



Araştırma Makalesi/Research Article

Bayramiç Beyazı Nektarinlerde Fungisit Kalıntılarının Belirlenmesi ve Tüketiciler İçin Risk Değerlendirmesi

Elif Betül Serbes¹ 

Osman Tiryaki^{2*} 

¹Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Bitki Koruma Anabilim Dalı, Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi, Çanakkale, Türkiye

²Ziraat Fakültesi Bitki Koruma Bölümü, Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi, Çanakkale, Türkiye

*Sorumlu yazar: osmantiryaki@yahoo.com

Geliş Tarihi: 22.02.2023

Kabul Tarihi: 19.06.2023

Öz

Bu çalışmanın amacı “Bayramiç Beyazı” nektarinlerde fungusit kalıntılarının belirlenmesidir. Analiz metodu SANTE kılavuzuna göre doğrulaması (verification) yapılmıştır. 10 adet fungusitin hesaplama limiti (LOQ) izin verilen maksimum kalıntı limitlerinin (MRL) altında bulunmuştur. Tüm metodun geri alımı %15.46 oransal standart sapma (RSD) ile %94.26 (n=100) olarak belirlenmiştir. Bu rakamlar SANTE geri alım limitleri ve tekrar edilebilirlik limitleri ile uyumludur. Nektarin numuneleri Haziran-Eylül 2022 arasında Çanakkale “Cuma Pazarı”ndan her hafta 5 farklı tezgahtan toplanmıştır. Fungisit kalıntıları örnekleme zamanına ve tezgaha göre belirlenmiştir. Bupirimate, cyflufenamid, difenoconazole, penconazole, tetraconazole kalıntı seviyeleri MRL değerlerinin altında bulunmuştur. Ancak birer örnekte flusilazole (MRL'nin 1.5 katı) ve triadimenol (MRL'nin yaklaşık 3 katı) kalıntıları MRL değerlerini aşmıştır. Ayrıca iki örnekte MRL'nin 1.5 katı triadimenol kalıntısı bulunmuştur. Boscalid, carbendazim ve thiophanate-methyl maksimum kalıntıları birer örnekte MRL'lerin sırasıyla, 1/20, 1/2 ve 1/10 u oranında bulunmuştur. Risk değerlendirmeleri, fungusitlere maruziyet düzeylerinin düşük olduğunu ortaya çıkarmıştır (tehlike katsayısı, HQ ≤ 1). “Bayramiç Beyazı” nektarin tüketiminde insan sağlığı açısından herhangi bir risk bulunmamıştır. Ancak, HQ ≤ 1 olsa bile en yüksek akut HQ değeri carbendazim için, en yüksek kronik HQ değeri ise flusilazole için bulunmuştur. Carbendazim, flusilazole ve triadimenol ülkemizde yasaklanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Bayramiç Beyazı, Fungisit kalıntıları, Risk değerlendirme

Determination of Fungicide Residues in Bayramiç Beyazı Nectarines and Risk Assessment for Consumers

Abstract

The aim of this study is to determine fungicide residues on “Bayramiç Beyazı” nectarines. Analytical method was verified through SANTE Guidelines. The LOQ values were below the MRLs for all 10 fungicides. Method overall recovery was identified as 94.26% (n=100) with RSD of 15.46%. Such a value was within the SANTE recovery and repeatability limits. “Bayramiç Beyazı” nectarine samples were collected each week from 5 different stands of Çanakkale “Cuma Open Market” between June - September, 2022. Fungisit residues were assessed for sampling time/stands. Bupirimate, cyflufenamid, difenoconazole, penconazole and tetraconazole levels were below the MRLs. However, flusilazole (1.5 times MRL) and triadimenol (3 times MRL) residues in one sample exceeded MRL values. In addition, 1.5 times MRL of triadimenol residues were found in 2 samples. The maximum residues of boscalid, carbendazim and thiophanate-methyl were 1/20, 1/2 and 1/10 of the MRLs in one sample respectively. Risk assessments revealed that exposure levels were low (hazard quotient, HQ ≤ 1). There was no risk for human health through consumption of “Bayramiç Beyazı” nectarines. However, the highest acute HQ and chronic HQ values were found for carbendazim and flusilazole, even if their HQ ≤ 1. Carbendazim, flusilazole and triadimenol are banned in Turkey.

Keywords: Bayramiç Beyazı, Fungicide residues, Risk assessment.

Giriş

Bayramiç Beyazı nektarin, Çanakkale'nin Bayramiç İlçesinde Kazdağları eteklerinde uzun süredir endemik bir tür olarak yetişmektedir. Kendine özgü aroması, rengi, tadı ve uzun raf ömrü vardır. "Bayramiç Beyazı'nı" öne çıkaran en önemli etken ülkemiz için 7., Çanakkale İli için ise 1. Avrupa Birliği Coğrafi İşaret Tescilli alan ürünü olmasıdır. Bu ürün Çanakkale'de 5500 da'lık alanda, 250 bin ağaçta üretilmekte ve yıllık ortalama 15 bin ton ürün alınmaktadır. Son yıllarda İzmir ve İstanbul gibi şehirlerde yüksek fiyatlarla satılabildiğinden, yetiştiriciliği yüksek bir seviyeye ulaşmıştır (Anonim, 2022). "Bayramiç Beyazı" yetiştiriciliğinde zarar yapan hastalıklar, diğer nektarin ve şeftali çeşitlerinden farklı değildir. Yetiştiricilikte *Shaerotheca pannosa* var. *persicae* (Şeftali küllemesi), *Taphrina deformans* (yaprak kıvrıcıklığı) en sık rastlanan hastalıklardır. Üreticiler, bu hastalıklara karşı hızlı olması, etkili sonuç vermesi nedeniyle pestisit kullanımını tercih etmekte ve mefentrifluconazole, bakır sülfat, captan, ziram, dodine başta olmak üzere birçok fungusit kullanmaktadırlar (BKÜ, 2023a). Bilinçsiz ilaçlamalar çevreye ve insan sağlığına oldukça zararlıdır ve üründe kalıntı riski olasıdır. Pestisitlerin güvenli ve etkili uygulamalarının kontrol edilmesi için, kalıntılarının düzenli aralıklarla izlenmesi ve risk analizlerinin yapılması gerekir (Ambrus ve ark., 2023). Bu fungusitler için AB Gıda ve Yemler için Hızlı Alarm Sisteminden (Rapid Alert System for Food and Feed) uyarı alınması olasıdır (RASFF, 2023). Bu nedenle ürünlerde pestisit kalıntı analizlerinin yapılması özel öneme sahiptir.

Sebze ve meyvelerde pestisit analizleri Anastassiades ve ark. (2003) tarafından geliştirilen QuEChERS (Quick-Easy-Cheap-Efficient-Rugged-Safe) methodu ile yapılmaktadır (AOAC, 2007; Polat ve Tiryaki, 2019; Dülger ve Tiryaki, 2021; Balkan ve Karaağaçlı, 2023). Bu metot kullanılmadan önce metodun laboratuvar koşullarında gereken performansta çalıştığına doğrulanması gerekir (Omeroglu ve ark., 2012).

Antalya İli Korkuteli ilçesinde meyve bahçelerinden 35 bahçeden toplanan meyve numunelerinde GC-MS/MS ve LC-MS/MS cihazları kullanılarak pestisit kalıntıları araştırılmıştır. Onbir adet şeftali numunesinin 10 adedinde captan (0.030-0.060 mg kg⁻¹ sınırlarında, difenoconazole (0.022 mg kg⁻¹), tebuconazole (0.051-0.093 mg kg⁻¹ sınırlarında) ve triadimenol (0.18 mg kg⁻¹) kalıntıları bulunmuştur. Bu değerler MRL değerlerinin altındadır (Çelik, 2022).

Öztekın ve Başoğlu (2007) yaptıkları bir çalışmada, şeftaliler, diazinon etkili maddeli preparat ile önerilen dozda (0.75 ml ilaç/l su) ve aşırı dozda (1.50 ml ilaç/l su) ilaçlamışlardır. Her bir pestisit uygulama grubu için 15 ağaç kullanılmıştır. Kalıntı analizleri GC/MSD cihazında yapılmıştır. Önerilen doz ile ilaçlanmış şeftalilerde ortalama 227.86 µg kg⁻¹ diazinon kalıntısı bulunmuştur. Aşırı doz ilaçlamalarında ise ortalama 323.18 µg kg⁻¹ kalıntı bulunmuştur. Aşırı doz kullanım risklerinin vurgulandığı çalışmada, meyve suyunda diazinon kalıntıları %99 düzeyinde azalmıştır.

Dülger ve Tiryaki (2021) tarafından yapılan bir çalışmada Çanakkale'de pazarlardan toplanan şeftali ve nektarinlerde boscalid, tebuconazole ve chlorpyrifos kalıntıları QuEChERS-LC-MS/MS yöntemi ile belirlenerek risk değerlendirilmesi yapılmıştır. Çalışmanın metot doğrulama kısmında tüm metodun geri alımı nektarinde %113.61, şeftalide ise %113.51 oranında bulunmuştur. Şeftali ve nektarinler Çanakkale Cuma pazarından 12 hafta boyunca toplanmıştır. Hiçbir örnekte kalıntı seviyesi MRL değerini aşmamıştır. Şeftalide en fazla 567.80 µg kg⁻¹, nektarinde ise 322.10 µg kg⁻¹ boscalid kalıntısı bulunmuştur. Tebuconazole için en fazla kalıntı seviyesi şeftali için 47.53 µg kg⁻¹ nektarin için ise 56.96 µg kg⁻¹ dir. Pestisitlere maruziyet değerlendirmesi WHO Kılavuzuna göre yapılmış ve bu 3 pestisit kronik maruziyet riski düşük bulunmuştur. Şeftali ve nektarin tüketiminde bu 3 pestisit insan sağlığına riski bulunmamıştır.

Ersoy ve ark. (2011)'nin yaptıkları bir çalışmada, Konya'da mahalli pazarlar, kuru yemiştirler ve market gibi alanlardan toplanan 10 adet şeftali ve 3 adet nektarin numunelerinde pestisit kalıntılarını araştırmışlardır. Nektarin numunelerinde MRL düzeylerinin altında olarak, 2 örnekte chlorpyrifos (5 ve 10 µg kg⁻¹), birer örnekte acetamiprid (6.0 µg kg⁻¹) ve benomyl-carbendazim (6.0 µg kg⁻¹) kalıntısı bulunmuştur. 5 adet şeftali örneğinde pestisit kalıntısına rastlanılmamıştır. Bir şeftali numunesinde 929.0 µg kg⁻¹ chlorpyrifos kalıntısı bulunmuş olup, bu değer MRL değerinin yaklaşık 5 katıdır. Yine birer adet numunede MRL düzeyini aşmayan imidocloprid, benomyl, carbendazim, omethoate, acetamiprid, phosalone, carbaryl kalıntılarında rastlanmıştır.

Başka bir çalışmada ise, İzmir İli'nin Buca, Bornova ve Karşıyaka halk pazarlarından alınan 42 adet meyve ve sebze numunesinde pestisit kalıntıları araştırılmıştır. Numuneler; QuEChERS-LC-MS/MS ve GC/MS sistemlerinde analiz edilmiştir. Şeftalilerde 1 mg kg⁻¹ chlorantraniliprole, 0.1 mg kg⁻¹

¹ deltamethrin, 2 mg kg⁻¹ spirodiclofen ve 1 mg kg⁻¹ phosmet bulunmuştur. Bu değerler şeftali için MRL değerlerinin altındadır (Kaya ve Tuna, 2019).

Çin’de yapılan bir çalışmada şeftalilerde carbendazim ve paclobutrazol kalıntıları örneklenen numunelerin %7.5 inde MRL yi aşmıştır. MRL yi aşmayan oranlarda da difenoconazole (36.6 µg kg⁻¹), pyraclostrobin (3.3 µg kg⁻¹) ve thiophanate-methyl (19 µg kg⁻¹) bulunmuştur. Akut ve kronik risk değerlendirmelerinde tüketiciler için risk bulunmamıştır (Zhang ve ark., 2021). Yunanistan’da Chatzicharisis ve ark. (2012) hasat öncesi pestisit uygulamaları ile şeftali ve nektarinlerde 6 pestisit kalıntısını araştırmışlardır. Araştırmacılar ilaçlama ile hasat aralığı arttıkça pestisit kalıntılarının azaldığını vurgulayarak; bupirimate, chlorpyrifos, fenoxycarb, iprodione ve pirimicarb kalıntılarını MRL seviyelerinden daha düşük bulmuşlardır. Chlorothalonil kalıntısı ise LOQ değerinden daha düşük çıkmıştır.

Galiotta ve ark. (2011) şeftali numunelerinde pestisitlerin azalma eğimleri konusunda çalışmışlardır. Azinphos-methyl, azoxystrobin, acetamiprid ve thiacloprid geri alımlarını sırasıyla, %98.1, %95.3, %98.6 ve %80.6 olarak bulmuşlardır. Kalıntıların MRL değerinin altına düşmesi için thiacloprid için 10-12 gün, acetamiprid için ise 25 gün gerekli olmuştur.

Uygun olmayan koşullarda pestisit kullanımı insan sağlığı üzerinde, kanser, baş ağrısı, mide bulantısı, endokrin bozukluklar gibi risklere sebep olur. Bundan dolayı günlük maruziyet risk analizleri son yıllarda büyük dikkat çekmektedir (Marete ve ark., 2020; Chen ve ark., 2021). Tüketici sağlığına yönelik akut ve kronik risk analizleri yapılmaktadır. Risk değerlendirmeleri ilgili ürünün günlük tüketim miktarına ve ürün için bulunan kalıntı verilerine göre yapılmaktadır. Kronik risk değerlendirmesinde ilgili pestisit günlük alınabilir miktarı (ADI, mg kg⁻¹ va gün⁻¹) kullanılır ve tahmini günlük alım (EDI, mg kg⁻¹ va gün⁻¹) ve kronik tehlike katsayısı (HQ) hesaplanır. Benzeri şekilde akut risk değerlendirmesinde ilgili pestisit akut referans doz (ARfD, mg kg⁻¹ va gün⁻¹) kullanılır ve tahmini kısa süreli alım (ESTI, mg/ kg va/gün) ve akut tehlike katsayısı (HQa) hesaplanır (EFSA, 2007; Balkan ve Yılmaz, 2022).

Bu literatür bilgileri ışığında çalışmada Çanakkale Cuma Pazarından örneklenen “Bayramiç Beyazı” nektarinlerde QuEChERS metodu ile fungusit kalıntılarının araştırılması amaçlanmıştır. Analiz metodu SANTE (2021)’e göre doğrulanmıştır. Bulunan kalıntıların tüketiciler için akut ve kronik risk değerlendirmeleri de yapılmıştır.

Materyal ve Yöntem **Çözücü ve Kimyasallar**

Tarım ilacı etkili madde standartları Dr. Ehrenstorfer GmbH ve Chem Service firmalarından temin edilmiştir. QuEChERS ekstraksiyon kiti [6 g susuz magnesium sulfat (MgSO₄) + 1.5 g susuz sodium asetat (NaOAc)] ekstraksiyon işleminde, QuEChERS clean-up kiti [1.2 g MgSO₄) + 400 mg primary and secondary amin (PSA, 40 µm partikül büyüklüğü) + 400 mg C₁₈] ise clean up işleminde kullanılmıştır. Filtre için 0.22 µm şırınga filtre kullanılmıştır. Asetikasit (HAc) ve asetonitril (MeCN) gibi diğer solventler analitik saflıktadır. Standart solusyonları (1.0 µg ml⁻¹), stok solusyondan (400 µg ml⁻¹) seyreltme ile hazırlanmıştır. Matrisli (MC) kalibrasyon solusyonları (1-200 pg µl⁻¹) MeCN ile hazırlanmıştır. Fortifikasyon solusyonları fungusitlerin 1 x LOQ ve 10 x LOQ seviyelerine göre hazırlanmıştır.

Ekipmanlar ve Kromatografik Koşullar

Kromatografik analizler LC-MS/MS cihazı ile yapılmıştır. Cihaza Acquity UPLC BEH C₁₈ kolonu (1.7 mm, 2.1x100 mm) bağlanmıştır. Enjeksiyon hacmi 1 µl, akış oranı 0.35 ml dak⁻¹, ve koşum süresi 15 dakikadır. Metanol içinde 10 mM amonyum acetate (B) ve pH’ı 5 olan su içinde 10 mM amonyum acetate (A) dan oluşan gradient program kullanılmıştır. Fungisitlerin alıkonma zamanları, doğrulama ve hesaplama iyonları Çizelge 1’de verilmiştir. Ayrıca çalışmada; mikro-otomatik pipet (Microlit CE), 50 ml’lik santrifüj tüpü, santrifüj (Hettich EBA 280, 4500 rpm), hassas terazi (Shimadzu ATX224) vorteks (VELP scientifica), blender (Waring Commercial Blender), cam GC viyalleri (Agilent technologies, 1.5 ml) kullanılmıştır.

QuEChERS analiz metodunun doğrulanması

Bu çalışmada, QuEChERS-AOAC 2007.01 metodu SANTE kılavuzunda belirtilen doğrusalılık, geri alım, kesinlik ve LOQ parametrelerine göre doğrulanmıştır. Matrisli kalibrasyon ve miktarsal hesaplama için temsili elma matrisi kullanılmıştır (SANTE, 2021). 1 kg blank nektarin homojenize edilmiş ve 15 g blank nektarin örneğine 100 µL fungusit spike solusyonu 2 seviyeli, 5 tekrarlı olarak

uygulanmıştır. Karışımlar 30 sn vorteks ile karıştırılmış, 15 dak. süre ile fungusitin örneğe nüfuz etmesi için bekletilmiştir (Şekil 1). Geri alım ölçülen miktarın, spike edilen miktara oranıdır. Kalibrasyon 1-200 pg μl^{-1} sınırlarında doğrusaldır.



Figure1. Analytical steps of QuEChERS-AOAC Official Method 2007.01 (Lehotay, 2007)

Şekil 1. QuEChERS-AOAC Official Method 2007.01 yönteminin analitik basamakları (Lehotay, 2007)

Örneklerin toplanması ve analizleri

Bayramiç Beyazı nektarin numuneleri 15 Haziran-30 Eylül 2022 tarihleri arasında Çanakkale Cuma Pazarından 14 hafta süre ile 5 farklı (5 tezgah/hafta) tezgahdan (A, B, C, D, E) alınmıştır. Analizler hafta ve tezgah bazında yapılmıştır. Her örneklemeden 1 kg nektarin örneği homojenize edilmiş ve 15 g'lık 3 analitik porsiyon analize alınmıştır. Spike edilen ve pazardan toplanan nektarin örneklerinin analizi QuEChERS metodu ile yapılmıştır (AOAC, 2007). İzlenen analitik prosedür Şekil 1'de verilmiştir. Toplam 377 adet aktif madde LC-MS/MS sisteminde analiz edilmiş ve bu çalışmada LOQ değerlerinin üzerinde kalıntısı bulunan fungusitler değerlendirilmiştir.

Risk değerlendirmesi

Fungisitlere akut ve kronik maruziyet değerlendirmesi önceki çalışmalar doğrultusunda yapılmıştır (Soydan ve ark., 2021). Türkiye'de yıllık kişi başı nektarin tüketimi 7.3 kg dır (0.02 kg nectarine gün^{-1}) (TUİK, 2023). Toksikolojik çalışmalarda yetişkinler için ortalama vücut ağırlığı (va) 60 kg olarak alınmaktadır (EFSA, 2019; WHO, 2021). Fungisitlerin ADI (mg kg^{-1} ve gün^{-1}) ve ARfD (mg kg^{-1} ve gün^{-1}) değerleri Pestisit Özellikleri Veri Tabanı (Properties DataBase)'ndan alınmıştır (PPDB, 2023). Fungisitlerin ADI ve ARfD değerleri, sırasıyla, kronik risk değerlendirmesi ve akut risk değerlendirmesi için hesaplamalarda kullanılmıştır. Kronik değerlendirmelerde EDI (mg kg^{-1} ve gün^{-1}) değeri Denklem 1 ile, kronik HQk değeri Denklem 2 ile hesaplanmıştır. Akut değerlendirmelerde ise ESTI (mg kg^{-1} ve gün^{-1}) değeri Denklem 3 ile, akut HQa değeri Denklem 4 ile hesaplanmıştır (Liu ve ark., 2016).

$$EDI, \text{mg/kg va / gün} = \frac{\text{Kişibaşı günlük nektarin tüketim, kg/gün} * \text{ortalama kalıntı, mg/kg}}{\text{Vücut ağırlığı (va, kg)}} \times 100 \quad (1)$$

$$HQk = \frac{EDI, \text{mg/kg va / gün}}{ADI, \text{mg/kg va / gün}} \times 100 \quad (2)$$

$$ESTI, \text{mg/kg va / gün} = \frac{\text{Kişibaşı günlük nektarin tüketim, kg/gün} * \text{maksimum kalıntı, mg/kg}}{\text{Vücut ağırlığı (va, kg)}} \times 100 \quad (3)$$

$$HQa = \frac{ESTI, \text{mg/kg va / gün}}{ARfD, \text{mg/kg va / gün}} \times 100 \quad (4)$$

Eğer HQ değeri ≥ 1 ise ilgili ürün tüketiminde ilgili pestisit için tüketicilerde sağlık riski vardır. HQ değeri < 1.0 ise insan sağlığı için herhangi bir potansiyel risk yoktur.

Bulgular ve Tartışma Method verification

On bir fungusit standardının matrisli kalibrasyonları 1-200 pg μl^{-1} sınırlarında ve çeşitli korelasyon katsayılarında ($R^2 \leq 0.999$) doğrusal bulunmuştur. Fungisitlerin R^2 değerleri, aktif maddelerin 5.25-10.12 dak sınırlarında olan alıkonma zamanları (tR, dak) ve matrisli kalibrasyon denklemleri (4-noktalı) Çizelge 1’de verilmiştir. Fungisitlerin LOQ değerleri MRL değerlerinden düşük olup Çizelge 2’de verilmiştir. Miktersal hesaplamaları için matrisli kalibrasyon denklemleri (analitik fonksiyon) kullanılmıştır.

Table 1. Retention times, calibration ranges, calibration equations, correlation coefficients and selected ion groups of fungicides.

Çizelge 1. Fungisitlerin alıkonma zamanları, kalibrasyon sınırları, kalibrasyon denklemleri, korelasyon katsayıları ve seçilen iyon grupları

Fungisit	Alıkonma zamanı (tR), dak	Kalibrasyon sınırları, pg ml^{-1}	Kalibrasyon denklemleri, $y=a+bx$	Korelasyon katsayısı, R^2	Hesaplama iyonu $m z^{-1}$	Doğrulama iyonu, $m z^{-1}$
Boscalid	8.63	1-100	$y=4322.59+20540.5x$	0.99860	343.0 > 307.0	343.0 > 139.9
Bupirimate	9.43	1-100	$y=9902.72+93193.1x$	0.99964	317.2 > 107.9	317.2 > 166.1
Carbendazim	5.25	1-100	$y=20367 + 183579x$	0.99955	192.1 > 160.0	192.1 > 132.0
Cyflufenamid	9.95	1-100	$y=14742.2+32480.7x$	0.99601	413.1 > 295.1	413.1 > 241.1
Difenoconazole	10.12	1-100	$y=4014.82+35502.5x$	0.99984	406.1 > 251.0	406.1 > 110.9
Flusilazole	9.43	1-100	$y=12207.1+48722.1x$	0.99820	316.1 > 247.1	316.1 > 165.0
Penconazole	9.65	1-100	$y=150513 +65578.9x$	0.99782	284.1 > 69.9	284.1 > 158.9
Tetraconazole	9.21	1-100	$y=4637.18+14536.4x$	0.99944	372.1 > 158.9	372.1 > 69.9
Thiophanate-M.	6.63	1-200	$y=6825.7+120014x$	0.99985	343.1 > 151.0	343.1 > 93.0
Triadimenol	9.01	1-200	$y=2092.97+20368.9x$	0.99971	296.0 > 69.9	298.0 > 69.9

Analiz metodunun doğruluğu ve kesinliği, geri alım (Q %) ve tekrar edilebilirlik (RSD %), olarak ifade edilmektedir (TURKAK, 2022). Bayramiç Beyazı nektarinler için geri alım değerleri, RSD’ları ile birlikte Çizelge 2’de verilmiştir. Her bir fungusit için bireysel geri alımlar (1 x LOQ ve 10 x LOQ seviyesinde spike edilen örneklerin 5 tekrarlı analizinin ortalaması) tabloda görülmektedir. Nektarin numunelerinden fungusitlerin geri alım oranları, %2.22 - 9.29 RSD sınırları ile %60.3 - 140 arasında bulunmuştur. Her bir etkili madde için geri alım veri sayısı 10, tüm fungusitler için (tüm metodun) geri alım veri sayısı 100’dür. Tüm metodun geri alımı da %15.46 RSD değeri ile %94.26 olmuştur. Bu rakamlar SANTE geri kazanım limitleri (%60-140) ve tekrar edilebilirlik (RSD \leq %20) limitleri arasındadır. Bulunan LOQ verileri (Çizelge 2) ile AB –MRL (EU, 2022) limitlerinden daha düşük seviyelerinde fungusit kalıntıları bu yöntemle belirlenebilmiştir.

Geri alım sonuçları uluslararası kılavuzlarda belirtilen metod doğrulama parametrelere ile uyumlu bulunmuştur (EURACHEM, 2014; SANTE, 2021). Şeftalide pestisit kalıntılarının araştırıldığı bir çalışmada azoxystrobin, thiacloprid ve acetamiprid için geri alımları sırasıyla, %95.3, 80.6, 98.6 olarak bulunmuştur (Galiotta ve ark., 2011). Dülger ve Tiryaki (2021) ise boscalid, chlorpyrifos ve tebuconazole için analiz metodunun geri alımını şeftali için %113.5 (RSD=%17.3), nektarin için ise %113.6 (%11.4) olarak bulmuşlardır.

Bu bulgular “Bayramiç Beyazı” nektarinlerde fungusit kalıntılarının analizinde QuEChERS metodunun doğru sonuç veren hızlı bir yöntem olduğunu göstermektedir.

Table 2. Recovery and RSD values of fungicides obtained from method verification study for “Bayramiç Beyazı” nectarine samples

Çizelge 2. “Bayramiç Beyazı” nektarin numuneleri ile yapılan metot doğrulama çalışmasında elde edilen fungusitlerin geri kazanım ve RSD oranları

Fungisit	LOQ µg kg ⁻¹	Spike seviyesi						Geri alm,% (Doğruluk parametresi)**	RSD,% (Kesinlik Parametresi)
		1 x LOQ			10 x LOQ				
		Bulunan, µg kg ⁻¹	Geri alm,%*	RSD, %	Bulunan, µg kg ⁻¹	Geri alm,%*	RSD, %		
Boscalid	1	0.89	89.80	9.16	8.26	82.58	2.78	86.19	7.94
Bupirimate	1	1.04	104.40	6.86	8.72	87.24	2.67	95.82	10.80
Carbendazim	1	0.91	90.40	5.40	7.73	77.34	4.02	83.87	9.41
Cyflufenamid	1	0.97	96.60	5.21	8.15	81.48	3.14	89.04	9.90
Difenoconazole	1	1.00	100.20	6.71	8.63	86.28	3.28	93.24	9.44
Flusilazole	1	1.04	104.00	5.40	9.19	91.88	2.22	97.94	7.69
Penconazole	1	1.11	110.40	9.29	10.58	105.84	2.62	108.12	6.92
Tetraconazole	1	1.30	131.00	5.40	9.99	99.90	3.24	115.45	14.89
Thiophanate-M.	1	0.80	79.80	6.35	6.82	68.20	6.66	74.00	10.29
Triadimenol	1	1.01	100.80	6.92	9.82	98.18	5.91	99.49	6.24
Geri alm sınırları: %60.3 - 140 ; RSD sınırları: %2.22 - 9.29									
Tüm metodun geri alımı (Accuracy): %94.26 (n=100) RSD= %15.46									

*n=5 ; **n=10

“Bayramiç Beyazı” Nektarinlerde Bulunan Kalıntılar

“Bayramiç Beyazı” beyazı nektarin numunelerinde toplam olarak 210 analitik örnek [70 örnek (14-hafta x 5-tezgah) X 3 analitik örnek] analiz edilmiştir. 10 adet fungusit (boscalid, bupirimate, carbendazim, cyflufenamid, difenoconazole, flusilazole, penconazole, tetraconazole, thiophanate-methyl, triadimenol) kalıntısı LOQ değerinin üzerinde bulunmuştur. Flusilazole (Şekil 2) ve triadimenol (Çizelge 3) haricinde bulunan fungusit kalıntıları MRL değerlerinin altında bulunmuştur. Birkaç örnekte bulunan fungusit (toplam 6 adet) kalıntıları ve gerekli açıklamaları Çizelge 3’de verilmiştir. MRL değerlerinin altında bulunan bupirimate, cyflufenamid, difenoconazole, penconazole, tetraconazole kalıntılarının miktarları, kaç adet örnekte buldukları Çizelge 3’de görülmektedir.

A kodlu tezgahın, 4. hafta nektarin örneğinde MRL (10 µg kg⁻¹) değerinin 3 katı triadimenol kalıntısı (29.28 µg kg⁻¹) bulunmuştur. 5 ve 6. hafta numunelerinde ise MRL değerinin 1.5 katı triadimenol kalıntısı (14.36 ve 14.47 µg kg⁻¹) bulunmuştur (Çizelge 3). Flusilazole kalıntıları ise A kodlu tezgahı/2.hafta örneğinde 14.33 µg kg⁻¹ olarak MRL (10 µg kg⁻¹) değerinin 1.5 katı bulunmuştur. C kodlu tezgahı/7. hafta örneğinde ise flusilazole kalıntısı (10.90 µg kg⁻¹) MRL değerini çok az aşmıştır.

Table 3. Fungicide residues “Bayramiç Beyazı” nectarines and comparison with their MRL values

Çizelge 3. “Bayramiç Beyazı” nektarinlerde fungusit kalıntıları ve MRL değerleri ile karşılaştırılması

Fungisit	Kalıntı<MRL, µg kg ⁻¹ (Örnek sayısı)	Kalıntı>MRL, µg kg ⁻¹ (Örnek sayısı)	MRL, µg kg ⁻¹
Bupirimate	2.17 (1)	-	300
	8.23 (1)		
	8.93 (1)		
Cyflufenamid	5.46 (1)	-	60
	6.96 (1)		
	12.92 (1)		
	20.14 (1)		
Difenoconazole	2.84 (1)	-	500
	4.29 (1)		
	5.03 (1)		
	6.33 (1)		
Penconazole	14.68 (1)	-	150
	1.95 (1)		
	4.12 (1)		
	17.75 (1)		
Tetraconazole	24.62 (1)	-	100
	7.36 (1)		
	11.11 (1)		
Triadimenol	28.01 (1)	-	10
	1.90 (1)		
	3.25 (1)		
	3.88 (1)		

Geriye kalan MRL değerlerinden daha düşük olan boscalid, carbendazim, thiophanate-methyl kalıntıları da Şekil 3-5’de verilmiştir. En fazla boscalid kalıntısı ($136,99 \mu\text{g kg}^{-1}$) 14. Hafta E tezgahında; en fazla carbendazim kalıntısı ($78,74 \mu\text{g kg}^{-1}$) 10. hafta A tezgahında; en fazla thiophanate-methyl kalıntısı ($165,62 \mu\text{g kg}^{-1}$) ise 4. hafta A tezgahında bulunmuştur. Bu değerler sırasıyla, MRL değerinin yaklaşık 1/20 si, 1/2 si ve 1/10 u civarındadır. Türkiye’de carbendazim, triadimenol ve flusilazole sırasıyla 2018, 2021 ve 2022 yıllarında yasaklanmıştır (BKÜ, 2023b).

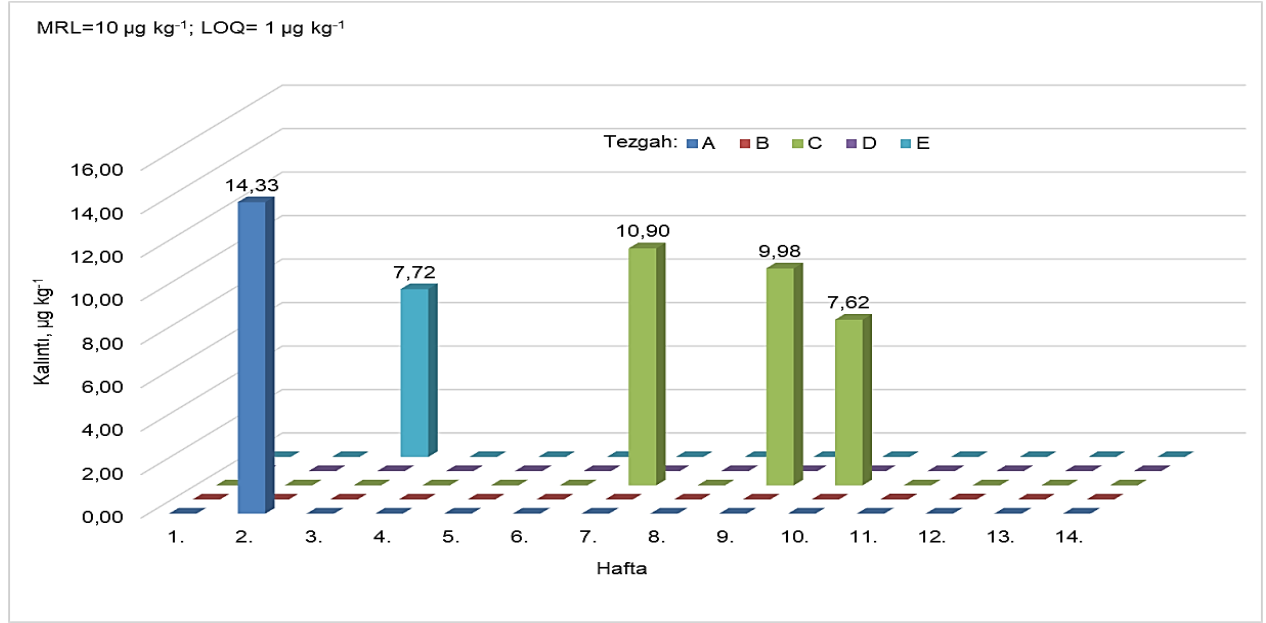


Figure 2. Residues of flusilazole in “Bayramiç Beyazı” nectarines stand and week basis
Şekil 2. “Bayramiç Beyazı” nektarinlerde tezgah ve hafta olarak flusilazole kalıntıları

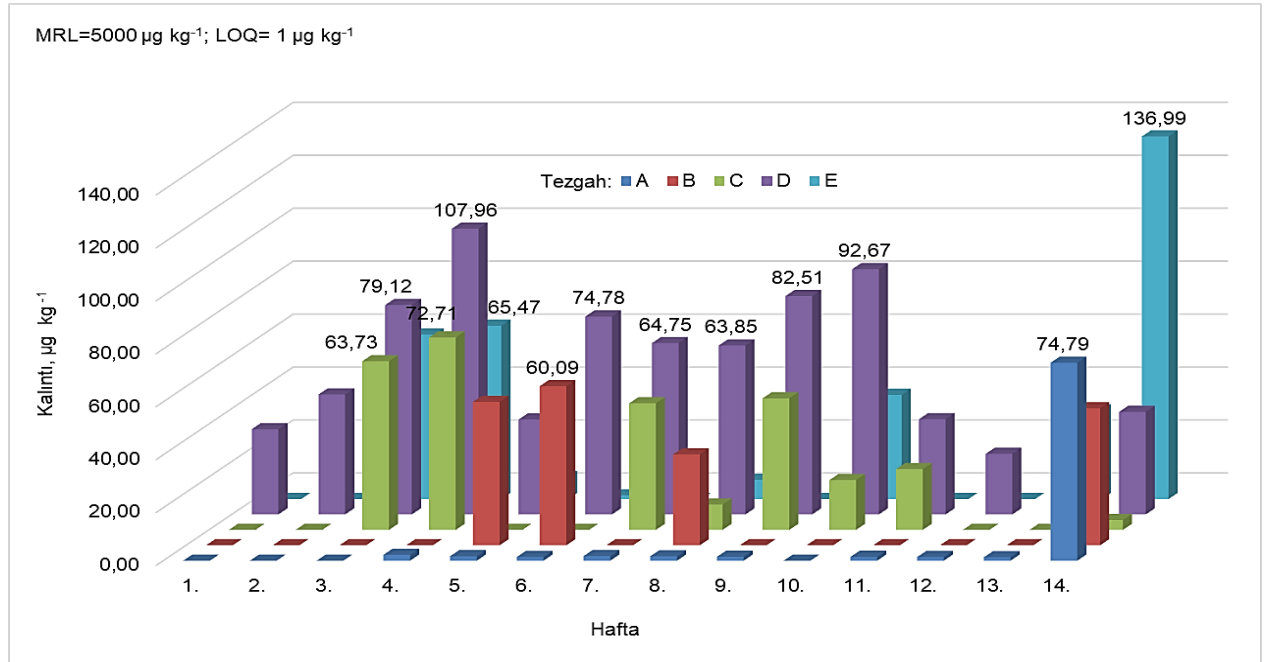


Figure 3. Residues of boscalid in “Bayramiç Beyazı” nectarines stand and week basis
Şekil 3. “Bayramiç Beyazı” nektarinlerde tezgah ve hafta olarak boscalid kalıntıları

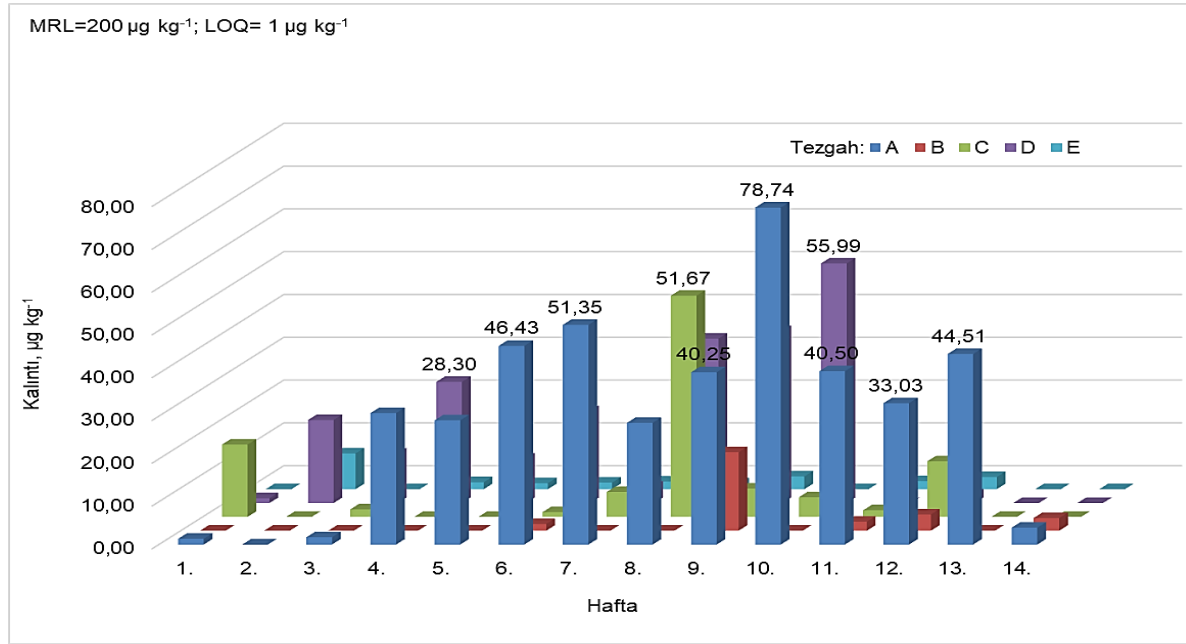


Figure 4. Residues of carbendazim in “Bayramiç Beyazı” nectarines stand and week basis

Şekil 4. “Bayramiç Beyazı” nektarinlerde tezgah ve hafta olarak carbendazim kalıntıları

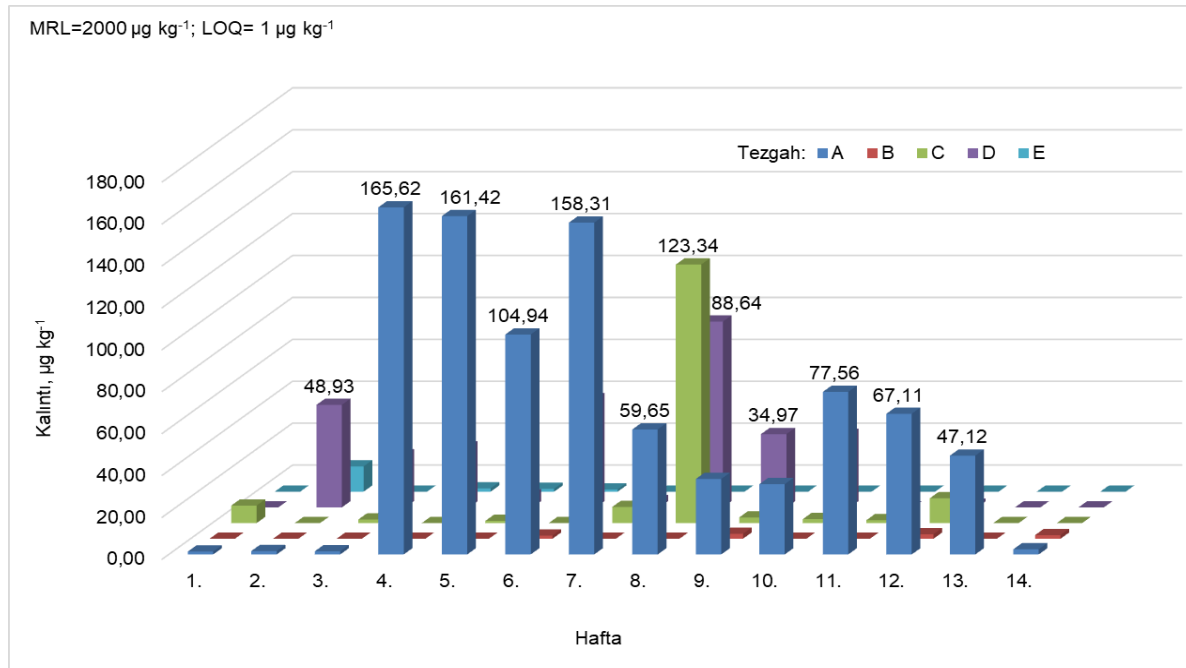


Figure 5. Residues of thiophanate-methyl in “Bayramiç Beyazı” nectarines stand and week basis

Şekil 5. “Bayramiç Beyazı” nektarinlerde tezgah ve hafta olarak thiophanate-methyl kalıntıları.

Çelik (2022) tarafından yapılan bir tez çalışmasında 11 adet şeftali örneğinin 10 adedinde TGK-MRL değerlerinin altında difenoconazole, tebuconazole ve triadimenol kalıntısı bulunmuştur. Ersoy ve arkadaşları (2011) 10 adet şeftali örneğinin 1 adedinde benomyl-carbendazim ($6.0 \mu\text{g kg}^{-1}$) kalıntısı bulunmuştur. Çin’de yapılan bir çalışmada da AB –MRL yi aşmayan oranlarda difenoconazole ($36.6 \mu\text{g kg}^{-1}$), ve thiophanate-methyl ($19 \mu\text{g kg}^{-1}$) fungusitleri bulunmuştur (Zhang ve ark., 2021). Chatzicharisis et al. (2012) şeftali ve nektarinlerde AB-MRL seviyelerinden daha düşük bupirimate kalıntısı bulmuşlardır. Dülger ve Tiryaki (2021)’nin çalışmalarında şeftalide en fazla $567.80 \mu\text{g kg}^{-1}$, nektarinde ise $322.10 \mu\text{g kg}^{-1}$ boscalid kalıntısı bulunmuştur. Bu kalıntı seviyeleri MRL değerlerinin sırasıyla 1/10’u ve 1/15’i düzeyindedir. Tebuconazole için maksimum kalıntı seviyeleri şeftali için $47.53 \mu\text{g kg}^{-1}$

nektarin için ise 56.96 µg kg⁻¹ olup bunlarda sırasıyla MRL değerinin 1/12'sine ve 1/10'una karşılık gelmektedir.

Fungisitlerin Akut Maruziyet Risk Değerlendirmesi

Fungisitlere akut maruziyet (kısa süreli maruziyet) risk değerlendirmesi için ESTI (mg kg⁻¹ va gün⁻¹) ve HQa değerleri, kronik maruziyet (uzun süreli maruziyet) değerlendirmesi için EDI (mg kg⁻¹ va gün⁻¹) ve HQk değerleri kullanılmıştır. Çizelge 4' de risk değerlendirmeleri için bulunan değerler, kalıntı verisi sayıları, kalıntı sınırları ve ortalama kalıntılar verilmiştir. Denklem 1 ile hesaplanan ESTI değerleri ve Denklem 2 ile hesaplanan HQa değerleri sırasıyla, 0.27E-06 - 9.69E-06 ve 0.0017-0.1340 arasında bulunmuştur. En yüksek HQa değeri carbendazim (0.1340) için, en düşük HQa değeri ise penconazole (0.0017) için bulunmuştur. Denklem 3 ile hesaplanan EDI değerleri ve Denklem 4 ile hesaplanan HQk değerleri sırasıyla, 0.12E-06 – 5.80E-06 ve 0.0046-0.1685 arasında bulunmuştur. En yüksek HQk değeri flusilazole (0.1685) için en düşük HQk değeri ise triadimenol için bulunmuştur. Her fungusit için HQa ve HQk tehlike katsayısı, $HQ \leq 1$ olduğundan fungusitlere akut ve kronik maruz kalma düzeyleri düşük bulunmuştur. Ancak, $HQ \leq 1$ olsa bile en yüksek akut HQ değeri carbendazim için, en yüksek kronik HQ değeri ise flusilazole için bulunmuştur. Türkiye'de carbendazim ve flusilazole yasaklı pestisitler arasında bulunmaktadır. WHO (2019) sınıflandırmasına göre flusilazole orta derecede tehlikeli (Sınıf II) carbendazim ise normal kullanımda akut tehlike arz etme olasılığı düşüktür (Sınıf U). Boscalid ve bupirimate in ARfD değeri, PPDB Veri Tabanında (PPDB, 2023) ve EFSA dokümanlarında (EFSA, 2020) olmadığı için akut risk değerlendirmesi yapılmamıştır (Çizelge 4). Flusilazole ve triadimenol kalıntıları MRL değerini aşıya da risk değerlendirmeleri tüketiciler için bu 10 fungusitin akut ve kronik riski olmadığını göstermiştir. Çünkü bütün fungusitler için HQ değerleri 1 den küçüktür. Şeftali ve nektarinde pestisit kalıntılarının araştırıldığı başka bir çalışmada boscalid ve tebuconazole fungusitlerinin tüketiciler için risk değerlendirmesi yapılmış ve kronik maruziyet riski seviyesi düşük bulunmuştur (Dülger ve Tiryaki, 2021). Kazar Soydan ve ark., (2021) sebze ve meyvelerde pestisit kalıntısı için kronik sağlık risk değerlendirmesi yapmışlar, EDI değerlerini 3.57×10^{-3} -8.98 arasında bulmuşlardır. Çilek, üzüm ve kuru kayısı için HQ değeri 0.01 olmuştur. Yaprak sebzelerinde pestisit kalıntılarının araştırıldığı başka bir çalışmada ise kalıntısı bulunan pestisitlerin hiçbirinde tüketici sağlığı için risk bulunmamıştır. En fazla risk HQa =0.97 ve HQk = 0.29 değerleri ile sırasıyla acetamiprid ve cipermethrin için bulunmuştur (Balkan ve Yılmaz, 2022). Camera ve ark. (2020) şeftali suyunda pestisit kalıntılarını araştırmıştır. Kronik risk analizinde 0.000-0.044 arasındaki risk katsayısı (RQ) ile imidacloprid'in tüketicilere riskini ihmal edilebilir düzeyde bulmuştur. Çin'de yapılan başka bir çalışmada ise acetamiprid, imidacloprid, pyriproxyfen ve spiroidiclofen pestisitlerinin şeftali tüketiminde akut ve kronik riskleri önemli bulunmamıştır (Zhang ve ark., 2021).

Table 4. Chronic and acute risk assessments of fungicides for “Bayramiç Beyazı” nectarines
Çizelge 4. “Bayramiç Beyazı” nektarin için fungusilerin konik ve akut risk değerlendirmeleri

Fungisit	Kalıntı verisi sayısı	Kalıntı sınırları (ortalama kalıntı). µg kg ⁻¹	Kısa vadeli Akut risk			Uzun vadeli Kronik risk		
			ARfD*	ESTI**	HQa	ADI*	EDI*	HQk
Boscalid	132	1.1-141.1 (39.2)	NL**	-	-	0.04	0.13E-06	0.0327
Bupirimate	9	1.9-9.3 (6.4)	NL**	-	-	0.05	2.15E-06	0.0043
Carbendazim	141	1.1-80.4 (17.4)	0.02	0.27E-06	0.1340	0.02	5.80E-06	0.0290
Cyflufenamid	18	1.2-21.7 (8.6)	0.05	7.22E-06	0.0144	0.04	2.87E-06	0.0072
Difenoconazole	16	1.5-15.2 (6.3)	0.16	5.00E-6	0.0032	0.01	2.11E-06	0.0211
Flusilazole	15	6.4-15 (10.1)	0.005	5.00E-6	0.1000	0.002	3.37E-06	0.1685
Penconazole	13	1.1-25.2 (11.3)	0.5	8.00E-6	0.0017	0.03	3.75E-06	0.0125
Tetraconazole	14	1.1-29.1 (10.4)	0.05	9.69E-06	0.0194	0.004	3.00E-6	0.0866
Thiophanate-methyl	123	1.0-178.5 (34.7)	0.2	0.59E-06	0.0298	0.08	0.12E-06	0.0145
Triadimenol	32	1.1-32.9 (6.9)	0.05	0.11E-06	0.0219	0.05	2.29E-06	0.0046

* ARfD, ESTI, ADI ve EDI'nin birimi “mg kg⁻¹ va gün⁻¹” dir.

**NL: Listelenmemiş; PPDB (2023) ve EFSA (2020) kayıtlarında ARfD değeri bulunmamaktadır.

Sonuç ve Öneriler

Pestisit kullanımı tarımsal faaliyetlerin önemli bir bileşenidir ve zararlı organizmaların ürünlerde zararlarını önemli ölçüde azaltır. Ancak bunların çevresel tahribatı ve kalıntı riski de her zaman gündemdedir. Bu çalışma, Çanakkale açık pazarından örneklenen “Bayramiç Beyazı” nektarinlerinde 10 adet fungusitin kalıntılarının araştırılması amacıyla yapılmıştır. “Bayramiç Beyazı” nektarinlerinde 10 adet fungusit kalıntısının analizleri için QuEChERS yöntemi SANTE metot doğrulama kriterlerini karşılamış ve analizler için uygun bir metot olarak değerlendirilmiştir. 5 fungusitin kalıntı seviyeleri MRL değerlerinin altında bulunmuştur. Birer örnekte MRL'nin yaklaşık 3 katı triadimenol, MRL'nin yaklaşık 1.5 kat flusilazole kalıntıları bulunmuştur. Bu iki fungusitin yasaklılar arasında olması ve kalıntılarının MRL'yi aşması özellikle dikkat edilmesi gereken bir durumdur. Boscalid, carbendazim ve thiophanate-methyl maksimum kalıntıları birer örnekte sırasıyla MRL'lerin yaklaşık, 1/20, 1/2 ve 1/10'u oranında bulunmuştur. Carbendazim de yasaklılar arasındadır. Pestisit kalıntılarının risk analizleri insan sağlığı için “Bayramiç Beyazı” nektarin tüketiminde risk oluşturmadığını göstermiştir. Ancak, $HQ \leq 1$ olsa bile en yüksek akut HQ değeri carbendazim için, en yüksek kronik HQ değeri ise flusilazole için bulunmuştur. MRL'yi aşan kalıntı bulunması, hesaplanan kronik HQ değeri ve yasaklı olması ile flusilazole fungusiti tüketiciler için olası bir risk olarak değerlendirilebilir.

Teşekkür

Bu çalışma birinci yazarın Yüksek Lisans tezinin bir bölümüdür. ÇOMÜ Bilimsel Araştırma Birimi'ne çalışmayı (Proje No: FYL-2022-4047 desteklemelerinden dolayı teşekkür ederiz.

Araştırmacıların Katkı Oranı Beyan Özeti

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamışlardır.

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarlar aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

Kaynaklar

- Ambrus, Á., Szenczi-Cseh, J., Doan, V.V.N., Vászrhelyi, A., 2023. Evaluation of monitoring data in foods. *Agrochemicals*. 2(1): 69-95.
- Anastassiades, M., Lehotay, S. J., Stajnbaher D., Schenck, F. J., 2003. Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and dispersive solid-phase extraction for the determination of pesticide residues in produce. *Journal AOAC International*. 86(2): 412-431.
- Anonim, 2022. Bayramiç beyazı hasat etkinliği düzenlendi. <https://canakkale.tarimorman.gov.tr/Haber/501/Bayramic-Beyazi-Hasat-Etkinligi-Duzenlendi>, (Erişim tarihi: Aralık 2022).
- AOAC, 2007. Official method 2007.01: Pesticide residues in foods by acetonitrile extraction and partitioning with magnesium sulfate. *J. AOAC Int*. 90: 485–520.
- Balkan, T., Yılmaz, Ö., 2022. Method validation, residue and risk assessment of 260 pesticides in some leafy vegetables using liquid chromatography coupled to tandem mass spectrometry. *Food Chemistry*. 384: 132516.
- Balkan, T., Karaağaçlı, H., 2023. Determination of 301 pesticide residues in tropical fruits imported to Turkey using LC-MS/MS and GC-MS. *Food Control* 147: 109576.
- BKÜ, 2023a. BKÜ Veri Tabanı, Tavsiye arama. <https://bku.tarimorman.gov.tr/Kullanim/TavsiyeArama?csrt=11841641984404194768>, (Erişim tarihi: Aralık 2022).
- BKÜ, 2023b. BKÜ Veri Tabanı, Yasaklı veya kısıtlı aktif madde listeleri. <https://bku.tarimorman.gov.tr/AktifMadde/YasakliKisitliExcelFileList?csrt=4249106729254166320>, (Erişim tarihi: Şubat 2023).
- Cámara, M.A., Cermeño, S., Martínez G., Oliva, J., 2020. Removal residues of pesticides in apricot, peach and orange processed and dietary exposure assessment. *Food Chemistry*. 325: 126936.
- Chatzicharisis, I., Thomidis, T., Tsipouridis, C., Mourkidou-Papadopoulou E., Vryzas, Z., 2012. Residues of six pesticides in fresh peach-nectarine fruits after preharvest treatment. *Phytoparasitica*. 40: 311-317.
- Chen, R., Xue, X., Wang G., Wang, J., 2021. Determination and dietary intake risk assessment of 14 pesticide residues in apples of China. *Food Chemistry*. 351: 129266.
- Çelik, F. Ç., 2022. Antalya'da yetiştirilen bazı meyvelerde pestisit kalıntı düzeylerinin belirlenmesi. *Kastamonu Üniv. Fen Bil.Enst., Sürdürülebilir Tarım ve Tabii Bitki Kaynakları Anabilim Dalı, Kastamonu Yüksek Lisans Tezi*, 63 s.
- Dülger, H., Tiryaki, O., 2021. Investigation of pesticide residues in peach and nectarine sampled from Çanakkale, Turkey, and consumer dietary risk assessment. *Environ. Monit. Assess*. 193(9): 561.
- EFSA, 2007. The EFSA's 7th Scientific Colloquium Report - Cumulative Risk Assessment of pesticides to human health: EFSA Supporting Publication. 4(5): 1-160.

- EFSA, 2019. Pesticide Residue intake model- EFSA PRIMo revision 3.1. EFSA Supporting Publications. 16(3):1-15.
- EFSA, 2020. Modification of the existing maximum residue level for boscalid in pomegranates. EFSA Journal, 18(9): 6236.
- Ersoy, N., Tatlı, Ö., Özcan, S., Evcil, E., Coşkun, L.Ş., Erdoğan, E., 2011. Sert çekirdekli ve sert kabuklu meyve türlerinde bazı pestisit kalıntıları. Selçuk Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi. 25(1): 75-83.
- EURACHEM, 2014. The fitness for purpose of analytical methods -a laboratory guide to method validation and related topics. Second Edition. https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MV_guide_2nd_ed_EN.pdf, (Erişim Tarihi: Aralık 2022).
- Galiotta, G., Egaña, E., Gemelli, F., Maeso, D., Casco, N., Conde, P., Nuñez, S., 2011. Pesticide dissipation curves in peach, pear and tomato crops in Uruguay. Journal of Environmental Science and Health, Part B. 46(1): 35-40.
- Kaya, T., Tuna, A. L., 2019. İzmir ilindeki üç halk pazarından alınan meyve ve sebze örneklerindeki pestisit kalıntı miktarının araştırılması. Türkiye Tarımsal Araştırmalar Dergisi. 6(1): 32-38.
- Kazar Soydan, D., Turgut, N., Yalçın, M., Turgut, C., Karakus, P. B. K. 2021. Evaluation of pesticide residues in fruits and vegetables from the Aegean region of Turkey and assessment of risk to consumers. Environmental Science and Pollution Research. 28(22): 27511-27519.
- Lehotay, S. J., 2007. Determination of pesticide residues in foods by acetonitrile extraction and partitioning with magnesium sulfate: collaborative study. J. AOAC Int. 90: 485-520.
- Liu, Y., Shen, D., Li, S., Ni, Z., Ding, M., Ye C., Tang, F., 2016. Residue levels and risk assessment of pesticides in nuts of China. Chemosphere. 144: 645-651.
- Marete, G. M., Shikuku, V. O., Lalah J. O., Wekasa, V. W., 2020. Occurrence of pesticides residues in French beans, tomatoes, and kale in Kenya, and their human health risk indicators. Environ. Monit. Assess. 192: 692.
- Omeroglu, P. Y., Boyacioglu, D., Ambrus, A., Karaali, A., Saner, S., 2012. An overview on steps of pesticide residue analysis and contribution of the individual steps to the measurement uncertainty. Food Analytical Methods. 5(5): 1469-1480.
- Öztekın, L., Başođlu F., 2007. Şeftali nektarı işleme teknolojisi basamaklarında diazinon kalıntısı saptanması. Gıda. 32(2): 75-80.
- Polat, B., Tiryaki, O., 2019. Determination of some pesticide residues in conventional grown and IPM- grown tomato by using QuEChERS method. Journal of Environmental Science and Health B. 54(2): 112-117.
- PPDB, 2023. IUPAC Pesticides Properties DataBase. <http://sitem.herts.ac.uk/aeru/iupac/>, (Erişim tarihi: Aralık 2022).
- RASFF, 2023. The Rapid Alert System for Food and Feed (RASFF Window). <https://webgate.ec.europa.eu/rasff-window/screen/list>, (Erişim tarihi: Ocak 2023)
- SANTE, 2021. Analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed. https://food.ec.europa.eu/system/files/2022-02/pesticides_mrl_guidelines_wrkdoc_2021-11312.pdf, (Erişim tarihi: Şubat 2023).
- TUİK, 2023. Türkiye İstatistik Kurumu, Bitkisel üretim istatistikleri. <https://biruni.tuik.gov.tr/medas/?kn=92&locale=tr>, (Erişim tarihi: Şubat 2023).
- TURKAK, 2022. Metodun geçerli kılınması ve doğrulanması için bilgilendirme kılavuzu. https://secure.turkak.org.tr/turkaksite/docs/bilgilendirme_kilavuzlari/metodun_gecerli_kilinmasi_ve_dogrulanmasi_icin_bilgilendirme_kilavuzu_30122022.pdf, (Erişim tarihi: Ocak 2023).
- WHO, 2019. The WHO Recommended classification of pesticides by hazard and guidelines to classification. <https://apps.who.int/iris/rest/bitstreams/1278712/retrieve>, (Erişim tarihi: Aralık 2022).
- WHO, 2021. Human health risk assessment toolkit: chemical hazards, Second edition, Harmonization Project Document No. 8. <https://www.who.int/publications/i/item/9789240035720>, (Erişim tarihi: Aralık 2022).
- Zhang, Y., Si, W., Chen, L., Shen, G., Bai, B., Zhou, C., 2021. Determination and dietary risk assessment of 284 pesticide residues in local fruit cultivars in Shanghai, China. Scientific Reports. 11: 9681.