

**T.C.  
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA ANABİLİM DALI**

**BAZI SEBZE VE BAHARATLARDA AĞIR METAL  
DÜZEYLERİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**ECE AKYOL**

**DENİZLİ, MAYIS - 2018**

**T.C.  
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA ANABİLİM DALI**



**BAZI BAZI SEBZE VE BAHARATLARDA AĞIR METAL  
DÜZEYLERİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**ECE AKYOL**

**DENİZLİ, MAYIS - 2018**

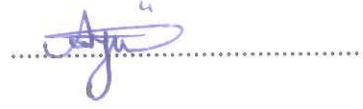
## KABUL VE ONAY SAYFASI

Ece AKYOL tarafından hazırlanan "BAZI SEBZE VE BAHARATLARDA AĞIR METAL DÜZEYLERİ" adlı tez çalışmasının savunma sınavı 07.05.2018 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

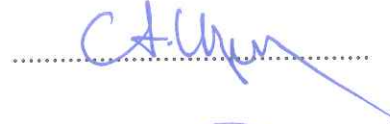
Jüri Üyeleri

İmza

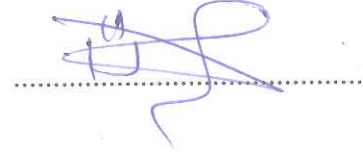
Danışman  
Doç. Dr. Ayşen HÖL  
Pamukkale Üniversitesi



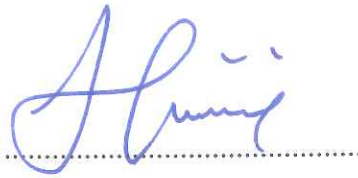
Üye  
Prof. Dr. Aslıhan KARATEPE  
Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi



Üye  
Prof. Dr. Ümit DİVRİKLİ  
Pamukkale Üniversitesi



Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 30.05.2018.. tarih ve 22/09-6.. sayılı kararıyla onaylanmıştır.



Prof. Dr. Uğur YÜCEL

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

**Bu tez alıřması PAUBAP tarafından 2015 FBE 054 nolu proje ile desteklenmiřtir.**

**Bu tezin tasarımı, hazırlanması, yürütülmesi, arařtırmalarının yapılması ve bulgularının analizlerinde bilimsel etięe ve akademik kurallara özenle riayet edildiđini; bu çalışmanın doğrudan birincil ürünü olmayan bulguların, verilerin ve materyallerin bilimsel etięe uygun olarak kaynak gösterildiđini ve alıntı yapılan çalışmalara atfedildiđine beyan ederim.**



**ECE AKYOL**

# ÖZET

**BAZI SEBZE VE BAHARATLARDA AĞIR METAL DÜZEYLERİ  
YÜKSEK LİSANS TEZİ  
ECE AKYOL  
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA ANABİLİM DALI**

**(TEZ DANIŞMANI: DOÇ.DR. AYŞEN HÖL)**

**DENİZLİ, MAYIS - 2018**

Bu çalışmada kurutulmuş bazı gıda ve baharat örneklerinde ağır metal tayini yapılmıştır. Fe, Cu, Mn, Zn, Cr ve Ni alevli atomik absorpsiyon spektrometrisi ile, Pb ve Cd ise grafit fırınlı atomik absorpsiyon spektrometrisi ile tayin edilmiştir.

Kuru gıda ve baharatlar atomik absorpsiyon spektrometrisi ile analiz edilmeden önce, örneklerin çözünürleştirilmesinde asitle çözünürleştirme ve mikrodalga fırın olmak üzere iki farklı çözünürleştirme yöntemi kullanılmıştır. Bu iki çözünürleştirme yöntemi ile elde edilen sonuçlar t-testi kullanılarak karşılaştırılmıştır. Genel olarak mikrodalga çözünürleştirme yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerde ağır metal içerikleri daha yüksek bulunmuştur. Örneklerde metal içeriklerinin bağıl standart sapma değerleri % 10'un altında bulunmuştur.

**ANAHTAR KELİMELEER:** Ağır metal, kurutulmuş gıda, baharat, asitle çözünürleştirme, mikrodalga ile çözünürleştirme, atomik absorpsiyon spektrometrisi

## **ABSTRACT**

### **HEAVY METAL LEVELS IN SOME VEGETABLE AND SPICES**

**MSC THESIS**

**ECE AKYOL**

**PAMUKKALE UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE**

**CHEMISTRY**

**(SUPERVISOR: Assoc. Prof. Dr. AYŞEN HÖL)**

**DENİZLİ, MAY 2018**

In this study, heavy metal concentrations were investigated in some dried food and spices. Fe, Cu, Mn, Zn, Cr and Ni were determined by flame atomic absorption spectrometry, Pb and Cd were determined by graphite furnace atomic absorption spectrometry.

Prior to the analysis of some dried food and spices with the flame atomic absorption spectrometry two different digestion methods were used, which are microwave oven and acid treatment in sample digestion. The results obtained by these two digestion methods were compared by using t-test. It was found that heavy metal concentrations were higher in the samples digested with microwave oven. It was also found in the study that the relative standard deviations of the metal contents are less than 10% in the determined samples.

**KEYWORDS:** Heavy metal, dried food, spices, acid digestion, microwave digestion, Atomic Absorption Spectrometry

# İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT .....	ii
İÇİNDEKİLER .....	iii
ŞEKİL LİSTESİ .....	v
TABLO LİSTESİ .....	vii
SEMBOL ve KISALTMALAR LİSTESİ .....	ix
ÖNSÖZ.....	x
1. GİRİŞ.....	1
1.1 Tezin Amacı .....	3
2. KURUTULMUŞ GIDALAR VE BU GIDALARA BULAŞAN BAZI AĞIR METALLER .....	4
2.1 Genel Bilgiler .....	4
2.2 Kuru Ürünler ve Su Aktivitesi.....	4
2.3 Yarı Kurutulmuş Gıdalar .....	6
2.3.1 Kuru Üründen Rehidrasyonla Yarı Kurutulmuş Ürün Elde Etme.....	7
2.3.2 Kurutmayı Yarıda Kesip Yarı Kurutulmuş Ürün Elde Etme.....	7
2.4 Gıdalara Bulaşan Ağır Metaller .....	8
2.4.1 Bakır (Cu) .....	8
2.4.2 Çinko (Zn).....	8
2.4.3 Mangan (Mn) .....	9
2.4.4 Demir (Fe).....	9
2.4.5 Kobalt (Co) .....	9
2.4.6 Kurşun (Pb ).....	10
2.4.7 Kadmiyum (Cd) .....	10
2.4.8 Nikel (Ni).....	10
2.4.9 Krom (Cr ) .....	11
2.5 Gıdalarda Atomik Emisyon Spektrometresi ile Tayini Yapılan Metaller .....	11
2.5.1 Sodyum (Na).....	11
2.5.2 Magnezyum (Mg) .....	12
2.5.3 Kalsiyum (Ca).....	13
2.6 Gıdalara Bulaşan Bazı Ağır Metallerin İzin Verilen Maksimum Limit Değerleri .....	13
2.7 Gıda Örneklerinde Metal Tayini Çalışmaları .....	15
3. ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROSKOPİSİ (AAS) .....	18
3.1 Giriş .....	18
3.2 Atomik Absorpsiyon Spektrometresi .....	18
3.2.1 Işın Kaynakları.....	19
3.2.2 Atomlaştırıcılar .....	20
3.2.3 Monokromatör .....	21
3.2.4 Dedektör.....	21
3.2.5 Kayıt Sistemi.....	21
4. ÇÖZÜNÜRLEŞTİRME YÖNTEMLERİ.....	22
4.1 Kuru Yakma .....	22
4.2 Yaş Yakma .....	23



4.3	Mikrodalga Yöntemi .....	23
<b>5.</b>	<b>DENEYSEL BÖLÜM .....</b>	<b>25</b>
5.1	Aletler .....	25
5.1.1	Atomik Absorpsiyon Spektrometresi (AAS) .....	25
5.1.2	Analitik terazi .....	27
5.1.3	Mikrodalga çözme cihazı .....	27
5.2	Materyaller .....	27
5.2.1	Kullanılan reaktif ve çözeltilerin hazırlanması .....	27
5.2.2	Örneklerin toplanması .....	28
5.3	Örneklerin Çözünürleştirilmesi .....	28
5.3.1	Yaş Yakma Yöntemi: .....	28
5.3.2	Mikrodalga Çözünürleştirme Yöntemi .....	28
5.4	Deney Sonuçları ve Değerlendirme .....	29
5.4.1	Kalibrasyon Doğruları .....	30
5.4.2	Yaş Yakma Tekniği ile Çözünürleştirilen Örneklerdeki Eser Metal Derişimleri .....	37
5.4.3	Mikrodalga ile Çözünürleştirilen Örneklerdeki Eser Metal Derişimleri .....	41
5.4.3.1	Fe, Cu, Mn, Zn, Cr ve Ni Tayini .....	41
5.4.3.2	Na, Mg ve Ca tayini .....	46
5.4.3.3	Pb ve Cd tayini .....	51
5.4.4	İki Çözünürleştirme Tekniğinin Karşılaştırılması: t-testi .....	54
5.4.5	Kesinliklerin Karşılaştırılması: F Testi .....	61
5.5	Standart Referans Madde Analizi .....	65
<b>6.</b>	<b>SONUÇLAR VE TARTIŞMA .....</b>	<b>67</b>
<b>7.</b>	<b>KAYNAKLAR .....</b>	<b>71</b>
<b>8.</b>	<b>ÖZGEÇMİŞ .....</b>	<b>76</b>

## ŞEKİL LİSTESİ

### Sayfa

Şekil 3.1: Atomik absorpsiyon spektrometresi cihazının şeması.....	19
Şekil 3.2: Oyuk katot lambası.....	19
Şekil 4.1: Mikrodalga cihazı ve teflon kaplar.....	24
Şekil 5.1: Mikrodalga çözünürleştirme yöntemi akış şeması.....	29
Şekil 5.2: Fe(III)'e ait kalibrasyon doğrusu.....	30
Şekil 5.3: Cu(II)'ye ait kalibrasyon doğrusu.....	31
Şekil 5.4: Mn(II)'ye ait kalibrasyon doğrusu.....	31
Şekil 5.5: Zn(II)'ye ait kalibrasyon doğrusu.....	32
Şekil 5.6: Pb(II)'ye ait kalibrasyon doğrusu.....	32
Şekil 5.7: Cr(III)'ye ait kalibrasyon doğrusu.....	33
Şekil 5.8: Cd(II)'ye ait kalibrasyon doğrusu.....	33
Şekil 5.9: Ni(II)'ye ait kalibrasyon doğrusu.....	34
Şekil 5.10: Co(II)'ye ait kalibrasyon doğrusu.....	34
Şekil 5.11: Pb(II)'ye ait kalibrasyon doğrusu(GFAAS) .....	35
Şekil 5.12: Cd(II)'ye ait kalibrasyon doğrusu(GFAAS) .....	35
Şekil 5.13: Sodyumun kalibrasyon doğrusu.....	36
Şekil 5.14: Magnezyumun kalibrasyon doğrusu.....	36
Şekil 5.15: Kalsiyumun kalibrasyon doğrusu.....	37
Şekil 5.16: Yaş yakma yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Fe miktarları.....	38
Şekil 5.17: Yaş yakma yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Cu miktarları.....	39
Şekil 5.18: Yaş yakma yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Mn miktarları.....	40
Şekil 5.19: Yaş yakma yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Zn miktarları.....	41
Şekil 5.20: Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Fe miktarları.....	43
Şekil 5.21: Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Cu miktarları.....	43
Şekil 5.22: Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Mn miktarları.....	45
Şekil 5.23: Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Zn miktarları.....	45
Şekil 5.24: Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Na miktarları.....	47
Şekil 5.25: Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Mg miktarları.....	49
Şekil 5.26: Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Ca miktarları.....	50
Şekil 5.27: Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Pb miktarları.....	52
Şekil 5.28: Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Cd miktarları.....	53

<b>Şekil 5.29:</b> Yaş yakma ve mikrodalga ile çözünürleştirilen örneklerde Fe miktarlarının karşılaştırılması.....	55
<b>Şekil 5.30:</b> Yaş yakma ve mikrodalga ile çözünürleştirilen örneklerdeki Cu miktarları.....	56
<b>Şekil 5.31:</b> Yaş yakma ve mikrodalga ile çözünürleştirilen örneklerdeki Mn miktarları.....	58
<b>Şekil 5.32:</b> Yaş yakma ve mikrodalga ile çözünürleştirilen örneklerdeki Zn miktarları.....	60

## TABLO LİSTESİ

### Sayfa

<b>Tablo 1.1:</b> Analiz edilen gıda ve baharat örneklerinin Latince isimleri.....	2
<b>Tablo 2.1:</b> Bazı gıdaların su aktivitesi değerleri ve bu değerde üreyebilen mikroorganizmalar.....	5
<b>Tablo 2.2:</b> Ulusal ve uluslararası bazı otorite kurum ya da kişilere göre gıdalarda müsaade edilebilen bazı elementlerin üst konsantrasyon değerleri ile bazı sınırlamalar (mg/kg).....	13
<b>Tablo 2.3:</b> Türk Gıda Kodeksinin belirttiği gıdalara bulaşan kadmiyum (Cd) metalinin maksimum limit değerleri.....	14
<b>Tablo 2.4:</b> Türk Gıda Kodeksinin belirttiği gıdalara bulaşan kurşun(Pb) metalinin maksimum limit değerleri.....	15
<b>Tablo 3.1:</b> Gaz karışımları ve alev sıcaklıkları.....	20
<b>Tablo 5.1:</b> AAS cihazı ölçüm şartları.....	25
<b>Tablo 5.2:</b> GFAAS ile Pb tayininde kullanılan sıcaklık-zaman programı....	26
<b>Tablo 5.3:</b> GFAAS ile Cd tayininde kullanılan sıcaklık-zaman programı....	26
<b>Tablo 5.4:</b> Uygulanan mikrodalga parçalama yöntemi.....	29
<b>Tablo 5.5:</b> Yaş yakma tekniği ile çözünürleştirilen, kurutulmuş bazı gıda ve baharatlarda belirlenen Fe ve Cu miktarları.....	38
<b>Tablo 5.6:</b> Yaş yakma tekniği ile çözünürleştirilen, kurutulmuş bazı gıda ve baharatlarda belirlenen Mn ve Zn miktarları.....	40
<b>Tablo 5.7:</b> Mikrodalga ile çözünürleştirilen, bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Fe ve Cu miktarları.....	42
<b>Tablo 5.8:</b> Mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Mn ve Zn miktarları.....	44
<b>Tablo 5.9:</b> Mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Cr ve Ni miktarları.....	46
<b>Tablo 5.10:</b> Mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Na miktarları.....	47
<b>Tablo 5.11:</b> Mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Mg miktarları.....	48
<b>Tablo 5.12:</b> Mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Ca miktarları.....	50
<b>Tablo 5.13:</b> Mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Pb miktarları.....	51
<b>Tablo 5.14:</b> Mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Cd miktarları.....	53
<b>Tablo 5.15:</b> Yaş yakma ve mikrodalga tekniği ile çözünürleştirilen örneklerdeki Fe içeriğinin karşılaştırılması.....	55
<b>Tablo 5.16:</b> Yaş yakma ve mikrodalga tekniği ile çözünürleştirilen örneklerdeki Cu içeriğinin karşılaştırılması.....	57
<b>Tablo 5.17:</b> Yaş yakma ve mikrodalga tekniği ile çözünürleştirilen örneklerdeki Mn içeriğinin karşılaştırılması.....	59
<b>Tablo 5.18:</b> Yaş yakma ve mikrodalga tekniği ile çözünürleştirilen örneklerdeki Zn içeriğinin karşılaştırılması.....	60
<b>Tablo 5.19:</b> Örneklerdeki Fe miktarlarının belirlenmesinde yaş yakma ve mikrodalga ile çözme tekniklerinin kesinliklerin karşılaştırılması.....	62

<b>Tablo 5.20:</b> Örneklerdeki Cu miktarlarının belirlenmesinde yaş yakma ve mikrodalga ile çözme tekniklerinin kesinliklerin karşılaştırılması	63
<b>Tablo 5.21:</b> Örneklerdeki Mn miktarlarının belirlenmesinde yaş yakma ve mikrodalga ile çözme tekniklerinin kesinliklerin karşılaştırılması	64
<b>Tablo 5.22:</b> Örneklerdeki Zn miktarlarının belirlenmesinde yaş yakma ve mikrodalga ile çözme tekniklerinin kesinliklerin karşılaştırılması	65
<b>Tablo 5.23:</b> Sertifikalı çilek yaprağı analiz sonuçları (N:3).....	66

## SEMBOL ve KISALTMALAR LİSTESİ

<b>L</b>	:	Litre
<b>kg</b>	:	Kilogram
<b>mg</b>	:	Miligram
<b>µg</b>	:	Mikrogram
<b>°C</b>	:	Santigrat derece
<b>mL</b>	:	Mililitre
<b>s</b>	:	Standart sapma
<b>aw</b>	:	Su aktivitesi
<b>AAS</b>	:	Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi
<b>GFAAS</b>	:	Grafit Fırınlı Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi
<b>FAO</b>	:	Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım Örgütü
<b>WHO</b>	:	Dünya Sağlık Örgütü
<b>TGK</b>	:	Türk Gıda Koteksi
<b>CAC</b>	:	Kodeks Alimentarius Komisyonu

## ÖNSÖZ

Yüksek lisans tezi çalışması boyunca desteğini ve ilgisini hiçbir zaman eksik etmeyen, yardımlarını fazlasıyla gördüğüm ve en önemlisi Analitik Kimya'ya farklı açılardan bakmamı sağlayan Danışman Hocam Doç. Dr. Ayşen HÖL'e sonsuz şükran, saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Bu tez çalışmamda güçlerini ve enerjilerini her zaman arkamda hissettiğim Pamukkale Üniversitesi Kimya Bölümü hocalarına çok teşekkür ederim.

Ayrıca bana yardım eden, güler yüzlerini ve pozitif enerjilerini benden hiçbir zaman eksik etmeyen Analitik Kimya Araştırma Laboratuvarı'ndaki arkadaşlarıma çok teşekkür ederim.

Çalışmamı 2015 FBE 054 numaralı proje ile finansal olarak desteklediği için Pamukkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne ve yüksek lisans öğrenimim esnasında yardımlarını gördüğüm Fen Bilimleri Enstitüsü'ne teşekkür ederim.

Bana maddi ve manevi tüm desteklerini veren, benim bugünlere gelmemi sağlayan ve her zaman benim yanımda olan biricik aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

# 1. GİRİŞ

Günümüzde dünya nüfusunun hızlı artmasıyla gıda kaynaklarının en verimli şekilde kullanılması zorunlu hale gelmiştir. Bu konuda da gıdaların uzun süre tüketilmesi için dayanıklılıklarının artırılması önem kazanmaktadır. Son dönemlerde doğallıktan ödün vermeden, taze ürüne en yakın özellikte ürün muhafazası tüketici tercihlerinde öne çıkmaktadır. İnsanların yüzyıllardır gıdalarda kullandıkları koruma yöntemi, gıdanın nemini düşürerek mikrobiyolojik bozulmanın önüne geçmeyi sağlayan 'kurutma'dır.

Sebze ve meyvelerin kurutularak korunmasında daha çok güneşte kurutma yaygındır (Ratti, 2001 ve Cemeroğlu, 2004). Kurutma gıda maddesindeki nemin uzaklaştırılmasıdır. Böylece gıdanın nem seviyesi mikroorganizma gelişimini engelleyecek seviyeye düşürülmektedir (Demirci, 2010). Bu özellikleriyle kurutma çok çeşitli ürünler için en kolay ve genel gıda koruma yöntemidir ve pazarlara etkili bir seçenek olmuştur. Kurutulmuş gıdalar diğer yöntemlerle dayandırılanlardan farklı olarak besin öğeleri bakımından yoğunlaştırılmış bir nitelik kazanmıştır. Ayrıca kurutma birçok yönetime göre daha ucuz bir yöntem olup; daha az işçilik, daha az ekip, ürünlerin depolanması ve taşınmasında da daha az masraf gerekmektedir. Kurutulmuş gıdalar ya kurutulmuş olarak tüketilmekte ya da hazır çorba, hazır yemek ve hazır bebek maması gibi farklı alanlarda da kullanılmaktadır (Özay ve diğ., 1993).

Teknolojinin gelişmesi ile birlikte ağır metallerin ticari ve endüstriyel kullanımı gitgide artmaktadır. Çevreye yayılan ağır metaller, canlılar için önemli olan hava, su ve toprağın kirlenmesine neden olmaktadır. Çevresel dönüşüm içerisinde gıda maddelerine bulaşan ağır metaller, gıda zinciri yoluyla insan vücuduna ulaşmaktadır. Ağır metaller belli konsantrasyonlarda alındığında faydalıyken, bunu aşan konsantrasyonlarda alındığında canlıların biyolojik yapısında ciddi tahribatlara yol açmaktadır. Bu nedenle ağır metal tayinleri oldukça önemlidir.

Özellikle metallerin insan sağlığı üzerinde olan etkilerinin ortaya konulmasıyla birlikte, belirli bir dozun üzerine çıktığında sağlık açısından tehlike



oluşturabilecek kurşun, kadmiyum, krom, arsenik ve civa gibi toksik metallere, demir, bakır, çinko, magnezyum, mangan, potasyum, sodyum gibi metallerin gıdalardaki düzeylerinin belirlenmesi yoluna gidilmiş ve yasal sınırlamalar oluşturulmuştur (Sajit, 2003).

WHO ve FAO kontaminantlar üzerine ısrarla durmakta ve bu konuda bir seri çalışmalar yapmaktadırlar. Özellikle ağır metal iyonları, bunların gıdalarla bulaşması ve günlük tolere edilebilir sınırların üzerine çıktığında sorun oluşturması, bu örgütlerin üzerinde durduğu öncelikli konulardır. FAO ve WHO'nun ortaklaşa kurmuş oldukları ve dünya standartlarını oluşturmaya yönelik çalışmaların yapıldığı Kodeks Alimentarius Komisyonu (CAC), belirli gıdalarda ağır metaller için limit değerlerin ve bazı ülkelerin kendilerine özgü maksimum değerlerin belirlenmesine yönelik çalışmalarını halen sürdürmektedirler (Yüzbaşı, 2001).

Atomik absorpsiyon spektroskopisi(AAS) seçiciliği ve basitliği nedeniyle en çok kullanılan yöntemlerden biridir. AAS farmakolojik, atmosferik, jeolojik, biyolojik, cam, çimento ve yağ sediment örneklerindeki eser element analizlerinde sürekli kullanılmaktadır.

Bu çalışmada kurutulmuş bazı gıda ve baharatlarda ağır metal tayini yapılmıştır. Bunun için, yaş yakma ve mikrodalga yöntemleriyle elde edilen çözeltiler AAS ile analiz edilmiş ve elde edilen değerler, ulusal ve uluslararası bazı otorite kurum ya da kişilere göre gıdalarda müsaade edilebilen bazı elementlerin üst konsantrasyon değerleri ile karşılaştırılmıştır.

Çalışılan ürünlerin Latince isimleri Tablo 1.1' de verilmiştir.

**Tablo 1.1:** Analiz edilen gıda ve baharat örneklerinin Latince isimleri

Çalışılan örnek	Latince adı
Domates	Solanum lycopersicum
Patlıcan	Solanum melongena
Biber	Capsicum
Nane	Mentha
Kekik	Thymus vulgaris
Fasulye	Phaseolus vulgaris

**Tablo 1.1-Devamı:** Analiz edilen gıda ve baharat örneklerinin Latince isimleri

Çalışılan örnek	Latince adı
Kırmızı biber	Capsicum annuum
Tarçın	Cinnamomum
Pulbiber	Rubrum piperis carnium
Hindistan cevizi	Cocos nucifera
Bamya	Abelmoschus esculentus
Mahlep	Prunus mahaleb
Zerdeçal	Curcuma longa L.
Zencefil	Zingibar officinale Roscoe
Keten tohumu	Linum usitatissimum
Sumak	Rhus Coriaria L.
Yenibahar	Pimenta dioica L
Yaban mersini	Vaccinium myrtillus

## 1.1 Tezin Amacı

Ağır metal birikimi ve sebep olduğu sağlık sorunlarının önlenmesi için gıdalarda ağır metal tayini oldukça önemlidir. Bu nedenle bu tez çalışmasında, yaş yakma ve mikrodalga yöntemleri ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharat örneklerindeki ağır metal içeriklerinin AAS ile belirlenmesi amaçlanmıştır. Gıda örneklerinde bulunan metal konsantrasyonlarının, Türk Gıda Koteksi'ne göre gıdalarda izin verilen sınır değerleri ile karşılaştırılması ve böylelikle halk sağlığı için tehdit oluşturup oluşturmadığının belirlenmesi hedeflenmiştir.

Ayrıca analitik kimyada bir yöntem ne kadar güvenilir, doğru ve kesinse o kadar kaliteli bir yöntemdir. Bunun yanında yöntemin pratik, kolay, hızlı, ekonomik ve çevreye duyarlılığı gibi bir takım nitelikleri de kaliteyi belirler. Yöntem kaliteliyse daha çok tercih edilir ve daha verimli çalışmalar yapılır. Bu tez çalışmasında, yaş yakma ve mikrodalga ile çözünürleştirme yöntemleri ile elde edilen sonuçlar arasında fark olup olmadığının tespiti için t ve F testleri yapılmıştır. İki farklı çözme tekniğinin güvenilirliklerini karşılaştırarak hangi yöntemin daha güvenilir, doğru ve kesin sonuçlar verdiği tespit edilmeye çalışılmıştır.

## **2. KURUTULMUŐ GIDALAR VE BU GIDALARA BULAŐAN BAZI AĐIR METALLER**

### **2.1 Genel Bilgiler**

Kurutma, gıdanın nem miktarını belli seviyeye dűőürerek gıdayı mikroorganizmalardan koruma iŐlemidir. Kurutma iŐlemi en ok gűneŐ altında aık alanda yapılmaktadır. Fakat her őrűn iin her zaman bu yűntem uygun olmamaktadır. Ayrıca aık alanlarda kurutma; toz, is, kurum, yaĐıŐ, gaz emisyonları ve bűcek gibi eŐitli olumsuzluklardan dolayı hijyenik koŐullar saĐlamamaktadır. Bu nedenle gűnümüzde endűstriyel olarak yapay kurutucularla kurutma iŐlemi yapılmaktadır. zellikle sebze kurutmada bu tip kurutucular tercih edilmektedir. Bu tip kurutucuların dezavantajı maliyetinin yűksek olması ve bazı őrűnlerde istenilen rengin oluŐmamasıdır.

Son yıllarda zellikle sebzelerde endűstriyel tipi kurutma őrretim sűreleriyle őrretim eŐitliliĐi artmıŐtır. Buna en iyi őrnek hazır orbalardır.

Hazır olarak tűketilenler kuru meyveler olurken tűketilmeden nce haŐlama, ısıtma, piŐirme gibi rehidre edilerek tűketilenler kuru sebzelerdir.

Kurutulan meyveler erik, muz, Őeftali, ayva, elma, incir, kayısı, zűm, kiraz ve dut, kurutulmuŐ sebzeler de domates, patlıcan, fasulye, havu, kabak, soĐan ve sarımsaktır. lkemizde ihracat ve ithalatta en ok gelir getiren kurutulmuŐ gıdalar zűm, incir, kayısı, domates, biber ve patlıcandır.

### **2.2 Kuru őrűnler ve Su Aktivitesi**

Gıdaların bozulması zellikle mikrobiyolojik yolla olmaktadır. Mikroorganizmaların bir gıdanın bozulmasına neden olması iin ortamda yeterli miktarda su olması gerekir. Kurutma iŐlemiyle suyun bűyűk kısmının uzaklaŐması mikroorganizmaların oluŐmasına engel olur (Aguilera ve Arias, 1992). Gıdanın sahip

olduğu ve mikroorganizmalar tarafından kullanılan su miktarına **su aktivitesi ( $a_w$ )** denir. Gıdaların mikrobiyolojik kararlılığı bununla ölçülür (Mossel, 1975). Gıdanın su aktivitesi 0,90-1,00 aralığında olduğunda gıda, nemli (gıda nem bakımından yüksek), 0,60-0,90 aralığında orta nemli, 0,60 ve daha düşükse düşük nemli olarak adlandırılır. Orta nemli gıdalar kendiliğinden kararlı, doğrudan tüketilebilen gıdalardır ve bakteriyel gelişmeyi önlemektedirler. Ancak küf ve mantar gelişmesine açık gıdalardır. Su aktivitesi 0,60'nın altına düştüğünde herhangi bir mikrobiyolojik faaliyet gözlenmemektedir.

Kuru meyveler 0,60-0,75 aralığında, kuru sebzeler 0,30-0,45 aralığında su aktivitesi değeri alır. Kuru meyvelerdeki su aktivitesi değeri küf ve mantar gelişimi için uygundur. Ancak mikrotoksinin oluşması için daha yüksek su aktivitesi değerine sahip olması gerekir. Bu yüzden orta nemli gıdalar güvenilir kabul edilmektedir. Mikroorganizmaların gelişebildiği su aktivite değerleri ve bunların hangi gıdalarda olduğu Tablo 2.1'de gösterilmektedir (Weidenbörner, 1999).

**Tablo 2.1:** Bazı gıdaların su aktivitesi değerleri ve bu değerde üreyebilen mikroorganizmalar (Weidenbörner, 1999).

aw Dağılımı	aw Sınırlarının Alt Sınırında Gelişmesi Engellenen Mikroorganizmalar	İçerdiği Nem Oranı Belirtilen Su Aktivitesi İle Denge Olan Gıdalar
1.00-0.95	Gram (-) çubuklar, bakteri sporları, bazı küfler, <i>C. botulinum</i> Tip E, <i>P. Fluorescens</i> 0.97, <i>Salmonella</i> , <i>E.coli</i> , <i>Lactobacillus</i> , <i>B.cereus</i> , <i>B.megaterium</i> , <i>C. botulinum</i> Tip A, <i>C. perfringens</i> 0.95	Pişirilmiş sosisler, ekmek ve yaklaşık %40 sakkaroz ya da %7 tuz içeren gıdalar, taze etler, taze sebze ve meyveler, tavuk, balık, peynirler
0.95-0.91	Kokların çoğu, laktobasiller, vejetatif basil hücreleri, bazı küfler, <i>Vibro parahaemolyticus</i> , <i>Enterobacter aerogenes</i> , <i>C. botulinum</i> Tip B, <i>Microbakterium</i> 0.94, <i>B. Streathermophilus</i> , <i>Rhizopus nigricans</i> 0.93, <i>Rhodotorula</i> 0.92	Salam, eski olgun peynir, yaklaşık %55 sakkaroz içeren gıdalar, %12 tuz içeren gıdalar, orta olgunlukta peynirler, kekler
0.91-0.87	Mayaların çoğu, <i>Bacillus suptilis</i> 0.90, <i>Streptococcus</i> 0.89, <i>Candida</i> 0.88, <i>Debaryomyces</i> 0.87	Yaklaşık %65 sakkaroz içeren gıdalar, %15 tuz içeren gıdalar, salam, olgun peynirler (beyaz peynir hariç)

**Tablo 2.1-Devamı:** Bazı gıdaların su aktivitesi değerleri ve bu değerde üreyebilen mikroorganizmalar (Weidenbörner, 1999).

aw Dağılımı	aw Sınırlarının Alt Sınında Gelişmesi Engellenen Mikroorganizmalar	İçerdiği Nem Oranı Belirtilen Su Aktivitesi İle Dengede Olan Gıdalar
0.87-0.80	Küflerin çoğu, <i>S.aureus</i> 0.86, <i>Penicillium islandicum</i> 0.83, <i>P.expansum</i> ve <i>P. Patulum</i> 0.81	%15-17 su içeren gıdalar, un, pirinç, baklagiller, şekerle koyulaştırılmış ürünler
0.80-0.75	Halofilik bakterilerin çoğu, <i>Penicillium chrysogenum</i> 0.79, <i>A.flavus</i> , <i>A.niger</i> , <i>A.versicolor</i> 0.78, <i>A. ochraceus</i> 0.77, <i>Halobacterium halobium</i> 0.75	Yaklaşık %26 tuz içeren gıdalar, acıbadem kurabiyesi, reçel ve marmelatlar, melas ve bazı kurutulmuş meyveler
0.75-0.65	Kserofilik küfler, <i>Chrysosporium fastidium</i> 0.69	%10-13 su içeren hububat, çikolatalı şekerler
0.65-0.60	Ozmofilik mayalar	%15-20 su içeren kuru meyveler, %8 su içeren şekerlemeler ve karmelalar
0.50-0.60	Hiçbir mikroorganizmanın gelişmesine izin vermeyen bölge	%12 su içeren şehriye, makarna, %10 su içeren baharatlar
0.40	Hiçbir mikrobiyolojik faaliyet görülmez	%5 su içeren yumurta tozu
0.30		%3-5 su içeren bisküviler, peksimet, kızarmış ekmek
0.20		%2-3 su içeren süt tozu, %5 su içeren kurutulmuş sebzeler, %5 su içeren mısır gevreği, hububatlar

### 2.3 Yarı Kurutulmuş Gıdalar

Meyve ve sebzeleri koruma yöntemi olan kurutmaya ilgili son çalışmalarda hammaddenin özelliğini kaybetmeden yüksek kalitede ürünlerin elde edilmesi

amaçlanmıştır. Bu amaçla geleneksel koruma işlemlerine alternatif olarak yeni kombine yöntemler geliştirilmiştir ve gıdanın orijinal halinin çok az değiştiği ürünler elde edilmiştir (Leistner, 1985). Kurutulmuş ürünlerle ve yaş ürünlerle arasında tat ve doku bakımından çok az fark olan yarı kurutulmuş (orta nemli) ürünlerin popülerliği son zamanlarda oldukça artmıştır. Yarı kurutulmuş gıdalar, Gıda ve Tarım Örgütü (FAO) tarafından %25'den fazla neme sahip olan, rehidrasyon yapılmadan tüketilebilen gıdalar olarak tanımlanmıştır. Yarı kurutulmuş gıdalar, tamamen kuru olan sebze ve meyvelerin su ile rehidre edilerek nem miktarının istenen seviyeye getirilmesiyle elde edilir. Nem miktarı istenen seviyeye düştüğünde kurutma işlemini sonlandırmak üzere iki farklı üretim prosesi uygulanmaktadır.

### **2.3.1 Kuru Üründen Rehidrasyonla Yarı Kurutulmuş Ürün Elde Etme**

Bu üretim prosesinde gıdanın kuru olarak korunması ve istendiği zaman rehidrasyonu esastır. Bu da gıdanın korunmasında ve taşınmasında kolaylık sağlamaktadır. Gıdanın bozulma riskini en aza indirmeyi amaçlar. Buna örnek olarak ABD'deki Patent Enstitüsünün kuru üzümüleri orta nemli haline getirmek için belirledikleri üretim prosesi verilir (Bruno ve Corinne, 1995).

### **2.3.2 Kurutmayı Yarıda Kesip Yarı Kurutulmuş Ürün Elde Etme**

Bu üretim prosesinde, ürünün nem miktarı istenen seviyeye geldiğinde yani tamamen kuru hale gelmeden kurutma işlemine son verilerek yarı kurutulmuş (orta nemli) ürün elde edilir. Bu tip ürünlerin korunması sürecinde gıdanın kalitesini uzun süre korumak için antimikrobiyal koruyucular kullanılması, hava geçirmez ambalajlarda paketlenmesi, hafif ısıtma veya mikrodalgayla sterilizasyon gibi farklı işlemler uygulanması gerekir. Tüketici için bu prosesinin avantajı gıdanın herhangi bir işlem yapılmadan doğrudan tüketilebilecek durumda olmasıdır. ABD Patent Enstitüsü; su aktivitelerinin 0,5 ile 0,95 arasında değiştiği değerlerde ve mikrobiyolojik bozulmayı önleyici katkı kullanmadan, mikrobiyal olarak sabit olan orta nemli sebze veya meyve üretmek için, kurutma anında nem miktarının %26 ile %60 arası değere düşürülen sebze meyvelerin, işlemler yapıldıktan sonra oksijenden

yoksun veya oksijensiz ortamlarda depolanabileceğini bildirmiştir (Lewis V. ve Lewis D., 1992).

## **2.4 Gıdalara Bulaşan Ağır Metaller**

Teknolojinin sürekli gelişim halinde olmasıyla ağır metallerin kullanımı da artmış ve bu da hava kirliliği, su kirliliği, toprak kirliliği ve çevre kirliliği gibi pek çok sorunu beraberinde getirmiştir. Bu durum canlılar için tehlikeli bir hale gelmiş ve özellikle gıdalar bundan fazlasıyla etkilenmiştir. Gıdalara bulaşan bazı ağır metaller aşağıda ele alınmıştır.

### **2.4.1 Bakır (Cu)**

İnsanlar için vücut fonksiyonları açısından önemli olan bakır saç, derinin esnek kısımları, kemik ve bazı iç organların temel bileşenidir. Erişkin insanda ortalama 50-120 mg arasında bulunur. Aminoasitler, yağ asitleri ve vitaminlerin normal koşullar altında metabolizmadaki reaksiyonlarının temel ögesidir. Demirin fonksiyonlarını yerine getirmesinde aktivatör rolünü üstlenir. Birçok enzim ve proteinin yapısında bulunur. Eksikliğinde insanların ve hayvanların büyümesinde gecikme, solunum sistemi enfeksiyonları, kemik erimesi, anemi, saç ve deride renk kaybı gibi önemli sağlık sorunları oluşur (Kahvecioğlu ve diğ., 2004).

### **2.4.2 Çinko (Zn)**

Çinko hava, su ve toprakta doğal halde bulunan bir metaldir. Birçok yiyecek maddesi ve içilen su belirli konsantrasyonlarda çinko içermektedir. Çinko yüklemesi daha çok madencilik, kömür ve atık madde yakılması, demir-çelik işleme sanayisinden kaynaklanmaktadır. Metalik çinkonun yarısından fazlası demir veya çeliği galvanizlemede kullanılmaktadır. Çinko oksit boya maddesi olarak plastiklerde, kozmetiklerde, fotokopi ve duvar kağıtlarında, yazıcı mürekkeplerinde, seramiklerde, kauçuk sanayisinde ve gübrelerde kullanılmaktadır. Çinko oksit tıbbi ilaçlarda, deri ve kas yaşlanmalarını önlemek için de kullanılmaktadır (Çınar, 2008).

Çinko vücuda alınması gereken miktardan daha az alınırsa iştah kaybı, tat ve koku duyularında azalma, yaraların iyileşmesinde gecikme, bağışıklık sisteminde zayıflama, gençlerde büyüme problemleri, deri problemleri ve daha da önemlisi bebeklerde doğum anında ve sonrasında sağlık problemleri oluşturmaktadır. Çinko vücuda alınması gereken miktardan daha fazla alınması halinde iştah ve bağışıklık sistem aktivitesinin azalması, yaraların geç iyileşmesi, deride aşırı hassasiyetler, kolesterolün yükselmesi, karın ağrısı, ishal ve sindirim sistemi hastalıklarına yol açar (Kahvecioğlu ve diğ., 2004).

### **2.4.3 Mangan (Mn)**

Mangan yaşam için gerekli olup tahıl ve çay gibi gıdada bulunan bir metaldir. Demir-çelik fabrikaları, güç santralleri, yakma fırınları ve maden yataklarının tozlarından havaya karışır. Suyu ve toprağa karışımı doğal kaynaklardan, atıkların deşarjıyla ve atmosferik taşınmayla olur. Nehir, göl ve yer altı sularında doğal halde bulunur. Sudaki bitkiler tarafından bir miktar alınarak birikir. Genellikle karaciğer, böbrek ve pankreasta birikir (Çalışkan, 2005).

### **2.4.4 Demir (Fe)**

Demir diğer metallere göre doğada yüksek oranda bulunmasına rağmen element halinde bulunmaz. Element haldeki demire sadece meteorların yapısında rastlanır. Doğada oksit, sülfür ve karbonat bileşikleri halinde bulunur. Toprakta doğal halde bulunan demir akarsular ile göl ve denizlere taşınmaktadır. Endüstriyel atıklarda kirli kaynaklar oluşturmaktadır (Tuncay, 2007). İnsanlar için özellikle kırmızı kan hücrelerindeki hemoglobinin yapısında bulunması nedeniyle çok önemlidir (Alhas ve diğ., 2009).

### **2.4.5 Kobalt (Co)**

Doğada mineral olarak her yerde bulunur. Ancak insanlar genellikle B<sub>12</sub> kaynaklarıyla birlikte alırlar. Bunun için en iyi kaynakların hayvansal gıdaların



olduđu söylenir. Hayvanlarda intestinal florada bakterileri tarafından da sentezlenir (Aksoy, 2000). Solunum yoluyla, içme sularıyla ve diyet yoluyla organizma tarafından alınır. Fazla miktarda alınması soluk alıp verme mekanizmasının bozulmasına, kalp büyümesi ve genişlemesine, böbrek ve karaciğer rahatsızlıklarına, sinüs taşikardiye ve bağışıklık sistemini olumsuz yönde etkileyerek astım krizlerine yol açacağı belirtilmiştir (Bethesda, 1993).

#### **2.4.6 Kurşun (Pb )**

Hava, su ve toprak yoluyla gıdalara bulaşır. Doğada serbest halde nadir olarak bulunur. Daha çok başka minerallerle bileşik halde bulunur. Günümüzde kullanım alanları cephane, otomobil sanayi ve boya endüstrisidir.

Kurşun, kentlerde egzoz gazlarıyla birlikte çevreye atılmaktadır. Kurşunun diğer önemli bulaşma kaynakları da hava ve konserve kutularında kullanılan lehimlerdir (Bağdatlıođlu, 2008).

#### **2.4.7 Kadmiyum (Cd)**

Doğada tek başına bulunduğu minerali yoktur. Çinko metalinde çok az miktarda sülfür ve karbonat bileşikleri halinde bulunur. Hemen hemen bütün çinko filizlerinde bulunduğu için çinko elde edilirken yan ürün olarak oluşur.

Kadmiyumun metal kaplarda ve alaşımlarda korozyon önleyici olarak, boya maddesi üretiminde, otomobil tekerleklerinde, motor yağlarında ve bazı pestisitlerin üretiminde kullanılması, bu elementin gıdalara bulaşmasında kaynak teşkil etmektedir (Kılıç, 2017).

#### **2.4.8 Nikel (Ni)**

Endüstri ve tıp başta olmak üzere birçok sektörün hammaddesidir. Madeni paralardan otomotiv sektörüne kadar kullanım alanı çok geniş bir metaldir. Teknoloji

geliştikçe bu metale olan talep artmaktadır. Beyaz peynir, sucuk, salam, ton balığı, midye, çikolatalar, meyve içerikli tatlılar, fındık, fıstık, badem, şekerli ürünler, çay, kakao, alkollü içecekler, tahıl ve kepek ekmekleri, fasulye, ıspanak, lahana, maydanoz ve muz gibi gıdalarda oldukça fazla miktarda bulunur (Url-1).

#### **2.4.9 Krom (Cr )**

Krom doğada saf halde bulunmaz; krom metali kromit cevherinden ya da kromitle karışık bir demir cevherinden elde edilir. Çelik üretiminde, alaşım yapımında, metal endüstrisinde, krom kaplamada ve paslanmayı kontrol edici madde olarak kullanılmaktadır. Aynı zamanda boya, tuğla ve deri endüstrisi ile gıda koruyucu madde olarak kullanılmaktadır (Tuna, 2011). Esmer pirinç, tam buğday unu, kepekli makarna gibi tahıllı ürünler, siyah çay, kakao, bal, fındık ve ceviz gibi gıdalarda çok bulunur (Url-2).

### **2.5 Gıdalarda Atomik Emisyon Spektrometresi ile Tayini Yapılan Metaller**

#### **2.5.1 Sodyum (Na)**

Sodyum yumuşak ve kaygan bir metal olup alkali metaller grubuna aittir. Doğal bileşiklerin (NaCl) içinde bol miktarda bulunur. Vücutta önemli bir mineraldir. Günlük ihtiyaç 4-6 g kadardır. Galaktozidaz,  $\alpha$ -amilaz enzimlerinin aktivatörüdür. 3,2 mg plazmada, 0,2 mg eritrositlerde bulunur.

Besinlerin hücre zarlarından geçişine yardımcı olarak hücrelerin beslenmesinde rol alır. Kas ve sinir sağlığı başta olmak üzere genel vücut sağlığını korumak için düzenli olarak sodyum içeren besinlerin tüketilmesi hayati önem taşımaktadır. Sodyum enzim işlemleri ve kasların fonksiyonlarını sağlıklı şekilde yerine getirmeye yardımcı olur. Kalp sağlığından glikoz emilimine kadar hayati fonksiyonlara sahip sodyum, kısacası, hücresel aktivite ve sinir sistemi fonksiyonu düzenlenmesi için insan beslenmesinde önemli bir bileşendir. Aşırı terleme, güneş

çarpması veya adrenal yetmezliği durumunda bol miktarda sodyum tüketilmelidir. Sodyum eksikliğinin aşırı miktarda olması ise ciddi sağlık sorunlarına neden olur (Url-3).

### 2.5.2 Magnezyum (Mg)

Yerkabuğunda sekizinci çoklukta olan gümüş beyazlığında, çok parlak bir metaldir. Doğada serbest halde bulunmaz. Tabiatda daima bileşikleri hâlinde bulunur. Bu önemli bileşiklerin sanayide ve tıpta çeşitli kullanım alanları vardır.

Magnezyum vücudumuz için hayati önem taşıyan minerallerden biridir. Vücudumuzdaki yaklaşık 20-28 gr magnezyumun %60'ı kemik ve dişlerimizde, % 49'u kaslarımızda bulunur. Kanda ise toplam magnezyumun % 1'i bulunmaktadır.

Vücudumuzdaki 300 den fazla biyokimyasal reaksiyonda rolü vardır. Kas ve sinir fonksiyonlarının yürütülmesi, kemik güçlülüğünün sağlanması, kalp ritminin düzeninin sağlanmasında rolü büyüktür. Magnezyum, sinir sisteminin aşırı duyarlılığını azaltarak sakinleşmeye yardımcı olduğu için “Anti-stres Minerali” 31 olarak da bilinir. Kas ve sinir sisteminde etkinliği yönünden kalsiyum ile arasında bir etkileşim vardır. Kalsiyum kasın kontraksiyonunu uyarırken, magnezyum kasların dinlenmesinde etkindir. Enzimlerin harekete geçirilmesi ve kandaki şekerin enerjiye dönüştürülmesinde rol alır. Enerji üreten reaksiyonlarda ko-faktör olduğu için enerji açığa çıkarmada çok önemli bir rol üstlenir. RNA sentezi ve DNA kopyalanmasında -yani hücre üretiminde- magnezyuma ihtiyaç duyulur. C vitamini, sodyum, potasyum, kalsiyum ve fosfor gibi vitamin ve minerallerin daha etkili kullanılması için de gereklidir. Ayrıca cildi düzgünleştirir, saçı güzelleştirir, tırnakları kuvvetlendirir. Kemik ve dişlerin yapısında kalsiyum ve fosforla birlikte bulunur. Vücut sıvılarındaki magnezyum, osmotik basıncın ve asit-baz dengesinin sağlanmasında yardımcıdır. Metabolizmada enzimlerin çalışması için gereklidir. Vücut ısısının dengede tutulmasını sağlar (Tosun, 2009).

Magnezyum eksikliğinde sinirlilik, iştah kaybı, depresyon, kas krampları ve kasılmaları, kalp ritminde bozulmalar, solukluk, uyuşukluk gibi belirtiler görülebilir.

### 2.5.3 Kalsiyum (Ca)

Toprak alkaliler grubundan metalik bir elementtir. Metalik kalsiyum gümüş gibi parlaktır.

Kalsiyumun %99'u kemiklerde ve dişlerde, %1'i ise kanda bulunur. Kan kalsiyum düzeyinin belli bir düzeyde olması oldukça önemlidir. Çünkü kalsiyum, enzimatik reaksiyonlar, hücre membranının yapı ve fonksiyonu ve pıhtılaşmada etkilidir. Kan kalsiyum düzeyi düşük olduğunda beden bu önemli fonksiyonları yerine getirebilmek için gereksinim duyduğu kalsiyumu, kemik dokusundan alarak osteoporoz gelişimine katkıda bulunabilir. Bu nedenle yeterli miktarda kalsiyum tüketilmesi gerekmektedir (Kural, 2011).

Vücutta birçok fizyolojik fonksiyonu olan kalsiyumun yeterli miktarlarda alınmaması kemik ve diş hastalıklarına sebep olur. Ayrıca kalsiyum süt ürünlerinde ve yeşil sebzelerde de bol miktarda bulunur.

### 2.6 Gıdalara Bulaşan Bazı Ağır Metallerin İzin Verilen Maksimum Limit Değerleri

Ulusal ve Uluslararası bazı otorite kurum ya da kişilere göre müsaade edilen bazı elementlerin üst konsantrasyon değerlerini ve bazı kısıtlamaları Tablo 2.2'de gösterilmektedir.

**Tablo 2.2:** Ulusal ve uluslararası bazı otorite kurum ya da kişilere göre gıdalarda müsaade edilebilen bazı elementlerin üst konsantrasyon değerleri ile bazı sınırlamalar (mg/kg)

Element	TGK Konsantrasyon Değeri	Uluslararası sınır değerler Konsantrasyon	Kaynak/Yorum
Cu	10	10,0	WHO/FAO
Zn	5-50	20,0	WHO/FAO
Co	0,2	-	-
Fe	52	10-200	Toksik seviye, Bitkiler için: 10-200, insanlar: 200 mg/kg (Yaman, 2006)

TGK: Türk Gıda Koteksi

Ayrıca Türk Gıda Kodeksinin belirttiği gıdalara bulaşan kadmiyum (Cd) ve kurşun (Pb) metallerinin maksimum limit değerleri Tablo 2.3 ve 2.4’de verilmiştir.

**Tablo 2.3:** Türk Gıda Kodeksinin belirttiği gıdalara bulaşan kadmiyum (Cd) metalinin maksimum limit değerleri

Gıda Maddesi	Maksimum limit (mg/kg yaş ağırlık)
<b>KADMİYUM (Cd)</b>	
1. Sığır, koyun, domuz ve kanatlı eti (sakatatları hariç)	0,05
2. At eti (sakatat hariç)	0,20
3. Sığır, koyun, at, domuz ve kanatlı hayvanların karaciğeri	0,50
4. Sığır, koyun, at, domuz ve kanatlı hayvanların böbreği	1,00
5. Balık eti	0,05
6. Aşağıdaki balık türlerinin etleri	
– Hamsiler( <i>Engraulis</i> sp.),	0,10
– Torik ( <i>Sarda sarda</i> ),	
– Karagöz ( <i>Diplodus vulgaris</i> ),	
– Yılanbalığı ( <i>Anguilla anguilla</i> ),	
– Kefal ( <i>Mugil labrosus labrosus</i> ),	
– İstavrit ( <i>Trachurus</i> sp.),	
– Louvar veya luvar ( <i>Luvarus imperialis</i> ),	
– Sardalya ( <i>Sardina pilchardus</i> ),	
– Sardalya türleri ( <i>Sardinops</i> sp.),	
– Orkinos ( <i>Thunnus</i> sp. ve <i>Euthynnys</i> sp., <i>Katsuwonus pelamis</i> ),	
– Dilbalığı ( <i>Dicologlossa cuneata</i> )	
7. Kılıçbalığı ( <i>Xiphias gladius</i> ) eti	0,30
8. Kabuklular (yengeç etinin kahverengi kısmı, istakoz ve benzeri büyük kabukluların ( <i>Nephropidae</i> ve <i>Palinuridae</i> ) baş ve göğüs etleri hariç)	0,50
9. Çift kabuklu yumuşakçalar	1,00
10. Kafadan bacaklılar (iç organları hariç)	1,00
11. Tahıllar (kepek, embriyo, buğday tanesi ve pirinç hariç)	0,10
12. Kepek, embriyo, buğday tanesi ve pirinç	0,20
13. Soya fasulyesi	0,20
14. Sebzeler ve meyveler (yapraklı sebzeler, taze otlar, mantar, çam fıstığı, saplı sebzeler, köklü sebzeler ve patates hariç)	0,05
15. Lifli sebzeler, taze otlar, kereviz ve kültür mantarı	0,20
16. Saplı sebzeler, kereviz hariç köklü sebzeler ve patates (patates için verilen limit soyulmuş patatese uygulanır)	0,10

**Tablo 2.4:** Türk Gıda Kodeksinin belirttiği gıdalara bulaşan kurşun(Pb) metalinin maksimum limit değerleri

Gıda Maddesi	Maksimum limit (mg/kg yaş ağırlık)
<b>KURŞUN (Pb)</b>	
1. Çiğ süt, ısıtılmış süt ve süt bazlı ürünlerin üretiminde kullanılan süt	0,02
2. Bebek formülleri ve devam formülleri	0,02
3. Sığır, koyun, domuz ve kanatlı eti	0,10
4. Sığır, koyun, domuz ve kanatlıların yenilebilir sakatatları	0,50
5. Balık eti	0,30
6. Kabuklular (yengeç etinin kahverengi kısmı, istakoz ve benzeri büyük kabukluların ( <i>Nephropidae</i> ve <i>Palinuridae</i> ) baş ve göğüs etleri hariç)	0,50
7. Çift kabuklu yumuşakçalar	1,50
8. Kafadan bacaklılar (iç organları hariç)	1,00
9. Tahıllar (karabuğday dahil) ve baklagiller	0,20
10. Sebzeler (lahana ve benzeri sebzeler, yapraklı sebzeler, mantar ve taze otlar hariç) (patates için limit soyulmuş patatese uygulanır)	0,10
11. Lahana ve benzeri sebzeler, yapraklı sebzeler, kültür mantar	0,30
12. Meyveler (dutsu meyveler ve küçük meyveler hariç)	0,10
13. Dutsu meyveler ve küçük meyve	0,20
14. Katı ve sıvı yağlar (süt yağı dahil)	0,10
15. Meyve suları, meyve suyu konsantresi ve meyve nektarları	0,05
16. Şaraplar (köpüklü şarap/şampanya dahil, likör şarabı hariç), elma, armut ve meyve şarapları	0,20

## 2.7 Gıda Örneklerinde Metal Tayini Çalışmaları

Gıdalarda ağır metal düzeylerinin belirlenmesi oldukça önemlidir. Konu ile ilgili yapılan ve literatürde yer alan bazı çalışmalar aşağıda verilmektedir.

Makedonski ve diğ. (2017), Karadeniz'in kuzeydoğu kıyılarından toplanan ve en fazla tüketilen yedi Bulgar balık türünün yenilebilir kısmı ve solungaçındaki Cd, As, Hg, Pb, Zn ve Cu düzeylerini belirlemeye çalışmışlardır. Mikrodalga ile çözünürleştirilen örneklerdeki analitler alevli ve grafit fırınlı AAS ile tayin edilmiştir. Çaçı balığı ve tirsı balığının kas dokularında maksimum metal derişimleri Cu için 1.40 mg kg<sup>-1</sup>, Zn için 11 mg kg<sup>-1</sup> ve Pb için 0.08 mg kg<sup>-1</sup> olarak bulunmuştur.

Bazargani-Gilani ve Pajohi-Alamoti (2017), İran Hamedan şehrinde en çok kullanılan gıda baharatları ve tatlandırıcılarında ağır metal kontaminasyonlarının

değerlendirilmesi için yaptıkları çalışmada Zn, Cu, Fe, Ni, Mn, Cd ve Pb derişimlerini alevli AAS ile belirlemiřlerdir. Tüm baharatlarda Zn, Cu, Fe, Ni ve Mn derişimlerinin FAO/WHO standartlarına göre uygun besin aralıđında yer aldıđı görülmüřtür. Fakat kurutulmuş nane içerisindeki kurşun içeriđi ( $6.04 \pm 0.85 \text{ mg kg}^{-1}$ ) standart deđerlerle karşılaştırıldıđında yüksek bulunmuřtur. Bu eğilimi tarçın ( $4.88 \pm 1.32$ ), zerdeçal ( $2.05 \pm 0.63$ ), karabiber ( $1.51 \pm 0.63$ ), sumak ( $1.17 \pm 1.08$ ) ve kırmızı biberin ( $0.72 \pm 0.85$ ) izlediđi görülmüřtür. Ayrıca kadmiyum ortalama derişimleri tüm örneklerde düşük bulunmuş ve tüketici için tehdit oluşturmadıđı belirtilmiřtir.

Stančić ve diđ. (2016), Hırvatistan'da Varađdin kent pazarında satılan bazı sebzelerde (kırmızı ve beyaz patates, soğan, havuç, fasülye, marul ve lahanada) As, Cd, Cr, Cu, Hg, Mn, Ni, Pb, ve Zn derişimlerini belirlemiřlerdir. Analiz edilen 28 örnekten, iki kırmızı patates, iki adet kuru fasulye ve bir adet havuç numunesinde Pb derişiminin (%17.9) ve kırmızı patates örneğinde Cd derişiminin (%3.6) yönetmeliklerde belirtilen maksimum seviyeleri ařtıđı gözlemlenmiřtir.

Dařbaşı ve diđ. (2015), katı faz ekstraksiyonu yöntemi ve alevli atomik absorpsiyon spektrometresiyle çeřitli dođal su ve nar çiçeđi, organik armut, turp yaprađı, kuzu eti vb. gıda örneklerinde Cd(II) ve Pb(II) tayin etmiřlerdir. Gıda örneklerinin neredeyse kadmiyum içermediđini,  $0.13\text{--}1.12 \text{ } \mu\text{g g}^{-1}$  gibi düşük seviyelerde kurşun içerdiđini tespit etmiřlerdir.

Dghaim ve diđ. (2015), Birleşik Arap Emirlikleri'nde yaygın olarak tüketilen maydanoz, fesleđen, adaçayı, keklikotu, nane, kekik ve sarı papatyada ağır metal tayini yapmışlardır. Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Cd, Cu, Pb, Fe ve Zn derişimlerini AAS ile belirlemiřlerdir. Örneklerdeki derişim aralıkları Cd için  $<0.1 \text{ mg kg}^{-1}\text{--}1.11 \text{ mg kg}^{-1}$ , Pb için  $<0.1 \text{ mg kg}^{-1}\text{--}1.11 \text{ mg kg}^{-1}$ , Cu için  $1.44\text{--}156.24 \text{ mg kg}^{-1}$ , Zn için  $12.65\text{--}146.67 \text{ mg kg}^{-1}$  ve Fe için  $81.25\text{--}1101.22 \text{ mg kg}^{-1}$  olarak bulunmuřtur. Analiz edilen bitkilerin çođunun, Dünya Sađlık Örgütü (WHO)'nün izin verilen sınırlarını aşan seviyelerde ağır metal içerdiđi tespit edilmiřtir.

Hajiaghababaei ve diđ. (2013), su ve çeřitli gıdalarda ağır metallerin tayini için nanoporöz bir adsorban kullanmış ve metal iyonlarını alevli AAS ile tayin

etmişlerdir. Yöntemi siyah çay, karabiber, acı biber, domates, üzüm, ıspanak, nane, kişniş ve bamyaya örneklerinde  $Pb^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$  ve  $Cd^{2+}$  iyonlarının ultra eser miktarlarının belirlenmesi için uygulamışlardır.

Habila ve diğ. (2014), alevli AAS ile Cd, Cu ve Pb'un tayini öncesi 4-(2-thiazolylazo) resorcinol ile modifiye edilmiş aktif karbon kullanımıyla bir önderiştirme yöntemi geliştirmişlerdir. Önerilen yöntemi, nane, kabak, kereviz ve patlıcan örneklerine uygulamışlardır. Kereviz dışındaki diğer gıdalarda Cd derişimleri ve patlıcan örneğinde Pb derişimi gözlenebilme sınırının altında bulunmuştur. Cu derişimini  $3.5-5.1 \text{ mg kg}^{-1}$ , Pb derişimini ise  $0.8-2.7 \text{ mg kg}^{-1}$  aralığında tespit etmişlerdir.

Aiwonegbe ve Ikhuoria (2007), yaş yakma yöntemi ile çözünürleştirilen bazı Nijerya sebzelerinde (zencefil, sarımsak, soğan, ıspanak, lahana, havuç, patates, domates, bamyaya, sakız kabağı ve yeşil biberde) Fe, As, Pb, Hg, Cd, Cr, Zn ve Ni metallerini AAS ile tayin etmişlerdir. Tüm örneklerde Hg derişimini gözlenebilme sınırının altında bulmuşlardır. Sebze örneklerindeki ağır metal derişimlerinin sırasıyla  $Fe > Zn > As > Ni > Cd > Cr > Pb > Hg$  şeklinde olduğu belirlenmiştir.

Şamil ve diğ. (2005), AAS ile Şarkikaraağaç yöresinde yetiştirilen üzüm çeşitlerinde Cu ve Zn derişimlerini saptamışlardır. Bakır derişimi  $0.20-0.33 \text{ mg kg}^{-1}$  ve çinko derişimi ise  $2.40-4.30 \text{ mg kg}^{-1}$  olarak bulmuşlardır.



### **3. ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROSKOPİSİ (AAS)**

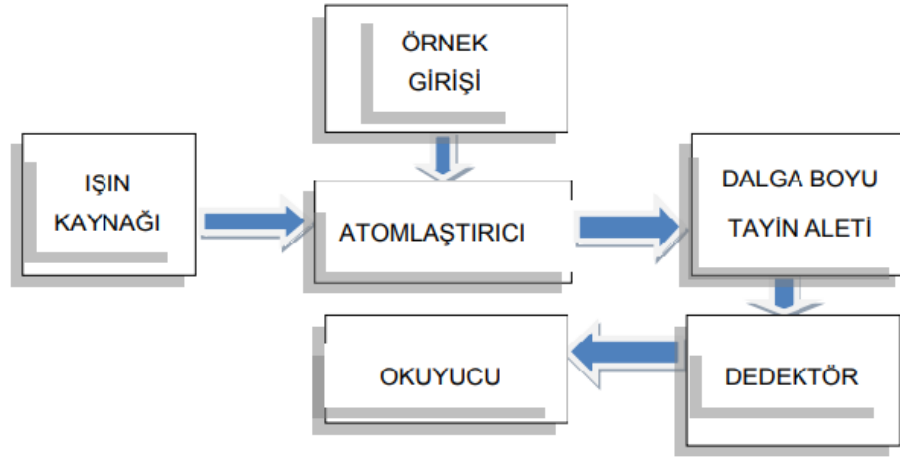
#### **3.1 Giriş**

Atomik absorpsiyon spektroskopisi, yüksek sıcaklıkta gaz haldeki element atomlarının elektromagnetik ışınları Lambert-Beer yasasına göre absorplanmasını esas alan spektroanalitik bir yöntemdir. Uygun dalga boyunda ışın absorplayan atomlar, temel halden uyarılmış hale geçerler. Bir elementin atomik absorpsiyon spektroskopisinde analizini yapmak için o elementin önce nötral hale, sonra atomik buhar haline gelmesi ve son olarak bir kaynaktan elektromagnetik ışın demetine dağılarak etkileşmesi gerekir.

AAS 1950'den itibaren seçiciliği, basitliği ve kolaylığından dolayı en yaygın kullanılan tekniklerden biri olmuştur. AAS biyolojik, jeolojik, çimento, yağ sedimenti, metalurjik, cam, farmakolojik ve atmosferik birçok örneğe uygulanır (Sönmez, 2010).

#### **3.2 Atomik Absorpsiyon Spektrometresi**

Atomik absorpsiyon spektrometresi ışın kaynağı, örnek çözeltisinin atomik buhar haline getirildiği atomlaştırıcı, monokromatör, ışık şiddetinin ölçüldüğü dedektör ve kayıt sistemi olmak üzere 5 kısımdan oluşur. Şekil 3.1'de AAS cihazının şeması gösterilmektedir.

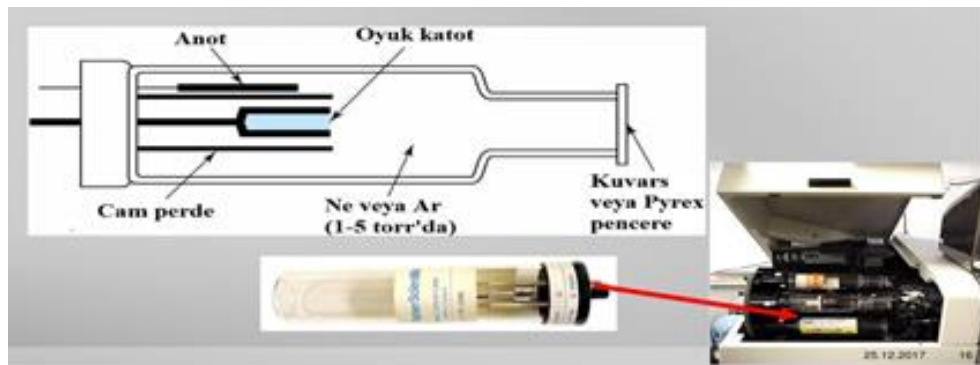


**Şekil 3.1:** Atomik absorpsiyon spektrometresi cihazının şeması (Dalcı, 2014)

### 3.2.1 Işın Kaynakları

AAS’de kullanılan ışık kaynakları oyuk katot lambası (OKL), elektrotsuz boşalım lambası (EDL), sürekli ışık kaynakları ve buhar boşalım lambası olmak üzere 4 tanedir. Bunlardan en yaygın olarak OKL ve EDL kullanılır.

OKL, AAS’ de en çok kullanılan ışın kaynağıdır. Titan, tungsten ve tantal gibi elementlerden yapılmış bir anot, silindir veya hilal şeklinde analiz elementinden yapılmış oyuk katot vardır. Elementin türüne göre lambaların katodu analiz edilecek element ile kaplanır veya alaşım yapılır. Lamba cam çerper içerisinde düşük basınçta Ar veya Ne gibi soygaz bulunur (Sönmez, 2010). OKL, Şekil 3.2’ de gösterilmektedir.



**Şekil 3.2:** Oyuk katot lambası (Göllü, A., 2018)

### 3.2.2 Atomlaştırıcılar

Atomlaştırıcının görevi örnekteki iyon ya da moleküllerinin gaz fazından temel düzeydeki atom haline getirmektir. Bir analizin başarısı atomlaştırıcıya bağlıdır. Analiz edilen elementin duyarlılığı atomlaşma dercesiyle doğru orantılıdır. Atomlaştırıcılar alevli ve alevsiz olmak üzere iki tanedir (Höl, 2005). Alevli atomlaştırıcılarda analitin bulunduğu örnek, sıvı halde alevi oluşturan gaz karışımıyla karışır. Bu gaz karışımında örneğin dağılması sağlanır. Elde edilen karışım, alev başlığına ve yanma bölgesindeki aleve iletilir. Atomlaşma alevde olur. Alevli atomlaştırıcılarda alev sıcaklığı gaz karışımlarına bağlıdır. Son zamanlarda en çok kullanılan gaz karışımı hava/asetilendir. Gaz karışımları ve oluşan sıcaklıklar Tablo 3.1’de verilmiştir.

**Tablo 3.1:** Gaz karışımları ve alev sıcaklıkları (Skoog ve diğ., 1998)

Yakıt	Oksitleyici	Sıcaklık °C
Doğalgaz	Hava	1700-1900
Doğalgaz	Oksijen	2700-2800
Hidrojen	Hava	2000-2100
Hidrojen	Oksijen	2550-2700
Asetilen	Hava	2100-2400
Asetilen	Oksijen	3050-3150
Asetilen	Azot monooksit	2600-2800

Alevdeki atomlaşmada yakıt ve oksiteyiciler ve bunların arasındaki oran çok önemlidir. Bunların karışma oranları deneysel yolla hesaplanır (Büyükbaş, 2004).

Alevli atomlaştırıcı ucuz ve pratik olduğundan daha çok kullanılmakla birlikte bazı dezavantajları vardır. Bu dezavantajlar sınırlı sayıda elementin analizi, vakum UV çalışmaya uygun olmaması, az miktarda olan örnekleri analiz edememesi, daha iyi gözlenebilme sınırı ve duyarlılıklarda yetersiz olmasıdır.

Alevsiz atomlaştırıcıların gelişmesiyle bu tür problemler çözülmüştür. Alevsiz atomlaştırıcılar soğuk buhar atomlaştırma, hidrür atomlaştırma ve elektrotermal atomlaştırma olmak üzere üç tanedir. Bunlardan soğuk buhar atomlaştırma ve hidrür

atomlaştırma spesifik olup elektrotermal atomlaştırma daha geneldir ve alevli atomlaştırıcılara göre daha üstündür.

### **3.2.3 Monokromatör**

Monokromatörler analiz edilecek elementin rezonans hattını diğer hatlardan ayıran optik düzenektir. Atomların çok dar spektral aralıkta absorpsiyon yapması AAS için çok avantaj sağlar. AAS` de iki elementin birbirinden ayrılması yalnız OKL`in emisyon hattının genişliğiyle absorpsiyon hattının genişliğine bağlıdır (Cantle, 1982). Monokromatörün analiz edilen elementin rezonans hattını diğer elementlerin rezonans hattından ayırması yeterlidir. Ayırıcılığının büyük olmasına gerek yoktur (Özcan, 2001).

### **3.2.4 Dedektör**

Dedektör monokromatörlerden çıkan ışınları elektrik sinyaline dönüştürür. AAS`de ışık sinyalini elektrik sinyaline dönüştürme işi fotoğrafçılıkta kullanılır. Dedektörlerin fotokatot yüzeyine foton çarpmasıyla fırlatılan elektronlar dinot adı verilen yüzeylere doğru elektriksel alanda hızlandırılır ve dinoda çarpan herbir elektron dinot yüzeyinden elektronlar kopartır. Böylece gittikçe artan elektronlar bir anotta toplanarak elektrik akımına çevrilir (Özcan, 2001).

### **3.2.5 Kayıt Sistemi**

Sinyal olarak alınan verileri işlemek ve kontrol etmek için gerekli alet genel olarak bir bilgisayara bağlıdır. Verilerin dışarıya iletilmesi monitör veya yazıcıyla yapılır.

## 4. ÇÖZÜNÜRLEŞTİRME YÖNTEMLERİ

Örneklerin çözülmesinde kuru yakma, yaş yakma ve mikrodalgada çözünürleştirme olmak üzere 3 temel yöntem bulunmaktadır. Bu yöntemlerden hangisinin seçileceği gıdanın tipine, kullanacak alete ve analiz edilecek elemente bağlıdır. Yakma yöntemleri ayrıca gıdalardaki çok özel minerallerin analizinde örnek hazırlamanın ilk basamağıdır.

### 4.1 Kuru Yakma

Bu yöntemde homojen hale getirilen katı örnekler krozeye yerleştirilir. Bazı çalışmalarda yakma işlemi kısa sürmesi için katı örnekler etil alkol eklenerek 400°C'de ön yakma yapılır. Krozeler fırına koyulur. Fırının sıcaklığı 500-700 °C` ye ayarlanır. Krozede yanmayan madde kalmayana kadar (maddenin tamamı yanana kadar) aşağı yukarı 2 saat boyunca yakma işlemi yapılır. Krozede oluşan kül rengi açık griyse maddenin tamamen yandığı anlaşılır (yakma işlemi bitmiştir), siyah renkli ise yakma işlemine devam edilmesi gerekir (organik kısımlar hala vardır). Sonra krozeler oda sıcaklığına kadar soğutulur asit/ asit karışımları ilave edilerek örnek çözülür. Çözülen örnekler deiyonize suyla seyreltikten sonra süzülerek analiz edilir.

Kuru yakma yöntemi, sadece fırın kullanılması ve çeşitli örnekler uygulanıyor olması nedeniyle avantajlı gibi gözükse de bazı elementlerin bu işlem sırasında buharlaşması ve bazı kirlenmelerin oluşması gibi dezavantajları vardır. Kuru yakmada kroze çok önemlidir. Örneğin kuartz krozeler asit ve halojenlere dayanıklıysa bazlara dayanıklı değildir. Porselen krozeler de kuartz krozeler gibidir. Ama bazı elementler bu krozenin çeperlerine yapışır. Bundan dolayı kullanılmadan önce iyi yıkanmalıdırlar. Paslanmaz çelik krozeler ise asit ve bazlara karşı dayanıklı olmasına rağmen elementlerin analizinde kullanılamaz. Bu analizlerde inert olmasından dolayı platin kroze kullanılmalıdır. Fakat platin krozeler de diğer krozelere göre oldukça pahalıdır (Milacic ve Kralj, 2003).

## 4.2 Yaş Yakma

Yaş yakma yöntemi, oksitleyici maddeler ve mineral asitlerin kullanıldığı ortamda örneklerin ısıtılarak çözünürleştirilmesini içerir. Bu yöntemde katı örnekler homojen hale getirildikten sonra sabit tartıma gelene kadar kurutulur. Kurutulan örneklerden belli bir miktar tartılarak üzerine kullanılacak olan reaktif eklenir. Kullanılacak reaktifler genellikle inorganik asit veya karışımlardır. Reaktif eklendikten sonra örneğin bulunduğu beherin üstüne saat camı kapatılarak sıcak tablada örnek çözülür. Çözünme zamanı kullanılan reaktiflere göre değişir. Çeker ocakta çözelti berraklaşana kadar çözünürleştirme işlemi sürer. Oda sıcaklığına kadar soğutulan çözelti deiyonize suyla seyretildikten sonra süzülerek analiz edilir (Srnkolj ve diğ., 2005).

Yaş yakmada örnek miktarı ve kullanılan asit hacmi önemli iki parametredir. Düşük miktarda örnek kullanılarak hazırlanan çözeltilerde element analizi, yüksek miktarda kullanılarak hazırlananlardan daha doğru yapılır. Ayrıca örnekler homojen olmalıdır. Berrak çözeltilere ulaşıncaya kadar doğal olarak artan asit miktarı, asit içindeki safsızlıkların artan bir miktarda çözeltilere geçmesi nedeniyle girişim etkisini ortaya çıkaran önemli bir parametredir (Oliva ve diğ., 2003).

## 4.3 Mikrodalga Yöntemi

Mikrodalgayla çözünürleştirme ilk kez Abu Samru ve arkadaşları tarafından biyolojik örnekleri çözünürleştirmek için 1975'de ortaya çıkmıştır. Diğer çözünürleştirme yöntemlerine göre daha kontrollü, etkili, temiz, hızlı ve pratik olduğundan günümüzde oldukça yaygın olarak kullanılmaktadır. Hem açık kapta hem de kapalı kapta çözünürleştirme işlemi yapılmaktadır. Ancak kapalı kapta yapılması daha çok tercih edilmektedir. Kapalı kapların tercih edilmesi zararlı buharların yayılmasını ve örneklerin kirlenmesini önlerken, çok uçucu minerallerin örnekten uzaklaşmasını sağlar. Bu yöntemde basınç ve sıcaklık programıyla çözünürleştirme işlemi yapılır. Bu yüzden bu yöntemde basınç, sıcaklık, süre ve reaktif seçimi çok önemlidir. Çözünürleştirme için genellikle nitrik asit, hidroklorik asit, hidroflorik asit, sülfirik asit ve perklorik asit kullanılmaktadır. Bunların değişik türevleri ve hidrojen peroksit de kullanılabilir. Katı örneklerin çözülmesi için 10 mL

gibi oldukça az miktarda çözücüler kullanılır (diğer çözümlerleştirme yöntemlerine göre daha az miktarda kullanılır). Diğer yöntemlerde ısı kondüksiyon, konveksiyon ve radyasyon yoluyla transfer edilerek gıdalara geçerken bu yöntemde ısı doğrudan gıdaya geçer. Bundan dolayı ısıtma diğer yöntemlere göre daha hızlıdır. Mineral asitler mikrodalga enerjisini aniden ısıya dönüştürdükleri için ısınma hızlı olur. Reaksiyon daha kısa sürede tamamlanır. Modern analiz laboratuvarlarında bu yöntem eser ve ultra eser analizinde ve çözümlerleştirmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Özellikle un, buğday, deniz ürünleri ve şarap gibi farklı gıda maddelerinde ve referans maddelerde eser element analizlerinde en iyi çözümlerleştirme yönteminin bu yöntem olduğu tespit edilmiştir (Mantovi ve diğ., 2003; Valiente ve diğ., 2002).

Mikrodalga cihazı ve çözümlerleştirme işleminde kullanılan teflon kaplar Şekil 4.1’de gösterilmektedir.



**Şekil 4.1:** Mikrodalga cihazı ve teflon kaplar (Url-4)

## 5. DENEYSEL BÖLÜM

### 5.1 Aletler

#### 5.1.1 Atomik Absorpsiyon Spektrometresi (AAS)

Spektroskopik metal tayinleri için Perkin Elmer marka AAS 200 atomik absorpsiyon spektrometresi kullanılmıştır. AAS cihazı döteryum zemin düzeltmeli olup ölçümlerde ışın kaynağı olarak oyuk katot lamba kullanılmıştır. Tablo 5.1’de AAS cihazı ölçüm şartları verilmiştir.

**Tablo 5.1:** AAS cihazı ölçüm şartları

Element	Dalga boyu, nm	Slit, mm	Lamba akımı, mA	Alev Akış Hızı, L/dakika	
				Asetilen	Hava
Pb	283,31	2,7/1,05	25	1,86	10
Cr	357,87	2,7/0,8	25	3	10
Ni	232	1,8/1,35	25	2,5	10,12
Co	240,73	1,8/1,35	25	2,5	10
Fe	248,33	1,8/1,35	25	2,5	10
Cu	324,75	2,7/08	25	1,86	10
Mn	279,48	1,8/0,6	25	2,34	10,12
Zn	213,86	2,7/1,8	25	2,5	10
Cd	228,80	2,7/1,35	4	1,86	4,40

Bu çalışmada alevli AAS ile tayin edilemeyen Pb ve Cd metallerinin tayini için Perkin Elmer Model AAS 700 atomik absorpsiyon spektrometresi kullanılmıştır. Elektrotermal atomlaştırıcı olarak grafit fırın kullanılmıştır. Grafit fırın pirolitik kaplıdır. Işın kaynağı olarak Pb ve Cd oyuk katot lambaları kullanılmıştır. Grafit fırınlı AAS (GFAAS)’de kurşun ölçümleri 283,3 nm’de ve kadmiyum ölçümleri ise 228,8 nm’de 0,7L yarık genişliği kullanılarak yapılmıştır. Sürükleyici gaz olarak



argon gazı kullanılmıştır. Örnekler otomatik örnekleyici ile enjekte edilmiş olup örnek hacmi 20 mikrolitredir.

GFAAS'de Pb ve Cd tayinleri için kullanılan, aletin el kitabında önerilen sıcaklık-zaman programı Tablo 5.2 ve 5.3'te gösterilmiştir.

**Tablo 5.2:** GFAAS ile Pb tayininde kullanılan sıcaklık-zaman programı

Basamak	Sıcaklık, °C	Ulaşma süresi, s	Tutma süresi, s	Gaz akışı, mL/dak	Gaz tipi
1	100	5	20	250	Normal
2	140	15	15	250	Normal
3	700	10	20	250	Normal
4	1800	0	5	0	Normal
5	2600	1	3	250	Normal

Pb için önışlem sıcaklığı 700 °C ve atomlaşma sıcaklığı 1800 °C'dir.

**Tablo 5.3:** GFAAS ile Cd tayininde kullanılan sıcaklık-zaman programı

Basamak	Sıcaklık, °C	Ulaşma süresi, s	Tutma süresi, s	Gaz akışı, mL/dak	Gaz tipi
1	100	5	20	250	Normal
2	140	15	15	250	Normal
3	850	10	20	250	Normal
4	1650	0	5	0	Normal
5	2600	1	3	250	Normal

Cd için önışlem sıcaklığı 850 °C ve atomlaşma sıcaklığı 1650 °C'dir.

Çalışmada Mg, Ca ve Na metallerinin tayini için Perkin Elmer marka AAS 200 atomik absorpsiyon spektrometresinin emisyon modu kullanılmıştır. Na ölçümleri 589 nm, Mg ölçümleri 285,2 nm ve Ca ölçümleri ise 422,7 nm de gerçekleştirilmiştir.

### **5.1.2 Analitik terazi**

Tartımlar PRECISA XB 220A marka  $\pm 0.0001$  g duyarlıktaki analitik terazi ile yapılmıştır.

### **5.1.3 Mikrodalga çözme cihazı**

Gıda ve baharat örneklerinin çözünürleştirilmesinde BERGHOF speedwave marka mikrodalga çözme cihazı kullanılmıştır.

## **5.2 Materyaller**

### **5.2.1 Kullanılan reaktif ve çözeltilerin hazırlanması**

Bu çalışma boyunca çözeltilerin hazırlanması ve seyreltilmesi aşamalarında ters ozmosla elde edilen, direnci en az 18 M $\Omega$  olan ultra saf su kullanılmıştır.

Tüm plastik ve cam kaplar seyreltik (1+9) HNO<sub>3</sub> ile temizlendi ve kullanılmadan önce UP su ile çalkalandı.

HNO<sub>3</sub> çözeltisi (%65) ve HClO<sub>4</sub> (%70-72) çözeltisi analitik saflıkta olup Merck'ten satın alınmıştır.

Seyreltik metal çözeltileri 1000 mg L<sup>-1</sup> derişimdeki stok çözeltilerin saf su ile seyreltilmesiyle hazırlanmıştır.

Standart Na Çözeltileri, NaNO<sub>3</sub> kullanılarak hazırlanan 250 mg L<sup>-1</sup> Na derişimindeki stok çözeltinin saf su ile seyreltilmesiyle hazırlanmıştır.

Standart Mg Çözeltileri, Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> kullanılarak hazırlanan 500 mg L<sup>-1</sup> Mg derişimindeki stok çözeltinin saf su ile seyreltilmesiyle hazırlanmıştır.

Standart Ca Çözeltileri,  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  kullanılarak hazırlanan  $500 \text{ mg L}^{-1}$  Ca derişimindeki stok çözeltinin saf su ile seyreltilmesiyle hazırlanmıştır.

### **5.2.2 Örneklerin toplanması**

Patlıcan, biber ve fasulye Denizli’de pazardan alınıp Acıpayam ilçesindeki ev balkonunda doğal olarak güneşte kurutulmuştur. Domates, nane, kekik, kırmızı biber, pulbiber ve bamya Denizli ili Acıpayam ilçesindeki ev bahçesinde özel yetiştirilip balkonda doğal olarak güneşte kurutulmuştur. Tarçın, hindistan cevizi, mahlep, zerdeçal, zencefil, keten tohumu, sumak, yenibahar ve yaban mersini ise kurutulmuş olarak marketteki baharat reyonundan hazır olarak satın alınmıştır.

### **5.3 Örneklerin Çözünürleştirilmesi**

Örnekler analiz edilmeden önce yaş yakma ve mikrodalga ile çözünürleştirme tekniğı uygulanmıştır.

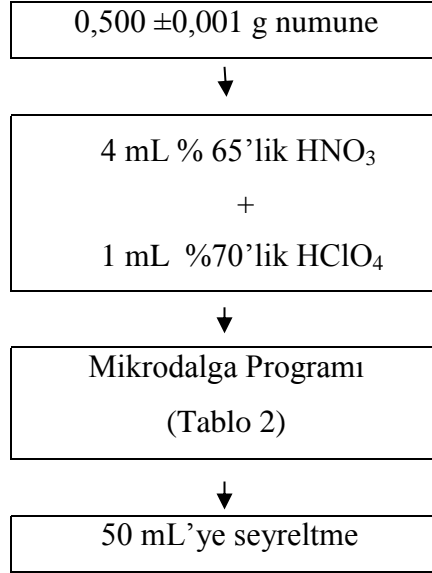
#### **5.3.1 Yaş Yakma Yöntemi:**

Kurutulmuş gıda ve baharat numunelerinden ortalama  $0,500 \pm 0,001$  g tartılan örnek, 100 mL lik behere konularak 4,0 mL derişik  $\text{HNO}_3$  ve 1,0 mL derişik  $\text{HClO}_4$  eklenerek kaynatılmıştır. Parçalanmış kalıntı ultra saf su ile çözülmüş ve  $0,45 \mu\text{m}$  selüloz nitrat şırınga filtre kullanılarak süzölmüştür. Üzerine saf su ilave edilerek son hacim 50 mL ye tamamlanmıştır.

#### **5.3.2 Mikrodalga Çözünürleştirme Yöntemi**

Kurutulmuş gıda ve baharat numunelerinden ortalama  $0,500 \pm 0,001$  g tartım alınarak, basınçlı teflon tüplere konulmuştur. Üzerlerine 4 mL der  $\text{HNO}_3$  ve 1,0 mL der.  $\text{HClO}_4$  ilave edilerek teflon disk kapatılmıştır. Basınçlı tüpler fırının içine yerleştirildi. Sıcaklık ve süre ayarlaması yapıldıktan sonra mikrodalga çalıştırılmıştır.

Belirlenen sürenin bitiminde numunelerin soğuması beklenip her bir numune çeker ocak altında açılarak, çözeltiler 50 mL'lik balon jojelerin içine boşaltılıp 50 mL'ye distile su ile tamamlanmış ve analize kadar +4°C'de buzdolabında bekletilmiştir. Uygulanan yöntemin akış şeması Şekil 5.1'de verilmiştir.



**Şekil 5.1:** Mikrodalga çözünürleştirme yöntemi akış şeması

Numunelerin çözünürleştirilmesi için uygulanan mikrodalga parçalama yöntemi Tablo 5.4'te gösterilmiştir.

**Tablo 5.4:** Uygulanan mikrodalga parçalama yöntemi

Basamak	Ulaşma süresi, dakika	Süre, dakika	Sıcaklık, °C
1	5	5	145
2	3	5	170
3	2	18	190
4	1	1	75
5	1	1	75

#### 5.4 Deney Sonuçları ve Değerlendirme

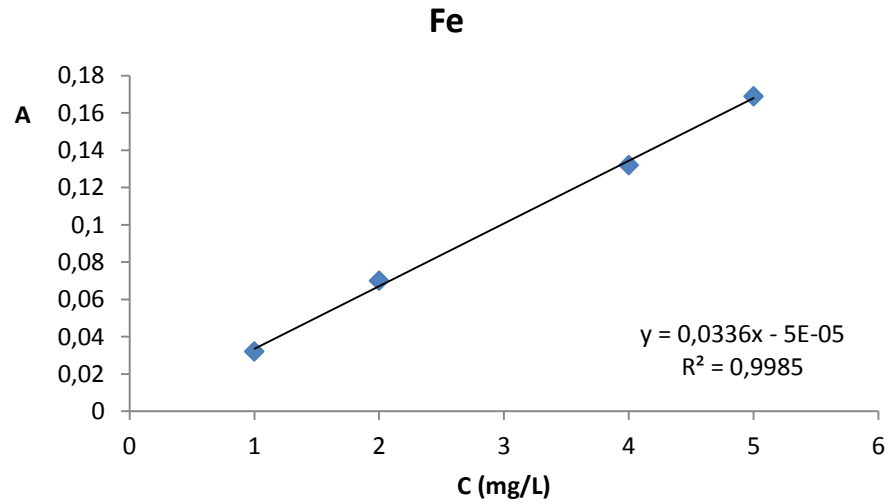
Kurutulmuş bazı gıda ve baharatlarda eser metal içeriklerinin belirlenmesi için öncelikle her bir element için kalibrasyon doğruları oluşturulmuştur. Yaş yakma ve mikrodalga tekniği ile çözünürleştirilen örneklerde Fe, Cu, Mn, Zn, Pb, Cr, Cd,

Ni, Co, Na, Mg ve Ca kalibrasyon doğruları kullanılarak tayin edilmeye çalışılmıştır. İki farklı çözünürleştirme yöntemi kullanılarak çözünürleştirilen örneklerdeki metal içerikleri t testi uygulanarak karşılaştırılmış ve ortalamalar arasında fark olup olmadığı belirlenmiştir. Her iki yöntemin kesinlikleri F testi kullanılarak karşılaştırılmıştır. Elde edilen bulgular aşağıda verilmiştir.

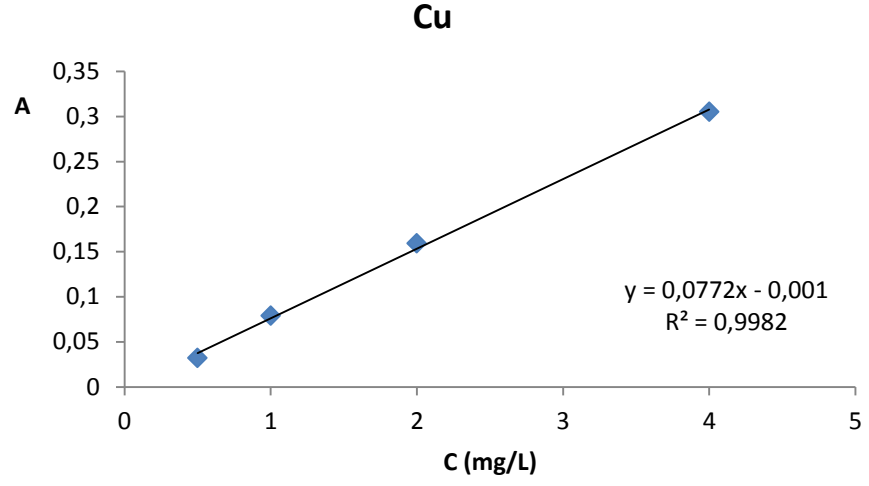
#### 5.4.1 Kalibrasyon Doğruları

Örnekler AAS ile analiz edilmeden önce çalışılan her bir element için standart çözeltiler ile hazırlanmış ve alevli AAS cihazında okunarak kalibrasyon doğruları oluşturulmuştur. Oluşturulan kalibrasyon eğrileri aşağıda gösterilmiştir. (Şekil 5.2-5.10). Her bir element için doğru denklemleri grafik üzerinde belirtilmiştir.

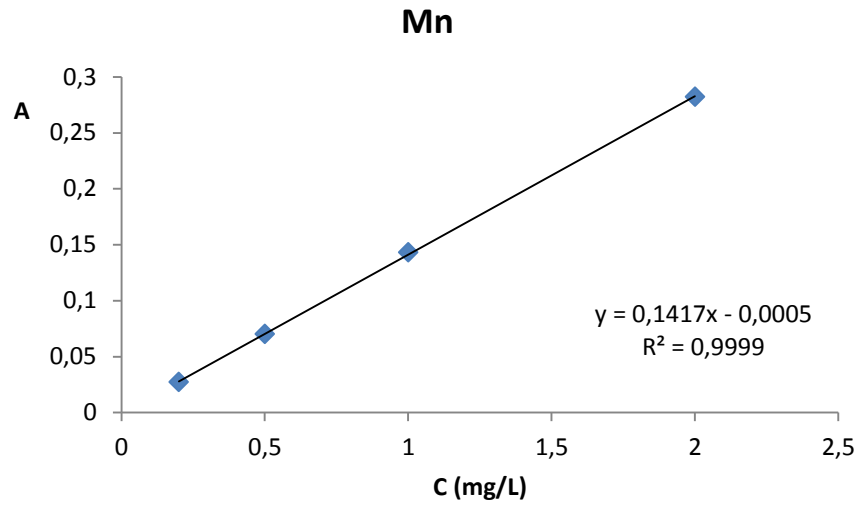
Kalibrasyon doğrularından korelasyon katsayıları Fe, Cu, Mn, Zn, Pb, Cr, Cd, Ni ve Co için sırasıyla 0.9985, 0.9982, 0.9999, 0.9998, 0.9999, 0.9987, 0.9986, 0.9971 ve 0.9984 olarak bulunmuştur.



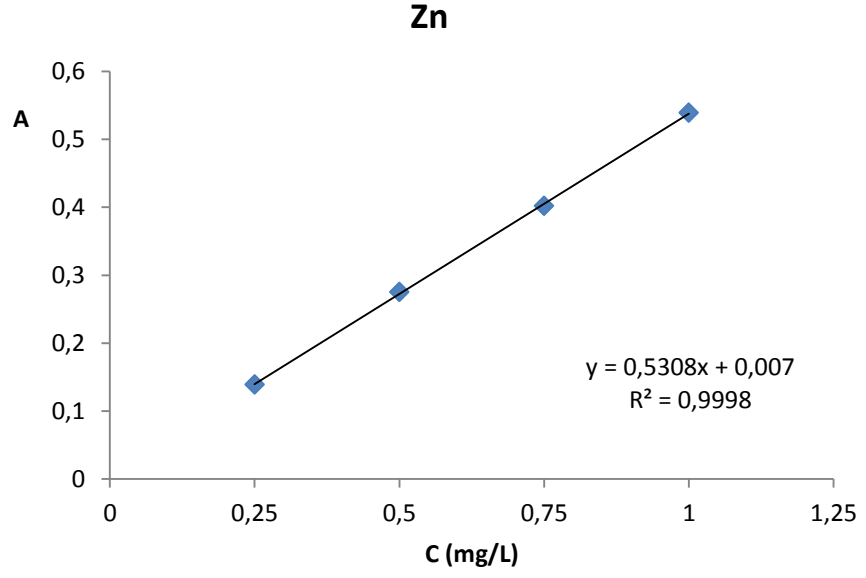
Şekil 5.2: Fe(III)'e ait kalibrasyon doğrusu



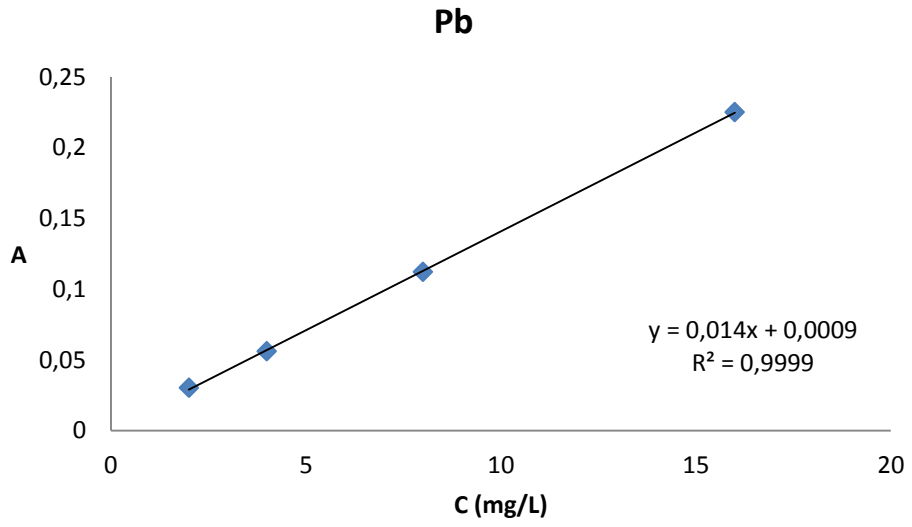
Şekil 5.3: Cu(II)'ye ait kalibrasyon doğrusu



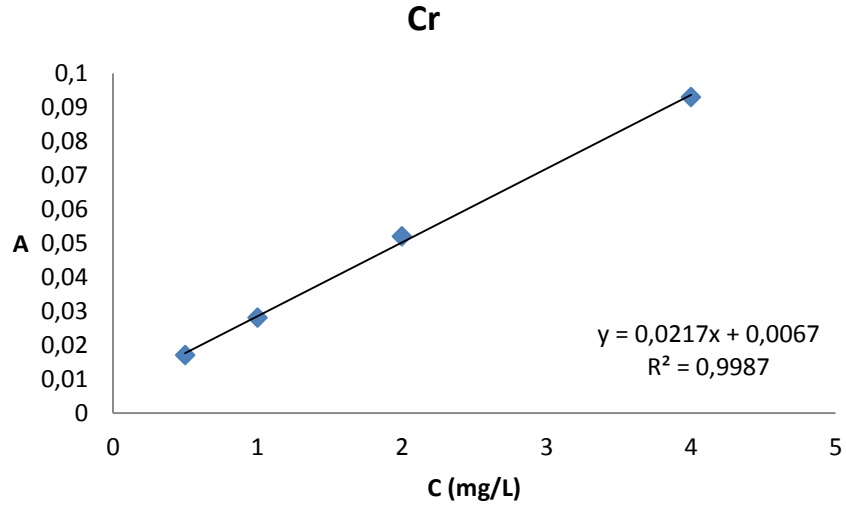
Şekil 5.4: Mn(II)'ye ait kalibrasyon doğrusu



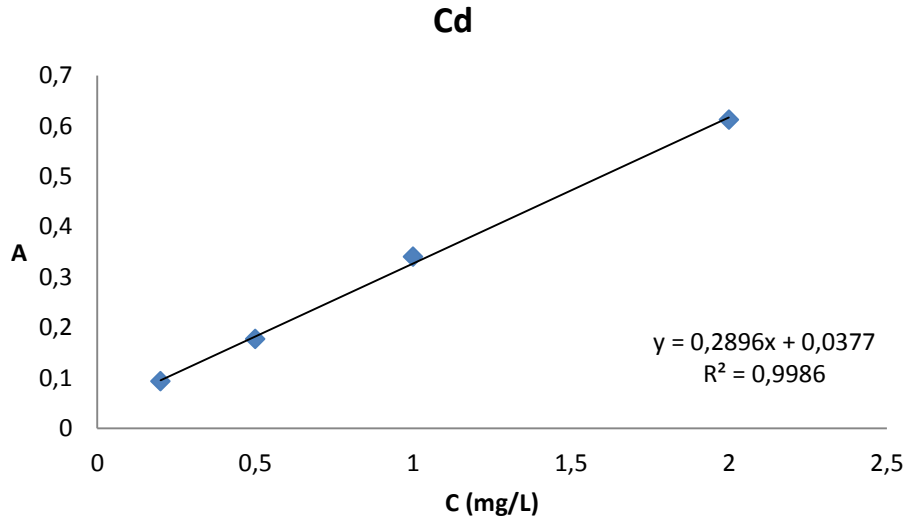
Şekil 5.5: Zn(II)'ye ait kalibrasyon doğrusu



Şekil 5.6: Pb(II)'ye ait kalibrasyon doğrusu

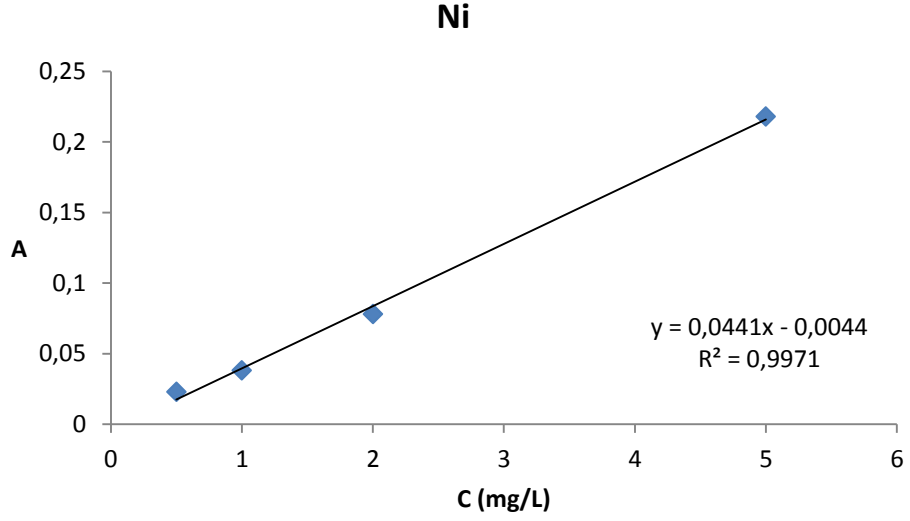


**Şekil 5.7:** Cr(III)'e ait kalibrasyon doğrusu

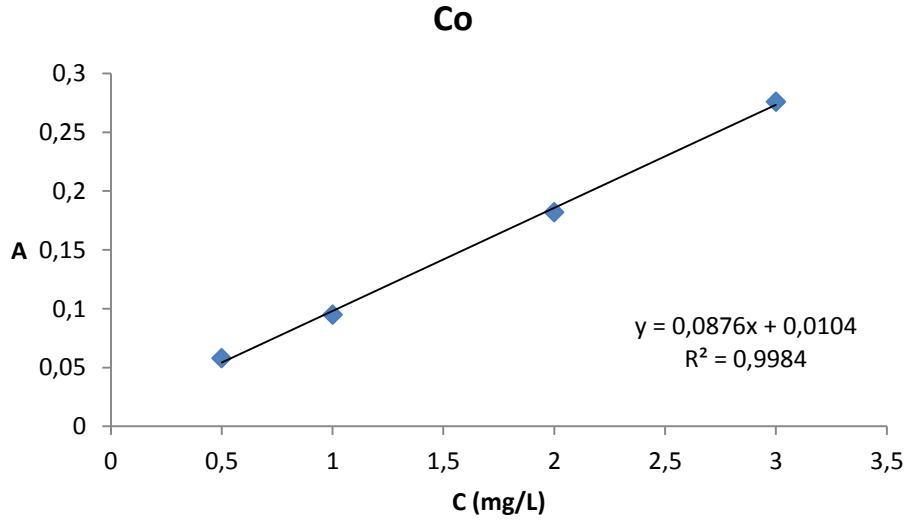


**Şekil 5.8:** Cd(II)'e ait kalibrasyon doğrusu



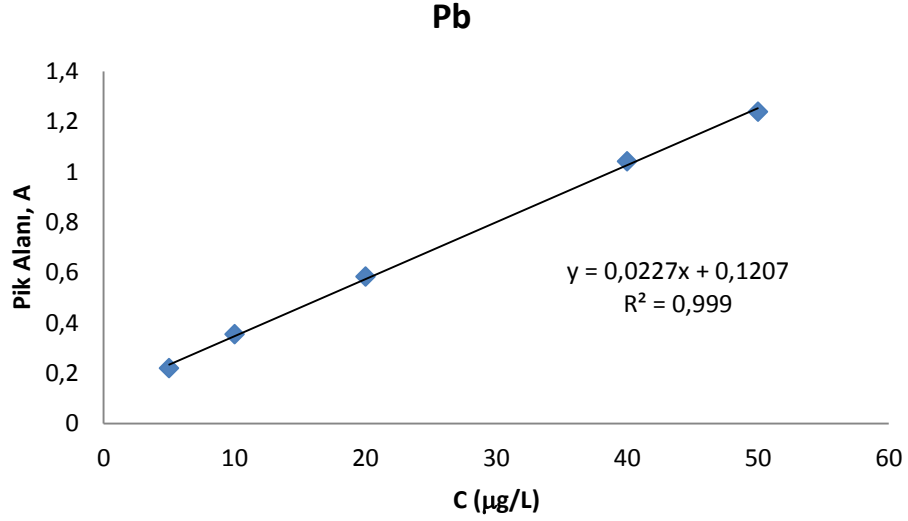


**Şekil 5.9:** Ni(II)'e ait kalibrasyon doğrusu

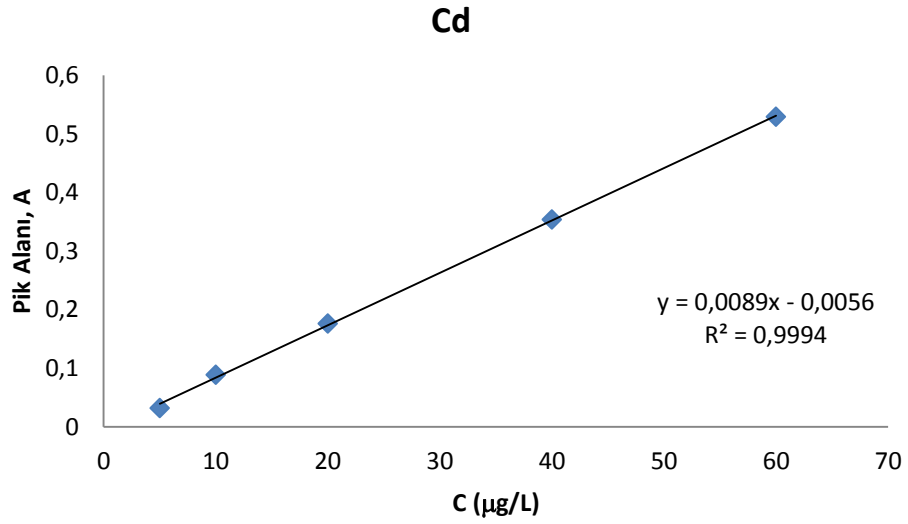


**Şekil 5.10:** Co(II)'e ait kalibrasyon doğrusu

Çalışılan örneklerdeki Pb ve Cd miktarları alevli AAS ile tayin edilemediğinden bu iki metal miktarları GFAAS ile belirlenmiştir. Bunun için hazırlanan kalibrasyon doğruları Şekil 5.11 ve 5.12'de verilmiştir.



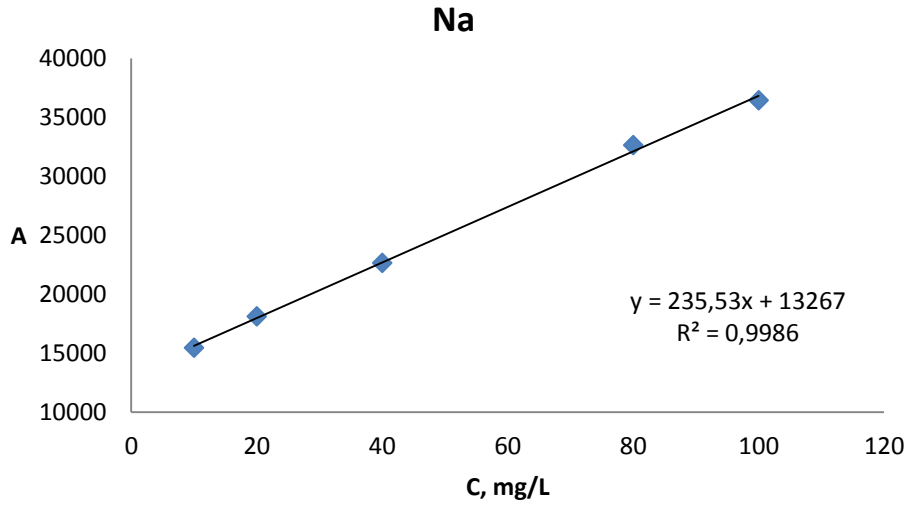
**Şekil 5.11:** Pb(II)'ye ait kalibrasyon doğrusu (GFAAS)



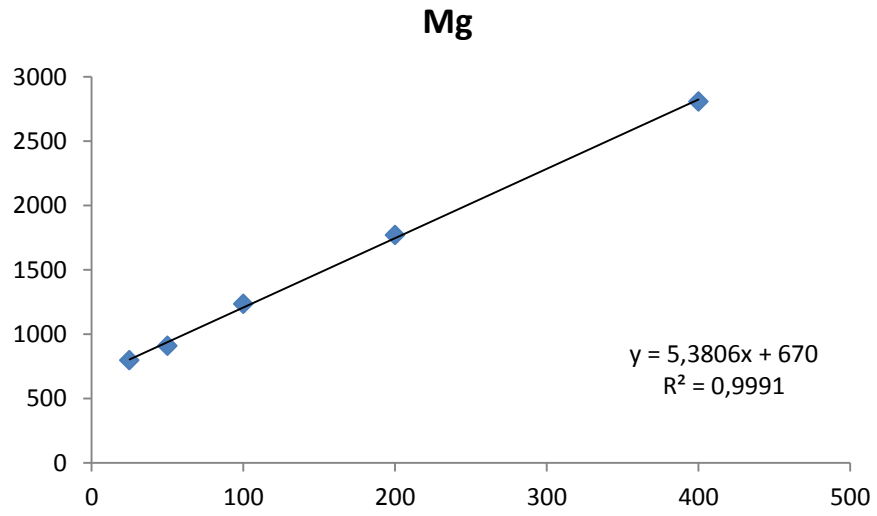
**Şekil 5.12:** Cd (II)'e ait kalibrasyon doğrusu (GFAAS)

Kalibrasyon doğrularından korelasyon katsayıları Pb ve Cd için sırasıyla 0.999 ve 0.9994 olarak bulunmuştur.

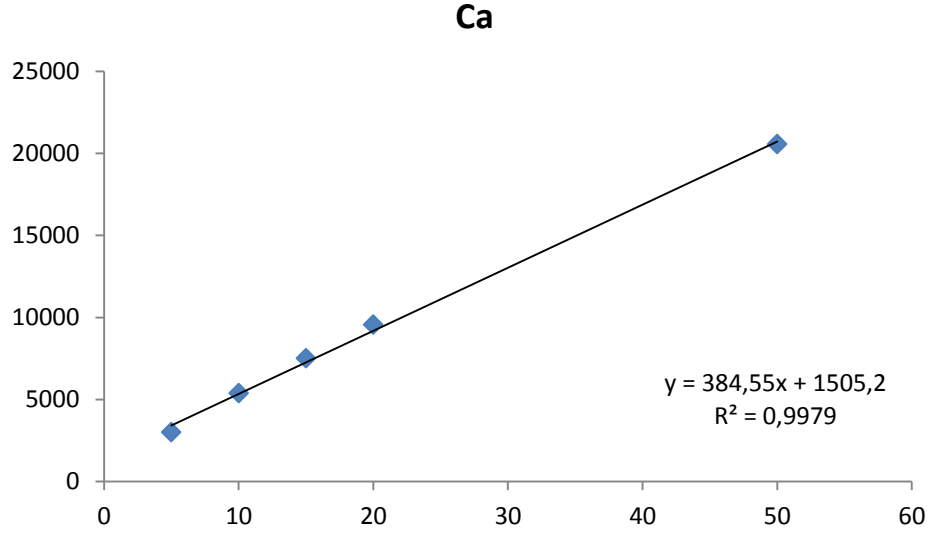
Çalışmada Mg, Ca ve Na metallerinin tayini için atomik absorpsiyon spektrometresinin emisyon modu kullanılmıştır. Kalibrasyon doğrularının oluşturulmasında standart çözelti derişimleri Na için 10-100, Mg için 25-400, Ca için ise 5-50 mg/L derişim aralığında standart çözeltiler kullanılmıştır. Oluşturulan kalibrasyon doğruları Şekil 5.12, 5.13 ve 5.14'te verilmiştir.



**Şekil 5.13:** Sodyumun kalibrasyon doğrusu



**Şekil 5.14:** Magnezyumun kalibrasyon doğrusu



**Şekil 5.15:** Kalsiyumun kalibrasyon doğrusu

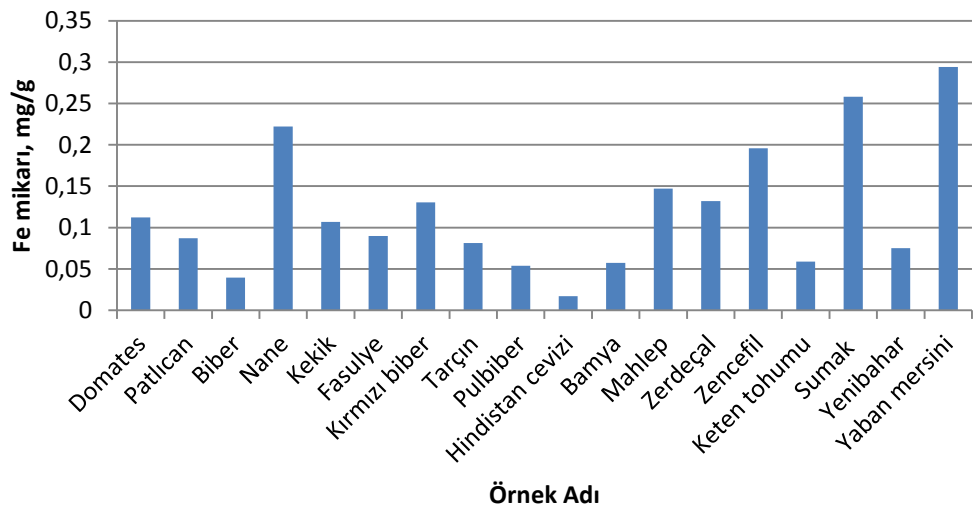
#### **5.4.2 Yaş Yakma Tekniği ile Çözünürleştirilen Örneklerdeki Eser Metal Derişimleri**

Yaş yakma yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Fe, Cu, Mn, Zn, Cr ve Ni miktarları alevli AAS ile tayin edilmiştir. Kurutulmuş gıda ve baharat örneklerinde Pb, Cd ve Co miktarları, aletin gözlenebilme sınırının altında olduğundan bu metaller alevli AAS ile tayin edilememiştir.

Alevli AAS ile tayin öncesi yaş yakma yöntemi uygulanan numunelerdeki Fe ve Cu miktarları mg/g cinsinden Tablo 5.5’de verilmiştir.

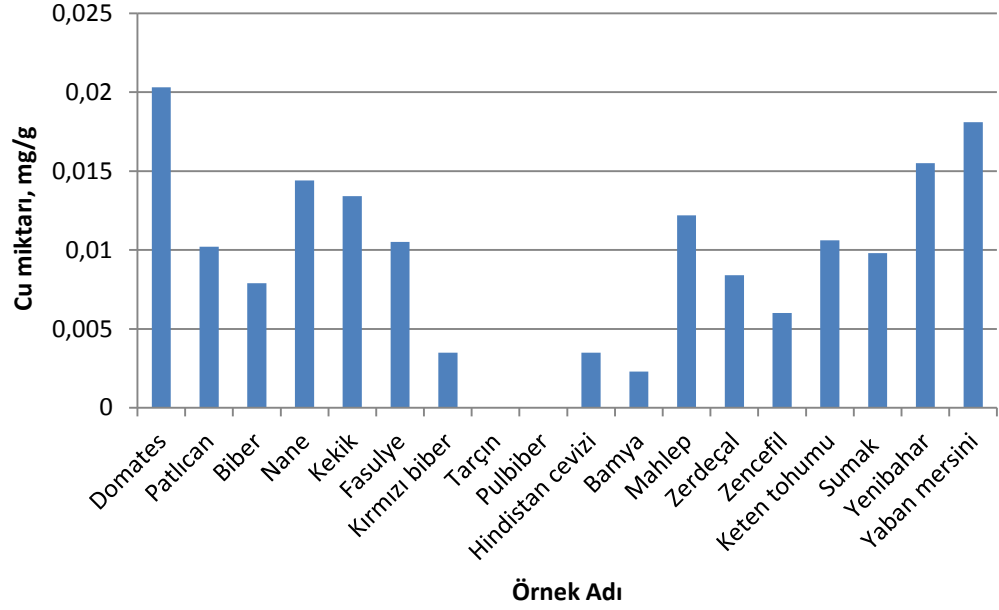
**Tablo 5.5:** Yaş yakma tekniği ile çözünürleştirilen, kurutulmuş bazı gıda ve baharatlarda belirlenen Fe ve Cu miktarları (n:4)

Örnek	Fe miktarı, mg/g ( $X_{ort} \pm s$ )	Cu miktarı, mg/g ( $X_{ort} \pm s$ )
Domates	0,1123 ± 0,0130	0,0203 ± 0,0005
Patlıcan	0,0873 ± 0,0020	0,0102 ± 0,0002
Biber	0,0397 ± 0,0012	0,0079 ± 0,0018
Nane	0,2220 ± 0,0005	0,0144 ± 0,0016
Kekik	0,1070 ± 0,0005	0,0134 ± 0,0007
Fasulye	0,0900 ± 0,0006	0,0105 ± 0,0019
Kırmızı biber	0,1303 ± 0,0006	0,0035 ± 0,0012
Tarçın	0,0813 ± 0,0006	-
Pulbiber	0,0540 ± 0,0003	-
Hindistan cevizi	0,0170 ± 0,0012	0,0035 ± 0,0007
Bamya	0,0572 ± 0,0008	0,0023 ± 0,0002
Mahlep	0,1470 ± 0,0050	0,0122 ± 0,0031
Zerdeçal	0,1320 ± 0,0040	0,0084 ± 0,0007
Zencefil	0,1960 ± 0,0060	0,0060 ± 0,0006
Keten tohumu	0,0590 ± 0,0003	0,0106 ± 0,0004
Sumak	0,2580 ± 0,0060	0,0098 ± 0,0006
Yenibahar	0,0750 ± 0,0020	0,0155 ± 0,0003
Yaban mersini	0,2940 ± 0,0020	0,0181 ± 0,0007



**Şekil 5.16:** Yaş yakma yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Fe miktarları

Elde edilen bu veriler grafiğe geçirilerek (Şekil 5.16-5.17) örneklerdeki Fe ve Cu içerikleri incelenmiştir. Şekil 5.16'dan anlaşılacağı gibi en fazla Fe miktarı kurutulmuş gıdalardan nanede ve baharatlarda ise yaban mersininde bulunmuştur. Nandeden sonra Fe içeriği en fazla olan kurutulmuş gıdalar sırasıyla kırmızı biber, domates ve kekik olup yaban mersininden sonra Fe içeriği en fazla olan baharatlar ise sırasıyla sumak, zencefil ve zerdeçaldır.



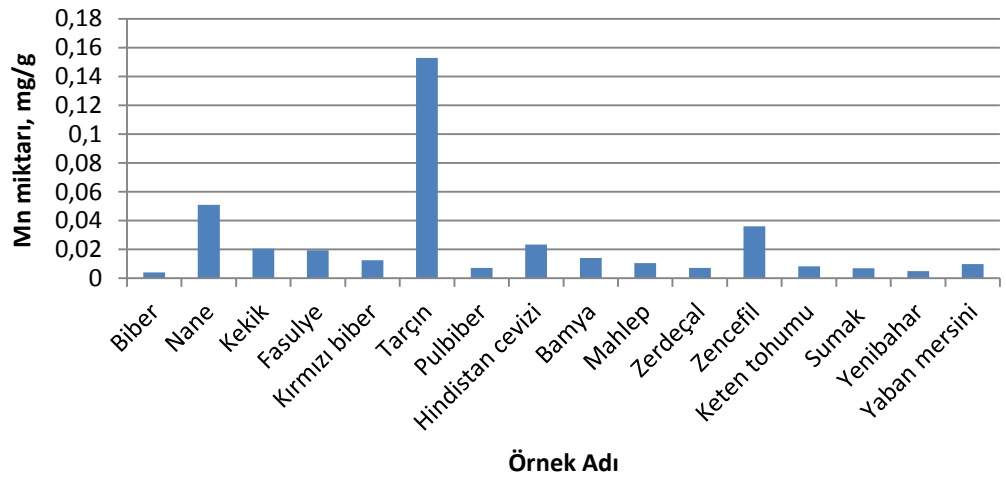
**Şekil 5.17:** Yaş yakma yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Cu miktarları

Örneklerdeki Cu miktarları kıyaslandığında Şekil 5.17'de görüldüğü gibi kurutulmuş gıdalar içerisinde Cu miktarı en fazla olan gıdalar sırasıyla domates, nane ve kekik olup baharatlar içerisinde Cu miktarı en fazla olanlar sırasıyla yaban mersini, yenibahar ve mahleptir.

Alevli AAS ile tayin öncesi yaş yakma uygulanan örneklerdeki belirlenen Mn ve Zn miktarları Tablo 5.6'da verilmiştir.

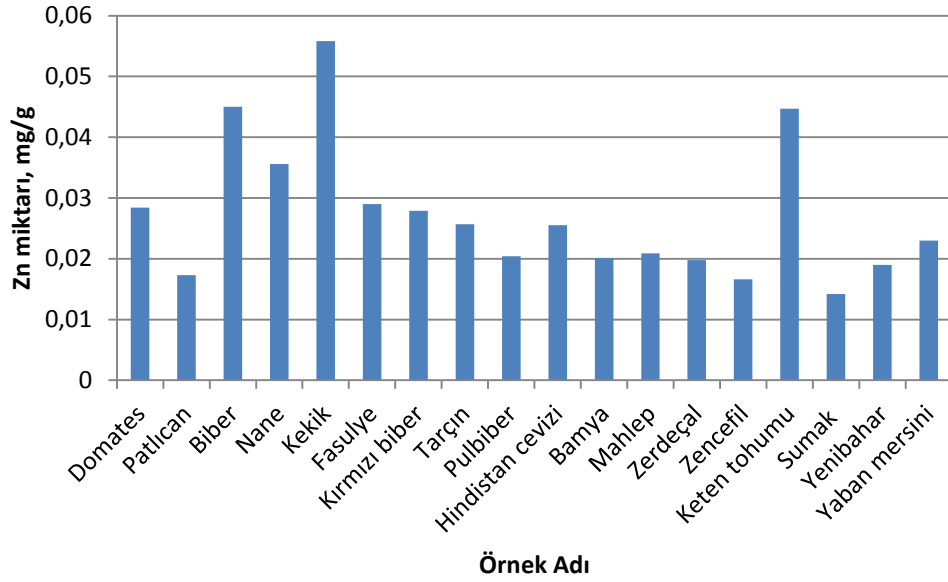
**Tablo 5.6:** Yaş yakma tekniği ile çözünürleştirilen, kurutulmuş bazı gıda ve baharatlarda belirlenen Mn ve Zn miktarları (n:4)

Örnek	Mn miktarı, mg/g (Xort±s)	Zn miktarı, mg/g (Xort±s)
Domates	0,0090 ± 0,0007	0,0284 ± 0,0018
Patlıcan	-	0,0173 ± 0,0010
Biber	0,0040 ± 0,0003	0,0450 ± 0,0006
Nane	0,0510 ± 0,0004	0,0356 ± 0,0005
Kekik	0,0206 ± 0,0009	0,0558 ± 0,0031
Fasulye	0,0193 ± 0,0005	0,0290 ± 0,0030
Kırmızı biber	0,0125 ± 0,0006	0,0279 ± 0,0057
Tarçın	0,1528 ± 0,0105	0,0257 ± 0,0001
Pulbiber	0,0071 ± 0,0010	0,0204 ± 0,0008
Hindistan cevizi	0,0233 ± 0,0035	0,0255 ± 0,0012
Bamya	0,0141 ± 0,0009	0,0201 ± 0,0037
Mahlep	0,0105 ± 0,0018	0,0209 ± 0,0048
Zerdeçal	0,0071 ± 0,0011	0,0198 ± 0,0030
Zencefil	0,0360 ± 0,0004	0,0166 ± 0,0015
Keten tohumu	0,0082 ± 0,0005	0,0447 ± 0,0002
Sumak	0,0069 ± 0,0005	0,0142 ± 0,0006
Yenibahar	0,0050 ± 0,0008	0,0190 ± 0,0021
Yaban mersini	0,0098 ± 0,0004	0,0230 ± 0,0001



**Şekil 5.18:** Yaş yakma yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Mn miktarları

Çalışılan örneklerde Mn miktarı en fazla olan örnek tarçın olup, Mn miktarı fazla olan diğer örnekler nane, zencefil ve hindistan cevizidir.



Şekil 5.19: Yaş yakma yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Zn miktarları

Şekil 5.19 incelendiğinde Zn miktarı en yüksek olan örnek kekik olup, bunu biber, keten tohumu ve nane izlemektedir.

### 5.4.3 Mikrodalga ile Çözünürleştirilen Örneklerdeki Eser Metal Derişimleri

Mikrodalga ile çözünürleştirilen örneklerdeki Fe, Cu, Mn, Zn, Cr ve Ni tayinleri alevli AAS ile, Pb ve Cd tayinleri GFAAS ile, Na, Mg ve Ca tayinleri ise atomik emisyon spektrometresi ile gerçekleştirilmiştir.

#### 5.4.3.1 Fe, Cu, Mn, Zn, Cr ve Ni Tayini

Mikrodalga ile çözünürleştirilen, kurutulmuş bazı gıda ve baharatlardaki Fe, Cu, Mn ve Zn içerikleri aşağıda verilmiştir (Tablo 5.7 ve Tablo 5.8). Çalışılan

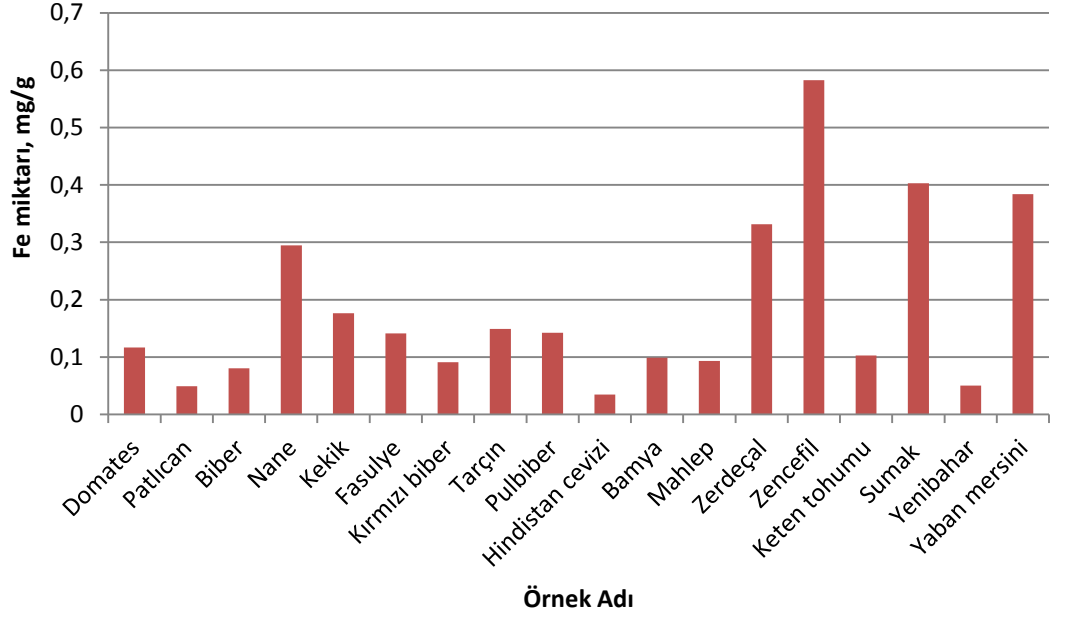


örneklerin tamamında kobalt gözlenebilme sınırının altında olduğundan kobalt tayin edilememiştir.

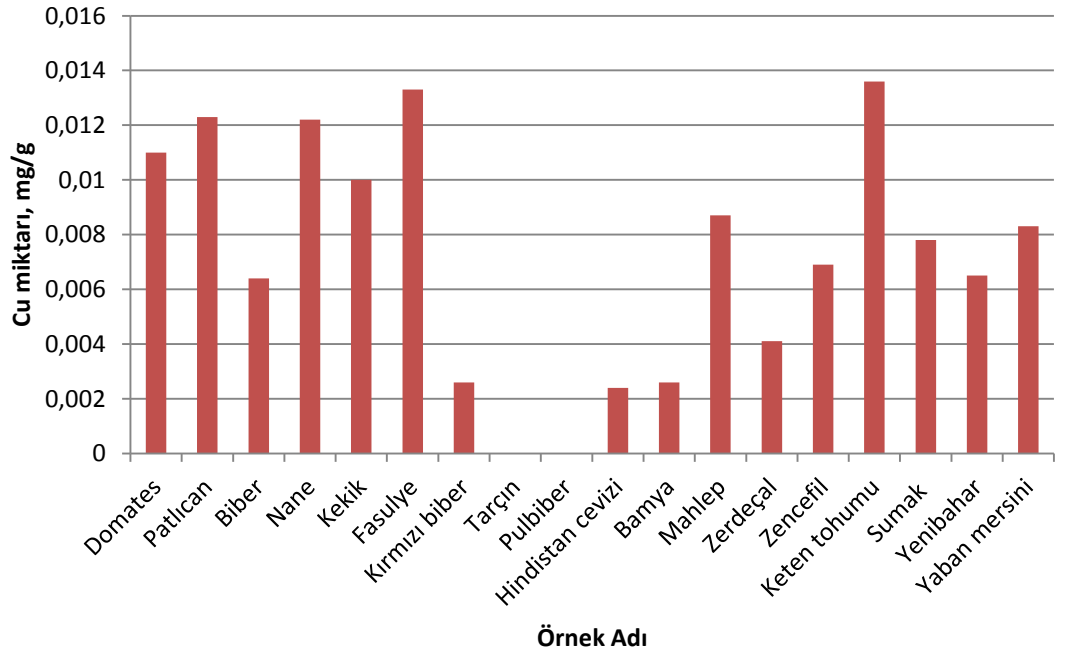
**Tablo 5.7:** Mikrodalga ile çözünürleştirilen, bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Fe ve Cu miktarları (n:6)

Örnek	Fe miktarı, mg/g ( $\bar{X} \pm s$ )	Cu miktarı, mg/g ( $\bar{X} \pm s$ )
Domates	0,1167 $\pm$ 0,0007	0,0110 $\pm$ 0,0002
Patlıcan	0,0492 $\pm$ 0,0029	0,0123 $\pm$ 0,0006
Biber	0,0805 $\pm$ 0,0012	0,0064 $\pm$ 0,0005
Nane	0,2945 $\pm$ 0,0011	0,0122 $\pm$ 0,0003
Kekik	0,1763 $\pm$ 0,0041	0,0100 $\pm$ 0,0007
Fasulye	0,1415 $\pm$ 0,0007	0,0133 $\pm$ 0,0003
Kırmızı biber	0,0913 $\pm$ 0,0018	0,0026 $\pm$ 0,0002
Tarçın	0,1488 $\pm$ 0,0047	-
Pulbiber	0,1423 $\pm$ 0,0010	-
Hindistan cevizi	0,0345 $\pm$ 0,0012	0,0024 $\pm$ 0,0004
Bamya	0,0986 $\pm$ 0,0028	0,0026 $\pm$ 0,0005
Mahlep	0,0932 $\pm$ 0,0046	0,0087 $\pm$ 0,0003
Zerdeçal	0,3314 $\pm$ 0,0156	0,0041 $\pm$ 0,0002
Zencefil	0,5827 $\pm$ 0,0325	0,0069 $\pm$ 0,0003
Keten tohumu	0,1027 $\pm$ 0,0029	0,0136 $\pm$ 0,0002
Sumak	0,4031 $\pm$ 0,0174	0,0078 $\pm$ 0,0002
Yenibahar	0,0505 $\pm$ 0,0008	0,0065 $\pm$ 0,0003
Yaban mersini	0,3841 $\pm$ 0,0032	0,0083 $\pm$ 0,0005

Elde edilen bu veriler grafiğe geçirilmiş ve Şekil 5.20’de Fe miktarları gösterilmiştir. En fazla Fe miktarı zencefilde bulunmuş olup bunu sırasıyla sumak ve yaban mersini izlemektedir. Kurutulmuş gıda örneklerinde en yüksek Fe içeriğine sahip gıda nanedir.



Şekil 5.20: Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Fe miktarları



Şekil 5.21: Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Cu miktarları

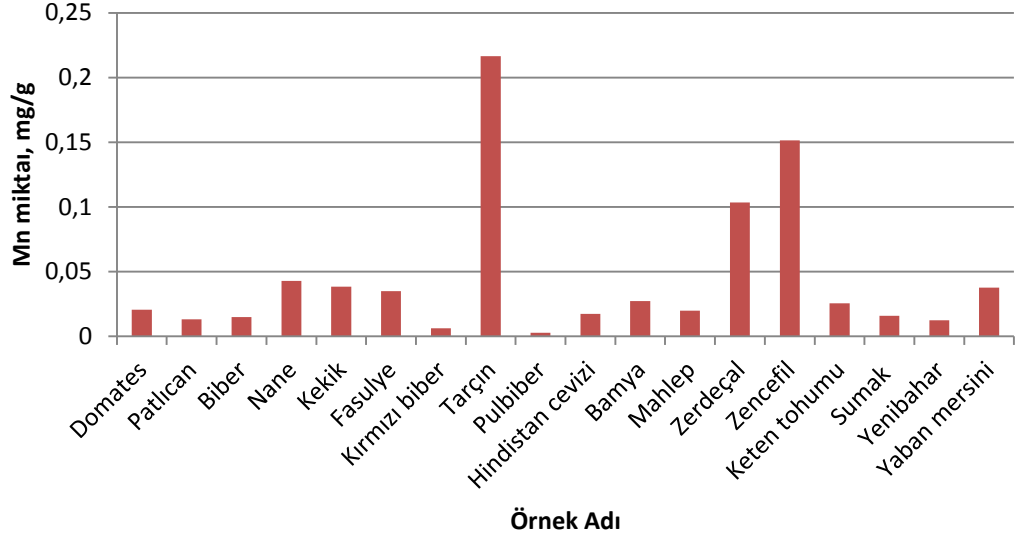
Tarçın ve pulbiberde Cu içeriği gözlenebilir sınırının altında olduğundan alevli AAS ile belirlenememiştir. Cu miktarı en fazla olan kurutulmuş gıda fasulye, en fazla olan baharat ise keten tohumu olarak belirlenmiştir.

Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Mn ve Zn miktarları Tablo 5.8’de verilmiştir.

**Tablo 5.8:** Mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Mn ve Zn miktarları (n:6)

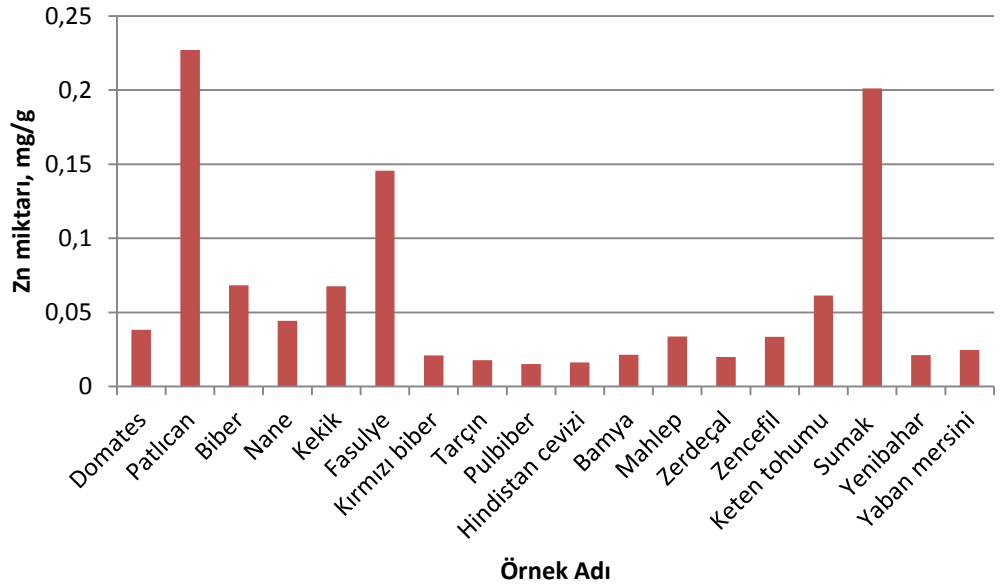
Örnek	Mn miktarı, mg/g (Xort±s)	Zn miktarı, mg/g (Xort±s)
Domates	0,0206 ± 0,0038	0,0360 ± 0,0005
Patlıcan	0,0132± 0,0004	0,2269 ± 0,0014
Biber	0,0149 ± 0,0027	0,0683 ± 0,0003
Nane	0,0428 ± 0,0003	0,0442 ± 0,0003
Kekik	0,0384 ± 0,0024	0,0676 ± 0,0004
Fasulye	0,0350 ± 0,0028	0,1456 ± 0,0039
Kırmızı biber	0,0064 ± 0,0001	0,0209 ± 0,0016
Tarçın	0,2164 ± 0,0019	0,0178 ± 0,0009
Pulbiber	0,0029 ± 0,0001	0,0152 ± 0,0001
Hindistan cevizi	0,0173 ± 0,0008	0,0162 ± 0,0007
Bamya	0,0274 ± 0,0004	0,0215 ± 0,0019
Mahlep	0,0200 ± 0,0005	0,0338 ± 0,0009
Zerdeçal	0,1036 ± 0,0005	0,0198 ± 0,0015
Zencefil	0,1514 ± 0,0009	0,0336 ± 0,0010
Keten tohumu	0,0256 ± 0,0011	0,0614 ± 0,0015
Sumak	0,0160 ± 0,0005	0,2011 ± 0,0016
Yenibahar	0,0125 ± 0,0004	0,0212 ± 0,0001
Yaban mersini	0,0378 ± 0,0004	0,0252 ± 0,0008

Elde edilen bu veriler grafiğe geçirildiğinde (Şekil 5.22) en fazla Mn içeriğine sahip olan örneğin tarçın olduğu görülmüştür. Tarçından sonra sonra Mn içeriği fazla olan örnekler zencefil ve zerdeçaldır. Mn miktarı en az olan örnek ise pulbiberdir.



**Şekil 5.22:** Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Mn miktarları

Şekil 5.23 incelendiğinde Zn miktarı en fazla olan gıdalar sırasıyla patlıcan ve fasulye, baharatlar içerisinde Zn miktarı en fazla olan örnek ise sumak olduğu görülmektedir.



**Şekil 5.23:** Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Zn miktarları

Çalışılan örneklerde Cr sadece tarçın ve kekikde, Ni ise sadece keten tohumu ve kekikde tayin edilebilmiştir. Elde edilen sonuçlar Tablo 5.9'da verilmiştir.

**Tablo 5.9:** Mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Cr ve Ni miktarları (n:6)

Örnek	Cr miktarı, mg/g ( $\bar{X}_{ort} \pm s$ )	Örnek	Ni miktarı, mg/g ( $\bar{X}_{ort} \pm s$ )
Tarçın	0,0179± 0,0011	Keten tohumu	0,0260 ± 0,0046
Kekik	0,0546± 0,0038	Kekik	0,0120 ± 0,0013

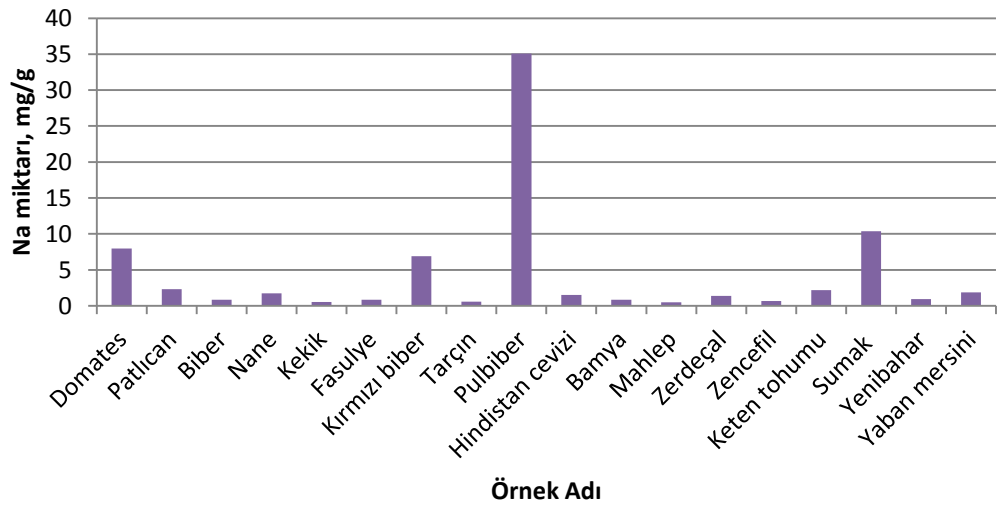
#### 5.4.3.2 Na, Mg ve Ca tayini

Mg, Ca ve Na metallerinin tayini için atomik absorpsiyon spektrometresinin emisyon modu kullanılmıştır. Standart çözeltiler kullanılarak oluşturulan kalibrasyon doğrularından korelasyon katsayıları Na, Mg ve Ca için sırasıyla 0.9986; 0.9991 ve 0.9979 olarak bulunmuştur.

Kurutulmuş bazı gıda ve baharatlardaki Na, Mg ve Ca miktarları mg/g olarak aşağıda verilmiştir (Tablo 5.10-5.12).

**Tablo 5.10.** Mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Na miktarları (n:6)

Örnek	Na miktarı, mg/g ( $X_{ort} \pm s$ )	Bağıl standart sapma, %
Domates	7,981 ± 0,154	1,93
Patlıcan	2,290 ± 0,032	1,40
Biber	0,831 ± 0,007	0,80
Nane	1,750 ± 0,004	0,23
Kekik	0,536 ± 0,006	1,13
Fasulye	0,824 ± 0,004	0,48
Kırmızı biber	6,893 ± 0,139	2,02
Tarçın	0,555 ± 0,014	2,52
Pulbiber	35,101 ± 1,103	3,14
Hindistan cevizi	1,531 ± 0,014	0,91
Bamya	0,848 ± 0,006	0,71
Mahlep	0,508 ± 0,001	0,20
Zerdeçal	1,373 ± 0,015	1,09
Zencefil	0,660 ± 0,014	2,12
Keten tohumu	2,179 ± 0,063	2,89
Sumak	10,374 ± 0,117	1,13
Yenibahar	0,923 ± 0,003	0,32
Yaban mersini	1,871 ± 0,009	0,48



**Şekil 5.24:** Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Na miktarları

Şekil 5.24'ten anlaşılacağı gibi en fazla Na içeren örnek 35,101 mg/g değeri ile pulbiber dir. Sonra sırasıyla en fazla Na içeriğine sahip olan örnekler sumak ve domates olarak bulunmuştur. En az Na içeriği mahlepte bulunmuştur.

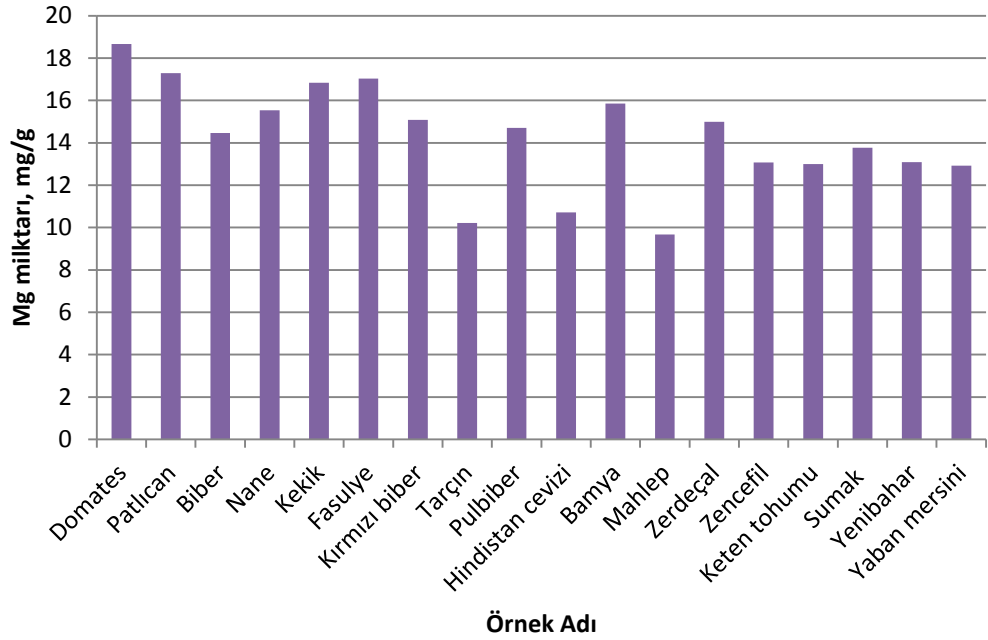
Numunelerde sodyum tayininde bağıl standart sapma değerleri % 0,20-3,14 aralığında bulunmuştur.

Atomik emisyon spektroskopisi ile tayinleri öncesi mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Mg miktarları Tablo 5.11'de verilmiştir.

**Tablo 5.11:** Mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Mg miktarları (n:6)

Örnek	Mg miktarı, mg/g ( $X_{ort} \pm s$ )	Bağıl standart sapma, %
Domates	18,665 ± 0,374	2,00
Patlıcan	17,282 ± 0,088	0,51
Biber	14,458 ± 0,339	2,34
Nane	15,538 ± 0,064	0,41
Kekik	16,834 ± 0,267	1,59
Fasulye	17,038 ± 0,352	2,07
Kırmızı biber	15,084 ± 0,289	1,92
Tarçın	10,222 ± 0,065	0,64
Pulbiber	14,703 ± 0,453	3,08
Hindistan cevizi	10,715 ± 0,123	1,15
Bamya	15,857 ± 0,262	1,65
Mahlep	9,672 ± 0,283	2,93
Zerdeçal	14,986 ± 0,220	1,47
Zencefil	13,071 ± 0,180	1,38
Keten tohumu	12,991 ± 0,371	2,86
Sumak	13,772 ± 0,233	1,69
Yenibahar	13,087 ± 0,459	3,51
Yaban mersini	12,923 ± 0,130	1,01

Elde edilen bu veriler grafiğe geçirildiğinde (Şekil 5.25) en fazla Mg miktarına sahip örneğin domates olduğu görülmektedir. Domatesten sonra en fazla Mg içeriğine sahip olan örnekler patlıcan, fasulye, kekik, bamya ve nanedir.



**Şekil 5.25:** Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Mg miktarları

Numunelerde magnezyum tayininde bağıl standart sapma değerleri % 0,41-3,08 aralığında bulunmuştur.

Atomik emisyon spektroskopisi ile tayinleri öncesi mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen kalsiyum miktarları ve bağıl standart sapma değerleri Tablo 5.12’de verilmiştir.

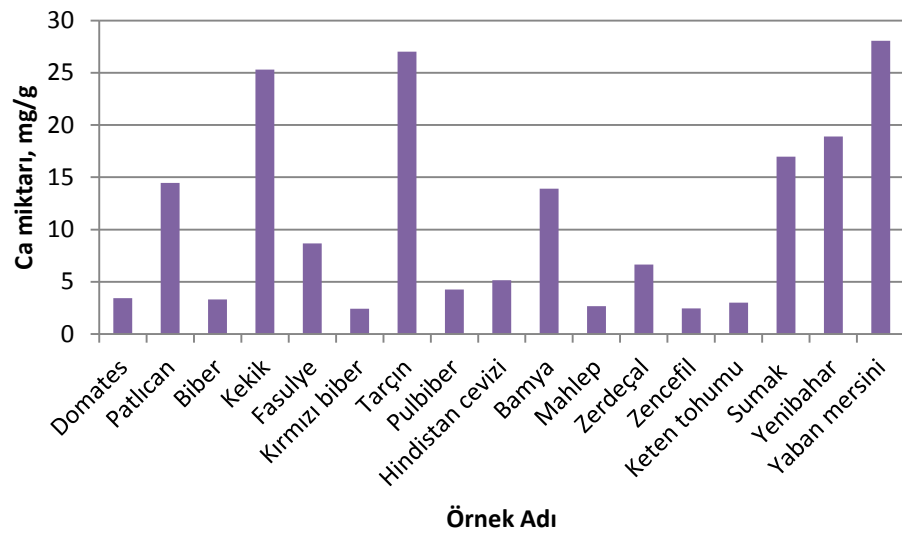
Tablo 5.12 ve Şekil 5.26 incelendiğinde Ca miktarı en yüksek olan örneklerin yaban mersini ve tarçın olduğu görülmektedir. Bunları sırasıyla, kekik, yenibahar ve sumak izlemektedir.

Kalsiyum tayininde elde edilen sonuçlardan bağıl standart sapma değerleri % 0,47-4,14 aralığında bulunmuştur.



**Tablo 5.12:** Mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Ca miktarları (n:6)

Örnek	Ca miktarı, mg/g ( $\bar{X} \pm s$ )	Bağıl standart sapma, %
Domates	3,432 ± 0,033	0,96
Patlıcan	14,452 ± 0,091	0,63
Biber	3,310 ± 0,030	0,91
Kekik	25,312 ± 0,155	0,61
Fasulye	8,682 ± 0,111	1,27
Kırmızı biber	2,422 ± 0,067	2,78
Tarçın	27,026 ± 1,118	4,14
Pulbiber	4,260 ± 0,032	0,75
Hindistan cevizi	5,158 ± 0,044	0,85
Bamya	13,910 ± 0,058	1,65
Mahlep	2,672 ± 0,017	0,64
Zerdeçal	6,646 ± 0,029	0,44
Zencefil	2,464 ± 0,077	3,12
Keten tohumu	3,006 ± 0,049	1,63
Sumak	16,958 ± 0,079	0,47
Yenibahar	18,908 ± 0,095	0,50
Yaban mersini	28,051 ± 0,803	2,86



**Şekil 5.26:** Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Ca miktarları

Atomik emisyon spektrometrisi ile tayin edilen Na, Mg ve Ca için % bağıl standart sapma değerleri % 5'in altında bulunmuştur.

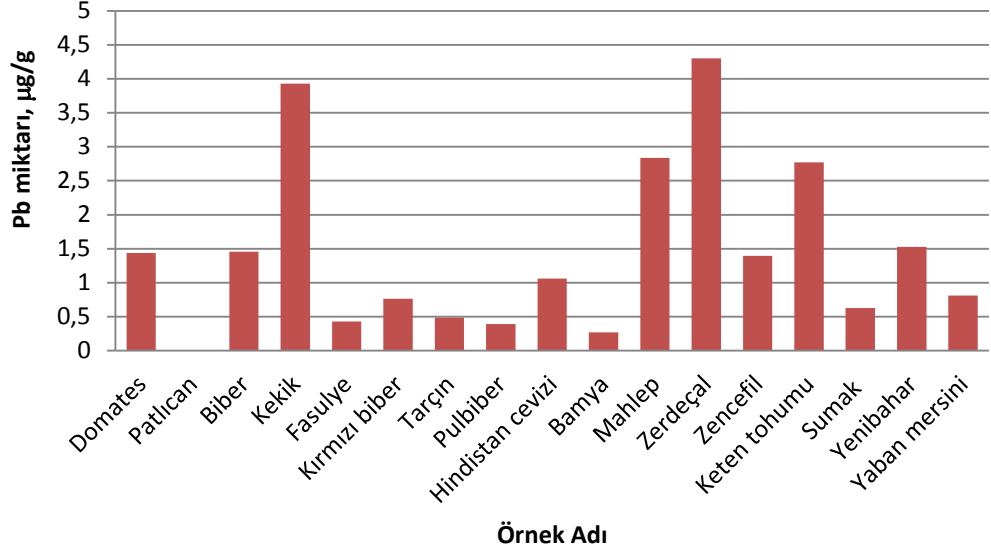
### 5.4.3.3 Pb ve Cd tayini

Çalışılan örneklerdeki Pb ve Cd miktarları alevli AAS cihazının gözlenebilme sınırının altında olduğundan bu metaller GFAAS ile tayin edilmiştir. Kurutulmuş bazı gıda ve baharatlardaki Pb miktarları  $\mu\text{g/g}$  olarak Tablo 5.13 verilmiştir.

**Tablo 5.13:** Mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Pb miktarları (n:6)

Örnek	Pb miktarı, $\mu\text{g/g}$ ( $X_{ort} \pm s$ )	Bağıl standart sapma, %
Domates	1,436 $\pm$ 0,059	4,11
Patlıcan	-	-
Biber	1,459 $\pm$ 0,032	2,19
Kekik	3,930 $\pm$ 0,098	2,49
Fasulye	0,431 $\pm$ 0,005	1,16
Kırmızı biber	0,766 $\pm$ 0,055	7,18
Tarçın	0,486 $\pm$ 0,020	4,11
Pulbiber	0,391 $\pm$ 0,011	2,81
Hindistan cevizi	1,059 $\pm$ 0,029	2,74
Bamya	0,271 $\pm$ 0,017	6,27
Mahlep	2,837 $\pm$ 0,020	0,70
Zerdeçal	4,300 $\pm$ 0,203	4,72
Zencefil	1,395 $\pm$ 0,048	3,44
Keten tohumu	2,771 $\pm$ 0,016	0,58
Sumak	0,628 $\pm$ 0,004	0,64
Yenibahar	1,528 $\pm$ 0,038	2,49
Yaban mersini	0,811 $\pm$ 0,056	6,90

Veriler grafiğe geçirildiğinde, Şekil 5.27'den de anlaşılacağı gibi en fazla Pb içeren örnekler zerdeçal ve kekiktir. Sonra sırasıyla en fazla Pb içeren örnekler mahlep, keten tohumu, yenibahar, biber ve domatestir.



**Şekil 5.27:** Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Pb miktarları

Patlıcan örneğinde Pb içeriği gözlenebilir sınırının altında bulunmuştur. Numunelerde GFAAS ile kurşun tayininde bağıl standart sapma değerleri % 0,58-7,18  $\mu\text{g/g}$  aralığında bulunmuştur.

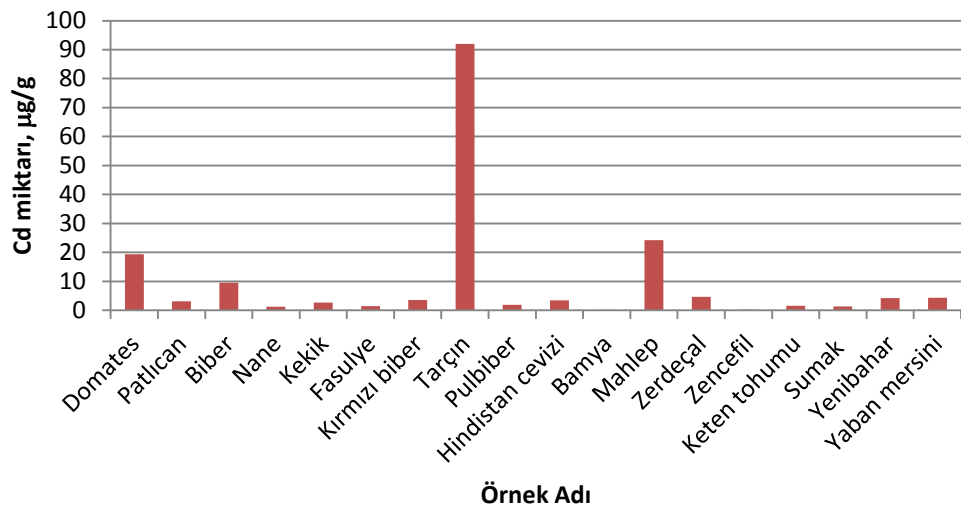
Aşağıda mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharat örneklerindeki Cd miktarları verilmiştir (Tablo 5.14). Cd tayinleri GFAAS ile yapılmıştır.

Tablo 5.14 ve Şekil 5.28’de görüldüğü gibi gıda ve baharat örneklerinde Cd içeriği en fazla olan örnek tarçındır. Tarçından sonra en fazla Cd içeriğine sahip olan örnekler mahlep, domates, biber ve zerdeçaldır.

Gıda ve baharat örneklerindeki Cd miktarları 0,035-92,030  $\mu\text{g/g}$  aralığında bulunmuş olup, bağıl standart sapma değerleri % 0,25-8,49 aralığındadır.

**Tablo 5.14:** Mikrodalga ile çözünürleştirilen bazı kurutulmuş gıda ve baharatlarda belirlenen Cd miktarları (n:6)

Örnek	Cd miktarı, $\mu\text{g/g}$ ( $X_{ort} \pm s$ )	Bağıl standart sapma, %
Domates	19,380 $\pm$ 1,591	8,21
Patlıcan	3,101 $\pm$ 0,069	2,22
Biber	9,580 $\pm$ 0,053	0,55
Nane	1,200 $\pm$ 0,003	0,25
Kekik	2,669 $\pm$ 0,157	5,87
Fasulye	1,424 $\pm$ 0,110	7,72
Kırmızı biber	3,546 $\pm$ 0,027	0,76
Tarçın	92,030 $\pm$ 7,63	8,29
Pulbiber	1,859 $\pm$ 0,079	4,25
Hindistan cevizi	3,450 $\pm$ 0,258	7,48
Bamya	0,035 $\pm$ 0,002	5,71
Mahlep	24,250 $\pm$ 2,06	8,49
Zerdeçal	4,653 $\pm$ 0,018	0,39
Zencefil	0,219 $\pm$ 0,007	3,20
Keten tohumu	1,542 $\pm$ 0,001	0,06
Sumak	1,355 $\pm$ 0,109	8,04
Yenibahar	4,271 $\pm$ 0,011	0,26
Yaban mersini	4,359 $\pm$ 0,162	3,72



**Şekil 5.28:** Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Cd miktarları

#### 5.4.4 İki Çözünürleştirme Tekniğinin Karşılaştırılması: t-testi

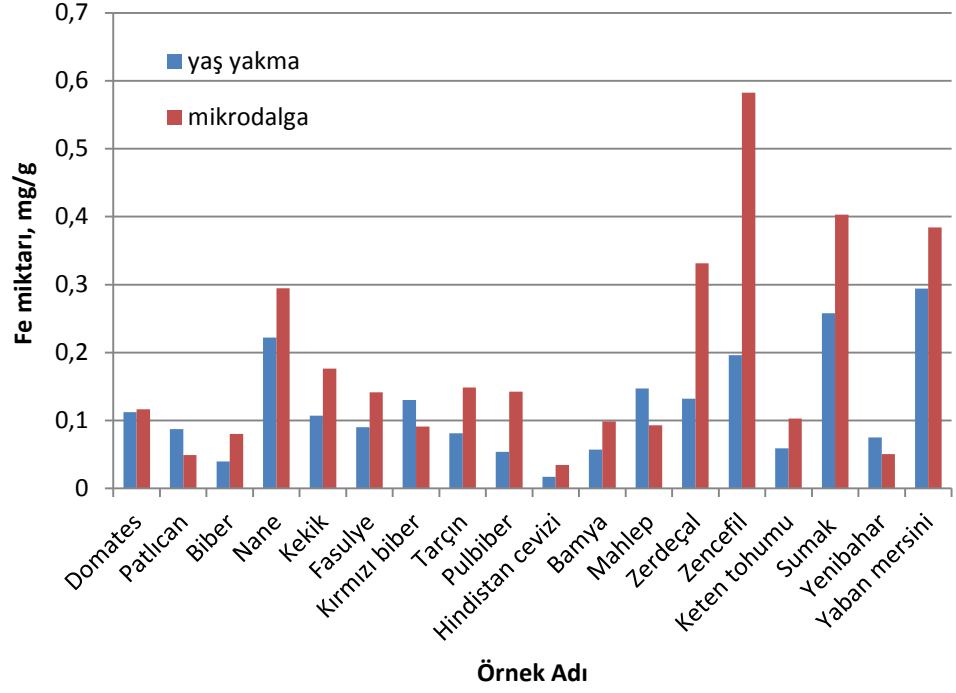
Kurutulmuş gıda ve baharatlarda metal içeriklerinin belirlenmesi için, örnekleri çözünürleştirme amacıyla yaş yakma ve mikrodalga ile çözünürleştirme teknikleri kullanılmıştır. Bu tekniklerle çözünürleştirilen örneklerdeki metal derişimleri arasında fark olup olmadığının belirlenmesi için t testi uygulanmıştır. Test istatistiği,

$$\bar{x}_1 - \bar{x}_2 = t s \sqrt{\frac{N_1 + N_2}{N_1 \times N_2}}$$

şeklinde olup, standart sapma aşağıdaki formülle hesaplanmıştır.

$$S_{\text{birleşik}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N_1} (x_i - \bar{x}_1)^2 + \sum_{j=1}^{N_2} (x_j - \bar{x}_2)^2}{N_1 + N_2 - N_t}}$$

Daha sonra test istatistiği, %95 güven seviyesi için çizelgeden elde edilen kritik t değeri ile karşılaştırılmıştır. t için kritik değerin bulunmasında serbestlik derecesi  $N_1 + N_2 - 2$ 'dir. Test istatistiğinin mutlak değeri, kritik değerden küçükse, null hipotezi kabul edilir ve ortalamalar arasında anlamlı bir fark olmadığı gösterilmiş olur. t için bulunan değer kritik değerden daha büyükse, ortalamalar arasında anlamlı bir fark vardır. Tablo 5.15, 5.16, 5.17 ve 5.18'de iki farklı çözünürleştirme tekniği ile çözünürleştirilen örneklerdeki Fe, Cu, Mn ve Zn miktarlarının karşılaştırılması ile elde edilen t testi sonuçları verilmiştir.



**Şekil 5.29:** Yaş yakma ve mikrodalga ile çözünürleştirilen örneklerdeki Fe miktarları

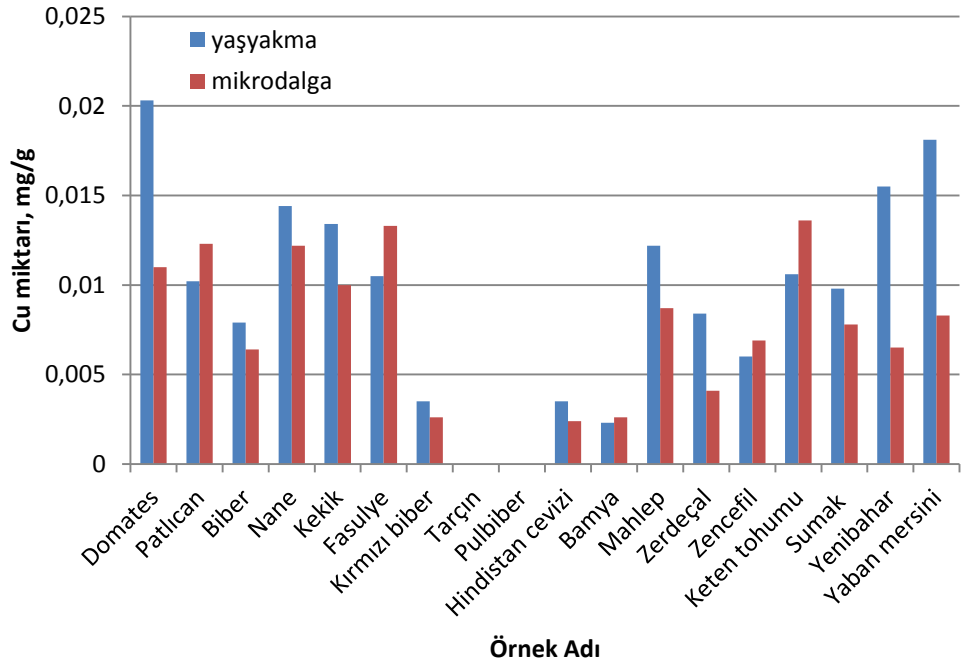
**Tablo 5.15:** Yaş yakma ve mikrodalga tekniği ile çözünürleştirilen örneklerdeki Fe içeriğinin karşılaştırılması

Örnek	$x_{ort}$ (yaşyakma), mg/g	$N_1$	$x_{ort}$ (mikrodalga), mg/g	$N_2$	$t_{deneyse}$	$t_{kritik}$	Ortalamalar arasında fark
Domates	0,1123	4	0,1167	6	0,79	2,31	Yok
Patlıcan	0,0873	3	0,0492	6	20,17	2,36	Var
Biber	0,0397	3	0,0805	6	47,8	2,36	Var
Nane	0,2220	4	0,2945	3	23,97	2,57	Var
Kekik	0,1070	6	0,1763	6	25,42	2,23	Var
Fasulye	0,0900	4	0,1415	6	106,7	2,31	Var
Kırmızı biber	0,1303	3	0,0913	5	35,84	2,45	Var
Tarçın	0,0813	3	0,1488	3	24,45	2,78	Var
Pulbiber	0,0540	4	0,1423	6	75,82	2,31	Var
Hindistan cevizi	0,0170	5	0,0345	3	17,79	2,45	Var

**Tablo 5.15-Devamı :** Yaş yakma ve mikrodalga tekniği ile çözünürleştirilen örneklerdeki Fe içeriğinin karşılaştırılması

Örnek	$x_{ort}$ (yaşyakma), mg/g	$N_1$	$x_{ort}$ (mikrodalga), mg/g	$N_2$	$t_{deneyse}$	$t_{kritik}$	Ortalamalar arasında fark
Bamya	0,0572	6	0,0986	3	26,28	2,36	Var
Mahlep	0,1470	3	0,0932	6	17,25	2,36	Var
Zerdeçal	0,1320	3	0,3314	6	21,04	2,36	Var
Zencefil	0,1960	5	0,5827	6	25,96	2,26	Var
Keten tohumu	0,0590	3	0,1027	6	13,75	2,36	Var
Sumak	0,2580	3	0,4031	6	19,22	2,36	Var
Yenibahar	0,0750	3	0,0505	6	32,69	2,36	Var
Yaban mersini	0,2940	3	0,3841	4	39,55	2,57	Var

Elde edilen bu sonuçlardan yaş yakma ve mikrodalga tekniği ile çözünürleştirilen örneklerdeki Fe içerikleri arasında %95 güven seviyesinde önemli bir fark olduğu görülmüştür. Sadece domates örneğindeki Fe miktarında fark yoktur.



**Şekil 5.30:** Yaş yakma ve mikrodalga ile çözünürleştirilen örneklerdeki Cu miktarları

Şekil 5.30 incelendiğinde çalışılacak örneklerin 10 tanesinde yaş yakma ile çözünürleştirilen örneklerdeki Cu miktarının daha fazla olduğu görülmektedir. Bu sonuçlar karşılaştırılmış ve elde edilen  $t_{deneyse}$  değerleri Tablo 5.16’da verilmiştir.

**Tablo 5.16:** Yaş yakma ve mikrodalga tekniği ile çözünürleştirilen örneklerdeki Cu içeriğinin karşılaştırılması

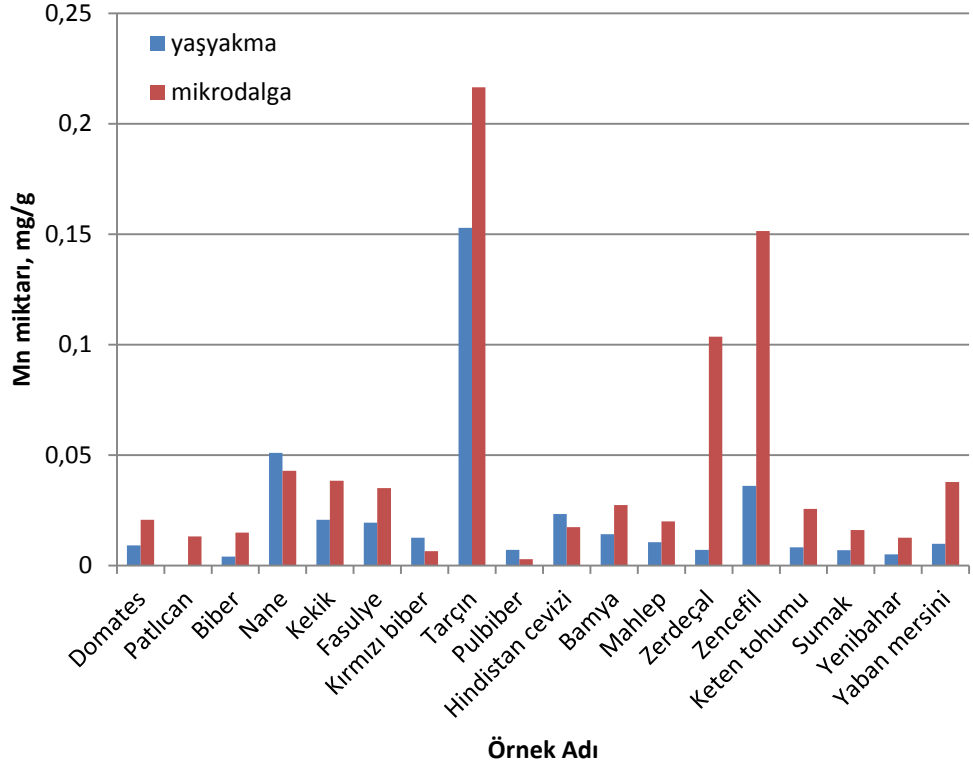
Örnek	$x_{ort}$ (yaşyakma)	$N_1$	$x_{ort}$ (mikrodalga)	$N_2$	$t_{deneyse}$	$t_{kritik}$	Ortalamalar arasında fark
Domates	0,0203	3	0,0110	6	3,86	2,36	Var
Patlıcan	0,0102	3	0,0123	6	5,80	2,36	Var
Biber	0,0079	3	0,0064	6	2,03	2,36	Yok
Nane	0,0144	5	0,0122	3	3,06	2,45	Var
Kekik	0,0134	3	0,0100	6	6,74	2,36	Var
Fasulye	0,0105	5	0,0133	6	3,52	2,26	Var
Kırmızı biber	0,0035	3	0,0026	3	1,31	2,78	Yok
Tarçın	-		-				-
Pulbiber	-		-				-
Hindistan cevizi	0,0035	5	0,0024	3	2,44	2,45	Yok
Bamya	0,0023	4	0,0026	4	0,78	2,45	Yok
Mahlep	0,0122	5	0,0087	9	3,52		Var
Zerdeçal	0,0084	5	0,0041	6	13,48	2,26	Var
Zencefil	0,0060	4	0,0069	6	2,98	2,31	Var
Keten tohumu	0,0106	3	0,0136	6	16,30	2,36	Var
Sumak	0,0098	3	0,0078	6	4,83	2,36	Var
Yenibahar	0,0155	3	0,0065	6	40,21	2,36	Var
Yaban mersini	0,0181	3	0,0083	6	25,92	2,36	Var

Sonuçlar incelendiğinde iki farklı çözünürleştirme tekniği ile çözünürleştirilen örneklerden biber, kırmızı biber, hindistan cevizi ve mahlep örneklerindeki Cu miktarları arasında önemli bir fark olmadığı belirlenmiştir. Diğer gıda ve baharat



örneklerinde Cu miktarları arasında %95 güven seviyesinde önemli fark olduğu bulunmuştur.

Örneklerdeki mangan miktarları da karşılaştırılmıştır. Şekil 5.31’de görüldüğü gibi mikrodalga ile çözünürleştirilen örneklerde genellikle Mn miktarı daha fazla bulunmuştur.



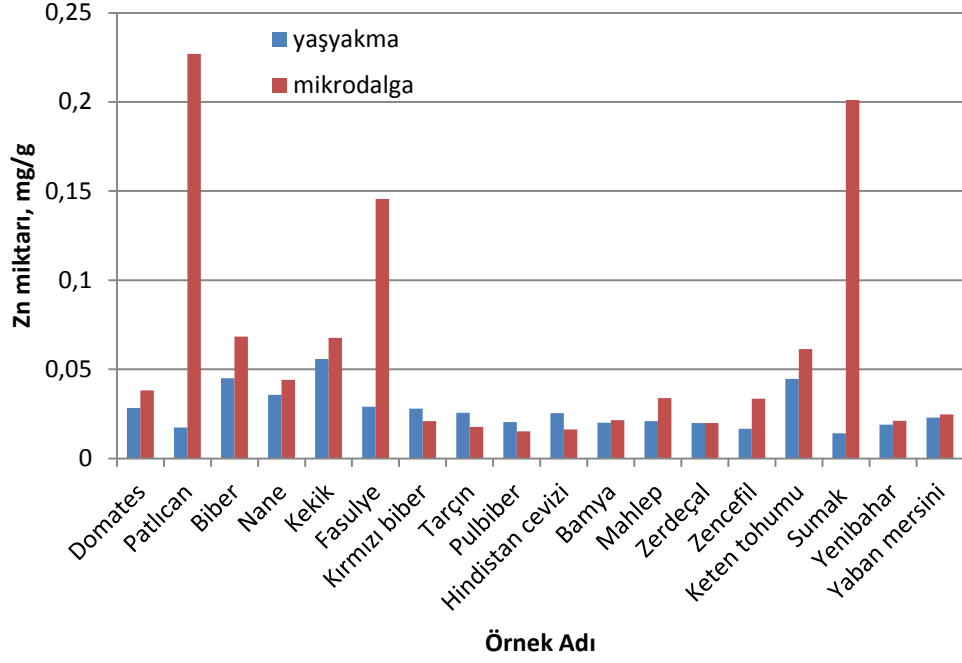
**Şekil 5.31:** Yaş yakma ve mikrodalga ile çözünürleştirilen örneklerdeki Mn miktarları

Elde edilen iki deneysel ortalama karşılaştırılmış ve sonuçlar Tablo 5.17’de verilmiştir. Her iki yöntemle çözünürleştirilen örneklerdeki Mn içerikleri arasında %95 güven seviyesinde fark olduğu belirlenmiştir.

**Tablo 5.17:** Yaş yakma ve mikrodalga tekniği ile çözünürleştirilen örneklerdeki Mn içeriğinin karşılaştırılması

Örnek	$x_{ort}$ (yaşyakma)	$N_1$	$x_{ort}$ (mikrodalga)	$N_2$	$t_{deneysel}$	$t_{kritik}$	Ortalamalar arasında fark
Domates	0,0090	6	0,0206	6	7,44	2,23	Var
Patlıcan	-		0,0132				
Biber	0,0040	6	0,0149	6	63,37	2,23	Var
Nane	0,0510	3	0,0428	3	17,55	2,78	Var
Kekik	0,0206	6	0,0384	6	17,24	2,23	Var
Fasulye	0,0193	5	0,0350	6	12,02	2,26	Var
Kırmızı biber	0,0125	3	0,0064	5	18,49	2,78	Var
Tarçın	0,1528	5	0,2164	3	14,26	2,26	Var
Pulbiber	0,0071	5	0,0029	6	8,96	2,31	Var
Hindistan cevizi	0,0233	6	0,0173	3	4,18	2,23	Var
Bamya	0,0141	6	0,0274	3	22,14	2,36	Var
Mahlep	0,0105	4	0,0200	6	14,79	2,23	Var
Zerdeçal	0,0071	6	0,1036	6	185,92	2,23	Var
Zencefil	0,0360	3	0,1514	6	252,17	2,36	Var
Keten tohumu	0,0082	3	0,0256	6	37,90	2,36	Var
Sumak	0,0069	3	0,0160	6	22,24	2,36	Var
Yenibahar	0,0050	3	0,0125	6	18,82	2,36	Var
Yaban mersini	0,0098	3	0,0378	4	82,93	2,36	Var

Çinko miktarları da karşılaştırıldığında Şekil 5.32'den de anlaşılacağı üzere örneklerin çoğunda mikrodalga ile çözünürleştirme yöntemi ile elde edilen Zn miktarları daha fazladır.



**Şekil 5.32:** Yaş yakma ve mikrodalga ile çözünürleştirilen örneklerdeki Zn miktarları

**Tablo 5.18:** Yaş yakma ve mikrodalga tekniği ile çözünürleştirilen örneklerdeki Zn içeriğinin karşılaştırılması

Örnek	$x_{ort}$ (yaşyakma)	$N_1$	$x_{ort}$ (mikrodalga)	$N_2$	$t_{deneysel}$	$t_{kritik}$	Ortalamalar arasında fark
Domates	0,0284	6	0,0382	6	7,79	2,23	Var
Patlıcan	0,0173	3	0,2269	5	253,79	2,45	Var
Biber	0,0450	3	0,0683	3	59,023	2,78	Var
Nane	0,0356	3	0,0442	3	25,46	2,78	Var
Kekik	0,0558	4	0,0676	6	3,51	2,31	Var
Fasulye	0,0290	6	0,1456	4	37,39	2,31	Var
Kırmızı biber	0,0279	6	0,0209	6	3,59	2,23	Var
Tarçın	0,0257	3	0,0178	6	13,52	2,36	Var
Pulbiber	0,0204	6	0,0152	6	13,99	2,23	Var
Hindistan cevizi	0,0255	6	0,0162	6	16,05	2,23	Var
Bamya	0,0201	6	0,0215	6	0,84	2,23	Yok

**Tablo 5.18-Devamı:** Yaş yakma ve mikrodalga tekniği ile çözünürleştirilen örneklerdeki Zn içeriğinin karşılaştırılması

Örnek	$x_{ort}$ (yaşyakma)	$N_1$	$x_{ort}$ (mikrodalga)	$N_2$	$t_{deneyse}$	$t_{kritik}$	Ortalamalar arasında fark
Mahlep	0,0209	6	0,0338	6	6,49	2,23	Var
Zerdeçal	0,0198	6	0,0198	6	0,01	2,23	Yok
Zencefil	0,0166	6	0,0336	6	22,53	2,23	Var
Keten tohumu	0,0447	3	0,0614	6	18,10	2,36	Var
Sumak	0,0142	6	0,2011	6	26,51	2,23	Var
Yenibahar	0,0190	6	0,0212	3	1,74	2,36	Yok
Yaban mersini	0,0230	3	0,0247	6	2,94	2,36	Var

Tablo 5.18 incelendiğinde bamya, zerdeçal ve yenibahar hariç diğer tüm örneklerde Zn içerikleri arasında fark olduğu görülmüştür.

#### 5.4.5 Kesinliklerin Karşılaştırılması: F Testi

F testi, düşünülen şartlarda iki popülasyon varyansının eşit olduğunu ifade eden null hipotezini esas alır. İki örneklem varyansının oranı ( $F=s_1^2/s_2^2$ ) olarak ifade edilen test istatistiği (F) hesaplanır ve istenilen güven seviyesindeki F'nin kritik değeri ile karşılaştırılır. Test istatistiği 1'den çok farklıysa null hipotezi reddedilir.

Bu çalışmada bulunan  $F_{deneyse}$  değerleri %95 güven seviyesindeki  $F_{kritik}$  değerleri ile karşılaştırılmıştır. Elde edilen sonuçlar Tablo 5.19-5.22'de gösterilmiştir.

**Tablo 5.19:** Örneklerdeki Fe miktarlarının belirlenmesinde yaş yakma ve mikrodalga ile çözme tekniklerinin kesinliklerin karşılaştırılması

Örnek	s (yaşyakma)	N <sub>1</sub>	s (mikrodalga)	N <sub>2</sub>	F <sub>deneysel</sub>	F <sub>kritik</sub>	Kesinlikler arasında fark
Domates	0,0130	4	0,0007	6	344,90	5,41	Var
Patlıcan	0,0020	3	0,0029	6	2,10	19,30	Yok
Biber	0,0012	3	0,0683	6	1,00	5,79	Yok
Nane	0,0005	4	0,0442	3	4,84	9,55	Yok
Kekik	0,0005	6	0,0676	6	67,24	5,05	Var
Fasulye	0,0006	4	0,1456	6	1,36	9,01	Yok
Kırmızı biber	0,0006	3	0,0209	5	9,00	19,25	Yok
Tarçın	0,0006	3	0,0178	3	61,36	19,00	Var
Pulbiber	0,0003	4	0,0152	6	11,11	9,01	Var
Hindistan cevizi	0,0012	5	0,0162	3	1,00	6,94	Yok
Bamya	0,0008	6	0,0215	3	12,25	5,79	Var
Mahlep	0,0050	3	0,0338	6	1,18	5,79	Yok
Zerdeçal	0,0040	3	0,0198	6	15,21	19,30	Yok
Zencefil	0,0060	5	0,0336	6	29,34	6,26	Var
Keten tohumu	0,0003	3	0,0614	6	93,44	19,30	Var
Sumak	0,0060	3	0,2011	6	8,41	19,30	Yok
Yenibahar	0,0020	3	0,0212	6	6,25	5,79	Var
Yaban mersini	0,0020	3	0,0247	4	2,56	19,16	Yok

**Tablo 5.20:** Örneklerdeki Cu miktarlarının belirlenmesinde yaş yakma ve mikrodalga ile çözme tekniklerinin kesinliklerin karşılaştırılması

Örnek	s (yaşyakma)	N <sub>1</sub>	s (mikrodalga)	N <sub>2</sub>	F <sub>deneysel</sub>	F <sub>kritik</sub>	Kesinlikler arasında fark
Domates	0,0005	3	0,0002	6	6,25	5,79	Var
Patlıcan	0,0002	3	0,0006	6	5,80	19,30	Yok
Biber	0,0018	3	0,0005	6	12,96	5,79	Var
Nane	0,0016	5	0,0003	3	28,44	19,25	Var
Kekik	0,0007	3	0,0007	6	1,00	5,79	Yok
Fasulye	0,0019	5	0,0003	6	48,11	5,19	Var
Kırmızı biber	0,0012	3	0,0002	3	36,00	19,00	Var
Tarçın	-		-			-	
Pulbiber	-		-			-	
Hindistan cevizi	0,0007	5	0,0004	3	3,06	19,25	Var
Bamya	0,0002	4	0,0005	4	6,25	9,28	Yok
Mahlep	0,0031	5	0,0003	9	106,78		Var
Zerdeçal	0,0007	5	0,0002	6	12,25	5,19	Var
Zencefil	0,0006	4	0,0003	6	4,00	5,41	Yok
Keten tohumu	0,0004	3	0,0002	6	4,00	5,79	Yok
Sumak	0,0006	3	0,0002	6	9,00	5,79	Var
Yenibahar	0,0003	3	0,0003	6	1,00	5,79	Yok
Yaban mersini	0,0007	3	0,0005	6	1,96	5,79	Yok

**Tablo 5.21:** Örneklerdeki Mn miktarlarının belirlenmesinde yaş yakma ve mikrodalga ile çözme tekniklerinin kesinliklerin karşılaştırılması

Örnek	s (yaşyakma)	N <sub>1</sub>	s (mikrodalga)	N <sub>2</sub>	F <sub>deneysel</sub>	F <sub>kritik</sub>	Kesinlikler arasında fark
Domates	0,0007	6	0,0038	6	29,47	5,05	Var
Patlıcan	-	-	0,0004	-	-		
Biber	0,0003	6	0,0003	6	1,00	5,05	Yok
Nane	0,0004	3	0,0003	3	1,78	19,00	Yok
Kekik	0,0009	6	0,0024	6	7,11	5,05	Var
Fasulye	0,0005	5	0,0028	6	31,36	6,26	Var
Kırmızı biber	0,0006	3	0,0001	3	36,00	19,00	Var
Tarçın	0,0105	5	0,0019	6	30,54	5,19	Var
Pulbiber	0,0010	5	0,0004	5	6,25	6,39	Yok
Hindistan cevizi	0,0035	6	0,0008	6	19,14	5,05	Var
Bamya	0,0009	6	0,0004	3	5,06	19,30	Yok
Mahlep	0,0018	4	0,0005	9	12,96	4,07	Var
Zerdeçal	0,0011	6	0,0005	6	4,84	5,05	Yok
Zencefil	0,0004	3	0,0009	6	5,06	9,01	Yok
Keten tohumu	0,0005	3	0,0011	6	4,84	19,30	Yok
Sumak	0,0005	3	0,0005	6	1,00	5,79	Yok
Yenibahar	0,0008	3	0,0004	6	4,00	5,79	Yok
Yaban mersini	0,0004	3	0,0004	6	1,00	5,79	Yok

**Tablo 5.22:** Örneklerdeki Zn miktarlarının belirlenmesinde yaş yakma ve mikrodalga ile çözme tekniklerinin kesinliklerin karşılaştırılması

Örnek	s (yaşyakma)	N <sub>1</sub>	s (mikrodalga)	N <sub>2</sub>	F <sub>deneysel</sub>	F <sub>kritik</sub>	Kesinlikler arasında fark
Domates	0,0018	6	0,0025	6	1,93	5,05	Yok
Patlıcan	0,0010	3	0,0014	5	1,96	19,25	Yok
Biber	0,0006	3	0,0003	3	4,00	19,00	Yok
Nane	0,0005	3	0,0003	3	2,78	19,00	Yok
Kekik	0,0031	4	0,0004	6	60,06	5,41	Var
Fasulye	0,0030	6	0,0039	4	1,69	5,41	Yok
Kırmızı biber	0,0057	6	0,0016	6	12,69	5,05	Var
Tarçın	0,0001	3	0,0009	6	81	19,30	Var
Pulbiber	0,0008	6	0,0006	6	1,78	5,05	Yok
Hindistan cevizi	0,0012	6	0,0007	6	2,94	5,05	Yok
Bamya	0,0037	6	0,0019	6	3,79	5,05	Yok
Mahlep	0,0048	6	0,0009	6	28,44	5,05	Var
Zerdeçal	0,0030	6	0,0015	6	4,00	5,05	Yok
Zencefil	0,0015	6	0,0010	6	2,25	5,05	Yok
Keten tohumu	0,0002	3	0,0015	6	56,25	19,30	Var
Sumak	0,0006	6	0,0016	6	7,11	5,05	Var
Yenibahar	0,0021	6	0,0001	3	441,00	19,30	Var
Yaban mersini	0,0001	3	0,0008	6	64,00	19,30	Var

## 5.5 Standart Referans Madde Analizi

Yaş yakma ve mikrodalga ile çözünürleştirme tekniklerinin doğruluğunu test etmek amacıyla sertifikalı çilek yaprağı (Strawberry Leaves-Certified Reference Material LGC7162) analiz edilmiştir.



Sertifikalı çilek yaprağının çözünürleştirilmesi için Bölüm 5.3.1 ve 5.3.2’de verilen prosedür uygulanmıştır. Alevli AAS ile belirlenen Fe, Mn, Zn ve Cu derişimleri Tablo 5.23’te verilmiştir. Ayrıca kör çalışma yapılmış fakat kör çözeltilerde analit iyonları derişimi gözlenebilme sınırının altında bulunmuştur.

**Tablo 5.23:** Sertifikalı çilek yaprağı analiz sonuçları (N:3)

Element	Sertifikalı değer, mg/kg	Çözme metodu	Bulunan değer, mg/kg	Bağıl Hata, %	$t_{\text{deneysel}}$
Fe	818±48	Yaş yakma	798±15	-2,44	-2,31
		Mikrodalga	795±13	-2,81	-3,06
Mn	171±10	Yaş yakma	163±8	-4,67	-1,73
		Mikrodalga	169,5±6	-0,88	-0,43
Zn	24±5	Yaş yakma	26±5	+8,33	+0,69
		Mikrodalga	23,5±4	-2,08	-0,22

%95 güven seviyesi ve  $3-1=2$  serbestlik derecesinde  $t$  için kritik değer 4.30’dur. Test istatistiğine göre  $\mu < \mu_0$  için,  $t_{\text{deneysel}} \leq -4.30$  ise;  $\mu > \mu_0$  için,  $t_{\text{deneysel}} \geq 4.30$  null hipotezi reddedilir ve sonuçlar arasında anlamlı bir fark olduğu söylenir. Sertifikalı değer ile deneysel ortalamalar  $t$  testi uygulanarak karşılaştırıldığında, deneysel ortalamalar ile sertifikalı değerler arasında herhangi bir fark olmadığı görülmektedir.

## 6. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Ağır metal birikimi ve sebep olduğu sağlık sorunlarının önlenmesi için gıdalarda ağır metal tayini oldukça önemlidir. Bu nedenle bu çalışmada kurutulmuş bazı gıda ve baharat örneklerinde ağır metal tayini yapılmıştır. Fe, Cu, Mn, Zn, Cr ve Ni alevli atomik absorpsiyon spektrometrisi ile, Pb ve Cd ise grafit fırınlı atomik absorpsiyon spektrometrisi ile tayin edilmiştir. Ayrıca atomik emisyon spektroskopisi ile örneklerdeki Na, Mg ve Ca içerikleri belirlenmiştir.

Kuru gıda ve baharat örnekleri atomik absorpsiyon spektrometrisi ile analiz edilmeden önce, örneklerin çözünürleştirilmesinde yaş yakma ve mikrodalga fırın olmak üzere iki farklı çözünürleştirme yöntemi kullanılmıştır.

Yaş yakma yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerdeki Fe, Cu, Mn, Zn, Cr ve Ni miktarları alevli AAS ile tayin edilmiştir. Kurutulmuş gıda ve baharat örneklerinde Pb, Cd ve Co miktarları, aletin gözlenebilme sınırının altında olduğundan bu metaller alevli AAS ile tayin edilememiştir.

Yaş yakma uygulanan örneklerde Fe miktarı 0,0170-0,2220 mg/g aralığında bulunmuş olup, en fazla Fe miktarı kurutulmuş gıdalarda nanede ve baharatlarda ise yaban mersininde bulunmuştur. Nandeden sonra Fe içeriği fazla olan kurutulmuş gıdalar sırasıyla kırmızı biber, domates ve kekik olup yaban mersininden sonra Fe içeriği en fazla olan baharatlar ise sırasıyla sumak, zencefil ve zerdeçaldır (Şekil 5.16).

Şekil 5.17’de incelendiğinde kurutulmuş gıdalar içerisinde Cu miktarı en fazla olan gıda domatesdir. Cu içeriği fazla olan diğer gıdalar ise nane ve kekik olarak belirlenmiştir. Baharatlar içerisinde Cu miktarı en fazla olanlar ise sırasıyla yaban mersini, yenibahar ve mahleptir. Tarçın ve pulbiberde Cu miktarları aletin gözlenebilme sınırının altında olduğundan belirlenememiştir.

Çalışılan örneklerde Mn miktarları tarçın hariç 0,0040-0,0051 mg/g aralığında bulunmuştur. Mn içeriği en fazla olan örnek tarçın(0,1528 mg/g) olup, Mn miktarı fazla olan diğer örnekler nane, zencefil ve hindistan cevizidir. (Şekil 5.18)

Şekil 5.19 incelendiğinde Zn miktarı en fazla olan örneğin kekik (0,0558mg/g) olduğu görülmüştür. Zn içeriği diğerlerine göre fazla olan örnekler biber, keten tohumu ve nane olarak bulunmuştur.

Mikrodalga ile çözünürleştirilen örneklerdeki Fe, Cu, Mn, Zn, Cr ve Ni tayinleri alevli AAS ile, Pb ve Cd tayinleri GFAAS ile, Na, Mg ve Ca tayinleri ise atomik emisyon spektrometresi ile gerçekleştirilmiştir.

Şekil 5.20'den de anlaşılacağı gibi en fazla Fe miktarı zencefilde bulunmuş olup bunu sırasıyla sumak ve yaban mersini izlemektedir. Kurutulmuş gıda örneklerinde en yüksek Fe içeriğine sahip gıda nane (0,2945 mg/g)dir.

Tarçın ve pulbiberde Cu içeriği gözlenebilme sınırının altında olduğundan alevli AAS ile belirlenememiştir. Cu miktarı en fazla olan kurutulmuş gıda fasulye, en fazla olan baharat ise keten tohumu olarak belirlenmiştir. (Şekil 5.21)

Tablo 5.8 ve Şekil 5.22 incelendiğinde en fazla Mn içeriğine sahip olan örneğin tarçın olduğu görülmüştür. Tarçından sonra sonra Mn içeriği fazla olan örnekler zencefil ve zerdeçaldır. Mn miktarı en az olan örnek ise pulbiberdir.

Mikrodalga ile çözünürleştirilen örneklerdeki Zn miktarları 0,0152-0,2269 mg/g aralığında bulunmuştur. Şekil 5.23 incelendiğinde Zn miktarı en fazla olan gıdalar sırasıyla patlıcan ve fasulye, baharatlar içerisinde Zn miktarı en fazla olan örnek ise sumak olduğu görülmektedir.

Atomik emisyon spektroskopisi ile gıda ve baharat örneklerinde belirlenen Na miktarları 0,508-35,101 mg/kg aralığında bulunmuş olup, en fazla Na içeriğine sahip örnek pulbiberdir. (Tablo 5.10-Şekil 5.24)

Çalışılan gıda ve baharat örneklerindeki Mg miktarları 18,665-9,672 mg/g aralığında bulunmuştur (Şekil 5.25). En fazla Mg miktarına sahip örneğin domates olduğu görülmektedir. Domatesten sonra en fazla Mg içeriğine sahip olan örnekler patlıcan, fasulye, kekik, bamya ve nanedir.

Örneklerde Ca miktarları Tablo 5.12'de verilmiş olup, Ca içeriği 28,051-2,422 mg/g aralığında bulunmuştur. Şekil 5.26'dan da anlaşılacağı üzere incelendiğinde Ca miktarı en yüksek olan örnekler yaban mersini ve tarçın olup, bunu kekik, yenibahar ve sumak izlemektedir.

Tayin edilen Na, Mg ve Ca için % bağıl standart sapma değerleri % 5 'in altında bulunmuştur.

Cd ve Pb miktarları GFAAS ile tayin edilmiştir. Tablo 5.14 ve Şekil 5.28’de görüldüğü gibi Cd miktarları 92,030-0,035 µg/g aralığında bulunmuş olup Cd içeriği en fazla olan örnek tarçındır. Tarçından sonra en fazla Cd içeriğine sahip olan örnekler mahlep, domates, biber ve zerdeçaldır.

Pb miktarları ise 4,3-0,271 µg/g aralığında bulunmuş olup Pb miktarı en fazla olan örnekler zerdeçal ve kekiktir. Patlıcanda Pb miktarı GFAAS ile tayin edilebilecek düzeyin altında olduğu görülmüştür.

Çalışılan iki çözünürleştirme yöntemi ile elde edilen sonuçlar t-testi kullanılarak karşılaştırılmıştır (Tablo 5.15-5.18). Mikrodalga ve yaş yakma ile çözünürleştirilen örneklerdeki metal içerikleri arasında (birkaç örnek haricinde) fark olduğu görülmüştür. Genel olarak mikrodalga çözünürleştirme yöntemi ile çözünürleştirilen örneklerde ağır metal içerikleri daha yüksek bulunmuştur. Mikrodalga ile parçalama metodu yaş yakma metodu ile kıyaslandığında parçalama işleminin bu yöntemle çok kısa sürede gerçekleştirilebildiği görülmüştür.

Gıdalardaki metal içeriklerinin birbirinden farklılığı olmasının ana nedenleri; toprak koşulları, yağışlar ve örneklerin genetik yapısı nedeni ile gıdalarda metallerin farklı birikmesi olabileceği düşünülmektedir.

Gıda örneklerinde belirlenen kurşun kirliliğinin; taşıtlarda kullanılan Pb-alkil ilaveli yakıtların yanması, Pb içeren pestisit ve gübrelerin bilinçsizce tarım arazilerinde kullanılması ve atıksular ile yapılan sulamadan kaynaklanabileceği, kadmiyum kirliliğinin ise Cd içeriği yüksek olan gübrelerin kullanılması, katı ve sıvı yakıtların yakılması ve atıksular ile yapılan sulamadan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Çalışılan gıda örneklerindeki metal içerikleri, Türk Gıda Koteksi’ne göre gıdalarda müsaade edilebilen üst konsantrasyon değerleri ile karşılaştırılmıştır. Karşılaştırma yapılırken her iki çözünürleştirme yönteminden metal içeriği yüksek olan çözünürleştirme işlemindeki sonuçlar esas alınmıştır. Buna göre hindistan cevizi haricindeki çalışılan tüm örneklerde Fe miktarı TGK sınır değeri olan 52 mg/kg’dan fazla bulunmuştur. Fe için uluslararası sınır değerler 10-200 mg/kg olarak verilmiştir. Buna göre nane, sumak zerdeçal, zencefil ve yaban mersini Fe içeriği bakımından

sınır deęerin üstünde olup, dięer örneklerdeki Fe miktarı belirlenen sınır deęerleri arasındadır.

TGK'ne göre Cu için gıdalarda müsaade edilen üst konsantrasyon deęeri 10 mg/kg olup, alıřılan örneklerin yarısında Cu miktarı bu deęeri aşmaktadır. Bu örnekler domates, nane, kekik, mahlep, yenibahar, yaban mersini, patlıcan, fasulye ve keten tohumudur.

TGK'ne göre Zn için gıdalarda müsaade edilen üst konsantrasyon deęeri 5-50 mg/kg'dır. Kekik ve keten tohumundaki Zn içerikleri bu deęeri aşmakta olup, dięer tüm örneklerdeki Zn miktarı izin verilen deęerler arasında bulunmuřtur.

Sonuç olarak; Türk Gıda Kodeksi limitlerini aşan örneklerin oranı küçümsenmeyecek düzeydedir. Bu nedenle bazı gıda ve baharat örneklerinde bulunan ağır metal düzeylerinin halk saęlığı açısından risk oluřturma olasılıęı vardır. Bu nedenle doęanın ve gıdaların, üretim ve tüketim artıklarıyla kirlenmesinin en kısa zamanda önüne geçilmesi gerekmektedir.

## 7. KAYNAKLAR

Abu Samra, A., Morris, J. S. ve Koirtyonhann, S. R. “Wet Ashing of Some Biological Samples in a Microwave Oven”, *Analytical Chemistry*, 47, 1475, (1975).

Aguilera JM, Arias EP. “Cyted-D Ahi: An Ibero American Project on Intermediate Moisture Foods and Combined Methods Technology”, *Food Research International*, 25(2), 159-165, (1992).

Aiwonegbe, A. E., Ikhuoria, E. U., “Levels of Selected Heavy Metals in Some Nigerian Vegetables”, *Trends in Applied Science Research*, 2(1), 76-79, (2007).

Aksoy, M., “Beslenme Biyokimyası ve İz Elementler”, Ankara, (2000).

Alhas, E., Oymak, S.A., Karadede-Akın, H., “Heavy metal concentrations Atatürk Dam Lake, Turkey”, *Environmental Monitoring and Assessment*, 148, 11–18, (2009).

Anonim, Resmi Gazete, Türk Gıda Kodeksi, Gıda Maddelerinde Belirli Bulaşanların Maksimum Seviyelerinin Belirlenmesi. 23.09.2002 tarihli, Sayı 24885, (2002).

Bağdatlıoğlu, N., Nergiz, C., Ergönül P. G., “Genellikle Salata Olarak Tüketilen Bazı Yeşil Sebzelerde Kurşun ve Kadmiyum Düzeylerinin Araştırılması”, *Türkiye 10. Gıda Kongresi*, Erzurum, (2008).

Bazargani-Gilani, B., Pajohi-Alamoti, M., “Evaluating of Heavy Metal Contaminations in the Most Applicable Food Spices and Flavors in Hamedan, Iran”, *Arch Hyg Sci*; 6(3): 268-275, (2017).

Bethesda, MD., U.S. Department of Health and Human Services. Hazardous Substances National Toxicology Information Program, National Library of Medicine, (1993).

Bruno RC, Corinne H. “High-Moisture Raisins for Use Food Processing”. United States Patent Institute, USA, 5,397,583, (1995).

Büyükbas, H., “ Amberlite XAD 1180-PAN şelat yapıcı reçine kullanarak eser elementlerin zenginleştirilmesi ve AAS ile tayini”, Yüksek Lisans Tezi, *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kayseri, (2004).

Cantle, J. E., *Atomic Absorption Spectrometry*, Elsevier Science Publishing Co., Amsterdam, (1982).

Cemeroğlu B., *Meyve Sebze İşleme Teknolojisi 2.*, 2. Baskı. Ankara, Türkiye, Bizim Grup Basımevi, (2004).

Çalışkan, E., “Asi Nehri’nde Su, Sediment ve Karabalık (Clariasgariepinu Burchell, 1822)’ta Ağır Metal Birikiminin Araştırılması”. Mustafa Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 75s, Hatay, (2005).

Çalışkan, S., “Çorlu ve Civarında Yetişen Bitkilerde Ağır Metal Konsantrasyonunun Belirlenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Çevre Bilimleri Anabilim Dalı, Denizli, (2007).

Çınar, Ö., *Çevre Kirliliği ve Kontrolü*, Nobel Yayın Dağıtım., 1. basım, 201s., Ankara, (2008).

Dalcı, B. K., “Sulu Örneklerde Eser Düzeydeki Ağır Metal İyonlarının Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrometresi İle Tayini İçin Katılaştırılmış Yüzen Organik Damla Mikroekstraksiyon Tekniği İle Önderiştirilmesi”, *Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Ankara, 84s., (2014).

Daşbaşı T., Saçmacı Ş., Ülgen A., Kartal Ş. “A solid phase extraction procedure for the determination of Cd(II) and Pb(II) ions in food and water samples by flame atomic absorption spectrometry”, *Food Chemistry*, 174, 591–596 (2015).

Demirci M., *Gıda Kimyası*, Gıda Teknolojisi Derneği, İstanbul, Türkiye, (2010).

Dghaim, R., Al Khatib, S., Rasool, H., Khan, M. A., “Determination of Heavy Metals Concentration in Traditional Herbs Commonly Consumed in the United Arab Emirates”, *Journal of Environmental and Public Health*, Volume 2015, Article ID 973878, 6 pages, (2015).

Göllü, A., “Atomik Absorpsiyon Spektrofotometresi”, <http://slideplayer.biz.tr/slide/12333801/>, alındığı tarih: 04.04.2018

Habila, M., Yılmaz, E., ALOthman Z. A., Soylak, M., Flame atomic absorption spectrometric determination of Cd, Pb, and Cu in food samples after pre-concentration using 4-(2-thiazolylazo) resorcinol-modified activated carbon”, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 20, 3989-3993, (2014).

Hajiaghababaei, L., Tajmiri, T., B., Alireza, Ganjali, M. R., Khaniani, Y., Ziarani, G. M., “Heavy metals determination in water and food samples after preconcentration by a new nanoporous adsorbent”, *Food Chemistry*, 141, 1916–1922, (2013).

Höl, A., “İnorganik Arsenik Deriştirilmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Denizli, 94s., (2005).

Kahvecioğlu, Ö., Kartal, G., Güven, A., Timur, S., “Metallerin Çevresel Etkileri-II”, *Metalurji Dergisi* 137, 46-51, (2004).

Kılıç, M., Bozkaya, O., “Çiğ Süt Örneklerinde Ağır Metal ve Metal Kontaminasyonlarının Belirlenmesi ve Sağlık Üzerine Etkisi”, *Ankara Sağlık Hizmetleri Dergisi*, Cilt 16, Sayı 1, (2017)

Kır, İ., Tuncay, Y., “Kovada Gölü'nde Yaşayan İstakozlarda (*Astacus leptodactylus*) Bazı Ağır Metallerin Birikiminin İncelenmesi, *SDU Journal of Science (E-Journal)*, 5 (2): 179-186, (2010).

Kural, H. P., “12-14 Yaş Arasındaki Ergenlerin Kalsiyum Tüketimleri”, *Haliç Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, (2011).

Leistner L. Hurdle Technology Applied to Meat Products of the Shelf Stable Product and Intermediate Moisture Food Type. Editors: Simatos D, Multon JL. *Properties of Water in Foods*. 309-329, Netherlands, Springer, (1985).

Lewis V. M., Lewis D. A. “Intermediate Moisture Vegetables”. United States Patent Institute, USA, 5,10,609, (1992).

Mantovi, P., Bonazzi, G., Maestri, E., Marmioli, N., “Accumulation of Copper and Zinc from Liquid Manure in Agricultural Soils and Crop Plants”, *Plant and Soil* 250: 249–257, (2003).

Makedonski L., Peycheva K., Stancheva M. “Determination of heavy metals in selected black sea fish species”, *Food Control*, 72, 313-318, (2017).

Milacic, R. and Kralj, B., “Determination of Zn, Cu, Cd, Pb, Ni and Cr in Some Slovenian Food Stuffs”, *European Food Research and Technology* 217, 211-214, (2003).

Mossel DAA., *Water and Microorganisms in Foods - A Synthesis*. Editor: Duckworth RB. Water Relations of Foods, 347-361, London, England, Academic Press, (1975).



Oliva, S. R., Raitio, H., Mingorance, M. D. (2003). "Comparison of Two Wet Digestion Procedures for Multi-element Analysis of Plant Samples", *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 34, 2913 – 2923, (2003)

Özay G, Pala M, Saygı B. "Bazı Gıdaların Su Aktivitesi (aw) Yönünden İncelenmesi", *Gıda*, 18(6), 377-383, (1993).

Özcan, M., "Grafit fırınlı atomik absorpsiyon spektrometresi ile kalay tayininde bazı anorganik tuzların girişim mekanizmalarının incelenmesi", Doktora Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, 65s, (2001).

Ratti C. "Hot-air and Freeze-drying of High Value Foods: A Review", *Journal of Food Engineering*, 49(4), 311-319, (2001).

Sajit, F., 2003, "Heavy Metal Ions Concentration in Wheat Plant (*Triticum Aestivum* L.) Irrigated with City Effluent", *Food Research International*, Vol: 46 (6), p:395-398.

Stančić, Z., Vujević, D., Gomaz, A., Bogdan, S., Vincek, D., "Detection of heavy metals in common vegetables at Varaždin City Market, Croatia", *Arh Hig Rada Toksikol*, 67:340-350, (2016).

Skoog, D. A., Holler, F. J. and Nieman, T. A., *Principles of Instrumental Analysis*, Fifth Edition, Harcourt Brace & Company, USA, (1998).

Smrkolj, P., Pograjc, L., Hlastan-Ribi, C., Stibilj, V., "Selenium Content in Selected Slovenian Food Stuff and Estimated Daily Intakes of Selenium", *Food Chemistry*, 90, 691-697, (2005).

Sönmez, S., "Klorür Katkılı Polipirolün Eser Düzeydeki Bakırın Katı Faz Ekstraksiyonunda Kullanımı", Yüksek Lisans Tezi, *Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Denizli, (2010).

Şamil, A., Tezcan, R., Ceylan, N, Erçetin, M., "Şarkıkaraağaç Yöresinde Yetiştirilen Üzüm Çeşitlerinde Bakır ve Çinko Tayini", *KSÜ Fen ve Mühendislik Dergisi*, 8 (1), 31-34, (2005).

Tosun, Emir, "Hastalık Tedavisinde Kullanılan Bazı Meyve ve Sebzelerin Dokularında Eser Element ve Mineral Tayini", Yüksek Lisans Tezi, *İnönü Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü*, Analitik Kimya Anabilim Dalı, Malatya (2009).

Tuna, B., “Tekirdağ İli Şarköy Yöresinde Yetiştirilen Zeytinlerde Bazı Ağır Metaller İle Mikrobesein Elementlerinin Belirlenmesi”, *Namık Kemal Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Tekirdağ*, (2011).

Url-1 <https://www.makaleler.com/nikel-nedir-nerelerde-kullanilir>, alındığı tarih: Nisan 2018.

Url-2 <https://www.haberler.com/kromun-vucudumuzdaki-onemi-tartisilmaz-3852239-haberi/>, alındığı tarih: Nisan 2018.

Url-3 <https://www.faydalarizararlari.com/sodyum-iceren-yiyecekler/>, alındığı tarih: Nisan 2018.

Url-4 <https://www.berghof-instruments.com/en/products/digestion-technology/speedwave-microwave-digestion/microwave-digestion-speedwave-entry/>, alındığı tarih: Nisan 2018

Valiente, L., Piccinna, M., Ale, E.R., Grillo, A., Smichowski, P., “Determination of Selenium in Dietary Supplements by ETAAS and HG-AAS: A Comparative Study”, *Atomic Spectroscopy*, 23, 129-134, (2002).

Weidenbörner M. *Lexikon der Lebensmittelmykologie*. Berlin, Germany, Springer, 1999.

Yaman, M., “ Comprehensive comparison of trace metal concentrations in non-cancerous and cancerous human tissues”, *Current Medicinal Chemistry*, 13, 2513-25, (2006).

Yüzbaşı, N., “Kaşar Peynirinde Bazı Ağır Metal Düzeyi ve Prosesteki Değişimi”, Doktora Tezi, *Ankara Üniv. Süt Teknolojisi Ana Bilim Dalı*, Ankara (2001).

## 8. ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Ece AKYOL

Doğum Yeri ve Tarihi : Denizli / 30.06.1982

Lisans Üniversite : Pamukkale Üniversitesi Fen-Edebiyat  
Fakültesi Kimya Bölümü

Elektronik posta : akyolece@yahoo.com.tr

İletişim Adresi : Emek Cad. Atalar Mah. No:2 Sevinç Apt.  
Kat:3 daire:9 Pamukkale\ Denizli

**Konferans listesi :**

1. Ece AKYOL, Ayşen HÖL, Latif ELÇİ, “A comparision of sample preparation procpedures for determination of some trace metals in dried foods and spices by atomic absorption spectrometry”, 3rd International Turkic World Conference on Chemical Sciences and Technologies(ITWCCST 2017), Bakü-Azerbaycan, 2017 (Poster).