



Araştırma Makalesi

## Akdeniz Bölgesi'nde Yetiştirilen Domateslerde Pestisit Kalıntı Düzeylerinin Tespiti ve Validasyon Çalışması

Fatma Hepsağ\*

Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi, Kadirli Uygulamalı Bilimler Yüksekokulu, Gıda Teknolojisi Programı, Kadirli, Osmaniye

Geliş tarihi (Received): 26.12.2018

Kabul tarihi (Accepted): 22.04.2019

### Anahtar kelimeler:

Pestisit, LC-MS/MS, kalıntı, domates

### \*Sorumlu yazar

fatmahepsağ@osmaniye.edu.tr

**Özet.** Bu çalışmada, Akdeniz bölgesinde yetiştirilen domateslerde kullanılan pestisitler ve sağlık riski yönünden değerlendirme yapılmıştır. Domates örnekleri, bölgedeki 30 çiftçiden toplanmıştır. Pestisit kalıntıları Sıvı Kromatografisi Kütle Spektrometresi yöntemi (LC-MS/MS) ile tespit edilmiştir. Örneklerin %74'ünde pestisit kalıntısı bulunmazken; %18'inde dimethoate ortalama 3.289 mg kg<sup>-1</sup>, chlorpyrifos 3.528 mg kg<sup>-1</sup> ve endosülfan 2.854 mgkg<sup>-1</sup> olarak bulunmuştur. Sadece 4 örnekte kalıntı seviyesi tespit edilebilen seviyenin (LOQ) üzerinde miktarlarda methomyl 0.487-0.687 mg kg<sup>-1</sup>, ve acetamiprid 0.584-0.682 mg kg<sup>-1</sup> aralığında tespit edilmiştir. Ancak bu değerler Türk Gıda Kodeksi (TGK) ve Avrupa Birliği (AB) Maksimum Kalıntı Limitleri (MRL)'nin altında değerlerdir. Halk sağlığını pestisitlere karşı korumak amacıyla, pestisit uygulaması ve güvenilir gıdaya erişim için iyi tarım uygulamalarının yaygınlaştırılması önerilmektedir.

## Detection and Validation of Pesticide Residue Levels in Tomatoes Grown in the Mediterranean Region

### Keywords:

Pesticide, LC-MS/MS, residue, tomato

**Abstract.** In this study, tomatoes grown in the Mediterranean region were evaluated for pesticides and health risks. Tomato samples were collected from 30 farmers in the region. Pesticide residues were determined by Liquid Chromatography Mass Spectrometry (LC-MS / MS) method. In 74% of the samples, pesticide residues were not found, whereas in 18% of the samples, an average of 3.289 mg kg<sup>-1</sup> of dimethoate, chlorpyrifos 3.528 mg kg<sup>-1</sup> and endosulfan were found to be 2.854 mg kg<sup>-1</sup>. Methomyl 0.487-0.687 mg kg<sup>-1</sup> was found in 4 samples, above which only the residual level detectable level (LOQ) was detected, and acetamiprid was found between 0.584-0.682 mg kg<sup>-1</sup> in 4 samples. However, these values are below the Turkish Food Codex (TGK) and European Union (EU) Maximum Residual Limits (MRL). It is recommended to raise awareness of good practices for pesticide application and food safety to protect public health from pesticides.

## GİRİŞ

Türkiye, iklim koşullarının domates yetiştiriciliğine uygun olması ve 1970'lerden itibaren domates işleme sanayisinin de gelişmiş olması ile dünya domates üretiminde ilk sıralara yükselmiştir. Türkiye domates üretimi 2012 yılına oranla 2016 yılında %11 oranında artmış ve 12.6 milyon tona ulaşmıştır. 2017 yılında ise domates üretimi 12.8 milyon tona ulaşmıştır. Türkiye'de en yüksek verim, iklim avantajının ve seracılık bölgesi olmasının doğal sonucu olarak Akdeniz Bölgesi'nde alınmaktadır (TÜİK, 2018).

Türkiye'de pestisit kullanımı etkili madde olarak, 1979'a göre 2002 yılında % 45.29'luk bir artış göstermiştir. Bu artışa karşın ülkemizde pestisit kullanımı gelişmiş ülkelere göre oldukça düşüktür. Ancak, yoğun tarım yapılan Akdeniz, Ege gibi bölgelerin tüketimi Türkiye ortalamasının çok üzerindedir. Türkiye'de genel olarak az pestisit kullanılmasına karşın, en yoğun tüketilen pestisitler çevre ve sağlık açısından önemli riskler taşımaktadır.

Pestisitlerin, zararlı böcek ve hastalıkların ortaya çıkmasından kaynaklanan gıda kayıplarını azaltmak için domates üretiminde kullanılması kaçınılmazdır (Hossain ve ark. 2013). Tıpkı birçok ülkede ve ülkemizdeki diğer bölgelerde olduğu gibi, Akdeniz bölgesindeki çiftçilerin, pestisitlerin çevre üzerindeki etkilerini dikkate almadan, zararlılardan ve hastalıklardan domatesleri güvenli hale getirmek için farklı türde mantar öldürücü, böcek ilacı ve herbisit uyguladıkları bilinmektedir (Turabi, 2004). Ayrıca, ürünler üzerindeki uygun olmayan pestisit uygulamaları, gıda maddelerindeki kalıntıların birikmesine ve pestisit bulaşmış gıdaların tüketiminde ciddi maruziyete neden olabilir (Tarım ve Köyişleri Bakanlığı, 2006). Bununla birlikte, pestisit kalıntı izleme programları, gıdalarda minimum kalıntı seviyelerinin sağlanması için giderek daha önemli hale gelmektedir (Lozowicka ve ark., 2014; Wu ve ark., 2014; Yuan ve ark., 2014; Lozowicka, 2015).

Sebze ve meyvelerdeki pestisit kalıntıları tüketiciler için olası bir risk teşkil eder ve insan sağlığı için endişe kaynağı olmaktadır. Ürünün etiketinde önerilen şekilde bir kimyasal kullanıldığında, ortaya çıkan herhangi bir kalıntı maksimum kalıntı seviyelerini (MRL) aşmamalıdır. MRL'den fazla saptanan kalıntılar nadiren toksikolojik bir endişe oluşturmaktadır. İnsan maruziyetini uygun bir şekilde değerlendirmek için pestisit konsantrasyonu hakkında iyi bir bilgi gereklidir. Kontamine sebze ve meyvelerde pestisit kalıntılarının sağlık riski değerlendirmesi gelişmiş ülkelerde gerçekleştirilmektedir (Akoto ve ark., 2013; EFSA, 2013 ). Ancak, bu pestisit kalıntıları geliştirmekte olan ülkelerde minimal düzeyde araştırılmaktadır (Vieira ve ark., 2014 ).

Tarımsal amaçlı kullanılan pestisitlerin çevrede ve gıdalarda oluşturacağı kalıntılar halk sağlığı açısından önemli sakıncalara neden olmaktadır. Özellikle günlük kabul edilebilir limitlerin üzerinde bulunan pestisit kalıntı miktarları, insanlarda akut ve kronik zehirlenmeler, teratojenik, mutajenik ve kanserojenik etkiler gibi birtakım ciddi sağlık problemlerine yol açabilmektedir (Çiftçiöğlü ve Issa, 2006).

Akdeniz bölgesindeki, domates yetiştiriciliğinde pestisit kullanımı yoğun olmasına rağmen, domateslerdeki pestisit kalıntıları ve domates tüketiminden dolayı bu pestisitlerin vücuda alım etkilerine dair sınırlı bilgi bulunmaktadır. Bu bağlamda, bu çalışmada kalıntı miktarları araştırılmıştır. Elde edilen bilgiler Akdeniz bölgesi ve dolayısıyla ülkemizde gıda güvenliği sisteminin iyileştirilmesinde yararlı olacak ve daha sonra halk sağlığının korunmasına ve geliştirilmesine katkıda bulunacaktır.

## MATERYAL VE METOT

Araştırma materyalleri, Mersin ili ve çevresinde (Erdemli ve Silifke) domates üretimi ve ihracatı yapan 30 çiftçiden temin edilmiştir. Numunelerin analizleri yapıncaya kadar 5 °C'de bekletilmiştir. Pestisit kalıntıları hızlı, kolay, ucuz, etkili, sağlam ve güvenli yöntem olan QuEChERS ekstraksiyonu kullanılarak izlenmiştir. Sıvı Kromatografisi Kütle Spektrometresi yöntemi (LC-MS/MS, API 3200, Shimadzu, Kyoto, Japan) ile analiz edilmiştir.

### **Standart maddeler**

Bu çalışmada araştırılan pestisit standart maddeleri ve okunan değerler Çizelge 1'de verilmiştir. Kullanılan pestisit standartları Dr. Ehrenstorfer (Augsburg, Almanya) marka olup, yüksek saflık standartlarına (>% 92) sahiptir. Standartlar, asetonitril içinde çözündürülmüştür. Konsantrasyonları 1000 mg L<sup>-1</sup> olacak şekilde hazırlanmış ve -18 °C'de saklanmıştır. Her bir pestisit için, 10 mgL<sup>-1</sup> asetonitril içinde bireysel stok çözeltileri (çok standartlı karışım), hazırlanmıştır ve -18 °C'de 3 aydan kısa sürede kullanılmıştır. Bireysel stok çözeltilerinin bozulmasını önlemek için günlük olarak çözeltiler hazırlanmıştır. Çok standartlı çözelti, zirai ilaç içermeyen domates ile inceltirilmiştir. Çoklu standard konsantrasyonları çalışma solüsyonları 0.01, 0.025, 0.05, 0.1 ve 0.25 mg kg<sup>-1</sup>'dir.

### Kımyasal maddeler

HPLC'de kullanılan metanol ve asetronitril Sigma–Aldrich (St. Louis, MO, USA), amonyum format %99 saflıkta Sigma–Aldrich (Steinheim, Germany), susuz magnezyum sülfat (MgSO<sub>4</sub>), sodyum asetat (% 99.9, C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>NaO<sub>2</sub>) ve buzlu asetik asit, Merck (Darmstadt, Almanya), birincil-sekonder amin (PSA,50 mm), Supelco'dan (Bellefonte, PA, ABD), 18.2 MΩ dirençli ultra saf su, bir Milli-Q saflaştırma sistemi (Millipore, Molsheim, Fransa) temin edilmiştir.

### Numunenin hazırlanması ve analizi

Domatesler, küçük parçalar halinde doğranıp blenderda parçalanarak homojenize edildikten sonra, 15 g tartılarak 50 mL'lik teflon kap içine alınmıştır. Numuneye 15 mL %1 lik asetik asit çözeltisi, 6 g MgSO<sub>4</sub> ve 1.5 g Sodyum asetat ilave edilmiştir. Vorteksle, 1 dakika süre ile çalkalanmıştır. Santrifüjde 5000 rpm devirde 2 dakika süre ile santrifüjlenmiştir. Santrifüjlenen örneğin üst fazından 8 ml alınıp içinde 1.2 g MgSO<sub>4</sub>+0.4 g PSA içeren 15 mL' lik plastik kap içine alınmıştır. Tekrar vorteksle 1 dakika çalkalanıp, santrifüjde 5000 rpm devirde 2 dakika santrifüjlenmiştir. Santrifüjlenen örneğin üst fazı alınıp viallere konularak, her bir numuneden LC-MS/MS'e 15 µl enjeksiyon yapılmıştır. Cihazda okunan pestisit kalıntısı miktarı µg kg<sup>-1</sup>'dan (ppb) mg kg<sup>-1</sup>'a (ppm) çevrilmiştir (Kmellar ve ark., 2008).

### Kalibrasyon grafiğinin çizilmesi

LC-MS/MS için 0.005, 0.010, 0.020, 0.040, 0.080 ve 0.160 ppm'lik hazırlanan standartlar cihaza verilerek bu konsantrasyonlara karşılık gelen alan ve alikonma süresi belirlenmiştir. Konsantrasyona karşı alan grafiği çizilerek kalibrasyon eğrisi elde edilmiştir.

## BULGULAR VE TARTIŞMA

Tayin limiti (LOD) ve ölçüm limiti (LOQ) çalışması için; LC-MS/MS'de 10 µgkg<sup>-1</sup> düzeyinde geri kazanım çalışması yapılarak 205 pestisit LC-MS/MS cihazına 10'er kez enjekte edilmiştir. Tespit limiti (LOD) ve Tayin limiti (LOQ) aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır:

Tespit limiti (LOD) = 3s, Ölçüm Limiti (LOQ) = 10s, s: Standart Sapma  
Sonaçlar Çizelge 1'de verilmiştir.

**Çizelge 1.** LC-MS/MS için LOD, LOQ çalışma sonuçları (µg kg<sup>-1</sup>).

Table 1. LOD, LOQ study results for LC-MS / MS (µg kg<sup>-1</sup>).

LC-MS/MS Pestisit adı	Okunan Değerler (µg kg <sup>-1</sup> )										ORT	SS	LOD	LOQ
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10				
Abamectin	8.16	7.85	7.69	7.70	7.90	11.20	10.60	8.03	10.30	9.24	<b>8.87</b>	<b>1.36</b>	<b>4.07</b>	<b>13.56</b>
Acetamidrid	8.74	7.79	7.92	7.89	8.22	11.10	10.30	10.50	10.10	11.50	<b>9.41</b>	<b>1.44</b>	<b>4.32</b>	<b>14.41</b>
Acetochlor	7.74	7.09	11.20	9.04	8.55	7.73	9.85	10.40	9.60	7.28	<b>8.85</b>	<b>1.40</b>	<b>4.20</b>	<b>14.01</b>
Acrinathrin	7.54	9.75	8.66	8.95	7.74	7.53	9.58	7.01	11.70	11.10	<b>8.96</b>	<b>1.58</b>	<b>4.75</b>	<b>15.82</b>
Alachlor	9.89	11.50	7.36	10.20	7.15	11.50	7.88	9.49	9.27	11.50	<b>9.57</b>	<b>1.68</b>	<b>5.04</b>	<b>16.79</b>
Amitraz	10.90	11.80	10.9	11.30	10.60	10.60	10.40	9.00	10.90	8.19	<b>10.46</b>	<b>1.08</b>	<b>3.23</b>	<b>10.75</b>
Atrazine	8.29	8.35	8.26	8.18	8.39	9.28	10.20	9.64	9.68	10.00	<b>9.03</b>	<b>0.81</b>	<b>2.43</b>	<b>8.10</b>
Azinphos methyl	10.60	7.15	9.02	7.15	11.80	7.56	8.06	7.15	10.20	7.94	<b>8.66</b>	<b>1.67</b>	<b>5.01</b>	<b>16.68</b>
Azoxystrobine	7.55	7.49	7.66	7.73	7.92	11.70	11.70	11.60	11.20	11.60	<b>9.62</b>	<b>2.06</b>	<b>6.17</b>	<b>20.58</b>
Bensulfuron-Methyl	8.14	8.17	8.22	8.14	8.17	8.22	8.15	8.21	8.17	8.27	<b>8.19</b>	<b>0.04</b>	<b>0.13</b>	<b>0.42</b>
Bentazone	7.34	7.46	8.57	7.77	9.99	8.70	8.72	8.51	9.97	10.10	<b>8.71</b>	<b>1.03</b>	<b>3.09</b>	<b>10.30</b>
Beta-Cyfluthrin	8.21	8.34	9.19	8.29	8.30	9.58	11.00	10.90	10.40	10.20	<b>9.44</b>	<b>1.13</b>	<b>3.39</b>	<b>11.30</b>
Bifenthrin	7.77	7.60	7.77	7.73	7.75	8.86	9.15	8.99	9.04	9.13	<b>8.38</b>	<b>0.70</b>	<b>2.09</b>	<b>6.96</b>
Boscalid	8.28	9.47	9.41	7.76	9.52	10.90	11.60	10.40	11.40	11.90	<b>10.06</b>	<b>1.41</b>	<b>4.23</b>	<b>14.10</b>
Bromoxynil	7.41	9.37	9.71	8.94	9.99	10.50	9.42	9.13	10.40	9.98	<b>9.49</b>	<b>0.89</b>	<b>2.68</b>	<b>8.92</b>
Bromuconazole	9.13	7.76	8.68	7.63	9.42	8.80	10.40	10.90	11.30	11.40	<b>9.54</b>	<b>1.39</b>	<b>4.18</b>	<b>13.92</b>
Bupirimate	7.50	7.41	7.72	7.59	7.90	10.80	11.40	11.80	11.10	11.20	<b>9.44</b>	<b>1.94</b>	<b>5.81</b>	<b>19.37</b>
Buprofezine	8.05	8.07	7.92	8.08	8.12	10.60	10.80	9.53	10.10	10.00	<b>9.13</b>	<b>1.19</b>	<b>3.56</b>	<b>11.87</b>
Carbaryl	9.48	9.51	9.63	9.81	9.84	10.10	11.30	10.70	10.40	10.60	<b>10.14</b>	<b>0.60</b>	<b>1.80</b>	<b>5.99</b>
Carbendazim	8.39	8.61	8.47	8.63	8.77	8.75	8.70	8.57	8.07	9.68	<b>8.66</b>	<b>0.41</b>	<b>1.24</b>	<b>4.12</b>
Carbofuran	7.70	7.61	7.59	7.84	7.87	9.08	9.29	9.23	9.09	9.21	<b>8.45</b>	<b>0.78</b>	<b>2.33</b>	<b>7.76</b>
Carbosulfan	7.47	7.43	7.50	7.47	7.45	9.85	9.60	9.98	9.74	9.64	<b>8.61</b>	<b>1.22</b>	<b>3.65</b>	<b>12.16</b>

Çizelge 1. Devamı.

Table 1. Continue.

LC-MS/MS Pestisit adı	Okunan Değerler ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )										ORT	SS	LOD	LOQ
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10				
Carboxin	8.85	8.90	8.77	9.04	9.13	9.94	10.70	10.50	9.90	10.80	<b>9.65</b>	<b>0.81</b>	<b>2.43</b>	<b>8.11</b>
Carfentrazone-Ethyl	8.23	7.61	7.38	8.94	8.56	11.30	10.40	10.80	11.10	10.50	<b>9.48</b>	<b>1.50</b>	<b>4.49</b>	<b>14.97</b>
Chlofentazine	7.93	7.88	7.79	7.72	8.30	11.50	10.40	9.99	11.20	10.40	<b>9.31</b>	<b>1.53</b>	<b>4.58</b>	<b>15.28</b>
Chlorfluozuron	9.56	8.91	9.55	9.34	8.91	11.30	11.50	10.00	10.50	10.80	<b>10.04</b>	<b>0.94</b>	<b>2.83</b>	<b>9.44</b>
Chloridazon	7.71	7.15	7.52	7.53	8.23	11.30	9.56	9.93	8.32	7.71	<b>8.50</b>	<b>1.34</b>	<b>4.01</b>	<b>13.37</b>
Chlormequat chloride	8.94	8.93	8.88	8.83	8.94	9.13	8.98	9.58	9.18	9.07	<b>9.05</b>	<b>0.22</b>	<b>0.65</b>	<b>2.17</b>
Chlorpham	11.80	8.76	8.38	7.21	7.92	10.80	10.40	7.83	10.40	11.40	<b>9.49</b>	<b>1.65</b>	<b>4.95</b>	<b>16.51</b>
Chlorpyrifos ethyl	7.72	8.09	7.85	7.53	7.63	10.60	11.90	10.00	9.86	11.50	<b>9.27</b>	<b>1.70</b>	<b>5.11</b>	<b>17.02</b>
Chlorpyrifos Methyl	11.90	7.13	7.24	7.20	9.80	11.30	9.77	11.20	7.23	10.50	<b>9.33</b>	<b>1.94</b>	<b>5.82</b>	<b>19.41</b>
Chlorsulfuron	7.16	7.60	11.20	11.60	7.50	9.29	9.84	7.74	7.97	7.59	<b>8.75</b>	<b>1.63</b>	<b>4.90</b>	<b>16.33</b>
Clethodim	8.26	8.13	10.50	8.71	9.36	8.88	10.50	8.73	9.26	10.50	<b>9.28</b>	<b>0.92</b>	<b>2.76</b>	<b>9.20</b>
Clodinafop-Propargyl	7.68	7.84	7.76	7.95	8.18	11.50	10.60	11.00	11.40	10.20	<b>9.41</b>	<b>1.66</b>	<b>4.97</b>	<b>16.57</b>
Clothianidin	9.41	10.20	7.92	9.78	8.22	9.53	7.87	7.78	8.02	8.49	<b>8.72</b>	<b>0.91</b>	<b>2.74</b>	<b>9.12</b>
Cyclanilide	8.72	11.30	7.53	7.10	8.73	8.53	10.50	8.58	11.50	10.40	<b>9.29</b>	<b>1.54</b>	<b>4.61</b>	<b>15.36</b>
Cycloate	10.80	7.02	10.50	9.29	10.00	10.60	10.80	10.80	8.48	9.66	<b>9.80</b>	<b>1.24</b>	<b>3.73</b>	<b>12.44</b>
Cyhalofop-butyl	10.00	8.47	9.91	10.30	10.50	10.60	11.50	11.80	9.09	9.75	<b>10.19</b>	<b>1.00</b>	<b>3.01</b>	<b>10.03</b>
Cymoxanil	9.06	9.37	8.99	9.03	9.04	8.95	9.45	9.16	9.24	8.99	<b>9.13</b>	<b>0.17</b>	<b>0.52</b>	<b>1.72</b>
Cypermethrin	9.01	9.11	8.46	8.67	10.10	8.88	9.80	10.30	8.16	9.71	<b>9.22</b>	<b>0.72</b>	<b>2.17</b>	<b>7.22</b>
Cyproconazole	7.64	7.36	7.54	7.45	8.34	11.40	10.80	10.20	10.70	11.60	<b>9.30</b>	<b>1.79</b>	<b>5.36</b>	<b>17.85</b>
Cyprodinil	7.99	7.81	8.23	7.51	8.16	10.20	10.30	11.10	11.10	11.30	<b>9.37</b>	<b>1.56</b>	<b>4.67</b>	<b>15.57</b>
Dazomet	8.52	7.79	8.09	7.66	7.73	8.24	8.77	8.03	8.33	7.87	<b>8.10</b>	<b>0.36</b>	<b>1.09</b>	<b>3.62</b>
Deltamethrin	7.47	8.19	7.30	7.40	7.20	10.30	8.99	7.42	7.35	10.70	<b>8.23</b>	<b>1.32</b>	<b>3.95</b>	<b>13.16</b>
Diafenthiuron	8.54	8.39	8.49	8.42	8.49	10.50	10.60	10.40	10.60	10.90	<b>9.53</b>	<b>1.13</b>	<b>3.40</b>	<b>11.32</b>
Diazinon	7.17	7.41	7.31	7.21	7.27	9.62	9.81	9.45	8.89	9.30	<b>8.34</b>	<b>1.15</b>	<b>3.46</b>	<b>11.53</b>
Dicamba	8.79	7.89	11.20	8.11	8.95	8.80	9.58	8.16	10.80	7.94	<b>9.02</b>	<b>1.17</b>	<b>3.51</b>	<b>11.71</b>
Dichlofluanid	7.79	7.57	7.39	7.40	7.98	8.17	9.00	9.16	7.60	8.97	<b>8.10</b>	<b>0.69</b>	<b>2.08</b>	<b>6.94</b>
Dichlorvos	8.27	8.96	8.18	8.30	10.20	9.06	9.64	10.00	11.40	10.40	<b>9.44</b>	<b>1.07</b>	<b>3.21</b>	<b>10.71</b>
Diclofop Methyl	9.18	9.57	11.00	9.19	10.50	9.91	9.26	10.70	10.00	11.90	<b>10.12</b>	<b>0.90</b>	<b>2.70</b>	<b>8.99</b>
Diethofencarb	9.25	11.40	8.91	7.13	8.29	9.36	10.50	9.55	10.60	9.87	<b>9.49</b>	<b>1.22</b>	<b>3.67</b>	<b>12.23</b>
Difenoconazole	8.22	7.48	7.63	8.03	8.11	8.35	11.30	10.10	9.30	10.70	<b>8.92</b>	<b>1.35</b>	<b>4.05</b>	<b>13.49</b>
Diflubenzuron	7.95	9.41	11.90	8.07	10.80	9.62	9.39	10.10	8.99	9.60	<b>9.58</b>	<b>1.18</b>	<b>3.53</b>	<b>11.78</b>
Dimethenamid	8.27	8.48	8.01	8.04	9.22	11.00	11.70	10.90	11.10	11.60	<b>9.83</b>	<b>1.56</b>	<b>4.68</b>	<b>15.60</b>
Dimethoate	7.76	7.41	9.56	7.64	9.40	8.83	9.79	9.60	9.97	7.90	<b>8.79</b>	<b>1.01</b>	<b>3.02</b>	<b>10.05</b>
Dimethomorph	7.58	7.59	7.27	7.73	7.85	10.80	11.00	10.70	9.62	9.87	<b>9.00</b>	<b>1.53</b>	<b>4.60</b>	<b>15.35</b>
Diniconazole	8.01	7.51	7.82	7.55	7.34	10.10	10.70	11.10	9.83	11.20	<b>9.12</b>	<b>1.61</b>	<b>4.83</b>	<b>16.11</b>
Dinocap	9.97	7.88	10.60	7.00	8.98	9.13	8.25	8.64	9.20	8.57	<b>8.82</b>	<b>1.02</b>	<b>3.06</b>	<b>10.20</b>
Dioxathion	7.29	7.20	7.58	7.42	7.61	11.10	11.30	10.60	9.12	11.60	<b>9.08</b>	<b>1.87</b>	<b>5.62</b>	<b>18.73</b>
Diphenamid	7.12	7.25	7.15	7.32	7.41	9.61	9.86	9.61	9.41	9.93	<b>8.47</b>	<b>1.29</b>	<b>3.88</b>	<b>12.93</b>
Dithianon	9.21	7.52	10.70	8.00	8.95	7.58	8.52	7.90	7.12	9.06	<b>8.46</b>	<b>1.06</b>	<b>3.19</b>	<b>10.63</b>
Diuron	8.24	8.56	8.05	9.69	8.34	10.90	10.60	10.10	10.40	10.90	<b>9.58</b>	<b>1.16</b>	<b>3.49</b>	<b>11.64</b>
Epoxyconazole	7.58	7.40	7.52	7.29	7.80	11.90	11.50	10.70	11.20	11.90	<b>9.48</b>	<b>2.10</b>	<b>6.30</b>	<b>20.99</b>
EPTC	8.11	9.46	7.16	8.18	10.50	10.50	10.50	11.60	10.10	11.00	<b>9.71</b>	<b>1.44</b>	<b>4.33</b>	<b>14.42</b>
Esfenvalerate	7.61	9.26	7.59	7.62	7.62	10.50	8.54	7.51	8.78	8.79	<b>8.38</b>	<b>0.99</b>	<b>2.96</b>	<b>9.86</b>
Ethalfuralin	9.12	9.00	9.40	9.17	9.12	11.50	11.80	10.50	11.50	11.70	<b>10.28</b>	<b>1.23</b>	<b>3.70</b>	<b>12.33</b>
Ethiofencarb	8.24	8.33	8.15	8.20	8.65	8.74	9.12	9.47	8.94	9.18	<b>8.70</b>	<b>0.47</b>	<b>1.40</b>	<b>4.67</b>
Ethofumasate	8.41	7.15	7.29	8.92	8.88	10.30	11.00	9.49	9.95	11.20	<b>9.26</b>	<b>1.40</b>	<b>4.21</b>	<b>14.03</b>
Ethoprophos	8.65	8.01	7.74	8.94	9.15	11.30	10.90	10.90	11.70	9.93	<b>9.72</b>	<b>1.42</b>	<b>4.26</b>	<b>14.21</b>
Etofenprox	7.15	7.15	7.31	7.31	7.48	10.70	10.80	11.20	10.80	11.10	<b>9.10</b>	<b>1.93</b>	<b>5.78</b>	<b>19.26</b>
Etozazole	7.15	7.15	7.24	7.28	7.23	10.50	11.10	10.20	9.09	10.80	<b>8.77</b>	<b>1.73</b>	<b>5.18</b>	<b>17.28</b>
Famoxadone	7.32	7.97	7.24	9.16	9.16	11.10	11.50	10.90	11.30	11.10	<b>9.68</b>	<b>1.71</b>	<b>5.14</b>	<b>17.14</b>
Fenamidone	7.64	7.21	7.75	7.55	7.92	7.95	9.48	9.81	9.61	10.00	<b>8.49</b>	<b>1.09</b>	<b>3.27</b>	<b>10.89</b>
Fenamiphos (sum)	7.75	7.80	7.45	7.61	8.04	8.88	8.26	7.72	8.12	9.35	<b>8.10</b>	<b>0.60</b>	<b>1.79</b>	<b>5.98</b>
Fenarimol	8.04	8.05	8.65	7.67	7.66	9.59	9.53	10.20	9.98	10.30	<b>8.97</b>	<b>1.07</b>	<b>3.20</b>	<b>10.66</b>

Çizelge 1. Devamı.

Table 1. Continue.

LC-MS/MS Pestisit adı	Okunan Değerler ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )										ORT	SS	LOD	LOQ
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10				
Fenazaquin	8.02	8.06	8.09	8.03	8.13	10.40	10.20	9.66	9.21	10.00	<b>8.98</b>	<b>1.01</b>	<b>3.04</b>	<b>10.14</b>
Fenbuconazole	7.61	7.36	8.79	8.07	8.39	8.95	10.20	8.77	9.58	8.66	<b>8.64</b>	<b>0.85</b>	<b>2.56</b>	<b>8.52</b>
Fenoxaprop-P-Ethyl	8.02	8.37	8.11	8.21	7.66	9.16	9.21	8.70	8.30	8.80	<b>8.45</b>	<b>0.50</b>	<b>1.51</b>	<b>5.03</b>
Fenoxycarb	7.49	7.89	9.75	7.92	10.40	10.80	10.60	11.70	9.59	11.60	<b>9.77</b>	<b>1.54</b>	<b>4.63</b>	<b>15.42</b>
Fenpropathrin	7.88	9.05	8.34	9.32	8.08	8.67	8.72	9.94	8.88	9.84	<b>8.87</b>	<b>0.69</b>	<b>2.07</b>	<b>6.89</b>
Fenpyroximate	9.10	9.12	9.23	9.22	9.38	9.95	9.83	9.92	9.65	9.84	<b>9.52</b>	<b>0.35</b>	<b>1.04</b>	<b>3.48</b>
Fenthion	10.20	9.07	9.23	9.13	8.51	7.98	8.71	9.74	9.40	8.26	<b>9.02</b>	<b>0.68</b>	<b>2.03</b>	<b>6.77</b>
Fenvalerate	7.61	9.26	7.59	7.62	7.62	10.50	8.54	7.51	8.78	8.79	<b>8.38</b>	<b>0.99</b>	<b>2.96</b>	<b>9.86</b>
Fipronil	9.96	10.00	10.90	8.76	9.60	9.74	9.35	10.00	8.18	8.72	<b>9.52</b>	<b>0.79</b>	<b>2.38</b>	<b>7.93</b>
Fluazifop-P-Butyl	8.31	8.27	8.50	8.22	8.39	11.70	11.90	10.80	10.90	11.80	<b>9.88</b>	<b>1.66</b>	<b>4.99</b>	<b>16.63</b>
Fluazinam	10.84	9.00	8.50	9.38	8.16	7.48	9.98	9.96	11.60	8.36	<b>9.33</b>	<b>1.28</b>	<b>3.85</b>	<b>12.82</b>
Fludioxynil	8.09	8.07	11.90	7.05	7.62	8.15	9.33	9.11	7.45	10.50	<b>8.73</b>	<b>1.51</b>	<b>4.53</b>	<b>15.11</b>
Flufenoxuron	8.77	10.00	11.10	10.90	10.50	9.69	9.54	11.80	7.71	9.10	<b>9.91</b>	<b>1.22</b>	<b>3.65</b>	<b>12.16</b>
Flurasulam	8.14	7.94	7.88	10.20	8.12	7.21	10.80	7.47	7.89	10.40	<b>8.61</b>	<b>1.32</b>	<b>3.97</b>	<b>13.23</b>
Flurochloridone	8.38	8.17	10.60	7.25	7.20	10.90	11.00	7.60	10.10	11.80	<b>9.30</b>	<b>1.75</b>	<b>5.26</b>	<b>17.53</b>
Flusilazole	7.93	7.20	8.97	9.57	7.30	10.80	8.01	8.13	10.10	7.94	<b>8.60</b>	<b>1.21</b>	<b>3.64</b>	<b>12.14</b>
Flutriafol	8.09	8.91	7.11	9.91	7.79	8.41	7.15	9.35	9.40	9.42	<b>8.55</b>	<b>1.00</b>	<b>2.99</b>	<b>9.97</b>
Foramsulfuron	8.84	10.70	11.40	10.80	7.18	10.70	8.74	11.60	12.00	8.68	<b>10.06</b>	<b>1.59</b>	<b>4.77</b>	<b>15.89</b>
Formatanate	8.51	8.64	8.92	8.56	8.91	10.00	10.50	10.00	10.40	10.50	<b>9.49</b>	<b>0.86</b>	<b>2.57</b>	<b>8.56</b>
Fosthiazate	7.40	7.43	7.27	7.44	7.35	9.70	10.10	9.73	9.40	9.74	<b>8.56</b>	<b>1.25</b>	<b>3.76</b>	<b>12.54</b>
Furathiocarb	7.14	7.21	7.29	7.52	7.65	10.70	10.80	9.84	9.63	10.30	<b>8.81</b>	<b>1.57</b>	<b>4.71</b>	<b>15.69</b>
Giberellic acid	9.52	11.10	11.60	10.30	10.40	11.90	9.47	10.10	8.61	10.23	<b>10.32</b>	<b>1.01</b>	<b>3.02</b>	<b>10.05</b>
Halfenprox	7.80	7.30	7.92	7.30	7.96	8.92	9.03	7.33	7.31	9.49	<b>8.04</b>	<b>0.82</b>	<b>2.46</b>	<b>8.21</b>
Haloxypop-2-Etoxyethyl	7.52	7.43	7.41	7.51	7.43	10.70	11.50	9.96	9.22	10.20	<b>8.89</b>	<b>1.61</b>	<b>4.83</b>	<b>16.09</b>
Haloxypop-P-Methyl	7.65	7.95	8.03	7.78	7.86	11.30	11.70	10.60	10.90	10.70	<b>9.45</b>	<b>1.71</b>	<b>5.13</b>	<b>17.09</b>
Hexaconazole	7.22	8.02	7.06	8.08	10.10	11.50	11.30	10.30	11.30	11.50	<b>9.64</b>	<b>1.85</b>	<b>5.54</b>	<b>18.45</b>
Hexaflumuron	9.11	7.97	8.52	9.84	11.10	7.81	11.30	8.53	9.15	10.50	<b>9.38</b>	<b>1.25</b>	<b>3.76</b>	<b>12.54</b>
Hexythiazox	8.07	8.10	8.13	8.23	8.24	10.90	11.70	9.82	10.20	11.00	<b>9.44</b>	<b>1.44</b>	<b>4.32</b>	<b>14.41</b>
Imazalil	7.75	7.10	7.97	7.40	7.42	11.50	11.80	11.00	10.40	11.50	<b>9.38</b>	<b>2.00</b>	<b>6.01</b>	<b>20.03</b>
Imazamox	7.54	10.80	9.72	10.60	9.95	7.32	10.80	7.39	10.60	10.30	<b>9.50</b>	<b>1.48</b>	<b>4.44</b>	<b>14.81</b>
Imazapic	7.42	7.98	11.20	11.10	11.30	8.01	11.40	10.30	10.20	8.11	<b>9.70</b>	<b>1.63</b>	<b>4.88</b>	<b>16.27</b>
Imazapyr	9.36	11.50	8.40	9.11	9.40	9.25	9.27	9.49	9.31	7.37	<b>9.25</b>	<b>1.02</b>	<b>3.07</b>	<b>10.24</b>
Imazethapyr	11.70	8.21	8.11	8.00	8.16	8.14	8.19	7.99	10.40	11.80	<b>9.07</b>	<b>1.58</b>	<b>4.75</b>	<b>15.84</b>
Imidacloprid	7.31	7.31	7.08	7.62	7.30	8.15	8.45	7.24	7.08	11.60	<b>7.91</b>	<b>1.37</b>	<b>4.12</b>	<b>13.73</b>
Iodosulfuron-Methyl	9.55	8.15	8.27	9.83	9.05	10.80	9.62	10.90	9.09	10.40	<b>9.57</b>	<b>0.96</b>	<b>2.87</b>	<b>9.57</b>
Ioxynil	8.11	9.99	10.70	10.10	9.71	9.91	9.98	10.30	10.60	8.73	<b>9.81</b>	<b>0.81</b>	<b>2.42</b>	<b>8.08</b>
Iprodione	8.40	8.02	8.15	8.15	8.15	8.15	8.52	8.39	8.15	8.07	<b>8.22</b>	<b>0.16</b>	<b>0.49</b>	<b>1.63</b>
Isoxaflutole	8.10	8.33	7.48	7.26	7.80	9.99	9.97	9.17	9.22	9.34	<b>8.67</b>	<b>1.00</b>	<b>3.01</b>	<b>10.02</b>
Kresoxim methyl	7.86	7.42	8.59	8.92	7.10	11.20	11.70	11.90	11.10	11.70	<b>9.75</b>	<b>1.95</b>	<b>5.85</b>	<b>19.50</b>
Lambda Cyhalothrin	8.30	7.86	8.18	7.44	10.60	8.47	7.38	9.65	9.88	9.13	<b>8.69</b>	<b>1.09</b>	<b>3.26</b>	<b>10.86</b>
Lenacil	8.03	8.21	8.74	8.11	8.31	9.85	9.89	9.57	9.82	9.59	<b>9.01</b>	<b>0.80</b>	<b>2.40</b>	<b>8.00</b>
Lufenuron	8.94	7.87	8.55	7.47	8.22	11.50	10.80	10.90	11.10	11.80	<b>9.72</b>	<b>1.66</b>	<b>4.97</b>	<b>16.56</b>
Malathion	8.26	8.18	8.22	8.05	8.27	10.40	11.40	10.80	10.80	10.40	<b>9.48</b>	<b>1.38</b>	<b>4.14</b>	<b>13.80</b>
MCPA	7.75	11.90	9.73	10.23	9.76	10.40	11.70	7.98	10.90	11.80	<b>10.22</b>	<b>1.47</b>	<b>4.42</b>	<b>14.75</b>
Mecoprop	9.42	10.50	8.12	9.21	11.50	10.40	11.40	11.60	11.10	9.56	<b>10.28</b>	<b>1.17</b>	<b>3.51</b>	<b>11.69</b>
Mefenpyr-diethyl	7.59	7.56	7.57	8.00	7.32	11.60	11.00	11.20	10.80	10.80	<b>9.34</b>	<b>1.85</b>	<b>5.55</b>	<b>18.51</b>
Mesosulfuron methyl	7.25	7.28	7.59	7.44	8.40	11.60	11.20	11.30	11.80	10.20	<b>9.41</b>	<b>1.98</b>	<b>5.94</b>	<b>19.81</b>
Mesotrione	10.10	11.60	8.47	8.40	9.95	8.47	9.89	8.47	8.47	8.47	<b>9.23</b>	<b>1.10</b>	<b>3.30</b>	<b>11.01</b>
Metalaxyl	7.54	7.33	7.45	7.94	7.83	10.70	11.10	10.20	9.79	10.70	<b>9.06</b>	<b>1.56</b>	<b>4.69</b>	<b>15.65</b>
Metamitron	8.57	8.75	8.51	8.88	11.40	8.62	9.27	7.59	11.10	8.53	<b>9.12</b>	<b>1.20</b>	<b>3.60</b>	<b>12.00</b>
Metconazole	7.95	8.15	7.16	7.97	8.53	11.80	10.70	10.00	10.30	10.70	<b>9.33</b>	<b>1.55</b>	<b>4.66</b>	<b>15.54</b>
Methidathion	8.25	7.28	7.13	7.61	8.08	10.80	11.10	10.90	10.50	11.00	<b>9.27</b>	<b>1.72</b>	<b>5.16</b>	<b>17.19</b>
Methomyl	9.04	10.80	7.98	7.61	7.58	9.91	10.40	7.86	8.41	11.00	<b>9.06</b>	<b>1.36</b>	<b>4.08</b>	<b>13.59</b>

Çizelge 1. Devamı.

Table 1. Continue.

LC-MS/MS Pestisit adı	Okunan Değerler ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )										ORT	SS	LOD	LOQ
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10				
Methoxyfenozide	7.66	10.60	11.60	10.20	7.53	8.62	8.30	10.50	10.20	9.50	<b>9.47</b>	<b>1.38</b>	<b>4.13</b>	<b>13.77</b>
Metolachlor	7.16	7.03	7.57	7.60	7.08	11.40	11.40	11.20	10.00	10.90	<b>9.13</b>	<b>1.99</b>	<b>5.98</b>	<b>19.93</b>
Metrubuzin	7.69	8.32	8.42	7.34	7.71	8.26	8.32	7.37	8.58	8.06	<b>8.01</b>	<b>0.45</b>	<b>1.34</b>	<b>4.47</b>
Metsulfuron-methyl	8.03	7.47	7.97	7.79	8.02	10.20	9.96	9.91	9.47	10.00	<b>8.88</b>	<b>1.11</b>	<b>3.32</b>	<b>11.07</b>
Monocrotophos	8.03	8.42	7.98	8.18	8.29	7.95	8.19	8.76	7.98	9.28	<b>8.31</b>	<b>0.42</b>	<b>1.27</b>	<b>4.23</b>
Monolinuron	7.45	7.45	7.31	7.49	7.73	8.56	8.73	8.46	7.99	8.47	<b>7.96</b>	<b>0.55</b>	<b>1.64</b>	<b>5.46</b>
Myclobutanil	7.23	8.17	7.17	8.58	8.61	10.40	10.70	9.60	9.25	11.50	<b>9.12</b>	<b>1.45</b>	<b>4.34</b>	<b>14.48</b>
Nicosulfuron	7.59	7.68	7.46	8.15	8.36	10.70	11.80	9.88	10.20	11.40	<b>9.32</b>	<b>1.66</b>	<b>4.99</b>	<b>16.63</b>
Novaluron	8.82	11.30	9.57	10.70	8.27	10.20	10.10	7.91	10.50	9.30	<b>9.67</b>	<b>1.10</b>	<b>3.29</b>	<b>10.95</b>
Omethoate	8.20	8.03	8.07	8.07	7.97	9.03	9.25	8.85	8.40	9.00	<b>8.49</b>	<b>0.49</b>	<b>1.48</b>	<b>4.93</b>
Oxadixyl	7.51	7.56	7.76	7.78	7.51	10.20	9.96	9.63	9.80	9.15	<b>8.69</b>	<b>1.15</b>	<b>3.46</b>	<b>11.53</b>
Oxamyl	7.54	7.35	7.36	7.66	7.32	8.74	7.49	7.36	7.41	7.50	<b>7.57</b>	<b>0.42</b>	<b>1.27</b>	<b>4.23</b>
Oxyflourfen	7.00	11.50	9.34	8.47	7.70	8.12	11.40	10.80	10.30	10.10	<b>9.47</b>	<b>1.59</b>	<b>4.77</b>	<b>15.91</b>
Parathion Methyl	7.84	8.16	8.14	8.45	8.62	7.86	8.55	9.29	8.59	8.52	<b>8.40</b>	<b>0.43</b>	<b>1.28</b>	<b>4.28</b>
Penconazole	7.60	7.66	7.26	7.86	8.30	11.10	11.80	11.40	11.30	11.60	<b>9.59</b>	<b>1.98</b>	<b>5.93</b>	<b>19.77</b>
Pendimethalin	7.90	8.36	8.02	8.02	8.75	11.60	10.80	10.50	10.30	11.40	<b>9.57</b>	<b>1.49</b>	<b>4.48</b>	<b>14.95</b>
Permethrin	7.60	8.73	7.79	8.38	7.71	10.90	11.50	10.60	7.71	11.40	<b>9.23</b>	<b>1.66</b>	<b>4.99</b>	<b>16.62</b>
Phenmedipham	11.60	11.90	8.51	7.42	8.20	10.50	10.20	9.42	9.67	10.70	<b>9.81</b>	<b>1.46</b>	<b>4.38</b>	<b>14.59</b>
Phenthoate	8.12	7.97	7.03	7.74	7.92	11.80	11.60	10.30	11.80	11.60	<b>9.59</b>	<b>2.00</b>	<b>5.99</b>	<b>19.97</b>
Phosalone	7.03	7.13	7.01	7.37	7.26	11.00	11.70	11.00	9.67	10.40	<b>8.96</b>	<b>1.96</b>	<b>5.89</b>	<b>19.64</b>
Phosmet	7.60	7.18	7.53	7.37	8.00	11.90	11.90	11.10	10.70	11.80	<b>9.51</b>	<b>2.12</b>	<b>6.36</b>	<b>21.21</b>
Pirimicarb	7.95	8.04	7.90	7.93	7.94	9.43	9.88	9.26	8.99	9.42	<b>8.67</b>	<b>0.79</b>	<b>2.38</b>	<b>7.92</b>
Pirimiphos methyl	7.53	7.62	7.43	7.51	7.53	10.80	11.00	9.96	9.25	10.30	<b>8.89</b>	<b>1.52</b>	<b>4.55</b>	<b>15.17</b>
Prochloraz	7.07	8.26	7.07	7.11	7.09	9.46	10.90	8.46	8.34	9.79	<b>8.36</b>	<b>1.34</b>	<b>4.03</b>	<b>13.43</b>
Procymidone	7.93	8.38	7.68	8.79	7.20	10.10	11.60	7.56	9.61	10.00	<b>8.89</b>	<b>1.41</b>	<b>4.22</b>	<b>14.08</b>
Profenofos	7.17	7.10	7.21	7.30	7.60	11.10	12.00	11.00	10.10	10.80	<b>9.14</b>	<b>2.02</b>	<b>6.06</b>	<b>20.19</b>
Profoxydim (Clefoxydim)	8.18	8.76	8.13	8.41	8.83	7.93	7.23	7.45	9.50	7.47	<b>8.19</b>	<b>0.71</b>	<b>2.13</b>	<b>7.12</b>
Prometryn	7.89	7.55	7.76	7.83	7.78	10.90	11.20	11.10	10.50	10.70	<b>9.32</b>	<b>1.66</b>	<b>4.97</b>	<b>16.57</b>
Propaquizafop	7.56	7.79	7.39	7.50	7.89	10.60	11.10	10.30	10.20	10.90	<b>9.12</b>	<b>1.60</b>	<b>4.81</b>	<b>16.05</b>
Propargite	7.34	7.56	7.62	7.91	7.54	11.20	10.70	11.90	11.00	10.20	<b>9.30</b>	<b>1.85</b>	<b>5.55</b>	<b>18.48</b>
Propazine	7.01	7.04	7.03	7.04	7.67	9.64	10.30	9.68	9.63	9.83	<b>8.49</b>	<b>1.43</b>	<b>4.28</b>	<b>14.26</b>
Propoxycarbazone	9.18	10.21	9.82	7.55	8.10	9.35	8.10	8.88	11.90	7.84	<b>9.09</b>	<b>1.32</b>	<b>3.96</b>	<b>13.21</b>
Propyconazole	7.19	7.47	7.52	7.79	7.53	11.90	11.20	10.80	9.40	11.20	<b>9.20</b>	<b>1.90</b>	<b>5.70</b>	<b>19.01</b>
Propyzamide	8.27	7.49	7.12	8.10	9.19	9.48	8.84	10.10	10.80	11.70	<b>9.11</b>	<b>1.46</b>	<b>4.37</b>	<b>14.56</b>
Prothopos	8.11	7.83	7.61	8.05	7.61	11.70	11.80	9.23	11.90	11.50	<b>9.53</b>	<b>1.94</b>	<b>5.82</b>	<b>19.41</b>
Pymetrozine	7.85	7.98	7.86	7.89	7.83	7.92	8.00	7.87	7.88	7.86	<b>7.89</b>	<b>0.06</b>	<b>0.17</b>	<b>0.56</b>
Pyraclostrobin	7.99	7.80	7.89	7.98	8.26	11.70	11.70	10.70	10.40	11.30	<b>9.57</b>	<b>1.72</b>	<b>5.17</b>	<b>17.23</b>
Pyraflufen-Ethyl	8.18	8.15	7.99	7.90	8.91	11.00	11.50	9.81	10.90	10.30	<b>9.46</b>	<b>1.40</b>	<b>4.21</b>	<b>14.02</b>
Pyrazophos	7.29	7.67	7.30	7.74	8.15	11.90	11.80	11.00	10.80	11.30	<b>9.50</b>	<b>2.01</b>	<b>6.02</b>	<b>20.06</b>
Pyridaben	7.04	7.83	7.63	7.15	7.20	11.40	10.60	10.70	11.20	11.10	<b>9.19</b>	<b>1.94</b>	<b>5.82</b>	<b>19.40</b>
Pyridaphention	7.56	7.58	8.05	8.09	8.01	11.70	11.40	11.20	11.20	11.80	<b>9.66</b>	<b>1.92</b>	<b>5.75</b>	<b>19.16</b>
Pyridate	8.17	8.03	8.17	7.63	8.10	11.70	11.50	11.00	11.30	10.90	<b>9.65</b>	<b>1.74</b>	<b>5.22</b>	<b>17.39</b>
Pyriproxyfen	7.94	7.92	8.00	7.88	8.16	11.10	11.30	10.50	10.30	10.90	<b>9.40</b>	<b>1.52</b>	<b>4.57</b>	<b>15.24</b>
Quizalofop-P-Ethyl	7.74	8.18	7.87	8.28	8.80	11.80	11.80	10.80	9.77	11.30	<b>9.63</b>	<b>1.66</b>	<b>4.99</b>	<b>16.63</b>
Rimsulfuron	8.71	9.06	8.48	8.82	8.59	8.53	8.53	8.70	8.88	8.76	<b>8.71</b>	<b>0.18</b>	<b>0.55</b>	<b>1.82</b>
Sethoxydim	8.96	8.93	8.80	8.81	8.91	9.87	9.62	9.18	9.72	9.61	<b>9.24</b>	<b>0.42</b>	<b>1.25</b>	<b>4.18</b>
Simozine	9.47	8.95	8.70	9.53	10.10	9.98	10.40	10.90	9.99	8.46	<b>9.65</b>	<b>0.78</b>	<b>2.33</b>	<b>7.75</b>
Spirodiclofen	8.16	7.62	7.53	7.45	8.17	7.66	10.90	8.48	11.60	10.80	<b>8.84</b>	<b>1.61</b>	<b>4.82</b>	<b>16.08</b>
Spiroxamine	7.46	7.49	7.48	7.45	7.50	9.14	9.62	8.76	8.51	9.23	<b>8.26</b>	<b>0.88</b>	<b>2.64</b>	<b>8.79</b>
Sulfosulfuron	8.69	8.80	9.33	9.24	8.91	9.00	8.92	8.79	8.76	8.69	<b>8.91</b>	<b>0.22</b>	<b>0.66</b>	<b>2.21</b>
Tau-Fluvalinate	8.08	7.73	8.08	7.71	8.03	10.10	10.20	7.68	9.91	9.68	<b>8.72</b>	<b>1.10</b>	<b>3.29</b>	<b>10.96</b>
Tebuconazole	7.86	7.57	7.71	8.42	8.21	11.50	11.70	11.90	11.00	11.70	<b>9.76</b>	<b>1.93</b>	<b>5.79</b>	<b>19.29</b>
Tebufenozide	7.64	7.31	7.80	7.03	7.57	7.98	11.50	11.10	11.00	8.18	<b>8.71</b>	<b>1.75</b>	<b>5.25</b>	<b>17.51</b>

**Çizelge 1.** Devamı.

Table 1. Continue.

LC-MS/MS Pestisit adı	Okunan Değerler ( $\mu\text{g kg}^{-1}$ )										ORT	SS	LOD	LOQ
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10				
Teflubenzuron	9.07	7.02	8.16	9.61	10.70	10.40	8.25	7.96	10.20	7.43	<b>8.88</b>	<b>1.30</b>	<b>3.91</b>	<b>13.02</b>
Tepraloxymid	7.90	7.92	7.94	7.92	7.90	8.10	8.75	8.15	8.12	9.66	<b>8.24</b>	<b>0.56</b>	<b>1.69</b>	<b>5.62</b>
Terbuthylazine	7.96	8.04	7.97	8.10	8.11	10.50	10.30	10.20	9.69	10.50	<b>9.14</b>	<b>1.18</b>	<b>3.55</b>	<b>11.82</b>
Terbutryn	7.29	7.14	7.27	7.36	7.41	11.00	11.60	10.60	10.30	11.10	<b>9.11</b>	<b>1.94</b>	<b>5.82</b>	<b>19.41</b>
Tetraconazole	8.14	7.42	9.08	9.26	9.39	11.40	11.90	11.00	11.30	11.50	<b>10.04</b>	<b>1.58</b>	<b>4.73</b>	<b>15.77</b>
Thiabendazole	8.58	7.95	8.14	8.16	7.81	9.84	9.47	9.81	8.81	10.00	<b>8.86</b>	<b>0.85</b>	<b>2.56</b>	<b>8.53</b>
Thiacloprid	8.19	8.31	8.33	8.32	8.20	9.05	9.12	9.16	9.03	7.62	<b>8.53</b>	<b>0.52</b>	<b>1.57</b>	<b>5.22</b>
Thiamethoxam	8.47	8.30	8.28	8.47	8.47	8.65	8.35	8.32	8.88	8.93	<b>8.51</b>	<b>0.23</b>	<b>0.70</b>	<b>2.35</b>
Thifensulfuron-methyl	7.82	7.86	7.82	7.91	7.90	7.84	7.82	7.94	8.12	7.89	<b>7.89</b>	<b>0.09</b>	<b>0.27</b>	<b>0.91</b>
Thiohanate methyl	7.83	7.70	7.71	7.73	7.95	8.92	10.20	9.31	9.21	9.32	<b>8.59</b>	<b>0.91</b>	<b>2.73</b>	<b>9.09</b>
Thiometon	11.80	8.85	9.94	7.65	9.10	9.94	7.71	7.78	10.60	8.60	<b>9.20</b>	<b>1.37</b>	<b>4.12</b>	<b>13.72</b>
Tolyfluanid	8.67	7.26	9.37	7.97	7.95	10.00	10.10	9.06	7.94	10.30	<b>8.86</b>	<b>1.07</b>	<b>3.21</b>	<b>10.68</b>
Tralkoxydim	8.56	8.68	8.30	8.66	9.23	10.90	11.00	10.60	10.60	10.80	<b>9.73</b>	<b>1.13</b>	<b>3.40</b>	<b>11.33</b>
Triadimefon	10.00	9.83	10.90	9.15	9.94	9.96	10.20	9.90	8.72	9.70	<b>9.83</b>	<b>0.58</b>	<b>1.75</b>	<b>5.83</b>
Triadimenol	7.55	8.70	8.85	7.73	7.84	9.09	8.50	10.50	10.20	10.20	<b>8.92</b>	<b>1.08</b>	<b>3.24</b>	<b>10.80</b>
Triallate	8.19	7.95	8.43	8.75	9.30	10.40	10.90	11.00	10.90	9.83	<b>9.57</b>	<b>1.20</b>	<b>3.59</b>	<b>11.98</b>
Triasulfuron	10.20	10.10	10.10	10.20	10.30	10.40	10.20	10.10	10.70	10.20	<b>10.25</b>	<b>0.18</b>	<b>0.55</b>	<b>1.84</b>
Tribenuron-Methyl	10.60	10.80	10.60	10.60	10.60	10.60	10.80	10.90	10.70	11.10	<b>10.73</b>	<b>0.17</b>	<b>0.51</b>	<b>1.70</b>
Trichlorfon	10.40	9.81	9.98	9.73	9.87	9.89	10.30	10.50	10.10	10.20	<b>10.08</b>	<b>0.26</b>	<b>0.79</b>	<b>2.64</b>
Trifloxystrobin	11.20	11.00	10.60	8.93	10.40	11.70	9.93	10.40	9.07	7.76	<b>10.10</b>	<b>1.20</b>	<b>3.60</b>	<b>11.99</b>
Triflumizole	8.96	9.45	7.17	7.96	11.40	7.87	11.90	8.37	7.53	9.21	<b>8.98</b>	<b>1.59</b>	<b>4.76</b>	<b>15.87</b>
Triflumuron	7.58	11.80	11.20	9.80	11.80	10.50	10.60	8.98	11.30	9.94	<b>10.35</b>	<b>1.33</b>	<b>3.99</b>	<b>13.31</b>
Triticonazole	9.24	9.26	8.59	7.97	9.22	8.99	8.06	11.20	10.60	10.30	<b>9.34</b>	<b>1.06</b>	<b>3.19</b>	<b>10.65</b>
2.4 D Acid	9.76	7.99	8.14	9.64	11.90	11.70	8.22	8.71	9.59	7.96	<b>9.36</b>	<b>1.46</b>	<b>4.39</b>	<b>14.63</b>

**Kesinlik****Tekrarlanabilirlik**

Tekrarlanabilirlik çalışması için; LC-MS/MS cihazı için  $10 \mu\text{g kg}^{-1}$  ve  $100 \mu\text{g kg}^{-1}$  konsantrasyonlarda her biri 5 tekrarlı olmak üzere toplam 40 adet geri kazanım çalışması yapılmıştır. Tekrarlanabilirlik kontrolü için ise, her bir konsantrasyon için ayrı ayrı olmak üzere % RSDr değerleri hesaplanmış olup, bu değerlerin hepsinin  $\leq \%20$  koşuluna uygunluğu görülmüştür (SANTE/11813/2017 Gıda ve Yemde Pestisit dökümanı, 2017). Her bir konsantrasyon için ayrı ayrı olmak üzere, ölçülen konsantrasyonların ortalaması ( $\bar{x}$ ) ve standart sapmasından (s), RSD değerleri hesaplanmıştır. Daha sonra RSD<sub>pool</sub> hesabı yapılmıştır.

$RSD = \frac{s}{\bar{x}}$  Aşağıda hesaplamada kullanılan örnek veriler domates matriksinde dimethoate pestisit etken maddesine ait verilerdir. Diğer pestisitlerde benzer şekilde hesaplanmıştır.

**I.konsantrasyon için RSD, (Dimethoate)**

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} = \frac{1.54}{20.64} = 0.0745$$

**Tekrarlanabilirlik kontrolü için;**

0,0745  $\leq$  0.20 olduğu için uygun bulunmuştur.

**Tekrarlanabilirlik limiti kontrolü için;**

$$n:5 \text{ f}(5) = 3.9$$

$$\text{Tekrarlanabilirlik limiti } r = f(n) \times SD = 3.9 \times 1.54 = 5.9963$$

$$r = 5.9963$$

Bu grupta yer alan verilerin aralığı ( $X_{\text{ençok}} - X_{\text{enaz}}$ ) hesaplanarak tekrarlanabilirlik limiti ile karşılaştırılmıştır.  
 $X_{\text{ençok}} - X_{\text{enaz}} = 22.37 - 18.87 = 3.5 < r = 5.9963$

Verilerin aralığı tekrarlanabilirlik limitinden küçük olduğundan, veriler uygun bulunmuştur.

**II.konsantrasyon için RSD,(Dimethoate)**

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} = \frac{5.25}{101.24} = 0.0519 \text{ (} 0,0519 \leq 0.20 \text{ olduğunda tekrarlanabilirlik kontrolü için uygun bulunmuştur.}$$

Tekrarlanabilirlik limiti  $r = f(n) \times SD = 3.9 \times 5.25 = 20.48$

$$X_{\text{ençok}} - X_{\text{enaz}} = 110.25 - 96.49 = 13.76 < r = 20.48$$

Verilerin aralığı tekrarlanabilirlik limitinden küçük olduğundan, veriler uygun bulunmuştur.

**Tekrar Üretilebilirlik**

Laboratuvar-ıçi tekrar üretilebilirlik çalışması LC-MS/MS cihazı için  $10 \mu\text{g kg}^{-1}$  ve  $100 \mu\text{g kg}^{-1}$  konsantrasyonlarda her biri beş farklı zamanda geri kazanım çalışması yapılarak gerçekleştirilmiştir. Her bir konsantrasyon için ayrı ayrı  $RSD_{WR}$  değerleri hesaplanarak tekrarüretilebilirlik kontrolü yapılmıştır. Tekrar üretilebilirlik kontrolünde tüm %  $RSD_{WR}$  değerlerinin  $\leq 0.20$  koşulunu sağladığı görülmüştür.

İ.konsantrasyon için tekrarüretilebilirlik kontrolü:

$$R = f(n) \times SwR$$

$$n=20, f(20) = 5$$

$$R = 5 \times 2.18 = 10.92$$

Xençok-Xenaz =  $19.98 - 13.71 = 6.27 < R = 10.92$  olduğundan veriler uygun bulunmuştur.

**Çizelge 2.** Domates örneklerinde % geri kazanım ortalamaları (LC-MS/MS).

Table 2. Table 2.% recovery in tomato samples averages (LC-MS / MS).

DOMATES (LC-MS/MS)			
Pestisit Adı	% geri kazanım ortalama	Pestisit Adı	% geri kazanım ortalama
Abamectin	87.45	Imazalil	94.41
Acetamiprid	100.69	Imidacloprid	88.87
Acetochlor	91.24	Imazamox	89.11
Acrinathrin	96.78	Imazapic	86.91
Alachlor	85.92	Imazapyr	87.70
Amitraz	88.41	Imazethapyr	82.97
Atrazine	90.69	Iprodione	86.94
Azinphos methyl	87.30	Iodosulfuron-Methyl	93.64
Azoxystrobin	103.21	Ioxonyl	85.09
Bensulfuron-Methyl	92.38	Isoxaflutole	101.63
Bentazone	99.56	Kresoxim methyl	92.88
Beta-Cyfluthrin	91.18	Lambda chyalothrin	93.48
Bifenthrin	88.69	Lenacil	94.70
Boscalid	93.87	Lufenuron	92.49
Bromoxynil	86.17	Malathion	90.09
Bromuconazole	99.31	MCPA	93.67
Bupirimate	97.52	Mecoprop	96.84
Buprofezine	90.54	Mefenpyr-diethyl	90.22
Carbaryl	90.64	Mesosulfuron methyl	83.83
Carbendazm(Benomyl)	100.53	Mesotrione	91.10
Carbofuran	90.56	Metalaxyl	90.53
Carbosulfan	89.22	Metamitron	91.53
Carboxin	93.71	Metconazole	100.83
Carfentrazone-ethyl	99.19	Methidathion	91.07
Chlorfluozuron	93.53	Methoxyfenozide	90.46
Chloridazon	99.48	Methomyl	82.71
Chlormequat chloride	91.50	Metolachlor-S	90.08
Chlorpropham	98.37	Metribuzine	90.99
Chlorpyrifos ethyl	92.89	Metsulfuron-methyl	91.16
Chlorpyrifos methyl	90.59	Monocrotophos	87.18
Chlorsulfuron	91.85	Monolinuron	88.97
Clethodim	90.79	Myclobutanil	99.31
Clodinafop-propargyl	91.43	Nicosulfuron	90.05
Clofentezine	90.31	Novaluron	91.09
Clothianidin	94.33	Omethoate	86.93
Cycloate	90.22	Oxadixyl	86.71
Cyflanilide	104.09	Oxamyl	87.30
Cyhalofop-butyl	94.94	Oxyflourfen	91.93
Cymoxanil	91.40	Parathion Methyl	86.56
Cypermethrin	89.60	Penconazole	95.71
Cyproconazole	98.32	Pendimethalin	91.53



Çizelge 2. Devamı.

Table 2. Continue.

DOMATES (LC-MS/MS)			
Pestisit Adı	% geri kazanım ortalama	Pestisit Adı	% geri kazanım ortalama
Cyprodinil	92.43	Permethrin	92.44
Dazomet	87.48	Phenmedipham	93.37
Deltamethrin	92.72	Phenthoate	88.68
Diafenthuron	87.53	Phosalone	96.15
Diazinon	89.81	Phosmet	90.69
Dichlofluanid	86.85	Pirimicarb	91.93
Dichlorvos (DDVP)	83.68	Pirimiphos methyl	89.28
Diclofop methyl	94.06	Prochloraz	96.41
Dicamba	91.79	Procymidone	98.44
Diethofencarb	91.78	Profenofos	92.27
Difenoconazole	99.05	Profoxydim (Clefoxydim)	92.02
Diflubenzuron	92.50	Prometryn	89.77
Dimethenamid	84.80	Propaquizafop	96.25
Dimethoate	95.69	Propargite	93.40
Dimethomorph	102.17	Propazine	90.22
Diniconazole	92.83	Propiconazole	96.98
Dinocap	95.66	Propoxycarbazone	96.66
Dioxathion	88.12	Propyzamide	99.51
Diphenamid	90.98	Prothiofos	93.42
Dithianon	90.15	Pyraclostrobin	97.25
Diuron	93.05	Pyraflufen-ethyl	96.79
Epoxyconazole	98.78	Pymetrozine	90.71
EPTC	95.08	Pyrazophos	98.12
Esfenvalerate	90.12	Pyridaben	91.60
Ethalfuralin	90.62	Pyridaphention	99.08
Ethiofencarb	90.67	Pyridate	86.35
Ethofumesate	88.33	Pyriproxyfen	96.45
Ethoprophos	87.89	Quizalofop-P-ethyl	92.42
Etofenprox	90.05	Rimsulfuron	90.57
Etoxazole	99.29	Sethoxydim	90.06
Famoxadine	96.14	Simazine	85.16
Fenamidone	94.59	Spirodiclofen	93.31
Fenamiphos (sum)	95.27	Spiroxamine	93.71
Fenarimol	96.27	Sulfosulfuron	86.76
Fenazaquin	89.80	Tau-Fluvalinate	89.60
Fenbuconazole	100.03	Tebuconazole	102.06
Fenoxaprop-P-ethyl	94.38	Tebufenozide	95.94
Fenoxycarb	97.31	Teflubenzuron	100.07
Fenpropathrin	93.77	Tepraloxydim	86.06
Fenpyroximate	94.41	Terbuthylazine	94.31
Fenthion	92.01	Terbutryn	92.67
Fenvalerate	90.12	Tetraconazole	100.31
Fipronil	98.19	Thiabendazole	92.13
Florasulam	86.90	Thiacloprid	96.42
Fluazifop-P-butyl	95.16	Thiamethoxam	87.28
Fluazinam	90.98	Thifensulfuron methyl	86.31
Flufenoxuron	100.65	Thiophanate methyl	99.09
Fludioxonil	91.63	Thiometon	92.48
Flurochloridone	91.90	Tolyfluanid	85.90
Flusilazole	96.78	Tralkoxydim	82.99
Flutriafol	91.34	Triadimefon	98.77

**Çizelge 2.** Devamı.

Table 2. Continue.

DOMATES (LC-MS/MS)			
Pestisit Adı	% geri kazanım ortalama	Pestisit Adı	% geri kazanım ortalama
Foramsulfuron	83.28	Triadimenol	98.80
Fosthiazate	92.14	Triallate	97.12
Formatanate	90.38	Triasulfuron	94.68
Furathioncarb	99.63	Tribenuron-Methyl	85.00
Giberellic acid	93.60	Trichlorfon	96.72
Halfenprox	86.83	Trifloxystrobin	90.67
Haloxyfop-2-etoxyethyl	96.20	Triflumizole	90.39
Haloxyfop-P-methyl	92.24	Triflumuron	95.14
Hexaconazole	96.87	Triticonazole	95.23
Hexaflumuron	97.06	2-4 D Acid	94.61
Hexythiazox	93.21		

**Çizelge 3.** Örnek validasyon (Domates-Dimethoate) verileri için hesaplanan relatif standart belirsizlik değerleri.

Table 3. Relative standard uncertainty values calculated for sample validation (Tomato-Dimethoate) data.

Domates (Dimethoate)	Değer (x)	Standart belirsizlik	Relatif standart belirsizlik
Tekrarlanabilirlik	1	0.0114	0.0114
Tekrarüretilebilirlik	1	0.0658	0.0658
Gerçeklik	100.60	1.1499	0.1023

**Çizelge 4.** LC-MS/MS için genişletilmiş belirsizlik değerleri (Domates).

Table 4. Extended uncertainty values for LC-MS / MS (Tomato).

Matrix	DOMATES (LC-MS/MS)		
Pestisit-adi	Genişletilmiş Belirsizlik	Pestisit adı	Genişletilmiş Belirsizlik
Abamectin	0.4130	Imazalil	0.3968
Acetamiprid	0.3745	Imidacloprid	0.3456
Acetochlor	0.4119	Imazamox	0.3320
Acrinathrin	0.4213	Imazapic	0.3325
Alachlor	0.4167	Imazapyr	0.3330
Amitraz	0.3138	Imazethapyr	0.3147
Atrazine	0.3736	Iprodione	0.3938
Azinphos methyl	0.3822	Iodosulfuron-Methyl	0.3701
Azoxystrobine	0.3472	Ioxonyl	0.3911
Bensulfuron-Methyl	0.4226	Isoxaflutole	0.3767
Bentazone	0.3906	Kresoxim methyl	0.3302
Beta-Cyfluthrin	0.4027	Lambda chyhalothrin	0.3695
Bifenthrin	0.4243	Lenacil	0.3124
Boscalid	0.3848	Lufenuron	0.3214
Bromoxynil	0.2747	Malathion	0.3591
Bromuconazole	0.3569	MCPA	0.3704
Bupirimate	0.3776	Mecoprop	0.3074
Buprofezine	0.3720	Mefenpyr-diethyl	0.3858
Carbaryl	0.3368	Mesosulfuron methyl	0.3937
Carbendazm(Benomyl)	0.3660	Mesotrione	0.3125
Carbofuran	0.3570	Metalaxyl	0.3722
Carbosulfan	0.3529	Metamitron	0.3562
Carboxin	0.4099	Metconazole	0.3173
Carfentrazone-ethyl	0.4000	Methidathion	0.4103
Chlorfluozuron	0.4331	Methoxyfenozide	0.3746
Chloridazon	0.3529	Methomyl	0.3550
Chlormequat chloride	0.3604	Metolachlor-S	0.3617
Chlorpropham	0.3879	Metribuzine	0.3542

Çizelge 4. Devamı.

Table 4. Continue.

Matrix	DOMATES (LC-MS/MS)		
	Pestisit-adi	Genişletilmiş Belirsizlik	Pestisit adı
Chlorpyriphos ethyl	0.3751	Metsulfuron-methyl	0.3230
Chlorpyriphos methyl	0.3835	Monocrotophos	0.3310
Chlorsulfuron	0.3665	Monolinuron	0.4180
Clethodim	0.3716	Myclobutanil	0.3730
Clodinafop-propargyl	0.3909	Nicosulfuron	0.3902
Clofentezine	0.3515	Novaluron	0.3668
Clothianidin	0.3692	Omethoate	0.3509
Cycloate	0.3897	Oxadixyl	0.4290
Cyclanilide	0.2879	Oxamyl	0.3818
Cyhalofop-butyl	0.3726	Oxyflourfen	0.3425
Cymoxanil	0.3088	Parathion Methyl	0.3573
Cypermethrin	0.4071	Penconazole	0.3889
Cyproconazole	0.3542	Pendimethalin	0.3750
Cyprodinil	0.3433	Permethrin	0.3794
Dazomet	0.4039	Phenmedipham	0.4278
Deltamethrin	0.3992	Phenthoate	0.3646
Diafenthiuron	0.3653	Phosalone	0.3795
Diazinon	0.3868	Phosmet	0.4078
Dichlofluanid	0.3249	Pirimicarb	0.3827
Dichlorvos (DDVP)	0.4192	Pirimiphos methyl	0.4103
Diclofop methyl	0.4022	Prochloraz	0.3991
Dicamba	0.3426	Procymidone	0.3584
Diethofencarb	0.4006	Profenofos	0.3834
Difenoconazole	0.3505	Profoxydim (Clefoxydim)	0.3646
Diflubenzuron	0.3904	Prometryn	0.3750
Dimethenamid	0.4016	Propaquizafop	0.3757
Dimethoate	0.3767	Propargite	0.4226
Dimethomorph	0.3275	Propazine	0.3940
Diniconazole	0.4342	Propiconazole	0.3643
Dinocap	0.3820	Propoxycarbazon	0.3845
Dioxathion	0.4050	Propyzamide	0.3442
Diphenamid	0.3488	Prothiofos	0.4041
Dithianon	0.4328	Pyraclostrobin	0.3997
Diuron	0.3522	Pyraflufen-ethyl	0.3454
Epoxyconazole	0.3469	Pymetrozine	0.3324
EPTC	0.3744	Pyrazophos	0.3754
Esfenvalerate	0.3921	Pyridaben	0.4246
Ethalfuralin	0.2717	Pyridaphention	0.3381
Ethiofencarb	0.3920	Pyridate	0.3620
Ethofumesate	0.3904	Pyriproxyfen	0.4187
Ethoprophos	0.3552	Quizalofop-P-ethyl	0.3543
Etofenprox	0.4163	Rimsulfuron	0.3236
Etoxazole	0.3840	Sethoxydim	0.3313
Famoxadine	0.3777	Simazine	0.3479
Fenamidone	0.3548	Spirodiclofen	0.4140
Fenamiphos (sum)	0.3777	Spiroxamine	0.4289
Fenarimol	0.4139	Sulfosulfuron	0.3139
Fenazaquin	0.3865	Tau-Fluvalinate	0.3514
Fenbuconazole	0.3722	Tebuconazole	0.3535
Fenoxaprop-P-ethyl	0.3842	Tebufenozide	0.3526
Fenoxycarb	0.3506	Teflubenzuron	0.3386

Çizelge 4. Devamı.

Table 4. Continue.

Matrix		DOMATES (LC-MS/MS)	
Pestisit-adi	Genişletilmiş Belirsizlik	Pestisit adı	Genişletilmiş Belirsizlik
Fenprothrin	0.3920	Tepraloxymid	0.3564
Fenpyroximate	0.3805	Terbutylazine	0.3542
Fenthion	0.3308	Terbutryn	0.3838
Fenvalerate	0.3921	Tetraconazole	0.3437
Fipronil	0.3892	Thiabendazole	0.4131
Florasulam	0.3313	Thiacloprid	0.3270
Fluazifop-P-butyl	0.3890	Thiamethoxam	0.4113
Fluazinam	0.3938	Thifensulfuron methyl	0.3251
Flufenoxuron	0.3487	Thiophanate methyl	0.3333
Fludioxonil	0.3673	Thiometon	0.3990
Flurochloridone	0.3744	Tolyfluanid	0.3410
Flusilazole	0.3721	Tralkoxydim	0.3543
Flutriafol	0.3948	Triadimefon	0.3780
Foramsulfuron	0.3395	Triadimenol	0.3674
Fosthiazate	0.3718	Triallate	0.4134
Formatanate	0.3126	Triasulfuron	0.3476
Furathioncarb	0.3391	Tribenuron-Methyl	0.3612
Giberellic acid	0.3823	Trichlorfon	0.3805
Halfenprox	0.3712	Trifloxystrobin	0.3899
Haloxyfop-2-etoxyethyl	0.3718	Triflumizole	0.3857
Haloxyfop-P-methyl	0.3675	Triflumuron	0.3615
Hexaconazole	0.3453	Triticonazole	0.3953
Hexaflumuron	0.3911	2-4 D Acid	0.4140
Hexythiazox	0.4121		

Validasyon çalışmalarının uygunluk kontrolü; yukarıda elde edilmiş sonuçlar SANTE/11813/2017 Gıda ve Yemde Pestisit dökümanına göre uygun bulunmuştur. Avrupa çapında yapılan yeterlilik testlerinden elde edilen verilere göre, %50 genişletilmiş belirsizlik değerinin (%95 güven aralığı,  $k=2$ ), laboratuvarlar arası farklılıkları kapsadığı tespit edilmiş ve resmi kontrollerde bu değer dikkate alınması önerilmiştir. Ancak bu değer kullanılabilmesi için, laboratuvarın kendi genişletilmiş belirsizlik değerinin %50'nin altında olduğunu göstermesi gerekmektedir. SANTE/11813/2017 Gıda ve Yemde Pestisit dökümanının ilgili bu maddesine dayanılarak, genişletilmiş belirsizlik değerinin %50'nin altında olduğunu gösteren laboratuvarlar resmi sonuç verirken % 50 belirsizlik değerini kullanabilecektir. Bu bağlamda bulunan genişletilmiş belirsizlik değerleri rehber alınan SANTE/11813/2017 Gıda ve Yemde Pestisit dökümanına uygun bir değerdir.

Bu çalışmada Mersin ili ve çevresindeki illerden temin edilen domates örneklerinde 205 farklı pestisit taraması yapılmıştır. Domateslerde bulunan pestisitlerin Türk Gıda Kodeksi ve AB (Avrupa Birliği) MRL (Maksimum Residue Limiti)'ne göre değerlendirilmiş, örneklerin %74'ünde pestisit kalıntısına rastlanmazken, Örneklerin %18'inde dimethoate (ortalama  $3.289 \text{ mg kg}^{-1}$ ), chlorpyrifos (ortalama,  $3.528 \text{ mg kg}^{-1}$ ) ve endosülfan (ortalama  $2.854 \text{ mg kg}^{-1}$ ) bulunmuştur. Sadece kalıntı seviyesi dedekte edilebilen seviyenin (LOQ) üzerinde çıkan 4 örnekte methomyl  $0.487\text{-}0.687 \text{ mg kg}^{-1}$ , 4 örnekte acetamiprid  $0.584\text{-}0.682 \text{ mg kg}^{-1}$  aralığında tespit edilmiştir. Ancak bu değerler Türk Gıda Kodeksi (TGK) ve Avrupa Birliği (AB) Maksimum Kalıntı Limitleri (MRL)'nin altında değerlerdir.

Gana ve Hindistan'da Essumang ve ark. (2008) tarafından domates örneklerinde yapılan bir çalışmada chlorpyrifos  $10.76 \text{ mg kg}^{-1}$  bulunmuştur. Brezilya'da Gleissy ve ark. (2015) geleneksel olarak ve organik olarak yetiştirilen domateslerde asefat, carbaril, carbendazim, chlorpyrifos, diclorvos, fenpropatrin, methamidophos ve permethrin varlığını araştırmışlardır. Asefat, carbaril  $0.23 \text{ mg kg}^{-1}$ ; maksimum kalıntı seviyelerini aşan, carbendazim, chlor pyrifos, diklorvos, fenpropatrin  $0.41 \text{ mg kg}^{-1}$ ; maksimum kalıntı seviyelerini aşan, methamidophos ve permethrin  $0.51 \text{ mg kg}^{-1}$ ; geleneksel domateslerde, maksimum kalıntı seviyelerini aşan) bulunmuştur. Organik domateslerde, sadece bir örnek permethrin varlığını göstermiştir  $0.21 \text{ mg kg}^{-1}$ . Hadian ve Azizi (2006)'a göre, domates dahil olmak üzere 30 bitkisel ürün numunesini analiz ederek pestisit seviyelerini izin verilen sınırlardan daha düşük tespit etmişlerdir. Khanyeki ve ark. (2011)'e göre analiz ettikleri domates ve salatalık örneklerinin çoğunda pestisit düzeylerini MRL'den daha fazla saptamışlardır. Mohammadi ve Imani (2012)'e göre domates örneklerinin %24 ve %80'inin tüketimin üzerinde klorpirifos seviyesine ve ulusal kodeksin izin verilen seviyelere

sahip olduğunu ve örneklerin %56'sının tüketim kodeksine göre deltametrin ile enfekte olduğunu bildirmiştir. Hindistan'da 75 domates örneğinden 26'sında çeşitli insektisitlerin bulunduğu dikkate değerdir (Kumari ve ark., 2012). Zhao ve ark. (2014)'e göre Çin'den 10 domates, 5 domates suyu ve 5 ketçap örneği dahil domates ve domates ürünlerinde 186 böcek ilacı izlenmiştir. Örneklerin hiçbirinde triadimefon saptanmazken, chlorpyrifos 1.6-8.1 mg kg<sup>-1</sup>, procymidone 17-51 mg kg<sup>-1</sup>, fluththrinat 5.6-8.7 mg kg<sup>-1</sup> ve metaliyle 2.3 mg kg<sup>-1</sup>) tespit edilmiştir. Portekiz'de, yirmi domates örneğinde 30 pestisit kalıntısı analiz edilmiştir. Örneklerin %23'ünde azoxistrobin, trifloxystrobin, k-sihalotrin, fenhexamid, toluluanid ve siprodinil dahil olmak üzere altı çeşit pestisit saptanmıştır, ancak tüm değerler AB MRL'lerinin altında değerlerdir (EC, 2009; Melo ve ark., 2012).

## SONUÇ

Bu araştırmanın önemi, Akdeniz bölgesinde yetiştirilen domateslerde alerjiden kronik hastalıklara ve kansere kadar değişen, sağlığı tehdit eden pestisitlerin kullanım sonrası kalıntı düzeylerinin belirlenmesidir. Çalışmada, toplanan 205 adet domates örneğindeki pestisit kalıntıları üzerinde, izin verilen seviyeler üzerindeki toksisiteye ilişkin mevcut durum incelenmiştir. Sonuca göre, örneklerin %74'ü kalıntısız bulunurken, % 26'sı MRL seviyelerinin altında pestisit ile kontaminasyon göstermektedir. Elde edilen verilerle, Mersin ili ve çevresinde domates yetiştiriciliği yapan üreticilerin pestisit uygulamaları ve bekleme süresi gibi konularda bilinçli olduğu söylenebilir. Ayrıca örneklerde gözlenen toksisite düzeyi, yerel olarak üretilen domateste pestisitlerin tespit edilmesinin ve dünya çapındaki kısıtlamaların sıkı bir şekilde uygulanmasının ne kadar önemli olduğunu göstermektedir.

## KAYNAKLAR

- Akoto, O., Andoh, H., Darko, G., Eshun, K., & Osei-Fosu, P. (2013). Health risk assessment of pesticides residue in maize and cowpea from Ejura. *Chemosphere*, 92(1), 67-73.
- TÜİK. (2018). Bitkisel üretim istatistikleri. <http://tuikapp.tuik.gov.tr/bitkiselapp/bitkisel.zul>. Erişim: 16 Temmuz 2018.
- TGK. (2016). Türk Gıda Kodeksi Pestisitlerin Maksimum Kalıntı Limitleri Yönetmeliği.
- Çiftçiöğlü, G., & İssa, G. (2006). Çevre ve gıdalardaki pestisit kalıntılarının halk sağlığına etkisi. *İstanbul Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi*, 32(3), 91-96.
- dos Santos, G., Teixeira, L., Pereira, O., dos Santos, A., Fronza, M., Da Silva, A., & Scherer, R. (2015). Pesticide residues in conventionally and organically grown tomatoes in Espírito Santo (Brazil). *Química Nova*, 38, 848-851.
- EFSA. (2013). Scientific Report of EFSA. The 2010 European Union report on pesticide residues in Food. European Food Safety Authority. 2, 3 European Food Safety Authority (EFSA). *EFSA Journal*, 11(3), 3130.
- EC. (2009). Directive 2009/128/EC of the European Parliament and of the Council of 21 October 2009 establishing a framework for Community action to achieve the sustainable use of pesticides. *Official Journal of the European Union*, 71-86.
- Essumang, D. K., Dodoo, D. K., Adokoh, C. K., & Fumador, E. A. (2008). Analysis of some pesticide residues in tomatoes in Ghana. *Human and Ecological Risk Assessment*, 14(4), 796-806.
- Hadian, Z., & Azizi, M. H. (2006). Pesticide residues in vegetables marketed in the main wholesale fruit and vegetable market in Tehran as determined by gas chromatography/mass spectrometry. *Iran Journal Nutrition Sciences Food Technology*, 1(2), 13-20.
- Jahed Khanyeki, G.R., Fanaei, A.M., Sadeghi, M., & Mardani, G. (2011). Study of residue Oxi Dimeton Metil pesticide in greenhouse cucumber and tomato in Chahar Mahal Bakhtiari province. *Shahrekord University of Medical Sciences*, 12(4), 9-17.
- Kmellar, B., Fodor, P., Parejab, L., Ferrer, C., Martnez-Uroz, M.A., Valverde, A., & Fernandez-Alba, A.R. (2008). Validation and uncertainty study of a comprehensive list of 160 pesticide residues in multi-class vegetables by liquid chromatography-tandem mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*, 1215(1-2), 37-50.
- Kumari, B. R., Rao, G. V. R., Sahrawat, K. L., & Rajasekhar, P. (2012). Occurrence of insecticide residues in selected crops and natural resources. *Bullet Environ Contamination Toxicol*, 89, 187-192.
- Lozowicka, B. (2015). Health risk for children and adults consuming apples with pesticide residue. *Science of the Total Environment*, 502, 184-198.
- Lozowicka, B., Jankowska, M., Rutkowska, E., Hrynko, I., Kaczyński, P., & Miciński, J. (2014). The evaluation of a fast and simple pesticide multiresidue method in various herbs by gas chromatography. *Journal of Naturel Medicines*, 68, 95-111.

- Melo, A., Cunha, S. C., Mansilha, C., Aguiar, A., Pinho, O., & Ferreira, I. (2012). Monitoring pesticide residues in greenhouse tomato by combining acetonitrile-based extraction with dispersive liquid-liquid microextraction followed by gas-chromatography-mass spectrometry. *Food Chemistry*, 135, 1071-1077.
- Mohammadi, S., & Imani, S. (2012). Deltametrin and chlorpyrifos residue determination on greenhouse tomato in Karaj by solid phase extraction. *Plant Protection Journal*, 4, 57-66.
- Tarım ve Köyişleri Bakanlığı. (2006). Tarımsal Üretim ve Geliştirme Genel Müdürlüğü, Web adresi:[http://www.tugem.gov.tr/tugemweb/gubre\\_tuketi\\_m.html](http://www.tugem.gov.tr/tugemweb/gubre_tuketi_m.html), Erişim Tarihi: 24 Nisan 2006
- Turabi, M.S. (2004). *Türkiye Cumhuriyeti'nde tarımsal ilaç, teşkil ve ruhsat sistemi*. Tarımsal İlaçlar ve Organik Tarım Konferansı, KTMMOB Ziraat Mühendisleri Odası, 9-10 Haziran, Lefkoşa, KKTC.
- Vieira, J. F., Soares, V. N., Villela, F. A., Espinola, J. E., Castanho, F. R., & Almeida, T. L. (2014). Use of thiamethoxam as bioactivator on cucumber seed physiological quality and seedling performance. *Agraria-Revista Brasileira de Ciências Agrárias*, 9, 317-321.
- Yuan, Y., Chen, C., Zheng, C., Wang, X., Yang, G., Wang, Q., & Zhang, Z. (2014). Residue of chlorpyrifos and cypermethrin in vegetables and probabilistic exposure assessment for consumers in Zhejiang Province, China. *Food Control*, 36, 63-68.
- Wu, X., Ye, Y., Hu, D., Liu, Z., & Cao, J. (2014). Food safety assurance systems in Hong Kong. *Food Control*, 37, 141-145.
- Zhao, P., Huang, B., Li, Y., Han, Y., Zou, N., & Gu, K. (2014). Rapid multipug filtration cleanup with multiple-walled carbon nanotubes and gas chromatography-triple-quadrupole mass spectrometry detection for 186 pesticide residues in tomato and tomato products. *Journal Agriculture Food Chemistry*, 62, 3710-3725.