



## Ege Bölgesi'nde Satılan Üzüm, Erik ve Kayısı Pestillerinin Aflatoksinler ve Okratoksin A Düzeylerinin Belirlenmesi

Özlem ÇAĞINDI<sup>1\*</sup> Aşlı TALAY<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü, Manisa  
\*e-posta: ozlem.cagindi@cbu.edu.tr

Alındığı tarih (Received): 24.11.2016

Kabul tarihi (Accepted): 13.03.2017

Online Baskı tarihi (Printed Online): 22.04.2017

Yazılı baskı tarihi (Printed): 02.05.2017

**Öz:** Çalışmada Ege Bölgesi piyasasından temin edilen 24 farklı pestil örneğinin (10 üzüm, 8 erik, 6 kayısı) aflatoksin B<sub>1</sub> (AFB<sub>1</sub>), B<sub>2</sub> (AFB<sub>2</sub>), G<sub>1</sub> (AFG<sub>1</sub>), G<sub>2</sub> (AFG<sub>2</sub>) ve okratoksin A (OTA) içerikleri floresans dedektörlü yüksek performans sıvı kromatografisi (HPLC-FLD) cihazı kullanılarak tespit edilmiştir. Pestil örneklerinin toplam aflatoksin (AFs), AFB<sub>2</sub>, AFB<sub>1</sub> içeriklerinin sırasıyla, 0.20-5.83, 0.20-1.88 ve 0.48-4.96 µg kg<sup>-1</sup> aralığında değiştiği belirlenmiştir. AFG<sub>1</sub> 2.75 µg kg<sup>-1</sup> olarak sadece 1 örnekte saptanırken, AFG<sub>2</sub> ise hiçbir örnekte saptanamamıştır. Ayrıca, örneklerde 0.12-0.84 µg kg<sup>-1</sup> arasında değişen miktarlarda OTA tespit edilmiştir. Çalışma sonucunda, tüm pestil örneklerinin mikotoksin içeriklerinin Türk Gıda Kodeksinde belirtilen yasal sınırların altında kaldığı görülmüştür.

**Anahtar Kelimeler:** Aflatoksinler, okratoksin A, pestil

### Determination of aflatoxins and ochratoxin A levels of grape, plum and apricot leathers sold in Aegean Region

**Abstract:** In this study, aflatoxin B<sub>1</sub> (AFB<sub>1</sub>), B<sub>2</sub> (AFB<sub>2</sub>), G<sub>1</sub> (AFG<sub>1</sub>), G<sub>2</sub> (AFG<sub>2</sub>) and ochratoxin A (OTA) content of 24 different fruit leather samples (10 grape, 8 plum, 6 apricot) obtained from the Aegean region were determined using high-performance liquid chromatography with a fluorescence detector (HPLC-FLD). Total aflatoxins (AFs), AFB<sub>2</sub> and AFB<sub>1</sub> contents of fruit leathers changed between 0.20-5.83, 0.20-1.88, and 0.48-4.96 µg kg<sup>-1</sup>, respectively. AFG<sub>1</sub> was determined in a single sample at 2.75 µg kg<sup>-1</sup> while AFG<sub>2</sub> could not be detected. OTA was determined between 0.12-0.84 µg kg<sup>-1</sup>. It was determined that mycotoxin content of all fruit leather samples were under the legal limits indicated in Turkish Food Codex.

**Keywords:** Aflatoxins, ochratoxin A, fruit leather

#### 1.Giriş

Meyve yetiştiriciliği ve çeşitliliği bakımından zengin olan ülkemizde yaz meyveleri çoğunlukla taze tüketilmekle birlikte, hiç bulunmadığı dönemlerde teminini sağlamak ve dayanımını artırmak için çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. Bu amaçla genel olarak meyveler ya kurutulmakta ya da çeşitli şekillerde işlenerek yeni birçok ürün elde edilmektedir. Bu ürünlerden biri olan pestil, buğday nişastası ile durultulmuş çeşitli meyve sularının karıştırılması ve güneşte kurutulması sonucu elde edilen geleneksel bir üründür

(Çagindi ve Otles 2005). Üretimde çoğunlukla üzüm kullanılsa da dut, kayısı, erik gibi meyveler de pestile işlenmektedir. Pestil yapımında meyve dışında nişasta veya düşük randımanlı un ile bazı yörelerde şeker de kullanılmaktadır. Ayrıca ceviz, fındık, badem içi, yerfıstığı vb. ile de zenginleştirilmektedir. Pestil üretim aşamaları aşağıda yer alan akış şemasında verilmiştir.

Ayıklama ve yıkama ► Sap ayırma veya çekirdek çıkarma ► Ön ısıtma (kayısı, erik vb) ► (Sıkma ► Durultma (üzüm) ► Nişasta İlavesi ►

Koyulaştırma (pişirme) ► Yayma ► Kurutma ► Katlama ► Kesme (Ekşi ve Artık 1984).

Meyvelerin üretim, hasat, kurutma, taşıma ve depolama işlemleri sırasında yetersiz ve yanlış uygulamalar mikotoksin olarak adlandırılan fungus türleri tarafından sentezlenen metabolizma ürünlerinin oluşumu riskini arttırmaktadır. Kurutulmuş meyveler içerdikleri yüksek şeker içeriği, toplanma yöntemi ve kurutma koşulları nedeniyle küf gelişimine dolayısıyla aflatoksin ve okratoksin A oluşumuna oldukça müsaittirler. Ayrıca meyvenin kurutma esnasında toprakla temas etmesi ve çevreden böceklerin istilası sebebiyle küf gelişimi riski artmaktadır (Marin ve ark. 2013). Mikotoksinler, mikotoksinlerle ile kontamine olan ürünlerle beslenen hayvan ve insanlarda latent, akut, sub-akut veya kronik karakterde mikotoksikozislere neden olmaktadır (Tiryaki ve ark. 2011). Günümüzde 100'den fazla toksijenik küf tarafından üretildiği bilinen 400'den fazla çeşit mikotoksin varlığı bildirilmesine karşın, bunlardan en tehlikelileri yüksek toksik etkileri nedeniyle aflatoksinlerdir (Hussein ve Brasel 2001; Farkhondeh 2014).

Aflatoksinler *Aspergillus flavus* ve *Aspergillus parasiticus* tarafından üretilen mikotoksin çeşididirler. 20'den fazla aflatoksin çeşidi bulunmasına rağmen AFB<sub>1</sub>, AFB<sub>2</sub>, AFG<sub>1</sub> ve AFG<sub>2</sub> doğal olarak üretilen 4 ana aflatoksinlerdir. Aflatoksinin insan ve hayvan sağlığına kanserojen, mutajen, teratojen ve bağışıklık azaltıcı etkileri görülmektedir. AFB<sub>1</sub> en genotoksik ve kanserojen aflatoksinlerdir ve tarım ürünlerinde yaygın olarak bulunmaktadır (Hepsag ve ark. 2014). Okratoksin *Penicillium* ve *Aspergillus* türleri tarafından üretilen bir mikotoksindir. OTA doğada sık olarak bulunması ve neden olduğu patolojik durumlar itibariyle oldukça önemli bir okratoksinlerdir. OTA domuzlarda böbrek hastalığına neden olmakta ve bu nedenle domuz nefropatisi olarak da adlandırılmaktadır. Okratoksinlerin birincil toksik etkisi protein sentezinin inhibasyonudur. Ayrıca genotoksik kanserojen olduğu düşünülmektedir (Whitlow ve ark. 2010). Sağlık, tarım ve ekonomi açısından mikotoksinler dünya çapında önemli bir sorundur.

1967 yılında ülkemizden Kanada'ya ihraç edilen 10 ton iç fındıkta aflatoksin varlığının saptanması gerekçesi ile iade edilmesi üzerine, bu konudaki ilk çalışmalar başlamıştır (Sert 1983). Daha sonraki yıllarda kurutulmuş meyvelerde aflatoksin ve OTA kontaminasyonu ile ilgili çeşitli çalışmalar yapılmış olup, bu çalışmalar kurutulmuş üzüm, kurutulmuş incir, hurma, kurutulmuş kayısı, kurutulmuş erik, kurutulmuş dut, kurutulmuş kiraz, kurutulmuş ayva ve kurutulmuş hindistancevizi gibi meyveleri kapsamaktadır (Juan ve ark. 2008; Bircan 2009; Farkhondeh 2014; Reazai ve ark. 2014; Azaiez ve ark. 2015; Masood ve ark. 2015; Palumbo ve ark. 2015). Yapılan çalışmalar incelendiğinde, Juan ve arkadaşlarının 20 kuru üzüm, 20 ceviz, 20 fıstık, 20 kurutulmuş incir ve 20 antepfıstığı ile yapmış oldukları çalışmaya göre; antepfıstıklarının % 5'i, cevizin % 20'si ve kurutulmuş üzümün % 20'si Avrupa Birliği (AB) tarafından belirlenmiş olan maksimum kabul edilebilir limitin (2 µg/kg) üzerinde AFB<sub>1</sub> içerdiği ve kurutulmuş incirlerin % 15'i AB tarafından belirlenmiş olan maksimum kabul edilebilir limitin (4 µg/kg) üzerinde toplam aflatoksin içerdiği görülmüştür (Juan ve ark. 2008).

Bircan (2009) tarafından yapılan çalışmada, Türkiye'den AB ülkelerine gidecek olan 98 kuru incir, 53 çekirdeksiz kuru üzüm ve 20 kuru kayısı örneğinde OTA varlığı araştırılmıştır. Çalışmada, çekirdeksiz kuru üzümün % 4 'ünün Avrupa Birliği tarafından belirlenen maksimum limitlerin (10 ng g<sup>-1</sup>) üzerinde OTA içerdiği, % 53 çekirdeksiz kuru üzümde saptanabilir seviyede (0.51-58.04 ng g<sup>-1</sup>) OTA ve % 18 kuru incirde saptanabilir seviyede (0.87-24.37 ng g<sup>-1</sup>) OTA içeriği olduğu bildirilmiştir. 20 kuru kayısıdan sadece birinin OTA ile kontamine olduğu belirlenmiş olup OTA miktarı 0.97 ng g<sup>-1</sup>'dir (Bircan 2009).

Mac Donald ve ark. (1999) yapmış oldukları çalışmada, 60 kuru üzüm numunesini OTA açısından incelemiştir. 20 kuşüzümünün 19'unun, 20 sultani üzümünün 17'sinin ve 20 kuru üzümünün 17'sinin 0.2 µg/kg'ı geçen miktarda OTA içerdiğini tespit etmişlerdir (Mac Donald ve ark., 1999).

Gürses (2006) 28 fındık, 24 ceviz, 18 yer fıstığı ve 11 leblebi örneğinde ince tabaka kromatografisi ile aflatoksin analizi yapmıştır. 81 örneğin 26 'sında 1-113 ppb aralığında aflatoksin tespit ederken 1 fındık örneğinde 113 ppb aflatoksin tespit etmiştir (Gürses, 2006).

Yukarıda örnek verilen çalışmalarda da görüldüğü gibi pestilin; hammaddesi olan meyveler, içerisine eklenen çeşniler ve üretim yöntemi nedeni ile mikotoksinler açısından riskli olabilecek gıda maddeleri arasında olduğu düşünülmektedir. Ancak yapılan kapsamlı literatür araştırması sonucunda, sadece Maragos ve ark (2015) elma pestilinde patulin tespitine yönelik bir çalışma yaptığı diğer pestil çeşitleri ve diğer mikotoksinlerin çalışılmadığı görülmüştür. Bu çalışmada, Ege Bölgesi piyasasından temin edilen üzüm, erik ve kayısı pestillerinin AFB<sub>1</sub>, AFB<sub>2</sub>, AFG<sub>1</sub>, AFG<sub>2</sub> ve OTA açısından incelenmesi ve literatürdeki bu eksikliğin giderilmesi amaçlanmıştır.

## 2. Materyal ve Metod Kimyasal ve Standartlar

Araştırmada Supelco marka (Bellefonte, ABD) AFG<sub>2</sub>, AFG<sub>1</sub>, AFB<sub>2</sub>, AFB<sub>1</sub> ve OTA standardı kullanılmıştır. Aflatoksin standardı 0.3 µg/mL G<sub>2</sub> ve B<sub>2</sub>, 1 µg/mL G<sub>1</sub> ve B<sub>1</sub> içermektedir (Supelco Bellefonte, ABD). OTA standardı 50 µg/mL OTA içermektedir (Supelco Bellefonte, ABD). Çalışma standartları her çalışmadan önce günlük olarak hazırlanmıştır. VICAM marka (Watertown, MA, ABD) immunoaffinite kolonlar (AflaTest™, OchraTest™) kullanılmıştır. Ultra saf su (Thermo Scientific, Milford, MA, USA) cihazından temin edilmiştir. Kullanılan asetonitril ve metanol (Sigma Aldrich, St. Louis, MO, USA) gibi kimyasallar HPLC saflığındadır.

Çalışmada Ege Bölgesi piyasasından temin edilen 24 farklı pestil örneğinin (10 üzüm, 8 erik, 6 kayısı) analizi yapılmıştır. İyi bir homojenizasyonun sağlanması amacıyla 500 g pestil örneği 500 g ultra saf su ile karıştırılarak waring blender (Waring, USA) ile parçalanmış ve elde edilen örnekler analiz edilinceye kadar hava geçirmez cam kavanozda -18 °C'de saklanmıştır.

## AFG<sub>2</sub>, AFG<sub>1</sub>, AFB<sub>2</sub> ve AFB<sub>1</sub> 'in ekstraksiyonu, İmmunoaffinite Kolon (IAC) ile ayırma ve HPLC koşulları

Aflatoksin analizinde AOAC Official Method 999.07 (AOAC 2000) yöntemi bazı modifikasyonlar yapılarak uygulanmıştır. Homojen hale getirilmiş pestil örneklerinden 100 g alınmış ve üzerine 5 g NaCl ve 200 mL metanol (HPLC saflıkta) eklenerek 3 dakika Waring parçalayıcıda yüksek hızda karıştırılmıştır. Whatman No:4 filtre kağıdından süzme işlemi yapılmış, bu süzüntüden 5 mL alınarak 20 mL fosfat tamponu (PBS) (pH:7.3) ile karıştırılmıştır. Elde edilen bu karışım (25 mL) ile 1 dk vortekslenildikten sonrasında 1.5 µm'lik mikrofiber filtre (1.5 µm, 110 mm, Vicam, Watertown, MA, USA) ile süzülerek immunoaffinite kolondan geçmeye uygun hale getirilmiştir. İmmunoaffinite kolon vakum monifold düzeneğine yerleştirilmiş ve dakikada 2-3 mL olacak şekilde süzüntü kolondan geçirilerek aflatoksinlerin antikor tarafından tutulması sağlanmıştır. Örneğin hepsi kolondan geçirildikten sonra kolon 15 mL ultra saf su ile yıkanmış ve 1 dakika hava geçirilerek su damlacıklarının kalması önlenmiştir. 1 mL MeOH (HPLC saflıkta) ve sonrasında 1 mL ultra saf su kendi akışıyla kolondan geçirilerek aflatoksinin elüsyon çözücüsüne geçmesi sağlanmıştır. Elde edilen eluat HPLC'de analiz edilinceye kadar 4 ° C'de saklanmıştır.

Analizlerde Agilent 1260 Infinity model (Palo Alto, California, USA) HPLC cihazı ve floresans dedektör kullanılmıştır. Kromatografik koşullar ise, 5 µm'lik Thermo Scientific (Waltham, MA, USA) Hypersil™ ODS C 18, 250 x 54.6 mm kolon, floresans dedektörde kullanılan dalga boyları eksitasyon 362 nm, emisyon 425 nm, kullanılan mobil faz su:metanol:asetonitril (5:3:2) (v:v:v) ve 1 litresinde 350 µl 4 M'lık nitrik asit, 120 mg potasyum bromürden oluşmuştur. Akış hızı 1 mL/dk ve fırın sıcaklığı 25 °C, enjeksiyon hacmi 100 µL'dir. Ayrıca türevlendirme amacıyla Kobra hücre (Coring System Diagnostix, GmnH, Gernsheim, Germany) kullanılmıştır.

**OTA'nın ekstraksiyonu, İmmunoaffinite Kolon (IAC) ile ayırma ve HPLC koşulları**

OTA analizinde bazı modifikasyonlar yapılarak AOAC Official Method 2000.03 (AOAC 2002) yöntemi kullanılmıştır. Homojen hale getirilmiş pestil örneklerinden 100 g alınarak üzerine 140 mL metanol (HPLC saflıkta) ile 10 mL ultra saf su eklenmiş ve 1 dakika yüksek hızda Waring parçalayıcı ile karıştırılmıştır. Whatman No:4 filtre kağıdı ile süzme işlemi yapıldıktan sonra, bu süzüntüden 10 mL alınarak 40 mL % 0.01 Tween 20 içeren fosfat tampon çözeltisi ile 2 dk karıştırılmıştır. Karıştırma işleminin ardından mikrofiber filtre (1.5 µm, 110 mm, Vicam, Watertown, MA, USA) ile süzümüştür. OchraTest™ immunoaffinite kolonlar vakum monifold düzeneğine yerleştirilmiş ve süzüntünün 20 mL'si 1-2 damla/saniye sabit hızla kolondan geçirilerek OTA'nın antikör tarafından tutulması sağlanmıştır. Süzüntünün hepsi kolondan geçirildikten sonra yaklaşık 1-2 damla/saniye sabit hızla 10 mL % 0.01 Tween 20 içeren fosfat tampon çözeltisi ve 10 mL ultra saf su geçirilerek kolon yıkanmıştır. Kolondan yaklaşık 1 damla/saniye sabit hızla 1.5 mL metanol-asetik asit (% 98:2,v/v) geçirilerek kolondan OTA ayrılmış ve eluat temiz bir cam tüpte toplanmıştır, sonrasında 1.5 mL distile su ilave edilerek vortekste karıştırılmıştır. Elde edilen eluat HPLC'de analiz edilinceye kadar 4° C'de saklanmıştır.

Agilent 1260 Infinity model (Palo alto, California, USA) HPLC cihazı ve floresans dedektör (FLD) OTA analizi için kullanılmıştır. Analiz sırasında, 5 µm'lik Thermo Scientific

(Waltham, MA, USA) Hypersil™ ODS C18, 250 x 54.6 mm kolon, su:asetonitril:asetik asit (%49.5:49.5:1; v/v/v) karışımı mobil faz olarak kullanılmıştır. Akış hızı 0.8 mL/dk ve fırın sıcaklığı 25 °C, enjeksiyon hacmi 100 µL'dir. Floresans dedektörde kullanılan dalga boyları eksitasyon 362 nm, emisyon 425 nm'dir.

Çalışmada lineerlik, tayin limiti (LOD), ölçüm limiti (LOQ), tekrarlanabilirlik ve tekrar üretilebilirlik gibi HPLC performans parametreleri saptanmıştır. Metodun lineerliği 5 noktalı kalibrasyon eğrisi çizilerek saptanmıştır. Kalibrasyon eğrilerinin oluşturulmasında AFG<sub>2</sub> ve AFB<sub>2</sub> 0.058-5.184 µg kg<sup>-1</sup>, AFG<sub>1</sub>, AFB<sub>1</sub> 0.192-17.28 µg kg<sup>-1</sup> ve OTA ise 0.05-20.00 µg kg<sup>-1</sup> aralıkları kullanılmıştır. Tayin limiti sinyal gürültü oranının S/N=3/1 olmasında dayanılarak, ölçüm limiti ise sinyal gürültü oranının S/N=10/1 olmasına dayanılarak hesaplanmıştır (British Standard 2000). Hesaplanan LOD ve LOQ yasal sınırın altındadır. Metot kesinliğini belirlemek üzere bağıl standart sapma yüzdeleri tekrarlanabilirlik ve tekrar üretilebilirlik cinsinden, bir standart konsantrasyonunda aynı gün altı replikasyon ve üç ayrı günde üçer replikasyon olarak hesaplanmıştır. Pestilde aflatoksinler ve OTA için metot validasyon sonuçları Çizelge 1'de verilmiştir. Sonuçlar AFs ve OTA için iyi lineer sonuç (R<sup>2</sup> ≥0.99) göstermiştir. Geri kazanım değerleri, aflatoksin ve OTA içermeyen örneklerde 0.15-0.30 µg/kg AFG<sub>2</sub> ve AFB<sub>2</sub>, 0.5-1.0 µg/kg AFG<sub>1</sub> ve AFB<sub>1</sub> ve 0.1-0.2 µg/kg OTA ilave edilmesi ile belirlenmiştir. Metot AFs ve OTA için iyi geri kazanım sonuçları vermiştir. Çizelge 2'de pestillerin AFs ve OTA geri kazanımları yer almaktadır.

**Çizelge 1.** Aflatoksinler ve OTA metot validasyon sonuçları

**Table 1.** Method validation results of aflatoxins and OTA

Analit	LOD (µg kg <sup>-1</sup> )	LOQ (µg kg <sup>-1</sup> )	Lineerlik	R <sup>2</sup>	Lineer Aralık (µg kg <sup>-1</sup> )	% RSD (tekrarlanabilirlik)	% RSD (tekrar üretilebilirlik)
AFG <sub>2</sub>	0.05	0.15	y=23.0710x-0.0034	0.998	0.058-5.18	0.72	1.25
AFG <sub>1</sub>	0.03	0.09	y=22.7301x+0.0178	0.990	0.192-17.28	0.24	0.80
AFB <sub>2</sub>	0.05	0.15	y=88.4237x+0.0118	0.994	0.058-5.18	0.37	4.20
AFB <sub>1</sub>	0.03	0.09	y=44.6565x+0.0334	0.991	0.192-17.28	0.18	9.24
OTA	0.10	0.30	y=856.169x-0.0050	0.999	0.05-20.00	0.98	7.06

**Çizelge 2.** Aflatoksinler ve OTA için geri kazanım değerleri  
*Table 2. Recovery values of aflatoxins and OTA*

Analit	Zenginleştirme miktarı ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )	Geri Kazanım (%)	RSD (%)
AFG <sub>2</sub>	0.15	94.19	2.84
	0.30	90.66	1.65
AFG <sub>1</sub>	0.5	92.20	9.85
	1.0	69.66	3.12
AFB <sub>2</sub>	0.15	114.76	7.89
	0.30	90.20	4.80
AFB <sub>1</sub>	0.5	68.00	11.21
	1.0	69.00	2.53
OTA	0.1	83.84	28.06
	0.2	99.61	9.05

### 3. Bulgular ve Tartışma

Bu çalışmada üzüm, erik ve kayısı pestillerinin AFB<sub>1</sub>, AFB<sub>2</sub>, AFG<sub>1</sub>, AFG<sub>2</sub> ve OTA analizleri 3 paralel 2 tekrar olarak yapılmıştır. Örneklerde bulunan aflatoksin miktarları Çizelge 3'te görülmektedir. Analizlenen pestillerde AFB<sub>2</sub> miktarı 0.20-1.88  $\mu\text{g kg}^{-1}$ , AFB<sub>1</sub> miktarı 0.48-4.96  $\mu\text{g kg}^{-1}$  arasında bulunmuştur. Toplam aflatoksin miktarı 0.20-5.83  $\mu\text{g kg}^{-1}$  arasında değişmektedir. AFG<sub>1</sub> 2.75  $\mu\text{g kg}^{-1}$  olarak sadece 1 örnekte saptanırken, AFG<sub>2</sub> hiçbir örnekte saptanamamıştır. 24 örneğin (% 100) AFG<sub>2</sub> dedeksiyon limitinin (0.05  $\mu\text{g kg}^{-1}$ ), 23 örneğin (% 96) AFG<sub>1</sub> dedeksiyon limitinin (0.03  $\mu\text{g kg}^{-1}$ ), 17 örneğin (% 71) AFB<sub>2</sub> dedeksiyon limitinin (0.05  $\mu\text{g kg}^{-1}$ ) ve 17 örneğin (% 71) AFB<sub>1</sub> dedeksiyon limitinin (0.03  $\mu\text{g kg}^{-1}$ ) altında kaldığı görülmüştür. Çizelge 3'te de görüldüğü üzere pestillerde en çok AFB<sub>2</sub> ve AFB<sub>1</sub> saptanmıştır. Çalışmada analizi yapılan üzüm pestili örneklerinin % 30'u, erik pestili örneklerinin % 12'si, kayısı pestili örneklerinin % 50'sinin AFB<sub>1</sub> içerdiği görülmüştür. Türkiye'de ve Avrupa Birliğinde fındık, tahıllar, kuru meyveler ve bazı baharatlar için aflatoksin (toplam aflatoksin ve AFB<sub>1</sub>) seviyeleri yasal düzenlemeler ile sınırlandırılmışken pestiller için böyle bir mevzuat bulunmamaktadır. Analizleri yapılan örneklerin hiçbiri Avrupa Birliği tarafından kuru meyvelerde izin verilen değeri (toplam aflatoksin için 10  $\mu\text{g kg}^{-1}$ , AFB<sub>1</sub> için 8  $\mu\text{g kg}^{-1}$ ) aşmamaktadır.

Pestil örneklerinde OTA miktarları Çizelge 4'te yer almaktadır. Analizi yapılan pestillerde OTA miktarının 0.12 ve 0.84  $\mu\text{g kg}^{-1}$  arasında değiştiği saptanmıştır. Ayrıca 24 örneğin %

100'ünün OTA içerdiği görülmüştür. OTA için pestil ve kurutulmuş meyvelerde herhangi bir yasal düzenleme bulunmamasına rağmen, kurutulmuş asmada maksimum OTA miktarı Avrupa Birliği tarafından 10  $\mu\text{g kg}^{-1}$  olarak belirlenmiştir. Analizi yapılan pestil örneklerinde tespit edilen sonuçlar bu sınırın altındadır.

Pestillerdeki mikotoksin varlığının saptanması ile ilgili yapılan literatür araştırması sonucunda sadece tek bir çalışmaya rastlanmıştır. Maragos ve ark. (2015) tarafından yapılan bu çalışmada, elma pestilinde patulin içeriği araştırılmıştır. 36 elma pestili örneğinin 14'ü tayin limitinin (3.5  $\mu\text{g kg}^{-1}$ ) üzerinde ve 9'u ölçüm limitinin (12  $\mu\text{g kg}^{-1}$ ) üzerinde patulin içerdiği görülmüştür. Bu çalışma dışında pestile benzeyen kurutulmuş meyve, sucuk, köme gibi ürünlerde mikotoksin tayini ile ilgili sınırlı sayıda çalışma bulunmaktadır.

Erdoğan ve ark. (2003) yapmış oldukları çalışmada Erzurum'da satışa sunulan köme (cevizli pestil sucuğu) ve kuru incirlerin aflatoksin içeriklerini araştırılmıştır. Köme pestil ile benzerlik gösteren ancak pestilden farklı olarak ipe dizilmiş cevizlerin dutlu şıraya art arda birkaç defa daldırılıp çıkarılması sonucu elde edilen bir üründür. Çalışma sonunda 18 köme örneğinin 8'inde aflatoksin rastlamışlardır. Erzurum'dan temin edilen 11 örneğin 4'ünde, Elazığ'dan temin edilen 3 örneğin 2'sinde ve Gümüşhane'den temin edilen 4 örneğin de 2'sinde aflatoksin tespit etmişlerdir. Erzurum'dan alınan köme örneklerinde toplam aflatoksin miktarlarını 3.5-12.5  $\mu\text{g/kg}$ , Elazığ'dan alınanlarda 7.6-13.2  $\mu\text{g/kg}$  ve Gümüşhane'den alınan köme örneklerinde ise 1.8-10.1  $\mu\text{g/kg}$  arasında bulmuşlardır. Yapılan

çalışma sonucunda analiz edilen köme örneklerinin sağlık açısından risk oluşturacak seviyede aflatoksin içermediği bildirilmiştir (Erdoğan ve ark. 2003).

Gölge ve ark. (2016) tarafından yapılan bir diğer çalışmada, 112 cevizli sucuk ve Türk lokumu numunesinde aflatoksin analizi yapılmıştır. Cevizli sucuk ve Türk lokumunda kullanılan cevizlerin % 43.8'inde ve fındıkların % 60.9'unda 0.58-15.2 µg/kg ve 0.43-63.4 µg/kg

arasında değişen seviyelerde aflatoksin içeriği tespit edilmiştir (Gölge ve ark. 2016).

Yapılan çalışmalar incelendiğinde sonuçların birbirinden farklı olduğu ve yüksek oranda örneğin yasal sınırları aşmasa da aflatoxinler ve OTA içerdiği görülmüştür. Bu çalışmada da benzer sonuçlar elde edilmiş olup kayısı pestili örneklerinin % 50'sinin yasal sınırlar dâhilinde AFB<sub>1</sub> ve tüm pestil örneklerin yasal sınırlar dâhilinde OTA içerdiği tespit edilmiştir.

**Çizelge 3.** Pestil örneklerinde aflatoksin kontaminasyonu  
**Table 3.** Aflatoxins contamination of fruit leather samples

Pestil çeşidi	n	Parametreler	AFG <sub>2</sub>	AFG <sub>1</sub>	AFB <sub>2</sub>	AFB <sub>1</sub>	AFS <sub>Toplam</sub> *
Üzüm	10	Pozitif örnekler ** n (%)	-	-	3 (30)	3 (30)	4 (40)
		AB limitinin üzerindeki örnekler n (%)	-	-	-	-	-
		Aralık (µg kg <sup>-1</sup> )	<LOD	<LOD	LOD-1.06	LOD-2.29	LOD-2.29
		Ortalama ± SD (µg kg <sup>-1</sup> )	-	-	0.19±0.37	0.32±0.71	0.52±0.83
		Pozitif örneklerin ortalaması ± SD (µg kg <sup>-1</sup> )	-	-	0.65±0.43	1.09±1.03	1.30±0.86
		<sup>1)</sup>					
Erik	8	Pozitif örnekler ** n (%)	-	-	2 (25)	1 (12)	2 (25)
		AB limitinin üzerindeki örnekler n (%)	-	-	-	-	-
		Aralık (µg kg <sup>-1</sup> )	<LOD	<LOD	LOD-1.88	LOD-4.96	LOD-5.83
		Ortalama ± SD (µg kg <sup>-1</sup> )	-	-	0.34±0.69	0.62±1.75	0.96±2.07
		Pozitif örneklerin ortalaması ± SD (µg kg <sup>-1</sup> )	-	-	1.37±0.71	4.96	3.85±2.79
		<sup>1)</sup>					
Kayısı	6	Pozitif örnekler ** n (%)	-	1 (16)	2 (33)	3 (50)	4 (66)
		AB limitinin üzerindeki örnekler n (%)	-	-	-	-	-
		Aralık (µg kg <sup>-1</sup> )	<LOD	LOD-2.75	LOD-1.33	LOD-2.88	LOD-2.95
		Ortalama ± SD (µg kg <sup>-1</sup> )	-	0.45±1.12	0.25±0.53	0.94±1.23	1.65±1.57
		Pozitif örneklerin ortalaması ± SD (µg kg <sup>-1</sup> )	-	2.75	0.76±0.79	1.89±1.07	2.48±1.18
		<sup>1)</sup>					
Toplam	24	Pozitif örnekler ** n (%)	-	1 (4)	7 (29)	7 (29)	10 (41)
		AB limitinin üzerindeki örnekler n (%)	-	-	-	-	-
		Aralık (µg kg <sup>-1</sup> )	<LOD	LOD-2.75	LOD-1.88	LOD-4.96	LOD-5.83
		Ortalama ± SD (µg kg <sup>-1</sup> )	-	0.11±0.56	0.25±0.51	0.57±1.23	0.95±1.52
		Pozitif örneklerin ortalaması ± SD (µg kg <sup>-1</sup> )	-	2.75	0.89±0.60	1.98±1.62	2.28±1.60
		<sup>1)</sup>					

\*AFG<sub>2</sub>, AFG<sub>1</sub>, AFB<sub>2</sub> ve AFB<sub>1</sub>'nin toplamı

\*\* AFs seviyesi > LOD

**Çizelge 4.** Pestil örneklerinde OTA kontaminasyonu  
**Table 4.** OTA contamination of fruit leather samples

Pestil çeşidi	n	Parametreler	OTA
Üzüm	10	Pozitif örnekler ** n (%)	10 (100)
		AB limitinin üzerindeki örnekler n (%)	-
		Aralık ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )	0.12-0.42
		Ortalama $\pm$ SD ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )	0.24 $\pm$ 0.11
		Pozitif örneklerin ortalaması $\pm$ SD ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )	0.24 $\pm$ 0.11
Erik	8	Pozitif örnekler ** n (%)	8 (100)
		AB limitinin üzerindeki örnekler n (%)	-
		Aralık ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )	0.13-0.84
		Ortalama $\pm$ SD ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )	0.39 $\pm$ 0.28
		Pozitif örneklerin ortalaması $\pm$ SD ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )	0.39 $\pm$ 0.28
Kayısı	6	Pozitif örnekler ** n (%)	6 (100)
		AB limitinin üzerindeki örnekler n (%)	-
		Aralık ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )	0.26-0.39
		Ortalama $\pm$ SD ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )	0.32 $\pm$ 0.04
		Pozitif örneklerin ortalaması $\pm$ SD ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )	0.32 $\pm$ 0.04
Toplam	24	Pozitif örnekler ** n (%)	24 (100)
		AB limitinin üzerindeki örnekler n (%)	-
		Aralık ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )	LOD-0.84
		Ortalama $\pm$ SD ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )	0.31 $\pm$ 0.18
		Pozitif örneklerin ortalaması $\pm$ SD ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )	0.31 $\pm$ 0.18

#### 4. Sonuçlar

Gıdalarda mikotoksin oluşumunun önlenmesi büyük önem taşımaktadır. Küf kontaminasyonu ve mikotoksin üretimi çevre koşulları ile çok fazla değişkenlik göstermektedir. Bu nedenle geleneksel üretimi yaygın olan pestilin hammadde seçimine, kurutma ve depolama aşamalarına gerekli özenin gösterilmesi insan sağlığı açısından büyük önem taşımaktadır. Yapılan bu araştırma sonucunda, Ege Bölgesinde satılan üzüm, erik ve kayısı pestillerinin AFB<sub>1</sub>, AFB<sub>2</sub>, AFG<sub>1</sub>, AFG<sub>2</sub> ve OTA kontaminasyonunun yasal sınırların altında kaldığı görülmüştür. Bu sonuca rağmen OTA'nın 24 örneğin 24'ünde tespit edilmiş olması da endişe verici olarak değerlendirilmiştir. Bu nedenle meyve ve çeşni seçiminde, üretim ve kurutma aşamalarında gerekli ve yeterli şartların sağlanması ve hassasiyetin gösterilmesi mikotoksin oluşmasının önlenmesi açısından büyük önem taşımaktadır. Ayrıca, aflatoksin ve OTA açısından tehlike arz edebilecek bu tip geleneksel ürünlerin mikotoksinler açısından incelenmesi ile hem üreticilerin hem de tüketicilerin bu konuda bilinçlendirilmesi ve bu

ürünlere dikkatin çekilmesinin gerekliliği önem arz etmektedir.

#### Kaynaklar

- AOAC (2000). Aflatoxin B<sub>1</sub> and total aflatoxins in peanut butter, pistachio paste, fig paste, and paprika powder - immunoaffinity column LC with post-column derivatization. *AOAC Official Method* 999.07.
- AOAC (2002). Ochratoxin A in Barley. *AOAC Official Method* 2000.03.
- Azaiez I, Font G, Mañes J and Fernández-Franzón M (2015). Survey of mycotoxins in dates and dried fruits from Tunisian and Spanish markets. *Food Control*, 51: 340-346.
- Bircan C (2009). Incidence of ochratoxin A in dried fruits and co-occurrence with aflatoxins in dried figs. *Food and Chemical Toxicology*, 47: 1996-2001.
- British Standard. 2000. Capability of detection – part 2: Methodology in the linear calibration case. London: ISO 11843-2.
- Cagindi O and Otles S (2005). Comparison of some properties on the different types of pestil: A traditional product in Turkey. *International Journal of Food and Technology*, 40: 897-901.
- Ekşi A ve Artık N (1984). Pestil İşleme Tekniği ve Kimyasal Bileşimi. *Gıda*, 9: 263-266.
- Erdogan A, Gürses M ve Sert S (2003). Erzurum'da satışı sunulan köme (cevizli pestil sucuğu) ve kuru incirlerin aflatoksin içeriklerinin saptanması. *Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*, 34(1): 85-88.

- Farkhondeh Hal A (2014). Erzurum’da açıkta satılan bazı kurutulmuş meyveler üzerinde gelişen aflatoksin üretici mikrofungusların araştırılması. Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Biyoloji Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Erzurum, 53 s.
- Golge O, Hepsag F and Kabak B (2016). Determination of aflatoxins in walnut sujuk and Turkish delight by HPLC-FLD method. *Food Control*, 59: 731-736.
- Gürses M (2006). Mycoflora and Aflatoxin Content of Hazelnuts, Walnuts, Peanuts, Almonds and Roasted Chickpeas (LEBLEBI) Sold in Turkey. *International Journal of Food Properties*, 9: 395-399.
- Hepsag F, Golge O and Kabak, B (2014). Quantitation of aflatoxins in pistachios and groundnuts using HPLC-FLD method. *Food Control*, 38: 75-81.
- Hussein H and Brasel J (2001). Toxicity, metabolism and impact of mycotoxins on human and animals. *Toxicology*, 167: 101-134.
- Juan C, Zinedine A, Molto JC, Idrissi L and Manes J (2008). Aflatoxins levels in dried fruits and nuts from Rabat-Sale area, Morocco. *Food Control*, 19: 849-853.
- Mac Donald S, Wilson P, Barnes K, Damant A, Massey R, Mortby E and Shepherd MJ (1999). Ochratoxin A in dried vine fruit: method development and survey. *Food Additives & Contaminants*, 16: 253-260.
- Maragos CM, Busman M, Ma L and Bobell J (2015). Quantification of patulin in fruit leathers by ultra-high-performance liquid chromatography-photodiode array (UPLC-PDA). *Food Additives & Contaminants Part A Chem Anal Control Expo Risk Assess*, 32(7):1164-74.
- Marin S, Ramos AJ, Cano-Sancho G and Sanchis V (2013). Mycotoxins: occurrence, toxicology, and exposure assessment. *Food and Chemical Toxicology*, 60: 218-237.
- Masood M, Iqbal SZ, Asi MR and Malik N (2015). Natural occurrence of aflatoxins in dry fruits and edible nuts. *Food Control*, 55: 62-65.
- Palumbo JD, O’Keeffe TL, Ho YS and Santillan CJ (2015). Occurrence of Ochratoxin A contamination and detection of ochratoxigenic *aspergillus* species in retail samples of dried fruits and nuts. *Journal of Food Protection*, 78: 836-842.
- Reazai M, Sayadi M, Akbarpour B and Mohammadpourfard, I (2014). Safety of dried fruits marketed in Tehran as assessed by aflatoxins contamination. *International Journal of Food Nutrition and Safety*, 5: 24-30.
- Sert S (1983). Gıda ve yem maddelerinde aflatoksinler, Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi, Ziraat Dergisi, 4: 3-4.
- Tiryaki O, Seçer E ve Temur C (2011). Yemlerde mikotoksin oluşumu, toksisite ve mikotoksin kalıntı analizleri. *Anadolu, Journal of Aegean Agricultural Research Institute*, 21(1): 44-58.
- Whitlow, LW, Hagler JR, WM, Diaz, DE (2010). Mycotoxins in feeds, *Feedstuffs*, 74: 74-84.