

Manisa İlinden Toplanan Asma Yapraklarında Pestisit Kalıntıları

Gözde Türköz Bakırcı¹, Ezgi Çınar², Senem Karakaya²¹Dokuz Eylül Üniversitesi, Seferihisar Fevziye Hepkon Uygulamalı Bilimler Yüksekokulu, Seferihisar, İzmir²EDGE Gıda Kontrol ve Araştırma Laboratuvarı, Bornova, İzmir

Geliş Tarihi (Received): 31.05.2018, Kabul Tarihi (Accepted): 02.10.2018

✉ Yazışmalardan Sorumlu Yazar (Corresponding author): gozde.turkoz@deu.edu.tr (G.T. Bakırcı)

☎ 0 232 743 51 10 📠 0 232 743 56 45

Öz

Bu çalışmada, 2017 yılında Manisa ilinde bulunan halka açık satış alanlarından temin edilen 232 asma yaprağı (*Vitis vinifera*) örneğinde 318 pestisit kalıntısı, sıvı kromatografisi-tandem kütle spektrometresi (LC-MS/MS) ile QuEChERS yöntemi kullanılarak analiz edilmiştir. Elde edilen sonuçlar, Türk Gıda Kodeksi (TGK) Pestisit Maksimum Kalıntı Limitlerine (MRL) göre değerlendirilmiştir. Seksen beş (%36.6) numunede pestisit kalıntısına rastlanmış olup toplam 52 numunede (%22.4) TGK MRL'lerin üzerinde pestisit etken maddesi tespit edilmiştir. Analiz edilen asma yaprağı örneklerinde 318 pestisit etken maddesinden, 42 farklı pestisit ve 210 farklı sonuç elde edilmiş olup bu sonuçların 92'sinin ise MRL değerlerinin üzerinde olduğu belirlenmiştir. Analiz edilen asma yapraklarında en çok rastlanan etken maddenin metalaxyl, TGK MRL değerleri üzerinde çıkan etken maddenin ise azoxystrobin olduğu çalışmalar sonucunda ortaya çıkmıştır. Sonuçlar, asma yapraklarında pestisit kalıntısının yüksek oranda tespit edildiğini göstermektedir.

Anahtar Kelimeler: Pestisit kalıntısı, Asma yaprağı, LC-MS/MS, Manisa

Pesticide Residues in Grape Leaves Collected from Manisa, Turkey

ABSTRACT

In this study, 318 pesticide residues were analyzed in 232 grape leaf (*Vitis vinifera*) samples provided from the Manisa region of Turkey in 2017. In these analyzes, the QuEChERS method was used by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). The results obtained were evaluated according to the Turkish Food Codex (TFC) Pesticide Maximum Residue Limit (MRL). Pesticide residues were found in eighty five (36.6%) samples (22.4%) in total 52 samples detected pesticide active substance above MRLs it was. Of the 318 pesticide agents analyzed in the grape leaves, 42 different pesticides and 210 different results were obtained, and 92 of these results were compared with the MRL values. The most common factor in the analyzed grape leaves was metalaxyl, the active ingredient above the MRLs of TGK was azoxystrobin. Results showed that pesticide residues in grape leaves were detected at a high level.

Keywords: Pesticide residue, Grape leaf, LC-MS/MS, Manisa

GİRİŞ

Bağcılık üretim alanı, üretim miktarı ve üzümde elde edilen ürün çeşitliliği ile en önemli tarım kollarından birisidir. Asmanın üzümünden değişik şekillerde

yararlanıldığı gibi, bir yaşındaki dalları fidancılıkta, yaprakları ise konserve ve salamura yapımında kullanılabilir. Ülkemizde yetiştiriciliği yapılan çok sayıda üzüm çeşidinin yaprakları işlenerek salamura ya da konserve şeklinde değerlendirilmektedir [1].

Birçok ülkede bilinip tüketilen asma yaprağının besin bileşenleri yaprak sebzeler ile kıyaslanabilecek düzeydedir [2]. Asma yaprağının bileşiminde şekerler, organik asitler, amino asitler, fenolik bileşikler ve bazı vitaminler bulunmaktadır [3]. Asma yaprağının 100 g yenilebilir kısımlarındaki besin değeri; 5.60 g protein, 17.30 g karbonhidrat, 11.00 g lif, 363.08 mg kalsiyum, 91.02 mg fosfor, 11.10 mg C vitamini şeklindedir [4]. Ülkemizde yaklaşık 30'u Ege Bölgesi'nde, 15'i Tokat ilinde olmak üzere kayıtlı 45 adet salamura yaprak işletmesi mevcuttur. Bu işletmelerde işlenen yaprağın mali değeri ise tahmini; 40.000.000 TL'dir [5].

Türkiye'de ihraç edilen ve iç piyasada tüketilen salamuralık yaprağın önemli bir kısmı Tokat ve Manisa bölgelerinde üretilmektedir. Yörede asmalardan yaprak toplandığı dönemde kontakt veya sistemik ilaçlar sıkça kullanılmaktadır [6]. Bağlarda kışın asmalar uyanmadan önce başlayan ilaçlamalar belirli aralıklarla hasattan 15 gün öncesine kadar devam etmekte, bazen tek etkili madde bazen birden fazla etkili madde içeren ilaçlama programı uygulanmaktadır [7]. Asmalardan yaprak toplandığı dönemde özellikle külleme, bağ uyuzu ve mildiyöye karşı kontakt veya sistemik fungusitler sıkça kullanılmakta olup kullanılan pestisitler asma yapraklarında bazen kalıntı sorunu yaşanmasına neden olmaktadır [1].

"Pestisit" terimi, insektisitler, herbisitler ve mantar öldürücüler gibi geniş bir sınıfı içeren bitki koruyucu kimyasal maddelerini tanımlamada yaygın olarak kullanılmaktadır [8]. Tarım ve endüstride kullanılmasıdaki artıştan dolayı, pestisitler en önemli çevresel kirleticiler arasında yer almaktadır [9]. Genellikle mahsullere ekim sırasında ve hasat sonrası uygulanırlar. Kullanılan pestisitler aynı zamanda birer kirleticisi olup çevresel, gıda ve biyolojik örneklerde sıklıkla bulunmaktadır [10-13]. Yüksek dozda pestisit içeren gıdaların tüketilmesi sonucunda oluşan zehirlenmeler akut (kısa sürede şiddetli etki) ya da kronik (uzun sürede yavaş etki) olarak meydana gelebilir. Gıdalardaki pestisit kalıntılarının vücuda alınması ile ortaya çıkan kronik etki sonucu, uzun vadede çeşitli akciğer hastalıkları, kanser, beyinde hasar, karaciğer ve böbreklerde nefrozlar meydana gelmektedir [14].

Gerek ihracatta gerekse yapılan çalışmalarda, asma yapraklarında daha çok külleme, ölü kol ve bağ uyuzuna karşı kullanılan pestisit kalıntılarına rastlanmıştır. Bu kalıntılara; triadimenol, metalaksil, triadimefon ve azoksistrobin örnek verilebilir [15]. Son yıllarda gıda güvenliği ile ilgili basında çıkan haberler ile mesleki odalar ve Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığının aldığı tedbirlerden değerlendirme yapacak olursak asma yaprağındaki pestisit sorununun dikkat çekecek düzeyde ciddiyet arz ettiğini görmekteyiz [16].

Asma yaprağı üretim döneminde uygulanan ve kalıntı sorunu yaşanan sistemik fungusitlerdeki kalıntı miktarının salamura uygulamaları ile ne derece azalabileceğinin bilinmesi gıda güvenliği açısından

önemli bir boşluğu dolduracaktır. Ayrıca, yaprak üretiminde sistemik fungusitlerin uygulanıp uygulanmayacağı konusunda da kesin bir bilgiye de ihtiyaç olduğu ortadadır [7]. İnsan, hayvan ve çevre sağlığını tehdit eden en önemli etkenlerden birisinin pestisit kalıntıları olduğu bilinen bir gerçektir. Sofralık üzüm, kuru üzüm ve şaraplarda pestisit kalıntısı ile ilgili çok sayıda araştırma yapılmış olmasına rağmen [1]; salamuralık yapraklarda bu sorunla ilgili araştırmaların son derece sınırlı olduğu görülmektedir [15, 7].

Bağ hastalık ve zararlılarına karşı kullanılan ilaçların maksimum kalıntı seviyeleri (MRL) genel olarak taze olarak tüketilen üzüm esas alınarak belirlenmiştir. Asma yaprağı üretimi ülkemiz ve Yunanistan dışında ticari bir boyutta olmadığından, zirai ilaçları üreten firmaların asma yaprağına göre MRL belirleme konusunda bir çalışmaları olmamıştır. Ülkemizde ve AB mevzuatında asma yapraklarında bulunmasına izin verilen MRL değerleri analitik olarak tespit edilen en düşük limit olarak kodekse alınmıştır [17].

Bu çalışmada, 2017 yılında Manisa Bölgesinde halka açık satış alanlarından temin edilen 232 asma yaprağı (*Vitis vinifera*) örneğinde 318 pestisit kalıntı analizi, sıvı kromatografisi-tandem kütle spektrometresi (LC-MS/MS) ile QuEChERS yöntemi kullanılarak analiz edilmiştir. Elde edilen sonuçlar, Türk Gıda Kodeksi (TGK) Pestisit asma yaprağı MRL'ne göre değerlendirilmiştir.

MATERYAL ve METOT

Analizlerde yüksek saflıkta Dr. Ehrenstorfer GmbH (Augsburg, Almanya) marka pestisit standartları, HPLC saflıkta Merck (Darmstadt, Almanya) marka asetonitril (ACN), metanol (MeOH), asetik asit (HAc), susuz magnezyum sülfat (MgSO₄), sodyum asetat (NaAc) ve grafitize edilmiş karbon siyahı (GCB), Agilent (Santa Clara, ABD) marka primer sekonder amin (PSA) kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan pestisit aktif maddeleri, ana ve ara stok çözeltileri -18°C'de muhafaza edilmiştir.

Örnekler

Çalışmada 232 adet asma yaprağı (*Vitis vinifera*) numunesi kullanılmış olup örnekler Manisa ilinde bulunan halka açık satış alanlarından temin edilmiştir. Laboratuvara gelen örnekler hemen homojenize edilerek analiz edilmeye kadar -18°C'de derin dondurucuda saklanmıştır.

Cihaz

Pestisit kalıntı analizleri için AB SCIEX API 4000™ LC-MS/MS (Concord, ON, Canada) cihazı kullanılmıştır. Tablo 1'deki çalışma şartları ile analizler gerçekleştirilmiş olup her bir pestisit etken maddesi için MRM (Çoklu Reaksiyon İzleme) çifti kullanılmıştır (pestisit etken maddeleri metot parametreleri sunulmamıştır).

Tablo 1. LC-MS/MS performans Şartları

Kolon	Phenomenex, Mac Herey-Nagel (4u Fusion-RP 80A 50 x 2.0 mm)		
Akış	0.5 mL/dakika		
Hareketli Faz A	5 mM Amonyum formatlı su		
Hareketli Faz B	5 mM Amonyum formatlı metanol		
Enjeksiyon Miktarı	10 µL		
	Zaman (dakika)	%A	%B
Gradient Tablosu	5	10	90
	8	10	90
	9	95	5
	11	100	0

Ekstraksiyon Prosedürü

Tüm numuneler, TGK Pestisitlerin Maksimum Kalıntı Limitleri Yönetmeliği Ek-1 Bölüm A da belirtildiği şekilde Waring marka blender kullanılarak öğütülmüştür. Homojenize edilen numuneler, QuEChERS (hızlı, kolay, ucuz, etkili, sağlam ve güvenli) prosedürüne göre analiz edilmiştir [18]. QuEChERS metoduna göre, homojenize edilmiş üründen 50 ml lik tüp içerisindeki 15 g örnek üzerine, 15 mL %1'lik HAc:ACN (v:v), 6 g susuz MgSO₄, 1.5 g NaAc, ilave edilmiştir. 1dk. vorteksleme işleminden sonra 1 dk. 1500 rcf de santrifüjlenmiştir. Santrifüjlenen ekstraktın üst fazından 1 mL alınıp her bir ml için 50 mg PSA, 150 mg MgSO₄ ve 50 mg GCB içeren tübe aktarılmıştır. 30 s vorteksledikten sonra 1dk. 1500 rcf'de santrifüjlenmiştir. Ekstrakt LC-MS/MS sistemine verilmiştir.

BULGULAR ve TARTIŞMA

Geri kazanım, hassasiyet ve tespit limitlerinin belirlenmesi için zirai ilaç içermeyen numuneler (blank numune) kullanılmıştır. Aktif maddelerin stok çözeltileri asetonitrilde çözülerek yaklaşık 1000 mg/L olacak şekilde hazırlanmıştır. Pestisitlerin kimyasal grupları göz önünde bulundurularak aktif maddeleri içerecek şekilde 25 mg/L'lik ara stok ve ara stoklardan iyonizasyon moduna göre 2 mg/L'lik ara stok çözeltileri (metanolla) oluşturulmuştur. Kalibrasyon çalışması 318 pestisit etken maddesini içerecek şekilde 2 mg/L'lik ara stok çözeltilerinden 0.0025 ve 0.1 mg/L arasındaki konsantrasyonlarda hazırlanmıştır. Matriks etkisini dengelemek amacı ile kalibrasyonlar temiz olduğu bilinen asma yaprağı ekstraktı kullanılarak matriksli kalibrasyon oluşturulmuştur. Kalibrasyonlar için korelasyon katsayılarının (r^2) 0.99 üzerinde olduğu tespit edilmiştir (EK1). Tablo 1'de belirtilen cihaz şartları ile birlikte ekstraksiyon metodunun performansının belirlenmesi amacı ile 318 pestisit etken maddesi için, asma yaprağı numunelerinde farklı konsantrasyon seviyelerinde (0.01, 0.05 ve 0.1 mg/kg) 5 tekrarlı geri kazanım çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Kabul edilebilir ortalama geri kazanım değerleri, tüm analitler için, % 70-120 aralığında olup, RSDr \leq % 20'dir [19]. SANTE dokümanına uygun olarak metot performans kabul

kriterlerini (%70-120 geri kazanım, \leq %20 RSD) karşılayan en düşük konsantrasyon olan 0.01 mg/kg ölçüm limiti (LOQ) olarak belirlenmiştir. Belirlenen ölçüm limitleri asma yaprağı için MRL değerlerinin altında bulunmaktadır. Ölçülen değer ile gerçek değer arasındaki yakınlığı gösteren doğruluk parametresi, temiz olduğu bilinen yaprak numunesine 318 etken maddeyi içeren pestisit karışım standardı 0.01 mg/L ve 0.050 mg/L seviyelerinde olacak şekilde zenginleştirme yapılarak kontrol edilmiştir. Yapılan analiz sonuçlarının geri kazanım değerlerinin ortalaması alınarak metodun geri kazanımı ve RSD değerleri belirlenmiştir. Örneklerde değer tespit edilen etken maddelerin metot performans değerlerine ait sonuçlar Tablo 3'de verilmiştir. Sonuçlar, validasyon çalışmalarının DG-SANTE Rehberine uygun olduğunu göstermiştir.

Bu çalışma için toplam 232 adet asma yaprağı (*Vitis vinifera*) analiz edilmiştir. Analiz edilecek olan 318 adet pestisit etken maddesi, asma yaprağı için TGK Maksimum Kalıntı Limitleri Yönetmeliği'nde yasal limiti bulunan ve üzüm bağlarında zararlılara karşı kullanılan ilaçların içeriğindeki etken maddelerden seçilmiştir. Farklı kimyasal sınıflara ait 318 adet pestisit etken madde LC-MS/MS cihazı ile taranmıştır. Taraması yapılmış olan etken maddelerin listesi ve MRM çiftleri Ek1 de gösterilmektedir. Analizler sonucunda, 85 numunede en az 1 adet (% 36.6) pestisit kalıntısına rastlanmış olup toplam 52 numunede (% 22.4) TGK MRL'lerin [20] üzerinde pestisit etken maddesi tespit edilmiştir. Asma yapraklarında analiz edilmiş olan 318 pestisit etken maddeden, 42 farklı pestisit ve 210 farklı sonuç elde edilmiş olup bu sonuçların 92'sinin ise MRL değerlerinin üzerinde olduğu belirlenmiştir (Tablo 2).

Sonuçlara göre; en sık rastlanan pestisit etken maddeleri; azoxystrobin, boscalid ve metalaxyl'dir. Bu etken maddeler için tespit edilen en yüksek değerler sırası ile 1.12 mg/kg, 0.52 mg/kg ve 0.312 mg/kg'dir. Asma yaprağı örneklerinde en çok rastlanan etken madde metalaxyl iken TGK MRL değerleri üzerinde en fazla sonuç çıkan etken maddenin ise azoxystrobin olduğu görülmüştür.

Tablo 2. Tespit Edilen Pestisit Kalıntıları Sayıları ve Ortalama Değerleri

Pestisit	Tespit Edilen	>MRL	Ortalama Değer (mg kg ⁻¹)	TGK MRL (mg kg ⁻¹)
Acetamiprid	3	3	0.05	0.01
Ametoctradin	2	2	0.02	0.01
Azoxystrobin	20	20	0.82	0.01
Bifenthrin	4	2	0.06	0.05
Boscalid	15	15	0.26	0.01
Bupirimate	3	0	0.03	0.05
Carbaryl	2	2	1.06	0.01
Carbendazim/Benomyl	3	0	0.06	0.10
Chlorpyrifos	3	2	0.12	0.05
Cypermethrin	5	0	0.38	0.05
Deltamethrin	1	0	0.06	0.50
Difenoconazole	5	0	0.04	0.05
Diflubenzuron	1	0	0.03	0.05
Dimethoate	1	0	0.01	0.02
Dimethomorph	2	2	0.15	0.01
Ethoxazole	2	2	0.08	0.02
Famoxadone	1	1	0.03	0.01
Flufenoxuron	5	0	0.02	0.05
Flusilazole	1	1	0.58	0.01
Hexythiazox	1	0	0.04	0.50
Imidacloprid	10	0	0.65	2.00
Iprovalicarb	3	3	0.12	0.01
Indoxacarb	1	1	0.37	0.02
Iprodione	1	1	0.62	0.01
Kresoxim methyl	9	0	0.83	15.0
Malathion	3	2	0.30	0.02
Metaxyl	32	6	0.25	0.05
Methoxyfenozide	1	1	0.51	0.01
Metrafenone	9	9	0.36	0.01
Myclobutanil	10	1	0.04	0.02
Penconazole	3	0	0.04	0.05
Pyraclostrobin	5	0	0.01	0.02
Pyrimethanil	3	3	0.06	0.01
Spinosad	8	0	0.36	10.0
Spirodiclofen	6	4	0.33	0.02
Tebuconazole	4	2	0.08	0.02
Tebufenozide	2	0	0.01	0.05
Tetraconazole	1	1	0.19	0.02
Thiacloprid	2	2	0.04	0.01
Triadimefon	5	2	0.15	0.10
Triadimenol	10	0	0.09	0.10
Trifloxystrobin	2	2	0.21	0.01

Çalışmalar incelendiğinde asma yapraklarındaki pestisit kalıntıları ile ilgili gerçekleştirilmiş çok fazla araştırmaya rastlanmamıştır. Ancak asma yapraklarında kullanılan zirai ilaçların yaş üzümde de kullanıldığı göz önünde bulundurulduğundan üzüm çalışmaları incelenmiştir. Fujita ve arkadaşları [21], Japon yerel pazarlarından temin edilen 130 farklı üzümde acetamiprid ve cypermethrin kalıntısına rastlamıştır. Araştırmamızın sonuçları; asma yaprağı numunelerinde de benzer şekilde her iki etken maddenin tespit edildiğini ve tespit edilmiş olan değerlerin üzüme göre daha düşük olduğunu göstermiştir. Ayrıca üzüm ve asma yapraklarının zararlılardan korunması için benzer zirai ilaçların piyasada kullanıldığı görülmektedir. Gölge ve

Kabak (2018) tarafından gerçekleştirilen çalışmada ise üzüm örneklerinde, MRL üzerinde %20.4 oranında pestisit etken maddesine rastlanmıştır [22]. Çalışmamızda asma yaprağı örneklerinde %22.4 MRL üzerinde değer tespit edilmiş olup üzüme göre daha yüksek miktarda uygun olmayan sonuç elde edilmiştir. Tokat yöresinde salamura yapraklarda ve taze yapraklarda yapılan çalışmada, üretici bağlarından alınan taze asma yaprağı örneklerinde %25.0; üreticilere ait salamura örneklerinde ise %52.3 pestisit tespit edilmiştir [16]. Bu sonuçlar çalışmamızda taze asma yaprağı örneklerinde elde edilmiş olan %36.6'lık sonuç ile birlikte kalıntı sorunun önemli düzeyde olduğunu göstermektedir.

Tablo 3. LC-MS/MS Cihazında Örneklerde Değer Tespit Edilen Pestisitlerin Metot Performans Değerleri

Pestisit	Geri Alma (%)	RSD	Doğrusallık
Acetamiprid	102.38	0.0484	0.9993
Ametoctradin	101.19	0.0523	0.9956
Azoxystrobin	98.84	0.0269	0.9999
Bifenthrin	102.58	0.0434	0.9999
Boscalid	89.40	0.0721	0.9995
Bupirimate	100.92	0.0494	0.9984
Carbaryl	103.2	0.0479	0.9980
Carbendazim/Benomyl	103.58	0.0365	0.9989
Chlorpyrifos	100.52	0.0504	0.9962
Cypermethrin	102.86	0.0528	0.9993
Deltamethrin	102.26	0.0518	0.9986
Difenoconazole	100.28	0.0650	0.9909
Diflubenzuron	97.21	0.0680	0.9997
Dimethoate	104.60	0.0316	0.9991
Dimethomorph	98.44	0.0868	0.9960
Ethoxazole	94.96	0.0479	0.9995
Famoxadone	101.18	0.0524	0.9933
Flufenoxuron	95.44	0.1285	0.9996
Flusilazole	94.36	0.0404	0.9987
Hexythiazox	100.10	0.0573	0.9999
Imidacloprid	103.34	0.0325	0.9991
Iprovalicarb	95.96	0.1328	0.9906
Indoxacarb	92.44	0.0736	0.9930
Iprodione	100.66	0.0716	0.9971
Kresoxim methyl	103.26	0.0691	0.9977
Malathion	102.40	0.0477	0.9966
Metalaxyl	102.04	0.0625	0.9992
Methoxyfenozide	99.00	0.1063	0.9957
Metrafenone	94.72	0.0444	0.9984
Myclobutanyl	92.14	0.0913	0.9980
Penconazole	99.76	0.0408	0.9996
Pyraclostrobin	101.70	0.0488	0.9980
Pyrimethanil	98.96	0.0536	0.9996
Spinosad	105.56	0.0478	0.9946
Spirodiclofen	89.96	0.1025	0.9911
Tebuconazole	103.26	0.0563	0.9996
Tebufenozide	81.77	0.1313	0.9939
Tetraconazole	98.00	0.0973	0.9999
Thiacloprid	101.26	0.0936	0.9997
Triadimefon	100.58	0.0356	0.9988
Triadimenol	98.58	0.0560	0.9994
Trifloxystrobin	101.28	0.0364	0.9992

SONUÇ

Bu çalışmadaki sonuçlar incelendiğinde, asma yapraklarındaki pestisit kalıntı seviyelerinin yüksek olduğu görülmüştür. Ülkemizde asma yaprağı üretimi üzüm yetiştiriciliği ile birlikte gerçekleştirilmektedir. Bu sebeptendir ki zirai ilaçlamanın üzüme yönelik planlanması bu bağlardan toplanan yapraklarda da kalıntı sorununa neden olmaktadır. Sofralık üzüm yetiştiriciliğinde ihracat ile birlikte sıkça gündeme gelen bu sorunun, asma yapraklarında da ortaya çıkması kalıntı probleminin önemli boyutta olduğunu göstermektedir.

Asma yaprağı üreticilerinin zararlılara karşı uyguladıkları yöntemleri gözden geçirmesi ve bilinçli uygulamalar yapması hem ürün kalitesi hem de insan sağlığı için büyük önem arz etmektedir. Bu aşamada aynı bağda

yaprak ve üzüm yetiştiriciliği birlikte yapılıyorsa ilaç uygulama stratejisi her iki üründe kalıntı düzeyi düşünülerek belirlenmelidir. Bağ aşamasında gereken tüm kontroller sağlandıktan sonra son ürün kalıntı analizleri yaptırılarak ürünün kalıntı düzeyinin belirlenen maksimum kalıntı limitlerinin altında olup olmadığı, risk taşıyıp taşımadığı kontrol edilmelidir. Asma yaprağının piyasada satışını gerçekleştiren firmaların bu konuda hassasiyet göstermesi ve tüm riskleri ortadan kaldırdıktan sonra ürünü piyasaya sunmaları gerekmektedir.

Kalıntı sorunu bağda bilinçli yapılan uygulamalar, hasat sonrası ve ürün satışı öncesi kontroller ile birlikte devletin alacağı önleyici politikalar sayesinde önlenilecektir.

KAYNAKLAR

- [1] Cangı, R., Yanar, Y., Yağcı, A., Topçu, N., Sucu, S., Dülgeroğlu, Y. (2014). Narince üzüm çeşidinin yapraklarında farklı fungusit uygulamaları ve salamura yöntemlerine bağlı olarak fungusit kalıntı düzeylerinin belirlenmesi. *Journal of Agricultural Faculty of Gaziosmanpaşa University*, 31, 23-30.
- [2] Kara, Z., Akay, A., Demirhan, Y. (2006). P-Value and Some Other Quality Characters of Grape Leaves and Leafy Vegetables Grown in Türkiye. Von der Methode zum Ganzen: Potenziale Zeitgemäßer Qualitätsforschung Symposium am, February 2-3, 2006, Wien, Österreich, Tagungsband, 47p.
- [3] Cangı, R., Yağcı, A. (2017). Bağdan sofraya yemeklik asma yaprak üretimi. *Nevşehir Bilim ve Teknoloji Dergisi Cilt 6*, DOI: 10.17100/nevbittek.288316, 137-148.
- [4] Kara, Z. (2007). Sustainable viticulture activities in Turkey. *Agricoltura*, 1-2(61-62), 128-139.
- [5] Anonim, (2014). Bağ Danışma Kurulu Raporu. Asma Yaprığında Kalıntı ve Kodeks Değerlerinin Belirlenmesine Dair Rapor, Rapor No: 2. Erişim Tarihi: 18.08.2017.
- [6] Bal, H.S.G, Çallı, A., Yavuz, H., Buğancık, E. (2016). Salamuralık Yaprak Üreten Bağlarda Kimyasal İlaç Kullanımı, Kalıntı Sorunu ve Üretici Bilinci: Tokat Kazova, XVII. Ulusal Tarım Ekonomisi Kongresi, Mayıs 25-27, 2016, Samsun, Türkiye, 801-808s.
- [7] Dülgeroğlu, Y. (2012). Salamuralık Asma Yaprığı Üretiminde Fungusit Kalıntı Miktarı Üzerine Hasat Zamanı ve Salamura Yöntemlerinin Etkisi. Yüksek Lisans Tezi. Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tokat, Türkiye, 54s.
- [8] Satpathy, G., Tyagi, Y.G., Gupta, R.K. (2014). Development and validation of multi-residue analysis of 82 pesticides in grapes and pomegranate as per the requirements of the European Union (EU) and Codex Alimentarius using GC-MS/MS with compound based screening. *American Journal of Food Science and Technology*, 2(2), 53-61.
- [9] Şen Gürsoy, S., Gürsoy, O. (2017). Pestisit analizlerinde asetilkolinesteraz inhibisyonuna dayalı iletken polimer esaslı biyosensörler. *Akademik Gıda*, 15(4), 426-435.
- [10] Malik, A.K., Blasco, C., Pico, Y., (2010). Liquid chromatography-mass spectrometry in food safety. *Journal Chromatography A*, 1217, 4018-4040.
- [11] Botitsi, H.V., Garbis, S.D., Economou, A., Tsipi, D.F. (2011). Current mass spectrometry strategies for the analysis of pesticides and their metabolites in food and water matrices. *Mass Spectrometry*, 30, 907-939.
- [12] Di Stefano, V., Avellone, G., Bongiorno, D., Cunsolo, V., Muccilli, V., Sforza, S. (2012). Applications of liquid chromatography-mass spectrometry for food analysis. *Journal Chromatography A*, 1259, 74-85.
- [13] Deme, P., Upadhyayula, V.V. (2015). Ultra performance liquid chromatography atmospheric pressure photoionization high resolution mass spectrometric method for determination of multiclass pesticide residues in grape and mango juices. *Food Chemistry*, 173, 1142-1149.
- [14] Öztekin, I. (2005). Şeftali ve Şeftali Sularında Bazı Organik Fosforlu ve Bromlu Pestisit Kalıntılarının Saptanması. Yüksek Lisans Tezi. Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa, Türkiye, 79s.
- [15] Ertürk, A. (2009). Tekirdağ İlinde Yetiştirilen Yapıncak Üzüm Çeşidinin Yapraklarında Salamura Öncesi ve Sonrası Fungusit Kalıntı Miktarı. Yüksek Lisans Tezi. Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ, Türkiye, 29s.
- [16] Özata, K. (2012). Tokat Yöresinde Üretilen Salamuralık Asma Yapraklarında Pestisit Kalıntı Düzeylerinin Belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tokat, Türkiye, 48s.
- [17] Gülcü, M. Torçuk, A.İ. (2016). Yemeklik Asma Yaprığı Üretimi ve Pazarlamasında Kalite Parametreleri, VII. Bahçe Ürünlerinde Muhafaza ve Pazarlama Sempozyumu, Ekim 04-07, 2016, Isparta, Türkiye, 75-79s.
- [18] Lehotay, S.J. (2007). Determination of pesticide residues in foods by acetonitrile extraction and partitioning with magnesium sulfate: collaborative study. *Journal of AOAC International*, 36, 485-520.
- [19] European Commission DG-SANTE. 2017. Method validation and quality control procedures for pesticide residue analysis in food and feed. Document SANTE/11813/2017, January 1, 2018.
- [20] Türk Gıda Kodeksi Pestisitlerin Maksimum Kalıntı Limitleri Yönetmeliği, 2016. T.C. Resmi Gazete, 29899, Kasım 25, 2016.
- [21] Fujita, M., Yajima, T., Iijima, K., Sato, K. (2012). Comparison of the variability in the levels of pesticide residue observed in Japanese cabbage and grape units. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60, 1516-1521.
- [22] Golge, O., Kabak, B. (2018). Pesticides residues in table grape and exposure assessment. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 66, 1701-1713.