S. K., MOHAMADI, M., and SALJOOQI, A., 2020. A novel preconcentration/extraction method for fenitrothion residues and its electrochemical sensing in pistachio kernels. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 31(14):11268-11275. https://doi.org/10.1007/s10854-020-03675-2

SIRCU, R., ȚURCANU, G., OPOPOL, N., PYNZARU, I., MANCEVA, T. and SCURTU, R., 2019. Pesticides residue determination in vegetables and fruits

commonly used in Republic of Moldova and estimation of human intake. In: Chemistry Journal of Moldova. 2(14):62-71. ISSN 1857-1727.10.19261/cjm.2019.584

ŞANLIURFA TİCARET BORSASI, 2019. Antep fıstığı raporu-2019, Şanlıurfa, 9s.

TAGHIZADEH, S. F., GOUMENOU, M., REZAEE, R., ALEGAKIS, T., KOKARAKI, V., ANESTI, O., SARIGIANNIS, D. A., TSATSAKIS, A., and KARIMI, G., 2019. Cumulative risk assessment of pesticide residues in different Iranian pistachio cultivars: Applying the source specific HQS and adversity specific HIA approaches in Real Life Risk Simulations (RLRS). Toxicology Letters, 313: 91-100. https://doi.org/10.1016/j.toxlet.2019.05.019

TAJDAR-ORANJ, B., PEIVASTEH-ROUDSARI, L., MAHDAVI, V., KEIKAVOUSI BEHBAHAN, A., and MOUSAVI KHANEGHAH, A., 2021. Simultaneous multi-determination of pesticide residues in pistachio from Iran's market: A probabilistic health risk assessment study. Journal of Food Composition and Analysis, 103: 104085. https://doi.org/10.1016/j.jfca.2021.104085

TORABI, E., TALEBI JAHROMI, K., HOMAYOONZADEH, M., TORSHIZ, A. O., and TAVAKOLI, E., 2021. Residue kinetics of neonicotinoids and abamectin in pistachio nuts under field conditions: model selection, effects of multiple sprayings, and risk assessment. Environmental Science and Pollution Research. https://doi.org/10.1007/s11356-021-15822-1

YUAN, Y.W., CHEN, C., ZHENG, C.M., WANG, X.L., YANG, G.L., WANG, Q. and ZHANG, Z.H., 2014. Residue of chlorpyrifos and cypermethrin in vegetables and probabilistic exposure assessment for consumers in Zhejiang Province, China. Food Control 36: 63-68.

EKLER

EK 1.Çalışmada kullanılan pestisitlere ait bazı veriler

1	Pestisit Adı	m/z	Regresyon denklemi	R^2	LOQ
2	Abamectin	890,40>305,15	y=672,805x+4524,25	0,997	10
3	Acephate	183,90>143,00	y=15988,4x+145384	0,995	10
4	Acetamiprid	223,00>126,00	y=10785,4x+70472,3	0,996	10
5	Acetochlor	270,10>224,10	y=1282,83x+7436,85	0,999	15
6	Alachlor	270,10>238,05	y=12890,5x+131336	0,998	20
7	Aldicarb	208,10>116,10	y=2027,47x-12,1886	0,999	20
8	Aldicarb Sulfone	240,20>86,10	y=12382,4x+125902	0,993	20
9	Aldicarb Sulfoxide	207,10>132,10	y=5567,31x+29462,1	0,994	20
10	Ametryn	228,20>186,10	y=615,514x-1479,51	0,999	15
11	Atrazine	216,05>174,05	y=5075,32x+61441,1	0,998	15
12	Azinphos-ethyl	345,90>159,90	y=4293,56x+34221,4	0,998	20
13	Azinphos-methyl	317,90>160,05	y=8047,03x+132953	0,996	20
14	Azoxystrobin	404,10>371,95	y=37304,5x+172720	0,994	10
15	Benalaxyl	325,80>148,10	y=26786,5x+17087,1	0,999	15
16	Bendiocarb	224,00>167,05	y=8023,46x+3100,73	0,999	20
17	Bentazone	239,00>132,15	y=4134,58x+7736,90	0,998	25
18	Bifenthrin	440,10>181,10	y=6845,18x+21162,1	0,998	10
19	Bitertanol	338,10>70,00	y=3106,61x+32690,3	0,996	25
20	Boscalid	343,00>307,00	y=2240,63x+7840,34	0,999	20
21	Bromuconazole	377,80>158,90	y=3930,61x-7428,40	0,995	15
22	Buprimate	317,10>108,00	y=5021,15x+11532,9	0,999	10
23	Buprofezin	306,10>201,10	y=16878,5x+55235,1	0,998	15
24	Butocarboxim sulfoxide	207,10>88,20	y=86,5838x+1120,45	0,995	20
25	Cadusafos	270,80>159,00	y=4240,88x+12578,9	0,998	20
26	Carbaryl	202,15>145,00	y=2500,69x+66711,4	0,999	25
27	Carbendazim	192,00>160,05	y=11368,6x+103702	0,997	15
28	Carbofuran	222,00>165,00	y=37863,3x+187053	0,996	25
29	Carboxin	236,00>143,00	y=6443,79x+143461	0,999	20
30	Chlofentezine	303,00>138,00	y=7925,14x+7825,16	0,999	20
31	Chlorbromuron	292,80>125,10	y=4148,26x+4164,38	0,997	20
32	Chlorfenvinhos	358,90>98,90	y=1575,33x+29173,2	0,998	15
33	Chlorfluazuron	540,00>382,95	y=875,900x-1502,84	0,999	25
34	Chloridazon	222,00>104,00	y=1336,07x-5410,75	0,996	25
35	Chloropyrifos	321,80>124,80	y=734,911x-266,178	0,99	10
36	Chloroxuron	291,00>72,10	y=10978,6x-5431,37	0,999	25
37	Chlorpyrifos	349,90>197,85	y=1396,06x+3920,20	0,999	10
38	Clethodim	360,00>164,05	y=4751,15x-22761,9	0,999	25

39	Clomazone	239,50>125,00	y=937,332x+16335,3	0,993	30
40	Clothianidine	249,70>169,00	y=1494,01x+16837,1	0,999	20
41	Cyazofamid	324,90>108,10	y=3000,56x+101895	0,997	25
42	Cycloate	216,05>154,10	y=143,988x-2036,48	0,999	20
43	Cycloxydim	326,10>180,10	y=2155,19x+49474,0	0,999	20
44	Cyflufenamid	413,00>295,20	y=3966,48x+71341,0	0,998	25
45	Cymoxanil	199,00>127,95	y=3262,09x+396,305	0,998	15
46	Cypermethrin	432,90>190,95	y=1390,55x+1356,43	0,997	10
47	Cyproconazole	292,10>70,00	y=3966,67x+46481,6	0,897	20
48	Cyprodinil	226,20>92,95	y=3993,88x+10352,2	0,998	15
49	Cyromazine	167,20>84,90	y=3826,66x+80225,1	0,999	25
50	Deltamethrin	523,00>280,70	y=909,502x+2058,97	0,999	15
51	Demeton-s-methyl	231,10>89,10	y=5872,18x+45174,3	0,998	25
52	Demeton-s-methylsulfone	262,90>169,00	y=5348,25x+135406	0,986	20
53	Desmedipham	318,20>181,90	y=12077,2x+81529,0	0,998	20
54	Desmetryn	213,80>172,00	y=2045,23x+21308,8	0,998	20
55	Diafenthiuron	385,10>329,10	y=384,275x+5872,28	0,998	20
56	Diazinon	305,10>169,00	y=10037,8x-14922,8	0,999	25
57	Diclobutrazol	328,00>70,00	y=1422,97x+4904,20	0,999	25
58	DiclofopMethyl	358,00>280,90	y=1354,77x+651,075	0,999	25
59	Dicrotophos	238,00>127,00	y=1177,21x+3529,84	0,995	30
60	Diethofencarb	268,00>225,90	y=17998,9x+84890,0	0,998	20
61	Difenacozole	406,00>250,90	y=9095,30x+25125,8	0,999	10
62	Dimethenamid	275,90>243,80	y=24421,0x+23067,9	0,999	25
63	Dimethoate	229,90>198,95	y=13512,3x+306146	0,997	25
64	Dimethomorph	388,10>300,95	y=8564,90x+27793,1	0,998	25
65	Diniconazole	325,90>70,10	y=1848,63x+41915,8	0,999	25
66	Dinocap	295,20>192,90	y=11132,7x-7250,03	0,999	30
67	Dinoseb	239,10>134,00	y=2004,72x+2590,91	0,999	30
68	Diphenamid	240,20>134,10	y=39007,0x+374461	0,997	30
69	Dithianon2	295,90>264,00	y=330,857x-2371,86	0,998	25
70	Diuron	233,00>72,10	y=9617,96x+112570	0,997	25
71	Dodine	228,10>57,00	y=6053,11x+26680,0	0,998	30
72	E-Fenproxymate	422,10>366,10	y=17724,3x+221289	0,999	20
73	Epoxiconazole	330,00>121,00	y=7682,76x+37172,2	0,999	20
74	Ethiofencarb	226,00>107,05	y=5052,27x+46136,7	0,998	25
75	Ethiofencarb sulfone	257,80>77,00	y=471,222x+5019,42	0,999	25
76	Ethiofencarb sulfoxide	241,90>184,90	y=11406,6x+34622,0	0,997	30
77	Ethion	384,90>198,80	y=9084,76x+11739,4	0,999	30
78	Ethofumesata	304,00>121,00	y=2147,57x+50017,1	0,996	25
79	Ethoxyquin	218,20>174,00	y=526,236x+6459,38	0,999	30

80	Etofenprox	394,10>177,10	y=33082,3x+158797	0,997	20
81	Etoxazole	359,90>141,05	y=24633,0x+133464	0,997	25
82	Etrimfos	293,00>125,00	y=5457,04x+49210,4	0,996	20
83	Famaxadone	392,10>331,00	y=3973,27x+7610,16	0,995	20
84	Fenamidone	312,00>92,10	y=6838,40x+113871	0,995	15
85	Fenamiphos	304,10>216,90	y=21951,5x-16866,1	0,999	15
86	Fenarimol	330,90>268,10	y=813,272x+1257,57	0,999	20
87	Fenazaquin	307,10>57,00	y=39618,9x-31787,4	0,999	20
88	Fenbuconazole	336,95>70,05	y=2733,95x+75564,2	0,995	25
89	Fenhexamide	301,95>97,10	y=2458,10x+26322,6	0,998	25
90	Fenoxaprop-P-ethyl	361,90>288,00	y=5148,14x+11473,3	0,999	25
91	Fenoxycarb	302,10>87,95	y=14356,3x+9232,07	0,998	20
92	Fenpropathrin	350,15>125,10	y=1111,31x+27821,6	0,999	30
93	Fenpropimorph	303,90>147,15	y=14052,2x+51216,0	0,998	30
94	Fenproximate	422,10>366,20	y=21313,3x+77914,0	0,998	20
95	Fensulfothion oxon	293,00>94,00	y=850,169x+30282,0	0,996	25
96	Fenthion	279,10>168,90	y=605,859x+2821,22	0,999	25
97	Fenthionoxon	263,00>230,80	y=2185,56x+7285,79	0,999	25
98	Fenthion sulfoxide	295,00>109,00	y=2967,25x+35669,1	0,995	25
99	Fipronil	434,80>329,90	y=10052,8x+8203,52	0,999	10
100	Florasulam	359,90>129,00	y=2512,42x+33308,8	0,994	20
101	Fluazifop-P-Buthyl	384,00>282,00	y=6709,80x+28273,5	0,997	20
102	Fluazinam	462,90>416,00	y=1972,96x+8933,78	0,998	25
103	Fludioxinil	246,70>180,10	y=1438,38x-1102,97	0,998	20
104	Flufenoxuron	489,00>158,00	y=3608,02x+356,067	0,999	20
105	Flunicamid	230,10>174,00	y=16278,7x+57451,1	0,996	15
106	Fluopicolide	384,90>174,90	y=3145,15x+10424,4	0,998	25
107	Fluroxypr	255,00>180,80	y=399,636x+880,421	0,999	25
108	Flusilazole	315,90>247,00	y=5090,06x+29862,7	0,999	30
109	Flutolanil	324,00>242,00	y=7131,26x+87187,3	0,997	20
110	Flutriafol	301,90>122,90	y=1701,77x+32529,1	0,999	20
111	Fonofos	247,10>109,00	y=6795,82x+50326,7	0,999	30
112	Forchlorfenuron	248,10>129,00	y=4179,73x+60953,8	0,995	30
113	Formetanete Hydrochloride	221,80>165,00	y=21263,5x+185310	0,996	25
114	Fosthiazate	284,00>104,00	y=22811,5x+181110	0,995	20
115	Furathiocarb	383,10>195,00	y=10751,3x+63924,7	0,998	20
116	Halfenprox	494,00>183,10	y=446,517x+832,544	0,995	25
117	Haloxyfop-2-etoxyethyl	433,90>315,95	y=7981,33x+39842,5	0,999	30
118	Heptenophos	250,70>127,00	y=743,705x+8601,41	0,999	20
119	Hexaconazole	314,00>70,00	y=2902,64x+31243,6	0,999	15
120	Hexaflumuron	458,85>439,05	y=10710,0x-21661,3	0,998	15

121	Hexythiazox	353,10>227,90	y=7228,79x+44056,9	0,995	2020
122	İmazalil	296,90>159,00	y=2592,91x+35434,3	0,997	20
123	İmazethapyr	290,20>245,00	y=2734,21x+16492,7	0,997	20
124	İmidachloropid	256,00>175,05	y=2854,76x+9777,92	0,998	10
125	İndoxacarb	527,95>202,90	y=1637,80x+4401,22	0,999	20
126	İoxynil	369,75>127,00	y=2009,46x-4295,14	0,996	30
127	İprovalicarb	321,10>119,10	y=47821,8x+1455,71	0,999	20
128	İsazofos	314,00>161,90	y=28952,6x-8203,65	0,999	20
129	İsofenphos	345,80>121,00	y=102,941x-351,665	0,999	15
130	İsofenphos-methyl	332,00>230,80	y=9575,48x+6452,02	0,999	25
131	İsoproturon	207,20>72,10	y=16902,9x+83671,5	0,997	20
132	İsoxaflutole	376,90>250,90	y=256,553x+8867,18	0,917	25
133	İsoxathion	314,00>96,90	y=8245,90x+102985	0,998	25
134	KresoximM	314,10>206,00	y=1736,21x+31216,9	0,998	20
135	Lenacil	235,20>152,90	y=248,341x+14955,8	0,999	15
136	Linuron	249,00>159,80	y=2480,99x+2514,22	0,999	15
137	Lufenuron	511,00>157,90	y=357,842x-4697,81	0,999	15
138	Malaoxon	315,00>127,10	y=16117,5x+69447,2	0,998	15
139	Malathion	331,00>127,00	y=5048,83x+79463,8	0,997	20
140	Mecarbam	330,00>227,10	y=13785,6x-3640,60	0,999	20
141	Mefenpyr-diethyl	390,00>327,05	y=4543,25x+55117,2	0,998	20
142	Mepanipyrim	223,80>106,10	y=4280,31x+5225,17	0,997	15
143	Metaflumizone	507,10>178,00	y=953,877x-1454,23	0,999	10
144	Metalaxyl	280,00>220,15	y=20414,5x+349871	0,999	15
145	Metalaxyl-M	280,05>220,05	y=19156,1x+141771	0,993	15
146	Metasulam	417,90>174,90	y=1142,81x+12423,1	0,996	20
147	Metazachlor	277,90>134,15	y=21437,7x+372235	0,998	20
148	Metconazole	320,00>70,10	y=6456,00x+50235,4	0,998	15
149	Methabenzthiazuron	222,00>165,00	y=24450,4x+133253	0,997	30
150	Methamidophos	141,90>94,10	y=9036,13x+73488,8	0,996	25
151	Methiocarb	226,10>168,90	y=9315,26x+8729,80	0,998	25
152	Methiocarb Sulfone	275,00>122,10	y=11947,0x+4278,66	0,999	15
153	Methiocarb Sulfoxide	242,00>185,10	y=10457,7x+47449,0	0,998	20
154	Methomyl	163,10>88,10	y=14971,6x+9531,09	0,999	20
155	Methoxyfenozide	369,10>149,10	y=24322,6x+10817,5	0,998	25
156	Metobromuron	258,80>169,85	y=1453,53x+19642,3	0,996	15
157	Metolachlor	284,00>252,10	y=19938,3x+172520	0,997	20
158	Metoxuron	229,00>72,00	y=2999,80x+23711,5	0,999	20
159	Metrofenone	409,00>209,00	y=8270,38x+26918,6	0,999	15
160	Metrubuzin	215,00>187,05	y=2064,90x+15601,0	0,994	20
161	Metsulfuron-methyl	382,00>167,10	y=6953,98x-781,042	0,998	25

162	Mevinphos	225,10>126,80	y=2474,82x+26010,5	0,981	25
163	Monocrotophos	224,00>127,00	y=916,790x+6485,24	0,998	30
164	Monolinuron	215,10>126,00	y=5037,38x+48194,6	0,998	10
165	Myclobutanil	289,00>70,00	y=4545,57x+33186,7	0,999	10
166	Napropiamide	271,90>129,15	y=12800,5x+20651,1	0,999	20
167	Novaluron	492,90>158,00	y=844,174x+13441,7	0,998	25
168	Nuarimol	314,90>252,05	y=964,202x-3898,01	0,998	25
169	Omethoate	214,10>125,00	y=12558,6x+73233,5	0,993	20
170	Oxadixyl	279,05>219,05	y=4526,71x+27739,0	0,997	20
171	Oxamyl	237,05>72,05	y=24690,0x+203874	0,995	20
172	Oxydemeton-methyl	246,90>169,00	y=84017,2x+638141	0,995	20
173	Paclabutrazol	294,00>70,00	y=11431,1x+1347,84	0,996	15
174	Paraoxon-ethyl	276,00>220,00	y=1095,95x+23385,1	0,999	15
175	Paraoxon-methyl	248,10>109,00	y=1450,82x+11173,7	0,997	15
176	Penconazole	284,05>70,05	y=3424,04x+38277,3	0,998	20
177	Pencycuron	329,10>125,00	y=17931,1x+23690,6	0,996	20
178	Pendimenthalin	282,10>211,95	y=7134,03x+31753,9	0,998	25
179	Permethrin	408,10>183,00	y=2186,22x+7789,33	0,999	10
180	Phenthoate	321,00>134,95	y=2090,64x+38706,9	0,999	30
181	Phosalone	367,95>181,95	y=1661,53x+25956,2	0,997	20
182	Phosmet	317,95>159,95	y=8306,94x+139362	0,999	20
183	Phosphamidon	300,10>174,00	y=6465,93x+19863,8	0,999	15
184	Phoxim	299,00>76,90	y=4126,70x+64391,7	0,996	15
185	Picolinafen	377,00>238,00	y=8535,71x+16441,7	0,999	20
186	Piperonyl-Butoxide	356,20>177,10	y=72957,3x+314624	0,998	20
187	Pirimicarb-Desmethyl	225,20>72,10	y=11437,0x+43570,4	0,996	20
188	Pirimicarb-Desmethyl-Formomid	253,20>72,10	y=294,067x-16406,4	1,000	25
189	Pirimiphos-methyl	306,00>164,10	y=2631,92x+3619,27	0,998	25
190	Primicarb	239,10>72,05	y=24217,8x+77510,5	0,998	10
191	Primiphos Ethyl	334,00>198,10	y=28036,6x+104589	0,996	10
192	Prochloraz	375,90>307,80	y=12759,2x+30122,1	0,997	15
193	Profenefos	372,95>302,80	y=1549,61x+6154,90	0,997	15
194	Profoxydim-lithium	466,00>280,10	y=1235,95x+22952,6	0,998	20
195	Promecarb	208,00>151,10	y=5652,00x-1075,93	0,999	20
196	Prometryn	242,00>157,90	y=21585,7x+177538	0,999	20
197	Propamocarb	189,00>102,00	y=67111,6x+49995,2	0,999	25
198	Propaquinazid	373,00>330,90	y=11302,8x+32495,2	0,997	10
199	Propaquizafob	444,00>298,90	y=1591,08x+803,697	0,998	20
200	Propargite	368,15>231,10	y=14908,6x+19055,2	0,998	20
201	Propazine	230,00>188,00	y=11037,1x-7429,68	0,999	25
202	Propethamphos	282,00>138,00	y=1353,13x+9209,00	0,991	25

203	Propiconozole	342,00>69,00	y=3116,84x+36722,7	0,999	10
204	Propoxur	210,10>110,90	y=6162,45x+2191,49	0,999	15
205	Propyzamide	255,95>189,95	y=5209,89x+2818,30	0,999	20
206	Prosulfocarb	252,20>91,00	y=11304,6x+15875,5	0,999	20
207	Prosulfuron	420,00>141,00	y=596,660x+685,623	0,984	20
208	Prothiophos	345,00>240,90	y=81,7688x+1455,82	0,999	20
209	Pymetrozine	218,20>105,00	y=7055,55x+70441,4	0,996	20
210	Pyraclostrobin	388,00>163,00	y=13525,4x-7914,95	0,998	25
211	Pyrafluorfen-ethyl	412,90>338,90	y=4528,99x+5391,35	0,992	20
212	Pyrazophos	374,00>221,90	y=6452,43x+7932,82	0,998	15
213	Pyrenthrins	328,90>160,90	y=1833,14x+5819,29	0,999	15
214	Pyridaben	365,10>147,10	y=25758,9x+130802	0,997	10
215	Pyridalyl	491,90>108,90	y=3776,01x-5000,67	0,998	25
216	Pyridaphenthi	341,00>188,95	y=8260,39x+29367,3	0,998	20
217	Pyridate	379,00>207,00	y=341,370x-1061,47	0,998	20
218	Pyrimethanil	199,90>107,00	y=2652,96x+13049,2	0,999	15
219	Pyriproxypen	322,10>96,00	y=36266,1x+175780	0,997	15
220	Quinalphos	299,10>147,00	y=5559,48x+29783,5	0,999	25
221	Quinoxyfen	307,90>196,90	y=4593,73x+3439,26	0,996	25
222	Sethoxydim	328,00>178,10	y=1796,81x-270,722	0,996	30
223	Simazine	202,10>132,00	y=3415,66x-3542,02	0,999	30
224	S-Metalachlor	284,20>252,00	y=12142,7x+121938	0,997	20
225	Spinetoram	748,40>142,10	y=289,354x-688,708	0,999	20
226	SpinosynA	732,30>142,10	y=29159,7x+4178,99	0,999	20
227	SpinosynD	746,35>142,10	y=5699,56x-2333,81	0,999	20
228	Spirodiclofen	411,00>71,00	y=2031,99x+6186,40	0,999	25
229	Spiromesifen	371,20>273,00	y=1091,30x-2603,88	0,999	20
230	Spirotetramatenol	302,10>216,10	y=1628,24x+698,635	0,997	20
231	Spirotetramat-enol-glocoside	302,10>216,00	y=374,213x-2758,08	0,999	15
232	Spirotetramat-keto-hydroxy	318,10>300,10	y=4598,53x+32143,6	0,996	20
233	Spirotetramat-mono-hydroxy	304,10>119,10	y=3467,23x+12154,5	0,999	15
234	Spiroxamine	298,30>144,00	y=65777,1x+318564	0,996	15
235	Sulfosulfuron	471,00>211,00	y=495,876x-674,061	0,999	20
236	Sulfotep	323,00>96,90	y=1198,61x+14206,0	0,999	30
237	Tebuconazole	308,10>70,05	y=4063,92x+53034,7	0,991	15
238	Tebufenozide	353,20>133,10	y=30795,5x+179,145	0,996	15
239	Tebufenpyrad	334,00>145,05	y=5210,02x-2431,37	0,999	15
240	Tepraloxydim	342,10>250,10	y=1254,80x-44,4874	0,998	20
241	Terbumeton	226,00>170,10	y=48206,9x+151933	0,998	20
242	Terbutryn	242,10>186,05	y=33365,2x+177314	0,999	30
243	Terbutylazine	230,00>174,05	y=15536,4x+145252	0,999	25

244	Thiabendazole	201,90>131,00	y=8286,55x+30735,2	0,999	20
245	Thiacloprid	253,20>125,90	y=9879,90x+19916,0	0,998	10
246	Thiamethoxam	292,00>210,95	y=15763,9x+29151,6	0,999	20
247	Thiaphionatmet	343,00>150,95	y=457,191x+3773,57	0,996	20
248	Thifensulfuron-methyl	387,90>167,00	y=2883,80x+46353,1	0,997	20
249	Thiobencarb	258,00>125,00	y=4993,62x+24826,7	0,999	20
250	Thiodicarb	354,90>88,00	y=11218,8x+160051	0,999	15
251	Tralkoxydim	330,10>284,10	y=6812,03x-7051,63	0,999	20
252	Triadimefon	294,00>69,05	y=3358,52x+33066,5	0,998	25
253	Triadimenol	296,05>70,00	y=3542,27x+7575,36	0,998	15
254	Triallate	304,00>86,00	y=456,840x+8624,63	0,999	20
255	Triasulfuron	401,90>167,00	y=1630,76x+15254,1	0,996	15
256	Triazophos	314,10>162,20	y=23322,1x+533051	0,998	20
257	Trichlorfon	256,85>108,90	y=646,693x+741,141	0,999	15
258	Tridemorph	298,20>130,10	y=1348,96x-1970,14	0,995	20
259	Trifloxystrobin	409,10>186,00	y=19181,2x+147195	0,997	15
260	Triflumizole	346,00>278,30	y=9203,32x+55873,1	0,998	15
261	Triflumuron	359,00>156,10	y=2683,63x+11088,6	0,998	25
262	Triforine	434,80>389,70	y=661,520x+1913,08	0,997	25
263	Triticonazole	318,00>70,10	y=5777,26x+75411,3	0,999	20
264	Uniconazole	291,80>70,10	y=3648,89x+14336,0	0,998	20

EK 2. Antep fıstığında tespit edilen pestisitlere ait MRL değerleri

MRL Değerleri	Sınıf	(µg/kg)
Acetamiprid	İnsektisit	70
Azoxystrobin	Fungusit	1000
Chlorpyrifos	İnsektisit	50
Difenocanazole	Fungusit	50
Fenthion	İnsektisit/Akarisit	20
İmidacloprid	İnsektisit	50
Propicanazole	Fungusit	10
Spirotetramat	İnsektisit	500
Tebuconazole	Fungusit	50
Thiacloprid	İnsektisit	20