

PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**KURU ÜZÜMLERDE OKRATOKSİN A OLUŞUMU VE DEPOLAMA
KOŞULLARININ OKRATOKSİN A DÜZEYİNE ETKİSİ**

**DOKTORA TEZİ
Levent ŞEN**

Anabilim Dalı : Gıda Mühendisliği

Programı : Gıda Teknolojisi

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Sebahattin NAS

OCAK 2014

DOKTORA TEZ ONAY FORMU

Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü 081721001 nolu öğrencisi Levent ŞEN tarafından hazırlanan “**KURU ÜZÜMLERDE OKRATOKSİN A OLUŞUMU VE DEPOLAMA KOŞULLARININ OKRATOKSİN A DÜZEYİNE ETKİSİ**” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Sebahattin NAS (Pamukkale Üniversitesi)
Jüri Üyesi


Jüri Üyesi : Prof. Dr. Nevzat ARTIK (Ankara Üniversitesi)
(Jüri Başkanı)

Jüri Üyesi : Doç. Dr. Ayhan TOPUZ (Akdeniz Üniversitesi)

Jüri Üyesi : Yrd. Doç. Dr. Çetin KADAKAL (Pamukkale Üniversitesi)


Jüri Üyesi : Yrd. Doç. Dr. Hakan KARACA (Pamukkale Üniversitesi)

Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun : 05/02/2014 tarih ve 07/11 yılı kararıyla onaylanmıştır.


Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü
Prof. Dr. Nuri KOLSUZ

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

İmza



Öđrenci Adı Soyadı : Levent ŐEN

ÖNSÖZ

Çekirdeksiz kuru üzüm üretim, pazarlama ve satış sürecinde bir çok aileye istihdam olanağı sağlayan ve ülke ekonomisine katmadeğer yaratan Ege bölgesinin önemli tarımsal ürünlerinden birisidir. 2010-2011 yılları arasında yapılan bu araştırmanın Türkiye mikrofungus florasının zenginliğini ortaya koymakla birlikte kuru üzüm üretim sürecindeki mikotoksin risk faktörlerini de ortaya koyacağı inancındayım.

Bu çalışmanın, fikir aşamasından sonuna kadar ki her aşamasında, değerli bilgi ve deneyimleriyle beni yönlendiren, desteğini ve ilgisini esirgemeyen hocam, sayın Prof. Dr. Sebahattin NAS' a, ayrıca destekleri için sayın Prof. Dr. Nevzat ARTIK, sayın Prof. Dr. Ramazan ŞEVİK, Doç. Dr. İjlal OCAK ve Yrd. Doç. Dr. Çetin KADAKAL' a en içten duygularıyla teşekkür ederim.

Bu uzun süreçte, bana olan desteğini kelimelerle ifade edemeyeceğim ve her zaman yanımda olan, anlayışını esirgemeyen, özveri ile çalışan sevgili eşim İlknur KOÇAK ŞEN, neşe ve enerji kaynağım kızım İnci ŞEN, yardım ve desteğini esirgemeyen tüm aile bireylerine teşekkürü bir boç bilirim.

Doktora çalışmam süresince destek ve anlayışları ile her zaman yanımda olan Sultandağı Meslek Yüksekokulu Müdürü Yrd. Doç. Dr. Kemal KARAYORMUK' a ve birlikte çalıştığım tüm meslektaşlarıma teşekkür ederim. Bu çalışma süresince gerekli örneklerin toplanmasında yardım eden ve desteklerini esirgemeyen Gıda Teknikerleri Mesut Güzel' e teşekkürlerimi sunarım.

Ocak 2014

Levent ŞEN
(Öğretim Görevlisi)

İÇİNDEKİLER

Sayfa

| | |
|--|-----------|
| İÇİNDEKİLER | iv |
| KISALTMALAR | vi |
| TABLO LİSTESİ | vii |
| ŞEKİL LİSTESİ..... | ix |
| SEMBOL LİSTESİ | x |
| ÖZET..... | xi |
| SUMMARY | xiii |
| 1. GİRİŞ | 1 |
| 1.1. Dünyada ve Türkiye’ de Kuru Üzüm Üretimi ve Ticareti | 3 |
| 1.2. Gıda Maddelerinde Küf ve Mikotoksin Sorunu | 5 |
| 1.3. Önemli Mikotoksinler | 7 |
| 1.3.1. Aflatoksinler..... | 7 |
| 1.3.2. Patulin | 10 |
| 1.3.3. Alternaria toksinleri | 13 |
| 1.3.4. Okratoksin A (OTA) | 13 |
| 1.4. Kuru Üzümde OTA Problemi | 17 |
| 1.4.1. Üzümlerin kurutulması | 17 |
| 1.5. Üzümlerde Küf Florası..... | 20 |
| 1.6. Kuru Üzümlerde OTA Varlığı | 23 |
| 1.7. Araştırmanın Önemi..... | 24 |
| 2. MATERYAL VE METOD..... | 27 |
| 2.1. Materyal | 27 |
| 2.2. Örnekleme Metodu..... | 27 |
| 2.2.1. 2010 Hasat yılı | 27 |
| 2.2.2. 2011 Hasat yılı | 27 |
| 2.3. Araziden Toprak Örneklerinin Alınması ve Toprak Küf Yükünün Belirlenmesi | |
| 29 | |
| 2.4. Kurutulacak Üzümlere <i>Aspergillus carbonarius</i> Bulaştırma İşlemi | 30 |
| 2.5. Üzümlerin Küf Yüklerinin Belirlenmesi | 31 |
| 2.6. Üzümlerin Küf Floralarının Belirlenmesi | 33 |
| 2.7. Tespit Edilen Türlerin OTA Üretim Kapasitelerinin Belirlenmesi | 34 |
| 2.8. Üzümde Kurumaya Bağlı Olarak Su Aktivitesi (aw) Değişiminin Belirlenmesi | |
| 36 | |
| 2.9. Üzümde Kurumaya Bağlı Olarak SÇKM Değişiminin Belirlenmesi | 36 |
| 2.10. Üzümde Kurumaya Bağlı Olarak pH Değişiminin Belirlenmesi | 37 |
| 2.11. Üzümde Kurumaya Bağlı Olarak Renk Değişiminin Belirlenmesi | 37 |
| 2.12. Üzümde Kurumaya Bağlı Olarak Organik asitlerin Belirlenmesi | 38 |
| 2.13. Kuru ve Yaş Üzümde OTA İçeriğinin Belirlenmesi | 38 |
| 2.13.1. Ekstarksiyon..... | 38 |
| 2.13.2. HPLC şartları | 39 |

| | |
|---|------------|
| 2.13.3. Okratoksin standart çözeltilerinin uygulanması..... | 40 |
| 2.14. Geri Kazanım Çalışmaları | 42 |
| 2.14.1. Organik asitler için geri kazanım çalışmaları..... | 42 |
| 2.14.2. OTA için geri kazanım çalışmaları | 42 |
| 2.15. İstatistiksel Değerlendirme..... | 43 |
| 3. ARAŞTIRMA BULGULARI..... | 44 |
| 3.1. 2010 Hasat Yılı Analiz Sonuçları..... | 44 |
| 3.1.1. Kuru üzümlerin küf yükleri..... | 44 |
| 3.1.2. Kuru üzümlerin küf florası..... | 47 |
| 3.1.3. Kuru üzümlerin OTA içerikleri..... | 51 |
| 3.2. 2011 Hasat Yılı Analiz Sonuçları..... | 52 |
| 3.2.1. 2011 Hasat yılı bağ topraklarının küf yükleri | 52 |
| 3.2.2. 2011 Hasat yılı yaş üzüm küf yükleri | 54 |
| 3.2.3. Üzümde kurumaya bağlı olarak küf yükü değişimi | 60 |
| 3.2.4. Üzümde kurumaya bağlı olarak aw değişimi..... | 67 |
| 3.2.5. Üzümde kurumaya bağlı olarak suda çözünür kuru madde (SÇKM) değişimi | 70 |
| 3.2.6. Üzümde kurumaya bağlı olarak pH değişimi | 75 |
| 3.2.7. Üzümde kurumaya bağlı olarak renk değişimi | 77 |
| 3.2.8. Üzümde kurumaya bağlı olarak organik asit değişimi..... | 88 |
| 3.2.9. Kuru ve yaş üzümde OTA içeriğinin belirlenmesi | 100 |
| 3.2.10. Depolama aşamasının OTA üretimine etkisi | 101 |
| 3.3. 2010 ve 2011 Hasat Yıllarında Tespit Edilen Küf Türlerinin OTA Üretim Kapasitesinin Belirlenmesi..... | 102 |
| 4. SONUÇ..... | 108 |
| KAYNAKLAR | 111 |
| EKLER..... | 125 |
| EK-1 HPLC KALİBRASYON EĞRİLERİ..... | 125 |
| EK2- BAZI ÖRNEKLERİN OTA MİKTARLARINI GÖSTEREN HPLC KROMATOGRAMLARI..... | 128 |
| EK 3- OTA STANDARD KROMATOGRAMLARI..... | 135 |
| EK 4- BAZI ÖRNEKLERİN ORGANİK ASİT KROMATOGRAMLARI | 137 |
| EK 5- KURUTMA SÜRESİNCE ÖRNEKLERDE BELİRLENEN OTA MİKTARLARINA AİT KROMATOGRAMLARDAN BAZILARI..... | 138 |
| EK 6- OTA ÜRETİM KAPASİTESİ BELİRLENMİŞ KÜF TÜRLERİNE AİT KROMATOGRAM | 139 |
| EK 7- ÇALIŞMA SÜRESİNCE TANIMLANAN KÜF TÜRLERİNE AİT FOTOĞRAF ÖRNEKLERİ..... | 140 |

KISALTMALAR

| | |
|----------------|--|
| OTA | : Okratoksin A |
| AOH | : Alternariol |
| AME | : Alternariol monometil eter |
| SA | : Siyah <i>Aspergillus</i> |
| AF | : Aflatoksin |
| IAC | : İmunoafinite kolon |
| MEA | : Malt Ekstrakt Agar |
| RBA | : Rose Bengal Agar |
| aw | : Su aktivitesi |
| SÇKM | : Suda Çözünür Kuru Madde |
| ppm | : Milyonda bir kısım |
| ppb | : Milyarda bir kısım |
| HPLC | : Yüksek Basınç Sıvı Kromatografisi |
| HPLC-UV | : Yüksek Basınç Sıvı Kromatografisi- Ultra Viyole Dedektör |

TABLO LİSTESİ

Tablolar

| | |
|--|----|
| Tablo 1. 1. Yıllar bazında Dünyada ve Türkiye’ de kuru üzüm üretim miktarları | 4 |
| Tablo 1. 2. Dünya’ da ve Türkiye’ de 2012/2013 yılı ihracat rakamları. | 4 |
| Tablo 1. 3. Ege bölgesinde yıllara göre çekirdeksiz kuru üzüm üretimi için kullanılan bağ alanları ve üretim miktarları. | 4 |
| Tablo 1. 4. Gıda maddelerinde problem oluşturan mikotoksinler, bunları üreten küf türleri ile bulunduğu ürünler | 7 |
| Tablo 1. 5. Kuru üzümde OTA varlığı ile ilgili çalışmalar | 24 |
| | |
| Tablo 2.1. Bağlardan hasat edilen üzümlere uygulanan kurutma koşulları ve nitelikleri | 28 |
| Tablo 2. 2. Organik asit için kullanılan HPLC cihazının özellikleri ve kromatografi koşulları | 38 |
| Tablo 2. 3. 2010 hasat yılı kuru üzümlerde OTA analizinin gerçekleştirildiği HPLC cihazının özellikleri ve kromatografi koşulları | 40 |
| Tablo 2. 4. 2011 hasat yılı üzümlerinde OTA analizinin gerçekleştirildiği HPLC cihazının özellikleri ve kromatografi koşulları | 40 |
| Tablo 2. 5. Organik asitlerin geri kazanım çalışmaları | 42 |
| | |
| Tablo 3. 1. Kuru üzüm örneklerinin örnek kodları ve menşei | 44 |
| Tablo 3. 2. 2010 Hasat yılına ait çekirdeksiz kuru üzümlerin küf yükleri (\log_{10} kob/g) | 46 |
| Tablo 3. 3. Çekirdeksiz kuru üzümlerin toplam küf yüklerinin bağların buldukları bölgelere göre karşılaştırılması | 46 |
| Tablo 3. 4. Tespit edilen türlerin örneklerde görülme sıklığı | 48 |
| Tablo 3. 5. 20 bağa ait çekirdeksiz kuru üzüm numunelerinde OTA seviyesi | 51 |
| Tablo 3. 6. Seçilen bağların toprak küf yükleri | 52 |
| Tablo 3. 7. Hasat öncesi üzüm örneklerinin salkım pozisyonuna göre küf yükleri (\log kob g^{-1}) | 55 |
| Tablo 3. 8. Hasat esnasında üzüm salkım pozisyonuna göre örneklerinin küf yükleri (\log kob g^{-1}) | 58 |
| Tablo 3. 9. Kurutma periyodu süresince üzümlerde gözlenen küf yükü değişimi | 60 |
| Tablo 3. 10. Zamana bağlı toplam küf yükü değişimi değerlerinin varyans analiz tablosu | 62 |
| Tablo 3. 11. Kurutma periyodu süresince üzümlerde gözlenen SA (<i>Siyah Aspergillus</i>) yükü değişimi (\log kob g^{-1}) | 62 |
| Tablo 3. 12. Zamana bağlı SA sayısı değişimi değerlerinin varyans analiz tablosu | 64 |
| Tablo 3. 13. Kurutma süresi boyunca muamelelerde görülen aw değişimi | 67 |
| Tablo 3. 14. Su aktivitesi (aw) değerlerinin göre varyans analiz tablosu | 68 |
| Tablo 3. 15. Numunelerin kurutma süresince °Briks değerlerinde meydana gelen değişim | 70 |

| | |
|--|-----|
| Tablo 3. 16. Suda Çözünür Kuru Madde (SÇKM) değerlerinin göre varyans analiz tablosu | 71 |
| Tablo 3. 17. Numunelerin kurutma süresince pH değerlerinde meydana gelen değişim | 75 |
| Tablo 3.18. pH değerlerinin göre varyans analiz tablosu..... | 75 |
| Tablo 3.19. Numunelerin kurutma süresince L* değerlerinde meydana gelen değişim | 80 |
| Tablo 3.20. L* değerlerine göre varyans analiz tablosu | 80 |
| Tablo 3.21. Numunelerin kurutma süresince a* değerlerinde meydana gelen değişim | 81 |
| Tablo 3.22. a* değerlerine göre varyans analiz tablosu | 81 |
| Tablo 3.23. Numunelerin kurutma süresince Hunter b değerlerinde meydana gelen değişim | 84 |
| Tablo 3. 24. Hunter b değerlerine göre varyans analiz tablosu..... | 84 |
| Tablo 3. 25. Numunelerin kurutma süresince Hunter a/b değerlerinde meydana gelen değişim | 85 |
| Tablo 3. 26. Hunter a/b değerlerine göre varyans analiz tablosu..... | 85 |
| Tablo 3. 27. Numunelerin kurutma süresince Chroma değerlerinde meydana gelen değişim | 87 |
| Tablo 3. 28. Chroma değerlerine göre varyans analiz tablosu..... | 87 |
| Tablo 3. 29. Numunelerin kurutma süresince sitrik asit değerlerinde meydana gelen değişim (g/kg). | 91 |
| Tablo 3. 30. Sitrik asit değerlerine göre varyans analiz tablosu | 91 |
| Tablo 3. 31. Numunelerin kurutma süresince malik asit değerlerinde meydana gelen değişim (g/kg). | 92 |
| Tablo 3. 32. Malik asit değerlerine göre varyans analiz tablosu..... | 92 |
| Tablo 3.33. Numunelerin kurutma süresince tartarik asit değerlerinde meydana gelen değişim (g/kg) | 93 |
| Tablo 3. 34. Tartarik asit değerlerine göre varyans analiz tablosu | 93 |
| Tablo 3. 35. Kurutma süresince muamelelerin toplam organik asit içeriklerinde meydana gelen değişim | 94 |
| Tablo 3. 36. Kurutma süresince muamelelerin toplam organik asit içeriklerinde meydana gelen değişim | 95 |
| Tablo 3. 37. Kurutma periyodu süresince örneklerde gözlenen toplam organik asit değişimi (g kg ⁻¹) | 97 |
| Tablo 3. 38. Toplam asitlik değerlerine göre varyans analiz tablosu..... | 97 |
| Tablo 3. 39. Örneklerin 6 ay depolama süresi sonunda OTA miktarları | 101 |
| Tablo 3. 40. 2010 Hasat yılı kuru üzümlelerinden izole edilen <i>Aspergillus</i> türlerinin OTA üretim kapasiteleri..... | 104 |
| Tablo 3. 41. 2011 Hasat yılı üzümlelerinden izole edilen küf türlerinin OTA üretim kapasiteleri | 106 |
| Tablo 3. 42. Kurutma aşamasında okratoksijenik küf türlerinin izole edildikleri örnekler. | 107 |

ŞEKİL LİSTESİ

Şekiller

| | |
|---|----|
| Şekil 1. 1. AF ve AF türevlerinin kimyasal yapıları . | 8 |
| Şekil 1. 2. Patulin' in Kimyasal Yapısı | 11 |
| Şekil 1. 3. Okratoksinlerin kimyasal yapısı . | 15 |
| Şekil 1. 4. Kuru üzüm üretim akış şeması..... | 18 |
| Şekil 2. 1. Direkt ekim metoduna göre elde edilen sonuçlar. | 32 |
| Şekil 2. 2. Dilüsyonlu ekim metoduna göre elde edilen sonuçlar..... | 32 |
| Şekil 2. 3. Yatık agara alınarak gruplandırılmış kültürler..... | 33 |
| Şekil 2. 4. ÜS50 agarlı ortamın üretim akış şeması..... | 35 |
| Şekil 2. 5. OTA standart kromatogramı | 41 |
| Şekil 2. 6. OTA standart çözeltileri ile çizilen kalibrasyon eğrisi | 41 |
| Şekil. 3. 1. Örneklerin toplandığı bölgeleri ifade eden harita | 45 |
| Şekil. 3. 2. Tespit edilen küf türlerinin cins bazında % dağılımları..... | 49 |
| Şekil. 3. 3. İzolatların Yüzde Bağlı frekansları..... | 49 |
| Şekil. 3. 4. Araştırmada kullanılan bağ topraklarının küf yükleri..... | 53 |
| Şekil. 3. 5. Numune alınan bağlardan bir görüntü | 54 |
| Şekil. 3. 6. Hasat öncesi ve hasat esnasında Çal bölgesine ait bağların küf yüklerini gösterir grafik..... | 56 |
| Şekil. 3. 7. Hasat öncesi ve hasat esnasında Buldan bölgesine ait bağların küf yüklerini gösterir grafik..... | 57 |
| Şekil. 3. 8. Kurutma periyodu süresince Çal bölgesi üzümlerinden elde edilen muamelelerde belirlenen toplam küf (TKÜF) ve Siyah <i>Aspergillus</i> (SA) miktarları | 65 |
| Şekil. 3. 9. Kurutma periyodu süresince Yenice bölgesi üzümlerinden elde edilen muamelelerde belirlenen toplam küf (TKÜF) ve Siyah <i>Aspergillus</i> (SA) miktarları | 66 |
| Şekil. 3. 10. Kurutma süresince muamelelerde meydana gelen aw değişimi. | 69 |
| Şekil. 3. 11. Kurutma süresince muamelelerde görülen SÇKM değişimi | 74 |
| Şekil. 3. 12. Kurutma süresince muamelelerde görülen pH değişimi..... | 77 |
| Şekil. 3. 13. Kurutma süresince muamelelerin sitrik asit içeriklerinde meydana gelen değişim. | 88 |
| Şekil. 3. 14. Kurutma süresince muamelelerin malik asit içeriklerinde meydana gelen değişim | 89 |
| Şekil. 3. 15. Kurutma süresince muamelelerin tartarik asit içeriklerinde meydana gelen değişim | 90 |
| Şekil. 3. 16. Kurutma süresince muamelelerin toplam asitlik değerlerinde meydana gelen değişim | 96 |

SEMBOL LİSTESİ

μl : Mikrolitre
 mg/kg : miligram/ kilogram
 kob/g : koloni oluřturan birim/ gram
 $\log \text{kob g}^{-1}$: log koloni oluřturan birim/ gram
 ppm : Milyonda bir kısım
 ppb : Milyarda bir kısım

ÖZET

KURU ÜZÜMLERDE OKRATOKSİN A OLUŞUMU VE DEPOLAMA KOŞULLARININ OKRATOKSİN A DÜZEYİNE ETKİSİ

Mikotoksinler küf türleri tarafından üretilen ve çeşitli tarımsal ürünlerde hasat öncesinde ya da hasattan sonraki herhangi bir aşamada oluşabilen toksik metabolitlerdir. Okratoksin A (OTA) nefrotoksik bir mikotoksin olup, üzüm ve üzüm ürünlerinde *Aspergillus niger* ' in *nigri* (Siyah Aspergilli) alt şubesi üyeleri ile *Circumdanti* üyelerinin sentezledikleri bir bileşiktir. Araştırmada çekirdeksiz kuru üzümün OTA içeriklerine etki eden faktörler belirlenmeye çalışılmıştır. Çalışmada Denizli bölgesine ait "Sultani" tip çekirdeksiz yaş ve kuru üzüm kullanılmıştır. Çalışmanın amaçlarına uygun olarak 2010 Hasat yılında Denizli ili Buldan, Honaz ve Bekilli bölgelerinden toplam 20 bağa ait kuru üzüm örnekleri alınarak toplam küf yükleri, küf floraları ve izole edilen küflerin OTA üretim kapasiteleri belirlenmiştir. 2010 hasat yılına ait kuru üzüm örneklerinin küf yüklerinin 3,57 ile 6,05 log kob g⁻¹ arasında olduğu belirlenmiştir. Örneklerden 330 adet küf izolatu alınmış ve bu izolatların %84' ünün *Aspergillus niger* türlerine ait olduğu, *Aspergillus* türleri dışında *Penicillium*, *Alternaria*, *Cladosporium*, *Mucor*, *Ulocladium* ve *Stachybotrys spp.* varlığı da belirlenmiştir. 2010 yılına ait 20 kuru üzüm örneğinin 7 sinde (%35) OTA varlığına rastlanmıştır, ancak örneklerden hiçbirinin OTA içeriği Avrupa Birliği ülkeleri için maksimum limit değer olan (10 µg kg⁻¹) değerini geçmemiştir.

Üzümlerin kurutma süresince küf yükü ve Siyah Aspergillus (SA) değişimlerini, OTA içeriklerini, su aktivitesi (aw), pH, briks ve organik asit değişimlerini belirlemek amacıyla 2011 hasat yılında, Denizli ili Çal ilçesinden 2 ve Buldan ilçesinden 3 olmak üzere toplam 5 bağ seçilmiştir. Hasat zamanı yaklaştıkça üzümün küf yüklerinin arttığı belirlenmiştir. Hasat öncesi bağların toplam küf değerleri incelendiğinde, bağdaki salkım pozisyonunun üzüm toplam küf yükü açısından önemli olduğu belirlenmiştir (p<0,05).

20 Eylül 2011 de bağlardan üzüm hasat edilmiştir. Bağlara ait üzüm, %2,5 potasyum karbonat ve %0,5 zeytinyağından oluşan potasa çözeltilisine bandırılarak (P), hiçbir işleme tabi tutulmadan natürel olarak (N) ve potasa çözeltilisine bandırılıp kurutma sürecinde belirli aralıklarla okratoksijenik *Aspergillus carbonarius* küf sporu çözeltisi bulaştırılarak (T) 3 farklı şekilde güneş altında doğal olarak kurutulmuşlardır. Kurutma süresince muamelelerin toplam küf yükü değişimleri incelendiğinde, olarak küf yüklerinde zamana bağlı olarak artış meydana gelmiştir (p<0,05). Kurutma süresinin 1. haftasından itibaren Buldan ilçesine ait ve potasa çözeltisi uygulanmış iki örnekte (Y2PG, Y3PG) ve Çal ilçesine ait küf sporu çözeltisi püskürtülmüş bir örnek (Ç3TG) dışındaki örneklerin tamamında muamelelerin SA sayılarında önemli düzeyde artış görülmüştür (p<0,05). Potasa çözeltilisine ilaveten

toksijenik küf sporu çözültisi püskürtme işleminin son üründe SA sayısında artışa neden olmadığı görülmektedir ($p>0,05$). Örneklerin aw değerleri zamana bağlı olarak önemli ($p<0,05$) düzeyde azalmıştır. Kurutma sonunda en düşük aw değeri Çal ilçesine ait potasa çözültisi uygulanmış (Ç2PG) örneklerde olurken, Buldan ilçesine ait ve natürel olarak kurutulmuş bir örneğin (Y1NG) en yüksek aw değerine sahip olduğu belirlenmiştir. Kurutma işlemi süresince örneklerin pH ve briks değerleri önemli derecede artmış ($p<0,05$), toplam organik asit içerikleri ise azalmıştır. Kurutma sürecinin 2. haftasından sonra yalnızca Çal ilçesine ait potasa çözültisi uygulanmış bir örnekte (Ç2PG) ve Buldan ilçesine ait natürel olarak kurutulmuş bir örnekte (Y1NG) düşük düzeyde OTA'ya rastlanmıştır.

Kurutma işlemini takiben, kurutulmuş üzümler polietilen torbalar içerisinde 6 ay süre ile oda sıcaklığında depolanmış ve bu sürenin sonunda OTA içeriklerindeki değişim incelenmiştir. Depolama süresi sonunda Çal ilçesine ait potasa çözültisi uygulanmış (Ç2PG) bir ve okratoksijenik küf sporu çözültisi uygulanmış iki (Ç2TG, Ç3TG) örneğin OTA içeriğinde artış, Buldan ilçesine ait okratoksijenik küf sporu çözültisi uygulanmış bir örneğin (Y3TG) ise OTA içeriğinde azalma meydana geldiği tespit edilmiştir. OTA miktarındaki azalmanın muhtemelen doğal mikroflorada bulunan küf veya mayalar tarafından metabolize edildiği düşünülmektedir.

Anahtar Kelimeler: Kuru üzüm, Sultani, *Aspergillus niger*, *Aspergillus carbonarius*, Organik asit

SUMMARY

OCCURANCE OF OCHRATOXIN A IN RAISINS AND EFFECT OF STORAGE CONDITION ON OCHRATOXIN A LEVEL

Mycotoxins are toxic secondary metabolites that produced by fungi and contaminate various agricultural commodities either before harvest or under post-harvest conditions. Ochratoxin A (OTA) is a nephrotoxic compound produced mainly by the members of *Aspergillus* section *Nigri* and *Circumdati* in grape and grape derived products. The main aim of the study is to find out the factors affecting OTA occurrence in sun-dried raisins. "Sultana" types grapes and raisins belong to Denizli region was used in the research. For the aim of the project, 20 different vineyards were chosen in Honaz, Buldan and Bekilli locations in Denizli for the 2010 harvest date and total mold counts, mold floras and OTA production ability of selected isolates were determined. Total mold counts were determined between 3.57 and 6.05 \log_{10} CFU g^{-1} in unprocessed seedless raisin samples belong to 20 different vineyards in Denizli region during 2010. Total of 330 strains of filamentous fungi were isolated and 277 isolates belonged to *Aspergillus niger* (84 %), while other isolates belonged to other genus such as *Penicillium*, *Alternaria*, *Cladosporium*, *Mucor*, *Ulocladium* and *Stachybotrys spp.* were determined. In a total of 20 samples belonging to 2010 harvest date, OTA was detected in 7 samples (35%), and none of the 20 samples (100%) contained OTA exceeding current the European Union limit (10 $\mu g kg^{-1}$) set for dried vine fruits.

In order to observe total mold and black *Aspergilli* counts before and after harvest, OTA occurrence, pH, water activity (aw), brix and organic acid changes during drying 2 of Çal and 3 of Bekilli districts of Denizli were chosen for 2011 harvest. The grapes were harvested on 20 September 2011. The grapes belonging to different vineyards where each vineyard grapes were divided into 3 parts and the first part were dipped into potasa solution (P), the second part were naturel (N) and the third part were both dipped into potasa solution and ochratoxigenic mold *Aspergillus carbonarius* spore solution were applied during sun drying. Draw on the time, total mold and black *Aspergilli* counts were increased. It was found that grape position in the vineyard is an important factor for total mold counts ($p < 0.05$). Significant increase ($p < 0.05$) were detected among the samples for total mold counts during drying period of grapes. Beginning of the first week of the drying period, significant increase ($p < 0.05$) in black *Aspergilli* mold counts of the samples were detected except for the two samples dipped into potasa solution belonged to Buldan District (Y2PG, Y3PG) and one sample dipped into potasa solution and applied ochratoxigenic mold *Aspergillus carbonarius* spore solution belonged to Çal district (Ç3TG). On the other hand, the ochratoxigenic *Aspergillus carbonarius* contamination were not effected the last black *Aspergilli* mold counts of the samples

and no significant differences among ochratoxigenic *Aspergillus carbonarius* contaminated samples from the others. Significant decrease ($p<0.05$) among the samples in aw results during sun drying. The lowest aw results were detected for the samples dipped into potasa solution belonged to Çal district (Ç2PG), but the highest results were detected for the naturel samples belonged to Buldan district (Y1NG) at the end of drying period. During sun drying, significant increase in pH and brix, but significant decrease in total organic acid were detected. Only small amounts of OTA detected for the samples dipped into potasa solution belonged to Çal district (Ç2PG) and dipped into potasa solution and applied ochratoxigenic mold *Aspergillus carbonarius* spore solution belonged to Buldan district (Y3TG) in 2nd week of the drying period. Identification of black *Aspergilli* in raisin samples does not mean OTA occurrence in the samples. Thus, the ochratoxigenic molds can produce OTA only specific conditions.

After the drying period, the raisins were stored in polyethylene plastic bags for six months at room temperature. OTA occurrence were analyzed for all of the stored samples at the end of the drying period. While OTA level increased in two samples belonged to Çal district (Ç2PG, Ç2TG, Ç3TG) and decreased in one sample belonged to Buldan district (Y3TG). The results suggested that a possible restrictive effect on OTA production possibly due to endogenous microflora.

Keywords: Raisin, Sultana, *Aspergillus niger*, *Aspergillus carbonarius*, Organic acids

1. GİRİŞ

Asma (*Vitis vinifera*) dünyada kültürü yapılan en eski meyve türlerinden birisi olup asmacılığın tarihçesi M.Ö. 5000 yıllarına kadar dayanmaktadır. Asmanın anavatanı Anadolu'yu da içine alan ve Küçük Asya denilen bölgedir. Bu bölge Kafkasya'yı da kapsamaktadır. Asma, ılıman kuşak bitkisidir ve dünya üzerinde 30°- 40° kuzey ve güney enlemleri arasında yetişir. Asma diğer meyvelerden farklı olarak en fazla çeşide sahip olduğu düşünülen türlerden birisidir. Dünyada 10 000' in üzerinde çeşidi olduğu tahmin edilmektedir (Göktaş, 2008).

Üzüm, yüksek şeker içeriğinden dolayı, kalori değeri yüksek bir besin maddesidir. Ayrıca mineral maddelerden kalsiyum, potasyum, sodyum ve demir yönünden zengin olduğu gibi bazı vitaminler (A, B₁, B₂, B₃ ve C vitaminleri) yönünden de önemli bir kaynak olarak kabul edilmektedir (Nazlı, 2007). Yaş üzüm ile karşılaştırıldığında, kuru üzüm ve pekmez, su içeriğinin daha düşük olması nedeniyle, daha yüksek kalorili, demir ve kalsiyum mineralleri bakımından daha zengindir (Göktaş, 2008).

Üzüm, iklim ve toprak istekleri yönünden çok seçici olmayışı, çoğalma yöntemlerinin kolay oluşu ve çok çeşitli şekillerde tüketilebilmesi gibi sebeplerden dünyadaki en yaygın kültür bitkilerinden birisidir. Dünyada üretilen üzümlerin her yıl yaklaşık 700 ile 1 milyon 200 bin ton arasındaki bir miktarı kurutularak değerlendirilmektedir. Türkiye, ABD, Şili, İran, Güney Afrika Cumhuriyeti ve Yunanistan dünyanın en önemli çekirdeksiz kuru üzüm üreticisi ülkelerdir (Akova, 2009).

Günlük yaşamda insanlar artık tükettikleri gıda maddelerin içerdikleri besin öğelerinin yanı sıra bunlarda sağlığa zararlı olan bileşiklerin bulunup bulunmadığına önem vermektedir. Gıdaların bileşiminde bulunabilecek herhangi bir zararlı bileşik insan ve toplum sağlığını doğrudan etkilemektedir (Artık, 2007).

Tarımsal ürünlerin ve çeşitli gıda maddelerinin yapısında mikroorganizmalar ya doğal olarak bulunmakta veya dışarıdan kontamine olmaktadır. Bu mikroorganizmalar içinde küfler, gerek gıda maddelerinin bozulmasına yol açmaları gerekse oluşturdukları metabolitler nedeniyle zehirlenme ve hastalıklara neden olmalarından dolayı büyük önem taşımaktadır (Çelik, 2008). Mikotoksinler, çeşitli tarımsal ürünlerin hasat öncesinde ya da hasattan sonraki herhangi bir aşamada ürünün bileşimine dahil olan ve bazı küf türleri tarafından üretilen toksik metabolitlerdir (Sherif et al., 2009). Olumsuz şartlara maruz kalmış ve toksijenik küf gelişimi sonucu mikotoksin oluşumu gerçekleşmiş tarımsal ürünler tüketildiğinde insan ve hayvanlarda toksik etkiler oluşturmaktadır. “Mikotoksikozis” ise mikotoksin oluşmuş gıda ve yemlerin tüketilmesiyle ortaya çıkan hastalıklardır (Seo et al., 2005). Gıda ve yem maddelerindeki mikotoksin oluşumu hem hayvan hem de insan sağlığını tehdit etmektedir (Narayanasamy, 2006). Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım Örgütü (FAO) dünya gıda ürünlerinin her yıl en az % 25’ inin mikotoksinler tarafından etkilendiğini rapor etmiştir (Breyden, 2007; Park et al., 2007)

Küfler tarafından üretilen birçok mikotoksin olmasına rağmen gıdalarda en sık rastlananlar; aflatoksin (AF)’ ler, okratoksin’ ler, patulin, fumonisinler, zearalenone ve trikotesenler olarak sıralanabilir (Cast, 2003). Ülkemizde ilk mikotoksin problemi 1967 yılında Kanada'ya ihraç edilen fındıkların aflatoksin miktarı yüzünden geri çevrilmesiyle görülmüştür (Artık, 2007).

Üzüm fungal gelişmeye hassas olan meyvelerden biridir ve bu zamana kadar yapılan çalışmalar üzüm ve üzüm ürünlerinde en sık rastlanan mikotoksinin okratoksin A (OTA) olduğunu ortaya koymuştur (Şen ve Nas, 2010). Kurutulmuş üzüm çeşitleri sağlıklı gıdalar olarak bilinmekte ve aynı zamanda müsli, bisküvi, kek ve diğer gıda maddelerinde bileşen olarak yer almaktadırlar. Avrupa ülkelerinde diyetle bağlı OTA alımının % 50’ sinin tahıllardan alındığı tahmin edilmekle birlikte, insanların ve özellikle çocukların bu ürünleri büyük miktarlarda tüketmesinden dolayı kurutulmuş üzüm çeşitlerinin de ayrıca önemli bir OTA alım kaynağı olduğu düşünülmektedir (Barkai-Golan, 2008a).

Yapılan araştırmalara göre, genellikle çekirdekli veya çekirdeksiz kuru üzüm ve kuş üzümü gibi kurutulmuş üzüm ürünlerinde belirlenen OTA miktarlarının şarap ve üzüm suyunda tespit edilen miktarlara göre çok daha yüksek olduğu ifade edilmektedir.

Ülkemiz dünyada en büyük çekirdeksiz kuru üzüm üreticisi ve ihracatçısı konumundadır. Dünyadaki çekirdeksiz kuru üzüm ihracatının % 35-50'ini gerçekleştiren ülkemiz, dünya çekirdeksiz kuru üzüm fiyatlarının oluşmasında önemli etkiye sahiptir. Ülkemizde üretilen üzümün yaklaşık 2/3'ü çekirdekli 1/3'ü ise çekirdeksiz üzümünden oluşmaktadır (Anonim, 2012). Bu bağlamda Türkiye ekonomisine büyük bir katma değer kazandıran kuru üzümün sağlıklı bir şekilde üretilmesi ve dış pazarlara sağlıklı olarak sevk edilmesi son derece önemli bir konudur.

Bu çalışmada Denizli bölgesindeki bağlara ait yaş ve kuru üzümün küf floraları ve çekirdeksiz kuru üzümün OTA içeriklerinin belirlenmesi, geleneksel kurutma koşullarının üzümde meydana getirdiği fiziksel ve kimyasal değişimlerin gözlenmesi ve OTA oluşturduğu bilinen bir küf türü ile bulaşık üzümün geleneksel metodlarla kurutulması sonucu kontaminasyon toleransının belirlenmesi amaçlanmıştır.

1.1. Dünyada ve Türkiye' de Kuru Üzüm Üretimi ve Ticareti

Çekirdeksiz kuru üzümün dünya rekoltesi ortalama 725 bin ton civarında gerçekleşmekte olup, son üç yılda Çin, Hindistan ve Özbekistan verileri de eklendiğinde 1milyon tonun üzerine çıkmıştır. Ülkemiz rekoltenin %25' ine tekabül eden ortalama 250 bin ton üretim ile dünya sektöründe büyük paya sahiptir. Ülkemizde üretilen çekirdeksiz kuru üzümün yaklaşık %90' ı ihraç edilmektedir. Dünyadaki ihraç payımız ise %35-50 arasında değişmektedir. Ülkemiz ihracatının büyük bir bölümü Avrupa Birliği (AB) ülkelerine yapılmaktadır. Çekirdeksiz kuru üzüm yıllık 400-500 milyon dolar döviz geliri ile tarımsal ürünler bazında ilk üç sıra içerisinde yer alan önemli ihraç ürünlerindedir (Anonim, 2012; Sabuncuoğlu vd., 2008). Yıllar bazında Dünyada ve Türkiye' de kuru üzüm üretim miktarları Tablo 1.1' de 2012/2013 ihracat rakamları ise Tablo 1.2' de verilmiştir.

Ülkemiz, Dünya çekirdeksiz kuru üzüm üretiminde uzun yıllardır ABD ile birlikte ilk iki sırayı paylaşmaktadır. Türkiye'de özellikle çekirdeksiz üzümün elde edilen kuru üzümler dünya çapında üne sahiptir. Bundan dolayı Ege bölgesi' ndeki bağlarda değerli ihraç ürünü olan ve dış piyasalarda aranan çekirdeksiz kuru üzüm elde edilmesine yönelik olarak üretim yapılmaktadır. Ege bölgesinde yıllara göre çekirdeksiz kuru üzüm rekolte miktarları Tablo 1.3' de verilmiştir.

Tablo 1. 1. Yıllar bazında Dünyada ve Türkiye’ de kuru üzüm üretim miktarları (bin ton) (Anonim, 2012).

| Ülkeler | 2007/08 | 2008/09 | 2009/10 | 2010/11 | 2011/12 | 2012/13 [¥] |
|---------------|------------|------------|------------|-------------|-------------|----------------------|
| Türkiye | 225 | 310 | 270 | 249 | 269 | 286,57 |
| A.B.D | 241 | 255 | 243 | 259 | 270 | 248,27 |
| İran | 70 | 50 | 100 | 135 | 135 | 135,00 |
| Şili | 25 | 50 | 64 | 60 | 62 | 83,00 |
| Arjantin | 27 | 26 | 28 | 30 | 40 | 26,00 |
| G.Afrika | 29 | 28 | 17 | 29 | 19 | 19,20 |
| Avustralya | 15 | 9 | 14 | 12 | 5 | 10,60 |
| Yunanistan | 5 | - | 5 | 5 | 5 | 5,00 |
| Çin | *- | *- | *- | 130 | 120 | 150,00 |
| Hindistan | *- | *- | *- | 120 | 135 | 125,00 |
| Özbekistan | *- | *- | *- | 25 | 25 | 25,00 |
| TOPLAM | 637 | 728 | 741 | 1053 | 1085 | 1113,64 |

Kaynak : T.C. Gümrük ve Ticaret Bakanlığı Koopertifçilik Genel Müdürlüğü.

*: 2007/2008-2009/2010 yılında Çin, Hindistan ve Özbekistan’dan veriler alınmamıştır

¥: 2012/2013 yılı verileri tahminidir.

Tablo 1. 2. Dünya’ da ve Türkiye’ de 2012/2013 yılı ihracat rakamları (Anonim, 2012).

| ÜRETİCİ ÜLKENİN ADI | 2012/13 TAHMİNİ ÜRETİM MİKTARI (TON) | 2012/13 TAHMİNİ İÇ TÜKETİM MİKTARI (TON) | 2012/13 TAHMİNİ İHRACAT MİKTARI (TON) |
|------------------------|---|--|---|
| Yunanistan | 5000 | 4000 | 1000 |
| İran | 135000 | 20000 | 110000 |
| Türkiye | 286575 | 50000 | 230000 |
| Abd | 248274 | 168626 | 108299 |
| Hindistan | 125000 | 125000 | 0 |
| Özbekistan | 25000 | 0 | 0 |
| Çin | 150000 | 110000 | 40000 |
| Arjantin | 26000 | 5000 | 24000 |
| Avustralya | 10600 | 8600 | 3000 |
| Şili | 83000 | 7000 | 61000 |
| Güney Afrika | 19200 | 9000 | 10200 |
| TOPLAM | 1 113 649 | 507 226 | 587 499 |

Kaynak : T.C. Gümrük ve Ticaret Bakanlığı Koopertifçilik Genel Müdürlüğü.

Tablo 1. 3. Ege bölgesinde yıllara göre çekirdeksiz kuru üzüm üretimi için kullanılan bağ alanları ve üretim miktarları (Anonim, 2012).

| İŞ YILLARI | ALAN (Bin Dekar) | ÜRETİM MİKTARI (Bin Ton) |
|------------|------------------|--------------------------|
| 2002/03 | 794,2 | 231,0 |
| 2003/04 | 812,1 | 215,0 |
| 2004/05 | 820,9 | 305,0 |
| 2005/06 | 850,8 | 225,0 |
| 2006/07 | 861,6 | 256,0 |
| 2007/08 | 834,4 | 244,0 |
| 2008/09 | 850,8 | 349,0 |
| 2009/10 | 849,7 | 275,0 |
| 2010/11 | 849,7 | 248,5 |
| 2011/12 | 849,7 | 256,6 |
| 2012/13 * | 852,6 | 286,0 |

Kaynak : T.C. Gümrük ve Ticaret Bakanlığı Koopertifçilik Genel Müdürlüğü.

1.2. Gıda Maddelerinde Küf ve Mikotoksin Sorunu

Gıda maddeleri üzerinde üretim başlangıcından tüketildikleri zamana kadar koşullara bağlı olarak istenmeyen küfler gelişip istenmeyen bozulma ve değişikliklere neden olabilmektedir. Bazı küf türleri, belirli koşullarda ürünün tat ve bileşimini bozduğu gibi toksin özellik gösteren çeşitli ikincil metabolitlerde oluşturabilmektedir. Mikotoksin olarak nitelendirilen bu sekonder metabolitler insan ve hayvanlar tarafından tüketildiklerinde hastalık veya ölümlere neden oldukları gibi aynı zamanda ekonomik olarak da ciddi kayıplara neden olmaktadır (Sabuncuoğlu vd., 2008; Karaca, 2006).

Mikotoksikozis, mikotoksinlerin yol açtığı hastalıklara verilen bir addır ve küflerin gelişebilmesi için uygun ortama sahip sıcak ve nemli bölgelerde sıkça görülür. Mikotoksikozis, toksin içeren su veya çeşitli gıda maddelerinin sindirim sisteminden vücuda girdikten sonra toksinin türü, miktarı, alınan gün veya alınma miktarı, canlının veya organizmanın yaşı, cinsiyeti ve türü, çevresel koşullara bağlı olmak üzere, açık veya gizli infeksiyonlarla ortaya çıkar. Bir kez ve çok fazla miktarda alınan mikotoksinler, genellikle akut mikotoksikozislere neden olur. Latent infeksiyon gibi bazı durumlarda hiçbir klinik tablo görünmeyebilir ve atipik seyir izleyebilir (Anonim, 2009).

Karsinojenik, teratojenik (embriyonal zararlanmalar), tromorgenik (titreme ve refleks kayıpları sorunları), hemoraljik (doku ve organlarda kanama sorunları), dermatitik (deride lezyonlar), hepatoksik (karaciğer zararlanmaları), nefratoksik (böbrek sisteminde zararlanmalar), nörotoksik (sinir sistemi zararlanmaları) ve benzeri sağlık sorunları mikotoksikozisin neden olduğu zararlanmalara örnek olarak verilebilir (Topal, 2003).

Mikotoksinlerin neden olduğu hastalıklar çok eski zamanlardan beri bilinmektedir (Chu, 2006). Orta çağda, *Claviceps purpurea* (çavdar mahmuzu) kaynaklı ergot alkaloidlerinin neden olduğu, kutsal ateş (holy fire) olarak da adlandırılan ergotizm Avrupa’ da salgın hastalık haline gelmiş ve binlerce insanın ölmesine veya sakat kalmasına neden olmuştur (Peraica, 1999).

1942-1944 yılları arasında Rusya' nın Orenburg bölgesinde binlerce insanın ölümü ile sonuçlanan mikotoksikosis olayı "Alimentary Toxic Aleukia, ATA" (beslenmeye bağlı toksik etki ile kanda lökosit sayısının düşmesi sonucu oluşan lösemi) olarak tarihe geçmiştir. Bu büyük yıkıma, savaş nedeniyle zorunlu olarak tarlada hasat edilmeden bırakılan (kışlatılan) tahılların yol açtığı anlaşılmıştır (Anonim, 2000).

Tahıllar üzerinde üreyen *Cladosporium*, *Alternaria*, *Penicillium*, *Mucor* ve özellikle de *Fusarium* türlerinin oluşturduğu mikotoksinlerin ölüme neden olduğu açıktır. Bugün *Fusarium*' un T-2 toksininin yanında trikotesenlerin ölüme rol oynadığı bilinmektedir (Anonim, 2000). Bugün çok sayıda mikotoksinin insan ve hayvanlar için toksik etkili olduğu tespit edilmiştir (Doğan, 1999).

1960 yılı mikotoksinlerin kavranmasında dönüm noktası olmuştur. Bu tarihe kadar tarımsal ürünlerde meydana gelen küflenmenin sadece ekonomik anlamda önem arz ettiği düşünülürken, 1960' dan itibaren bu küflerin yüksek yapılı canlılarda hastalık oluşturduğunun belirlenmesi mikotoksinleri ilgi odağı haline getirmiştir. 1960 yılında İngiltere' de 100 000 hindi palazının, Amerika' da 1 000 000 genç Forelle' nin (alabalık) anı ölümü şaşkınlık yaratmış, hastalığa "Turkey-X hastalığı" ismi verilerek nedenleri araştırılmıştır. Sonunda hindi palazının yemlenmesinde kullanılan Brezilya kökenli küflü yer fıstığı küspesinden *Aspergillus flavus* izole edilmiş ve onun metaboliti olan difurankumarin yapının ölüme neden olduğu gösterilmiştir. Bu metabolite kökenini belirtmek için "Aflatoksin" adı verilmiştir (Doğan, 1999).

Ülkemizde ise mikotoksin problemi ilk defa 1967 yılında Kanada'ya ihraç edilen fındıkların aflatoksin miktarı yüzünden geri çevrilmesiyle görülmüştür. Antep fıstıklarında, kuru incirlerde, buğday, un ve ekmekte, süt ve mamullerinde aflatoksin oluşumu üzerine araştırmalar yapılmıştır (Artık, 2007).

Aspergillus, *Penicillium*, *Alternaria* ve *Fusarium* cinslerine mensup küf türleri mikotoksinlerin başlıca üreticileri olarak tanımlanmaktadır. Gıda maddelerinde problem oluşturan mikotoksinler, bunları üreten küf türleri ile bulunduğu ürünler Tablo 1.4' de verilmiştir.

Tablo 1. 4. Gıda maddelerinde problem oluşturan mikotoksinler, bunları üreten küf türleri ile bulunduğu ürünler (Tunail, 2000).

| Mikotoksin | Toksini üreten fungus türleri | Bulunduğu ürünler |
|---|---|--|
| Aflatoksin | <i>Aspergillus flavus</i> , | Yer fıstığı, fındık vb. yem, süt, peynir |
| Bisoklamikasin Sitrinin | <i>Aspergillus parasiticus</i> <i>Byssoschlamys fulva</i> | Meyve suları Pirinç, arpa ve unları, fasulye |
| Siklopiazonikasin | <i>Penicillium citrinum</i> , <i>Aspergillus terreus</i> | Un, fasulye, yem, et ürünleri |
| İzlanditoksin | <i>Penicillium aurantiogriseum</i> | Pirinç |
| Luteoksikrin (Flavomyelin) Maltorisin | <i>Penicillium griseofulvum</i> , <i>Aspergillus flavus</i> <i>Penicillium islandicum</i> | Pirinç, yem Malt embriyosu Tahıllar, sebzeler, domuz eti, balık ürünleri, malt |
| Okratoksin | <i>Penicillium islandicum</i> . | Meyveler, meyve suları, malt embriyosu |
| Patulin | <i>Aspergillus oryzae</i> <i>Penicillium expansum</i> | Pirinç, pirinç unu |
| Penisilikasin Psoralen Rubratoksin | <i>Aspergillus ochraceus</i> , <i>Aspergillus alutaceus</i> , <i>Penicillium verrucosum</i> | Sebze (kereviz) Tahıllar Delice otu |
| Sporidesmin | <i>Penicillium aurantiogriseum</i> | Buğday, yer fıstığı |
| Sterigmatosistin | <i>Penicillium cyclopium</i> | Tahıllar, fasulye, meyve ve sebzeler |
| Trikotesenler | <i>Penicillium expansum</i> , | Mısır, buğday, fasulye, pirinç, yem |

1.3. Önemli Mikotoksinler

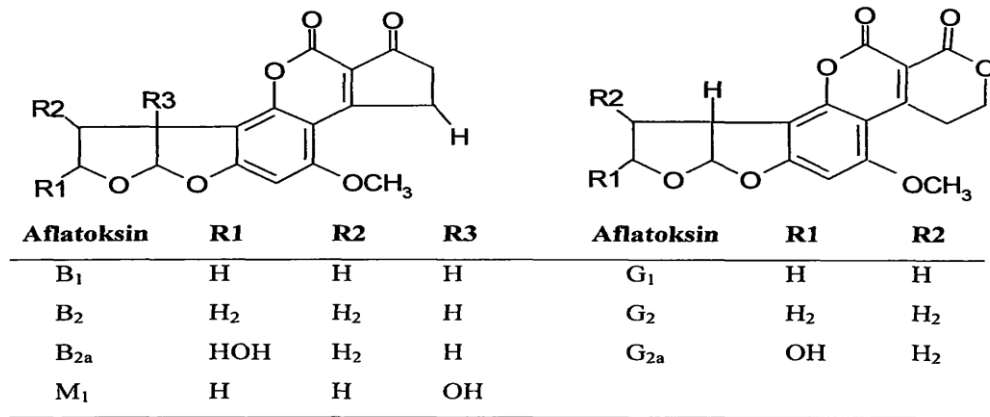
1.3.1. Aflatoksinler

Aflatoksin (AF)' ler, *Aspergillus flavus*, *A. parasiticus*, *A. nomius* ve *A. niger* gibi *Aspergillus* türleri tarafından üretilen oldukça toksik metabolitler grubudur (Maraqa et al., 2007; Desphande, 2002). AF' leri üreten en önemli *Aspergillus* türleri *A. flavus* ve *A. parasiticus* olarak belirlenmiştir ve bu türlerin birçok tarımsal üründe hem hasattan önce hem de depolama aşamasında geliştiği bildirilmiştir (Reimann, 2006).

AF' ler aynı zamanda *A. flavus* ve *A. parasiticus'* un belli suşları tarafından üretilen bir sekonder metabolit grubu şeklinde de tanımlanmaktadır (Artık, 2007).

AF' ler, bifurankumarin metabolitleri olarak gruplandırılmaktadır. Grubun en önemli bileşenleri AFB₁, AFB₂, AFG₁ ve AFG₂'dir (Artık, 2007). Grubun diğer üyeleri ise AF türevleri olarak adlandırılmaktadır (Karaca, 2006). AF' lerin doğada 18 farklı türevinin bulunduğu belirtilmektedir. AFB₁, mikotoksinler içerisinde insanlara karşı kanserojenik aktivite gösterdiği Dünya Sağlık Örgütü Uluslararası Kanser Araştırma Enstitüsü (WHO IARC) tarafından kanıtlanmış (1A grubu) tek mikotoksin olması bakımından ayrı bir önem taşımaktadır (Kabak, 2007).

Beyaz kristal formda, kloroform, metanol ve dimetil sülfoksit gibi kısmen polar çözücülerde çözünebilir ve suda ise 1 ile 20 µg/ ml oranında çözünebilir bileşikler olan AF' ler UV ışığı altında floresans vermelerine rağmen AFB₁ ve AFG₁' in floresans özelliklerinin zenginleştirilmesi için derivatize edilmeleri gerekmektedir (Desphande, 2002). AFB₁ ve AFB₂ mavi floresans üretirken, G₁ ve G₂ yeşil floresans üretmektedir. AFM₁, AFM₂, AFB₂A, ve AFG₂A olarak bilinen dört AF ise az miktarda floresans özellik göstermektedir. Süt inekleri gibi bazı hayvan türleri aflatoksinlerle bulaşık yemleri tükettiklerinde AFB₁ ve AFB₂' yi kısmi olarak metabolize etmekte ve bunların hidrosillenmiş türevleri olan AFM₁ ve AFM₂' ye dönüştürmektedir. AFB₁' in diğer metabolik türevleri ise AFP₁ ve AFQ₁' dir (Helferich, 2001). Şekil 1.1' de bazı aflatoksinlerin ve aflatoksin türevlerinin kimyasal yapıları görülmektedir.



Şekil 1. 1. AF ve AF türevlerinin kimyasal yapıları (Karaca, 2006).

Oluşturdukları toksik etki gücüne göre AF' ler AFB1 > AFG1 > AFB2 > AFG2 şeklinde sıralanmaktadır (Sabuncuoğlu vd., 2008). AFM1 ve AFM2, AFB1 ve AFB2'nin metabolikleri olup sütte bulunmaktadır (Karaman, 2006). Laktasyon sürecindeki hayvanların AFB1 ile kontamine olmuş yemleri tüketmesi sonucunda AFM1 ve AFM2 gibi metabolit ürünler süte geçmektedir. Salgılanan AFM1 miktarı yemde bulunan AFB1 miktarına bağlıdır ve hayvanın yemden aldığı AFB1' in yaklaşık %0,3 ile 6,2'si AFM1 olarak süte geçmektedir (Desphande, 2002; Kocasarı et al., 2012). AFM1, muhtemel kanserojenik madde (2B grubu) grubunda yer almaktadır (Şen ve Nas, 2012).

A. flavus bütün dünyada daha yaygın olarak bulunur. *A. parasiticus* ise daha fazla tropik ve subtropik iklim zonlarında görülür. Her ikisine de topraklarda sıklıkla rastlanır. Havada, canlı veya ölü hayvanlar ve bitkiler üzerinde de bulunurlar. Küflerin AF üretimleri; genetik potansiyel, çevre koşulları (aw, sıcaklık, substrat, pH, redoks potansiyeli) ve fungusla substratın bulaşması gibi faktörlere bağlıdır. Aflatoksin üreticisi olan *A. flavus* ve *A. parasiticus* diğer bazı *Aspergillus* türleri ile birlikte kserofilik küfler içinde yer alır (Karaca, 2006).

Penicillium' lar da birçok fungus cinsine oranla daha düşük minimum aw değerlerinde gelişebildiklerinden kserotolerant funguslara dahildir. *A. flavus* ve *A. parasiticus*, 10-12 °C ile 42-43 °C sıcaklık aralığında gelişir, optimum gelişme sıcaklıkları ise 42-43 °C dir (Anonim, 2000; Karaca, 2006).

AF üreten bu iki tür 2,1- 11,2 pH değerleri arasında gelişebilirken, AF üretimi için optimum pH istekleri 3,5-8,0 arasındadır. AF oluşturan küflerin en yüksek düzeyde AF oluşturmaları pH 5,0-6,0' da gerçekleşir. pH 4,0' ün altındaki ortamlarda gelişip toksin oluşturabilirlerse de hem misel gelişimi epey yavaşlar hem de toksin miktarı iyice azalır. Toksin sentezlenmesine en uygun substratlar glikoz, galaktoz ve sakkarozdur. Aflatoksin üreten *Aspergillus* türleri 0,78-0,84 aw aralığında gelişebilirken, mikotoksin üretimi için biraz daha yüksek, 0,83-0,87 aralığında, aw değerlerine ihtiyaç duyarlar (Anonim, 2000). *A. flavus* sadece AFB grubu aflatoksinleri üretirken, *A. parasiticus* hem AFB, hem de AFG grubu aflatoksinleri üretme kabiliyetindedir (Karaca, 2006).

AF' lerin kanserojenik, mutajenik ve teratojenik etkiye sahip olduğu tespit edilmiştir. AF' ler organizmanın esas fonksiyonlarını etkilerler, gelişmeyi durdurur. Karaciğer ve böbrek başta olmak üzere çeşitli organlarda kanser oluşumuna neden olur. AF yapısını oluşturan kumarin, RNA ve DNA mekanizmasını bozarak gelişmeye engel olur (Artık, 2007). Akut yani yüksek düzeyde toksinin bir kerede alımına bağlı olarak beliren ani aflatoksin zehirlenme vakaları çok yaygın değildir. Kronik aflatoksin hastalıkları ise bilhassa tropik ülkelerde gıda ile uzun süre AF alındığı takdirde gelişmektedir. Bu hastalıklar arasında karaciğer kanseri ilk sırayı almaktadır. Diğer bir kronik hastalık karaciğer sirozu ve hepatitistir (Karaca, 2006; Artık, 2007). 1974'de Hindistan'da, 15 ppm kadar yüksek düzeyde AF içeren kontamine mısırı yiyen 320 kişinin %25'i ölmüştür. Ancak bu kadar yüksek bir kontaminasyonla karşılaşma olasılığı çok azdır. Birçok araştırmada, çocuklarda görülen ve kusma, hipoglisemi, konvulsiyon (kıvrınma, çırpınma) ve koma ile karakterize olan, çoğu kez de ölümle sonuçlanan Reye's sendromu ile AF alımının ilişkisi olabileceği birçok araştırmada da ileri sürülmektedir (Özkaya ve Temiz, 2003).

Tahıl ve yem maddelerinin yanı sıra, yapılan birçok çalışma, deneysel şartlar altında incir, hurma, ananas, kiraz, böğürtlen, çilek ve üzüm gibi pek çok meyvenin *A. flavus* gelişimini ve dolayısıyla da AF oluşumunu desteklediğini ortaya koymaktadır. Bununla birlikte aflatoksine doğal olarak yalnızca aflatoksijenik fungi gelişimi için gerekli yüksek sıcaklık şartlarında yetişen incir, hurma ve turunçgiller gibi meyvelerde rastlanmaktadır (Jackson and Al-Taher, 2008; Juan, 2008).

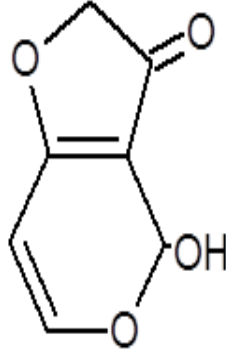
AF içeren gıdaların insan ve hayvan sağlığı açısından bu derece tehlikeli olması, gıda ve yemlerin AF' ler açısından sürekli olarak kontrol edilmelerini gerekli kılmıştır. Bugün ülkemizde yürürlükte olan "Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliği" ile birçok gıdada AFB₁ ve toplam AF düzeyleri sırasıyla en çok 4 ppb ve 15 ppb ile sınırlandırılmıştır.

1.3.2. Patulin

Patulin doymamış bir β -lakton olup genel formülü $C_7H_6O_4$ ve molekül ağırlığı 154,12 g/ mol olan bir moleküldür (Artık 2007).

Molekül yapısı 1949 yılında Woodward ve Singh tarafından belirlenmiş, aynı yıl, formülün doğruluğu Daiben ve Weisenborn tarafından tasdik edilmiştir (Desphande, 2002). Patulinin molekül yapısı Şekil 1.2.' de verilmiştir.

Enfekte olan ürünlerin tüketilmesi yolu ile patuline maruz kalan insanlarda mutajenik, teratojenik, hepatoksik, nefrotoksik ve genotoksik etkileri içeren ağır toksikozis ile sonuçlanabilmektedir. İnsanlarda mide bulantısı, böbrek tahribatı ile birlikte gastrointestinal travmayı da içeren akut etkiler görülmektedir. Yüksek dozlarda patulinin bağışıklık sistemini baskılayıcı rolünün bulunduğu belirtilmektedir (Barkai-Golan, 2008b).



Şekil 1. 2. Patulin' in Kimyasal Yapısı (Desphande, 2002)

Patulin elma, böğürtlen çeşitleri, mango, erik, şeftali ve domateste görülmekle birlikte, patulin kontaminasyonu en çok taze elmada mavi küf gelişimi ile birlikte, küflenmiş elmaların kullanılması sonucu elma suyunda ve elma şirasında görülmektedir (Jackson and Al-Taher, 2008).

Patulin; meyve sularındaki en önemli mikotoksindir. Bu toksin bir çok küf türü tarafından üretilirse de başlıca üreticisi *Penicillium expansum* olmak üzere *Byssosclamyces fulva* ve *B. nivea*' dir (Delage et al., 2003). *P. expansum* elma ürünlerinde patulin üreten başlıca küf olarak kabul edilmektedir.

Patulinin hayvanlar için akut toksik, genotoksik, teratojenik ve muhtemel immunotoksik bir madde olduğu belirlenmiştir. Vücuda patulin alımının insanlar üzerinde zararlı olduğunu gösteren kesin bir toksikolojik ve epidemiyolojik bir çalışma henüz yapılmamıştır. Bununla birlikte, bebek ve çocukların elma ürünlerinin başlıca tüketicisi olması ve uzun vadede patulinin etkilerinin henüz bilinmemesi sebebi ile bu ürünlerdeki patulin miktarının sınırlandırılmasına ihtiyaç duyulmuştur. Birçok ülke elma ürünlerindeki patulin miktarını 50 µg/ L veya daha düşük bir düzeyde sınırlandırmıştır (Jackson and Al-Taher, 2008).

Patuline elma ve elma ürünleri haricinde, hasadı yapılan diğer meyvelerde de sıklıkla rastlanmaktadır. Küflü taneler içeren üzümde ve enfekte meyvelerin depolanma sürecinde patulin üretimine rastlanabilmektedir. Şeftali, kayısı, vişne, frenküzümü ve zeytinde patuline rastlanmıştır. İsveç’ de 1995 yılında çocuklarda görülen ishal salgınının yüksek patulin içeren böğürtlenlerden kaynaklandığı tespit edilmiştir. Patuline aynı zamanda kuru incirde rastlandığı bildirilmiştir (Barkai- Golan, 2008b).

Patulin ile kontamine olmuş meyveler ile üretilen üründe de patulin bulunmaktadır. Meyvede patulin üretimi aw, pH ve meyvenin diğer karakteristikleri gibi faktörlere bağlıdır. Farklı elma çeşitlerinin pH ve asit içeriklerinin patulin üretimi üzerinde etkisi olduğu ifade edilmektedir (Morales et al., 2006). Patulin pastörizasyon sıcaklıklarında (örneğin 90 °C’ de 10 saniye) oldukça dayanıklı olduğundan, pastörizasyondan önce yüksek seviyede patulin içeren meyve sularında bu işlem patulin seviyesini düşürmede etkili bir uygulama değildir. Elma suyunun şaraba işlenmesi sırasında patulin ascladiol’ e indirgenmektedir. Ascladiol’ un elma suyunda bulunması, şıranın kalitesiz elmalardan elde edildiğinin bir göstergesidir (Moss, 2008).

Patulinin %20’ sinin elma suyunda bulunan katı bileşenlere bağlandığı belirtilmiştir. Katı kısım proteince zengindir ve patulinin bu protein kısmına bağlandığı düşünülmektedir. Bundan dolayı mevcut patulinin % 20 lik bir kısmının HPLC-UV analizi ile tespit edilemediği belirtilmekte ve bu yüzden de bulanık elma sularının patulin içeriğinin tam olarak değerlendirilemeyeceği belirtilmektedir (Baert et al., 2007).

Patulinin meyvelerdeki varlığı ile ilgili yapılan çalışmaların çoğu elma suları üzerine olmakla birlikte, diğer meyve sularında bu mikotoksinin varlığını inceleyen çalışmalar da mevcuttur. Almanya' daki üzüm sularının patulin seviyesinin 230 ve 5,2 µg/kg olduğu, İtalya' da armut, kayısı ve şeftali sularında ise sırasıyla 25, 12 ve 13 µg/l konsantrasyonlarında bulunduğu, bununla birlikte, Almanya' da vişne, frenküzümü ve portakal sularında 0,1-0,2 µg/kg düzeyinde patulin bulunduğu belirlenmiştir (Barkai- Golan, 2008b).

1.3.3. Alternaria toksinleri

Alternaria, meyve ve sebzeler ile tahıl ürünlerine hasat öncesi ve sonrasında zarar veren birçok türe sahip genel bir fungus cinsidir.

Uygun şartlar altında, bu cinslerin bazıları bir dizi mikotoksin ve başka metabolitler oluşturabilmektedir. *A. alternata* mikotoksin üreten en önemli türdür ve tahıllarda, ayçekirdeği tohumlarında, zeytinde ve çeşitli meyvelerde gelişebilmektedir. *A. alternata* suşları alternariol (AOH), alternariol monometil eter (AME), teniazonik asit (TEA), altenuen (ALT) ve alertoksinleri (AT) içeren kimyasal olarak farklı bir grup mikotoksini üretebilmektedir (Jackson and Al-TaHER, 2008).

Yapılan araştırmalar sonucunda *Alternaria* toksinlerinin mutajen olduğu, bronşial astım, pnömoni ve mikotik enfeksiyonlarda *Alternaria* türlerinin etkili olduğu tespit edilmiştir (Dıĝrak ve Ulukanlı, 2002).

Alternaria toksinleri ile kontamine olmuş gıdaların tüketilmesinin özofagus kanseri ile ilişkili olduğu belirtilmekte, birçok araştırma da AOH ve AME' in laboratuvar ortamında kültürü yapılmış insan ve hayvan hücrelerinde gen mutasyonuna neden olabileceğini ortaya koymaktadır (Pfeiffer et al., 2007). Halen gıdalardaki *Alternaria* toksinleri ile ilgili uluslararası spesifik yasal düzenlemeler belirlenmemiştir (Patriarca et al., 2007).

1.3.4. Okratoksin A (OTA)

Okratoksin (OT)' ler 1960'lı yılların ortalarında Güney Afrika'da, küflerin oluşturduğu yeni toksik metabolitlerin belirlenmesi için yapılan bir araştırmada, laboratuvar çalışması sırasında ortaya çıkmıştır.

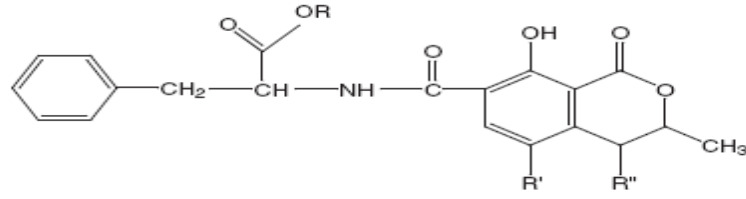
İlk olarak 1965'de *A. ochraceus*' dan izole edilmiştir ve "okratoksin" adı verilmiştir. Daha sonra yapılan çalışmalarla, birçok Avrupa ülkesinde ve Kuzey Amerika' da OTA' nın tahıllarda kontaminant olarak bulunduğu bildirilmiştir. OTB' nin de çok ender olarak bitki materyalinde bir kontaminant olarak bulunabileceği de son çalışmalarda ortaya çıkmıştır (Artık, 2007). OT' ler pek çok *Aspergillus* ve *Penicillium* cinsi küfler tarafından üretilen metabolitlerdir.

OT üreten *Aspergillus* cinsleri *A. ochraceus*, *A. sulphureus*, *A. sclerotinium*, *A. alliaceus*, *A. melleus*, *A. ostianus*, *A. petrakii* ve *Penicillium* cinsleri ise *P. purpurescens* Sopp., *P. commune* Thom., *P. viridicatum* Wes., *P. palitans*, *P. cyclopium* Westing, ve *P. variabile* dir.

Okratoksin üretimi sıcaklık ve nem gibi birçok değişkene bağlıdır (Desphande, 2002). OT' ler, L-fenilalanin'e bağlı izokumarin derivatıyla yakın ilişkili olan ve biyosentetik orijinli poliketid olarak isimlendirilen pentaketidlerden oluşmaktadır (Kabak, 2007). OT' ler kimyasal yapısı birbirine yakın yedi farklı tipi olan fungal metabolitlerdir (Chu, 2006). Gıdalarda en sık görülen ve en toksik tipi okratoksin A (OTA)' dır (Helferich, 2001). OT' lerin kimyasal yapıları Şekil 1.3' de verilmiştir.

OTA kemirgenlere karşı karsinojeniktir. Teratojenik, immünotoksik ve muhtemelen nörotoksik ve genotoksik özelliklere sahiptir. OTA, 1993 yılında Dünya Sağlık Örgütü Uluslararası Kanser Araştırma Enstitüsü (WHO IARC) tarafından olası insan karsinojeni (2B grubu) sınıfına alınmıştır (Onan ve Çoban, 2006).

Ayrıca bileşiğin Balkan yarımadasının merkezindeki kırsal bölgelerde rastlanan, öldürücü bir böbrek hastalığı olan "Balkan Endemik Nefropati" sinden (Jackson and Al-Taher, 2008) ve üriner bölge tümörlerinden sorumlu olduğu ifade edilmektedir (Battilani et al., 2003).



| R | R' | R'' | |
|----|----|-----|--|
| H | Cl | H | Ochratoxin A (OT-A) |
| H | H | H | Ochratoxin B (OT-B) |
| Et | Cl | H | Ochratoxin C (OT-C) (OT-A ethyl ester) |
| Me | Cl | H | OT-A methyl ester |
| Et | H | H | OT-B ethyl ester |
| Me | H | H | OT-B methyl ester |
| H | Cl | OH | 4-OH OT-A |

Şekil 1. 3. Okratoksinlerin kimyasal yapısı (Desphande, 2002).

Çeşitli araştırmalar OTA' nın, karsinojenik, genotoksik, teratojenik, immunotoksik ve nefrotoksik etkilerinin yanı sıra DNA kırılmaları, protein sentezinin inhibisyonu, glikoneogenezis, lipid peroksidasyonu, mitokondrideki oksidatif fosforilasyonun bozulması, kanın pıhtılaşmasının engellenmesi ve apoptozise neden olduğunu ortaya koymuştur. Bu yüzden OTA' nın gıdalardaki varlığı insan sağlığı açısından büyük önem taşımaktadır (Soyöz, 2002).

OTA, UV ışığı altında mavi floresans veren kristal yapıda renksiz bir bileşiktir. OTA etanolde, derin dondurucuda bir yıldan fazla bir süre saklanabilir. Gün ışığında ve floresans ışıkta birkaç günde parçalanabilir (Artık, 2007). Polar organik çözücülerde çözünürlüğü yüksek, suda çözünürlüğü düşüktür ve sodyum bikarbonat çözeltilerinde çözünebilir. Asit hidrolizi sonucunda fenilalanin ve optikçe aktif bir lakton asidi olan okratoksin α meydana gelir. OTA kısmen kararlı bir molekül olup, gıda proseslerinin pek çoğuna karşı yapısını belirli ölçüde muhafaza edebilmektedir. Biyolojik sistemlerde serum albumin' e bağlanır (Desphande, 2002).

P. verrucosum ve *A. ochraceus*' u da içeren küfler ağırlıklı olarak tahıl tanelerini, kahve ve kakaoyu enfekte edebilmektedir. Avrupa' nın soğuk ve nemli bölgelerinde *P. verrucosum* daha önemli iken, *A. ochraceus* daha sıcak iklimlerde bulunmaktadır. Bununla birlikte, normal fungiden etkilenmiş üzümde elde edilen ürünlerde yukarıda bahsi geçen OTA üreten fungusların varlığı belirlenememiştir. *A. niger*' in nigri (siyah aspergilli) alt şubesi üyelerinin, özellikle de *A. carbonarius*, üzüm ürünlerinde kolonileşmeden ve OTA üretiminden sorumlu olan türler olduğu belirtilmektedir. Bunlar genellikle sporlarını hava ile nakleden toprak kökenli türler olup Akdeniz, tropik ve subtropik iklimlerinde olgunlaşan ürünlere kontamine olabilmektedirler (Jackson and Al-Taher, 2008).

İn vitro çalışmalar *A. carbonarius* suşlarının çok azı 15 °C' nin altında olmak üzere optimum 30- 35 °C' de geliştiğini göstermektedir. OTA' nın 35 °C' de nadiren belirlenmesine rağmen, fungal çoğalmanın bu sıcaklıkta maksimuma ulaştığını bildirilmiştir. *A. carbonarius* gelişimi için optimum aw değerinin 25- 30 °C' ler arasında 0,930 ile 0,987 aralığında olduğu belirlenmiştir (Barkai-Golan, 2008c).

OTA varlığı belirlenen gıdaların başlıcaları; hububat ve ürünleri, bira, şarap, üzüm, kahve çekirdekleri, kurutulmuş meyveler, kabuklu yemişler (Abdulkadar et al., 2004; Bokhari, 2007; Zhang et al., 2011), un, pirinç, buğur ve arpa (Şevitürk ve Gönülalan, 2006), baharatlar (Shundo et al., 2009; Zaied et al., 2010) domuz eti ve et ürünleri, süt ve süt ürünleri ve yumurtadır (Palumbo et al., 2007; Sørensen et al., 2010). OTA belirlenen meyve ve sebzeler ile meyve ve sebze ürünleri ise; incir, kuru üzüm, kuru kayısı, kuru erik, şarap, pekmez, sirke, frenk üzümü, domates, havuç ve elma gibi meyve suları şeklinde özetlenebilir (Barkai-Golan, 2008c).

OTA içeren gıdaların tüketilmesinin muhtemel sağlık problemlerine neden olacağı düşünülmesi bu mikotoksinin çeşitli gıda ve yemlerde sürekli kontrol edilmesini gerektirmektedir. Bunun üzerine, AB ülkeleri kavrulmuş kahve (5 µg/kg), instant kahve (10 µg/kg), işlenmemiş tahıllar (5 µg/kg), işlenmiş tahıl ürünleri (3 µg/kg), bebek mamaları ve işlem görmüş tahıl kaynaklı bebek ve çocuk gıdaları (0,5 µg/kg), üzümde yapılan şaraplar (2 µg/kg), üzüm suları (2 µg/kg) ve kurutulmuş üzümler (10 µg/kg) gibi gıda maddelerinde OTA için maksimum miktarlar tespit etmişlerdir (Anonymous, 2007).

Bugün ülkemizde yürürlükte olan "Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliği" ile birçok gıdada OTA düzeyleri sırasıyla en çok 0,5 ppb ve 80 ppb ile sınırlandırılmıştır (Anonim, 2012)

1.4. Kuru Üzümde OTA Problemi

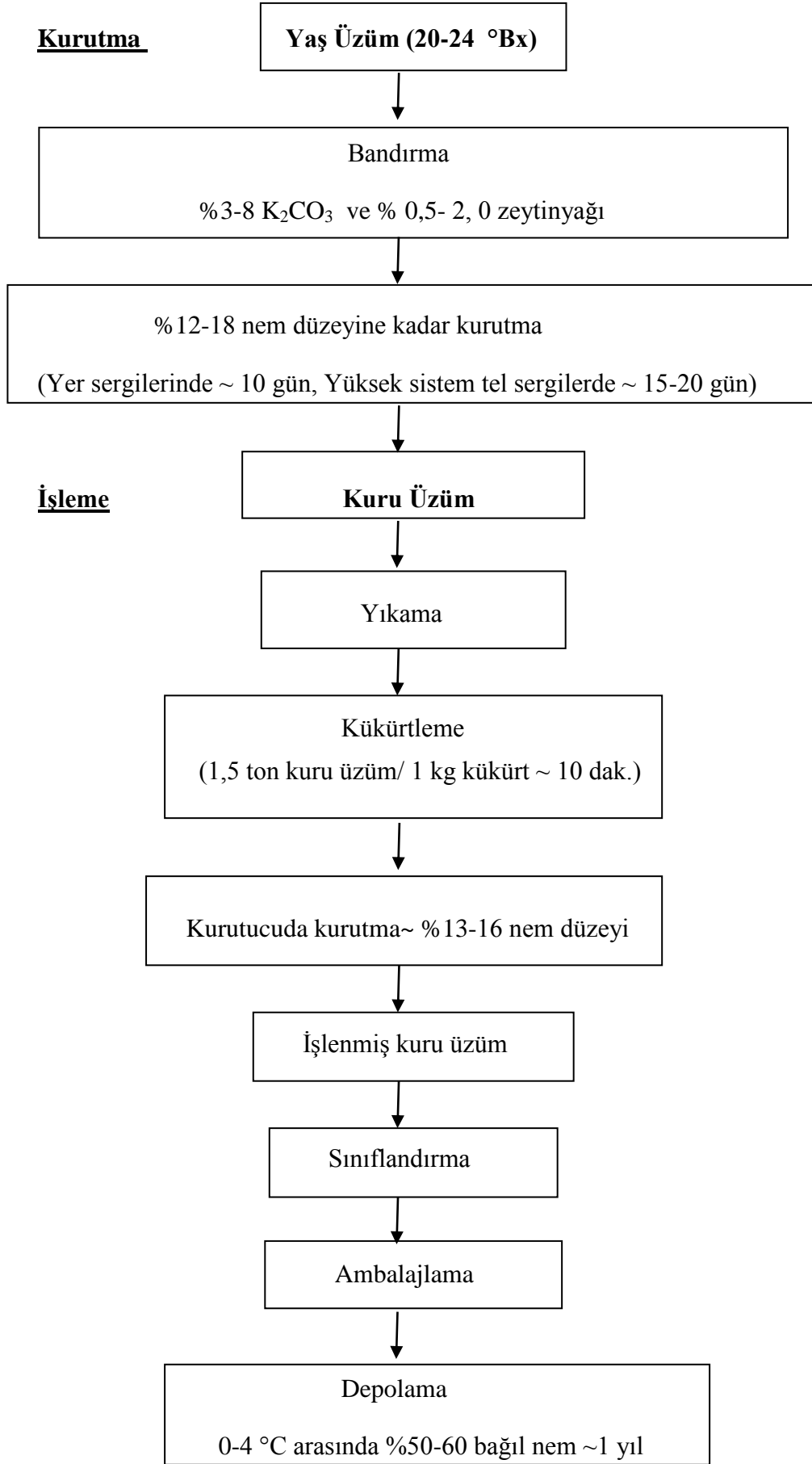
1.4.1. Üzümlerin kurutulması

Gıdaların kurutularak dayandırılmaları yöntemi, insanın doğadan öğrendiği ve bu yüzden ilk çağlardan beri uygulanmakta olan en eski muhafaza yöntemidir (Cemeroğlu ve Özkan, 2004a). Kurutma olarak tanımlanan işlem nem çıkarılması nedeniyle aynı zamanda ısı ve kütle transferidir (Okos et al., 2006). Bu işlemin en önemli amacı ürünlerin besin değerinde en az kayıpla bozulmadan uzun süre dayanmalarını sağlamaktır.

Ülkemizde yetiştiriciliği özellikle Ege Bölgesi'nde yapılmakta olan Sultani çekirdeksiz üzüm çeşidinin büyük bir çoğunluğu kurutularak gerek içi gerekse de dış piyasaya arz edilmektedir. Bölgede bağ bozumunu takiben kurutma işlemi hava şartlarına bağlı olarak ağustos, eylül ve ekim aylarında yapılmakta, çoğunlukla da kurutma işlemi güneşte kurutma şeklinde gerçekleştirilmektedir (Akdeniz, 2011).

Kuru üzüm üretim akış şeması Şekil 1.4' de verilmiştir. Çekirdeksiz kuru üzüm hasadına üzümlerin SÇKM değerlerine bakarak karar verilir. Tanede suda çözünür kuru maddenin hasat olgunluğu seviyesine yükselmesi ise arazi şartlarında bomeareometresi (potasa derecesi) veya el refraktometresi ile kolaylıkla tespit edilebilmektedir. Sultani Çekirdeksiz Üzüm çeşidinin en iyi kuruma randımanı verdiği refraktometrik derece 22-23 °Bx dir (Akdeniz, 2011).

Ülkemizde çekirdeksiz üzümün tümü "Soğuk Bandırma" yapılarak güneşte kurutulmaktadır. Bu yöntemde üzümler, %3-8 potasyum karbonat (K_2CO_3) ve % 0,5-2,0 zeytinyağı ile hazırlanmış olan ortam sıcaklığındaki bandırma çözeltisine 1-2 dakika süre ile bandırılmaktadır. Bu çözeltiye aynı zamanda "potasa çözeltisi" de denilmektedir. Bu uygulama ile tane yüzeyindeki mum (wax) tabakasının monomoleküler yapısı bozulmakta ve tane kabuğunun su geçirgenlik özelliği artmaktadır. Bandırma işleminin yapılmaması durumunda kuruma süresi yaklaşık iki kat uzamaktadır (Yağcıoğlu, 1999; İnan, 2012).



Şekil 1. 4. Kuru üzüm üretim akış şeması

K_2CO_3 higroskopik özellikte bir madde olması nedeniyle üzümün yapısında bulunan suyun dışarı çıkışını kolaylaştırmakta ve kabuktaki oleanolik asit gibi kimi serbest asitleri nötralize ederek kuruma hızını arttırmaktadır (Yağcıoğlu, 1999; İnan, 2012).

Bandırılmış üzümler kurutma işleminin gerçekleştirileceği “sergi” olarak adlandırılan yerlere taşınırlar. Serme işlemi sergi tipine göre değişiklik göstermektedir. Üzüm kurutmada yer tipi (Toprak sıvama, kağıt, propilen kaneviçe ve beton tipi sergiler) ve yüksek sistem tel sergiler (tek sıralı veya çift sıralı) olmak üzere iki farklı sergi sistemi mevcuttur. Bandırılan üzümler yer tipi sergilere $10-12 \text{ kg/m}^2$, yüksek sistem tel sergilere ise tek sıralı sistemlerde 45 kg/m^2 , çok sıralı sistemlerde 60 kg/m^2 ürün düşecek şekilde serilir. Bu şartlar altında kurutma işlemi yer sergilerinde hava sıcaklığına bağlı olarak yaklaşık 10 gün, yüksek sistem tel sergilerde ise 15-20 günde tamamlanır. Kurutma işlemi üzümlerin nem oranı %12-18'e geldiğinde sonlandırılmaktadır. Kurutma işlemi süresince 2-3 defa %2-3 konsantrasyonda potasa çözeltisi püskürtülür (Cemeroğlu ve Özkan, 2004b; Akdeniz, 2011).

Kurutma işleminin sonuna gelindiğinde yer sergilerinde kurutulan üzümler sergiden kaldırılmadan 1 gün önce tahta tırmıklarla karıştırılarak kurutma ve renk homojenliğinin sağlanmasına çalışılır.

Üzümler toplama aşamasında serginin ortasına toplanıp danelenir ve kalburlarla elenerek saplarından ayrılır ve çuvalara doldurularak üzüm işleme tesisine gönderilirler. İşletmeye gelen üzümler basınçlı su ile yıkanarak yabancı maddelerinden arındırılır. Kuruma sırasında oluşmuş esmerleşmeyi düzeltmek için üzümler henüz ıslakken kükürtleme odasına alınır ve 1,5 ton kuru üzümüne yaklaşık 1 kg kükürt yakılarak elde edilen kükürt dioksit (SO_2) gazına 10 dakika süreyle maruz bırakılır. Daha sonra henüz dane içine işlememiş olan su bir yapay kurutucu yardımıyla uzaklaştırılır. Son olarak irilik ve rengine göre sınıflandırılan kuru üzüm paketlenerek piyasaya sevk edilir. Bu şekilde elde edilen kuru üzümler $0-4 \text{ }^\circ\text{C}$ arasında %50-60 bağıl nemli depoda, şekerlenmeksizin 1 yıl süreyle depolanabilirler. Üzümler en fazla %15-20 nem içermeli, daha uzun süre depolanacak üzümlerin ise nem içeriği daha düşük düzeyde olmalıdır (Cemeroğlu ve Özkan, 2004b).

Üzüm, OTA üreten küflerin gelişebileceği ve toksin oluşturabileceği hassas ürünlerden bir tanesidir. Üzümde elde edilen ürünlerde OTA oluşumuna hasat öncesi koşulların etkisini inceleyen pek çok araştırma yapılmasına rağmen, diğer gıdalarda toksin üretimine bu koşulların nasıl bir etkisinin olduğuyla ilgili bilinenler oldukça sınırlıdır. Bağın yeri, hava şartları, üzüm çeşidi ve bağ işletmeciliği gibi hasat öncesi koşulların üzüm ve üzümde elde edilen ürünlerde OTA miktarını etkilediğine inanılmaktadır (Barkai-Golan, 2008c).

1.5. Üzümlerde Küf Florası

Bir gıda maddesinde veya tarımsal bir üründe OTA oluşumundan bahsetmek için öncelikle o gıda maddesine küflerin, dahası toksijenik küflerin bulaşması en önemli unsurdur. Mikotoksin oluşumunu etkileyen birçok faktör bulunmakla beraber bunların başında çevresel faktörler gelir. Tarım ürünü veya gıdanın nem içeriği, atmosfer bağıl neminden etkilendiğinden sıcaklıkla birlikte bağıl nem öncelikle küf sporlarının çimlenmesini ve misellerin gelişmesini ardından da toksin oluşumunu etkileyen en önemli faktördür. Tarım ürününün veya gıdanın çeşidi, kimyasal kompozisyonu, ürünün yetiştirildiği klima zonu, ürünün olgunluk durumu, hasat, işlemler, depolama bulaşan küflerin spektrumuna etki eden diğer faktörlerdir. Her şeyden önce tarımsal ürünün veya gıdanın küf spektrumunda bulunan küflerin potansiyel mikotoksin üreticisi olup olmadıkları önem taşır. Kontamine küfler mikotoksin üreticisi olsalar bile toksinin sentezlenmesine; ürünün nem içeriği, sıcaklık, işleme ve depolamada havanın bağıl nemi etkindir. Ayrıca atmosferik oksijen, diğer modifiye atmosfer gazları, ışık, süre, pH gibi faktörlerin de etkisi vardır (Anonim, 2000).

OTA çeşitli gıdalarda kolonize olabilen birçok küf türü tarafından üretilebilmektedir. *P. verrucosum* ve *A. ochraceus*' u da içeren küfler ağırlıklı olarak tahıl tanelerini, kahve ve kakaoyu enfekte edebilmektedir. Avrupa' nın soğuk ve nemli bölgelerinde *Penicillium verrucosum* daha önemli iken, *A. ochraceus* daha sıcak iklimlerde bulunmaktadır. Bununla birlikte, üzümde elde edilen ürünlerde yukarıda bahsi geçen OTA üreten fungusların varlığı belirlenmemiştir. 1996' ya kadar *A. niger* var. *niger*' in OTA üretebildiği rapor edilmesine rağmen, üzümlerde yalnızca *Aspergillus ochraceus*' un OTA ürettiği düşünülüyordu. 1996 yılında Zimmer ve Dick (1996) tarafından üzüm suyu ve şarapta önemli miktarlarda belirlenen OTA kaynağının

siyah sporlu iki *Aspergillus* türü olan *A. carbonarius* ve *A. niger* olduğu belirtilmiştir. *A. niger*' in nigri (Siyah Aspergilli) ve *Circumdanti* alt şubesi üyelerinin, özellikle de *A. carbonarius*' un üzüm ürünlerinde kolonileşmeden ve OTA üretiminden sorumlu olan türler olduğu belirtilmektedir. Bunlar genellikle sporlarını hava ile nakleden toprak kökenli türler olup Akdeniz, tropik ve subtropik iklimlerde olgunlaşan ürünlere kontamine olabilmektedirler (Jackson and Al-Taher, 2008).

Birçok tarımsal üründe ve işlenmiş gıda maddesinde olduğu gibi yaş ve kuru üzümün küf florasını konu alan çeşitli çalışmalar yapılmış ve dünyanın çeşitli bölgelerinden çok farklı sonuçlar elde edilmiştir. Kuru ve yaş üzümde küf florası ve OTA üreticisi olan türlerin OTA üretim kapasitelerinin belirlenmesi üzerine bir çalışma yürüten Aşkun (2002), 1999-2002 yılları arasında İzmir ve Manisa illerinden 23 bağdan 35' i yaş, 20' si kuru olmak üzere toplam 55 kuru ve yaş üzüm numunesi toplamış, yaş üzümde 70, kuru üzümde ise 56 küf türü izole etmiştir. İzole edilen küflerin %55' i *Aspergillus* cinsine, %29' u *Penicillium* cinsine, %16' sının ise *Fungi imperfecti* cinsine ait olduğu tespit edilmiştir. Araştırmacı potansiyel okratoksijenik 3 adedi *Penicillium* ve 18 adedi *Aspergillus* cinsine ait 22 suşu belirlemiş ve bu suşların 12 (%54) adedinin 0,2-5,0 ppb aralığında OTA ürettiğini tespit etmiştir. Çalışmada toplam 323 izolat alınmış, bunların sadece 12 (%3,71) adedinin OTA ürettiği belirlenmiştir. Bu çalışmada okratoksijenik olduğu tespit edilen suşlar, *A. carbonarius*, *A. foeditus* var. *pallidus*, *A. alutaceus* ve *P. viridicatum* suşlarıdır. Çalışmada yalnızca örneklerin küf yüklerinin belirlenmesi, küf türlerinin tanımlanması ve okratoksijenik türlerin OTA üretim miktarlarının belirlenmesi işlemleri gerçekleştirilmiş, ancak gerek yaş, gerekse kuru üzüm örneklerinin OTA miktarları tespit edilmemiştir. Araştırmacı, gerek yaş gerekse kuru üzümde OTA oluşturabilecek küf türlerinin varlığını ortaya koymuştur.

Kuru ve yaş üzümün küf florası, bağda salkım pozisyonunun fungal çeşitliliğe etkisi üzerine Pateraki (2008) tarafından yapılan bir çalışmada, araştırmacı, Yunanistan' da bulunan 2004-2005 sezonunda 3 ve 2005-2006 sezonunda 9 olmak üzere toplam 12 çekirdeksiz üzüm bağını incelemeye almıştır. Bağlardan elde edilen izolatların %40' ı *A. niger*, %15' i *Penicillium* spp. %15' i yabancı mayalar, %13' ü *Rhizopus* spp., %7' si *Botrytis* spp., %4' ü *A. carbonarius* ve %2' sinin *Cladosporium* spp. olduğu belirlenmiştir.

Gerek hasat öncesinde, gerekse de hasat sonrasında kurutma aşamasında üzümlerde baskın tür *A. niger* olmuş ve *A. carbonarius* yalnızca daha düşük rakımda (deniz seviyesinin 500 m ve altında) bulunan bağlardan her iki hasat sezonu için izole edilmiştir. Buna karşın küflerin OTA üretim miktarlarında kurutma zamanının ve rakımın önemli olmadığı sonucuna varılmıştır.

Aşkun et al. (2007) tarafından yapılan bir çalışmada 1998-2000 yılları arasında 94 bağdan ve 35 paketlenme ünitesinden alınan toplam 129 kuru üzüm örneğinin küf florası belirlenmiştir. Araştırmada aynı zamanda küf teşhisi için kullanılan Dichloran Glycerol Agar ve Rose Bengal Chloramphenicol Agarların karşılaştırılması da yapılmıştır. Dichloran Glycerol Agar ile yapılan ekimler sonucu 53 adet, Rose Bengal Chloramphenicol Agarla yapılan ekimler sonucu ise 74 adet küf türü izole edilmiştir. Buna göre küf çeşitliliği belirlemede Rose Bengal Chloramphenicol Agar'ın küf çeşitliliğinin belirlenmesinde daha etkin sonuçlar verebileceği sonucuna varılmıştır. Ayrıca tespit edilen türlerin bazıları bir besiyeri ortamında belirlenebilirken, bazıları ise diğer besiyeri ortamında tespit edilebilmiştir. Tespit edilen türler arasında 31 adet *Aspergillus* spp., 2 adet *Alternaria* spp., 4 adet *Cladosporium* spp., 43 adet *Penicillium* spp., 1'er adet de *Stachybotrys* ve *Trichoderma* türleri bulunmaktadır.

Magnoli et al. (2004), Arjantin piyasasında satışa sunulan 31 siyah ve 19 beyaz kuru üzüm örneğini incelemiş, siyah kuru üzümlerden; *A. niger* var. *niger*, *A. niger* var. *awamori*, *A. carbonarius*, *A. foeditus*, *A. flavus*, *A. japonicus* var. *japonicus*, *A. japonicus* var. *aculeatus*, *A. parasiticus*, *A. fumigatus*, *A. sydowii*, *A. puniceus* ve *A. sparsus* cinslerini, beyaz kuru üzümlerden ise; *A. niger* var. *niger*, *A. niger* var. *awamori*, *A. carbonarius*, *A. foeditus*, *A. flavus*, *A. japonicus* var. *japonicus* ve *A. japonicus* var. *aculeatus* cinslerini izole etmiştir. Her iki kuru üzüm türü için baskın olan küf suşları *A. niger* var. *niger* (%75), *A. niger* var. *awamori* (%80), *A. carbonarius* (%45) olduğunu belirlemiştir.

Avrupa ve Akdeniz ülkelerinde, gerek şaraplık üzüm çeşitleri, gerekse de kuru üzümler ile yapılan çalışmaların çoğu siyah sporlu *Aspergillus*ların (*A. niger* var. *niger*, *A. foeditus*, *A. carbonarius*, *A. aculeatus* v.b.) florada baskın tür olduklarını ortaya koymaktadır (Battilani et al., 2006; El Khoury et al., 2008).

Üzüm ve kuru üzümlerle yapılan çalışmaların çoğunda en güçlü OTA üreticisi küf türü olarak kabul edilen *A. carbonarius* belirlenmesine rağmen bazı çalışmalarda bu küf türünün varlığına rastlanmamıştır. Nitekim, Aşkun (2002) Türkiye’ de, Lasram et al. (2012) Tunus’ da, Luchetta (2010) İtalya’ da yetiştirilen üzümlerden *A. carbonarius* izole etmişler, buna karşın Abrunhosa et al. (2001) tarafından yapılan bir çalışmada Portekiz’ de yetiştirilen üzümlerde araştırmacılar *A. carbonarius*’ a rastlamamışlardır.

1.6. Kuru Üzümlerde OTA Varlığı

Kurutulmuş üzüm çeşitleri sağlıklı gıdalar olarak bilinmekte ve aynı zamanda müsli, bisküvi, kek ve diğer gıda maddelerinde bileşen olarak yer almaktadırlar. Avrupa ülkelerinde diyetle bağlı OTA alımının % 50’ sinin tahıllardan alındığı tahmin edilmekle birlikte, insanların, özellikle çocukların, bu ürünleri büyük miktarlarda tüketmesinden dolayı kurutulmuş üzüm çeşitlerinin de ayrıca önemli bir OTA alım kaynağı olduğu düşünülmektedir (Barkai-Golan, 2008).

Kuru üzüm çeşitleri şaraplık üzümlerden OTA kontaminasyonu açısından daha büyük risk altındadır. Çünkü kurutma süreci süresince *A. carbonarius*’ un *A. niger*’ e oranı artmaktadır. Hasattan önce *A. niger* dominant türdür ve bu tür *A. carbonarius*’ a göre daha düşük miktarlarda OTA üretmektedir. Bununla birlikte kurutma *A. carbonarius* gelişimini desteklemekte ve bu türün hemen hemen tüm suşları genelde 0,92 aw değerinde OTA üretebilmektedir. Düşük sıcaklıklarda toksin üretimi desteklendiğinden, güvenli bir aw değerine kadar 30 °C’ nin üzerinde hızlı bir kurutma işlemi muhtemelen OTA üretimini azaltacaktır (Hocking et al., 2007). Kurutma süreci süresince havanın nem miktarında kısa süreli artış bile üründe OTA üretimini arttırabilmektedir (Ostry et al., 2002). Kuru üzümde OTA varlığı ile ilgili yapılan bazı çalışmalar Tablo 1.5’ de belirtilmiştir.

Tablo 1. 5. Kuru üzümde OTA varlığı ile ilgili çalışmalar

| Örnek Türü | Örnek Sayısı | Pozitif Örnek Sayısı ve %' si | Örnek Sayısı ve %' si (Oluşum Seviyesi* >10 µg/kg) | Ortalama Oluşum Seviyesi (µg/kg) | Maksimum Oluşum Seviyesi (µg/kg) | Kullanılan Metod | Kaynak |
|---|--------------|-------------------------------|--|----------------------------------|----------------------------------|------------------|-------------------------|
| Kuru üzüm | 36 | 36 (%100) | 4 (%11,2) | 4,6 | 63,6 | HPLC | Ostry et al., 2002 |
| Çekirdeksiz Kuru Üzüm-İşlenmemiş (Sultani) | 264 | 179 (%67,8) | 26 (%9,8) | 3,4 | 54 | HPLC | Meyvacı et al, 2005 |
| Kuru Üzüm ve Kuş Üzümü | 118 | 96 (%84) | 5 (%4) | 2,32 | 34,6 | HPLC | Möller et al., 2003 |
| Kuru Üzüm ve Kuş Üzümü | 60 | 53 (%88) | 10 (%16) | 5,6 | 53,6 | HPLC | Mc Donald et al., 1999 |
| Çekirdeksiz Kuru Üzüm ve Kuş Üzümü İşlenmiş | 81 | 60 (%74) | - | 2,6 | 13,8 | HPLC | Stefanaki et al., 2003 |
| Kuru üzüm (Sultani) | 1885 | 1710 (%91) | 11 (%0,6) | 1,36 | 100 | HPLC | Aksoy et al., 2007 |
| Kuru üzüm | 7 | 2 | 0 | 1,1 | 1,2 | HPLC | Abdulkadar et al., 2004 |
| Kuru üzüm (sultani) | 53 | 28 (%53) | 2 (%3,8) | 5,15 | 58,04 | HPLC | Bircan, 2009 |
| Kuru üzüm ve Kuş üzümü | 301 | 286 (%95) | 28 (%9) | 3,8 | 40,8 | HPLC | Anonymus, 1999 |
| Kuru üzüm | 85 | 67 (%79) | 3 (%4) | 2,29 | 26,6 | HPLC | Lombaert et al, 2004 |
| Kuru üzüm (sultani) | 66 | 39 (%59) | 3 (%5) | 3,11 | 26 | HPLC | Lombaert et al, 2004 |

Oluşum Seviyesi*; Avrupa Birliği Ülkelerinin Direkt İnsan Tüketimi İçin Kuru Üzümde Belirlediği Limit Değer 10 µg/kg olarak belirlenmiştir (Anonymous, 2006).

1.7. Araştırmanın Önemi

Türkiye iklim özellikleri itibariyle bağ yetiştiriciliğine çok uygun bir ülkedir. Çekirdeksiz üzüm, Ege Bölgesi' nin incir ile birlikte en önemli tarımsal ürünlerinden biridir. Ege Bölgesi' nde başta Manisa, İzmir ve Denizli illerinde yaygın olarak yetiştirilen Sultani çekirdeksiz üzüm çeşidinin bu illerde toplam rekoltesi yaklaşık 1,5 milyon tondur.

Denizli ilinde özellikle Çal, Bekilli ve Buldan ilçeleri çekirdeksiz üzüm yetiştiriciliğinin yoğun olarak yapıldığı ilçelerdir. Bu bölgede üretilen çekirdeksiz

üzümlerin bir kısmı sofralık olarak yurt içi ve yurt dışı piyasaya, bir kısmı ise kurutmalık olarak değerlendirilmekte ve ihracata konu olmaktadır.

Ege Bölgesi'nde kuru üzüm üretimi, genellikle K_2CO_3 ve zeytinyağından elde edilen ve "potasa" olarak adlandırılan bandırma çözeltisi ile üzümlerin muamele edildikten sonra güneş altında açıkta kurutulması işlemine dayanmaktadır. Güneşte kurutulan çekirdeksiz üzümlerin verimi yaklaşık 3,5- 4 kg taze üzüm/kg kuru üzüm şeklinde gerçekleşmektedir. Denizli bölgesinde çekirdeksiz yaş üzüm fiyatına bağlı olarak üreticiler kuru üzüm üretimi yapmakta, yaş üzüm fiyatının düşük seyrettiği dönemlerde, üreticiler daha fazla kar elde etmek amacıyla üzümü kurutarak değerlendirme yoluna gitmektedir. Böylelikle, hem ürünü uzun süre muhafaza edebilmekte, hem de yaş üzümünden elde edilen kâra göre daha yüksek bir kârla satışını gerçekleştirebilmektedirler.

Çekirdeksiz kuru üzüm yüksek şeker içeriğinden dolayı, kalori değeri yüksek bir besin maddesidir. Ayrıca mineral maddelerden kalsiyum, potasyum, sodyum ve demir yönünden zengin olduğu gibi bazı vitaminler (A, B1, B2, B3 ve C vitaminleri) yönünden de önemli bir kaynak olarak kabul edilmektedir. Bununla birlikte, üzümün doğal florasında bulunabilen toksijenik küfler özellikle kurutma aşamasında mikotoksin üretebilmekte, bu da sağlıklı olarak bilinen kuru üzümü, insan sağlığı için tehlikeli bir ürün haline getirmektedir. Kuru üzümde en sık rastlanan mikotoksinin OTA olduğu bilinmektedir. OTA'nın insan sağlığına yaptığı etkilerden dolayı bu toksini üreten küflerin belirlenmesi ve gelişimlerinin incelenmesi, ürettiği toksin miktarlarının tespit edilmesi, insan sağlığının korunması adına önemli bir yaklaşımdır.

Bu zamana kadar, Denizli bölgesindeki bağlara ait yaş ve kuru üzümlerin küf floraları ve çekirdeksiz kuru üzümlerin OTA içerikleri ile ilgili literatürde bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu çalışmada

- Denizli bölgesinde yetiştirilen Sultani tip çekirdeksiz kuru üzümlerin küf yüklerinin ve küf floralarının belirlenmesi,
- OTA üreticisi türlerin tespit edilmesi,
- OTA üreticisi olarak belirlenen türlerin OTA üretim kapasitesinin belirlenmesi,

- Geleneksel kurutma kořullarında üzümde meydana gelen fiziksel ve kimyasal deęişimlerin gözlenmesi,
- OTA oluşturduęu bilinen bir küf türü ile bulařık üzümlerin geleneksel metodlarla kurutulması sonucu bölge üzümlerinin kontaminasyon toleransının ortaya konulması amaçlanmıřtır.

Bu çalıřmayla, Denizli bölgesine ait bağların OTA görölme riski açısından mevcut durumu gözler önüne serilebilecek, elde edilen küf türleri gelecekte yapılacak olan çeřitli bilimsel çalıřmalarda kullanılabilir.

2. MATERYAL VE METOD

2.1. Materyal

Çalışmada kullanılmak üzere 2010 ve 2011 hasat yılına ait ‘‘Sultani’’ çeşidi yaş ve kuru üzüm numuneleri Denizli ili Bekilli, Buldan ve Honaz ve Çal ilçelerinden tedarik edilmiştir. Materyal tedariki için bu ilçelere bağlı köy ve merkezlerden olmak üzere kuru ve yaş üzüm örnekleri dahil yaklaşık 25 noktadan numune alınmıştır. 2010 hasat yılında Bekilli, Buldan ve Honaz ilçe sınırlarında bulunan 20 farklı bağın çekirdeksiz taze üzümlerinin kurutulması sonucu elde edilen çekirdeksiz kuru üzüm örnekleri toplanmıştır. 2011 hasat yılında ise yine aynı bölgelere gidilmiş, Bekilli bölgesinde hasat için uygun bağ alanı bulunamadığından örnekler bu ilçeye yakın olan ve bağcılığın daha ön planda olduğu Çal ve Buldan ilçelerinden tedarik edilmiştir. Böylece her iki yılda Denizli bölgesinde üzüm üretiminin yoğun olarak gerçekleştirildiği tüm bölgeler araştırmaya dahil edilmiştir.

2.2. Örnekleme Metodu

2.2.1. 2010 Hasat yılı

2010 yılı proje kabul tarihinde 2010 yılı hasat zamanı geçtiğinden ve çalışma 2 yıllık olduğundan, 2010 yılı için sadece kuru üzüm numuneleri Bekilli, Buldan ve Honaz ilçelerinden toplanmış ve analizler bu numuneler üzerinden gerçekleştirilmiştir. 2010 hasat yılı numuneleri 20 farklı bağın kuru üzümü olacak şekilde seçilmiştir. Her bir örnek partisi yaklaşık 5-6 kg olup, köylerden ve ilçe merkezlerinde bulunan bağ sahiplerinden tedarik edilmiştir. Tedarik edilen üzümler analizleri yapıncaya kadar +4 °C’ de muhafaza edilmiştir.

2.2.2. 2011 Hasat yılı

2011 yılında yaş üzüm numuneleri Çal ve Buldan ilçelerinden seçilen bağlardan alınmıştır. 2011 yılında Hasat zamanından 15 gün önce bağlar dolaşmış ve üzüm numuneleri alınmıştır.

Buna göre, bağlarda bulunan asmalar güneş gören, asmanın orta kısmında kalan ve gölgede kalan olmak üzere üç bölüme ayrılmış ve bağın beş farklı noktasından olmak üzere 1' er kg olmak üzere numuneler toplanmıştır.

Buna göre 5 bağ x 5 farklı numune alma noktası x 1 kg numune olmak üzere toplam 25 kg hasat öncesi ve 25 kg hasat esnasında olmak üzere 50 kg numune alınmıştır.

Buna ek olarak, kurutma işlemi için temin edilen yaş üzüm örnekleri Çal ilçesinden 2 ve Buldan ilçesinden 3 olmak üzere toplam 5 bağ için gerçekleştirilmiştir. Her bir bağ için yaklaşık 50' şer kg yaş üzüm toplanmış ve kurutma prosesi bu üzümlerde gerçekleştirilmiştir. Buna göre 60 kg üzüm x 5 bağ olmak üzere toplam 300 kg kurutma prosesi için üzüm temin edilmiştir.

Hasat edilen üzümler laboratuvara getirilmiş ve her bir bağın üzümü 3 eşit parçaya bölünmüştür. Bu şekilde elde edilen parçalara 3 farklı kurutma şekli denenmiştir. Bu kurutma koşullarının uygulanış şekli ve niteliği Tablo 2.1' de özetlenmiştir.

Tablo 2.1. Bağlardan hasad edilen üzümlere uygulanan kurutma koşulları ve nitelikleri

| İŞLEM KODU | İŞLEMİN UYGULANDIĞI BAĞ KODU | YAPILAN İŞLEM |
|------------|-----------------------------------|--|
| PG | *Ç2PG,Ç3PG, **Y1PG, Y2PG, Y3PG | Potasa (%2,5 Potasyum karbonat+ %0,5 zeytinyağı) çözeltisine bandırma |
| NG | Ç2NG,Ç3NG, Y1NG,Y2NG,Y3NG | Hiçbir işlem uygulamadan direkt serme |
| TG | Ç2TG,Ç3TG Y1TG,Y2TG,Y3TG | Potasa çözeltisine bandırma ve bir hafta süre ile iki günde bir olmak kaydı ile <i>Aspergillus carbonarius</i> suşundan 10 ⁶ / ml olacak şekilde hazırlanan spor çözeltisinden 50ml/1,5 m ² püskürtülerek bulaştırma |

*Ç2,Ç3: Çal ilçesinden seçilen bağları ifade etmektedir.

**Y1,Y2 ve Y3: Buldan/Yenicekent beldesinden seçilen bağları ifade etmektedir.

Bu şekilde elde edilen kurutma şartları göz önünde bulundurulduğunda;

Güneşte + Doğal (işlemsiz)

Güneşte + Potasa çözeltisi + zeytinyağı ile muamele edilmiş,

Güneşte + Potasa çözeltisi + zeytinyağı + *Aspergillus carbonarius* suşunun sporları ile bulaştırılmış,

3 farklı kurutma şartı x 5 bağ olmak üzere toplamda 15 farklı kurutma yöntemi elde edilmiştir. Kurutma işlemi güneş altında gerçekleştirilmiştir. Kurutmaya alınan üzümler doğal halleriyle (herhangi bir çözeltiye daldırılmadan), çözeltiye daldırılarak (bandırma çözeltisi: %2,5 potasyum karbonat ve %0,5 zeytinyağı çözeltisi) ve çözeltiye daldırılarak ve *Aspergillus carbonarius* suşu ile bulaştırılarak kurutma olmak üzere üç farklı şekilde gerçekleştirilmiştir.

Kurutma süreci her bir muamele için farklı seyretmiş, hava şartlarına bağlı olarak natürel örneklerin tamamı 23 gün, Ç2 bağına ait potasalı (Ç2PG) ve toksijenik küf çözeltisi uygulanmış (Ç2TG) örnekler 17 gün, Ç3PG örnekleri 17, Ç3TG örnekleri 17, Y1PG; 18, Y1TG; 20, Y2PG, Y2TG, Y3PG ve Y3TG örnekleri ise 19 gün boyunca kurutma işlemine tabi tutulmuşlardır.

2.3. Araziden Toprak Örneklerinin Alınması ve Toprak Küf Yükünün Belirlenmesi

2011 hasat yılında bağ topraklarının küf yükleri belirlenmiştir. Bu amaç doğrultusunda, küflerin nicel tayinleri için toprak örneklerinin alınmasında Kıraç (2006) tarafından önerilen metod kullanılmıştır. Alınan toprak örneklerinin bölgeyi daha iyi temsil etmesi açısından her bir üzüm bağı toprağında 5 profil (bahçenin dört köşesinden ve bahçenin ortasından olmak üzere) açılmış; herbir profilin hava ile temas eden yüzeyinden steril bir kaşık yardımı ile bir miktar toprak uzaklaştırıldıktan sonra, yine farklı bir steril kaşıkla 10 cm derinlikten takriben 500 g kadar toprak alınıp, ağızları kilitli naylon torbalara toplanmak suretiyle toprak örnekleri elde edilmiştir. Arazide ağızları bağlı vaziyette hazırlanan etiketli torbalar laboratuvara getirilerek en kısa zamanda mikrobiyal analiz işlemine kadar +4 °C’ de muhafaza edilmiştir.

Bağ toprak küf sayımları için “Toprağı Sulandırma Yöntemi” (Soil Dilution Method) kullanılmıştır (Waksmann, 1922; Kıraç, 2006). Metodun uygulanmasında 1 g fırın kurusu toprağa karşılık gelen taze toprakta bulunan küflerin kantitatif olarak analizleri hedeflenmiştir. Araziden alınan, ağızları bağlı ve etiketli polietilen torbalar içindeki toprak örnekleri laboratuvara getirildikten 1 gün sonra işleme konulmuştur. Polietilen torbadaki her bir toprak örneğinden, önceden darası alınmış petri kabına 10 g konmuş ve 105°C’ ye ayarlanan etüvde 24 saat tutularak kurutulduktan sonra tekrar tartılmış; böylelikle toprağın nem miktarı yüzde olarak hesaplanmıştır.

Her bir toprak örneğinin nem miktarı gözönünde tutularak 50 g kuru toprağın karşılığı olan nemli miktarın kaç gram olduğu hesaplanmıştır. Her bir toprak örneğinden 50 g kuru toprağı verecek nemli toprak örneği alınmış, bir cam silindire konup üzerine 450 ml ye tamamlayacak şekilde steril saf su ilâve edilmiş ve böylece toprak 1/10 oranında seyrelmiştir. Elde edilen 1/10' luk süspansiyon steril bir erlene boşaltılıp çalkalayıcıda homojenizasyon için 30 dakika boyunca çalkalanmıştır. Çalkalama işleminden sonra içlerinde 9'ar ml saf su bulunan tüplere seri halinde 10^2 , 10^{-3} , 10^{-4} , 10^{-5} lik seyreltmeler hazırlanmıştır. 10^{-3} 'lük, 10^{-4} 'lük, 10^{-5} 'lik seyreltmelerden petrilere 1'er ml olacak şekilde aktarma yapılmış ve her bir seyreltmeden 3 paralel olacak şekilde ekim yapılmıştır. Bu petrilere 45°C'ye kadar soğutulmuş olan Rosebengal Chloramphenicol Agar'dan 15-20 ml kadar ilave edilerek düzgün yüzey üzerinde katılaşıncaya kadar sekiz hareketi yaparak katılma sağlanmıştır. Bu şekilde hazırlanmış petri kapları daha sonra ters çevrili olarak 25 °C'ye ayarlı etüve konulmuş ve küfler 5 gün süreyle gelişmeye bırakılmıştır. İnkübasyon süresinin sonunda petri kapları ters çevrilerek 10 ile 100 arasında koloni içeren petrilere gözle sayılmış ve bunlar seyreltme faktörü ile çarpılmıştır. Örneklerin küf yükleri kob g⁻¹ (koloni oluşturan birim/g) cinsinden verilmiştir.

2.4. Kurutulacak Üzümlere *Aspergillus carbonarius* Bulaştırma İşlemi

Üzümlerin kurutulmasında okratoksijenik küf sporları bulaştırılmasında kullanılacak olan *Aspergillus carbonarius* suşu TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi' nden temin edilmiştir. 250 ml'lik erlenlerde 100 ml yatık olarak hazırlanmış Malt Ekstakt Aagar (MEA) ortamına aseptik koşullarda iğne ile üç nokta ekimi yapılmak suretiyle *Aspergillus carbonarius* küf suşunun sporulasyonu sağlanmıştır.

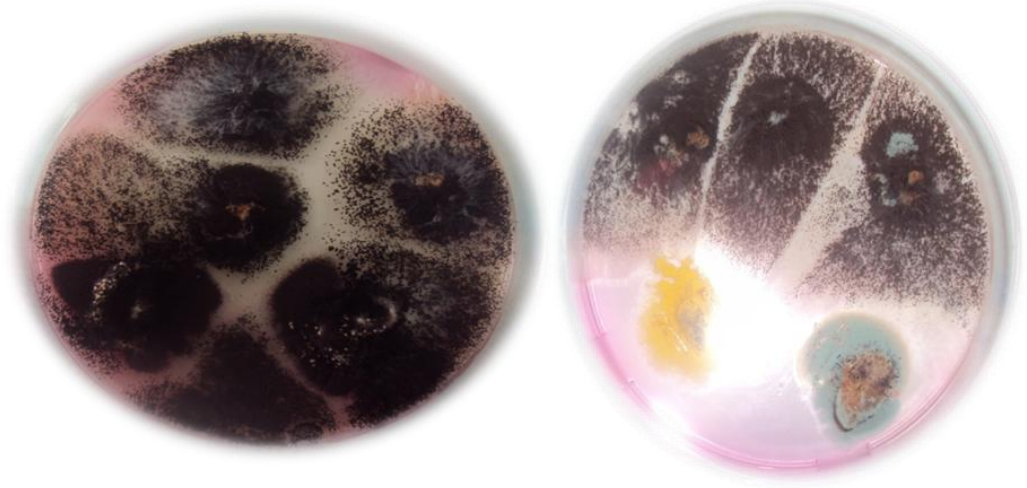
Daha sonra tüm erlenler 28°C'de 5-7 gün etüvde inkübasyona bırakılarak spor oluşumu sağlanmıştır. Kültürün sporulasyon ortamından spor solüsyonunu hazırlamak için aseptik koşullarda steril 100 ml % 0,005'lik Tween 80 çözeltisi sporulasyon ortamına aktarılmıştır. Agarı parçalamadan steril öze yardımı ile agar yüzeyi yavaşça kazınarak sporların tamamının suya geçmesi sağlanmıştır. Daha sonra aseptik koşullarda elde edilen spor solüsyonu 250 ml'lik steril bir erlene aktarılmıştır.

Yukarıda anlatıldığı şekilde hazırlanmış olan spor solüsyonundaki spor sayısını belirlemek için Thoma lamıyla sayım yapılmıştır. Spor sayısının fazla olduğu durumlarda uygun miktarda steril su kullanılarak gerekli seyreltmeler yapılmıştır. Hazırlanan solüsyon 10^6 /mL spor olacak şekilde hazırlanmış ve bu çözelti okratoksijenik küf bulaştırma prosedüründe kullanılmıştır.

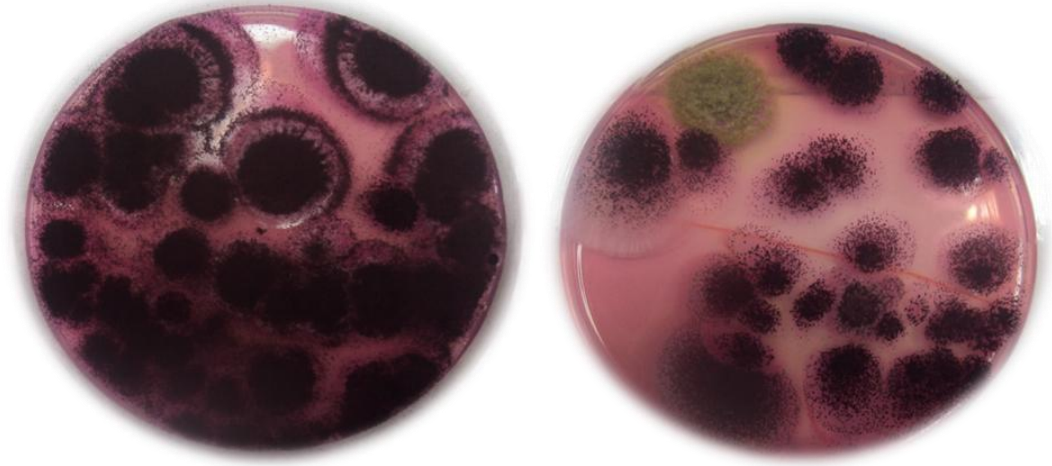
2.5. Üzümlerin Küf Yüklerinin Belirlenmesi

Kuru ve yaş üzümlerin küf yükleri Aşkun (2002) tarafından belirtilen metoda göre belirlenmiştir. Çalışmada kullanılan kuru üzümlerin ekim işlemi hem direkt ekim, hem de dilüsyonlu ekim metodu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Direkt ekim metodunda üzüm tanelerinin iç kısmında olabilecek küf türlerinin tespiti için taneler önce %1' lik sodyumhipoklorit (çamaşır suyu) çözeltisi ile 1 dakika sterilize edilmiş, daha sonra 30 saniye steril saf su ile durulama ve 30 saniye de steril saf su ile son durulama işlemi gerçekleştirilmiştir. Durulamadan sonra üzüm taneleri alkol ve alev ile steril edilmiş bir bıçak yardımı ile ikiye kesilmiş ve steril şartlarda Rose- Bengal Kloramfenikol Agar (Oxoid, Basingstoke, Hampshire, England) içeren 9 cm çapındaki petri kaplarına üzümlerin kesilen kısımları agara gelecek şekilde direkt olarak konulmuştur. Her bir petriye 5 üzüm tanesi olmak üzere 3 tekerrürlü ekim işlemi gerçekleştirilmiştir. Ekim işlemi yapılan petriyer 25 °C' de 1 hafta süre ile inkübasyona bırakılmıştır. 1 hafta inkübasyon sonunda elde edilen sonuçlardan bazıları Şekil 2.1 ' de görülmektedir.

Dilüsyonlu ekim metodunda ise her bir örnekten 250 gram alınmış, üzerine 250 gram steril saf su eklenmiş ve 1 dakika süre ile blendırda (Waring, USA) karıştırılarak örneğin homojenizasyonu sağlanmıştır. Elde edilen karışımdan 50 g alınarak 450 ml su ilave edilmiş ve 20 dakika süre ile çalkalayıcıda çalkalanarak küflerin suya geçmesi sağlanmıştır. Elde edilen bu homojen karışım 10^{-1} dilüsyon olarak varsayılmıştır. İçinde 9 ml steril saf su bulunan tüpler kullanılarak 10^{-1} ' den 10^{-5} ' e kadar dilüsyonlar hazırlanmış ve her bir dilüsyondan 1' er ml alınarak Rose- Bengal Kloramfenikol Agar içeren 9 cm' çapındaki petri kaplarına yayma plak yöntemine göre 3 paralelli olarak ekim işlemi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2. 1. Direkt ekim metoduna göre elde edilen sonuçlar.



Şekil 2. 2. Dilüsyonlu ekim metoduna göre elde edilen sonuçlar.

Ekim işlemi yapılan petriler 25 °C' de 1 hafta süre ile inkübasyona bırakılmıştır. 1 hafta inkübasyon sonunda elde edilen sonuçlardan bazıları Şekil 2.2. ' de görülmektedir. 1 hafta inkübasyonun sonunda petriler ters çevrilip asetat kalemii ile işaretlenmek suretiyle 10 ile 100 koloni aralığı dikkate alınarak sayılmış ve sayım sonucu her petri için uygun seyreltme katsayısı ile çarpılarak her bir dilüsyona ait 3 paralelin ortalaması alınmak sureti ile hesaplanmıştır.

2.6. Üzümlerin Küf Floralarının Belirlenmesi

Yaş ve kuru üzümün küf floralarının belirlenmesinde King (1979), Hasenekoğlu (1991) ve Raper and Thorn (1949) tarafından belirlenen metod kullanılmıştır. Gerek direkt ekim metoduna göre muamelede bulunulan gerekse de dilüsyon metoduna göre ekilen ve küf yükü belirlenmesi amacı ile sayımları yapılan petriler gözle incelenerek birbirinden farklılık gösteren koloniler belirlenmiş ve yatık olarak hazırlanan Malt Ekstrakt Agar (Merck, Darmstad, Germany)' a ekilerek 25 °C' de 1 hafta süre ile inkübasyona bırakılmıştır.



Şekil 2. 3. Yatık agara alınarak gruplandırılmış kültürler

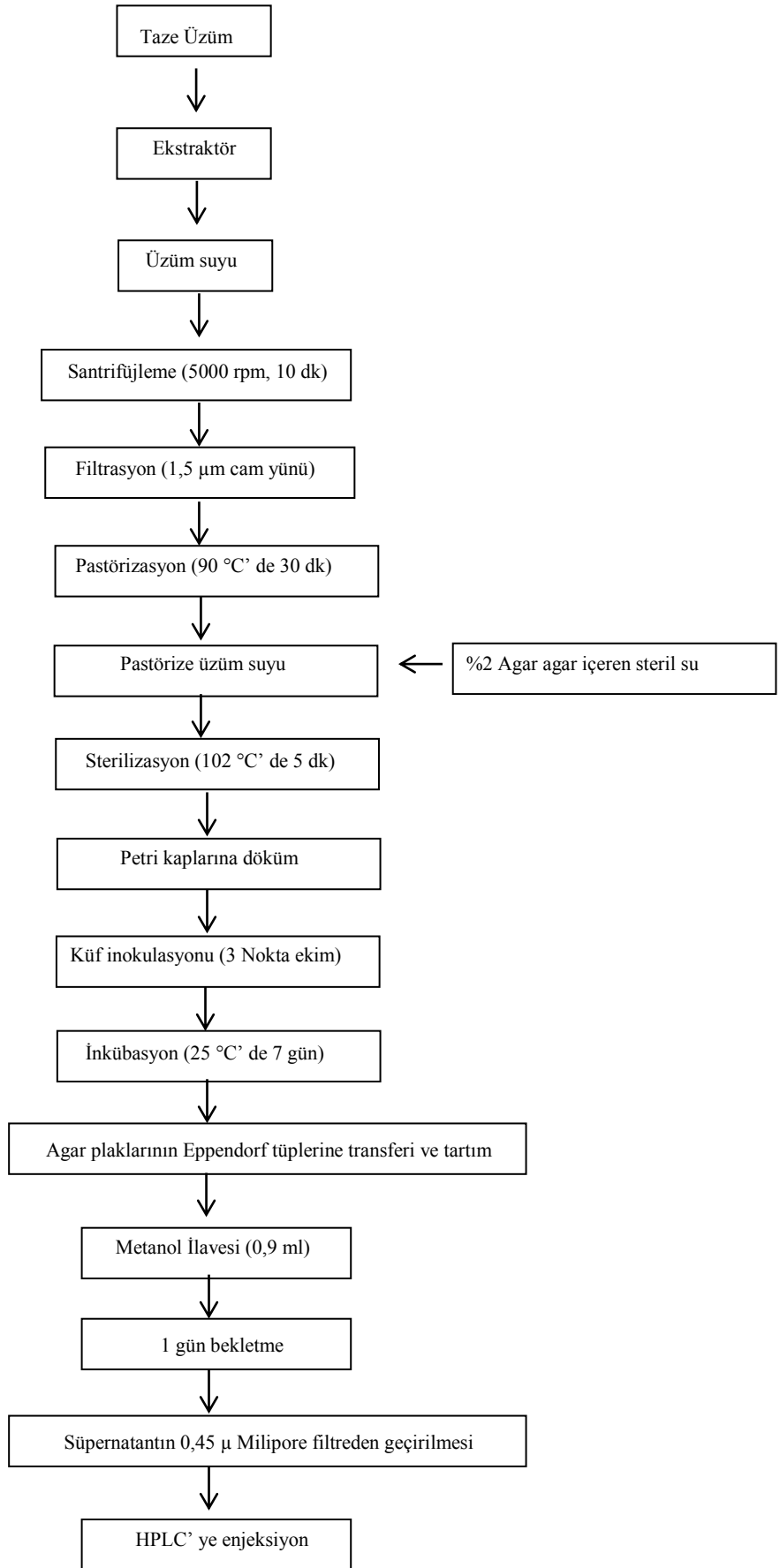
Elde edilen stok kültürler koloni yapısına, yatık agardaki gelişim durumuna göre gruplandırılmış benzer morfolojik özelliklere sahip olanlar kaydedilmiştir (Şekil 2.3). Kayıt işleminden sonra morfolojik özelliklerine göre Czapek-Dox Agar (Oxoid, Basingstoke, Hampshire, England) veya Malt Ekstrakt Agar (Merck, Darmstad, Germany)' a tek noktadan ekilerek 25 °C' de 1 hafta süre ile inkübasyona bırakılmıştır. İnkübasyondan sonra petriler mikroskopta incelenerek tanımlamaları gerçekleştirilmiştir.

Tanımlama işleminde koloni çapı, koloni yüzey rengi, tekstürü, kokusu, koloni alt yüzey rengi gibi kriterler temel alınmıştır. Tanımlama işlemi King (1979), Hasenekoğlu (1991) ve Raper and Thorn (1949)' a göre gerçekleştirilmiştir. Stok kültürler +4 °C' de buzdolabında muhafaza edilmiştir.

2.7. Tespit Edilen Türlerin OTA Üretim Kapasitelerinin Belirlenmesi

İzole edilen küflerin OTA üretim kapasiteleri Serra et al. (2005) ve El Khoury et al. (2008)' e göre belirlenmiştir. Tespit edilen küflerin OTA üretim kapasitelerinin gerçek ortama yakın koşullarda belirlenmesi amacı ile %50 üzüm suyundan (ÜS50) hazırlanan agarlı ortamda belirlenmiştir (Şekil 2.4). Buna göre 2011 Eylül ayında hasat edilen taze üzümlerin bir kısmı ayrılarak -18 °C' de muhafaza edilmiştir.

Üzümlerden elde edilen küflerin tanımlamaları yapıldıktan sonra derin dondurucuda muhafaza edilen bu taze üzümler agar hazırlama işleminde kullanılmışlardır. Dondurucudan çıkarılan taze üzümler çözündürülmüş ve meyve suyu elde etmek amacıyla ekstraktörden geçirilmiştir (Arçelik, Türkiye). Elde edilen üzüm suyu 5000 rpm devirde 10 dakika süre ile santrifüjlenmiş (Elektromag, Türkiye) ve süpernatant 1,5 µm' lik delik çapına sahip cam yünü filtreden tortu ve safsızlıkları giderilmiştir. Bu aşamadan sonra berrak filtrat 90 °C' de 30 dakika süre ile pastörize edilmiştir. Pastörize üzüm suyu %2 agar agar ihtiva eden steril su ile bire bir oranında (v/v) karıştırılmış ve karışım 102 °C' de 5 dakika süre ile sterilize edilmiştir. Elde edilen üzüm suyu agarı (ÜS50) 9 cm' lik petri kaplarına dökülmüştür. Bu aşamadan sonra OTA üretim miktarı belirlenecek olan küf suşları 3 nokta ekim metoduna göre öze ile agar ekilerek 25 °C' de 1 hafta süre ile inkübasyona bırakılmıştır. 1 hafta sonunda agar plaklarının iç, orta ve dış bölgelerinden kesitler alınarak 1,5 mL' lik eppendorf tüplerine transfer edilmiş ve ağırlıkları belirlenmiştir. Elde edilen kesitler üzerine 0,9 ml metanol ilave edilmiş ve 24 saat süre ile OTA' nın metanole geçmesi amacıyla tüpler kendi haline bırakılmıştır. 24 saatin sonunda elde edilen ekstrakt 0,45 µ PTFE membran filtreden geçirilerek HPLC' ye verilmiştir.



Şekil 2. 4. ÜS50 agarlı ortamın üretim akış şeması.

2.8. Üzümde Kurumaya Bağlı Olarak Su Aktivitesi (aw) Değişiminin Belirlenmesi

Çekirdeksiz yaş ve kuru üzüm örneklerinin su aktivitesi değerleri Marin et al. (1995) tarafından belirlenen metoda göre yapılmıştır. Üzümde kurumaya bağlı olarak aw değerinin belirlenmesinde 3-5 g arasında numune alınarak ezilmiş ve aw ölçüm cihazına yerleştirilmiş (Testo 645, Germany) ve 25 °C’ de dengelenen sonuç cihazdan dijital olarak okunmuştur.

2.9. Üzümde Kurumaya Bağlı Olarak SÇKM Değişiminin Belirlenmesi

Çekirdeksiz yaş üzüm örneklerinin çözünür kuru madde içerikleri Soyer et al. (2003) tarafından önerilen metoda göre yapılmıştır. Buna göre yaklaşık 20 g üzüm alınmış, ezilerek suyu çıkarılmış ve elde edilen üzüm suyu refraktometre (Atigo, Japan) haznesine yerleştirilmiştir ve sonuç dijital olarak belirlenerek °Brix cinsinden ifade edilmiştir. Kurutma işlemi süresince üzüm örnekleri sürekli olarak su kaybettiklerinden, üzüm suyu elde edilemediği noktada Kaya (1996) tarafından önerilen metod kullanılmıştır. buna göre, kuru üzüm örnekleri 1:1 oranında saf su ile karıştırıldıktan sonra 1 dakika süre ile yüksek devirli blenderda (Waring, USA) ezme haline getirilmiş, elde edilen ezmeden 20 g üzüm içerecek miktarda örnek tartılarak 250 ml’ lik balon jöjeye aktarılmış ve balon jöje saf su ile çizgisine kadar tamamlanıp karıştırılmıştır. Hazırlanan karışım 20 dakika kendi haline bırakıldıktan sonra kaba filtre kâğıdı ile filtre edilmiştir. Elde edilen filtrattan birkaç damla alınarak SÇKM değeri refraktometrede °Brix cinsinden dijital olarak belirlenmiştir. Gerçek örnekteki SÇKM değeri aşağıdaki formülle hesaplanmıştır.

$$\text{Örnekteki SÇKM (\%)} \text{ Miktarı} = (B \times V) / M$$

B: Seyreltilmiş örnekte saptanmış briks derecesi

V: Örneğin seyreltildiği hacim, ml

M: Örnek ağırlığı, g

2.10. Üzümde Kurumaya Bağlı Olarak pH Değişiminin Belirlenmesi

Çekirdeksiz yaş ve kuru üzüm örneklerinin kurumaya bağlı olarak pH değişimleri Buhurcu (2004)' tarafından önerilen metoda göre potansiyometrik olarak pH metre yardımı ile belirlenmiştir.

Numunelerin kurutma süresince pH değerlerinde meydana gelen değişim pH metre (WTW Inolab 730, Germany) cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ölçüm için her bir muameleden yaklaşık 20 g üzüm numunesi alınmış, ezilmiş ve homojenize edildikten sonra pH ölçümü gerçekleştirilmiştir.

2.11. Üzümde Kurumaya Bağlı Olarak Renk Değişiminin Belirlenmesi

Çekirdeksiz yaş ve kuru üzüm örneklerinde kurumaya bağlı olarak renk değerlerinde meydana gelen değişim Doymaz ve Pala (2002) tarafından önerilen metot kullanılarak belirlenmiştir. Örneklerde kuruma ile meydana gelen renk değişimi ve kurutma koşullarının örneklerin renk değerlerinde meydana getireceği farklılıkları belirlemek amacıyla her bir kurutma koşulundan ve her bir bağa ait üzümünden (3 farklı kurutma koşulu + 5 bağ) prosesin başlangıcında rastgele 10 adet üzüm tanesi belirlenmiş ve her üzüm tanesinin 5 noktasından olmak üzere kurutma periyodu süresince her gün saat 12:00' de aynı üzüm taneleri kullanılarak renk değerleri ölçülmüştür.

Renk ölçüm işleminde; L* (parlaklık), a* (-yeşillik /+kırmızılık) ve b* (-mavilik/+sarıklık) değerleri Minolta Chromameter CR 400 (Osaka, Japonya) renk tayin cihazı ile gerçekleştirilmiştir.

2.12. Üzümde Kurumaya Bağlı Olarak Organik asitlerin Belirlenmesi

Yaş ve kuru üzümün organik asit dağılımı Soyer et al. (2003) tarafından belirlenen metoda göre belirlenmiştir. Numunelerin sitrik, malik ve tartarik asit içerikleri HPLC cihazı kullanılarak tespit edilmiş ve sonuçlar mg/kg olarak verilmiştir. Buna göre üzüm numuneleri 1/1 (w/w) oranında saf su ile karıştırılarak ezilmiş, kaba filtre kağıdı kullanılarak filtre edilmiş ve elde edilen filtrattan yaklaşık 5 ml alınarak 0,45 µm PTFE (Sartorius, SM16555Q, Germany) şırınga tipi filtreden geçirilmiş ve 1,5 ml' lik viallere alınmıştır. Numuneler analiz edilinceye kadar -18 °C' de muhafaza edilmiştir. Her numune için çalışma 3 paralelli olarak yürütülmüştür. Organik asit için kullanılan HPLC cihazının özellikleri ve kromatografi koşulları Tablo 2.2' de belirtilmiştir. Her bir organik asit için kalibrasyon eğrisi oluşturulmuş ve oluşturulan kalibrasyon eğrileri EK1' de verilmiştir. Kalibrasyon eğrilerinin R² değerleri sitrik, malik ve tartarik asit için sırasıyla, 0,9983, 0,9997 ve 0,9999 olarak belirlenmiştir.

Tablo 2. 2. Organik asit tespitinde kullanılan HPLC cihazının özellikleri ve kromatografi koşulları

| |
|---|
| Cihaz: Shimadzu LC20AD |
| Kolon: Bio Rad Aminex HPX-87 ion exclusion column (300x7.8 mm ²) |
| Kolon Dolgu Materyali: Sülfonatlı divinil benzen- stiren kopolimeri |
| Dedektör çalışma koşulları: Shimadzu 20AD PDA Dedektör, 214nm dalgaboyu |
| Kolon Fırını ve Çalışma Sıcaklığı: Shimadzu CTO-20A Kolon fırını, 25 °C |
| Akış Hızı: 1 ml/dak |
| Mobil Faz: 0,01 N H ₂ SO ₄ |
| Enjeksiyon Hacmi: 20 µl |

2.13. Kuru ve Yaş Üzümde OTA İçeriğinin Belirlenmesi

2.13.1. Ekstarksiyon

Analiz metodu olarak Oktay (2009)' ın önerdiği yöntem kullanılmıştır. 2010 hasat yılı için kuru üzüm numunelerinin OTA içeriklerinin belirlenmesinde, kuru üzüm numuneleri 5:3 oranında saf su ile karıştırılmıştır. 2011 hasat yılı yaş üzümleri ise sulandırılmadan analize tabi tutulmuşlardır. 2011 hasat yılında kurutma periyodunun 2. haftasından itibaren üzüm kurumaya başladığından su ile homojenizasyon işlemine geçilmiştir. Buna göre kuru üzüm numuneleri 5:3 oranında saf su ile karıştırılıp bir blender yardımı ile homojenize edilmiş, elde edilen homojenattan 32 gram alınıp üzerine 88 ml saf su ilave edilerek (toplamda 20 g kuru üzüm+100 ml su) 1 dakika süre ile karıştırıcıda (Waring, USA) yüksek hızda karıştırılmıştır.

Daha sonra 100 ml %2'lik sodyum bikarbonat çözeltisi (NaH_2CO_3 , Merck, Germany) blender kabına eklenerek 2 dakika karıştırılmış, ekstraksiyon tamamlandıktan sonra Whatman No 4 (Whatman, Maidstone/England) filtre kâğıdından süzölmüş ve elde edilen 10 ml' lik filtrat bir erlene alınmıştır. Erlene 15 ml fosfat tampon çözeltisi (Phosphate Buffer Solution= PBS) (pH:7,3) ilave edilerek numune seyreltilmiştir. PBS: 0,2 g potasyum klorür (KCl, Merck, Darmstadt/Germany), 0,2 g potasyum dihidrojen fosfat (KH_2PO_4 , Merck, Darmstadt/Germany), 1,16 g disodyum hidrojen fosfat (Na_2HPO_4 Merck, Darmstadt/Germany) ve 8 g sodyum klorür (NaCl , Merck, Darmstadt/Germany) tartılmış ve 900 ml ultra saf suda tamamen çözüldürölerek hazırlanmıştır. Daha sonra çözeltinin pH' sı 0,1 N NaOH ile 7,3'e ayarlanmış ve ultra saf su ile litreye tamamlanmıştır. Elde edilen 25 ml filtrat immunoafinite kolona sevk edilmiştir.

İmmünoafinite kolonlar (IAC) (Ochratest, Vicam Watertown, MA, USA) kullanılmadan önce buzdolabı şartlarında saklanmış ve kullanılacakları zaman dolaptan çıkarılarak oda sıcaklığına getirilmiştir. İmmünoafinite kolonun üst kısmındaki başlık çıkarılarak bir makas yardımı ile kapalı olan bölümü kesilmiş ve cam hazneye monte edilmiştir. Daha önce elde edilen 25 ml' lik ekstrakt kolondan dakikada 3ml geçecek şekilde akıtıldıktan sonra 20 ml %20 metanol:su (v/v) kolondan dakikada 5ml akacak şekilde geçirilerek kolon yıkama işlemi gerçekleştirilmiştir. Okratoksin A kolondan 1,5 ml metanol:asetik asit (98:2, v/v) (Merck, Darmstadt/Germany) geçirilerek 5 ml'lik amber renkli şişelere toplanmıştır. Kolonda bir miktar hava geçirilerek kalan eluat toplanmış ve kolondan 1,5 ml distile su geçirilerek toplam hacim 3 ml' ye tamamlanmıştır. Numuneler analiz edilinceye kadar $-18\text{ }^\circ\text{C}$ ' de muhafaza edilmiştir. Her numune için çalışma 3 paralelli olarak yürütölmüştür.

2.13.2. HPLC şartları

2010 Hasat yılı üzömlerinde OTA analizleri için Pamukkale Üniversitesi bünyesinde uygun HPLC cihazı olmadığından analizler 2011 yılı Mayıs ayında T.C. Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı Konya Gıda Kontrol Laboratuvar Müdürlüğü' nde gerçekleştirilmiştir. Burada kullanılan HPLC cihaz şartları Tablo 2.3.' deki gibidir.

Tablo 2. 3. 2010 hasat yılı kuru üzümde OTA analizinin gerçekleştirildiği HPLC cihazının özellikleri ve kromatografi koşulları

| |
|--|
| Cihaz: Agilent 1100 |
| Kolon: Hichrom ODS2 250/4.6 mm C18 (5 mikron pore size) |
| Dedektör çalışma koşulları: Agilent G1321A Floresans Dedektör, excitation dalga boyu 333 nm, emission dalga boyu 460 nm |
| Autosampler: Agilent G1313A |
| Kolon Fırın Sıcaklığı: 25 °C |
| Akış Hızı: 1 mL/dak |
| Mobil Faz: Saf su: Asetonitril: Asetik asit (99:99:2) (İsokratik) |
| Enjeksiyon Hacmi: 100 µl |

2011 Yılında Pamukkale Üniversitesi Gıda Mühendisliği' nde bulunan HPLC cihazına Floresans dedektör alımı yapılmıştır. Bu dedektörün alımını takiben HPLC cihazı hem bu çalışma için kullanılmıştır. 2011 yılı numuneleri için kullanılan HPLC cihazının teknik özellikleri Tablo 2.4' deki gibidir.

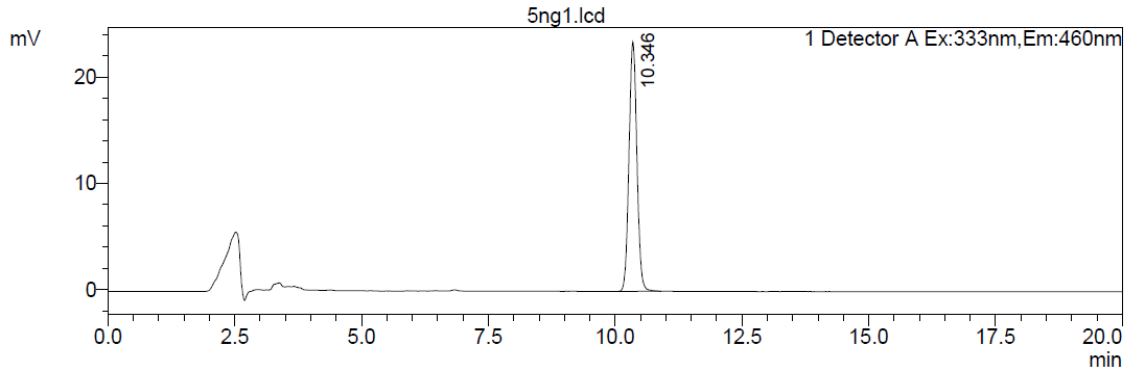
Tablo 2. 4. 2011 hasat yılı üzümünde OTA analizinin gerçekleştirildiği HPLC cihazının özellikleri ve kromatografi koşulları

| |
|--|
| Cihaz: Shimadzu LC20AD |
| Kolon: ACE ODS2 250/4.6 mm C18 (5 mikron pore size) |
| Dedektör çalışma koşulları: Shimadzu RF20A Floresans Dedektör, excitation dalga boyu 333 nm, emission dalga boyu 460 nm |
| Kolon Fırını ve Çalışma Sıcaklığı: Shimadzu CTO-20A, 25 °C |
| Akış Hızı: 1 ml/dak |
| Mobil Faz: Saf su: Asetonitril: Asetik asit (99:99:2) (İsokratik) |
| Enjeksiyon Hacmi: 100 µl |

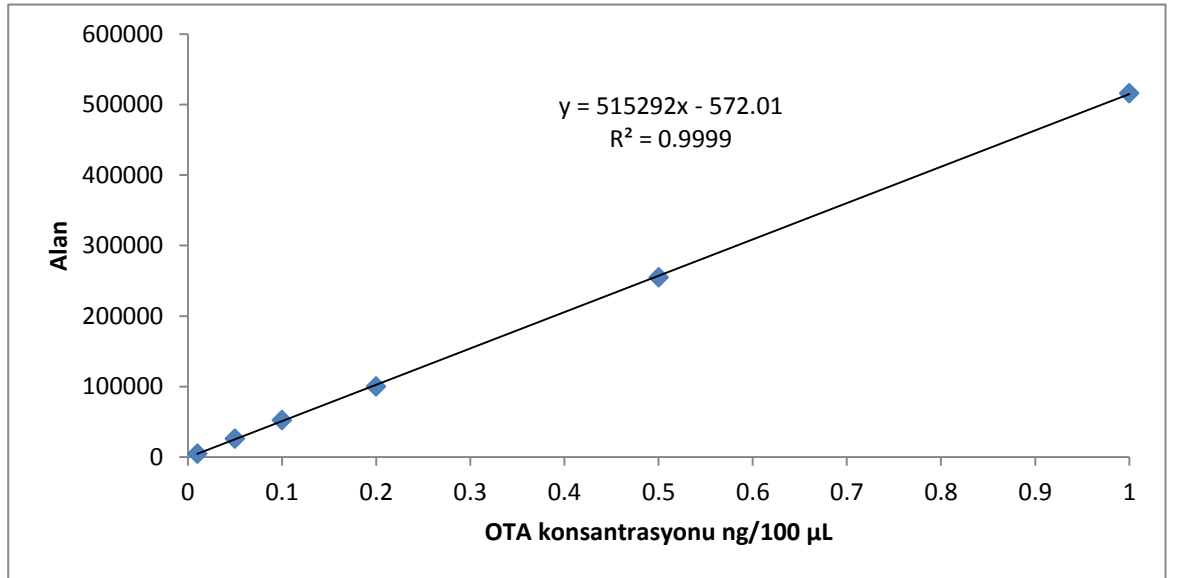
2.13.3. Okratoksin standart çözeltilerinin uygulanması

OTA standardı olarak analitik konsantrasyonu 50 0000 µg/ml olan standart çözelti (1 ml, Vicam Watertown, MA, USA) kullanılmıştır. Stok standarttan 40 µl temiz bir vialle aktarılarak üzerine 960 µL HPLC dereceli metanol (Merck, Darmstadt/Germany) ilave edilmiş böylece 2 µg/ml konsantrasyonlu stok çözelti elde olunmuştur.

Bu çözeltilerden 100 µl' alınarak temiz bir (10 ml) balona aktarılmış ve hacmi enjeksiyon solventi ile 10 ml' ye tamamlanmıştır. (enjeksiyon solventi = metanol:asetik asit (98:2) : ultra saf su [1:1]) Elde edilen standardın konsantrasyonu 20 ng/mL' dir. Bu çözelti 6 ayrı 5 mL' lik balona aktarılarak 0,1, 0,5, 1,0, 2,0, 5,0 ve 10,0 ng/mL konsantrasyonda standart çözeltiler hazırlanmıştır. Bu çözeltiler sabit akış hızında (1 mL/dk) HPLC cihazına verilerek kalibrasyon eğrisi oluşturulmuştur. OTA standart çözeltisine ait kromatogram Şekil 2.5' de, kalibrasyon eğrisi ise Şekil 2.6' da gösterilmiştir.



Şekil 2. 5. OTA standart kromatogramı (5ng/mL)



Şekil 2. 6. OTA standart çözeltileri ile çizilen kalibrasyon eğrisi

2.14. Geri Kazanım Çalışmaları

2.14.1. Organik asitler için geri kazanım çalışmaları

2011 hasat yılı yaş ve kuru üzümün organik asitliğinin belirlenmesi amacıyla kullanılan örneklerde farklı konsantrasyonlarda sitrik, malik ve tartarik asit verilerek 3 tekerrürlü geri kazanım çalışması yapılmıştır. Geri kazanım çalışmasına ait veriler Tablo 2.5’ de ifade edilmiştir.

Tablo 2. 5. Organik asitlerin geri kazanım çalışmaları

| Asit Cinsi | Örneğe ilave edilen kons. (g/L) | Örnek başlangıç konsantrasyonu (g/L) | Geri kazanım (%) |
|---------------|---------------------------------|--------------------------------------|------------------|
| Sitrik asit | 0,000 | 0,06639 | - |
| | 0,050 | | 85,32±2,370 |
| | 0,100 | | 96,38±1,598 |
| | 0,250 | | 100,74±2,78 |
| | 0,500 | | 100,18±0,476 |
| | 1,000 | | 100,72±1,392 |
| Malik asit | 1,00 | 4,83 | 99,98±0,868 |
| | 2,00 | | 99,65±0,776 |
| | 3,00 | | 99,93±0,364 |
| | 4,00 | | 100,75±0,648 |
| | 5,00 | | 93,54±0,478 |
| Tartarik asit | 1,00 | 6,64 | 92,94±5,104 |
| | 2,00 | | 97,11±0,099 |
| | 4,00 | | 105,55±3,350 |
| | 5,00 | | 98,92±0,188 |
| | 12,5 | | 100,18±3,751 |

2.14.2. OTA için geri kazanım çalışmaları

2010 hasat yılı kuru üzüm örneklerinin HPLC analizleri Konya İl Kontrol laboratuvarlarında yapıldığından geri kazanım çalışması yapılmış ve geri kazanım oranının ortalama %84 olduğu belirlenmiştir.

2011 hasat yılı için geri kazanım çalışması yapılmış ve OTA konsantrasyonu bilinen örneğe 0,1 ppb, 0,5 ppb, 1,0 ppb, 2,5 ppb, 5,0 ppb ve 10 ppb konsantrasyonlarında OTA standardı verilerek geri kazanım işlemi gerçekleştirilmiştir. Buna göre 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 5,0 ve 10 ppb için sırasıyla %97,75±1,55, %110,59±0,683, %87,114±0,513, %94,01±1,237, 90,04±0,524 ve 82,9 ±0,000 olarak belirlenmiştir. Buna göre metodun ortalama geri kazanım oranı % 93,73’ dür.

2.15. İstatistiksel Deęerlendirme

2010 hasat yılı ekirdeksiz kuru zmlerin toplam kf yklerinin ve OTA ieriklerinin baęlar ve hasat blgeleri arasında karşılařtırılması yapılmıřtır. Ayrıca 2011 hasat yılı zmlerinin kurutma kořullarında kurumaya baęlı olarak pH, suda znr kuru madde, organik asit deęiřimleri arasında da karşılařtırma yapmak iin Duncan oklu karşılařtırmalı testi kullanılmıřtır. İstatistiksel analizler SPSS 15.0 programı kullanılarak gerekleřtirilmiřtir.

3. ARAŞTIRMA BULGULARI

3.1. 2010 Hasat Yılı Analiz Sonuçları

3.1.1. Kuru üzümün küf yükleri

2010 yılına ait çekirdeksiz kuru üzümün menşei ve örnek kodları Tablo 3.1’ de gösterilmiştir. Örnek kodlamaları, örneğin hangi ilçeye ait olduğunu gösterecek şekilde oluşturulmuştur. Resim 3.1’ de ise örneklerin toplandığı bölgeler gösterilmiştir.

Tablo 3. 1. Kuru üzüm örneklerinin örnek kodları ve menşei

| Örnek Kodu | Alındığı İlçe | Köy/Kasaba |
|------------|----------------|------------|
| BK1 | Bekilli Merkez | - |
| BK2 | Bekilli Merkez | - |
| BK3 | Bekilli Merkez | - |
| BK4 | Bekilli Merkez | - |
| BK5 | Bekilli Merkez | - |
| BK6 | Bekilli | Kutlubey |
| BK7 | Bekilli | Kutlubey |
| BK8 | Bekilli | Yeşiloba |
| BK9 | Bekilli | Yeşiloba |
| BK10 | Bekilli | Yeşiloba |
| HN1 | Honaz | Kaklık |
| HN2 | Honaz | Kaklık |
| HN3 | Honaz | - |
| HN4 | Honaz | - |
| BL1 | Buldan | Oğuzköy |
| BL2 | Buldan | Oğuzköy |
| BL3 | Buldan | Çamköy |
| BL4 | Buldan | Çamköy |
| BL5 | Buldan | Yenicekent |
| BL6 | Buldan | Yenicekent |

Çekirdeksiz kuru üzümlere ait küf yükleri ve küf yüklerinin bağlar arası karşılaştırılması Tablo 3.2’ de, çekirdeksiz kuru üzümün toplam küf yüklerinin bağların buldukları bölgelere göre karşılaştırılması ise Tablo 3.3’ de verilmiştir. Çekirdeksiz kuru üzümün küf yükü sonuçları incelendiğinde bağlar arasında önemli farklılıkların olduğu görülmektedir ($p<0,05$).

Tüm örneklerin küf yükleri incelendiğinde BK1 örneğinde herhangi bir küf varlığı tespit edilememiştir. Bu üreticiden alınan örneğin Kükürt dioksit (SO₂) ile muamele edildiği düşünülmektedir. Bundan dolayı BK1 örneğinden yalnızca OTA analizi için yararlanılmıştır.



Şekil. 3. 1. Örneklerin toplandığı bölgeleri ifade eden harita

Bunun dışındaki tüm örneklerde 3,567 ile 6,053 log kob g⁻¹ düzeyinde küf varlığı tespit edilmiştir. En yüksek küf yüküne sahip örnekler HN2, BL5 ve BL2 bağlarından alınan örnekler iken, en düşük küf yükü tespit edilenler sırasıyla BK10, BK6 and BK3 bağları olmuştur. Aşkun (2002) tarafından yapılan çalışmada, Ege bölgesi kuru üzüm küf yüklerinin 3,356 ile 5,980 log kob g⁻¹ arasında olduğunu tespit etmiştir. Elde edilen veriler bu sonuçlarla örtüşmektedir.

Elverişsiz koşullarda kurutma işleminin gerçekleştirilmesi, kurutulmuş ürünlerdeki küf yükünü arttırmaktadır. Toprak tipi yer sergileri ve beton tip sergilerde kurutulan üzümler genellikle kurutma, depolama, taşıma ve ambalajlama işlemleri esnasında bile küf kontaminasyonuna maruz kalmaktadır (Javanmard, 2010).

Burada daha çok asıl kontaminasyon kaynağı kurutma işleminin gerçekleştirildiği sergilerdir. Denizli bölgesinde kurutma işlemi hem bağların yakınındaki toprak alanlarda, hem de beton tip sergilerde gerçekleşmektedir. Toprak sergilerde kurutulan üzümlerde, beton tip yer sergilerinde kurutulanlara göre küf yüklerinin daha fazla gözlenmesi muhtemel bir sonuçtur.

Tablo 3. 2. 2010 Hasat yılına ait çekirdeksiz kuru üzümün küf yükleri (\log_{10} kob/g)

| Örnek Kodu | Toplam küf yükü* (\log_{10} kob/g) \pm SS |
|-----------------|--|
| BK2 | 3,70 ^{ab} \pm 0,16 |
| BK3 | 3,60 ^a \pm 0,12 |
| BK4 | 4,54 ^d \pm 0,20 |
| BK5 | 3,75 ^{ab} \pm 0,08 |
| BK6 | 3,63 ^a \pm 0,14 |
| BK7 | 4,94 ^e \pm 0,04 |
| BK8 | 4,22 ^c \pm 0,08 |
| BK9 | 4,84 ^e \pm 0,20 |
| BK10 | 3,57 ^a \pm 0,23 |
| HN1 | 4,86 ^e \pm 0,14 |
| HN2 | 6,05 ^f \pm 0,20 |
| HN3 | 4,84 ^e \pm 0,17 |
| HN4 | 4,58 ^d \pm 0,04 |
| BL1 | 4,81 ^e \pm 0,12 |
| BL2 | 5,01 ^e \pm 0,14 |
| BL3 | 4,59 ^d \pm 0,02 |
| BL4 | 3,88 ^b \pm 0,05 |
| BL5 | 6,04 ^f \pm 0,07 |
| BL6 | 4,94 ^e \pm 0,10 |
| Minimum | 3,567 |
| Maksimum | 6,05 |
| Ortalama | 4,319 |
| SS | 1,2316 |
| SH | 0,138 |

N.D: Tespit edilemedi, SS: Standart Sapma, SH: Standart Hata

Toplam küf yükü* : Toplam küf yükü sonuçları örnek ortalamaları \pm Standart sapma (SS) şeklinde verilmiştir. Farklı üst indisleri küçük harfler (a,b,c,...) Duncan çoklu karşılaştırmalı test sonuçlarına göre numuneler arasında önemli farkın olup olmadığını ifade etmektedir (p < 0,05).

Tablo 3. 3. Çekirdeksiz kuru üzümün toplam küf yüklerinin bağların buldukları bölgelere göre karşılaştırılması

| Örneğin Lokasyonu | Toplam küf yükü* (\log kob g ⁻¹) \pm SS | Minimum | Maksimum |
|-------------------|--|---------|----------|
| Bekilli (n=10) | 3,68 ^a \pm 1.35 | ND | 5,04 |
| Honaz (n=4) | 5,08 ^b \pm 0.61 | 4,53 | 6,26 |
| Buldan (n=6) | 4,88 ^b \pm 1.23 | 3,83 | 6,11 |

Toplam küf yükü* : Toplam küf yükü sonuçları örnek ortalamaları \pm Standart sapma (SD) şeklinde verilmiştir. a,b,c,... indisleri ise Duncan çoklu karşılaştırmalı test sonuçlarına göre numuneler arasında önemli farkın olup olmadığını ifade etmektedir (p < 0,05).

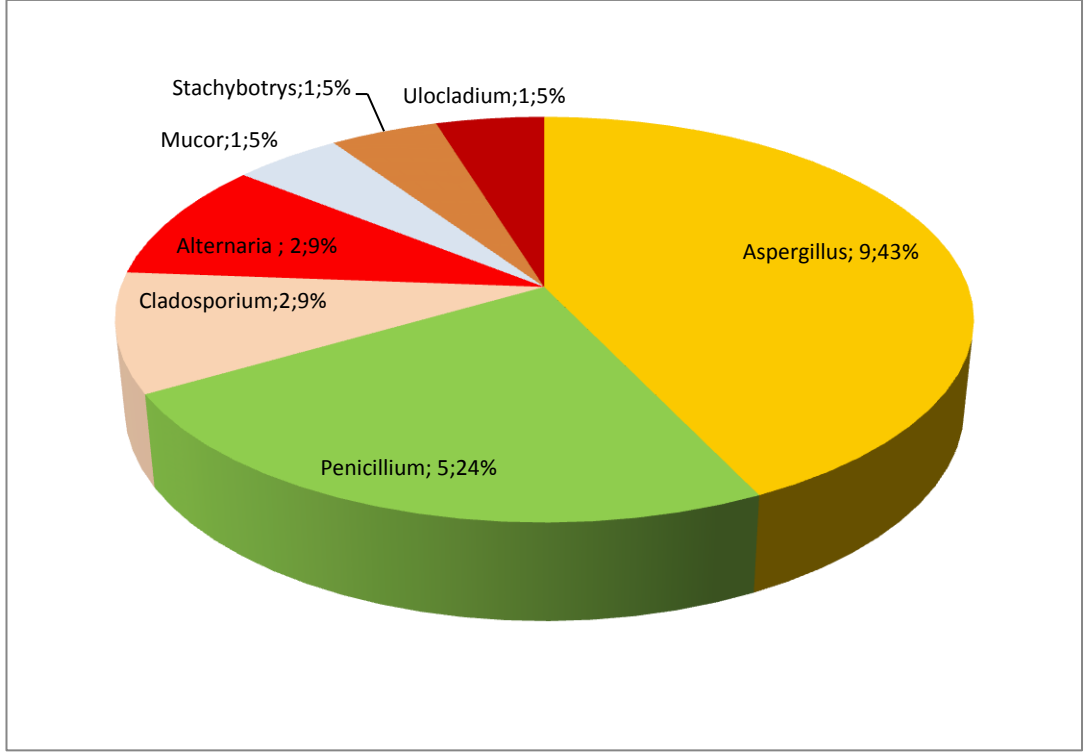
Bekilli bölgesindeki bağlardan temin edilen çekirdeksiz kuru üzümün ortalama küf yükleri, Honaz ve Buldan bölgesinden temin edilen örneklerin ortalama küf yüklerinden önemli derecede düşüktür ($p>0.05$). Bununla birlikte, Honaz ve Buldan bölgesinden temin edilen örneklerin ortalama küf yükleri arasında önemli bir farklılık belirlenmemiştir. Kurutma işleminin yapıldığı yer, iklim şartları, sıcaklık, kurutma esnasında ürünün yağmura maruz kalıp kalmaması, depolama koşulları gibi birçok etken küf yüklerinin bölgeden bölgeye değişiklik göstermesine neden olabilmektedir. Bu çalışmada Bekilli bölgesinden temin edilen örneklerin küf yüklerinin diğer bölgelere göre daha düşük çıkması, kurutma işlemi esnasında kurutma ve depolama koşullarının diğer iki bölgeye göre daha iyi olduğu şeklinde yorumlanabilir.

3.1.2. Kuru üzümün küf florası

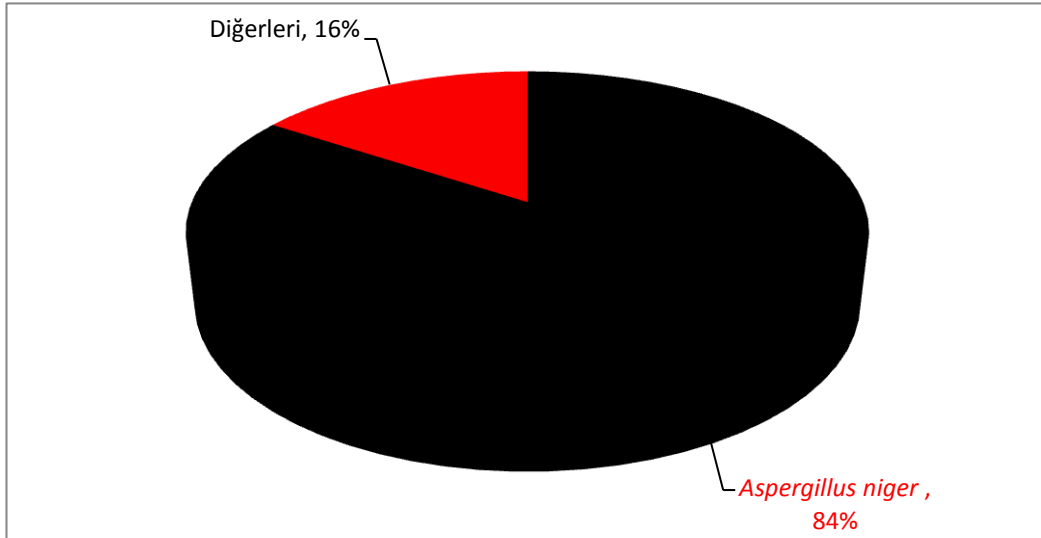
Çalışmada toplamda 20 bağa ait çekirdeksiz kuru üzümün 330 adet izolat alınmış ve bu izolatlar üzerinden küf teşhisleri yapılmıştır. Kuru üzümün 330 adet izolatından teşhis edilen küf türleri, hangi bağdan tespit edildiği ve izolatlara göre bağıl frekansları Tablo 3.4 'de ifade edilmiştir. Tespit edilen küf türlerinin cinslere göre % dağılımları Şekil 3.2' de verilmiştir. 20 örnek için izole edilen ve büyük çoğunluğu potansiyel okratoksijenik olan *A. niger*' in nigri (SA) grubunda yer alan; *A. niger* (256), *A. heteromorphus* (4), *A. aculeatus* (18) küf türlerinin (%) bağıl frekansı "*A. niger*" grubu olarak, diğer küf türlerinin bağıl frekansı ise "Diğerleri" şeklinde ifade edilerek Şekil 3.3. oluşturulmuştur. Örneklerden izole edilen küflerin fotoğrafları çekilmiş ve Ek 7' de verilmiştir.

Tablo 3. 4. Tespit edilen türlerin örneklerde görülme sıklığı

| Tespit Edilen Tür | Tespit Edildiği Örnek kodu | İsolat sayısı | İsolat Bağıl Frekansı (%) |
|---|---|---------------|---------------------------|
| <i>Aspergillus niger</i> | BK2, BK3, BK4, BK5, BK6, BK7, BK8, BK10, HN1, HN2, HN3, HN4, BL1, BL2, BL3, BL4, BL5, BL6 | 256 | 77,58 |
| <i>A. flavus</i> | HN1, HN3 | 4 | 1.21 |
| <i>A. flavus spp. columnaris</i> | HN3 | 1 | 0.3 |
| <i>A. ochraceus</i> | HN3 | 1 | 0.3 |
| <i>A. heteromorphus</i> | HN3 | 4 | 1.21 |
| <i>A. aculeatus</i> | BK2, BK3, BK4, BK5, BL2, BL5, BL6, HN1 | 18 | 5.45 |
| <i>A. carneus</i> | HN3 | 7 | 2.12 |
| <i>A. citrisporus</i> | HN4 | 5 | 1.52 |
| <i>A. ornatus</i> | HN3 | 5 | 1.52 |
| <i>Penicillium humili</i> | BK1, BK5, HN3, HN4 | 5 | 1.52 |
| <i>P. diversum</i> | BK4 | 1 | 0.3 |
| <i>P. frequentans</i> (*syn. <i>P. glabrum</i>) | BK4, BK8, BK10, BL4, HN1 | 5 | 1.52 |
| <i>Alternaria alternata</i> | BK3, BK6, BK9, BK10, BL6, HN1, HN3 | 11 | 3.33 |
| <i>A. tenuissima</i> | HN3 | 1 | 0.3 |
| <i>Cladosporium cladosporides</i> | BK9, HN4 | 2 | 0.6 |
| <i>C. herbarum</i> | BL4 | 1 | 0.3 |
| <i>C. sphaerospermum</i> | HN3 | 1 | 0.3 |
| <i>Mucor hiemalis</i> | HN3 | 1 | 0.3 |
| <i>Ulocladium atrum</i> | BL3 | 1 | 0.3 |
| <i>Stachybotrys spp.</i> | BK3 | 1 | 0.3 |
| TOPLAM | | 330 | 100 |



Şekil. 3. 2. Tespit edilen küf türlerinin cins bazında % dağılımları



Şekil. 3. 3. İzolatların Bağlı frekansları (%)

Araştırma kuru üzüm örneklerinden elde edilen 330 izolatin 301 adedinin *Aspergillus* (%91,21) türlerine ait olduğu, geriye kalan 29 (%8,78) izolatin ise diğer türlerden oluştuğu belirlenmiştir. *A. niger*' in nigri (SA) alt şubesine ait türlerin toplam izolatlar içerisindeki bağıl frekansı ise %84 olarak belirlenmiştir. Bununla birlikte diğer *Aspergillus* (*A. flavus*, *A. flavus* spp. *columnaris*, *A. ochraceus*, *A. heteromorphus*, *A. carneus*, *A. citrisporus* ve *A. ornatus*), *Penicillium*, *Alternaria*, *Cladosporium*, *Mucor*, *Ulocladium* ve *Stachybotrys* türleri de 20 farklı kuru üzüm örneğinden izole edilen diğer türlerdir. Araştırma sonuçları *Aspergillus niger* (%84) türlerinin kuru üzüm florasında hâkim olan tür olduğunu ortaya koymaktadır.

Türkiye bağları, yaş ve kuru üzümleri ile ilgili yapılan daha önceki çalışmalarda *A. foeditus*, *A. niger* var. *niger*, *A. flavus*, *A. ochraceus*, *A. heteromorphus*, *A. aculeatus*, *A. carneus*, *Alternaria alternata*, *A. tenuissima*, *Cladosporium* spp. and *Mucor* spp. türleri belirlenmiştir (Aşkun, 2002; Aşkun et al., 2007; El Khoury et al., 2008). Bununla birlikte, *A. ornatus*, *P. humuli* ve *P. citreovirens* ilk defa Denizli bölgesi için tanımlanan küf türleridir.

Avrupa ve Akdeniz ülkelerinde, gerek şaraplık üzüm çeşitleri, gerekse de kuru üzümler ile yapılan çalışmaların çoğu siyah sporlu *Aspergillus*ların (*A. niger* var. *niger*, *A. foeditus*, *A. carbonarius*, *A. aculeatus* vb.) florada baskın tür olduklarını ortaya koymaktadır (Battilani et al., 2006; Lasram et al., 2012).

Üzüm ve kuru üzümlerle yapılan çalışmaların çoğunda en güçlü OTA üreticisi küf türü olarak kabul edilen *A. carbonarius* belirlenmesine rağmen bazı çalışmalarda bu küf türünün varlığına rastlanmamıştır. Nitekim, Aşkun (2002) Türkiye' de, Lasram et al. (2012) Tunus' da, Luchetta et al. (2010) İtalya' da yetiştirilen, Gasghari et al. (2011) ise Suudi Arabistan' da piyasada satılan üzümlerden *A. carbonarius* izole etmişler, buna karşın Abrunhosa et al. (2001) tarafından yapılan bir çalışmada Portekiz' de yetiştirilen üzümlerde bu küf türüne rastlanmamışlardır. Nitekim yaptığımız araştırmada 20 farklı kuru üzüm örneğinin küf florasında *A. carbonarius*' a rastlanmamıştır.

Kuru üzüm için şu anda en kuvvetli OTA üreticisi olan bu küf türünün Denizli bölgesi bağlarında tespit edilememesi önemlidir, ancak kesin bir sonuca varılabilmesi için bölgede bulunan diğer bağlar dan da toprak örnekleri, yaş ve kuru üzüm örnekleri alınarak küf çeşitliliğinin belirlenmesi gereklidir.

3.1.3. Kuru üzümün OTA içerikleri

Çalışmanın bu bölümünde Denizli ili ilçelerinden tedarik edilen 20 farklı bağa ait kuru üzüm numunelerinin OTA içerikleri HPLC ile belirlenmiştir. OTA analizi için kalibrasyon eğrisi oluşturulduktan sonra numunelerin okunmasına geçilmiştir. Numunelerin OTA içerikleri Tablo 3.5’ de verilmiştir. Analizde kullanılan metodun Gözlenebilme alt sınırı (LOD) ve Tayin alt sınırı (LOQ) sırasıyla 0,16 ve 0,54 µg/kg ve sinyal/gürültü oranı ise 6,11 olarak belirlenmiştir. Örneklere ait kromatogramlardan bazıları Ek2’ de verilmiştir.

Analiz edilen 20 örneğin 13 (%65) adedinde LOQ değerinin altında olmak üzere 7 (%35) sinde OTA tespit edilmiştir. Numunelerden hiçbirinin OTA içeriğinin “Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkında Tebliğ” de yer alan ve aynı zamanda Avrupa birliği Commission Regulation (EU) No 165/2010 nolu komisyon kararında belirtilen “Kurutulmuş asma meyveleri (kuşüzümü, kuru üzüm ve çekirdeksiz üzüm dahil)” için belirlenen 10 µg/kg maksimum limit değerini geçmediği belirlenmiştir.

Tablo 3. 5. 20 bağa ait çekirdeksiz kuru üzüm numunelerinde OTA seviyesi

| Tespit edilen OTA miktarı µg/kg | Örnek Sayısı | Örnek %' si | Aralık | Ortalama±SS* |
|------------------------------------|--------------|-------------|-------------------|--------------|
| 0,0-0,16 | 13 | 65 | 0 | 0±0,000 |
| 0,16-0,50 | 1 | 5 | <LOD [†] | 0±0,000 |
| 0,50-1,0 | 5 | 25 | 0.56-0.83 | 0,76±0,11 |
| 1,0-2,0 | 1 | 5 | 1.18 | 1,18±0,000 |
| 2,0-5,0 | 0 | 0 | 0 | 0±0,000 |
| 5,0-10,0 | 0 | 0 | 0 | 0±0,000 |
| >10,0 | 0 | 0 | 0 | 0±0,000 |

*: Örnekte tespit edilen OTA miktarı ± Standart Sapma

Yaş ve kuru üzümler ile şaraplarda OTA varlığı ilk defa Zimmerli ve Dick (1996) tarafından İsviçre şaraplarında OTA varlığını saptaması ile başlamıştır. Bu tarihten sonar üzüm ve üzümde elde edilen ürünlerden OTA varlığını konu alan çalışmalar yapılmaya başlanmıştır. Meyvacı et al. (2005), Ege Bölgesi’ ne ait 264 adet işlenmemiş kuru üzüm örneğini bağ ve paketleme tesislerinden temin ederek bu örneklerde OTA varlığını araştırmıştır. Araştırmacılar, örneklerin %68’ inde OTA varlığını belirlerken 26 adedinde (%9,8) “Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkında Tebliğ” de yer alan, “Kurutulmuş asma meyveleri (kuşüzümü, kuru üzüm ve çekirdeksiz üzüm dahil)” için belirlenen 10 µg/kg

maksimum limit deęerini getięini belirlemiřlerdir. Bircan (2009) tarafından yapılan dięer bir alıřmada 53 adet Sultani ekirdeksiz kuru zm rneęi OTA varlıęı aısından incelenmiř ve rneklerin % 53 (28)' nde OTA varlıęına rastlanmıřtır. Kuru zmler iin maksimum limit deęeri olan 10 µg/kg deęerini geen rnek sayısı ise 2 (%3,8)' dir. Lombaert et al. (2004), Kanada' da marketlerde satılan 66 adet Sultani eřidi kuru zm rneęinin 39 (%59)' unda OTA varlıęına rastlamıřlardır. Arařtırma sonucunda elde ettięimiz sonular, arařtırmacıların bulgularından dřk ıkmıřtır. Arařtırma sonucunda pozitif rnek sayısı %35 olarak tespit edilmiř ancak rneklerin tamamının OTA ierikleri maksimum limit deęerinin altında kalmıřtır. Bu sonu, rneklerde en kuvvetli okratoksijenik tr olan *A. carbonarius*' a rastlanmaması ile aıklanabilir. Bu kf trnn rneklerde olmaması OTA seviyesinin dřk ıkmasına neden olmuř olabilir.

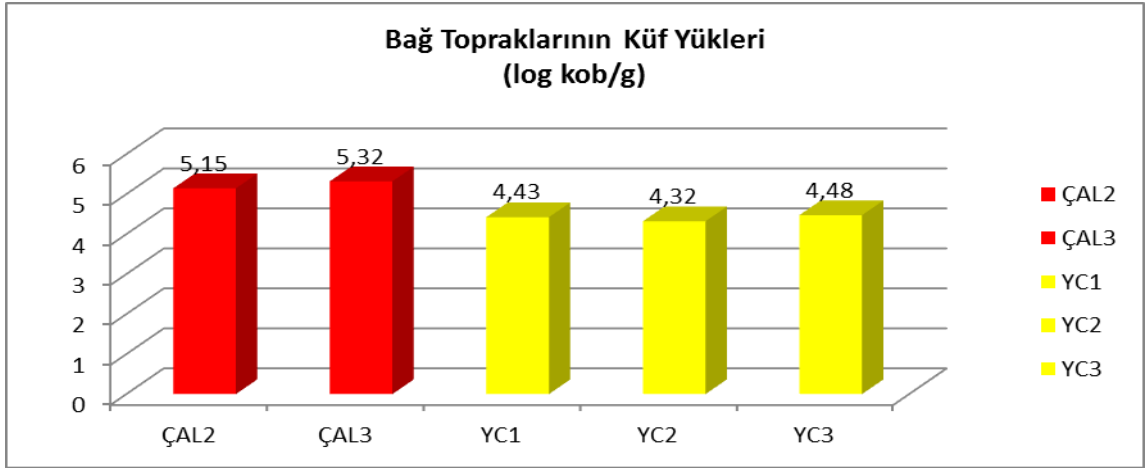
3.2. 2011 Hasat Yılı Analiz Sonuları

3.2.1. 2011 Hasat yılı baę topraklarının kf ykleri

2011 Hasat yılında Denizli ili al ve Buldan ilesinden belirlenen baęlardan toprak rnekleri alınmıř ve "Topraęı Sulandırma Yntemi" kullanılmıřtır (Kıra, 2006). Bu yntem uygulanırken, bakteri geliřimini engellemek amacıyla Rose Bengal Kloramfenikol agara bir miktar kloramfenikol ilave edilmiř ve ekim prosedr gerekleřtirilmiřtir. İncelenen baęların kf ykleri Tablo 3.6' da ve Őekil 3.4' de verilmiřtir.

Tablo 3. 6. Seilen baęların toprak kf ykleri

| Baę Kodu | Ortalama Kf Yk (kob/g) | Ortalama Kf yk (log kob g ⁻¹)± SS |
|-----------------|------------------------------|---|
| AL2 | 1,4x10 ⁵ | 5,15±0,274 |
| AL3 | 2,1x10 ⁵ | 5,32±0,120 |
| YC1 | 2,7x10 ⁴ | 4,43±0,510 |
| YC2 | 2,1x10 ⁴ | 4,32±0,171 |
| YC3 | 3 x10 ⁴ | 4,48±0,068 |
| ORTALAMA | 8,6x 10 ⁴ | 4,74±0,229 |



Şekil. 3. 4. Araştırmada kullanılan bağ topraklarının küf yükleri

Örnek alınan bağların toprak küf yüklerinin oldukça yüksek olduğu görülmektedir. Whitelaw- Weckert et al. (2007) tarafından Avustralya bağ topraklarının mikrobiyal populasyonunu konu alan bir araştırmada, bağ topraklarının küf yüklerinin Dikloran rose bengal kloramfenikol agarda $6,7 \times 10^4$ ile $1,77 \times 10^5$ kob/g değerleri arasında olduğu belirlenmiştir. Ayrıca Eltem et al. (2009) tarafından yapılan bir çalışmada Manisa, Alaşehir ve İzmir bölgesinde bulunan 62 adet Sultani çekirdeksiz üzüm bağının toprak küf yükleri incelenmiş ve bağların topraklarının 1×10^4 ile 9×10^4 kob/g olmak üzere ortalama $7,1 \times 10^4$ kob/g düzeyinde küf yüküne sahip olduğu belirlenmiştir. Araştırmadan elde edilen sonuçlar incelendiğinde bağ topraklarının ortalama küf yüklerinin $8,6 \times 10^4$ kob/g düzeyinde olduğu görülmektedir ve elde edilen bulgular araştırmacıların bulguları ile örtüşmektedir. Çal ilçesine ait örneklerin küf yüklerinin Yenicekent ilçesine ait örneklerin küf yüklerinden daha yüksek olduğu görülmektedir. Tarımsal zararlılarla mücadele yöntemleri, sulama şekli ve toprağın organik madde yapısı toprak küf yükünü etkileyen önemli faktörlerden olduğu bildirilmiştir (Eltem et al., 2009).

Toprağın, küf kontaminasyonunun, dolayısıyla da mikotoksin oluşumunun kaynağı olduğu belirtilmektedir (Somma et al., 2012). Tarımsal ürünlerde mikotoksin oluşumu açısından topraktaki küf yükü ile birlikte toprakta bulunan küflerin biyolojik çeşitliliği (biodiversity) de son derece önemlidir.

Okratoksjenik küf türlerinin toprakta görülme sıklığı ne kadar fazla ise ürünün okratoksin içerme riski bir o kadar fazla olacaktır. Nitekim, üzüm ve üzüm ürünlerinde birinci derecede okratoksin üreticisi olarak kabul edilen *Aspergillus* spp. ve *A. carbonarius*' un toprakta görülme sıklığının fazla olmasının, üründe okratoksin oluşma riskini arttırdığı ifade edilmiştir.

Bununla birlikte, çeşitli bağcılık teknikleri ile bu riskin azaltılabileceği ifade edilmektedir. Eltem et al. (2009), ılıman iklim kuşağında bulunan bağlarda, fazla işlenmiş ve kuru toprakların, işlenmemiş olanlara göre *Aspergillus* spp. ve *A. carbonarius* küf türlerinin görülme sıklığı açısından daha riskli olduğunu ifade etmektedir.

3.2.2. 2011 Hasat yılı yaş üzüm küf yükleri

2011 yılının Ağustos ve Eylül aylarında Denizli ili Çal ilçesi ile Buldan ilçesine bağlı Yenicekent kasabasına gidilmiş, Çal ilçesinden 2 ve Yenicekent/ Buldan bölgesinden 3 bağ seçilmiştir. Bu bağlara hasattan 2 hafta önce gidilerek ham üzüm numuneleri alınmış ve mikrobiyolojik analize tabi tutulmuşlardır.



Şekil. 3. 5. Numune alınan bağlardan bir görüntü

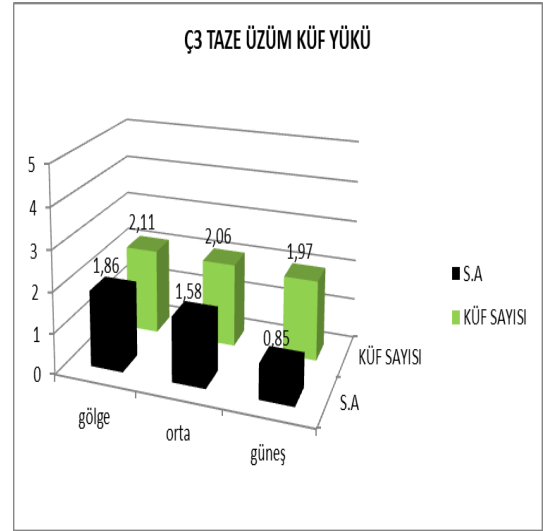
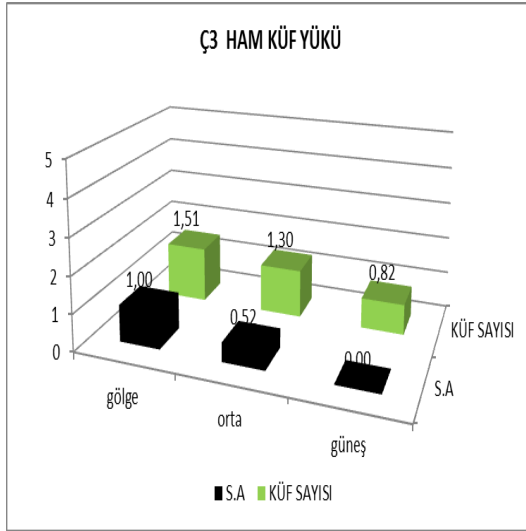
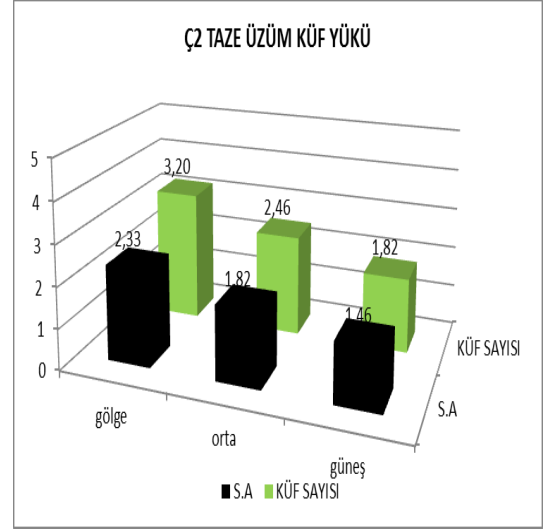
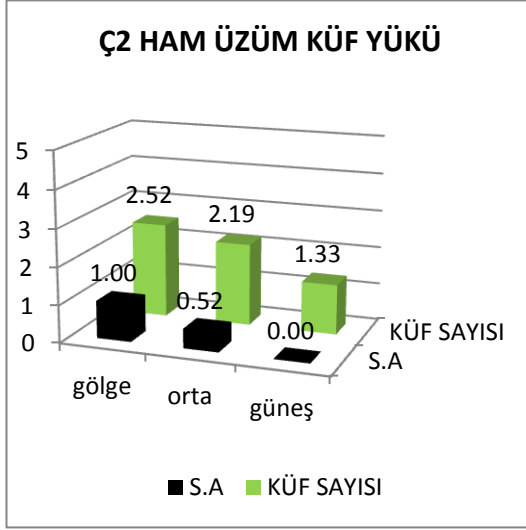
Numune alımından iki hafta sonra aynı bağlara tekrar gidilmiş ve üzüm hasadı yapılmıştır. Buna istinaden bağlarda bulunan üzümler gölgede kalan ve toprağa yakın olan (gölge), güneşi gören ve asmaların üst kısmında olup topraktan en uzak konumda olan (güneş) ve asmanın ortasında kalanlar (orta) olmak üzere 3 kategoriye ayrılmıştır. Numune alınan bağlardan biri Şekil 3.5' de görülmektedir.

Gölge, orta ve güneş olarak sınıflandırılan üzümler her bir sınıftan tesadüfi örnekleme metodu ile 6 bölge seçilmiş ve yaklaşık 1'er kg lık numuneler alınarak toplamda her bağ için 18 kg üzüm hasat edilerek steril poşetlere konulup laboratuvara getirilmiştir. Numuneler +4 °C' de muhafaza edilmiş ve 24 saat içerisinde mikrobiyolojik analizi gerçekleştirilmiştir. Analiz sonuçları toplam küf yükü ve üzümün bağdaki konumuna göre (*A. niger* ve *A. carbonarius*) **Siyah Aspergillus (SA)** sayısı olmak üzere Tablo 3.7 ve Tablo 3.8' de ve küf yükleri ile siyah Aspergillus miktarının logaritmaları Şekil 3.6 ve Şekil 3.7' de ifade edilmiştir.

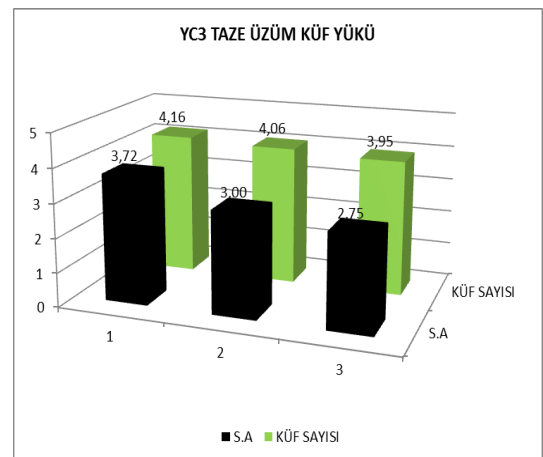
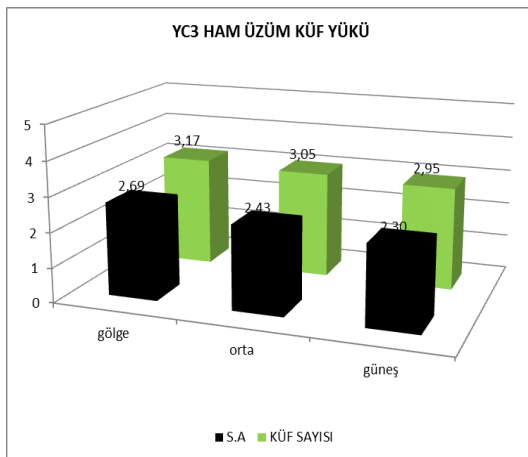
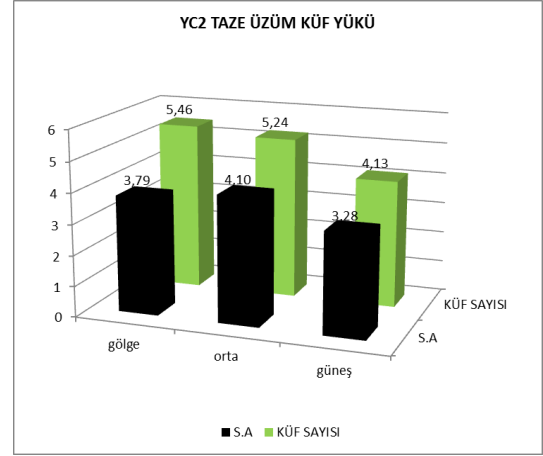
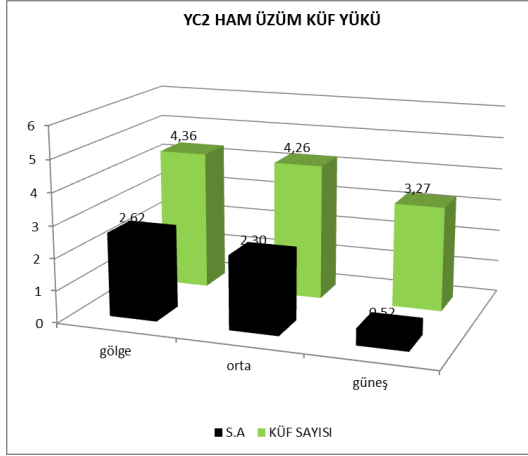
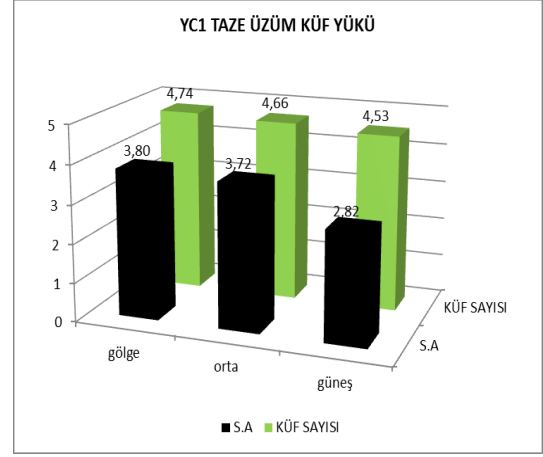
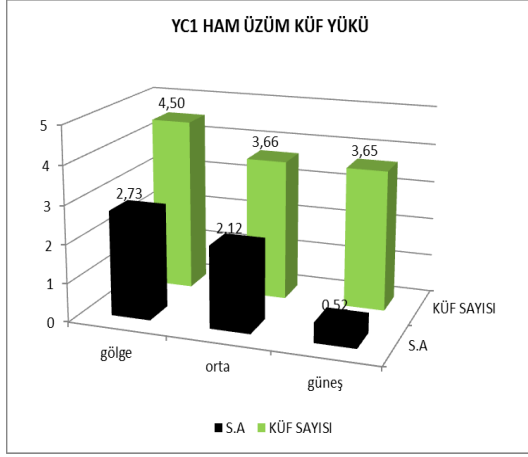
Tablo 3. 7. Hasat öncesi üzüm örneklerinin salkım pozisyonuna göre küf yükleri (log kob g⁻¹)

| BAĞ KODU | GÖLGE | | ORTA | | GÜNEŞ | |
|-------------|--------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| | Küf sayısı | *SA Sayısı | Küf sayısı | *SA Sayısı | Küf sayısı | *SA Sayısı |
| Ç2 | 2,52 ^{Bb} ±0,627 | 1 ^a ±0,000 | 2,19 ^{ABb} ±0,185 | 0,52 ^a ±0,000 | 1,33 ^{Ab} ±0,577 | 0,00 ^a |
| Ç3 | 1,52 ^{Ba} ±0,431 | 1 ^a ±0,000 | 1,30 ^{ABa} ±0,000 | 0,52 ^a ±0,000 | 0,82 ^{Aa} ±0,038 | 0,00 ^a |
| Y1 | 4,50 ^{Bc} ±0,392 | 2,73 ^{3b} ±0,395 | 3,66 ^{Ad} ±0,094 | 2,10 ^{2b} ±0,174 | 3,66 ^{Ad} ±0,037 | 0,52 ^{1b} ±0,000 |
| Y2 | 4,36 ^{Cc} ±0,038 | 2,62 ^{2b} ±0,306 | 4,27 ^{Be} ±0,020 | 2,26 ^{2bc} ±0,241 | 3,27 ^{Ac} ±0,506 | 0,52 ^{1b} ±0,000 |
| Y3 | 3,17 ^{Ab} ±0,074 | 2,69 ^{2b} ±0,000 | 2,98 ^{Ac} ±0,310 | 2,41 ^{2c} ±0,101 | 2,95 ^{Ac} ±0,146 | 2,30 ^{1c} ±0,131 |
| ORT | 3,185^A±1,254 | 1,99²±0,863 | 2,87^A±1,094 | 1,56²±0,897 | 2,41^A±1,178 | 0,67¹±0,879 |

Küçük harfler (a,b,c,..) bağlar arası farklılığı, büyük harfler (A,B,C,...) gölge, orta ve güneş numuneleri için toplam küf sayısı açısından bağın kendi içindeki farklılığını, rakamlar (1,2,3) ise bağ içinde SA sayılarının farklılığını ifade etmektedir. *SA. Sayısı: Gölge, orta ve Güneş numuneleri için Siyah *Aspergillus* sayılarını ifade etmektedir.



Şekil. 3. 6. Hasat öncesi ve hasat esnasında Çal bölgesine ait bağların küf yüklerini gösterir grafik



Şekil. 3. 7. Hasat öncesi ve hasat esnasında Buldan bölgesine ait bağların küf yüklerini gösterir grafik

Tablo 3. 8. Hasat esnasında üzüm salkım pozisyonuna göre örneklerinin küf yükleri (log kob g⁻¹)

| BAĞ KODU | GÖLGE | | ORTA | | GÜNEŞ | |
|-----------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------------|
| | Küf sayısı | *SA Sayısı | Küf sayısı | *SA Sayısı | Küf sayısı | *SA Sayısı |
| Ç2 | 3,20 ^{Bb} ±0,232 | 2,28 ^{3b} ±0,241 | 2,46 ^{Ab} ±0,075 | 1,82 ^{2b} ±0,038 | 1,82 ^{Aa} ±0,560 | 1,46 ^{1b} ±0,151 |
| Ç3 | 2,11 ^{Aa} ±0,209 | 1,86 ^{2a} ±0,433 | 2,06 ^{Aa} ±0,027 | 1,58 ^{2a} ±0,058 | 1,97 ^{Aa} ±0,403 | 0,84 ^{1a} ±0,000 |
| Y1 | 4,74 ^{Ad} ±0,145 | 3,80 ^{2d} ±0,034 | 4,66 ^{Ad} ±0,094 | 3,72 ^{2d} ±0,218 | 4,53 ^{Ab} ±0,563 | 2,82 ^{1c} ±0,000 |
| Y2 | 5,47 ^{Be} ±0,396 | 3,79 ^{2d} ±0,102 | 5,24 ^{Be} ±0,142 | 4,10 ^{2c} ±0,023 | 4,13 ^{Ab} ±0,157 | 3,28 ^{1d} ±0,430 |
| Y3 | 4,20 ^{Ac} ±0,342 | 3,06 ^{2c} ±0,097 | 3,99 ^{Ac} ±0,331 | 3,00 ^{2c} ±0,088 | 3,95 ^{Ab} ±0,095 | 2,76 ^{1c} ±0,098 |
| Ortalama | 3,95^A±1,240 | 2,96¹±0,836 | 3,68^A±1,285 | 2,84¹±1,040 | 3,27^A±1,22 | 2,23¹±0,969 |

Küçük harfler (a,b,c,..) bağlar arası farklılığı, büyük harfler (A,B,C,..) gölge, orta ve güneş numuneleri için toplam küf sayısı açısından bağın kendi içindeki farklılığını, rakamlar (1,2,3) ise bağ içinde SA sayılarının farklılığını ifade etmektedir. *SA. Sayısı: Gölge, orta ve Güneş numuneleri için *Siyah Aspergillus* sayılarını ifade etmektedir.

Analiz sonuçları incelendiğinde, hasat zamanı yaklaştıkça, üzüm örneklerinin tamamında hem toplam küf yüklerinin hem de SA sayılarında artış olduğu görülmektedir. Bunun anlamı meyve olgunlaştıkça, genel olarak meyve yüzeyinde fungal popülasyonun arttığını göstermektedir. Bu durum meyve bünyesinde heksoz konsantrasyonunun artmaya başlaması sonucunda mikroorganizmaların karbon kaynağına duydukları ihtiyacı meyveden karşılamaya eğilim göstermesi şeklinde açıklanmaktadır. Ancak olgunlaşmayla birlikte meyve özel bir protein salgılayarak küflere karşı direnç kazanmaya çalışmaktadır (Salzman et al., 1998).

Üzümün bağdaki pozisyonu açısından, asmada güneş gören salkımların, asmanın orta kısmında ve gölgede toprağa yakın olan salkımlara göre daha düşük toplam küf ve SA sayılarına sahip olduğu görülmektedir. Ancak toplam küf sayılarında görülen bu azalmanın hem hasat öncesi hem de hasat esnası numuneleri için önem arz etmediği belirlenmiştir (p>0,05). Bununla birlikte, bağların kendi içinde salkım pozisyonuna göre değerlendirmesi yapıldığında, toplam küf yüklerinde önemli farklılıklar olduğu belirlenmiştir (p<0,05).

Hasat öncesi bağların toplam küf değerleri incelendiğinde, bağdaki salkım pozisyonunun üzüm toplam küf yükü açısından önemli olduğu belirlenmiştir (p<0,05). Genel olarak toplam küf yükü değerleri; Gölge>Orta>Güneş şeklinde gerçekleşmiş olup, benzer durum SA sayılarında da gerçekleşmiştir. Bununla birlikte, üzüm bağda olgunlaştıkça, olgunlaşmaya bağlı olarak yüzey küf yükü ve SA sayıları artmış, bağ pozisyonunun toplam küf sayısına etkisi giderek azalmaya başlamıştır.

Hasat esnasında bağlardan alınan üzüm örnekleri, salkım pozisyonuna göre incelendiğinde, toplam küf yükü açısından bağ pozisyonunun etkisi yalnızca Ç2 ve Y2 örnekleri açısından önem arz etmekte, diğer bağlarda salkım pozisyonunun toplam küf sayılarına etkisi önemini yitirmektedir ($p>0,05$). Ancak bağlardaki salkım pozisyonunun SA sayılarına etkisinin tüm bağlar için önemli olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$).

Ç2 bağı verileri incelendiğinde salkım pozisyonunun (gölge, orta ve güneş) üzüm yüzeyinde bulunan SA sayısını oldukça etkilediği görülmektedir ($p<0,05$). Diğer bağlarda ise güneş gören salkımlardaki SA sayılarının, asmanın gölgede kalan ve orta bölgesinde kalan salkımların SA sayılarından önemli derecede düşük olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Bu durum bağlarda ilaçlama esnasında, asmanın üst kısmında kalan bölgelerinin pestisit ve fungusitlere daha çok maruz kalmasıyla açıklanabilir. Ayrıca gölgede kalan bölgeler, hem nem açısından hem de sıcaklık açısından daha uygun olduğundan, bu bölgelerde SA sayısında artış görülmesi normal karşılanabilir. Bu sonuçlar Pateraki (2008) tarafından bulunan sonuçlarla örtüşmektedir. Araştırmacı, bağdaki salkım pozisyonuna göre incelemiş ve gölgede kalan salkımların güneş görenlere göre daha fazla küf ve SA yüküne sahip olduğunu ifade etmiştir.

Analiz sonuçları, bağların konumlarına göre de istatistiksel analize tabi tutulmuştur. Bunun yapılma sebebi ise örneklerin alındığı bağların deniz seviyesinden farklı yüksekliklerde olmalarıdır. Çal ilçesi yaklaşık deniz seviyesinden 911 m yüksekte, Buldan ilçesinin Yenicekent kasabası ise 182 m yüksekliktedir. Bu durumda rakıma göre her bir salkım pozisyonuna t-testi uygulanmış ve bağın bulunduğu bölgenin rakımının hem toplam küf yükleri hem de SA sayıları açısından gerek hasat öncesi gerekse de hasat esnası örnekleri için önemli olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Rakımı düşük olan Buldan ilçesine ait örneklerin toplam küf ve SA sayılarının, rakımı yüksek olan Çal ilçesine ait örneklerin toplam küf ve SA sayılarından önemli derecede yüksek olduğu ($p<0,05$), dolayısıyla da düşük rakımda bulunan bağlardan hasat edilen üzümlerin daha yüksek küf ve SA sayılarına sahip olabileceği belirlenmiştir.

3.2.3. Üzümde kurumaya bağlı olarak küf yükü değişimi

Üzümler hasat edildikten sonra laboratuvara getirilerek kurutma prosesi başlatılmıştır. Bağlardan tedarik edilen üzümler her bir bağ için 3 eşit parçaya bölünerek kurutma prosesine alınmıştır. Kurutma işlemini takiben kurutma periyodunun başlangıcında (1. Gün), kurutma periyodunun birinci haftasında (7. Gün) ve kurutmanın sonlandırıldığı günde numuneler alınmıştır.

Ekim sonuçları değerlendirilirken yalnızca küf yükü değil, aynı zamanda kurutma koşullarına bağlı olarak numunelerin siyah *Aspergillus* (*A. niger* ve *A. carbonarius-SA*) miktarları da belirlenmeye çalışılmıştır. Bu amaç doğrultusunda inkübasyon süresini dolduran petrielerde toplam küf kolonileri sayılmış, aynı zamanda morfolojik olarak diğer kolonilerden farklı görünen siyah koloniler tespit edilerek ayrıca sayılmış ve siyah *Aspergillus* miktarının hesaplanmasında kullanılmıştır. Kurutma periyodu süresince üzümlerde gözlenen küf yükü değişimi Tablo 3.9’ da ve Şekil 3.8. ve Şekil 3.9’ da ifade edilmiştir.

Tablo 3. 9. Kurutma periyodu süresince üzümlerde gözlenen küf yükü değişimi

(log kob g⁻¹)

| Örnek Kodu | Toplam Küf Yükü | | | | †Grup İçi Ortalama±SS |
|---------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|---------------------------|
| | Kurutma Başlangıcı | 1. hafta | 2. hafta | Kurutma sonu | |
| Ç2PG | 2,59 ^{23a} | 3,08 ^{1b} | 3,70 ^{3c} | 2,45 ^{1a} | 2,92 ^a ±0,571 |
| Ç2NG | 2,28 ^{2a} | 3,51 ^{2b} | 2,19 ^{1a} | 3,50 ^{3b} | 2,87 ^a ±0,677 |
| Ç2TG | 2,93 ^{45a} | 4,25 ^{4c} | 3,67 ^{3b} | 3,14 ^{2a} | 3,50 ^{ab} ±0,565 |
| Ç3PG | 2,47 ^{23a} | 3,50 ^{2b} | 3,65 ^{3c} | 3,20 ^{2b} | 3,20 ^a ±0,499 |
| Ç3NG | 1,00 ^{1a} | 3,97 ^{3c} | 2,40 ^{2b} | 4,83 ^{4d} | 3,04 ^a ±1,05 |
| Ç3TG | 2,45 ^{23a} | 5,26 ^{6c} | 4,74 ^{5b} | 5,00 ^{45b} | 4,36 ^{cd} ±1,178 |
| Y1PG | 3,06 ^{5a} | 5,24 ^{6c} | 4,93 ^{6b} | 4,94 ^{4b} | 4,54 ^{cd} ±0,908 |
| Y1NG | 4,29 ^{8a} | 5,46 ^{7c} | 4,98 ^{6b} | 5,41 ^{78c} | 5,03 ^d ±0,503 |
| Y1TG | 3,83 ^{7a} | 5,25 ^{6b} | 5,25 ^{8b} | 5,16 ^{56b} | 4,87 ^{cd} ±0,650 |
| Y2PG | 3,43 ^{6a} | 5,24 ^{6c} | 5,08 ^{67b} | 5,36 ^{67d} | 4,78 ^{cd} ±0,818 |
| Y2NG | 4,40 ^{8a} | 5,00 ^{5b} | 5,55 ^{9d} | 5,23 ^{67c} | 5,05 ^d ±0,449 |
| Y2TG | 3,90 ^{7a} | 5,26 ^{6b} | 5,28 ^{8b} | 5,61 ^{8c} | 5,01 ^d ±0,688 |
| Y3PG | 2,72 ^{34a} | 5,39 ^{67d} | 5,17 ^{78b} | 5,32 ^{67c} | 4,65 ^{cd} ±1,166 |
| Y3NG | 2,29 ^{2a} | 4,86 ^{5c} | 4,40 ^{4b} | 4,91 ^{4c} | 4,11 ^{bc} ±1,120 |
| Y3TG | 3,47 ^{6a} | 5,68 ^{8d} | 4,73 ^{5b} | 5,42 ^{78c} | 4,83 ^{cd} ±0,894 |
| ‡Gruplararası Ortalama±SS | 3,04 ^a ±0,903 | 4,73 ^b ±0,822 | 4,38 ^b ±1,020 | 4,62 ^b ±1,022 | |

Küçük harfler (a,b,c) her bir muamelenin zamana bağlı olarak istatistiksel farklılığını ve muamelelerde kurutma süresince meydana gelen ortalama değişimler arasındaki farklılığı, rakamlar (1,2,3) ise her bir kurutma süresinde muameleler arası farklılığı ifade etmektedir.

†Grup İçi Ortalama±SS: Her bir muamelede zamana bağlı ortalama değişim±Standart sapma değerlerini ifade etmektedir.

‡Gruplararası Ortalama±SS: Her bir kurutma süresinde muamelelerin ortalama küf yükü± Standart Sapma (SS) değerini ifade etmektedir.

Kurutma süresince örneklerin toplam küf yükü değişimleri incelendiğinde, zamana bağlı olarak küf yüklerinde artış meydana gelmiştir. Kurutma işleminin başlangıcında uygulanan potasa çözeltisi, üzümün başlangıç küf yüklerinde azalmaya sebep olmaktadır. Kurutma işleminin sonunda örnekler 2,45- 5,61 log kob g^{-1} düzeylerinde toplam küf yükü değerlerine ulaşmışlardır. Kurutma sonunda en düşük toplam küf yükü Ç2PG örnekleri için, en yüksek toplam küf yükü ise Y2TG örnekleri için tespit edilmiştir. Kurutma süresince örneklerin zamana bağlı küf yükü değişimleri incelendiğinde meydana gelen değişimlerin önemli olduğu ($p<0,05$) görülmektedir. Bununla birlikte, Çal ilçesi örneklerinin zamana bağlı olarak küf yükü değişimleri, Buldan ilçesi örneklerinde meydana gelen değişimlere göre önemli derecede düşüktür ($p<0,05$). Ayrıca potasa çözeltisi uygulandıktan sonra *A. carbonarius* sporları püskürtülerek kurutulmuş örneklerin küf yükleri değişimlerinin diğer örneklerle göre önemli derecede yüksek olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Kurutma süresince küf yükü değişimlerinin varyans analiz tablosu Tablo 3.10' da verilmiştir. Yapılan varyans analizinde $p<0,05$ önem seviyesinde, kurutmada kullanılan işlem türlerinin (potasalı kurutma, naturel kurutma ve toksijenik küf sporu bulaştırarak kurutma), bağ orijinlerinin ve kurutma zamanlarının toplam küf yükü değerine etkisi istatistiksel olarak önemli bulunmuştur. Bununla birlikte işlem türü ile bağ orijininin (AxB) örneklerin küf yüküne ortak etkilerinin istatistiksel olarak önem arz etmediği görülmüştür ($p>0,05$). Bağ orijini ile kurutma zamanının (BxC) küf yüklerine ortak etkisi önem arz etmezken ($p>0,05$), işlem türü, bağ orijini ve kurutma zamanının (AxBxC) muamelelerin küf yükü değişimi üzerindeki ortak etkilerinin istatistiksel olarak önemli olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Birçok tarımsal üründe ve işlenmiş gıda maddesinde olduğu gibi yaş ve kuru üzümü konu alan çeşitli çalışmalar yapılmış ve dünyanın çeşitli bölgelerinden çok farklı sonuçlar elde edilmiştir. Gıdaların nem seviyeleri mikrobiyolojik çeşitliliği etkilemektedir. Küfler bakterilere kıyasla çok daha düşük nem seviyelerinde gelişip çoğalabilmektedir (Pardo et al., 2004; Yoltaş, 2008). Dolayısıyla gıda ortamının nem seviyesi gıdaların mikrobiyal florasının oluşumunda önemli bir rol oynamaktadır. Bu bağlamda, küfler, gıdanın nem seviyesine bağlı olarak ortamda gelişebilmektedir. Su aktivitesi küf gelişimi açısından her ne kadar belirleyici bir unsur olarak karşımıza çıksa da, bazı küf türlerinin optimum gelişme şartlarından daha düşük aw şartlarına adapte olup gelişebildiği belirlenmiştir (Pardo et al., 2004; Garcia et al., 2011).

Düşük nem seviyelerinde gelişip çoğalabilen küf türleri kserofilik türler olarak adlandırılmakta ve kuru/yarı kuru gıdalarda gelişip çoğalabilmektedir (Aşkun et al., 2007). Araştırma verilerine bakıldığında da, kurutma işlemi sonunda örneklerin tamamına yakınında küf yüklerinin arttığı görülmektedir. Aşkun (2002) tarafından yapılan bir çalışmada Ege Bölgesi çekirdeksiz kuru üzümüleri incelenmiş ve örneklerin küf yüklerinin 3,36- 5,98 log kob g⁻¹ aralığında olduğunu belirlemişlerdir. Bu çalışmada elde edilen sonuçlar bu bulgularla örtüşmektedir.

Tablo 3. 10. Zamana bağlı toplam küf yükü değişimi değerlerinin varyans analiz tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Kareler Ortalaması | F değeri |
|-------------------|---------------------|-----------------|--------------------|----------|
| †İşlem türü (A) | 2 | 9,753 | 4,876 | 3,690* |
| Bağ orijini (B) | 4 | 97,440 | 24,360 | 29,155* |
| AxB | 8 | 10,898 | 1,362 | 1,790 |
| Zaman (C) | 3 | 86,391 | 28,797 | 32,226* |
| AxC | 6 | 5,354 | 0,892 | 1,055 |
| BxC | 12 | 15,115 | 1,260 | 4,507* |
| AxBxC | 24 | 16,591 | 0,691 | 39,149* |

†İşlem türü (A): Potasa çözeltisi uygulanmış (P), Hiçbir işlem görmeden kurutulmuş (N) ve Potasa çözeltisi uygulanmış ve Toksikjenik küf sporu çözeltisi püskürtülmüş (T) örnekleri ifade etmektedir.

F değerleri * ile işaretli olan varyasyonlarda istatistiksel olarak fark belirlenmiştir.

Tablo 3. 11. Kurutma periyodu süresince üzümde gözlenen SA (Siyah *Aspergillus*) yükü değişimi (log kob g⁻¹)

| Örnek Kodu | SA Yüğü | | | | †Grup İçi Ortalama±SS |
|---------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|----------------------------|
| | Kurutma Başlangıcı | 1. hafta | 2. hafta | Kurutma sonu | |
| Ç2PG | 0,60 ^{2a} | 2,50 ^{3b} | 3,70 ^{7b} | 2,45 ^{3b} | 2,26 ^{de} ±1,184 |
| Ç2NG | 0,66 ^{2a} | 1,60 ^{2b} | 0,70 ^{2a} | 2,78 ^{4c} | 1,44 ^{bcd} ±0,906 |
| Ç2TG | 0,94 ^{3a} | 2,80 ^{4c} | 2,00 ^{3b} | 2,17 ^{3b} | 1,98 ^{bcd} ±0,706 |
| Ç3PG | 0,00 ^{1a} | 2,30 ^{3d} | 2,00 ^{3c} | 1,64 ^{2b} | 1,48 ^{bcd} ±0,933 |
| Ç3NG | 0,00 ^{1a} | 3,97 ^{7c} | 2,33 ^{4b} | 4,21 ^{7c} | 2,63 ^{de} ±1,760 |
| Ç3TG | 0,00 ^{1a} | 0,00 ^{1a} | 0,00 ^{1a} | 0,00 ^{1a} | 0,00 ^a ±0,00 |
| Y1PG | 0,00 ^{1a} | 3,00 ^{45b} | 3,70 ^{7c} | 3,97 ^{67d} | 2,67 ^{de} ±1,651 |
| Y1NG | 0,00 ^{1a} | 4,80 ^{8c} | 2,00 ^{3b} | 4,92 ^{8c} | 2,94 ^e ±2,154 |
| Y1TG | 0,00 ^{1a} | 3,70 ^{6c} | 2,70 ^{5b} | 3,85 ^{567d} | 2,56 ^{de} ±1,610 |
| Y2PG | 0,00 ^{1a} | 0,00 ^{1a} | 0,00 ^{1a} | 3,50 ^{56b} | 0,88 ^{ab} ±1,597 |
| Y2NG | 0,00 ^{1a} | 3,60 ^{6b} | 5,50 ^{8c} | 3,62 ^{56b} | 3,19 ^e ±2,090 |
| Y2TG | 0,00 ^{1a} | 0,00 ^{1a} | 0,00 ^{1a} | 3,39 ^{5b} | 0,85 ^{ab} ±1,554 |
| Y3PG | 0,00 ^{1a} | 0,00 ^{1a} | 0,00 ^{1a} | 3,97 ^{67b} | 0,99 ^{abc} ±1,796 |
| Y3NG | 1,50 ^{4a} | 3,20 ^{5b} | 3,30 ^{6b} | 3,58 ^{56b} | 2,90 ^e ±0,875 |
| Y3TG | 0,00 ^{1a} | 4,00 ^{7d} | 2,70 ^{5b} | 3,49 ^{56c} | 2,54 ^{de} ±1,609 |
| ‡Gruplararası Ortalama±SS | 0,25 ^a ±0,265 | 2,37 ^b ±1,636 | 2,04 ^b ±1,620 | 3,16 ^c ±1,213 | |

Farklı harfler (a,b,c) her bir muamelenin zamana bağlı olarak istatistiksel farklılığını ve muamelelerde kurutma süresince meydana gelen ortalama değişimler arasındaki farklılığı, farklı rakamlar (1,2,3) ise her bir kurutma süresinde muameleler arası farklılığı ifade etmektedir.

†Grup İçi Ortalama±SS: Her bir muamelede zamana bağlı ortalama değişim±Standart sapma (SS) değerlerini ifade etmektedir.

‡Gruplararası Ortalama±SS: Her bir kurutma süresinde muamelelerin ortalama Siyah *Aspergillus* (SA) sayısı± Standart Sapma değerini ifade etmektedir.

Kurutma periyodu süresince muamelelerin SA sayısında meydana gelen değişim Tablo 3.11' de ifade edilmiştir. Kurutma sürecinin başlangıcında yalnızca Ç2PG, Ç2NG ve Y3NG örneklerinde SA türlerine rastlanmış, diğer muamelelerde bu türler belirlenememiştir. Bunun en büyük sebebi kurutma işleminde uygulanan potasa çözeltisidir. Potasa çözeltisi hem üzüm yüzeyindeki mumsu tabakayı eriterek kurutma işleminin daha kısa sürede gerçekleşmesini, hem de üzüm yüzeyinde bulunan küf sporlarının ortamdaki uzaklaşmasını sağlamaktadır (Pateraki et al., 2008; Pahlavanzadeh et al., 2001). Örneklerin birçoğunda başlangıçta SA türlerine rastlanmaması bandırma çözeltisi uygulaması ile açıklanabilir.

Kurutma süresinin 1. haftasından itibaren Y2PG, Y3PG ve Ç3TG dışındaki örneklerin tamamında muamelelerin SA sayılarında önemli düzeyde artış görülmüştür ($p < 0,05$). Bu artış miktarı oransal olarak en fazla 1. hafta örneklerinde göze çarpmaktadır. Bu zaman diliminden sonraki dönemlerde, muamelelerin SA sayısında zamana bağlı olarak artış veya azalış şeklinde değişiklikler meydana gelmiş ve kurutma sonunda Ç2N haricinde, işlem görmeden kurutulan diğer natürel örneklerinin 1. hafta SA sayıları ile kurutma sonunda ulaşılan SA sayıları birbirine yakın değerlerdedir ($p > 0,05$).

Pateraki tarafından yapılan bir çalışmada (2008), Yunanistan bölgesi çekirdeksiz kuru üzümleri incelenmiş ve kurutma sürecinin ilk 5 günlük döneminde, kurutma sürecinin geriye kalan dönemine kıyasla, SA sayısında önemli düzeyde artış belirlenmiştir. Araştırmadan elde ettiğimiz sonuç bu bulgularla örtüşmektedir. Bununla birlikte, üzüm örneklerine dışarıdan okratoksijenik *A. carbonarius* bulaştırma işlemi yapılmasına rağmen, üzüm yüzeyinde bulunan mevcut floranın *A. carbonarius*' un ortamda gelişip çoğalmasına izin vermemiş olabileceği düşünülmektedir. Nitekim toksijenik küf bulaştırılarak yapılandırılan Ç2TG, Ç3TG, Y1TG, Y2TG ve Y3TG örneklerinin ortalama SA sayıları $1,58 \log \text{ kob } g^{-1}$ düzeyinde iken potasalı ve natürel örneklerde ise bu değer sırasıyla 1,65 ve 2,61 $\log \text{ kob } g^{-1}$ seviyelerinde kalmıştır. Potasa çözeltisine ilaveten toksijenik küf sporu püskürtme işleminin son üründe SA sayısında artışa neden olmadığı görülmektedir ($p > 0,05$). Natürel olarak kurutulan örneklerin ortalama SA sayıları potasa çözeltisi uygulananlara göre önemli derecede yüksek çıkmıştır ($p < 0,05$). Bu durum, potasa çözeltisinin kurutma işlemini kolaylaştırmasının yanı sıra son üründe okratoksijenik SA sayısında da azalmaya olanak sağladığını düşündürmektedir.

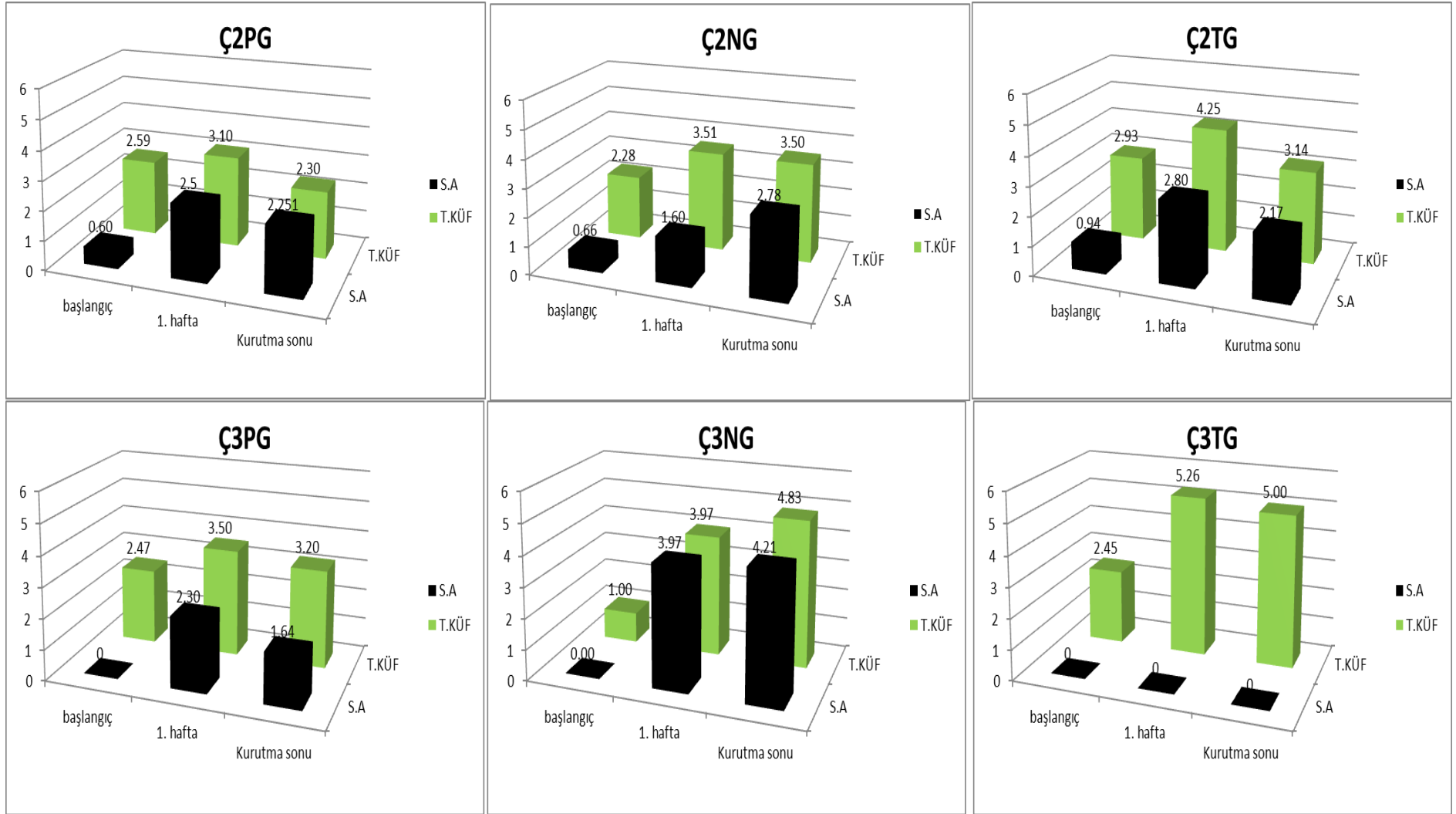
Kurutma süresince küf yükü değişimlerinin varyans analiz tablosu Tablo 3.12' de verilmiştir. Yapılan varyans analizinde $p<0,05$ önem seviyesinde, kurutmada kullanılan işlem türlerinin (potasalı kurutma, natürel kurutma ve toksijenik küf sporu çözültisi püskürtülerek kurutma), bağ orijinlerinin ve kurutma zamanlarının SA sayısına etkisi istatistiksel olarak önemli bulunmuştur. Aynı zamanda işlem türü ile bağ orijininin (AxB) muamelelerin küf yüküne ortak etkilerinin istatistiksel olarak önem arz ettiği ($p<0,05$), ancak işlem türü ile zamanın ortak etkilerinin (AxC) muamelelerin SA değişiminde önemli olmadığı ($p>0,05$) tespit edilmiştir. Bağ orijini ile kurutma zamanının (BxC) küf yüklerine ortak etkisi önem arz ederken ($p<0,05$), işlem türü, bağ orijini ve kurutma zamanının (AxBxC) muamelelerin küf yükü değişimi üzerindeki ortak etkilerinin istatistiksel olarak önemli olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$).

Tablo 3. 12. Zamana bağlı SA sayısı değişimi değerlerinin varyans analiz tablosu

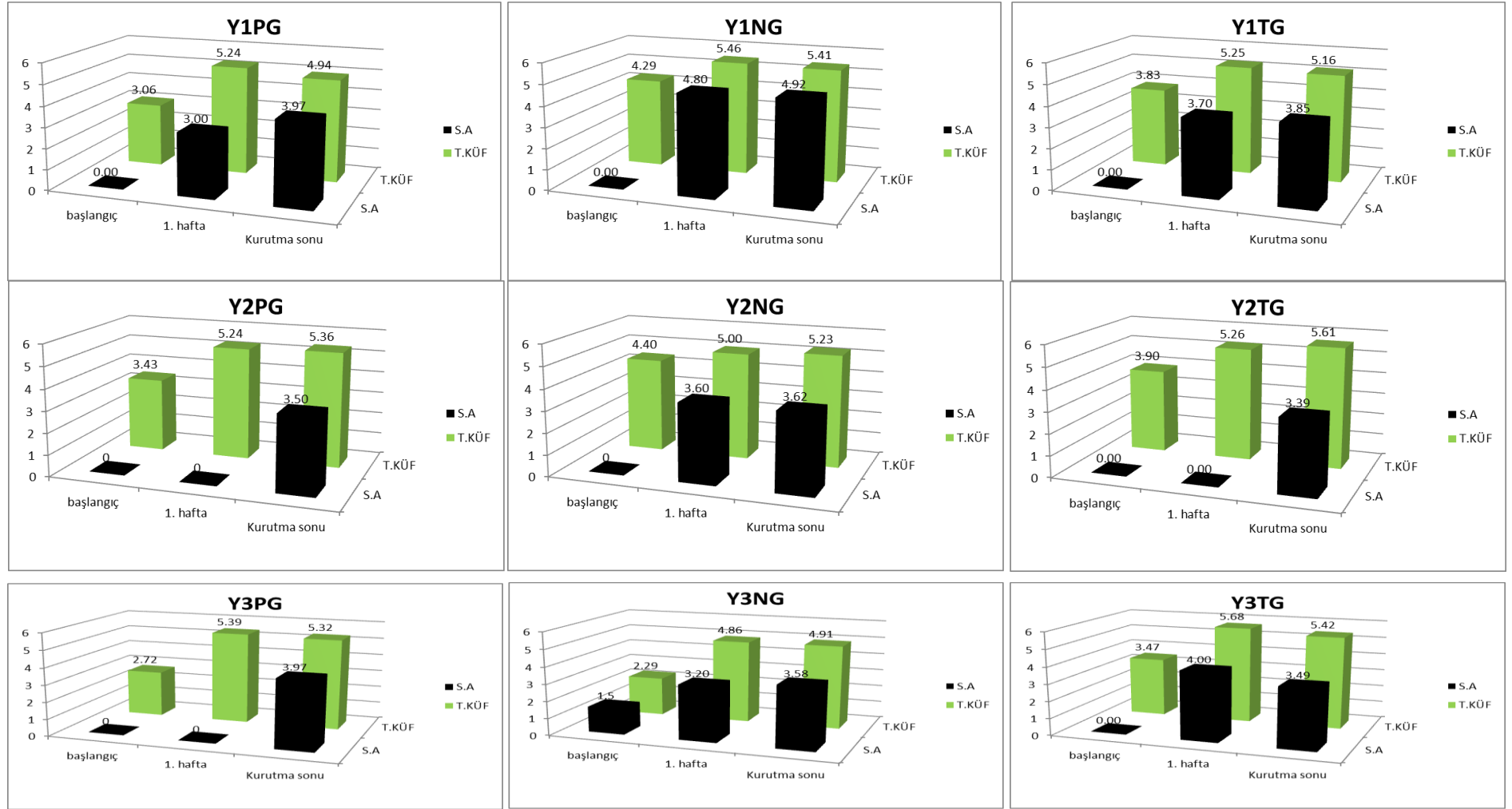
| Varyasyon Kaynağı | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Kareler Ortalaması | F değeri |
|-------------------|---------------------|-----------------|--------------------|----------|
| İşlem türü* (A) | 2 | 40,039 | 20,019 | 7,512* |
| Bağ orijini (B) | 4 | 38,522 | 9,631 | 3,561* |
| AxB | 8 | 74,925 | 9,366 | 4,313* |
| Zaman (C) | 3 | 204,229 | 68,076 | 38,961* |
| AxC | 6 | 14,230 | 2,372 | 1,573 |
| BxC | 12 | 39,542 | 3,295 | 2,298* |
| AxBxC | 24 | 96,971 | 4,040 | 147,225* |

†İşlem türü (A): Potasa çözültisi uygulanmış (P), Hiçbir işlem görmeden kurutulmuş (N) ve Potasa çözültisi uygulanmış ve Toksinenik küf sporu çözültisi püskürtülmüş (T) örnekleri ifade etmektedir. F değerleri * ile işaretli olan varyasyonlarda istatistiksel olarak fark belirlenmiştir.

Muamelelerin SA sayısına bağ rakımının etkisi de incelenmiştir. Buna göre son üründe, yüksek rakımlı bölgeden elde edilen (Ç2 ve Ç3 muameleleri) muamelelerin SA sayıları, düşük rakımlı bağlardan elde edilen muamelelerin SA sayılarından Y2 örnekleri haricinde önemli derecede düşük ($p<0,05$) çıkmıştır. Bu durum, bağ rakımının yükselmesi ile hem toplam küf yükünü hem de SA türlerinin varlığını kısıtladığı anlamına şeklinde yorumlanabilir.



Şekil. 3. 8. . Kurutma periyodu süresince Çal bölgesi üzümlelerinden elde edilen muamelelerde belirlenen toplam küf (T. KÜF) ve Siyah *Aspergillus* (SA) yükleri (log kob g⁻¹)



Şekil. 3. 9. Kurutma periyodu süresince Yenice bölgesi üzümlelerinden elde edilen muamelelerde belirlenen toplam küf (T. KÜF) ve Siyah *Aspergillus* (S:A) yükleri (log kob g⁻¹)

3.2.4. Üzümde kurumaya bağlı olarak aw değişimi

Kurutma periyodu süresince muamelelerin aw değerleri belirlenmiştir. Kurutma periyodu 0,55-0,65 aw aralığına gelen üzümlerde sonlandırılmıştır. Kurutma işlemi güneşte kurutma şeklinde yapıldığından kurutma işleminin sonlandırılması aşaması tamamen hava şartlarına bağımlı olarak gerçekleştirilmiştir. Bu bağlamda kurutma işleminin 23. gününden sonra sonbahar yağmurlarının başlaması ve süreklilik arz etmesi, kurutmanın sonlandırılmasına neden olmuştur. Kurutma periyodunun başlangıcında, 5., 10., 15. 20. ve her bir muamele için kurutma periyodunun sonunda aw değerleri belirlenmiştir. Muameleler için belirlenen aw değişimi Tablo 3.13’ da ve Şekil 3.10’ da ifade edilmiştir.

Tablo 3. 13. Kurutma süresi boyunca muamelelerde görülen aw değişimi

| Kurutma Türü | Kurutma Süresi | | | | | Kurutma Sonu | †Grup İçi Ortalama±SS |
|---------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|-----------------------------|
| | 0. gün | 1. gün | 5. gün | 10. gün | 15. gün. | | |
| Ç2PG | 0,980 ^{1a} | 0,970 ^{1a} | 0,933 ^{1a} | 0,813 ^{1b} | 0,786 ^{45b} | 0,580 ^{1c} | 0,843^{abcd} |
| Ç2NG | 0,980 ^{1a} | 0,984 ^{1ab} | 0,900 ^{1bc} | 0,866 ^{12345c} | 0,842 ^{6cd} | 0,783 ^{6d} | 0,890^g |
| Ç2TG | 0,980 ^{1a} | 0,953 ^{1ab} | 0,928 ^{1b} | 0,843 ^{123c} | 0,790 ^{5d} | 0,602 ^{12e} | 0,849^{bcde} |
| Ç3PG | 0,971 ^{1a} | 0,956 ^{1a} | 0,941 ^{1a} | 0,835 ^{12b} | 0,653 ^{1c} | 0,602 ^{12c} | 0,826^a |
| Ç3NG | 0,971 ^{1a} | 0,945 ^{1ab} | 0,926 ^{1bc} | 0,896 ^{345c} | 0,855 ^{6d} | 0,793 ^{6e} | 0,897^g |
| Ç3TG | 0,971 ^{1a} | 0,949 ^{1ab} | 0,925 ^{1c} | 0,874 ^{2345d} | 0,701 ^{12e} | 0,605 ^{123f} | 0,838^{abc} |
| Y1PG | 0,985 ^{1a} | 0,966 ^{1a} | 0,949 ^{1a} | 0,882 ^{2345b} | 0,746 ^{2345c} | 0,641 ^{234d} | 0,862^{def} |
| Y1NG | 0,985 ^{1a} | 0,971 ^{1a} | 0,924 ^{1b} | 0,905 ^{5b} | 0,846 ^{6c} | 0,796 ^{6d} | 0,904^g |
| Y1TG | 0,985 ^{1a} | 0,953 ^{1ab} | 0,921 ^{1b} | 0,874 ^{2345c} | 0,725 ^{23d} | 0,613 ^{123e} | 0,845^{bed} |
| Y2PG | 0,988 ^{1a} | 0,955 ^{1a} | 0,943 ^{1a} | 0,812 ^{12b} | 0,743 ^{2345c} | 0,654 ^{34d} | 0,852^{cdef} |
| Y2NG | 0,988 ^{1a} | 0,945 ^{1b} | 0,933 ^{1bc} | 0,903 ^{45c} | 0,839 ^{6d} | 0,784 ^{6e} | 0,899^g |
| Y2TG | 0,988 ^{1a} | 0,955 ^{1a} | 0,942 ^{1a} | 0,883 ^{2345b} | 0,786 ^{45c} | 0,664 ^{4d} | 0,869^f |
| Y3PG | 0,971 ^{1a} | 0,938 ^{1ab} | 0,915 ^{1b} | 0,836 ^{12c} | 0,711 ^{2d} | 0,613 ^{123e} | 0,830^{ab} |
| Y3NG | 0,971 ^{1a} | 0,946 ^{1ab} | 0,923 ^{1b} | 0,851 ^{12345c} | 0,777 ^{345d} | 0,725 ^{5e} | 0,866^{ef} |
| Y3TG | 0,971 ^{1a} | 0,941 ^{1ab} | 0,922 ^{1b} | 0,848 ^{1234c} | 0,732 ^{234d} | 0,630 ^{1234e} | 0,840^{abc} |
| ‡Gruplararası | | | | | | | |
| Ortalama±SS | 0,978^a | 0,954^b | 0,928^c | 0,863^d | 0,769^e | 0,672^f | |

Farklı harfler (a,b,c) her bir muamelenin zamana bağlı olarak istatistiksel farklılığını ve muamelelerde kurutma süresince meydana gelen ortalama değişimler arasındaki farklılığı, farklı rakamlar (1,2,3) ise her bir kurutma süresinde muameleler arası farklılığı ifade etmektedir.

†Grup İçi Ortalama±SS: Her bir muamelede zamana bağlı ortalama değişimi±Standart sapma (SS) değerlerini ifade etmektedir.

‡Gruplararası Ortalama±SS: Her bir kurutma süresinde muamelelerin ortalama su aktivitesi (a_w) ± Standart Sapma değerini ifade etmektedir.

Türkiye’ de kuru üzümle yapılan bir çalışmada ülkemizde yetiştirilen kuru üzümün aw değerlerinin 0,505- 0,694 aralığında olduğu ve ortalama değerin 0,605 aw olduğu tespit edilmiştir (Özay vd., 1996). Çalışmamızda potasa çözeltisi uygulanan ve natürel olarak hiçbir çözelti uygulanmamış örneklerin ortalama aw değerlerinin sırasıyla 0,620 ve 0,795 olduğu belirlenmiştir. Orta nemli gıdalar olarak adlandırılan kuru kayısı, kuru incir ve kuru üzüm gibi kurutulmuş meyve sebze ürünleri için 0,55-0,70 aw aralığı güvenli olarak kabul edilmektedir (Özay vd., 1996).

Tablo 3. 14. Su aktivitesi (aw) değerlerinin göre varyans analiz tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Kareler Ortalaması | F değeri |
|-------------------|---------------------|-----------------|--------------------|----------|
| †İşlem türü (A) | 2 | 0,125 | 0,062 | 4,555* |
| Bağ orijini (B) | 4 | 0,029 | 0,007 | 0,505 |
| AxB | 8 | 0,015 | 0,002 | 0,132 |
| Zaman (C) | 5 | 3,204 | 0,641 | 289,937* |
| AxC | 10 | 0,227 | 0,023 | 24,761* |
| BxC | 20 | 0,039 | 0,002 | 0,912 |
| AxBxC | 40 | 0,035 | 0,001 | 1,377 |

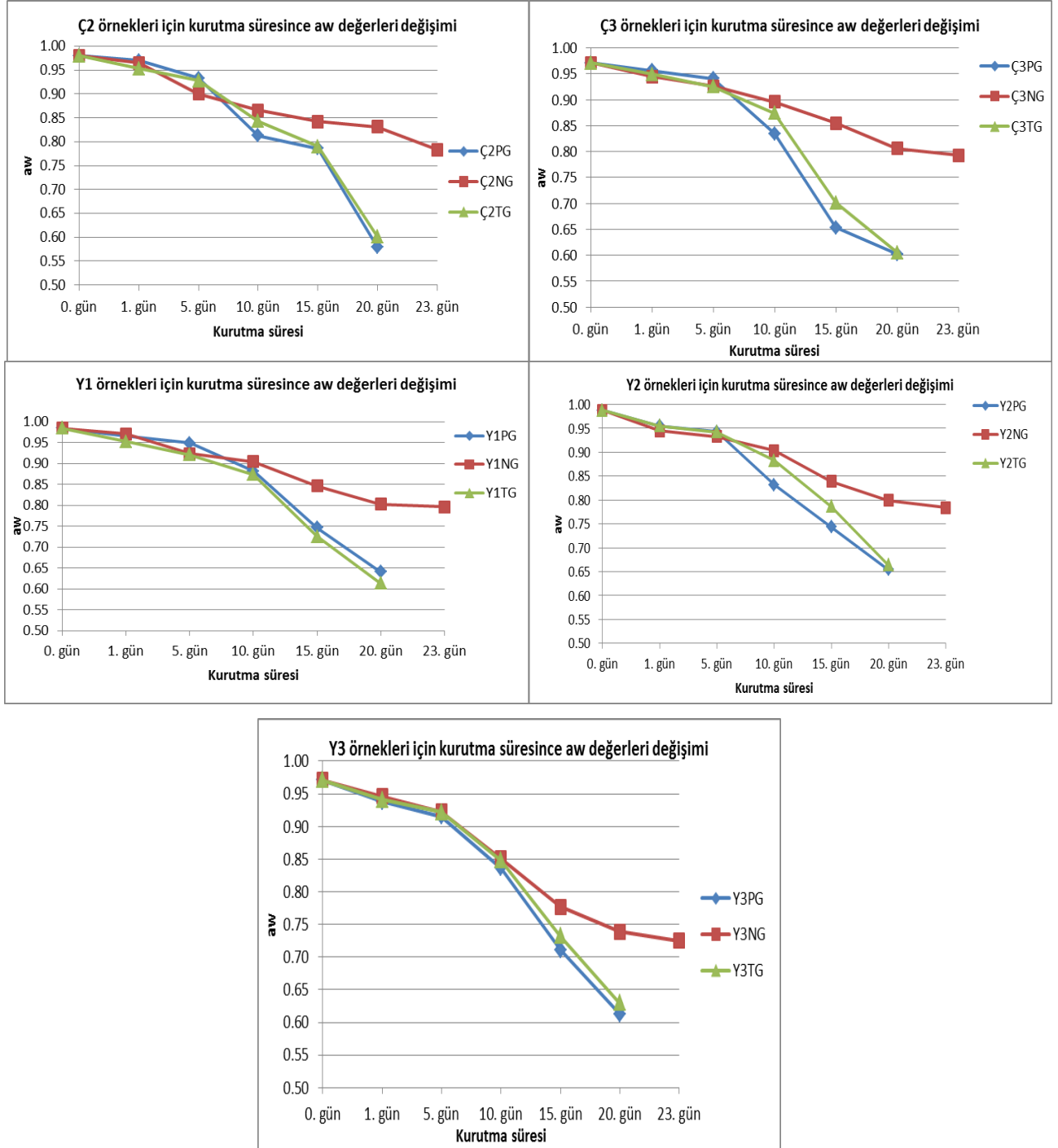
†İşlem türü (A): Potasa çözeltisi uygulanmış (P), Hiçbir işlem görmeden kurutulmuş (N) ve Potasa çözeltisi uygulanmış ve Toksinenik küf sporu çözeltisi püskürtülmüş (T) örnekleri ifade etmektedir.

F değerleri * ile işaretli olan varyasyonlarda istatistiksel olarak fark belirlenmiştir.

Buna göre çalışma sonunda ulaşılan aw değerleri potasa çözeltisi uygulanmış örnekler için araştırmacıların verileri ile örtüşürken, natürel olarak kurutulmuş örneklerde aw değeri olması gerekenden yüksek çıkmıştır. Muamelelerin kurutma sonunda ulaştıkları aw değerleri incelendiğinde, potasa çözeltisi uygulanan örneklerin 0,58-0,664 aralığında, hiçbir işlem görmeden natürel olarak kurutulmuş örneklerin ise 0,725-0,796 aralığında değerlere sahip olduğu görülmektedir. Kurutma sonu itibariyle, en düşük su aktivitesine sahip örnek Ç2PG olurken, en yüksek aw değeri ise Y1NG örneğinde gözlenmiştir.

Tablo 3.14.’ da üzümlere uygulanan kurutma işlemine göre muamelelerin varyans analiz tablosu verilmiştir. Yapılan varyans analizinde $p < 0,05$ önem seviyesinde, kurutmada kullanılan işlem türlerinin (potasalı kurutma, natürel kurutma ve toksinli kurutma) ve kurutma zamanlarının aw değerine etkisi istatistiksel olarak önemli bulunmuş iken, bağ orijininin etkisi istatistiksel açıdan önemsizdir. Bununla birlikte işlem türü ile bağ orijininin (AxB) ve bağ orijini ile zamanın (BxC) aw üzerindeki ortak etkileri istatistiksel olarak önemsizdir ($p > 0,05$).

Ayrıca, işlem türü ile kurutma zamanının ($A \times C$) a_w üzerindeki etkileri istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p < 0,05$). Buna ek olarak işlem türü, bağ orijini ve kurutma zamanının ($A \times B \times C$) a_w üzerindeki ortak etkileri ise istatistiksel olarak önem arz etmemektedir ($p < 0,05$).



Şekil. 3. 10. Kurutma süresince muamelelerde meydana gelen a_w değişimi.

3.2.5. Üzümde kurumaya bağlı olarak suda çözünür kuru madde (SÇKM) değişimi

Numunelerin kurutma süresince SÇKM ($^{\circ}$ Briks) değerlerinde meydana gelen değişim Tablo 3. 15' de, ayrıca grafiksel gösterimleri ise Şekil 3.11.' de ifade edilmektedir.

Tablo 3. 15. Numunelerin kurutma süresince $^{\circ}$ Briks değerlerinde meydana gelen değişim

| Kurutma Türü | Kurutma süresi | | | | | Kurutma Sonu | †Grup İçi Ortalama±SS |
|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|------------------------------|
| | 0.gün | 4.gün | 8.gün | 12.gün | 15.gün | | |
| Ç2PG | 19,40 ^{2345a} | 28,63 ^{6b} | 35,10 ^{10c} | 58,70 ^{8d} | 68,10 ^{9e} | 72,47 ^{6f} | 47,07 ^c ±20,912 |
| Ç2NG | 19,40 ^{2345a} | 26,58 ^{45b} | 29,20 ^{56c} | 39,40 ^{23d} | 44,13 ^{2e} | 50,37 ^{1f} | 34,85 ^{ab} ±11,027 |
| Ç2TG | 20,23 ^{45a} | 27,06 ^{45b} | 37,20 ^{11c} | 55,70 ^{7d} | 63,93 ^{8e} | 71,53 ^{56f} | 45,94 ^b ±19,596 |
| Ç3PG | 22,40 ^{6a} | 27,42 ^{5b} | 38,21 ^{12c} | 50,17 ^{6d} | 55,70 ^{7e} | 75,23 ^{7f} | 44,86 ^{abc} ±18,418 |
| Ç3NG | 22,40 ^{6a} | 26,25 ^{4b} | 33,27 ^{9c} | 42,10 ^{4d} | 46,07 ^{34e} | 53,13 ^{2f} | 37,20 ^{abc} ±11,210 |
| Ç3TG | 22,40 ^{6a} | 26,20 ^{4b} | 30,31 ^{78c} | 45,67 ^{5d} | 54,53 ^{67e} | 70,40 ^{456f} | 41,59 ^{abc} ±17,575 |
| Y1PG | 18,13 ^{123a} | 21,63 ^{1b} | 30,05 ^{678c} | 41,20 ^{34d} | 44,47 ^{23e} | 74,87 ^{7f} | 38,39 ^{abc} ±19,425 |
| Y1NG | 18,20 ^{123a} | 21,19 ^{1b} | 26,25 ^{1c} | 38,17 ^{2d} | 43,03 ^{12e} | 50,13 ^{1f} | 32,83 ^{ab} ±12,076 |
| Y1TG | 18,90 ^{1234a} | 21,58 ^{1b} | 27,98 ^{34c} | 39,47 ^{23d} | 47,53 ^{4e} | 71,40 ^{56f} | 37,81 ^{abc} ±18,560 |
| Y2PG | 17,50 ^{1a} | 21,73 ^{1b} | 27,33 ^{23c} | 40,00 ^{234d} | 54,70 ^{67e} | 65,43 ^{3f} | 37,78 ^{abc} ±18,018 |
| Y2NG | 17,83 ^{12a} | 20,97 ^{1b} | 26,47 ^{12c} | 34,53 ^{1d} | 41,37 ^{1e} | 49,60 ^{1f} | 31,79 ^a ±18,589 |
| Y2TG | 19,67 ^{345a} | 23,00 ^{2b} | 28,92 ^{45c} | 38,10 ^{2d} | 53,87 ^{6e} | 70,90 ^{56f} | 39,08 ^{abc} ±18,660 |
| Y3PG | 19,07 ^{12345a} | 25,18 ^{3b} | 31,06 ^{8c} | 39,17 ^{23d} | 51,07 ^{5e} | 69,80 ^{45f} | 39,22 ^{abc} ±17,572 |
| Y3NG | 19,67 ^{345a} | 22,77 ^{2b} | 27,79 ^{3c} | 37,70 ^{2d} | 41,77 ^{1e} | 51,23 ^{12f} | 33,49 ^{ab} ±11,433 |
| Y3TG | 20,67 ^{5a} | 22,74 ^{2b} | 29,45 ^{567c} | 39,97 ^{234d} | 52,07 ^{5e} | 68,33 ^{4f} | 38,87 ^{abc} ±17,457 |
| ‡Gruplararası Ortalama±SS | 19,72 ^a ±1,757 | 24,20 ^b ±2,625 | 30,57 ^c ±3,700 | 42,67 ^d ±6,853 | 50,82 ^e ±7,809 | 64,32 ^f ±9,956 | |

Farklı harfler (a,b,c) her bir muamelenin zamana bağlı olarak istatistiksel farklılığını ve muamelelerde kurutma süresince meydana gelen ortalama değişimler arasındaki farklılığı, farklı rakamlar (1,2,3) ise her bir kurutma süresinde muameleler arası farklılığı ifade etmektedir.

†Grup İçi Ortalama±SS: Her bir muamelede zamana bağlı ortalama değişimi±Standart sapma (SS) değerlerini ifade etmektedir.

‡Gruplararası Ortalama±SS: Her bir kurutma süresinde muamelelerin ortalama $^{\circ}$ Briks ± Standart Sapma (SS) değerini ifade etmektedir.

Araştırma verileri incelendiğinde, muamelelerin SÇKM değerlerinde kurutma süresince su kaybına bağlı olarak meydana gelen artış önemli bulunmuştur ($p<0,05$). Bu artış potasa çözeltisi uygulanan “Potasalı” ve “Toksijenik küf sporu çözeltisi püskürtülmüş” olarak etiketlenen örneklerde, herhangi bir işlem görmemiş olan “Natürel” olarak etiketlenen muamelelerden daha fazla olmuştur. Kurutma süresi sonunda en yüksek briks değeri 75,23 ile Ç3PG örneklerinde gözlenirken, en düşük değer ise 49,6 °Briks ile Y2NG örneklerinde gözlenmiştir.

Tablo 3. 16. Suda Çözünür Kuru Madde (SÇKM) değerlerinin göre varyans analiz tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı | Kareler Ortalaması | F değeri |
|-------------------|---------------------|-----------------|--------------------|----------|
| †İşlem türü (A) | 2 | 2993,313 | 1496,657 | 5,499* |
| Bağ orijini (B) | 4 | 1925,783 | 481,446 | 1,730 |
| AxB | 8 | 431,754 | 53,969 | 0,196 |
| Zaman (C) | 5 | 66506,735 | 13101,347 | 340,712* |
| AxC | 10 | 2932,556 | 293,256 | 17,488* |
| BxC | 20 | 1044,666 | 52,233 | 1,746* |
| AxBxC | 40 | 650,735 | 16,268 | 16,952* |

†İşlem türü (A): Potasa çözeltisi uygulanmış (P), Hiçbir işlem görmeden kurutulmuş (N) ve Potasa çözeltisi uygulanmış ve Toksikjenik küf sporu çözeltisi püskürtülmüş (T) örnekleri ifade etmektedir. F değerleri * ile işaretli olan varyasyonlarda istatistiksel olarak fark belirlenmiştir.

Uygulanan potasa çözeltisinin, meyve yüzeyinde bulunan mumsu kutikula tabakanın giderilmesini sağlayarak su kaybını hızlandırdığı görülmektedir. Meyve yüzeyinde bulunan bu tabakanın giderilmediği “Natürel” olarak kurutma işlemine alınan örneklerin briks derecesindeki artışın diğer örneklere göre daha yavaş seyretme sebebinin bu tabakanın varlığı olduğu düşünülmektedir.

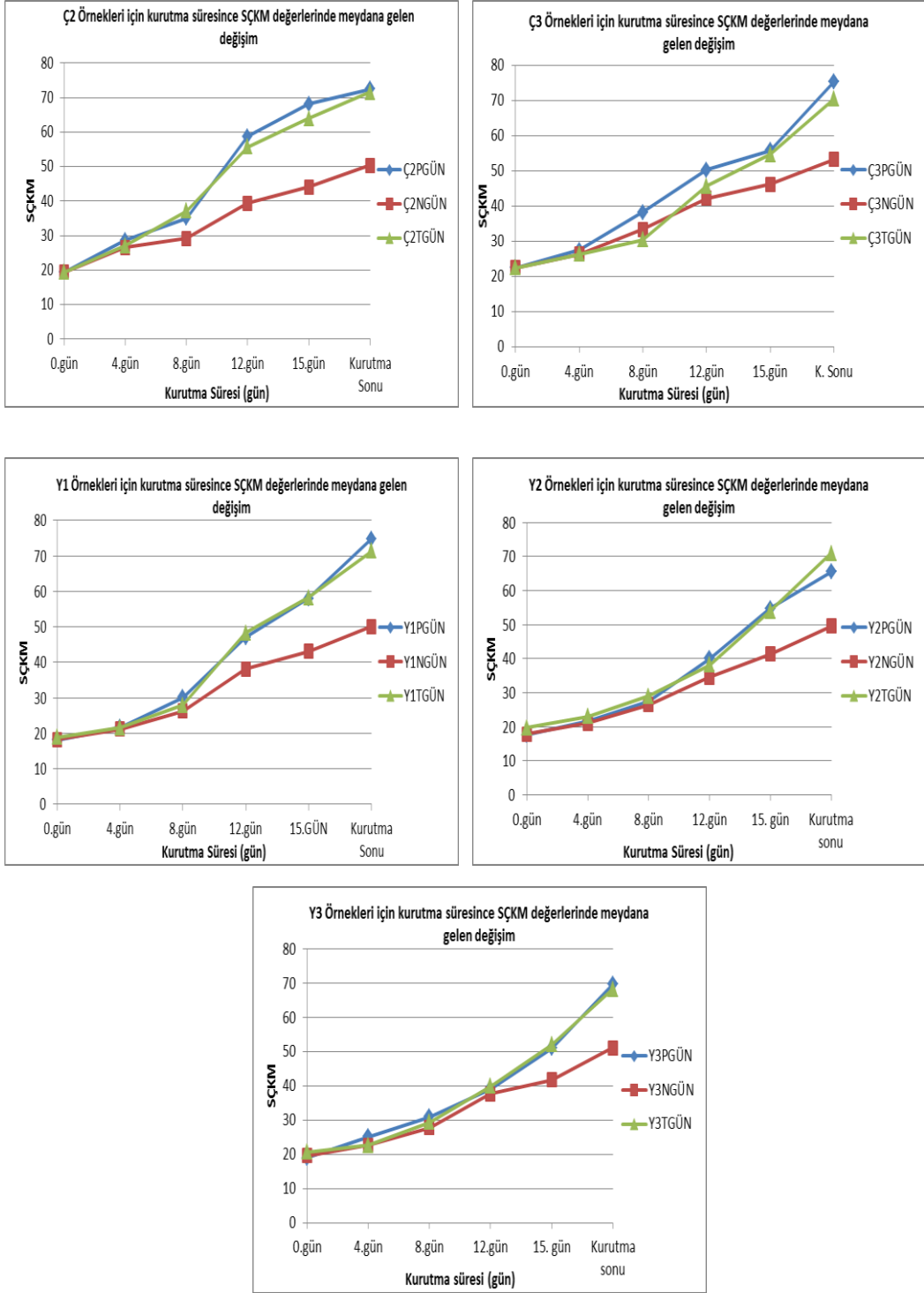
Tablo 3.16’ da üzümlere uygulanan kurutma işlemine göre muamelelerin varyans analiz tablosu verilmiştir. Yapılan varyans analizinde $p<0,05$ önem seviyesinde, kurutmada kullanılan işlem türlerinin (potasalı kurutma, natürel kurutma ve toksijenik küf sporu çözeltisi ile bulaştırılarak kurutma) ve kurutma zamanlarının briks değerine etkisi istatistiksel olarak önemli bulunmuş iken, bağ orijininin etkisi istatistiksel açıdan önemsizdir ($p>0,05$). Bununla birlikte işlem türü ile bağ orijininin (AxB) briks derecesine etkisi önemsiz bulunmuş, ancak bağ orijini ile zamanın (BxC) ve işlem türü ile kurutma zamanının (AxC) ortak etkilerinin istatistiksel olarak önemli olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Buna ek olarak işlem türü, bağ orijini ve kurutma zamanının (AxBxC) briks derecesi üzerindeki ortak etkileri ise istatistiksel olarak önem arz etmektedir ($p<0,05$).

Üzümlerin olgunlaşması esnasında su, şekerler ve azotlu bileşikler floem (soymuk borusu) yoluyla üzüme taşınmakta, sakkaroz, glukoz ve früktoza dönüşmekte ve olgunlaşma ilerledikçe aromatik bileşikler sentezlenmekte ve üzümün kendine has tat ve aroması meydana gelmektedir (Wang et al., 2003). Olgun bir üzümün SÇKM içeriğinin büyük bir kısmı yapıda bulunan şekerlerden ileri gelmektedir.

Hasat olgunluğuna ulaşan sofralık tip üzümlerde °Briks 14-18 arasında olduğu ifade edilmektedir. Buna karşın kurutmalık üzümlerde randımanlı bir kurutma için minimum 19-20, optimum 22-23 olması tavsiye edilmektedir (Kuşaksız vd., 2007; Arzani et al., 2009). Araştırma sonuçları incelendiğinde tüm muamelelerin başlangıç briks ortalamasının 19,72 olduğu görülmektedir. Bu değer üzüm örneklerinin nispeten hasat olgunluğuna yakın toplandığını ifade etmektedir. Bununla birlikte 2011 hasat yılında Denizli bölgesinde hava sıcaklığı mevsim normallerinin altında seyretmiş ve hasat gecikmiştir. 2011 Ağustos ayından itibaren iki haftada bir bağların kontrolü yapılmış, bağda bulunan üzümler ancak hasat olgunluğuna Eylül ayının son haftasında ulaşmıştır. Ekim ayı beklenilerek SÇKM değerinin birkaç derece daha artması beklenmek istenmiş ancak havanın bu ay içerisinde serinlemesi ve yağmurların başlamasından endişe edilerek üzümün hasadı 20 Eylül’ de gerçekleştirilmiştir. 2011 hasat sezonunda normalde 10-12 günde kurutma işleminin bitmesi gerekirken, hava sıcaklığının mevsim normallerinin altında kalması sonucunda üzümler güneşte ancak 15-23 gün aralığında kurutulabilmiştir.

Kuşaksız vd. (2007), Sultani çekirdeksiz üzümün hasat olgunluğunu belirlemek amacıyla 2002 ve 2003 yıllarında Alaşehir bölgesine ait iki farklı lokasyonda bir çalışma yürütmüş ve hasat yılına ait iklim şartlarının ve tarımsal uygulamaların hasat olgunluğuna etkisini incelemişlerdir. Araştırmacılar, 2 yıl üst üste Temmuz ayının son haftası ile Eylül ayının ortasına kadar 7 hafta süresince bağlardan örnek almışlar ve °briks değişimini belirlemişlerdir. İklim şartları nedeniyle birinci yıl, lokasyonun birinde 7 hafta sonunda °briks değeri en fazla 16,13’ e ulaşmış, aynı lokasyondan ikinci yıl alınan örneklerin ise °briks değerlerinin 21,6’ ya ulaştığı görülmüştür. Değerlerin bu şekilde elde edilmesini araştırmacılar değişken hava koşulları ve aşırı hormon kullanımı ile açıklamaktadır.

Arzani et al. (2009) tarafından yapılan bir çalışmada İran' da yetiştirilen Sultani çeşidi üzümler farklı alkali çözeltileri ile muamele edilerek güneşte kurutma işlemine tabi tutulmuşlar ve kurutma işleminin sonunda briks derecesi 52,51 ile 62,8 değerleri arasında değişmiştir. Mahmutoğlu et al. (1996) tarafından yapılan bir çalışmada Manisa bölgesi çekirdeksiz üzmleri, farklı konsantrasyonlarda hazırlanan K_2CO_3 , zeytin yağı ve etil oleatdan oluşan bandırma çözeltileri ile muamele edilerek solar kurutucu, kaneviçe sergi, beton sergi gibi çeşitli güneşte kurutma şekilleri denenmiş ve kurutma işlemi sonunda muamelelerin °briks değerlerinin 78,5 ile 84,5 arasında olduğu belirlenmiştir. Pangavhane et al. (2002) tarafından yapılan bir başka çalışmada ise, solar kurutucu ve güneşte kurutma teknikleri ile kurutulan üzümlerin °briks değerlerinin 80,47 ile 82,85 arasında olduğu belirtilmiştir. Elde ettiğimiz araştırma bulguları bu sonuçlardan düşük, ancak Arzani et al. (2009)' un bulgularından ise yüksektir. Bununla birlikte, kurutma işleminin başlangıcında yaş üzümün sahip olduğu düşük briks değeri, kurutma sonunda düşük kaliteli ürün elde etme olasılığını yükseltmektedir (Christiensen, 2000). Ancak iklim şartlarında yaşanan olumsuzlukların önüne geçmek günümüz teknolojisi ile pek olası gözükmemektedir.



Şekil. 3. 11. Kurutma süresince muamelelerde görülen SÇKM değişimi

3.2.6. Üzümde kurumaya bağlı olarak pH değişimi

Numunelerin kurutma süresince SÇKM değerlerinde meydana gelen değişim Tablo 3.17' de, ayrıca grafiksel gösterimleri ise Şekil 3.12.' de ifade edilmektedir.

Tablo 3. 17. Numunelerin kurutma süresince pH değerlerinde meydana gelen değişim

| Kurutma Türü | Kurutma süresi | | | | | Kurutma Sonu | †Grup Ortalama±SS | İçi |
|----------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|---------------------------------|-----|
| | 0.gün | 4.gün | 8.gün | 12.gün | 15.gün | | | |
| Ç2PG | 2,79 ^{1a} | 3,42 ^{23b} | 3,60 ^{6c} | 3,86 ^{34d} | 4,14 ^{45e} | 4,14 ^{4e} | 3,66^d±0,486 | |
| Ç2NG | 2,86 ^{2a} | 3,37 ^{12c} | 2,97 ^{1b} | 3,33 ^{1c} | 3,60 ^{1d} | 3,82 ^{12e} | 3,32^a±0,343 | |
| Ç2TG | 2,92 ^{3a} | 3,43 ^{23c} | 3,19 ^{3b} | 3,82 ^{3d} | 4,05 ^{3e} | 4,12 ^{4f} | 3,59^{bcd}±0,459 | |
| Ç3PG | 2,94 ^{34a} | 3,50 ^{3b} | 3,49 ^{5b} | 3,81 ^{3c} | 3,96 ^{2d} | 3,96 ^{3d} | 3,61^{cd}±0,370 | |
| Ç3NG | 2,96 ^{45a} | 3,48 ^{3c} | 3,00 ^{1a} | 3,38 ^{1b} | 3,62 ^{1d} | 3,85 ^{2e} | 3,38^{abc}±0,329 | |
| Ç3TG | 2,99 ^{56a} | 3,32 ^{1c} | 3,08 ^{2b} | 3,40 ^{1d} | 3,56 ^{1e} | 3,77 ^{1f} | 3,35^{ab}±0,274 | |
| Y1PG | 3,53 ^{8a} | 4,32 ^{9c} | 3,97 ^{9b} | 4,32 ^{9c} | 4,54 ^{8d} | 4,65 ^{9e} | 4,22^f±0,389 | |
| Y1NG | 3,68 ^{9b} | 3,91 ^{6c} | 3,58 ^{6a} | 4,08 ^{7d} | 4,19 ^{5e} | 4,41 ^{67f} | 3,98^{ef}±0,297 | |
| Y1TG | 3,76 ^{10a} | 3,96 ^{67b} | 3,93 ^{89b} | 4,18 ^{8c} | 4,38 ^{7d} | 4,54 ^{8e} | 4,12^f±0,280 | |
| Y2PG | 3,55 ^{8a} | 4,03 ^{78c} | 3,82 ^{7b} | 4,09 ^{7d} | 4,29 ^{6e} | 4,35 ^{6f} | 4,02^{ef}±0,283 | |
| Y2NG | 3,65 ^{9a} | 4,06 ^{8c} | 3,88 ^{78b} | 4,02 ^{67c} | 4,18 ^{5d} | 4,35 ^{6e} | 4,02^{ef}±0,229 | |
| Y2TG | 3,54 ^{8a} | 4,09 ^{8c} | 3,88 ^{78b} | 4,20 ^{8d} | 4,37 ^{7e} | 4,43 ^{7e} | 4,09^f±0,314 | |
| Y3PG | 3,02 ^{67a} | 4,01 ^{78c} | 3,64 ^{6b} | 3,96 ^{56c} | 4,14 ^{45d} | 4,15 ^{4d} | 3,82^{de}±0,408 | |
| Y3NG | 3,02 ^{67a} | 3,71 ^{5c} | 3,30 ^{4b} | 3,71 ^{2c} | 3,91 ^{2d} | 4,28 ^{5e} | 3,65^d±0,418 | |
| Y3TG | 3,05 ^{7a} | 3,60 ^{4c} | 3,51 ^{5b} | 3,92 ^{45d} | 4,09 ^{34e} | 4,18 ^{4f} | 3,72^d±0,399 | |
| †Gruplararası Ortalama±SS | 3,22^a±0,34 | 3,75^c±0,32 | 3,52^b±0,34 | 3,87^c±0,30 | 4,07^d±0,29 | 4,20^e±0,26 | | |

Farklı harfler (a,b,c) her bir muamelenin zamana bağlı olarak istatistiksel farklılığını ve muamelelerde kurutma süresince meydana gelen ortalama değişimler arasındaki farklılığı, farklı rakamlar (1,2,3) ise her bir kurutma süresinde muameleler arası farklılığı ifade etmektedir.

†Grup İçi Ortalama±SS: Her bir muamelede zamana bağlı ortalama değişimi±Standart sapma (SS) değerlerini ifade etmektedir.

‡Gruplararası Ortalama±SS: Her bir kurutma süresinde muamelelerin ortalama pH± Standart Sapma (SS) değerini ifade etmektedir.

Tablo 3.18. pH değerlerinin göre varyans analiz tablosu

| Varyasyon Kaynağı | SD | Kareler Toplamı | Kareler Ortalaması | F değeri |
|-------------------|----|-----------------|--------------------|----------|
| †İşlem türü (A) | 2 | 1,697 | 0,849 | 4,269* |
| Bağ orijini (B) | 4 | 19,190 | 4,798 | 35,721* |
| AxB | 8 | 1,002 | 0,125 | 0,971 |
| Zaman (C) | 5 | 29,333 | 5,867 | 60,862* |
| AxC | 10 | 1,149 | 0,115 | 1,182 |
| BxC | 20 | 1,060 | 0,053 | 2,448* |
| AxBxC | 40 | 1,038 | 0,026 | 15,033* |

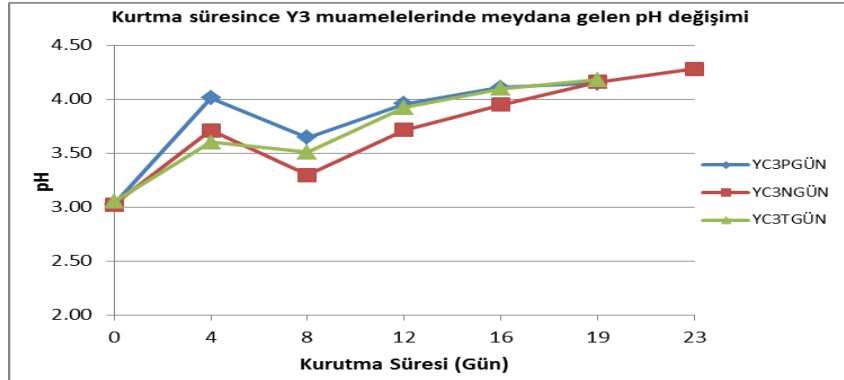
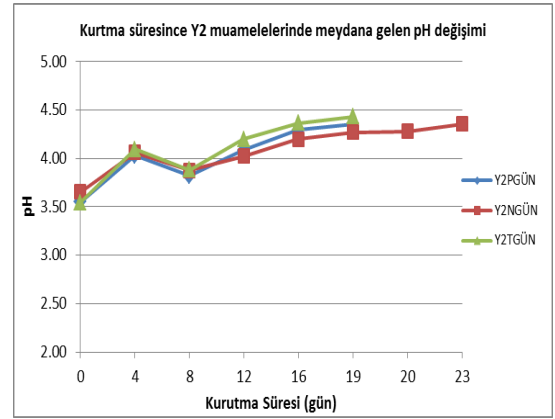
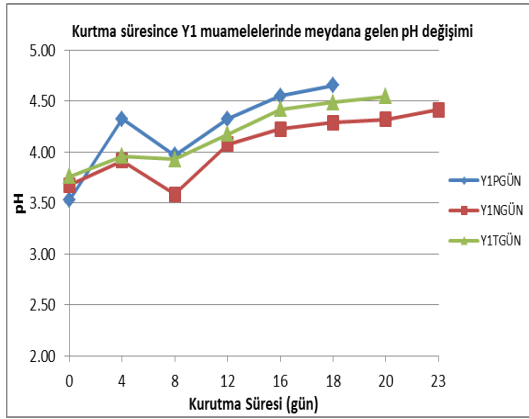
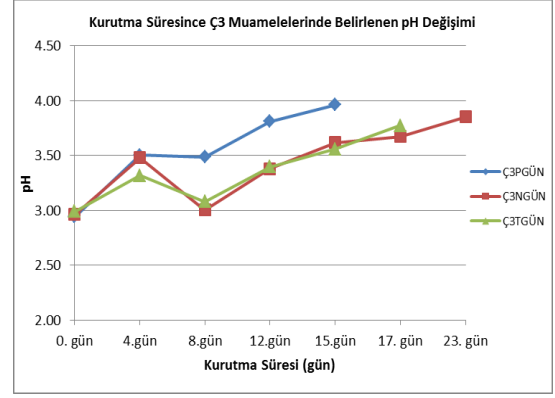
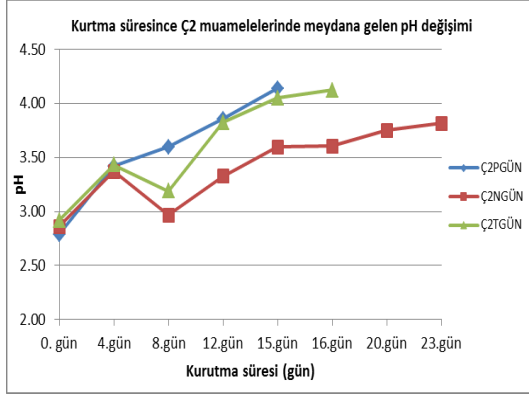
†İşlem türü (A): Potasa çözültüsü uygulanmış (P), Hiçbir işlem görmeden kurutulmuş (N) ve Potasa çözültüsü uygulanmış ve Toksikjenik küf sporu çözültüsü püskürtülmüş (T) örnekleri ifade etmektedir.

F değerleri * ile işaretli olan varyasyonlarda istatistiksel olarak fark belirlenmiştir.

Kurutma işlemi süresince muamelelerin tamamının pH değerlerinde genel bir artış gözlenmiştir. İşlem süresince meydana gelen bu artış tüm muameleler için istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p < 0,05$). Kurutma işleminin sonunda en düşük pH değerine sahip örnek Ç2TG örnekleri olur iken, en yüksek pH değeri ise 4,65 ile Y1PG örneklerinde gözlenmiştir. Tablo 3.18.' de üzümlere uygulanan kurutma işlemine göre muamelelerin varyans analiz tablosu verilmiştir. Kurutma süresince muamelelerde meydana gelen pH artışlarında bağ orijininin etkisi önemli olmuştur ($p < 0,05$). Bununla birlikte, örneklere uygulanan işlem türünün pH üzerine etkisi de önem arz etmektedir ($p < 0,05$). Hiçbir işlem görmeden natürel olarak kurutulan örneklerin pH değerleri potasa çözeltisi uygulanmış örneklerden daha düşük çıkmıştır. Bu fark istatistiksel olarak önem arz etmektedir ($p < 0,05$). Bununla birlikte işlem türü ile bağ orijininin (AxB) briks derecesine etkisi önemsiz bulunmuş, ancak bağ orijini ile zamanın (BxC) ve işlem türü ile kurutma zamanının (AxC) ortak etkilerinin istatistiksel olarak önemli olmadığı belirlenmiştir ($p > 0,05$). Buna ek olarak işlem türü, bağ orijini ve kurutma zamanının (AxBxC) briks derecesi üzerindeki ortak etkileri ise istatistiksel olarak önem arz etmektedir ($p < 0,05$).

Kuru üzüm türlerinin pH dereceleri çeşide göre değişmekle birlikte 3,5-4,0 aralığında olduğu ifade edilmektedir (Anonymous, 2009). Özilgen et al. (1997) tarafından çekirdeksiz kuru üzümlerle yapılan bir çalışmada, kuru üzümlerin pH değerinin 3,7-3,9 aralığında olduğu ifade edilmektedir. Araştırma bulguları incelendiğinde, muamelelerin birçoğunda kurutma sonunda pH değerlerinin daha yüksek çıktığı görülmektedir.

Bu bağlamda araştırma sonuçları incelendiğinde, genelde Çal ilçesine ait örneklerin başlangıç pH değerlerinin Buldan ilçesine ait olan (Y1, Y2 ve Y3) örneklerden daha düşük olduğu, kurutma aşamasında da bu farkın korunduğu görülmektedir. Buldan ilçesinden elde edilen üzümlerin pH değerlerinin yüksek olduğu, kurutma işlemi süresince de bu şekilde devam ettiği belirlenmiştir. Muamelelerin küf yükleri incelendiğinde, pH değerleri yüksek olan kurutulmuş ürünlerin aw değerlerinin ve küf yüklerinin de daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu sonuçlar ışığında, kurutmalık üzümlerin başlangıç pH değerlerinin son ürün kalitesi açısından oldukça önemli olduğu sonucuna varılabilir.



Şekil. 3.12. Kurtma süresince muamelelerde görülen pH değişimi

3.2.7. Üzümde kurumaya bağlı olarak renk değişimi

Numunelerin kurutma süresince renklerinde meydana gelen değişim Minolta Chromameter CR 400 (Osaka, Japonya) renk ölçüm cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ölçüm cihazı rengi L*, a* ve b* olmak üzere 3 parametre halinde vermektedir. Bu parametrelerin anlamı ise aşağıdaki şekilde özetlenebilir;

Hunter L*, renk parlaklık koordinatıdır ve bir rengin beyazlık derecesinin ölçüsüdür. 0 olan siyahtan, 100 olan beyaza kadar yayılma göstermektedir.

Hunter a*, yeşil ve kırmızı rengi belirten koordinattır. -120 ve 0 aralığında yeşil, 0 ve +120 aralığında ise kırmızı rengi göstermektedir.

Hunter b*, mavi ve sarı rengi belirten koordinattır. -120 ve 0 aralığında mavi, 0 ve +120 aralığında ise sarı rengi göstermektedir.

Materyalde pozitif a/b değeri kırmızılığın sarılığa, negatif a/b değerleri ise yeşilliğin maviliğe oranını vermektedir (Leon et al., 2006).

Kurutma periyodu boyunca kurutma koşullarına bağlı olarak numunelerin L*, a*, b*, a/b ve Chroma değerlerinde meydana gelen değişim sırasıyla Tablo 3.19, Tablo 3.21, Tablo 3.23, Tablo 3.25 ve Tablo 3.27' de verilmiştir.

Kurutma işlemi süresince, tüm örneklerin L* değerlerinde önemli derecede azalma görülmüştür ($p<0,05$). Bu durum; üzümün kurumasıyla rengin koyulaştığını göstermektedir. Ç2NG örnekleri kurutma başlangıcında 54,06 ile en yüksek L* değerine sahip örnek iken, 46,81 ile en düşük L* değerine sahip örnek ise Ç3PG örnekleri olmuştur. Kurutma süresinin sonunda ise en yüksek L* değeri 33,23 ile Ç2NG örneklerinde, en düşük L* değeri ise 27,62 ile Y1TG örnekleri için belirlenmiştir. Kurutma işlemi süresine bağlı olarak örneklerin tamamında L* değerlerinde meydana gelen değişim istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($p<0,05$). Bununla birlikte, potasa çözeltisi uygulanmış örneklerin L* değerlerinin hiçbir işlem yapılmadan natürel olarak kurutulan örneklerin L* değerlerinden önemli derecede düşük olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Dolayısı ile uygulanan işlem türünün (A) L* değerlerine olan etkisi önemli bulunmuştur ($p<0,05$).

Örneklerin L* değerlerine ait varyans analiz tablosu Tablo 3.20' de verilmiştir. Örneklerin L* değerlerine bağ orijininin (B) etkisi önem arz etmezken ($p>0,05$), bağ orijini ve işlem türünün (AxB) ortak etkisi istatistiksel olarak önemli bulunmuştur. Ancak bağ orijini ile zamanın (BxC) ve işlem türü ile kurutma zamanının (AxC) L* değerine olan ortak etkilerinin istatistiksel olarak önemli olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Buna ek olarak, işlem türü, bağ orijini ve kurutma zamanının (AxBxC) örneklerin L* değerleri üzerindeki ortak etkileri ise istatistiksel olarak önem arz etmektedir ($p<0,05$).

Kurutma süresince örneklerin a* değerlerinde meydana gelen değişim Tablo 3.21 ve varyans analiz tablosu ise Tablo 3.22' de ifade edilmiştir. Tüm örneklerin kurutma süresince a* değerlerinde önemli derecede artış meydana gelmiştir ($p<0,05$). Kurutma başlangıcında Ç2TG örneği haricinde tüm örneklerin a* değerlerinin negatif, yani yeşil bölgede olduğu belirlenmiş, en yüksek yeşillik değerinin -3,51 ile Y3TG örneklerinde, en yüksek değerin ise +0,05 ile Ç2TG örneklerinde olduğu belirlenmiştir. Kurutma işleminin sonunda a* değerlerinin tamamı pozitif, yani kırmızı bölgede yer almış, en düşük ve en yüksek a* değerleri sırasıyla 9,95 ile Y1TG ve 16,36 ile Ç2NG örneklerinde tespit edilmiştir.

İşlem türü ve bağ orijininin örneklerin a* değerlerinde meydana gelen değişime etkisi önemsiz bulunmuşken ($p>0,05$), bağ orijini ile zaman (BxC), işlem türü ile zaman (AxC) ve işlem türü, bağ orijini ve kurutma zamanının (AxBxC) örneklerin a* değerlerindeki değişime ortak etkilerinin önemli olduğu ($p<0,05$) sonucuna varılmıştır.

Kurutma süresince Hunter b* değerlerinde tüm örnekler için önemli derecede azalma meydana gelmiştir ($p<0,05$). Kurutma başlangıcında en düşük b* değeri 10,53 ile Ç2TG örneklerine ait iken en yüksek b* değeri ise 19,05 ile Y2TG örnekleri için tespit edilmiştir. Kurutma işleminin sonunda örneklerin b* değerleri 3,54 ile 9,55 arasında değişen değerler almış ve en düşük b* değeri Y1TG ve en yüksek b* değeri ise Ç2NG örnekleri için tespit edilmiştir.

Tablo 3.23' de üzümlere uygulanan kurutma işlemine göre örneklerin varyans analiz tablosu verilmiştir. Örneklere uygulanan işlem türünün, örneklerin b* değerinde meydana gelen azalmaya etkisi önemli bulunmuştur ($p<0,05$). Bağ orijininin ise örneklerin b* değerlerindeki azalmaya etkisinin önem arz etmediği belirlenmiştir ($p>0,05$).

Tablo 3.19. Numunelerin kurutma süresince L* değerlerinde meydana gelen değişim

| Kurutma Türü | Kurutma süresi | | | | | | Kurutma Sonu | G. İÇİ ORT. |
|------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|---------------------------|-------------|
| | 0.gün | 4.gün | 8.gün | 12.gün | 15.gün | | | |
| Ç2PG | 49,02 ^{12e} | 44,05 ^{12d} | 40,36 ^{234c} | 32,94 ^{12b} | 28,74 ^{1a} | 28,73 ^{123a} | 37,31 ^{ab} ±8,08 | |
| Ç2NG | 54,56 ^{4e} | 50,16 ^{5d} | 43,37 ^{5c} | 43,11 ^{6c} | 39,54 ^{8b} | 33,23 ^{6a} | 43,99 ^c ±7,32 | |
| Ç2TG | 48,96 ^{12f} | 45,88 ^{234e} | 39,83 ^{23d} | 34,15 ^{2c} | 30,76 ^{123b} | 29,12 ^{123a} | 38,11 ^{ab} ±7,68 | |
| Ç3PG | 46,81 ^{1c} | 45,26 ^{123c} | 37,33 ^{1b} | 31,56 ^{1a} | 30,18 ^{12a} | 30,11 ^{234a} | 36,88 ^a ±7,24 | |
| Ç3NG | 47,72 ^{1e} | 45,98 ^{234e} | 43,53 ^{5d} | 38,88 ^{345c} | 35,32 ^{67b} | 32,26 ^{56a} | 40,62 ^b ±6,01 | |
| Ç3TG | 47,71 ^{1e} | 43,02 ^{1d} | 41,32 ^{2345c} | 40,60 ^{5c} | 36,42 ^{7b} | 31,92 ^{56a} | 40,16 ^{ab} ±5,46 | |
| Y1PG | 49,09 ^{12e} | 44,45 ^{12d} | 41,74 ^{345c} | 39,86 ^{45c} | 35,51 ^{7b} | 28,55 ^{12a} | 39,86 ^{ab} ±7,09 | |
| Y1NG | 52,89 ^{34d} | 45,44 ^{123c} | 38,81 ^{12b} | 37,71 ^{34b} | 30,80 ^{123a} | 31,33 ^{45a} | 39,50 ^{ab} ±8,18 | |
| Y1TG | 51,02 ^{23e} | 44,40 ^{12d} | 39,52 ^{123c} | 32,29 ^{12b} | 29,33 ^{12a} | 27,62 ^{1a} | 37,36 ^{ab} ±8,70 | |
| Y2PG | 49,29 ^{12f} | 45,63 ^{123e} | 43,22 ^{5d} | 37,05 ^{3c} | 33,18 ^{456b} | 29,80 ^{234a} | 39,70 ^{ab} ±7,33 | |
| Y2NG | 51,15 ^{23d} | 45,12 ^{123c} | 43,23 ^{5c} | 38,68 ^{345b} | 30,12 ^{12a} | 31,81 ^{56a} | 40,01 ^{ab} ±7,79 | |
| Y2TG | 50,89 ^{23e} | 46,57 ^{234d} | 42,68 ^{45c} | 36,45 ^{3b} | 31,54 ^{234a} | 29,86 ^{234a} | 39,66 ^{ab} ±8,10 | |
| Y3PG | 51,93 ^{3f} | 47,74 ^{345e} | 42,84 ^{5d} | 36,75 ^{3c} | 32,74 ^{345b} | 30,23 ^{34a} | 40,36 ^b ±8,25 | |
| Y3NG | 51,27 ^{23f} | 46,84 ^{234e} | 40,10 ^{2345d} | 37,68 ^{34c} | 34,18 ^{567b} | 29,48 ^{23a} | 40,07 ^{ab} ±8,08 | |
| Y3TG | 51,49 ^{23e} | 48,59 ^{45d} | 40,30 ^{234c} | 33,04 ^{12b} | 28,71 ^{1a} | 28,70 ^{123a} | 38,47 ^{ab} ±9,57 | |
| G.AR. ORT | 50,25^a±3,185 | 45,94^b±3,150 | 41,27^c±2,987 | 36,72^d±4,067 | 32,47^e±3,844 | 30,18^f±2,175 | | |

Küçük harfler (a,b,c) her bir muamelelerin zamana bağlı olarak istatistiksel farklılığını ve muamelelerde kurutma süresince meydana gelen ortalama değişimler arasındaki farklılığı, rakamlar (1,2,3) ise her bir kurutma süresinde muameleler arası farklılığı ifade etmektedir. [†]Grup İçi Ort.+SS: Her bir muamelede zamana bağlı ortalama değişim±Standart sapma (SS) değerlerini ifade etmektedir. [‡]Gruplararası Ort.±SS: Her bir kurutma süresinde muamelelerin ortalama küf yükü± Standart Sapma (SS) değerini ifade etmektedir.

Tablo 3.20. L* değerlerine göre varyans analiz tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Serbestli Derecesi | Kareler Toplamı | Kareler Ortalaması | F değeri |
|-----------------------------|--------------------|-----------------|--------------------|----------|
| İşlem türü [†] (A) | 2 | 840,812 | 420,406 | 6,921* |
| Bağ orijini (B) | 4 | 112,554 | 28,139 | 0,456 |
| AxB | 8 | 1604,649 | 200,581 | 3,364* |
| Zaman (C) | 5 | 45634,415 | 9126,883 | 841,880* |
| AxC | 10 | 193,053 | 19,305 | 1,967* |
| BxC | 20 | 813,001 | 40,650 | 4,034* |
| AxBxC | 40 | 1387,118 | 34,678 | 5,925* |

[†] İşlem türü (A): Potasa çözeltisi uygulanmış (P), Hiçbir işlem görmeden kurutulmuş (N) ve Potasa çözeltisi uygulanmış ve Toksikjenik küf sporu çözeltisi püskürtülmüş (T) örnekleri ifade etmektedir. F değerleri * ile işaretli olan varyasyonlarda istatistiksel olarak fark belirlenmiştir.

Tablo 3.21. Numunelerin kurutma süresince a* değerlerinde meydana gelen değişim

| Kurutma Türü | Kurutma süresi | | | | | | G. İÇİ ORT. |
|------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|--------------------------|
| | 0.gün | 4.gün | 8.gün | 12.gün | 15.gün | Kurutma Sonu | |
| Ç2PG | -0,02 ^{7a} | 3,10 ^{6b} | 9,02 ^{345c} | 10,40 ^{1234c} | 10,72 ^{12c} | 10,06 ^{12c} | 7,21 ^a ±4,628 |
| Ç2NG | -2,40 ^{234a} | -0,41 ^{234a} | 3,70 ^{1b} | 12,15 ^{4c} | 15,42 ^{4d} | 16,36 ^{4d} | 7,46 ^a ±7,963 |
| Ç2TG | 0,05 ^{7a} | 1,81 ^{5b} | 7,31 ^{234c} | 9,14 ^{1d} | 10,059 ^{12d} | 10,27 ^{12d} | 6,43 ^a ±4,408 |
| Ç3PG | -2,49 ^{23a} | -1,72 ^{12b} | 10,26 ^{45c} | 10,68 ^{1234c} | 11,63 ^{23d} | 11,37 ^{12d} | 6,62 ^a ±6,277 |
| Ç3NG | -2,35 ^{234a} | -0,97 ^{123a} | 4,23 ^{1b} | 10,86 ^{1234c} | 11,72 ^{23c} | 11,69 ^{2c} | 5,86 ^a ±6,208 |
| Ç3TG | -1,33 ^{456a} | 0,65 ^{45b} | 4,29 ^{1c} | 9,93 ^{123d} | 12,58 ^{3e} | 14,14 ^{3e} | 6,70 ^a ±6,189 |
| Y1PG | -2,03 ^{2345a} | -0,37 ^{234a} | 7,92 ^{234b} | 11,89 ^{4c} | 12,56 ^{3c} | 13,40 ^{3c} | 7,22 ^a ±6,837 |
| Y1NG | -0,98 ^{567a} | -1,36 ^{123a} | 8,84 ^{345b} | 10,98 ^{1234c} | 10,69 ^{12bc} | 10,54 ^{12bc} | 6,45 ^a ±5,823 |
| Y1TG | -2,96 ^{12a} | -0,29 ^{234b} | 8,83 ^{345c} | 9,69 ^{12cd} | 9,65 ^{1cd} | 9,95 ^{1d} | 5,81 ^a ±5,470 |
| Y2PG | -2,32 ^{234a} | -1,90 ^{1a} | 5,18 ^{12b} | 11,21 ^{234c} | 11,65 ^{23c} | 11,76 ^{2c} | 5,93 ^a ±6,428 |
| Y2NG | -1,67 ^{3456a} | -0,96 ^{123a} | 7,64 ^{234b} | 11,97 ^{4c} | 12,68 ^{3c} | 11,77 ^{2c} | 6,90 ^a ±6,426 |
| Y2TG | -2,37 ^{234a} | -1,25 ^{123a} | 7,98 ^{234b} | 11,78 ^{34c} | 11,75 ^{23c} | 11,70 ^{2c} | 6,60 ^a ±6,410 |
| Y3PG | -1,56 ^{3456a} | -0,59 ^{1234a} | 6,10 ^{123b} | 9,80 ^{12c} | 10,92 ^{123c} | 10,15 ^{12c} | 5,80 ^a ±5,318 |
| Y3NG | -0,63 ^{67a} | -0,22 ^{34a} | 7,95 ^{234b} | 10,67 ^{1234c} | 11,31 ^{123c} | 10,37 ^{12c} | 6,57 ^a ±5,379 |
| Y3TG | -3,51 ^{1a} | -1,51 ^{123b} | 11,09 ^{5c} | 11,40 ^{234c} | 10,85 ^{123c} | 10,89 ^{12c} | 6,53 ^a ±6,599 |
| G.AR. ORT | -1,707^a±1,44 | -0,398^b±1,86 | 7,356^c±3,593 | 10,837^d±1,981 | 11,611^e±2,133 | 11,627^e±2,326 | |

Küçük harfler (a,b,c) her bir muamelelerin zamana bağlı olarak istatistiksel farklılığını ve muamelelerde kurutma süresince meydana gelen ortalama değişimler arasındaki farklılığı, rakamlar (1,2,3) ise her bir kurutma süresinde muameleler arası farklılığı ifade etmektedir. [†]Grup İçi Ort.+SS: Her bir muamelede zamana bağlı ortalama değişim±Standart sapma (SS) değerlerini ifade etmektedir. [‡]Gruplararası Ort.±SS: Her bir kurutma süresinde muamelelerin ortalama yükü± Standart Sapma (SS) değerini ifade etmektedir.

Tablo 3.22. a* değerlerine göre varyans analiz tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Serbestli Derecesi | Kareler Toplamı | Kareler Ortalaması | F değeri |
|-----------------------------|--------------------|-----------------|--------------------|-----------|
| İşlem türü [†] (A) | 2 | 8,229 | 4,115 | 0,112 |
| Bağ orijini (B) | 4 | 59,842 | 14,961 | 0,406 |
| AxB | 8 | 165,000 | 20,625 | 0,557 |
| Zaman (C) | 5 | 28191,050 | 5638,210 | 1045,805* |
| AxC | 10 | 159,299 | 15,930 | 3,020* |
| BxC | 20 | 388,605 | 19,430 | 3,867* |
| AxBxC | 40 | 1152,292 | 28,807 | 8,084* |

İşlem türü (A): Potasa çözültisi uygulanmış (P), Hiçbir işlem görmeden kurutulmuş (N) ve Potasa çözültisi uygulanmış ve Toksikjenik küf sporu çözültisi püskürtülmüş (T) örnekleri ifade etmektedir. F değerleri * ile işaretli olan varyasyonlarda istatistiksel olarak fark belirlenmiştir.

Bununla birlikte, işlem türü ile zaman (AxC), bağ orijini ile zaman (BxC), işlem türü ile zaman (AxC) ve işlem türü, bağ orijini ve kurutma zamanının (AxBxC) örneklerin a* değerlerindeki değişime ortak etkilerinin önemli olduğu ($p<0,05$) sonucuna varılmıştır.

Kuru üzümelerde kırmızı rengin sarı renge olan oranını ifade eden a/b* değerleri, Tablo 3.25' de verilmiştir. Örneklerin a/b* değerleri kurutma süresince tüm örnekler için önemli derecede artış göstermiştir ($p<0,05$). Kurutma başlangıcında Ç2PG ve Ç2TG örnekleri en yüksek a/b* değerine sahip örnekler oluken, Y3TG örnekleri ise en düşük a/b* değerine sahip örnek olmuştur. Kurutma süresi sonunda örneklerin a/b* değerlerinin 1,53 ile 2,90 aralığında olduğu belirlenmiştir. Kurutma süresi sonunda en yüksek a/b* değeri Y1TG, en düşük ise Ç3NG örnekleri için tespit edilmiştir. Örneklerin varyans analiz tablosu incelendiğinde (Tablo 3.26), örneklere uygulanan işlem türünün (A), bağ orijininin ve kurutma zamanının, örneklerin a/b* değerlerinde meydana gelen değişim üzerindeki etkisinin önemli olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Ayrıca, işlem türü ile zaman (AxC), bağ orijini ile zaman (BxC), işlem türü ile zaman (AxC) ve işlem türü, bağ orijini ve kurutma zamanının (AxBxC) örneklerin a/b* değerlerindeki değişime ortak etkilerinin önemli olduğu ($p<0,05$) sonucuna varılmıştır.

Örneklerin chroma (C*) değerlerinde meydana gelen değişim Tablo 3.27' de ifade edilmiştir. Örneklerin C* değerlerinde genel olarak bir azalma gözlenmiştir. Kurutma işlemi süresince gerçekleşen bu azalma tüm örnekler için önem arz etmektedir ($p<0,05$). Kurutma süresi sonunda C* değeri en düşük ve en yüksek örnekler sırasıyla Y1TG ve Ç2NG örnekleri olmuştur. Örneklerin varyans analiz tablosu incelendiğinde (Tablo 3.28), örneklere uygulanan işlem türünün (A), bağ orijininin ve kurutma zamanının, örneklerin C* değerlerinde meydana gelen değişim üzerindeki etkisinin önemli olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$).

Ayrıca, işlem türü ile zaman (AxC), bağ orijini ile zaman (BxC), işlem türü ile zaman (AxC) ve işlem türü, bağ orijini ve kurutma zamanının (AxBxC) örneklerin C* değerlerindeki değişime ortak etkilerinin önemli olduğu ($p<0,05$) sonucuna varılmıştır.

Gıda maddelerinde renk tüketici beğenisi açısından oldukça önemli bir kalite kriteridir. Kuru üzümde parlaklığı ifade eden L* değeri ürünün renk karakteristiği ile doğrudan alakalı olup, bu değerin kuru üzümde meydana gelen kahverengileşme reaksiyonlarında rol oynayan enzimlerin inaktivasyon derecesi ile ilişkili olduğu ifade edilmektedir (Mahmutoğlu et al., 1996). Üzümlerin kurutulması ile ilgili yapılan araştırmaların birçoğu farklı bandırma çözeltilerinin (sıcak suya bandırma, farklı konsantrasyonlarda potasa çözeltilerine bandırma, etil oleat içeren bandırma çözeltileri ile muamele vb.) kontrollü şartlarda üzümün kurutma hızına etkisini temel almaktadır. Doymaz ve Pala (2002) tarafından yapılan bir çalışmada Sultani çeşidi üzüm üç bölüme ayrılarak bir bölümü potasa çözeltisi ile, bir bölümü etil oleat içeren bandırma çözeltisi ile, diğer bölümü ise hiçbir işlem görmeden natürel olarak 50, 55, 60, 65 ve 70 °C' lerde sıcak hava kurutucusu ile kurutulmuştur. Kurutma işlemi sonunda potasa çözeltine bandırılarak kurutulan örneklerin L* değerlerinin 18,95 ile 22,75, a* değerlerinin 3,04 ile 5,23, b* değerlerinin 3,84 ile 6,65, a/b değerlerinin ise 0,74 ile 0,78 aralığında olduğunu belirlemiştir. Bununla birlikte, bandırma çözeltisi kullanılmadan natürel olarak kurutulan üzümün L* değerlerinin ise 17,74- 19,55, a* değerlerinin 2,29-4,74, b* değerlerinin 2,18- 5,43 ve a/b değerlerinin ise 0,87- 1,05 aralığında olduğu belirlenmiştir. Mahmutoğlu et al., (1996) Manisa, Alaşehir bölgesinde yetiştirilen Sultani çeşidi çekirdeksiz üzümünü farklı bandırma çözeltileriyle muamele ettikten sonra sıcak hava kurutucu, beton zeminde güneşte kurutma, kaneviçe sergide kurutma gibi farklı kurutma koşulları uygulamış, kurutma süresi sonunda örneklerin L* değerlerinin 24,69-32,68, a* değerlerinin 3,33-9,77, b* değerlerinin ise 4,86-15,71 aralığında oldukları tespit edilmiştir. Özilgen et al. (1997) tarafından yapılan bir çalışmada Sultani çeşidi kuru üzümün L*, a* ve b* değerlerinin sırasıyla, 18,96- 28,48, 2,97-5,31 ve 7,22-11,59 aralığında olduğunu belirlemiştir. Jun-Wen Bai et al. (2013) tarafından yapılan bir çalışmada ise çekirdeksiz üzümün kurutulmasında rengin esmerleşmesinden sorumlu tutulan enzimlerden biri olan polifenoloksidaz enzimini inaktive etmek amacıyla, örnekler önce 90 ile 120 °C' lerde 30-120 saniye süre ile haşlanmış ve daha sonra sıcak havalı kurutucu ile 55-70 °C' de kurutulmuştur. Bu sürecin sonunda örneklerin L* ve C* değerleri sırasıyla, 22,20 ile 33,11 ve 10,60 ile 18,73 aralığında olduğu belirlenmiştir. Araştırma sonuçlarımız incelendiğinde örneklerin L*, b* ve C* değerlerinin araştırmacıların

Tablo 3.23. Numunelerin kurutma süresince Hunter b değerlerinde meydana gelen değişim

| Kurutma Türü | Kurutma süresi | | | | | | G. İÇİ ORT. |
|------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|------------------------------|
| | 0.gün | 4.gün | 8.gün | 12.gün | 15.gün | Kurutma Sonu | |
| Ç2PG | 15,67 ^{23a} | 13,88 ^{2ab} | 13,28 ^{23b} | 7,43 ^{1c} | 5,10 ^{1d} | 5,25 ^{234d} | 10,10 ^{ab} ±4,771 |
| Ç2NG | 18,95 ^{4a} | 18,34 ^{5ab} | 17,00 ^{4abc} | 16,51 ^{5bc} | 15,31 ^{5c} | 9,55 ^{7d} | 15,94 ^e ±3,717 |
| Ç2TG | 16,65 ^{34a} | 15,70 ^{234a} | 12,41 ^{23b} | 7,20 ^{1c} | 5,45 ^{1d} | 4,39 ^{12d} | 10,30 ^{ab} ±5,215 |
| Ç3PG | 17,01 ^{34a} | 14,70 ^{23b} | 11,01 ^{12c} | 7,84 ^{1d} | 7,71 ^{3d} | 7,35 ^{56d} | 10,93 ^{abc} ±4,274 |
| Ç3NG | 16,61 ^{34a} | 14,27 ^{2cb} | 16,26 ^{4ab} | 13,14 ^{4c} | 10,73 ^{4d} | 7,88 ^{6e} | 13,15±3,802 |
| Ç3TG | 10,53 ^{1b} | 11,24 ^{1ab} | 12,72 ^{23a} | 13,19 ^{4a} | 11,48 ^{4ab} | 9,54 ^{7b} | 11,45 ^{bcd} ±3,275 |
| Y1PG | 16,07 ^{23a} | 15,47 ^{234ab} | 13,58 ^{23bc} | 11,79 ^{34cd} | 10,76 ^{4d} | 7,26 ^{56e} | 12,49 ^{cd} ±3,783 |
| Y1NG | 16,32 ^{23a} | 15,44 ^{234a} | 11,23 ^{12b} | 9,77 ^{23bc} | 8,11 ^{3c} | 5,60 ^{34d} | 11,08 ^{abc} ±4,423 |
| Y1TG | 18,21 ^{34a} | 14,43 ^{2b} | 9,73 ^{1c} | 6,36 ^{1d} | 4,71 ^{1e} | 3,54 ^{1e} | 9,49 ^a ±5,592 |
| Y2PG | 15,84 ^{23a} | 17,57 ^{45a} | 13,58 ^{23b} | 10,24 ^{23c} | 8,03 ^{3d} | 5,87 ^{34e} | 11,85 ^{bcd} ±4,600 |
| Y2NG | 13,84 ^{2b} | 16,14 ^{2345a} | 13,88 ^{3b} | 11,30 ^{34c} | 8,68 ^{3d} | 6,27 ^{45e} | 11,68 ^{bcd} ±3,936 |
| Y2TG | 19,05 ^{4a} | 17,82 ^{45a} | 13,98 ^{3b} | 9,81 ^{23c} | 7,16 ^{23d} | 5,70 ^{34e} | 12,25 ^{cd} ±5,703 |
| Y3PG | 16,00 ^{23a} | 17,56 ^{45a} | 11,09 ^{12b} | 8,34 ^{12c} | 7,62 ^{3c} | 5,05 ^{23d} | 10,94 ^{abc} ±4,993 |
| Y3NG | 15,90 ^{23a} | 17,00 ^{345a} | 11,98 ^{123b} | 10,39 ^{3b} | 8,21 ^{3c} | 4,72 ^{23d} | 11,37 ^{abcd} ±4,697 |
| Y3TG | 18,03 ^{34a} | 15,70 ^{234b} | 11,73 ^{123c} | 7,67 ^{1d} | 5,77 ^{12de} | 4,92 ^{23e} | 10,63 ^{abc} ±5,437 |
| G.AR. ORT | 16,31^a±3,193 | 15,68^a±2,982 | 12,89^b±3,000 | 10,06^c±3,307 | 8,32^d±3,242 | 6,19^e±2,060 | |

Küçük harfler (a,b,c) her bir muamelenin zamana bağlı olarak istatistiksel farklılığını ve muamelelerde kurutma süresince meydana gelen ortalama değişimler arasındaki farklılığı, rakamlar (1,2,3) ise her bir kurutma süresinde muameleler arası farklılığı ifade etmektedir. †Grup İçi Ort.±SS: Her bir muamelede zamana bağlı ortalama değişim±Standart sapma (SS) değerlerini ifade etmektedir. ‡Gruplararası Ort.±SS: Her bir kurutma süresinde muamelelerin ortalama küf yükü± Standart Sapma (SS) değerini ifade etmektedir.

Tablo 3. 24. Hunter b değerlerine göre varyans analiz tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Serbestli Derecesi | Kareler Toplamı | Kareler Ortalaması | F değeri |
|-------------------|--------------------|-----------------|--------------------|-----------|
| İşlem türü † (A) | 2 | 539,834 | 269,917 | 5434,713* |
| Bağ orijini (B) | 4 | 207,007 | 51,752 | 2,288 |
| AxB | 8 | 1236,416 | 51,752 | 2,480* |
| Zaman (C) | 5 | 12434,704 | 2486,941 | 277,310* |
| AxC | 10 | 286,926 | 28,693 | 3,519* |
| BxC | 20 | 816,830 | 40,841 | 5,081* |
| AxBxC | 40 | 1193,207 | 29,830 | 5,465* |

†İşlem türü (A): Potasa çözeltisi uygulanmış (P), Hiçbir işlem görmeden kurutulmuş (N) ve Potasa çözeltisi uygulanmış ve Toksikjenik küf sporu çözeltisi püskürtülmüş (T) örnekleri ifade etmektedir. F değerleri * ile işaretli olan varyasyonlarda istatistiksel olarak fark belirlenmiştir.

Tablo 3. 25. Numunelerin kurutma süresince Hunter a/b değerlerinde meydana gelen değişim

| Kurutma Türü | Kurutma süresi | | | | | | G. İÇİ ORT. |
|------------------|--------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-----------------------------|
| | 0.gün | 4.gün | 8.gün | 12.gün | 15.gün | Kurutma Sonu | |
| Ç2PG | 0,00 ^{5a} | 0,23 ^{5a} | 0,70 ^{456b} | 1,417 ^{67c} | 2,15 ^{7d} | 2,00 ^{345d} | 1,085 ^{bc} ±0,871 |
| Ç2NG | -0,13 ^{123a} | -0,02 ^{123a} | 0,22 ^{1b} | 0,80 ^{12c} | 1,03 ^{1d} | 1,73 ^{123e} | 0,605 ^a ±0,696 |
| Ç2TG | 0,00 ^{5a} | 0,11 ^{4a} | 0,61 ^{345b} | 1,29 ^{56c} | 1,95 ^{56d} | 2,38 ^{6e} | 1,056 ^{bc} ±0,959 |
| Ç3PG | -0,16 ^{12a} | -0,12 ^{1a} | 0,96 ^{7b} | 1,42 ^{67c} | 1,54 ^{34c} | 1,59 ^{12c} | 0,873 ^{abc} ±0,784 |
| Ç3NG | -0,14 ^{123a} | -0,07 ^{12a} | 0,26 ^{1b} | 0,85 ^{123c} | 1,13 ^{12d} | 1,53 ^{1e} | 0,593 ^a ±0,651 |
| Ç3TG | -0,13 ^{123a} | 0,05 ^{34a} | 0,34 ^{12b} | 0,78 ^{1c} | 1,14 ^{12d} | 1,50 ^{1e} | 0,613 ^a ±0,625 |
| Y1PG | -0,13 ^{123a} | -0,02 ^{123a} | 0,56 ^{234b} | 1,03 ^{234c} | 1,21 ^{123c} | 1,88 ^{234d} | 0,753 ^{ab} ±0,746 |
| Y1NG | -0,07 ^{34a} | -0,08 ^{12a} | 0,81 ^{567b} | 1,14 ^{45c} | 1,35 ^{23c} | 1,90 ^{234d} | 0,841 ^{ab} ±0,763 |
| Y1TG | -0,17 ^{12a} | -0,03 ^{123a} | 0,93 ^{67b} | 1,55 ^{7c} | 2,09 ^{6d} | 2,90 ^{7e} | 1,211 ^c ±1,136 |
| Y2PG | -0,15 ^{12a} | -0,11 ^{1a} | 0,44 ^{123b} | 1,11 ^{45c} | 1,48 ^{34d} | 2,03 ^{345e} | 0,800 ^{ab} ±0,847 |
| Y2NG | -0,13 ^{123a} | -0,06 ^{12a} | 0,56 ^{234b} | 1,08 ^{345c} | 1,48 ^{34d} | 1,89 ^{234e} | 0,805 ^{ab} ±0,777 |
| Y2TG | -0,13 ^{123a} | -0,07 ^{12a} | 0,58 ^{2345b} | 1,23 ^{456c} | 1,73 ^{45d} | 2,07 ^{456e} | 0,902 ^{abc} ±0,876 |
| Y3PG | -0,11 ^{234a} | -0,03 ^{123a} | 0,55 ^{234b} | 1,18 ^{456c} | 1,47 ^{34d} | 2,07 ^{456e} | 0,856 ^{ab} ±0,820 |
| Y3NG | -0,04 ^{45a} | -0,01 ^{23a} | 0,70 ^{456b} | 1,08 ^{345c} | 1,48 ^{34d} | 2,25 ^{56e} | 0,910 ^{abc} ±0,863 |
| Y3TG | -0,20 ^{1a} | -0,11 ^{1a} | 0,95 ^{7b} | 1,54 ^{7c} | 1,89 ^{56d} | 2,24 ^{56e} | 1,05 ^{bc} ±0,966 |
| G.AR. ORT | -0,11^a±0,193 | -0,02^b±0,125 | 0,61^c±0,322 | 1,16^d±0,343 | 1,54^e±0,459 | 2,00^f±0,466 | |

Küçük harfler (a,b,c) her bir muamelelerin zamana bağlı olarak istatistiksel farklılığını ve muamelelerde kurutma süresince meydana gelen ortalama değişimler arasındaki farklılığı, rakamlar (1,2,3) ise her bir kurutma süresinde muameleler arası farklılığı ifade etmektedir. [†]Grup İçi Ort.+SS: Her bir muamelede zamana bağlı ortalama değişim±Standart sapma (SS) değerlerini ifade etmektedir. [‡]Gruplararası Ort.+SS: Her bir kurutma süresinde muamelelerin ortalama küf yükü± Standart Sapma (SS) değerini ifade etmektedir.

Tablo 3. 26. Hunter a/b değerlerine göre varyans analiz tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Serbestli Derecesi | Kareler Toplamı | Kareler Ortalaması | F değeri |
|-----------------------------|--------------------|-----------------|--------------------|----------|
| İşlem türü [†] (A) | 2 | 7,032 | 3,516 | 4,943* |
| Bağ orijini (B) | 4 | 7,825 | 1,956 | 2,747* |
| AxB | 8 | 13,320 | 1,665 | 2,389* |
| Zaman (C) | 5 | 544,667 | 108,933 | 969,710* |
| AxC | 10 | 5,369 | 0,537 | 5,38* |
| BxC | 20 | 8,222 | 0,411 | 4,238* |
| AxBxC | 40 | 12,071 | 0,302 | 5,247* |

[†]İşlem türü (A): Potasa çözeltisi uygulanmış (P), Hiçbir işlem görmeden kurutulmuş (N) ve Potasa çözeltisi uygulanmış ve Toksikjenik küf sporu çözeltisi püskürtülmüş (T) örnekleri ifade etmektedir. F değerleri * ile işaretli olan varyasyonlarda istatistiksel olarak fark belirlenmiştir.

sonuçları ile örtüştüğü, ancak a^* ve a/b^* değerlerinin arařtırmacıların tespitlerinden yüksek çıktığı belirlenmiştir.

Kuru üzümde kurumaya baėlı renk deėişikliği enzimatik ve enzimatik olmayan esmerleşme reaksiyonları ile gerçekleşmektedir. Kurutma işlemi esnasında hücre bütünlüğü bozulmaya başladığında, polifenol oksidaz (PPO) enzimleri başta kaftarik asit olmak üzere fenolik bileşiklerle reaksiyona girerek kahverengi- siyah renkli bileşikler oluşturmaktadır. Üzümde bulunan PPO enzimleri özellikle meyvenin kabuk kısmında bulunan plastidlerde bulunmaktadır. Dolayısıyla üzümde kurutma esnasında kahverengileşme önce meyvenin dış çevresinde başlamakta, daha sonra da tüm meyveye yayılmaktadır. Üzümde renk deėişikliğinden sorumlu olan bir diėer reaksiyon ise indirgen şekerler ile aminoasitler arasında gerçekleşen Maillard reaksiyonudur. Ancak bu reaksiyon, enzimatik esmerleşme reaksiyonuna göre üzümde çok yavaş ilerlemektedir (Christiensen, 2000).

Kuru üzümde renk esmerleşmesinde kurutma şartları son derece önemlidir. Kurutma sıcaklığının yüksek olması, hem kurutma süresini kısaltmakta, hem de daha iyi renk karakteristiğine sahip, açık renkli ürün elde edilmesini sağlamaktadır (Bahabaad and Esmaili, 2012). Dolayısıyla, kurutma sıcaklığının düşmesi ve kurutma süresinin uzaması renk üzerinde olumsuzluklara neden olmaktadır. Arařtırmanın ikinci yılında Denizli bölgesinde üzüm hasadı, havaların soėuk gitmesinden dolayı gecikmiştir. Normalde Eylül ayının ilk haftasında gerçekleştirilmesi gereken hasat ancak Eylülün son haftasında yapılabilmiş, bu durumda kurutma işleminin de soėuk nispeten soėuk hava şartlarında sürdürülmesine sebep olmuştur. Bunun sonucu olarak kurutma süreleri uzamış, potasa çözeltisi ile muamele edilmiş örnekler 16-20 günde, natürel olarak kurutulan örnekler ise 23 gün süresince kurutma işlemine tabi tutulmak zorunda kalmıştır. 23. günün sonunda gündüz hava sıcaklıklarının 10 °C' nin altına düşmesi ve sürekli yağmurların başlaması sonucu kurutma işlemi devam eden natürel üzümler de toplanmıştır. Hava şartlarının bu olumsuz etkisinden dolayı, kuru üzümde kırmızılık değerini ifade eden a^* değerleri ve bununla bağlantılı olarak da a/b değerleri yüksek çıkmıştır.

Tablo 3. 27. Numunelerin kurutma süresince Chroma değerlerinde meydana gelen değişim

| Kurutma Türü | Kurutma süresi | | | | | | G. İÇİ ORT. |
|------------------|--------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|----------------------------|
| | 0.gün | 4.gün | 8.gün | 12.gün | 15.gün | Kurutma Sonu | |
| Ç2PG | 15,76 ^{23a} | 14,33 ^{2a} | 16,22 ^{234a} | 12,81 ^{12b} | 11,89 ^{123b} | 11,38 ^{12b} | 13,73 ^a ±3,028 |
| Ç2NG | 19,11 ^{5ab} | 18,43 ^{5a} | 17,49 ^{4a} | 20,89 ^{6b} | 21,91 ^{7c} | 18,98 ^{7a} | 19,46 ^e ±2,641 |
| Ç2TG | 16,73 ^{345a} | 15,84 ^{234ab} | 14,58 ^{1234b} | 11,68 ^{1c} | 11,53 ^{12c} | 11,19 ^{1c} | 13,59 ^{ab} ±2,972 |
| Ç3PG | 17,21 ^{345a} | 14,81 ^{23b} | 15,14 ^{1234b} | 13,31 ^{123b} | 13,97 ^{456b} | 13,58 ^{34b} | 14,67 ^{bc} ±2,219 |
| Ç3NG | 16,78 ^{345a} | 14,37 ^{2b} | 17,00 ^{34a} | 17,10 ^{5a} | 15,94 ^{67b} | 14,16 ^{45b} | 15,89 ^d ±2,648 |
| Ç3TG | 10,64 ^{1a} | 11,34 ^{1a} | 13,51 ^{12b} | 16,63 ^{45c} | 17,15 ^{7c} | 17,10 ^{6c} | 14,40 ^{bc} ±3,509 |
| Y1PG | 16,25 ^{234a} | 15,50 ^{234a} | 16,24 ^{234a} | 16,76 ^{45a} | 16,62 ^{7a} | 15,28 ^{5a} | 16,11 ^d ±2,982 |
| Y1NG | 16,44 ^{234a} | 15,55 ^{234ab} | 14,43 ^{123ab} | 14,85 ^{234ab} | 13,50 ^{2345bc} | 11,95 ^{123c} | 14,45 ^b ±2,864 |
| Y1TG | 18,48 ^{45a} | 14,48 ^{2b} | 13,18 ^{1bc} | 11,62 ^{1cd} | 10,75 ^{1d} | 10,58 ^{1d} | 13,18 ^a ±3,246 |
| Y2PG | 16,02 ^{234b} | 17,70 ^{45a} | 15,15 ^{1234b} | 15,20 ^{345b} | 14,17 ^{456cd} | 13,16 ^{234d} | 15,23 ^c ±2,250 |
| Y2NG | 14,00 ^{2c} | 16,28 ^{2345ab} | 16,19 ^{234ab} | 16,49 ^{45a} | 15,40 ^{567abc} | 13,34 ^{34c} | 15,28 ^c ±2,570 |
| Y2TG | 19,20 ^{5a} | 17,88 ^{45ab} | 16,36 ^{234bc} | 15,39 ^{345bcd} | 13,83 ^{345cd} | 13,03 ^{234d} | 15,95 ^c ±3,451 |
| Y3PG | 16,11 ^{234a} | 17,58 ^{45a} | 12,81 ^{1b} | 12,87 ^{12b} | 13,34 ^{2345b} | 11,36 ^{12b} | 14,01 ^{ab} ±3,087 |
| Y3NG | 15,92 ^{234a} | 17,08 ^{345a} | 14,62 ^{1234b} | 15,03 ^{345b} | 14,11 ^{456b} | 11,40 ^{12c} | 14,69 ^{bc} ±2,595 |
| Y3TG | 18,40 ^{345a} | 15,82 ^{234bc} | 16,17 ^{234b} | 13,80 ^{23cd} | 12,30 ^{1234d} | 11,95 ^{123d} | 14,74 ^{bc} ±3,257 |
| G.AR. ORT | 16,47^a±3,188 | 15,80^{ab}±2,969 | 15,27^{bc}±3,008 | 14,96^{cd}±3,114 | 14,43^d±3,311 | 13,23^e±2,856 | |

Küçük harfler (a,b,c) her bir muamelelerin zamana bağlı olarak istatistiksel farklılıklarını ve muamelelerde kurutma süresince meydana gelen ortalama değişimler arasındaki farklılığı, rakamlar (1,2,3) ise her bir kurutma süresinde muameleler arası farklılığı ifade etmektedir.

[†]Grup İçi Ort.+SS: Her bir muamelede zamana bağlı ortalama değişim±Standart sapma (SS) değerlerini ifade etmektedir.

[‡]Gruplararası Ort.+SS: Her bir kurutma süresinde muamelelerin ortalama küf yükü± Standart Sapma (SS) değerini ifade etmektedir.

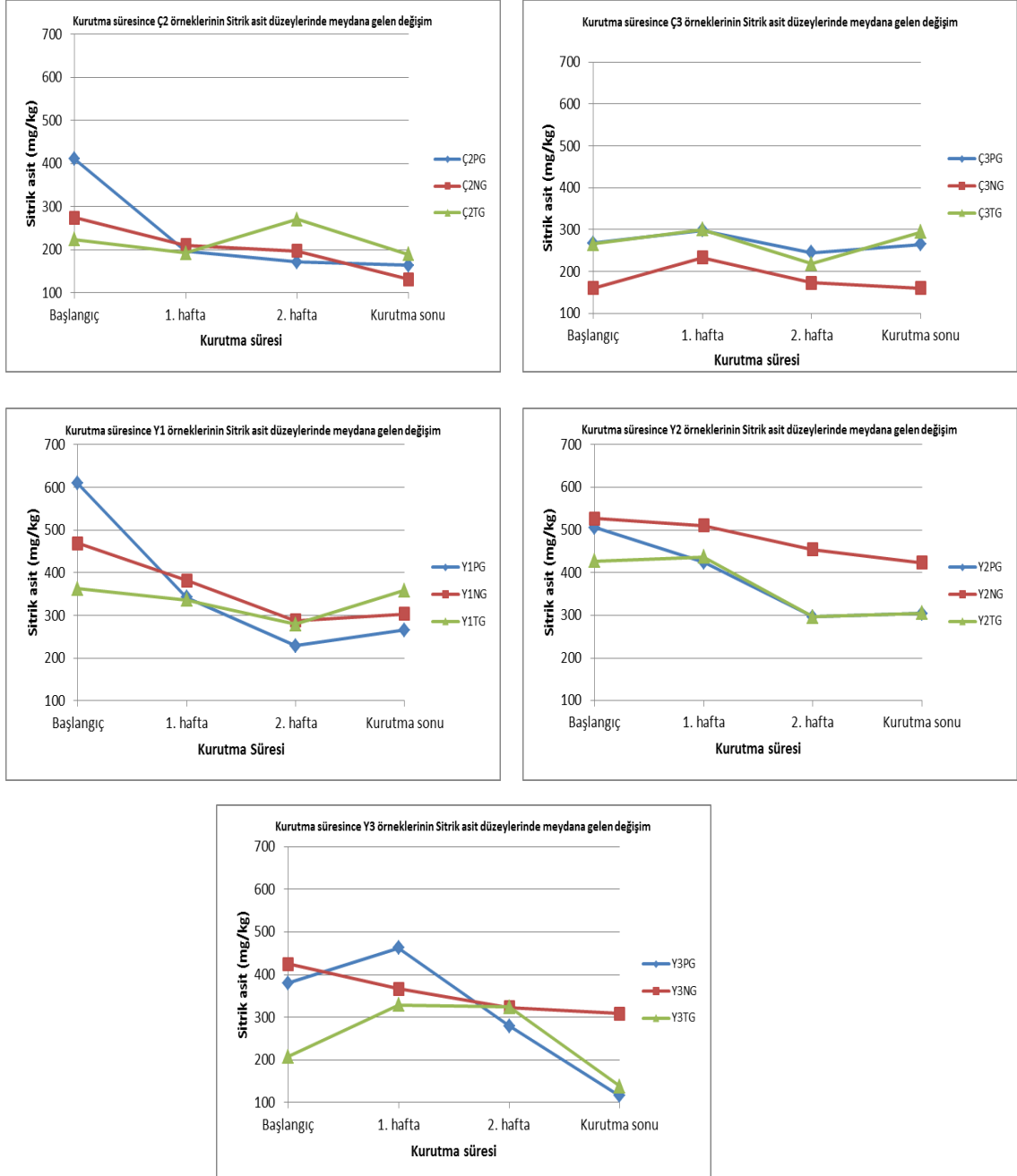
Tablo 3. 28. Chroma değerlerine göre varyans analiz tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Serbestli Derecesi | Kareler Toplamı | Kareler Ortalaması | F değeri |
|-----------------------------|--------------------|-----------------|--------------------|----------|
| İşlem türü [†] (A) | 2 | 411,415 | 205,707 | 20,481* |
| Bağ orijini (B) | 4 | 186,175 | 46,544 | 4,511* |
| AxB | 8 | 1311,789 | 163,974 | 19,320* |
| Zaman (C) | 5 | 950,951 | 190,190 | 20,075* |
| AxC | 10 | 238,818 | 23,882 | 2,694* |
| BxC | 20 | 645,410 | 32,270 | 3,676* |
| AxBxC | 40 | 1279,712 | 31,993 | 5,894* |

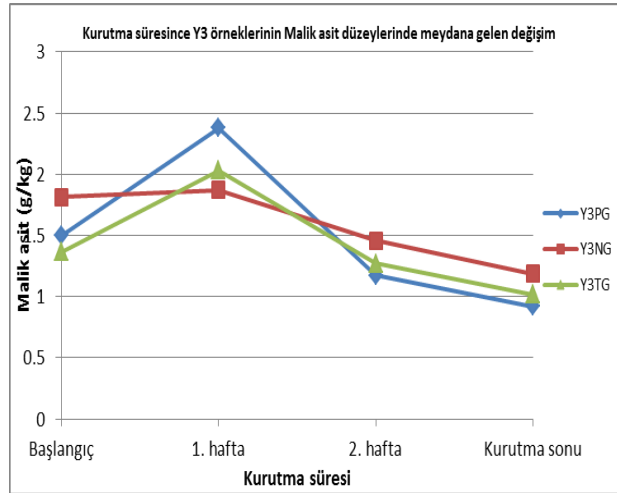
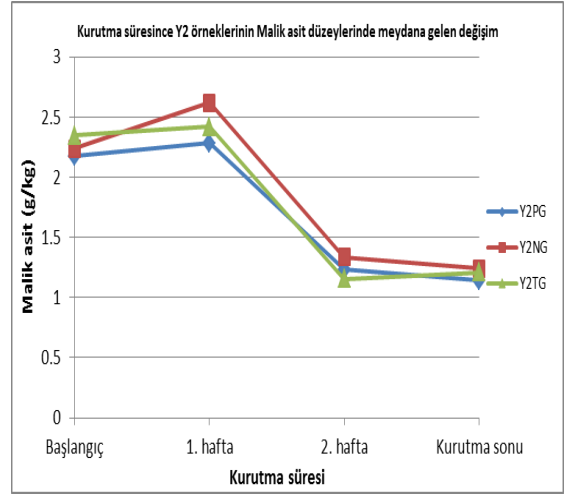
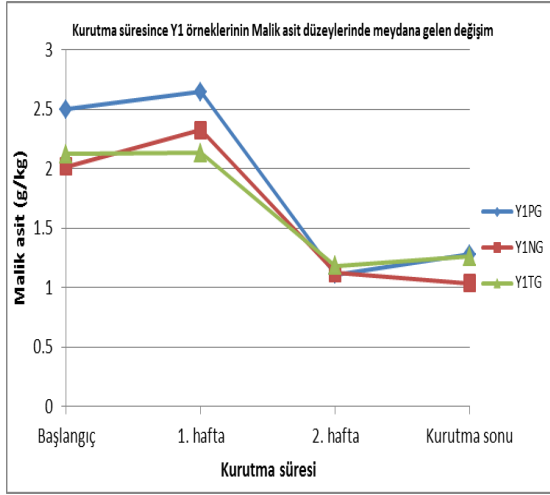
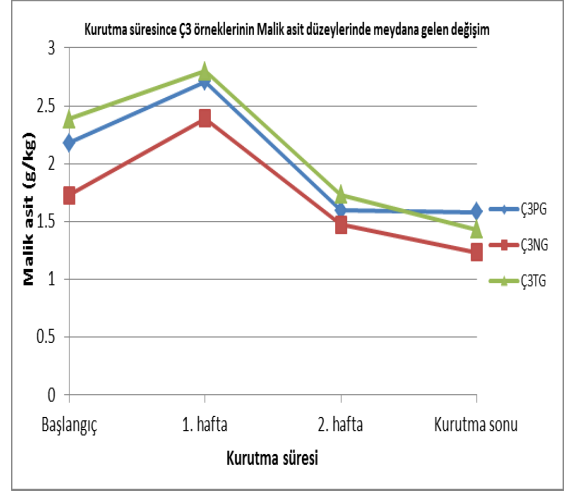
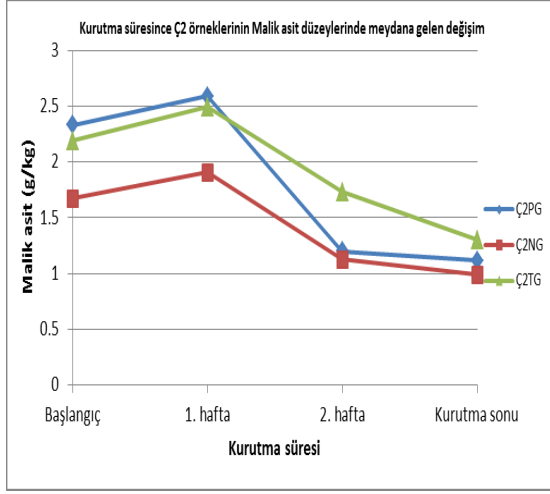
[†]İşlem türü (A): Potasa çözeltilisi uygulanmış (P), Hiçbir işlem görmeden kurutulmuş (N) ve Potasa çözeltilisi uygulanmış ve Toksikjenik küf sporu çözeltilisi püskürtülmüş (T) örnekleri ifade etmektedir. F değerleri * ile işaretli olan varyasyonlarda istatistiksel olarak fark belirlenmiştir

3.2.8. Üzümde kurumaya bağlı olarak organik asit değişimi

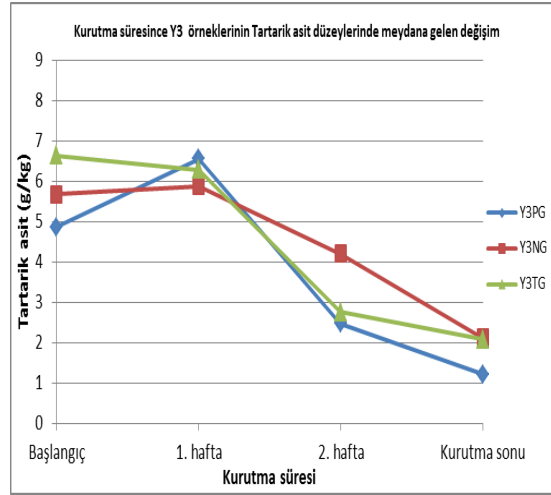
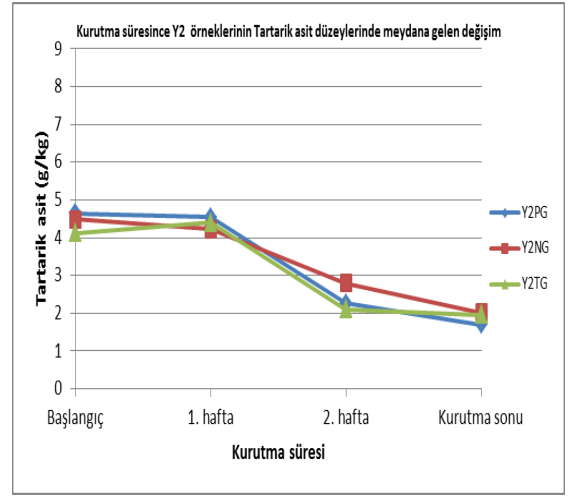
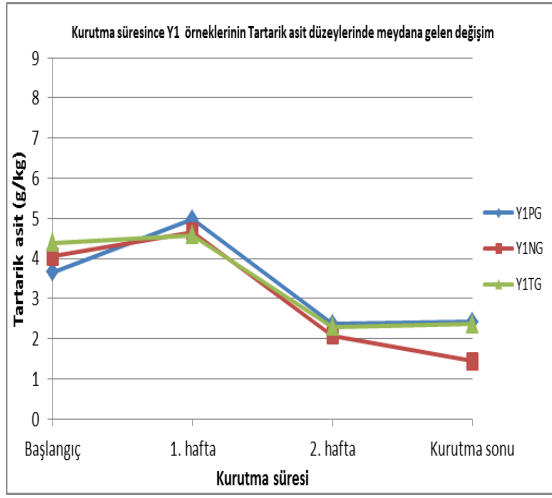
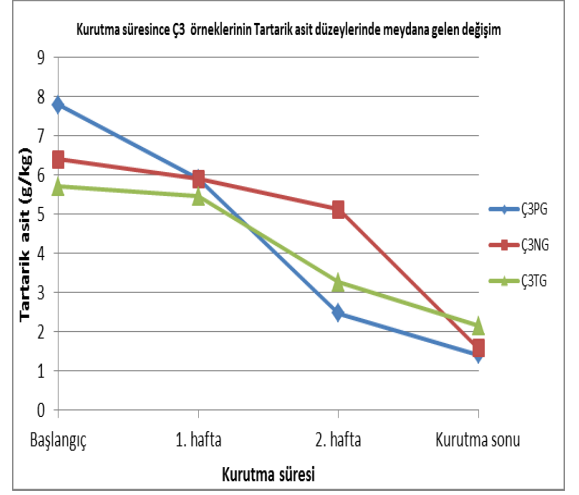
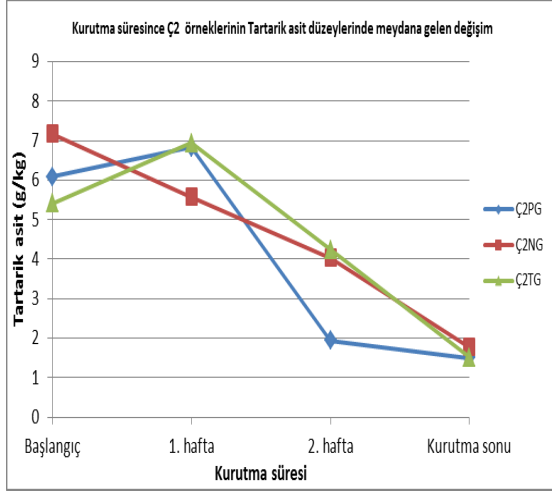
Numunelerin kurutma süresince organik asit içeriklerinde meydana gelen değişim sitrik, malik ve tartarik asit cinsinden (mg/kg) verilmiş ve Tablo 3.29 ve Tablo 3.30’ da ifade edilmiştir. Değişimin grafiksel gösterimi ise her bir organik asit için Şekil 3.13’ Şekil 3.14 ve Şekil 3.15’ de ve toplam asitlik için ise Şekil 3.21’ de belirtilmiştir.



Şekil. 3. 13. Kurutma süresince örneklerin sitrik asit içeriklerinde meydana gelen değişim.



Şekil. 3. 14. Kurutma süresince örneklerin malik asit içeriklerinde meydana gelen değişim



Şekil. 3. 15. Kurutma süresince örneklerin tartarik asit içeriklerinde meydana gelen değişim

Tablo 3. 29. Numunelerin kurutma süresince sitrik asit değerlerinde meydana gelen değişim (g/kg).

| Kurutma Türü | Kurutma süresi | | | | G. İÇİ ORT. |
|------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|-----------------------------|
| | 0.gün | 1. hafta | 2. hafta | Kurutma sonu | |
| Ç2PG | 0,410 ^{34a} | 0,195 ^{1b} | 0,171 ^{1b} | 0,162 ^{1b} | 0,235 ^{abc} ±0,107 |
| Ç2NG | 0,274 ^{2a} | 0,210 ^{1b} | 0,197 ^{12b} | 0,131 ^{1c} | 0,203 ^{ab} ±0,054 |
| Ç2TG | 0,224 ^{2b} | 0,192 ^{1c} | 0,270 ^{345a} | 0,189 ^{1c} | 0,219 ^{ab} ±0,034 |
| Ç3PG | 0,267 ^{2a} | 0,297 ^{2b} | 0,244 ^{234a} | 0,264 ^{2a} | 0,268 ^{bcd} ±0,023 |
| Ç3NG | 0,160 ^{1a} | 0,233 ^{1b} | 0,172 ^{1a} | 0,159 ^{1a} | 0,181 ^a ±0,034 |
| Ç3TG | 0,266 ^{2b} | 0,300 ^{2a} | 0,218 ^{123c} | 0,294 ^{23a} | 0,270 ^{bcd} ±0,036 |
| Y1PG | 0,609 ^{6a} | 0,342 ^{23b} | 0,229 ^{1234b} | 0,265 ^{2b} | 0,361 ^e ±0,168 |
| Y1NG | 0,469 ^{45a} | 0,382 ^{34ab} | 0,288 ^{345b} | 0,304 ^{23b} | 0,360 ^e ±0,086 |
| Y1TG | 0,362 ^{3a} | 0,336 ^{23b} | 0,279 ^{345c} | 0,359 ^{34a} | 0,334 ^{de} ±0,035 |
| Y2PG | 0,505 ^{5a} | 0,424 ^{45a} | 0,296 ^{45b} | 0,305 ^{23b} | 0,383 ^e ±0,097 |
| Y2NG | 0,527 ^{5a} | 0,510 ^{6a} | 0,454 ^{6b} | 0,424 ^{4b} | 0,479 ^f ±0,047 |
| Y2TG | 0,427 ^{34a} | 0,437 ^{5a} | 0,297 ^{45b} | 0,305 ^{23b} | 0,367 ^e ±0,087 |
| Y3PG | 0,380 ^{3b} | 0,462 ^{56a} | 0,279 ^{345c} | 0,116 ^{1d} | 0,309 ^{cde} ±0,139 |
| Y3NG | 0,424 ^{34a} | 0,367 ^{3ab} | 0,323 ^{5b} | 0,309 ^{23b} | 0,356±0,057 |
| Y3TG | 0,208 ^{12b} | 0,329 ^{23a} | 0,324 ^{5a} | 0,138 ^{1c} | 0,250 ^{abc} ±0,087 |
| G.AR. ORT | 0,367^a±0,131 | 0,334^a±0,099 | 0,269^p±0,076 | 0,248^b±0,096 | |

Küçük harfler (a,b,c) her bir muamelelerin zamana bağlı olarak istatistiksel farklılığını ve muamelelerde kurutma süresince meydana gelen ortalama değişimler arasındaki farklılığı, rakamlar (1,2,3) ise her bir kurutma süresinde muameleler arası farklılığı ifade etmektedir.

[†]Grup İçi Ort.+SS: Her bir muamelede zamana bağlı ortalama değişim±Standart sapma (SS) değerlerini ifade etmektedir.

[‡]Gruplararası Ort.+SS: Her bir kurutma süresinde muamelelerin ortalama küf yükü± Standart Sapma (SS) değerini ifade etmektedir.

Tablo 3. 30. Sitrik asit değerlerine göre varyans analiz tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Serbestli Derecesi | Kareler Toplamı | Kareler Ortalaması | F değeri |
|-----------------------------------|--------------------|-----------------|--------------------|----------|
| İşlem türü[†] (A) | 2 | 0,028 | 0,014 | 1,082 |
| Bağ orijini (B) | 4 | 0,888 | 0,222 | 28* |
| AxB | 8 | 0,203 | 0,025 | 3,615* |
| Zaman (C) | 3 | 0,417 | 0,139 | 13,144* |
| AxC | 6 | 0,150 | 0,025 | 2,495* |
| BxC | 12 | 0,270 | 0,023 | 5,140* |
| AxBxC | 24 | 0,167 | 0,007 | 5,456* |

[†]İşlem türü (A): Potasa çözeltisi uygulanmış (P), Hiçbir işlem görmeden kurutulmuş (N) ve Potasa çözeltisi uygulanmış ve Toksikjenik küf sporu çözeltisi püskürtülmüş (T) örnekleri ifade etmektedir. F değerleri * ile işaretli olan varyasyonlarda istatistiksel olarak fark belirlenmiştir.

Tablo 3. 31. Numunelerin kurutma süresince malik asit değerlerinde meydana gelen değişim (g/kg).

| Kurutma Türü | Kurutma süresi | | | | G. İÇİ ORT. |
|------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|----------------------------|
| | 0.gün | 1. hafta | 2. hafta | Kurutma sonu | |
| Ç2PG | 2,33 ^{67a} | 2,59 ^{567a} | 1,20 ^{123b} | 1,12 ^{23b} | 1,81 ^{abc} ±0,698 |
| Ç2NG | 1,67 ^{23b} | 1,90 ^{1a} | 1,13 ^{1c} | 0,99 ^{1c} | 1,42 ^a ±0,406 |
| Ç2TG | 2,19 ^{567b} | 2,49 ^{456a} | 1,73 ^{5c} | 1,30 ^{5d} | 1,93 ^{abc} ±0,472 |
| Ç3PG | 2,18 ^{567b} | 2,71 ^{78a} | 1,60 ^{45c} | 1,58 ^{7c} | 2,02 ^{bc} ±0,494 |
| Ç3NG | 1,73 ^{3b} | 2,39 ^{4a} | 1,47 ^{345b} | 1,23 ^{345c} | 1,71 ^{abc} ±0,483 |
| Ç3TG | 2,39 ^{78b} | 2,80 ^{8a} | 1,73 ^{5c} | 1,43 ^{6d} | 2,09 ^c ±0,562 |
| Y1PG | 2,50 ^{8a} | 2,65 ^{678a} | 1,11 ^{1b} | 1,28 ^{5b} | 1,89 ^{abc} ±0,731 |
| Y1NG | 2,02 ^{45b} | 2,33 ^{34a} | 1,13 ^{1c} | 1,04 ^{12c} | 1,63 ^{abc} ±0,593 |
| Y1TG | 2,12 ^{56a} | 2,14 ^{23a} | 1,19 ^{12b} | 1,26 ^{45b} | 1,68 ^{abc} ±0,476 |
| Y2PG | 2,18 ^{567a} | 2,29 ^{34a} | 1,23 ^{123b} | 1,14 ^{234b} | 1,71 ^{abc} ±0,553 |
| Y2NG | 2,24 ^{567b} | 2,62 ^{678a} | 1,34 ^{1234c} | 1,24 ^{345c} | 1,86 ^{abc} ±0,621 |
| Y2TG | 2,35 ^{678a} | 2,42 ^{45a} | 1,16 ^{1b} | 1,21 ^{345b} | 1,79 ^{abc} ±0,634 |
| Y3PG | 1,50 ^{12b} | 2,38 ^{4a} | 1,18 ^{1c} | 0,92 ^{1c} | 1,50 ^{ab} ±0,595 |
| Y3NG | 1,81 ^{34a} | 1,87 ^{1a} | 1,46 ^{234b} | 1,19 ^{345b} | 1,58 ^{abc} ±0,302 |
| Y3TG | 1,36 ^{1b} | 2,03 ^{12a} | 1,27 ^{123b} | 1,02 ^{12c} | 1,42 ^a ±0,400 |
| G.AR. ORT | 2,04^b±0,351 | 2,37^a±0,294 | 1,33^c±0,245 | 1,20^d±0,177 | |

Küçük harfler (a,b,c) her bir muamelenin zamana bağlı olarak istatistiksel farklılığını ve muamelelerde kurutma süresince meydana gelen ortalama değişimler arasındaki farklılığı, rakamlar (1,2,3) ise her bir kurutma süresinde muameleler arası farklılığı ifade etmektedir.*Grup İçi Ort.+SS: Her bir muamelede zamana bağlı ortalama değişim±Standart sapma (SS) değerlerini ifade etmektedir.*Gruplararası Ort.±SS: Her bir kurutma süresinde muamelelerin ortalama küf yükü± Standart Sapma (SS) değerini ifade etmektedir.

Tablo 3. 32. Malik asit değerlerine göre varyans analiz tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Serbestli Derecesi | Kareler Toplamı | Kareler Ortalaması | F değeri |
|-----------------------------|--------------------|-----------------|--------------------|----------|
| İşlem türü [†] (A) | 2 | 0,807 | 0,404 | 1,287 |
| Bağ orijini (B) | 4 | 3,549 | 0,887 | 2,943* |
| AxB | 8 | 2,597 | 0,325 | 1,085 |
| Zaman (C) | 3 | 43,048 | 14,349 | 190,5* |
| AxC | 6 | 0,638 | 0,106 | 1,513 |
| BxC | 12 | 2,356 | 0,196 | 4,273* |
| AxBxC | 24 | 1,696 | 0,071 | 5,256* |

[†]İşlem türü (A): Potasa çözeltili uygulanmış (P), Hiçbir işlem görmeden kurutulmuş (N) ve Potasa çözeltili uygulanmış ve Toksikjenik küf sporu çözeltili püskürtülmüş (T) örnekleri ifade etmektedir. F değerleri * ile işaretli olan varyasyonlarda istatistiksel olarak fark belirlenmiştir.

Tablo 3.33. Numunelerin kurutma süresince tartarik asit değerlerinde meydana gelen değişim (g/kg)

| Kurutma Türü | Kurutma süresi | | | | G. İÇİ ORT. |
|------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|---------------------------|
| | 0.gün | 1. hafta | 2. hafta | Kurutma sonu | |
| Ç2PG | 6,08 ^{567b} | 6,83 ^{6a} | 1,95 ^{1c} | 1,50 ^{123c} | 4,090 ^a ±2,510 |
| Ç2NG | 7,18 ^{89a} | 5,58 ^{34b} | 4,04 ^{5c} | 1,78 ^{2345d} | 4,645 ^a ±2,127 |
| Ç2TG | 5,41 ^{45b} | 6,94 ^{6a} | 4,24 ^{5c} | 1,52 ^{123d} | 4,528 ^a ±2,105 |
| Ç3PG | 7,79 ^{9a} | 5,89 ^{45b} | 2,48 ^{123c} | 1,42 ^{12d} | 4,395 ^a ±2,690 |
| Ç3NG | 6,39 ^{67a} | 5,89 ^{45ab} | 5,12 ^{6b} | 1,58 ^{1234c} | 4,745 ^a ±2,00 |
| Ç3TG | 5,71 ^{56a} | 5,46 ^{34a} | 3,26 ^{4b} | 2,16 ^{56c} | 4,148 ^a ±1,562 |
| Y1PG | 3,65 ^{1b} | 4,98 ^{23a} | 2,36 ^{123c} | 2,42 ^{6c} | 3,353 ^a ±1,153 |
| Y1NG | 4,06 ^{12a} | 4,66 ^{12a} | 2,08 ^{12b} | 1,44 ^{12b} | 3,060 ^a ±1,444 |
| Y1TG | 4,39 ^{23a} | 4,58 ^{12a} | 2,30 ^{123b} | 2,36 ^{6b} | 3,408 ^a ±1,155 |
| Y2PG | 4,64 ^{23a} | 4,54 ^{12a} | 2,26 ^{123b} | 1,71 ^{2345c} | 3,288 ^a ±1,393 |
| Y2NG | 4,49 ^{23a} | 4,22 ^{1a} | 2,80 ^{34b} | 2,02 ^{456c} | 3,381 ^a ±1,108 |
| Y2TG | 4,12 ^{12a} | 4,41 ^{12a} | 2,10 ^{123b} | 1,96 ^{3456b} | 3,148 ^a ±1,198 |
| Y3PG | 4,87 ^{34b} | 6,56 ^{56a} | 2,48 ^{123c} | 1,22 ^{1d} | 3,783 ^a ±2,192 |
| Y3NG | 5,68 ^{5a} | 5,89 ^{45a} | 4,20 ^{5b} | 2,12 ^{56c} | 4,473 ^a ±1,582 |
| Y3TG | 6,64 ^{78a} | 6,28 ^{56a} | 2,77 ^{234b} | 2,08 ^{56c} | 4,443 ^a ±2,137 |
| G.AR. ORT | 5,40^a±1,246 | 5,51^a±0,942 | 2,96^b±1,002 | 1,82^c±0,416 | |

Küçük harfler (a,b,c) her bir muamelelerin zamana bağlı olarak istatistiksel farklılığını ve muamelelerde kurutma süresince meydana gelen ortalama değişimler arasındaki farklılığı, rakamlar (1,2,3) ise her bir kurutma süresinde muameleler arası farklılığı ifade etmektedir.

[†]Grup İçi Ort.+SS: Her bir muamelede zamana bağlı ortalama değişim±Standart sapma (SS) değerlerini ifade etmektedir.

[‡]Gruplararası Ort.+SS: Her bir kurutma süresinde muamelelerin ortalama küf yükü± Standart Sapma (SS) değerini ifade etmektedir.

Tablo 3. 34. Tartarik asit değerlerine göre varyans analiz tablosu

| Varyasyon Kaynağı | Serbestli Derecesi | Kareler Toplamı | Kareler Ortalaması | F değeri |
|-----------------------------------|--------------------|-----------------|--------------------|----------|
| İşlem türü[†] (A) | 2 | 2,351 | 1,176 | 0,341 |
| Bağ orijini (B) | 4 | 52,047 | 13,012 | 4,060* |
| AxB | 8 | 6,684 | 0,835 | 0,250 |
| Zaman (C) | 3 | 453,392 | 151,131 | 166,766* |
| AxC | 6 | 14,885 | 2,481 | 2,930* |
| BxC | 12 | 38,890 | 3,241 | 7,563* |
| AxBxC | 24 | 29,802 | 1,242 | 10,842* |

[†]İşlem türü (A): Potasa çözeltisi uygulanmış (P), Hiçbir işlem görmeden kurutulmuş (N) ve Potasa çözeltisi uygulanmış ve Toksikjenik küf sporu çözeltisi püskürtülmüş (T) örnekleri ifade etmektedir. F değerleri * ile işaretli olan varyasyonlarda istatistiksel olarak fark belirlenmiştir.

Tablo 3. 35. Kurutma süresince muamelelerin toplam organik asit içeriklerinde meydana gelen değişim

| Kurutma süresi | Ç2PG | | | | Ç2NG | | | | Ç2TG | | | |
|---------------------------|---------------|---------------|---------------|-----------------------------|---------------|---------------|---------------|-----------------------------|---------------|---------------|---------------|-----------------------------|
| | S.A (g/kg) | M.A (g/kg) | T.A (g/kg) | Toplam Asitlik (g/kg) | S.A (g/kg) | M.A (g/kg) | T.A (g/kg) | Toplam Asitlik (g/kg) | S.A (g/kg) | M.A (g/kg) | T.A (g/kg) | Toplam Asitlik (g/kg) |
| Kurutma başlangıcı | 0.410 | 2.33 | 6.08 | 8.82 | 0.274 | 1.67 | 7.18 | 9.13 | 0.224 | 2.19 | 5.41 | 7.82 |
| 1. hafta | 0.195 | 2.59 | 6.83 | 9.62 | 0.210 | 1.90 | 5.58 | 7.69 | 0.192 | 2.49 | 6.94 | 9.62 |
| 2. hafta | 0.171 | 1.20 | 1.95 | 3.32 | 0.197 | 1.13 | 4.04 | 5.36 | 0.270 | 1.73 | 4.24 | 6.24 |
| Kurutma sonu | 0.162 | 1.12 | 1.50 | 2.78 | 0.131 | 0.99 | 1.78 | 2.90 | 0.189 | 1.30 | 1.52 | 3.00 |

| Kurutma süresi | Ç3PG | | | | Ç3NG | | | | Ç3TG | | | |
|---------------------------|---------------|---------------|---------------|-----------------------------|---------------|---------------|---------------|-----------------------------|---------------|---------------|---------------|-----------------------------|
| | S.A (g/kg) | M.A (g/kg) | T.A (g/kg) | Toplam Asitlik (g/kg) | S.A (g/kg) | M.A (g/kg) | T.A (g/kg) | Toplam Asitlik (g/kg) | S.A (g/kg) | M.A (g/kg) | T.A (g/kg) | Toplam Asitlik (g/kg) |
| Kurutma başlangıcı | 0.267 | 2.18 | 7.79 | 10.23 | 0.160 | 1.73 | 6.39 | 8.28 | 0.266 | 2.39 | 5.71 | 8.36 |
| 1. hafta | 0.297 | 2.71 | 5.89 | 8.90 | 0.233 | 2.39 | 5.89 | 8.51 | 0.300 | 2.80 | 5.46 | 8.56 |
| 2. hafta | 0.244 | 1.60 | 2.48 | 4.32 | 0.172 | 1.47 | 5.12 | 6.76 | 0.218 | 1.73 | 3.26 | 5.21 |
| Kurutma sonu | 0.264 | 1.58 | 1.42 | 3.26 | 0.159 | 1.23 | 1.58 | 2.97 | 0.294 | 1.43 | 2.16 | 3.88 |

S.A: Sitrik asit

M.A: Malik asit

T.A: Tartarik asit

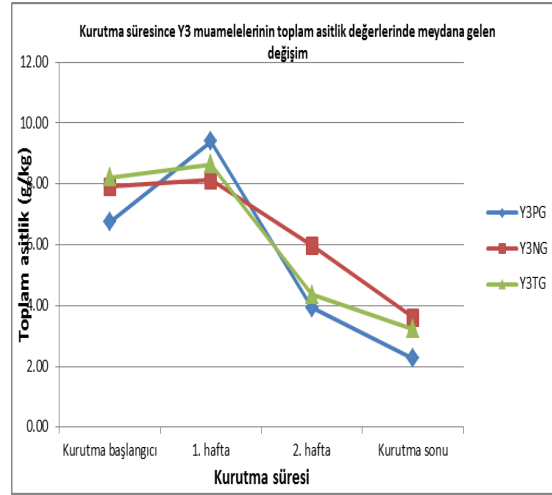
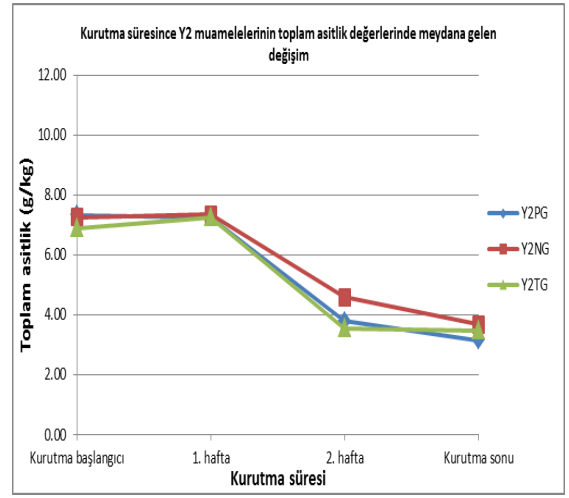
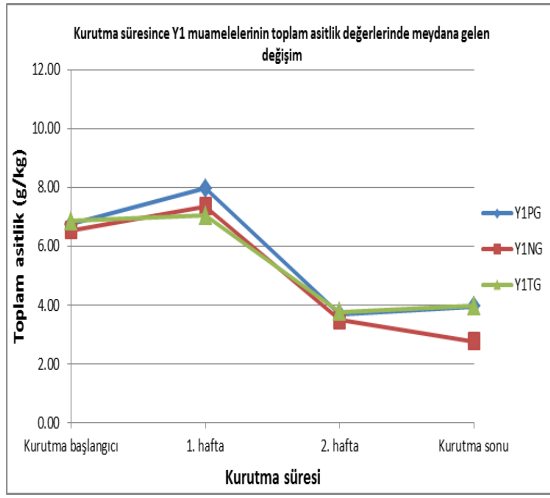
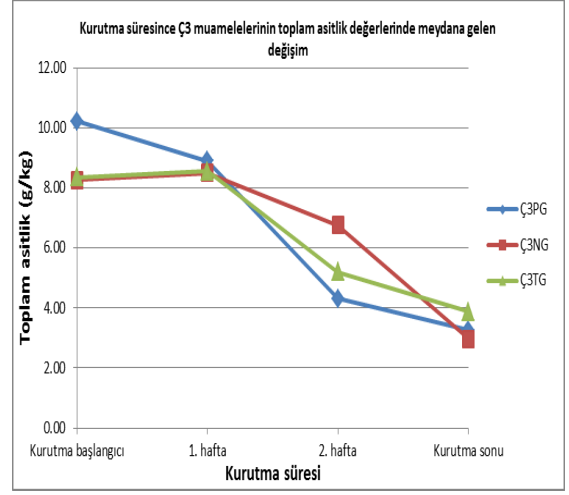
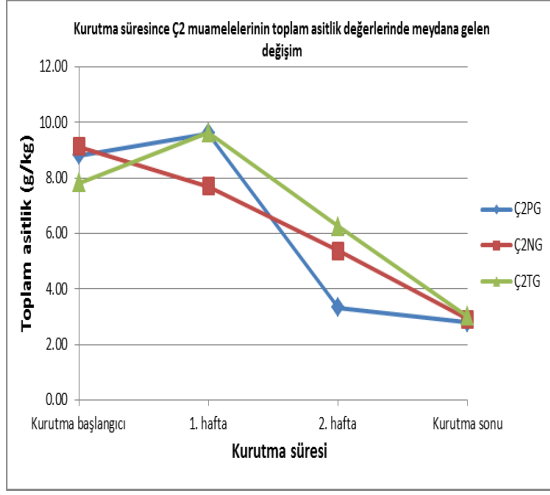
Tablo 3. 36. Kurutma süresince muamelelerin toplam organik asit içeriklerinde meydana gelen değişim

| Kurutma süresi | Y1PG | | | | Y1NG | | | | Y1TG | | | |
|---------------------------|---------------|---------------|---------------|-----------------------------|---------------|---------------|---------------|-----------------------------|---------------|---------------|---------------|-----------------------------|
| | S.A (g/kg) | M.A (g/kg) | T.A (g/kg) | Toplam Asitlik (g/kg) | S.A (g/kg) | M.A (g/kg) | T.A (g/kg) | Toplam Asitlik (g/kg) | S.A (g/kg) | M.A (g/kg) | T.A (g/kg) | Toplam Asitlik (g/kg) |
| Kurutma başlangıcı | 0.609 | 2.50 | 3.65 | 6.76 | 0.469 | 2.02 | 4.06 | 6.54 | 0.362 | 2.12 | 4.39 | 6.87 |
| 1. hafta | 0.342 | 2.65 | 4.98 | 7.97 | 0.382 | 2.33 | 4.66 | 7.37 | 0.336 | 2.14 | 4.58 | 7.05 |
| 2. hafta | 0.229 | 1.11 | 2.36 | 3.70 | 0.288 | 1.13 | 2.08 | 3.49 | 0.279 | 1.19 | 2.30 | 3.76 |
| Kurutma sonu | 0.265 | 1.28 | 2.42 | 3.97 | 0.304 | 1.04 | 1.44 | 2.78 | 0.359 | 1.26 | 2.36 | 3.98 |

| Kurutma süresi | Y2PG | | | | Y2NG | | | | Y2TG | | | |
|---------------------------|---------------|---------------|---------------|-----------------------------|---------------|---------------|---------------|-----------------------------|---------------|---------------|---------------|-----------------------------|
| | S.A (g/kg) | M.A (g/kg) | T.A (g/kg) | Toplam Asitlik (g/kg) | S.A (g/kg) | M.A (g/kg) | T.A (g/kg) | Toplam Asitlik (g/kg) | S.A (g/kg) | M.A (g/kg) | T.A (g/kg) | Toplam Asitlik (g/kg) |
| Kurutma başlangıcı | 0.505 | 2.18 | 4.64 | 7.32 | 0.527 | 2.2375 | 4.485 | 7.25 | 0.427 | 2.35 | 4.12 | 6.89 |
| 1. hafta | 0.424 | 2.29 | 4.54 | 7.25 | 0.51 | 2.62 | 4.22 | 7.35 | 0.437 | 2.42 | 4.41 | 7.26 |
| 2. hafta | 0.296 | 1.23 | 2.26 | 3.79 | 0.454 | 1.335 | 2.8 | 4.59 | 0.297 | 1.16 | 2.10 | 3.55 |
| Kurutma sonu | 0.305 | 1.14 | 1.71 | 3.15 | 0.424 | 1.24 | 2.02 | 3.68 | 0.305 | 1.21 | 1.96 | 3.47 |

| Kurutma süresi | Y3PG | | | | Y3NG | | | | Y3TG | | | |
|---------------------------|---------------|---------------|---------------|-----------------------------|---------------|---------------|---------------|-----------------------------|---------------|---------------|---------------|-----------------------------|
| | S.A (g/kg) | M.A (g/kg) | T.A (g/kg) | Toplam Asitlik (g/kg) | S.A (g/kg) | M.A (g/kg) | T.A (g/kg) | Toplam Asitlik (g/kg) | S.A (g/kg) | M.A (g/kg) | T.A (g/kg) | Toplam Asitlik (g/kg) |
| Kurutma başlangıcı | 0.380 | 1.50 | 4.87 | 6.75 | 0.424 | 1.81 | 5.68 | 7.92 | 0.208 | 1.36 | 6.64 | 8.21 |
| 1. hafta | 0.462 | 2.38 | 6.56 | 9.40 | 0.367 | 1.87 | 5.89 | 8.12 | 0.329 | 2.03 | 6.28 | 8.64 |
| 2. hafta | 0.279 | 1.18 | 2.48 | 3.93 | 0.323 | 1.46 | 4.20 | 5.98 | 0.324 | 1.27 | 2.77 | 4.36 |
| Kurutma sonu | 0.116 | 0.92 | 1.22 | 2.26 | 0.309 | 1.19 | 2.12 | 3.61 | 0.138 | 1.02 | 2.08 | 3.24 |

S.A: Sitrik asit, M.A: Malik asit, T.A: Tartarik asit



Şekil. 3. 16. Kurutma süresince muamelelerin toplam asitlik değerlerinde meydana gelen değişim

Muamelelerde kurumaya bağı olarak meydana gelen organik asit deęişiminin istatistiksel analizleri, toplam asitlik üzerinden yapılmıř ve Tablo 3.37' de ifade edilmiřtir.

Tablo 3. 37. Kurutma periyodu süresince örneklerde gözlenen toplam organik asit deęişimi (g kg⁻¹)

| Örnek Kodu | Kurutma Başlangıcı | Toplam Küf Yüğü | | Kurutma sonu | †Grup İçi Ortalama±SS |
|---------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| | | 1. hafta | 2. hafta | | |
| Ç2PG | 8,82 ^{45b} | 9,62 ^{7c} | 3,32 ^{1a} | 2,78 ^{2a} | 6,13 ^a ±3,258 |
| Ç2NG | 9,13 ^{5d} | 7,69 ^{12c} | 5,36 ^{567b} | 2,90 ^{2a} | 6,27 ^a ±2,506 |
| Ç2TG | 7,82 ^{23c} | 9,62 ^{7d} | 6,24 ^{78b} | 3,00 ^{23a} | 6,67 ^a ±2,257 |
| Ç3PG | 10,23 ^{6d} | 8,90 ^{56c} | 4,32 ^{234b} | 3,26 ^{2345a} | 6,67 ^a ±3,095 |
| Ç3NG | 8,27 ^{34c} | 8,51 ^{45c} | 6,76 ^{8b} | 2,97 ^{23a} | 6,63 ^a ±2,356 |
| Ç3TG | 8,36 ^{34c} | 8,56 ^{45c} | 5,21 ^{456b} | 3,88 ^{6a} | 6,50 ^a ±2,106 |
| Y1PG | 6,76 ^{1b} | 7,97 ^{234c} | 3,70 ^{123a} | 3,97 ^{6a} | 5,60 ^a ±1,922 |
| Y1NG | 6,54 ^{1b} | 7,37 ^{12b} | 3,49 ^{12a} | 2,78 ^{2a} | 5,05 ^a ±2,080 |
| Y1TG | 6,87 ^{1b} | 7,05 ^{1b} | 3,76 ^{123a} | 3,98 ^{6a} | 5,42 ^a ±1,638 |
| Y2PG | 7,32 ^{12c} | 7,25 ^{1c} | 3,79 ^{123b} | 3,15 ^{234a} | 5,38 ^a ±2,028 |
| Y2NG | 7,25 ^{12b} | 7,35 ^{12b} | 4,59 ^{345a} | 3,68 ^{56a} | 5,72 ^a ±1,735 |
| Y2TG | 6,89 ^{1b} | 7,26 ^{1b} | 3,55 ^{12a} | 3,47 ^{3456a} | 5,30 ^a ±1,877 |
| Y3PG | 6,75 ^{1c} | 9,40 ^{67d} | 3,93 ^{123b} | 2,26 ^{1a} | 5,59 ^a ±2,894 |
| Y3NG | 7,92 ^{23c} | 8,12 ^{34c} | 5,98 ^{678b} | 3,61 ^{456a} | 6,41 ^a ±1,919 |
| Y3TG | 8,21 ^{34c} | 8,64 ^{45c} | 4,36 ^{234b} | 3,24 ^{2345a} | 6,11 ^a ±2,471 |
| ‡Gruplararası Ortalama±SS | 7,81 ^b ±1,085 | 8,22 ^a ±0,927 | 4,56 ^c ±1,151 | 3,27 ^d ±0,540 | |

Farklı harfler (a,b,c) her bir muamelenin zamana bağı olarak istatistiksel farklılıđını ve muamelelerde kurutma süresince meydana gelen ortalama deęişimler arasındaki farklılıđı, farklı rakamlar (1,2,3) ise her bir kurutma süresinde muameleler arası farklılıđı ifade etmektedir.

†Grup İçi Ortalama±SS: Her bir muamelede zamana bağı ortalama deęişimi±Standart sapma (SS) deęerlerini ifade etmektedir.

‡Gruplararası Ortalama±SS: Her bir kurutma süresinde muamelelerin ortalama Toplam Asitlik ± Standart Sapma deęerini ifade etmektedir.

Tablo 3. 38. Toplam asitlik deęerlerine göre varyans analiz tablosu

| Varyasyon Kaynađı | Serbestli Derecesi | Kareler Toplamı | Kareler Ortalaması | F deęeri |
|-------------------|--------------------|-----------------|--------------------|----------|
| İřlem türü† (A) | 2 | 0,711 | 0,355 | 0,066 |
| Bađ orijini (B) | 4 | 42,963 | 10,741 | 2,048 |
| AxB | 8 | 8,642 | 1,080 | 0,196 |
| Zaman (C) | 3 | 799,816 | 266,605 | 291,941* |
| AxC | 6 | 22,091 | 3,682 | 4,485* |
| BxC | 12 | 33,340 | 2,778 | 5,266* |
| AxBxC | 24 | 33,405 | 1,392 | 8,533* |

†İřlem türü (A): Potasa çözeltisi uygulanmıř (P), Hiçbir iřlem görmeden kurutulmuř (N) ve Potasa çözeltisi uygulanmıř ve Toksikjenik küf sporu çözeltisi püskürtölmüř (T) örnekleri ifade etmektedir.

F deęerleri * ile iřaretli olan varyasyonlarda istatistiksel olarak fark belirlenmiřtir.

Analiz sonuçları incelendiğinde örneklerin tamamının asitlik değerlerinde zamana bağlı olarak önemli düzeyde azalma gözlenmiştir ($p<0,05$). Kurutma işlemi sonunda en düşük asitlik değeri Y3PG örneklerinde tespit edilir iken, en yüksek asitlik değerleri ise Ç3TG ve Y1PG örnekleri için belirlenmiştir. Örneklerin başlangıç ortalama asitlik değeri $7,81\pm 1,085$ g/kg ‘ dan kurutma süresince azalarak $3,27\pm 0,540$ değerine ulaşmıştır. Muamelelerde kurutma süresince pH değerindeki artış ile organik asit değerlerindeki azalma birbirlerine paralellik göstermektedir. Yani, kurutma süresince kurumaya bağlı olarak örneklerin pH değerlerinde artma, buna karşın organik asit değerlerinde ise azalma gözlenmiştir. Her bir muamele için ortalama organik asit değişimleri (Grup içi ort.) arasında istatistiksel olarak fark tespit edilememiş iken ($p>0,05$), zamana bağlı olarak gruplar arası asitlik değişim ortalamaları önemli derece farklı bulunmuştur ($p<0,05$).

Tablo 3.38’ de üzümlere uygulanan kurutma işlemine göre muamelelerin varyans analiz tablosu verilmiştir. Kurutma süresince muamelelerde meydana gelen organik asit değişimine bağ orijininin ve muamelelere uygulanan işlem türünün etkisinin önemli olmadığı, ancak zamanın önemli derecede etkisinin olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Ayrıca, işlem türü ile bağ orijininin ($A\times B$) örneklerin toplam asitlik değişimine ortak etkisi de önemsiz bulunmuştur. Ancak, bağ orijini ile zamanın ($B\times C$) ve işlem türü ile kurutma zamanının ($A\times C$) ortak etkilerinin istatistiksel olarak önemli olduğu belirlenmiştir ($p<0,05$). Son olarak, işlem türü, bağ orijini ve kurutma zamanının ($A\times B\times C$) toplam asitlik derecesi üzerindeki ortak etkileri ise istatistiksel olarak önem arz etmektedir ($p<0,05$).

Üzümlerdeki önemli organik asitler tartarik ve malik asit olup, toplam asitliğin % 90’ından fazlasını oluştururlar. Sitrik asit de üzümlerde en fazla bulunan 3. organik asit olup, toplam asitliğin %5-10’unu oluşturmaktadır (Buhurcu, 2004). Bu durum göz önünde bulundurularak, muamelelerin kurutma süresince organik asit değişimleri üç asit yönünden de incelenmiştir. Kurutma süresince incelenen tüm asit çeşitleri, uygulanan işlem türünden bağımsız olarak, hemen hemen aynı oranlarda azalmıştır. Üzüm çeşitlerinin organik asit profili ile ilgili yapılan çalışmaların çoğu taze şaraplık üzüm çeşitlerini temel alarak gerçekleştirilmiştir. Bununla birlikte “Sultani” çeşidi kuru üzümlerin kurutma süresince organik asit profilindeki değişim ile ilgili literatürde bir bilgiye rastlanmamıştır.

Soyer et al. (2003) tarafından yapılan bir çalışmada 11 farklı taze üzüm çeşidinin organik asit profili çıkarılmış, Sultani üzüm çeşidi için ortalama sitrik, malik ve tartarik asit içerikleri sırasıyla 76 mg/L, 1,43 g/L ve 5,11 g/L olarak belirlemişler, toplam asitlik değerinin ise ortalama 6,61 g/L olduğunu bildirmişlerdir. Araştırmada muamelelerin başlangıç değerleri bu değerlerle kıyaslandığında, malik ve tartarik asit değerlerinin bu değerlere yakın olduğu, ancak sitrik asit değerinin oldukça yüksek olduğu belirlenmiştir. Bununla birlikte çeşit, yetiştirme koşulları, ekoloji gibi faktörler organik asit miktarlarında bazı farklılıkların ortaya çıkmasına neden olabilmektedir. Nitekim, organik asitlerin dağılım ve miktarlarının bitki tür ve çeşidinin yanısıra, bitkinin yetiştiği coğrafi konum, iklim, kültürel uygulamalar ve olgunluk derecesi gibi faktörlerin bu farklılıklar üzerinde etkili oldukları bilinmektedir (Buhurcu, 2004). Bu bağlamda, üzümlerin organik asit içeriğindeki farklılıkların yukarıda bahsi geçen faktörlerden etkilendiği söylenebilir.

Chkaiban et al. (2007) tarafından yapılan bir çalışmada, Gewürztraminer çeşidi şaraplık üzüm çeşidinin kurutulması sonucunda toplam organik asit değişimi incelenmiş ve toplam asitlik değeri kurutma süresince azalarak 6,0 g/L' den 3,5 g/L değerlerine ulaşmıştır. Araştırmada elde ettiğimiz bulgular da kurutma sürecinde organik asit miktarında azalma olduğunu göstermekte olup bu sonucu destekler niteliktedir.

3.2.9. Kuru ve yaş üzümde OTA içeriğinin belirlenmesi

Kurutma işlemi süresince 15 adet kurutma denemesinin 5 adedi okratoksijenik *A. carbonarius* türü küf bulaştırılmış olarak kodlanmış (Ç2TG, Ç3TG, Y1TG, Y2TG ve Y3TG) ve kurutma işleminin ilk haftasında 2 günde bir olmak üzere küf sporu bulaştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu işlem, steril bir püskürtücü yardımıyla küf sporu püskürtülen muamelelerde *A. carbonarius* küf türünün ortama hakim olması beklentisi ile yapılmış, böylelikle yüksek miktarda OTA ürettiği bilinen bu küf türünün ortama hakim olarak, kurutulmuş üründe diğer muamelelere göre OTA miktarında bir artış olabileceği öngörülmüştür. Tüm muamelelerde kurutma sürecinin 1., 7., 17. ve kurutma işlemi süren- natürel olarak kurutlan- muamelelerden 23. günde örnekler alınarak OTA ekstraksiyon işlemi gerçekleştirildikten sonra HPLC’ de OTA miktarları belirlenmiştir.

Araştırma bulgularına göre;

- Kurutma periyodunun ilk iki haftasında örneklerin hiçbirisinde OTA varlığına rastlanmamıştır. Ancak kurutma işleminin sonuna doğru yalnızca 2 örnekte çok düşük düzeyde OTA’ ya rastlanmıştır.
- Kurutma aşamasının 3. haftasından itibaren yalnızca Ç2PG ve Y3TG örneklerinde sırasıyla $0,32 \pm 0,000$ ve $0,52 \pm 0,36$ ppb düzeylerinde OTA tespit edilmiştir. Diğer örneklerin hiçbirinde OTA’ ya rastlanmamıştır.

Örneklerden hiçbirinin OTA içeriğinin “Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkında Tebliğ” de yer alan ve aynı zamanda Avrupa Birliği Commission Regulation (EU) No 1881/2006 nolu komisyon kararında belirtilen “Kurutulmuş asma meyveleri (kuşüzümü, kuru üzüm ve çekirdeksiz üzüm dahil)” için belirlenen $10 \mu\text{g}/\text{kg}$ maksimum limit değerini geçmediği belirlenmiştir (Anonymous, 2006; Anonim, 2012). Kuru üzümün doğal florasında bulunan düşük düzeyde OTA üreten türlerin bu sonucu doğruduğu düşünülmektedir. Yüksek OTA üretim kapasitesine sahip olan *A. carbonarius*’ un doğal üzüm florasına- dışardan inoküle edilmiş olmasına rağmen- yerleşememiş olduğu ve dolayısıyla da örneklerin OTA içeriklerinde etkisinin olmadığı tahmin edilmektedir.

3.2.10. Depolama aşamasının OTA üretimine etkisi

Kurutulan örnekler toplandıktan sonra 6 ay süre ile polietilen torbalar içerisinde oda sıcaklığında depolanmış ve depolama süresi sonunda OTA miktarları belirlenmiştir. Depolama süresi sonunda muamelelerde meydana gelen OTA miktarındaki değişim Tablo 3.39 da verilmiştir.

Tablo 3. 39. Örneklerin 6 ay depolama süresi sonunda OTA miktarları

| Tespit Edildiği Muamele | Depolama başlangıcında miktar (ppb) | Depolama Sonunda Ortalama Miktar (ppb)±SS* |
|-------------------------|-------------------------------------|--|
| Ç2PG | 0,32±0,000 | 0,349±0,021 |
| Ç2TG | - | 0,106±0.002 |
| Ç3TG | - | 0,241±0.016 |
| Y3TG | 0,52±0,036 | 0,251±0,017 |

-: OTA tespit edilmemiş

SS*: Standart sapma

6 ay oda sıcaklığında depolama sonucunda Ç2PG, Ç2TG, Ç3TG Y3TG olmak üzere 3 örneğin OTA içeriğinde artış, Y3TG örneğinin OTA içeriğinde ise azalma meydana geldiği tespit edilmiştir. Örneklerde tespit edilen OTA miktarı 0,106±0,0002 ile 0,349±0,021 ppb arasında olup, hiçbirinin OTA içeriğinin “Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkında Tebliğ” de yer alan ve aynı zamanda Avrupa Birliği Commission Regulation (EU) No 1881/2006 nolu komisyon kararında belirtilen “Kurutulmuş asma meyveleri (kuşüzümü, kuru üzüm ve çekirdeksiz üzüm dahil)” için belirlenen 10 µg/kg maksimum limit değerini geçmediği belirlenmiştir (Anonymous, 2006; Anonim, 2012).

Kapetanakau et al. (2009) tarafından yapılan bir çalışmada, Corinth çeşidi çekirdeksiz kuru üzüm rehidre edilerek aw değeri 0,81 ve 0,84 değerine ayarlanmış ve okratoksijenik *A. carbonarius* ve *A. ochraceus* suşları ile 10⁵- 10⁶ spor/ ml olacak şekilde hazırlanan spor solüsyonu ile inokule edilerek 36 gün boyunca *in vitro* olarak depolanmışlardır.

Depolama sürecinin 24. gününe kadar rehidre üzümün OTA miktarları 0,81 aw için maksimum 0,35 ve 0,84 aw için ise yaklaşık 0,5 ppb düzeylerine kadar artış göstermiş, 24- 36. günler arasında ise OTA dekompoze olmuş ve üzümdeki miktarları 0,2- 0,35 seviyelerine düşmüştür.

Araştırmacılar inokule kuru üzümde gözlenen bu düşüşü üzümün yüzeyinde bulunan mikrobiyal floraya bağlamışlardır. Ayrıca aynı denemeyi farklı pH değerlerine ayarlanmış MEA ile yapmışlar ve pH derecesinin *A. carbonarius*' un OTA üretim kapasitesini etkilemediğini, ancak ortam pH derecesinin değişiminin *A. ochraceus*' un OTA üretim kapasitesini önemli derecede etkilediğini belirlemişlerdir.

Bizim araştırmamızda örnekler 6 ay süresince oda sıcaklığında depolanmışlar ve örneklerin OTA içeriklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Örneklerin hiçbirinden, bazı örnekler dışarıdan inokülasyon yapılmasına rağmen, *A. carbonarius* izole edilememiştir ve bunun sonucunda da OTA miktarlarında kayda değer bir değişim olmamıştır. Yalnızca Ç3TG örneğinde kurutma sonunda OTA belirlenememiş, ancak depolama aşamasında 0,241 ppb düzeyinde OTA' ya rastlanmıştır. Bununla birlikte örneklerin küf yükü ve SA yükü değerleri incelendiğinde bu örnekte SA cinsi küf türlerinin de tespit edilemediği görülmektedir. Ancak, bu örnekte diğer bir okratoksijenik tür olan *P. verrucosum var. ochraceum* izole edilmiştir. Dolayısıyla bu küf türünün depolama aşamasında OTA üretmiş olabileceği düşünülmektedir.

Y3T örneğinin OTA içeriği depolama aşamasında azalmıştır. Bu sonuç Kapetanakau et al. (2009)' un bulgularıyla örtüşmektedir. OTA miktarındaki azalmanın doğal mikroflorada bulunan küf veya mayalar tarafından gerçekleştirilmiş olabileceği düşünülmektedir. Ancak bununla ilgili gelecekte yapılacak olan kapsamlı çalışmalar bu sonucu destekleyebilecektir.

3.3. 2010 ve 2011 Hasat Yıllarında Tespit Edilen Küf Türlerinin OTA Üretim Kapasitesinin Belirlenmesi

2010 hasat yılı kuru üzümünden elde edilen *Aspergillus* sınıfına ait küf türlerinin üzüm suyu temelli agarda (ÜS50) belirlenen OTA üretim kapasiteleri Tablo 3.5' de verilmiştir. Çalışmada SA olarak bilinen *A. niger* ve SA dışındaki *Aspergillus* türleri de OTA üretim kapasitesi açısından değerlendirilmeye tabi tutulmuşlardır.

Gerek yaş gerekse de kuru üzümlerden izole edilen *Aspergillus* türleri için, izolatlardan % kaçının OTA üretebildiğine dair literatürlerde birçok çalışma mevcuttur. Bu çalışmaların çoğu Czapek Yeast Agar gibi sentetik besiyerleri kullanılarak gerçekleştirilmiş çalışmalardır.

Bu çalışmada, seçilen küf türlerinin gerçek üzüm ortamında ne kadar OTA üretebildiğini belirlemek amacı ile üzüm suyu kullanılarak hazırlanmış olan besiyeri kullanılmıştır. Literatürde *A. niger* grubu küf türleri izolatlarının %0,6 ile %28' inin OTA üretim kapasitesine sahip olduğu belirtilmektedir (Magnoli et al., 2004; Ponsone et al., 2007; Fredj et al., 2009; Gasgari et al., 2011). Bu çalışmada, kuru üzümlerden izole edilen SA türlerinin %22,7' sinin 0,683-441,83 ng/g ÜS50 agar düzeyinde OTA üretebildikleri belirlenmiştir. Bu bulgular Magnoli et al. (2004) ve Ponsone et al. (2007) tarafından belirlenen bulgularla örtüşmektedir.

Kuru üzümlerden izole edilen *A. aculeatus* izolatlarının %16,7' sinin 975,46±9,294 ng/g ÜS50 agarda OTA üretebildiği tespit edilmiştir. Arjantin bağlarından izole edilen *Aspergillus* türlerinin OTA üretim kapasitesini araştıran iki çalışmada bu küf türünü izolatlarının sırasıyla %44,4 ve %50' sinin OTA üretebildiği rapor edilmiştir (Magnoli et al., 2004; Perrone et al., 2007). Araştırmada elde edilen bulgular, araştırmacıların bulgularıyla örtüşmektedir. Bununla birlikte, Perrone et al. (2006) tarafından İtalya' daki bağlardan izole edilen *A. aculeatus* izolatlarının OTA üretmediği bildirilmiştir.

Tablo 3. 40. 2010 Hasat yılı kuru üzümlelerinden izole edilen *Aspergillus* türlerinin OTA üretim kapasiteleri

| Türler | Pozitif suş* | Aralık (ng/g ÜS50 agar)† | Ortalama (ng/g ÜS50 agar)±SS‡ |
|---|--------------|--------------------------|-------------------------------|
| <i>A. niger</i> | 16/256 | 0.50-1.00 | 0.683±0.1170 |
| | 7/256 | 1.00-1.50 | 1.156±0.216 |
| | 8/256 | 2.00-4.00 | 3.106±0.911 |
| | 13/256 | 9.00-11.00 | 9.711±0.828 |
| | 1/256 | 18.18 | 18.18±0.087 |
| | 1/256 | 91.45 | 91.45±28.533 |
| | 7/256 | 251.43 | 251.43±68.396 |
| | 1/256 | 390.61 | 390.61±72.221 |
| | 3/256 | 350-500 | 441.83±100.554 |
| <i>A. aculeatus</i> | 3/18 | 900-1000 | 975.46±9.294 |
| <i>A. ornatus</i> | 2/5 | 5.43 | 5.43±1.672 |
| <i>A. heteromorphus</i> | 1/4 | 3.70 | 3.70±0.504 |
| <i>A. citrisporus</i> | 1/5 | 3.32 | 3.32±0.933 |
| <i>A. ochraceus</i> | 1/1 | 3.13 | 3.13±0.661 |
| <i>A. carneus</i> | 1/7 | 10.45 | 10.45±1.914 |
| <i>A. flavus</i> var. <i>columnaris</i> | 1/1 | 0.90 | 0.90±0.000 |
| <i>A. flavus</i> | 1/4 | 4.69 | 4.69±2.78 |

Tespit limiti, 0.5 ng/g

*: Pozitif suş adedi vs. Toplam suş adedi

†: En düşük ve en yüksek OTA üretim miktarı

‡: Ortalama OTA üretim miktarı ± Standart Sapma

A. niger ve *A. aculeatus* dışındaki diğer *Aspergillus* türleri de OTA üretebilmektedirler ancak bunların üzüm ortamında OTA üretim kapasiteleri *A. niger* ve *A. aculeatus*' a göre oldukça düşük kalmıştır. 2011 Hasat yılında ise Denizli ili Çal ilçesinden 3 ve Buldan ilçesinden 2 bağdan 2011 Eylül ayında örnekler alınarak kurutma işlemi gerçekleştirilmiştir. Kurutma işlemi esnasında ekimler yapılmış ve ekim sonucu belirlenen küfler izole edilerek MEA içeren yatık agarlara alınmıştır. Tespit edilen küflerin OTA üretim kapasitelerinin gerçek ortama yakın koşullarda belirlenmesi amacı ile %50 üzüm suyundan (ÜS50) hazırlanan agarlı ortamda belirlenmiştir. Buna göre 2011 Eylül ayında hasat edilen taze üzümlelerin bir kısmı ayrılarak -18 °C' de muhafaza edilmiştir. Üzümlelerden elde edilen küflerin tanımlamaları yapıldıktan sonra derin dondurucuda muhafaza edilen bu taze üzümleler agar hazırlama işleminde kullanılmışlardır. ÜS50 agarlı ortamın hazırlanma aşamaları Bölüm 2.7' de ayrıntılı olarak ifade edilmiştir.

2011 Hasat yılına ait küflerin OTA üretim kapasiteleri ise Tablo 3.41' de verilmiştir. OTA analizinde kullanılan standart kromatogramlar EK-1' de ve Küflerin OTA üretimini belirten kromatogram ise EK-2' de yer almaktadır.

2010 hasat yılında tespit edilen türlere ek olarak 2011 hasat yılında 3 adedi aynı olmak üzere toplam 15 adet küf türü izole edilmiştir. Örneklerin kurutma sürecinde farklı küf türlerinin tespiti amacıyla 86 adet izolat alınmış, izolatların %80,52' sinin *A. niger*, %1,12' sinin *A. fumigatus*, %1,12' sinin *A. flavipes*, %1,12' sinin *P. vulpinum*, %1,12' sinin *P. variotii*, %1,12' sinin *P. humuli*, %1,12' sinin *P. godlewski*, %3,49' unun *P. botryosum*, %2,32' sinin *P. verrucosum var. ochraceum*, %1,12' sinin *P. fagi*, %3,49' unun *P. echinilatum*, %5,81' inin *P. farinosum*, %1,12' sinin *Trichoderma viride* ve %3,49' unun ise *Cladosporium cladosporides* türlerine ait olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca tabloda ifade edilen ve kurutma işleminde örneklere bulaştırılan *Aspergillus carbonarius*' un ÜS50 Agarda üretmiş olduğu OTA miktarının da $1316,227 \pm 511,94$ ng/g ÜS50 agar, yani $1,316 \mu\text{g/g}$ ÜS50 agar olduğu tespit edilmiştir. Kurutma aşamasında okratoksijenik küf türlerinin izole edildikleri örnekler Tablo 3.42' de verilmiştir.

Tablo 3. 41. 2011 Hasat yılı üzümlelerinden izole edilen küf türlerinin OTA üretim kapasiteleri

| Türler | Pozitif suş* | Aralık (ng/g ÜS50 agar)† | Ortalama (ng/g ÜS50 agar)±SD‡ |
|---|--------------|--------------------------|-------------------------------|
| <i>A. niger</i> | 28/69 | 0-LOD | 0-LOD |
| | 25/69 | LOD-0,5 | 0,225±0,151 |
| | 7/69 | 0,5-1,0 | 0,639±0,111 |
| | 3/69 | 2,0-5,0 | 2,28±0,020 |
| | 1/69 | 5-15,0 | 13,00±1,602 |
| | 1/69 | 15-50 | 45,44±18,78 |
| | 1/69 | 15-100 | 87,58±16,892 |
| | 3/69 | 100-1000 | 809,703±9,192 |
| <i>A. fumigatus</i> | 0/1 | - | - |
| <i>A. flavipes</i> | 1/1 | 8,94-10,020 | 9,48±0,766 |
| <i>P. vulpinum</i> | 0/1 | - | - |
| <i>P. variotii</i> | 0/1 | - | - |
| <i>P. humuli</i> | 0/1 | - | - |
| <i>P. godlewski</i> (syn. <i>P. jensenii</i>) | 1/1 | 10,977-12,927 | 11,95±1,379 |
| <i>P. botryosum</i> (syn. <i>P. citrinum</i>) | 1/3 | 0,595 | 0,595±000 |
| <i>P. verrucosum</i> var. <i>ochraceum</i> | 1/2 | 0,753 | 0,753±000 |
| <i>P.fagi</i> | 0/1 | - | - |
| <i>P. echinilatam</i> | 0/3 | - | - |
| <i>P. verrucosum</i> | 0/3 | - | - |
| <i>P. farinosum</i> | 0/5 | - | - |
| <i>Trichoderma viride</i> | 0/1 | - | - |
| <i>Cladosporium cladosporides</i> | 0/3 | - | - |
| KÜF SPORU BULAŞTIRMA İŞLEMİNDE KULLANILAN <i>A. carbonarius</i>' un ÜS50 AGARDA OTA ÜRETİM KAPASİTESİ (µg/g) | | | |
| <i>A. carbonarius</i> | 1/1 | 1000-1500 | 1,316 ±0,51194 |

-: Tespit edilemedi.

LOD: Tespit limiti

*: Pozitif suş adedi vs. Toplam suş adedi

†: En düşük ve en yüksek OTA üretim miktarı

‡: Ortalama OTA üretim miktarı ± Standart Sapma

Tablo 3. 42. Kurutma aşamasında okratoksijenik küf türlerinin izole edildikleri örnekler.

| Okratoksijenik türler | İzole edildiği örnek |
|--|--|
| <i>A. niger</i> | Ç2PG,Ç2NG, Ç2TG, Ç3PG, Ç3NG, Ç3TG, Y1PG, Y1NG, Y1TG, Y2PG,Y2NG,Y2TG,Y3PG,Y3NG,Y3TG |
| <i>P. godlewski</i> (<i>syn. P. jensenii</i>) | Y2PG |
| <i>P. botryosum</i> (<i>syn. P. citrinum</i>) | Ç3PG, Y1PG |
| <i>P. verrucosum var. ochraceum</i> | Y3TG, Ç3TG |

Bir çok ülkeden pek çok araştırmacı *A. niger* ve *A. carbonarius*' un üzüm ve üzüm ürünlerinde okratoksijenik türler olduğunu bildirmiştir (Luchetta et al., 2010; Pateraki et. al., 2007; Magnoli et. al., 2004; Fredj et al., 2009; Lasram et al., 2012). Bununla birlikte üzüm örneklerinin kurutma aşamasında izole edilen *P. godlewski* ve *P. verrucosum*' un OTA üreticisi olduğunu bildiren kaynaklar mevcuttur (Nizamlioğlu ve Çon, 2010; Hackbart et al., 2012). Dolayısıyla elde ettiğimiz bulgular araştırmacıların bulgularıyla örtüşmektedir.

4. SONUÇ

Gıda maddelerinde üreyebilen, bu yolla günlük yaşantıda çok sık temasın söz konusu olabildiği küfler ve özellikle bunların oluşturdukları toksik metabolitler üzerinde önemle durulan bir araştırma konusudur. Bu toksinler günümüzde halk sağlığını tehdit etmenin yanı sıra ekonomide de ciddi kayıplara neden olmaktadır. Küfler yalnızca insan sağlığı ve endüstriyel anlamda önem arz etmemekte, ayrıca üretmiş oldukları metabolitler nedeniyle de tarımsal ürünlerin ekonomik değerlerini de etkilemektedirler. Kuru üzüm çeşitleri genellikle sağlıklı gıdalar olarak bilinmekte, tek başına tüketilebildiği gibi kek, bisküvi gibi gıda maddelerinde ingrediye olarak yer almaktadır. Bu çalışmada, Ege Bölgesinin önemli üzüm yetiştiricilerinden biri olan Denizli’ de yetiştirilen üzümlerin küf florasının belirlenmesi ve OTA oluşturduğu bilinen bir küf türü ile bulaşık üzümlerin geleneksel metotlarla kurutulması sonucu bölge üzümlerinin kontaminasyon toleransının ortaya konulması amaçlanmıştır. Araştırma süresince, 2010 ve 2011 hasat yıllarında Denizli ili Bekilli, Buldan, Honaz ve Çal ilçelerinden toplam 25 bağ, küf florası ve OTA içerikleri açısından incelenmiştir. Araştırma süresince kuru üzüm numunelerinin toplanması için yaklaşık 2000 km yolculuk yapılmıştır. 2010 hasat yılı için araştırma sonuçları şu şekilde özetlenebilir;

- Araştırmanın sonunda toplam 21 küf türü izole edilmiş ve izolasyonu yapılanların arasında, *A. niger*, *A. ochraceus* gibi okratoksijenik küf türleri olduğu görülmüştür. Bu sonuç bölgede okratoksijenik türlerin varlığını kanıtlamıştır.
- Kuru üzümlerde dominant küf türü *A. niger*’ dir.
- *A. ornatus*, *P. humuli* ve *P. citreovirens* ilk defa Denizli bölgesi üzümleri için tanımlanan küf türleridir.
- Bununla birlikte, gerek 2010 hasat yılı, gerekse de 2011 hasat yılı yaş ve kuru üzümlerinde en kuvvetli okratoksijenik tür olan *A. carbonarius*’ a rastlanmamıştır. Bu küf türüne rastlanmaması her ne kadar bölge açısından umut verici olsa bile, örneklem büyüklüğü artırılarak bölge *A. carbonarius* varlığı açısından taranmalıdır.

- Daha sonra yapılacak moleküler biyolojik çalışmalar ile tespit edilen küf türlerinin genetik haritaları çıkarılmak suretiyle elde edilen bulgular teyit edilmelidir.
- Elde edilen küf türleri ileride yapılabilecek bilimsel çalışmalar için materyal olarak kullanılabilir.
- *A. niger* ve *A. aculeatus* türleri ÜS50 agarda en fazla OTA üreten küf türleri olmuştur.
- 2010 yılı kuru üzümü OTA içerikleri açısından incelenmiş, 20 örneğin 7 (%35) sinde OTA tespit edilmiştir. Numunelerden hiçbirinin OTA içeriğinin “Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkında Tebliğ” de yer alan ve aynı zamanda Avrupa Birliği Commission Regulation (EU) No 165/2010 nolu komisyon kararında belirtilen “Kurutulmuş asma meyveleri (kuşüzümü, kuru üzüm ve çekirdeksiz üzüm dahil)” için belirlenen 10 µg/kg maksimum limit değerini geçmediği belirlenmiştir.

2011 hasat yılında Bekilli ve Çal bölgesinden bağlar tedarik edilmiş ve bu bölgelerden toplam 5 bağdan üzüm hasadı gerçekleşmiştir. Üzümler hasattan 15 gün önce ve hasat esnasında küf yükleri açısından incelenmiştir. Ayrıca, üzüm hasat edildikten sonra, her bir bağın üzümü 3 bölüme ayrılarak, bir bölümüne potasa çözeltisi uygulanmış, bir bölümü hiçbir işlem görmeden natürel olarak kurutulmuş, diğer bölümü ise potasa çözeltisi uygulandıktan sonra kurutma işleminin 1 haftasında okratoksijenik *A. carbonarius* ile bulaştırılarak kurutulmuştur. Kurutma işlemi süresince muamelelerde pH, briks, toplam asitlik gibi kimyasal ve mikrobiyolojik analizler gerçekleştirilmiştir. 2011 hasat yılı sonuçları şu şekilde özetlenebilir;

- Hasat zamanının, üzümün bağdaki pozisyonunun, bağın ve bağın bulunduğu bölgenin üzümlerin küf yüklerini etkilediği görülmüştür.
- Hasat zamanı yaklaştıkça üzüm yüzeyinde küf yükü ve SA sayısı artmaktadır.
- Bağın bulunduğu bölgenin rakımı küf yükünü etkilemektedir.
- Salkım pozisyonu küf yükünü etkilemekte, güneş alan salkımların yüzey küf yükleri, gölgede kalanlara göre daha düşük olmaktadır.
- Üzümlerin kurutma süresince dışarıdan okratoksijenik küf türü bulaştırma işlemi beklenen sonucu vermemiştir. Üzümlerin mevcut florasının dışarıdan bulaştırma işlemine hassasiyet gösterdiği düşünülmektedir. Daha önce yapılan bazı

çalışmalar *A. niger*' in *A. carbonarius*' a göre daha agresif bir küf türü olduğunu belirtmektedir. Bu durum *A. carbonarius*' un örneklerdeki varlığını kısıtlamış olabilir.

- Kurutma süresince üzümlerin briks ve pH değerleri artmış, organik asit içerikleri ise azalmıştır.
- Kurutma periyodunun ilk iki haftasında örneklerin hiçbirisinde OTA varlığına rastlanmamıştır. Ancak kurutma işleminin sonuna doğru yalnızca 2 örnekte çok düşük düzeyde OTA ' ya rastlanmıştır.
- Muamelelerde SA tespit edilmesi, kuru üzümde mutlaka OTA tespit edilmesi anlamına gelmemektedir. Uygun şartlar olmadığı müddetçe küf türü okratoksijenik olsa bile, OTA üretmemektedir.

KAYNAKLAR

- Abdulkadar, A. H. W., Abdulla, A. A. A., Afrah, M. A., Jassim, H. A.,** 2004. Mycotoxins in Food Products Available in Qatar. *Food Control*, **15**, 543- 548.
- Abrunhosa L., Paterson R.R.M., Kozakiewicz Z., Lima N., Venancio A.,** 2001. Mycotoxin production from fungi isolated from grapes. *Letters in Applied Microbiology*. Vol. **32**, no. 4, 240-242.
- Akdeniz, B.,** 2011. Geleneksel usullerde Sultani çekirdeksiz üzüm çeşidinin kurutulması, *Gıda Teknolojileri Elektronik Dergisi*. Cilt. **6**, sayı.1, 13-22.
- Akova, Y.,** 2009. Kuru Üzüm, T. C. Başbakanlık Dış Ticaret Müsteşarlığı İhracatı Geliştirme Etüd Merkezi Sektör Raporu.
- Aksoy, U., Eltem, R., Meyvacı, K. B., Altındişli, A., Karabat, S.,** 2007. Five-year Survey of Ochratoxin A in Processed Sultanas From Turkey. *Food Additives and Contaminants*. Vol. 24, no. 3, 292- 296.
- Anonim,** 2009. Pamukkale Üniversitesi “Mikotoksinler” Dersi Doktora Ders Notları (basılmamış), 13s., Denizli.
- Anonim,** 2012: Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliği, <<http://www.resmigazete.gov.tr/eskiler/2011/12/20111229M3-8-1.pdf>> alındığı tarih 07. 12. 2013.
- Anonim,** 2013. 2012 Yılı çekirdeksiz kuru üzüm raporu, T.C. Gümrük ve Ticaret Bakanlığı Koopertifçilik Genel Müdürlüğü. <www.gtb.gov.tr> alındığı tarih 23.06.2013.
- Anonymous,** 2006. EC Comission of Regulation No: 1881/2006 setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs. <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/site/en/oj/2006/l_364/l_36420061220en00050024.pdf> alındığı tarih 16.10.2013.

- Anonymous.,** 1999. Survey of retail products for ochratoxin A. Joint Food Safety and Standard Group, London, Food Surveillance Information Sheet, No: 185.
- Anonymous.,** 2009. Science Base to Support the Antimicrobial Action of Raisins.<http://www.sunmaid.com/pdf/Sun_Maid_Antimicrobial_report_final.pdf> alındığı tarih 03.05.2013.
- Artık, N.,** 2007. Gıda Mikotoksinleri ve İnsan Sağlığı Açısından Önemi, T.C. Tarım ve Köyişleri Bakanlığı Yayın Dairesi Başkanlığı, Gıda Serisi No: **6**, Ankara, s9- 57.
- Arzani, K., Sherafaty, A.H., Koushesh-Saba, M.,** 2009. Harvest Date and Post Harvest Alkaline Treatment Effects on Quantity and Quality of Kashmar, Iran, Green Raisin. *Journal of Agriculture Science and Technology*, **11**, 449-457.
- Aşkun, T.,** 2002. Çekirdeksiz kuru üzümlerden okratoksijenik küflerin izolasyonu ve identifikasyonu ile bazı okratoksijenik türlerde okratoksin a oluşumunun zamana bağlı olarak değişiminin incelenmesi. Doktora tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Balıkesir, Türkiye, 210s.
- Aşkun, T., Eltem, R., Taşkın, E.,** 2007. Comparison of Rose-Bengal Chloramphenicol Agar and Dichloran Glycerol Agar (DG18) for Enumeration and Isolation of Moulds from Raisins. *Journal of Applied Biological Sciences*. Vol.1, no.2, 71–74.
- Baert, K., Meulenaer, B.D., Kasase, C., Huyghebaert, A., Ooghe, W., Devlieghere, F.,** 2007. Free and Bound Patulin in Cloudy Apple Juice. *Food Chemistry*,**100**, 1278- 1282.
- Bahabaad, G. A., Esmaili, M.,** 2012. Effects of Different Dipping Solutions and Storage Conditions on the Color Properties of Raisin. *American-Eurasian Journal of Agricultural & Environmental Sciences*, Vol. **12**, no. 10, 1311-1315.

- Bai, J-W., Sun, D-W., Xiao, H.W., Mujumdar, A.S., Gao, Z-J.,** 2013. Novel high-humidity hot air impingement blanching (HHAIB) pretreatment enhances drying kinetics and color attributes of seedless grapes. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, **20**, 230-237.
- Barkai- Golan, R.,** 2008a. *Aspergillus* Mycotoxins, In Mycotoxins in Fruits and Vegetables. Edited by Barkai- Golan, R., Paster, Academic Pres, UK, s115- 152.
- Barkai- Golan, R.,** 2008b. *Penicillium* Mycotoxins, Mycotoxins in Fruits and Vegetables (Barkai- Golan, R., Paster, N. Eds.), Academic Pres, UK, s153- 185.
- Barkai- Golan, R.,** 2008c. *Aspergillus* Mycotoxins, Mycotoxins in Fruits and Vegetables (Barkai- Golan, R., Paster, N. Eds.), Academic Pres, UK, pp. 153- 185.
- Battilani, P., Giorni, P., Pietri, A.,** 2003. Epidemiology of Toxin- Producing Fungi and Ochratoxin A Occurrence in Grape. *European Journal of Plant Pathology*, **109**, 715–722.
- Battilani, P., Magan, N., Logrieco, A.,** 2006. European Research on Ochratoxin A in Grapes and Wine. *International Journal of Food Microbiology*, **111**, 2- 4.
- Bircan, C.,** 2009. Incidence of Ochratoxin A in Dried Furits and Co- occurrence With Aflatoxins in Dried Figs. *Food and Chemical Toxicology*. Vol. **47**, no.8, 1996- 2001.
- Bokhari, F.M.,** 2007. Mycotoxins and Toxigenic Fungi in Arabic Coffee Beans in Saudi Arabia. *Advances in Biological Research*, **1**, 56-66.
- Breyden, W. L.,** 2007. Mycotoxins in The Food Chain: Human Health Implications, *Asia Pac. J. Clin. Nutr.* Vol.**16**, 95-101.
- Buhurcu, H.,** 2004. Bazı Şaraplık Üzüm Çeşitlerinde Farklı Gelişme Dönemlerinde Tanelerdeki Organik Asit Dağılımı. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi, Isparta, 42s.

- CAST**, 2003. Mycotoxins: Risks in Plant, Animal, and Human Systems. Council for Agricultural Science and Technology, Ames, Iowa, USA (Printed in the US), Task Force Report, ISSN 0194-4088; no: 39 (January, 2003).
- Cemeroğlu B, Özkan M.**, 2004. Kurutma Teknolojisi. Meyve ve Sebze İşleme Teknolojisi, Cilt II, B. Cemeroğlu (ed.), s. 479-618, Başkent Klişe Matbaacılık, Ankara.
- Cemeroğlu B, Özkan M.**, 2004. Kurutma Teknolojisi. Meyve ve Sebze İşleme Teknolojisi, Cilt I, B. Cemeroğlu (ed.), s. 479-618, Başkent Klişe Matbaacılık, Ankara.
- Chakiban, L., Bellincontro, A., De Santis, D., Kefalas, P., Mencarelli, F.**, 2007. Influence of postharvest water stress on lipoxygenase and alcohol dehydrogenase activities, and on the composition of some volatile compounds of Gewürztraminer grapes dehydrated under controlled and uncontrolled thermohygro-metric conditions. *Australian Journal of Grape and Wine Research*, **13**, 142–149.
- Christiensen, L.P.**, 2000. Raisin production manual. University of California Agriculture and Natural Resources Publications., pp. 228-235, California, 295p, USA.
- Chu, F. S.**, 2006. Mycotoxins and Alimentary Mycotoxicoses. In Foodborne Infections and Intoxications, Edited by H. P. Reiman, D. O. Cliver, Academic Press, 525 B Street, Suite 1900, San Diego, California 92101-4495, USA, 903p.
- Çelik, C.**, 2008. Adana’ da Bazı Marketlerde Satışa Sunulan Çekirdeksiz Kuru Üzümlerde Okratoksin A Varlığının HPLC Yöntemi ile Araştırılması., Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana, 55s.
- Delage, N., d’Harlingue, A., Ceccaldi, C. B., Bompeix, G.**, 2003. Occurance of Mycotoxins in Fruit Juices and Wine. *Food Control*, **14**, 225- 227.
- Desphande, S.S.**, 2002. Handbook of Food Toxicology, Marcel Dekker, Inc. 270 Madison Avenue, New York, NY, USA, pp387-457.

- Dıđrak, M., Ulukanlı, Z.,** 2002. Bazı Fungal Metabolitlerin Biyolojik Ölçüm Metoduyla Belirlenmesi. *KSÜ Fen ve Mühendislik Dergisi*. Cilt. **5**, sayı. 2, 1- 8.
- Dođan, A., Bayezıt, M.,** 1999. Kars Yöresinde Yemlerde Aflatoksin B1 Düzeylerinin ELISA Yöntemi ile Araştırılması. *Kafkas Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi*. Cilt **5**, sayı.1, 63- 70.
- Doymaz, İ., Pala, M.,** 2002. The effects of dipping pretreatments on air-drying rates of the seedless grapes. *Journal of Food Engineering*, **52**, 413–417.
- El Khoury, A., Rizk, T., Lteif, R., Azouri, H., Delia, M., Lebrihi, A.,** 2008. Fungal contamination and Aflatoxin B1 and Ochratoxin A in Lebanese wine–grapes and musts. *Food and Chemical Toxicology*, **46**, 2244-2250.
- Eltem, R., Taşkın, E., Pazarbaşı, S.,** 2009. Biodiversity and flora of microfungi from sultana type vineyard soils in Turkey. *Fresenius Environmental Bulletin, Vol. 18*, no:1, 82-86.
- Fredj, S. M. B., Mliki, S. C.,** 2009. Isolation and characterization of ochratoxin A and aflatoxin B1 producing fungi infecting grapevines cultivated in Tunisia. *Afr. J. Microbiol. Res.*, **3**, 523-527.
- Garcia D., Ramos A.J., Sanchis V., Marín S.,** 2011. Modelling the effect of temperature and water activity in the growth boundaries of *Aspergillus ochraceus* and *Aspergillus parasiticus*. *Food Microbiology*, **28**, 406-417.
- Gasghari, R. M., Shebany, Y. M., Gherbawy, Y. A.,** 2011. Molecular Characterization of Ochratoxigenic Fungi Associated with Raisins. Fungi Associated with Raisins. *Foodborne Pathogens and Disease*, **8**, 1221-1227. doi:10.1089/fpd.2011.0920.
- Göktaş, A.,** 2008. Üzüm Yetiştiriciliđi, Eğirdir Bahçe Kùltürleri Araştırma Enstitüsü Yayın No: 18, 22s.

- Hackbart, H., Prietto, L., Grimel, E.G., Garda-Bufferon, J., Badiale-Furlong, E.,** 2010. Simultaneous Extraction and Detection of Ochratoxin A and Citrinin in Rice. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, Vol. **23**, no. 1, 103-109.
- Hasenekođlu, İ.,** 1991. Toprak Mikrofungusları. Atatürk Üniversitesi Yayınları No. 689. Kazım Karabekir Eğitim Fakültesi Yayınları no. 11, yedi Cilt., 1991.
- Helferich, W., Winter C. K.,** 2001. Food Toxicology, CRC Press, USA, pp 90-133.
- Hocking, A. D., Leong, S. L., Kazi, B. A.,** 2007. Emmet, R. W., Scott. Fungi and Mycotoxins in Vineyards and Grape Products. *International Journal of Food Microbiology*, **119**, 84- 88.
- İnan, M.S.,** 2012. Sultani çekirdeksiz üzüm çeşidinin kurutulmasında K₂CO₃ çözeltisinin püskürtme yöntemi ile uygulanmasının kuruma özelliklerine etkisi, Yüksek lisans tezi, Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tokat, 30s.
- Jackson, L. S., Al-Taher, F.,** 2008. Factors Affecting Mycotoxin Productions in Fruits, Mycotoxins in Fruits and Vegetables (Barkai- Golan, R., Paster, N. Eds.), Academic Pres, UK, pp75- 105.
- Javanmard, M.,** 2010. Occurrence of mould counts and *Aspergillus* species in Iranian dried figs at different stages of production and processing. *Journal of Agricultural Science and Technology*,**12**, 331-338.
- Juan, C., Zinedine, A., Moltó, J. C., Idrissi, L., Mañes, J.,** 2008. Aflatoxins Levels in Dried Fruits and Nuts From Rabat- Salé Area, Morocco. *Food Control*, **19**, 849- 853.
- Kabak, B.,** 2007. Bazı Mikotoksinlerin Detoksifikasyonunda *Lactobacillus* ve *Bifidobacterium* Suşlarının Kullanımı., Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana, 149s.
- Karaca, H.,** 2006. Kuru İncirlerin Aflatoksin, Patulin, Ergosterol İçeriđi ve Farklı Koşullarda Aflatoksinlerin Parçalanma Düzeyleri, Yüksek Lisans Tezi, Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Denizli, 103s.

- Karaman, S., Acar, B.,** 2006. Uluslararası Gıda Ürünleri Ticareti ve Aflatoksin Yasal Düzenlemeleri. *Doğuş Üniversitesi Dergisi*, Cilt.7, sayı. 2, 190-197
- Kıraç, S.,** 2006. Kuru İncir Üretiminde Okratoksin A Oluşumu İçin Potansiyel Kaynakların Belirlenmesi. Doktora Tezi, Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, 320s.
- King, A. D., Hocking A.D., Pitt J.I.,** 1979. Dichloran-rose bengal medium for the enumeration and isolation of molds from foods. *Applied and Environmental Microbiology*, **37**, 959-964.
- Kocasarı, F. S., Taşcı, F., Mor, F.,** 2012. Survey of aflatoxin M1 in milk and dairy products consumed in Burdur, Turkey, *International Journal of Dairy Technology*, Vol. **65**, no. 3, 365-371.
- Kuşaksız, E., Kuşaksız, T., İşçi, B.,** 2007. Manisa-Alaşehir Koşullarında Yetiştirilen Üzümlerde Bazı Hasat Olgunluk Kriterlerinin Değişimi Üzerinde Bir Araştırma. *Celal Bayar Üniversitesi Soma MYO Teknik Bilimler Dergisi*, Sayı,7.
- Lasram, S., Oueslati, S., Mliki, A., Ghorbel, A., Silar, P., Chebil, S.,** 2012. Ochratoxin A and ochratoxigenic black *Aspergillus* species in Tunisian grapes cultivated in different geographic areas. *Food Control*, **25**, 75-80.
- Leo'n, K., Mery, D., Pedreschi, F., Leo'n, J.,** 2006. Color measurement in L*a* b* units from RGB digital images, *Food Research International*, **39**, 1084-1091.
- Lombaert, G. A., Pellaers, P., Neumann, G., Kitchen, D., Huzel, V., Trelka, R., Kotello, S., Scott, P. M.,** 2004. Ochratoxin A in Dried Vine Fruits on The Canadian Retail Market. *Food Additives and Contaminants*. Vol. 21, no. 6: 578- 585.
- Lucchetta, G., Bazzo, I., Dal Cortivo, G., Sitringer, L., Bellotto, D., Borgo, M., Angelini, E.,** 2010. Occurrence of Black Aspergilli and Ochratoxin A on Grapes in Italy. *Toxins*, **2**, 840-855.

- MacDonald, S., Wilson, P., Barnes, K., Damant, A., Massey, R., Mortby, E., Shepherd, M.J.,** 1999. Ochratoxin A in dried vine fruits. *Food Additives and Contaminants*. Vol. **16**, no. 6, 253-263.
- Magnoli, C., Astoreca, A., Ponsone, L., Combina, M., Palacio, G., Rosa, C. A. R., Dalcero, A. M.,** 2004. Survey of mycoflora and ochratoxin A in dried vine fruits from Argentina markets. *Letters in Applied Microbiology*, **39**, 326-331.
- Mahmutoğlu, T., Emir, F., Saygi, Y. B.,** 1996. Sun/Solar Drying of Differently Treated Grapes and Storage Stability of Dried Grapes. *Journal of Food Engineering*, **29**, 289-300.
- Maraqa, A., Al-Shora, N., Farah. H., Elbjeirami, W.E., Shakya, A.K., Sallal, A.K.,** 2007. Effect of Nigella Sativa Extract and Oil on Aflatoksin Production by *Aspergillus flavus*, *Turkish Journal of Biology*, **31**, 155-159.
- Marin, S., Sanchis, V., Vinas, I., Canela, R., Magan, R.,** 1995. Effect of water activity and temperature on growth and fumonisin B, and B2 production by *Fusarium proliferatum* and *F. moniliforme* on maize grain. *Letters in Applied Microbiology*, **21**, 298- 301.
- Meyvacı, K. B., Altındışlı, A., Aksoy, U., Eltem, R., Turgut, H., Araslıer, Z., Kartal, N.,** 2005. Ochratoxin A in Sultanas from Turkey I: Survey of Unprocessed Sultanas From Vineyards and Packing-houses. *Food Additives and Contaminants*. Vol. **22**, no. 11, 1138- 1143.
- Morales, H., Marin, S., Rovira, A., Ramos, A. J., Sanchis, V.,** 2006. Patulin Accumulation in Apples by *Penicillium expansum* During Postharvest Stages. *Letters in Applied Microbiology*, **44**, 30-35.
- Moss, M.O.,** 2008. Fungi, Quality and Safety Issues in Fresh Fruits and Vegetables. *Journal of Applied Microbiology*, **104**, 1239- 1243.

- Möller, T. E., Nyberg, M.,** 2003. Ochratoxin A In Raisins And Currants: Basic Extraction Procedure Used in Two Small Marketing Surveys Of The Occurrence And Control Of The Heterogeneity Of The Toxins in Samples. *Food Additives & Contaminants: Part A*. Vol. **20**, no. 11, 1072- 1076.
- Narayanasamy, P.,** 2006. Postharvest Pathogens and Disease Management, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, USA, 582p, 2006.
- Nazlı, C.,** 2007. Üzüm,T.E.A.E. Bakış, 9,11,1-4. <www.tgdf.org.tr/turkce/tgdfraporlari/11uzum.pdf>, alındığı tarih. 14.08.2013.
- Nizamlıoğlu, M., Çon, A.H.,** 2010. Gıda ve Yemlerde Önemli Mikotoksinler: Sitrinin, Sitreoviridin ve Sterigmatosistin. *Akademik Gıda*, Cilt. **8**, sayı. 5, 29-36.
- Okos, M. R., Campanella, O., Narsimhan, G., Singh, R. K., Weitnauer, A. C.,** 2006. Food Dehidration. In Handbook of Food Engineering Second Edition, Edited by D. R. Heldman, D. B. Lund, CRC Pres, USA, 1023p.
- Oktay, İ.,** 2009. Kuru Üzümde OTA Analizi. Aflatoksin, Okratoksin A ve Patulin Analizleri Uygulamalı Eğitimi, Eğitim Notları, TUBİTAK- MAM, Gebze, Kocaeli.
- Onan, E., Çoban, H.,** 2006. Üzüm ve Şarapta Olası Bir Tehlike: Okratoksin A, *Selçuk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*. Cilt. **20**, sayı.39, 53- 57.
- Ostry, V., Ruprich, J., Skarkova, J.,** 2002. Raisins, Ochratoxin A and Human Health. *Mycotoxin Research*. Vol. **18**, no.2, 178- 182.
- Özay, G., Pala, M., Saygı, B.,** 1996. Bazı gıdaların su aktivitesi yönünden incelenmesi. *Gıda*, Cilt. **18**, sayı. 6, 377-383.
- Özilgen, M., Şumnu, G., Emir, H., Emir, F.,** 1997. Quality control charts for storage of raisins and dried figs. *Z Lebensm Unters Forsch A*, **204**, 56- 59.

- Özkaya, Ş., Temiz, A.,** 2003. Aflatoksinler: Kimyasal Yapıları ve Toksisiteleri ve Detoksifikasyonları, *Or-Lab Online Mikrobiyoloji Dergisi*, Cilt. **1**, sayı 1, 1-21.
- Pahlavanzadeh, H., Basiri, A., Zarrabi, M.,** 2001. Determination of parameters and pretreatment solution for grape drying. *Drying Technology*. Vol. **19**, no. 1, 217–226.
- Palumbo, J. D., O' Keeffe D. L., Mahoney, N. E.,** 2007. Inhibition of Ochratoxin A Production and Growth of *Aspergillus* Species by Phenolic Antioxidant Compounds. *Mycopathologia*, **164**, 241- 248.
- Pangavhane, D.R.,** 2002. Comparative drying performance study of natural convection solar dryer with traditional grape drying methods. *International Energy Journal*. Vol. **3**, no. 1, 13-22.
- Pardo, E., Marlin, S., Solsona A, Sanchis V, Ramos AJ.,** 2004. Modeling of germination and growth of ochratoxigenic isolates of *Aspergillus ochraceus* as affected by water activity and temperature on a barley-based medium. *Food Microbiology*, **21**, 267–274, 2004.
- Park, D. L., Ayala, C. E., Guzman-Perez, S. E., Lopez-;Garcia, E., Trujillo, S.,** 2001. Microbial Toxins in Foods: Algal, Fungal and Bacterial. In Food Toxicology, Edited by W. Helderich, C. K. Winter, CRC Press, N.W. Corporate Blvd., Boca Raton, Florida 33431. USA, 219p.
- Pateraki, M., Dekanea, A., Mitchell, D., Lydakis, D., Magan, N.,** 2007. Influence of sulphur dioxide, controlled atmospheres and water availability on in vitro germination, growth and ochratoxin A production by strains of *Aspergillus carbonarius* isolated from grapes. *Postharvest Biology and Technology*, **44**, 141–149.
- Pateraki, M.G.,** 2008. Ecology of *A. carbonarius* and Ochratoxin A Production in Vine Fruits and Control in The Production Chain. Cranfield University Applied Mycology Group, Cranfield Health Faculty of Medicine and Bioscience, UK, PhD Thesis, 311p.

- Patriarca, A., Azcarate, M. P., Terminiello, L., Fernández Pinto.,** 2007. Mycotoxin Production by *Alternaria* Strains Isolated From Argentinean Wheat. *International Journal of Food Microbiology*, **119**, 219- 222.
- Peraica, M., Radic, B., Lucic, A., Pavlović, B.,** 1999. Toxic Effects of Mycotoxins in Humans. *Bulletin of the World Health Organization*, Vol. **77**, no. 9, 754- 766.
- Perrone, G., Mulè, G., Susca, A., Battilani, P., Pietri, A., Logrieco, A.,** 2006. Ochratoxin A production and AFLP analysis of *Aspergillus carbonarius*, *Aspergillus tubingensis*, and *Aspergillus niger* strains isolated from grapes in Italy. *Applied and Environmental Microbiology*, **72**, 680–685.
- Perrone, G., Susca, A., Cozzi, G., Ehrlich, K., Varga, J., Frisvad, J.C., Meijer, M., Noonim, P., Mahakarnchanakul, W., Samson, R.A.,** 2007. Biodiversity of *Aspergillus* species in some important agricultural products. *Study of Mycology*, **59**, 53–66.
- Pfeiffer, E., Eschbach, S., Metzler, M.,** 2007. Alternaria toxins: DNA strand-breaking activity in mammalian cells *in vitro*. *Mycotoxin Research*. Vol. **23**, no.3, 152- 157.
- Ponsone, M.L., Combina, M., Dalcero, A., Chulze, S.N.,** 2007. Ochratoxin A and ochratoxigenic *Aspergillus* species in Argentinean wine grapes cultivated under organic and non-organic systems. *International Journal of Food Microbiology*, **114**, 131–135.
- Raper, K.B., Thorn, C.,** 1949. A manual of the *Penicillia*, The Williams and Wilkins Company, Baltimore, USA, 1949.
- Riemann, H.P., Cliver, D. O.,** 2006. Foodborne Infections and Intoxications. Elsevier Inc, Amsterdam, Netherlands, pp3-24.
- Sabuncuoğlu, S.A., Baydar, T., Giray, B., Şahin, G.,** 2008. Mikotoksinler: Toksik Etkileri, Degradasyonları, Oluşumlarının Önlenmesi ve Zararlı Etkilerinin Azaltılması, *Hacettepe Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Dergisi*, Cilt **28**, sayı 1, s63- 92.

- Salzman, R.A., Tikhonova, I., Bordelon, B.P., Hasegawa, P.M., Bressan, R.A.,** 1998. Coordinate Accumulation of Antifungal Proteins and Hexoses Constitutes a Developmentally Controlled Defense Response during Fruit Ripening in Grape. *Plant Physiol.*, **117**, 465–472.
- Seo, J. A., Yu, J. H.,** 2005. Toxigenic Fungi and Mycotoxins. In Handbook of Industrial Mycology, Edited by Z. An., Marcell Dekker Inc, 270 Madison Avenue, New York, NY 10016, 749pp.
- Serra, R., Braga, A., Venâncio, A.,** 2005. Mycotoxin-producing and other fungi isolated from grapes for wine production, with particular emphasis on ochratoxin A. *Res. Microbiol.*, **156**, 515–521.
- Sherif, S. O., Salama E. E., Abdel- Wahhab M. A.,** 2009. Mycotoxins and child health: The need for health risk assessment. *International Journal of Hygiene and Environmental Health*, Vol. **212**, no.4, 347- 68.
- Shundo, L., P. de Almeida, A., Alaburda, J., Lamardo, L.C.A., Navas, S.A., Ruvieri, V., Sabino, M.,** 2009: Aflatoxins and ochratoxin A in Brazilian paprika. *Food Control*, **20**, 1099-1102.
- Somma, S., Perrone, G., Logrieco, A.,** 2012. Diversity of black *Aspergilli* and mycotoxin risks in grape, wine and dried vine fruits. *Phytopathologia Mediterranea*, Vol. **51**, no. 1, 131–147.
- Sørensen, L.M., Mogensen, J., Nielsen, K.F.,** 2010: Simultaneous determination of ochratoxin A, mycophenolic acid and fumonisin B2 in meat products. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, **398**, 1535-1542.
- Soyer, Y., Koca, N., Karadeniz, F.,** 2003. Organic Acid Profile of Turkish White Grapes and Grape Juices. *Journal of Food Composition and Analysis*, **16**, 629-636.
- Soyöz, M.,** 2002. Okratoksin A ve Melatoninin Ratlarda Bazı Serum ve Karaciğer Enzimleri Üzerine Etkisi, Yüksek Lisans Tezi. Süleyman Demirel Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Isparta, 67s.
- Stefanaki, I., Foufa, E., Tsatsou-Dritsa, A., Photis, D.,** 2003. Ochratoxin A concentrations in Greek domestic wines and dried vine fruits. *Food Additives & Contaminants: Part A*, **20**, 174- 83.

- Şen, L., Nas, S.,** 2010. Kuru İncir, Üzüm ve Kırmızıbiberlerde Mikotoksin Varlığı, *Akademik Gıda*, Cilt **8**, sayı 3, 24-32.
- Şen, L., Nas, S.,** 2012. Süt ve Süt Ürünlerinde Risk Oluşturan Mikotoksinler, Pamukkale Üniversitesi Süt ve Süt Ürünleri Sempozyumu Bildiri Kitabı, s**34**, Denizli.
- Şevitürk, M. İ., Gönülalan, Z.,** 2007. The Quantities of Ochratoxin A of Some Cereal Products Consumed in Kayseri. *Journal of Health Sciences*, **16**, 86-90.
- Topal, Ş.,** 2003. Türkiye'nin Tarımsal Ürün ve Bölgelerine Göre Dominant Mikoflora Dağılımlarına ve Mikotoksin Profilleri, Orta On-Line Mikrobiyoloji Dergisi. Cilt. **1**, sayı. 12, 7-21.
- Tunail, N.,** 2000. Gıda Mikrobiyolojisi ve Uygulamaları. Genişletilmiş 2. Baskı; Ankara Üniversitesi Ziraat Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü yayını. Sim Matbaası, Ankara 522 s 03. Bölüm, 13. Kısım.
- Waksmann, S.A.,** 1922. A Method for Counting The Number of Fungi In The Soil. *Journal of Food Bacteriology*, Vol. **7**, no: 3, 339-341.
- Wang, Z.P., Deloire, A.,** 2003. Carbouneau, A., Federspiel, E., Lopez, F. An *in vivo* Experimental System to study sugar phloem unloading in ripening grape berries during water deficiency stress. *Annals of Botany*, **92**, 523-528.
- Whitelaw- Weckert, M.A., Rahman, L., Hutton, R.J., Coombes, N.,** 2007. Permanent swards increase soil microbial counts in two Australian vineyards. *Applied Soil Ecology*, **36**, 224-232.
- Yağcıoğlu A.,** 1999. Tarım Ürünleri Kurutma Tekniği, Beinci Basım, Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları No: 536, Bornova/İZMİR, s226-238.
- Yoltaş, A., Haliki- Uztan, A.,** 2008. Hava kaynaklı küflerin toksinleri. *Elek Mik Derg.*, Cilt. **6**, sayı. 3, 39-52.
- Zaied, C., Abid, S., Bouaziz, C., Chouchane, S., Jomaa, M., Bacha, H.,** 2010: Ochratoxin A levels in spices and dried nuts consumed in Tunisia. *Food Additives and Contaminants: Part B: Surveillance*, **3**, 52-57.

- Zhang, M., Ma, Y., Feng, L., Wang, Y., He, C., Wang, X., Zhang, H.,** 2011. Development of a sensitive competitive indirect ELISA method for determination of ochratoxin A levels in cereals originating from Nanjing, China. *Food Control*, **22**, 1723-1728.
- Zimmerli, B., Dick, R.,** 1996. Ochratoxin A in table wine and grape-juice: Occurrence and risk assessment. *Food Additives and Contaminants*,

EKLER

EK-1 HPLC KALİBRASYON EĞRİLERİ

Method C:\HPCHEM\1\METHODS\OKRA.M

=====
Calibration Table
=====

OKRA

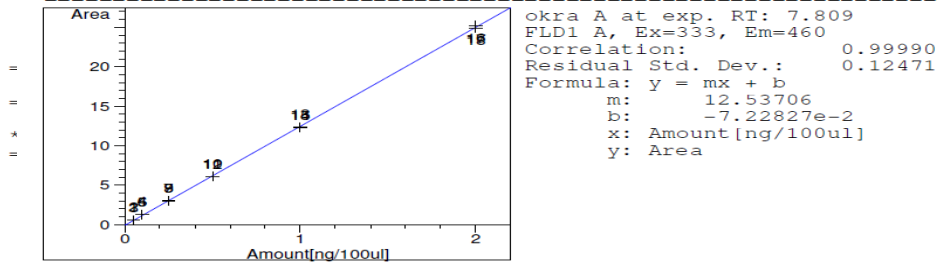
Calib. Data Modified : 5/9/2011 12:36:03 PM
Calculate : External Standard
Based on : Peak Area
Rel. Reference Window : 5.000 %
Abs. Reference Window : 0.000 min
Rel. Non-ref. Window : 5.000 %
Abs. Non-ref. Window : 0.000 min
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
Uncalibrated Peaks : not reported
Partial Calibration : Yes, identified peaks are recalibrated
Correct All Ret. Times: No, only for identified peaks
Curve Type : Linear
Origin : Included
Weight : Equal
Recalibration Settings:
Average Response : Average all calibrations
Average Retention Time: Floating Average New 75%

Calibration Report Options :
Printout of recalibrations within a sequence:
Calibration Table after Recalibration
Normal Report after Recalibration
If the sequence is done with bracketing:
Results of first cycle (ending previous bracket)

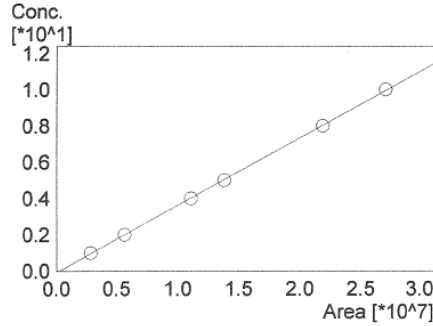
Signal 1: FLD1 A, Ex=333, Em=460

| RetTime [min] | Lvl Sig | Amount [ng/100ul] | Area | Amt/Area | Ref Grp Name |
|---------------|---------|-------------------|------------|------------|--------------|
| 7.809 | 1 | 1 5.00000e-2 | 6.09087e-1 | 8.20900e-2 | okra A |
| | | 2 5.00000e-2 | 6.00473e-1 | 8.32677e-2 | |
| | | 3 5.00000e-2 | 5.86420e-1 | 8.52631e-2 | |
| | | 4 1.00000e-1 | 1.34607 | 7.42904e-2 | |
| | | 5 1.00000e-1 | 1.27618 | 7.83589e-2 | |
| | | 6 1.00000e-1 | 1.27875 | 7.82015e-2 | |
| | | 7 2.50000e-1 | 3.02829 | 8.25549e-2 | |
| | | 8 2.50000e-1 | 2.99356 | 8.35127e-2 | |
| | | 9 2.50000e-1 | 3.05095 | 8.19417e-2 | |
| | | 10 5.00000e-1 | 6.09813 | 8.19924e-2 | |
| | | 11 5.00000e-1 | 6.13459 | 8.15051e-2 | |

=====
Calibration Curves
=====



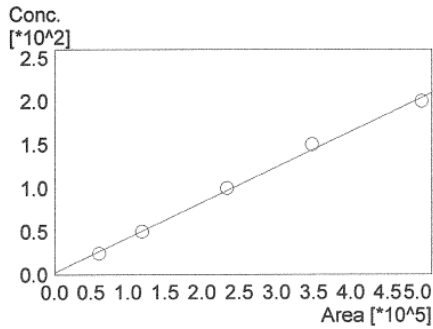
ID# : 1
 Name : tartarik asit
 Quantitative Method : External Standard
 Function : $f(x)=3.71742e-007*x-0.0979236$
 Rr1=0.9999419 Rr2=0.9998837
 MeanRF:3.60875e-007 RFSD:6.77261e-009 RFRSD:1.87672
 FitType : Linear
 ZeroThrough : Not Through
 WeightedRegression : None
 Detector Name : PDA



| # | Conc (Ratio) | Area | Area |
|---|--------------|------------|----------|
| 1 | 1.000 | 2836821.9 | 2836822 |
| | | 2839017.2 | 2839017 |
| 2 | 2.000 | 5644010.1 | 5644010 |
| | | 5647316.8 | 5647317 |
| 3 | 4.000 | 11082627.8 | 11082628 |
| | | 11087506.4 | 11087506 |
| 4 | 5.000 | 13778205.9 | 13778206 |
| | | 13856101.6 | 13856102 |
| 5 | 8.000 | 21875425.0 | 21875425 |
| | | 21846758.1 | 21846758 |
| 6 | 10.000 | 27405121.9 | 27405122 |
| | | 26664522.7 | 26664523 |

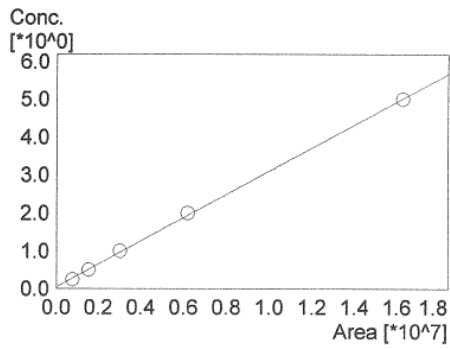
<Calibration Curve>

ID# : 1
 Name : citric acid
 Quantitative Method : External Standard
 Function : $f(x)=0.000406693*x+2.67912$
 Rr1=0.9983248 Rr2=0.9966525
 MeanRF:0.000418667 RFSD:1.48101e-005 RFRSD:3.53745
 FitType : Linear
 ZeroThrough : Not Through
 WeightedRegression : None
 Detector Name : PDA



| # | Conc (Ratio) | Area | Area |
|---|--------------|----------|--------|
| 1 | 25.000 | 61098.4 | 61098 |
| | | 60864.2 | 60864 |
| 2 | 50.000 | 119168.5 | 119169 |
| | | 118902.0 | 118902 |
| 3 | 100.000 | 233543.1 | 233543 |
| | | 233415.8 | 233416 |
| 4 | 150.000 | 348614.3 | 348614 |
| | | 347128.2 | 347128 |
| 5 | 200.000 | 522319.0 | 522319 |
| | | 470869.1 | 470869 |

ID# : 1
 Name : Malic acid
 Quantitative Method : External Standard
 Function : $f(x)=3.05297e-007*x+0.0534331$
 Rr1=0.9997852 Rr2=0.9995704
 MeanRF:3.22481e-007 RFSD:9.47199e-009 RFRSD:2.93722
 FitType : Linear
 ZeroThrough : Not Through
 WeightedRegression : None
 Detector Name : PDA



| # | Conc (Ratio) | Area | Area |
|---|--------------|------------|----------|
| 1 | 0.250 | 776789.7 | 776790 |
| | | 764941.1 | 764941 |
| 2 | 0.500 | 1543955.1 | 1543955 |
| | | 1527317.5 | 1527318 |
| 3 | 1.000 | 3027380.8 | 3027381 |
| | | 2996584.7 | 2996585 |
| 4 | 2.000 | 6233354.4 | 6233354 |
| | | 6147759.2 | 6147759 |
| 5 | 5.000 | 16664168.5 | 16664169 |
| | | 15888817.5 | 15888818 |

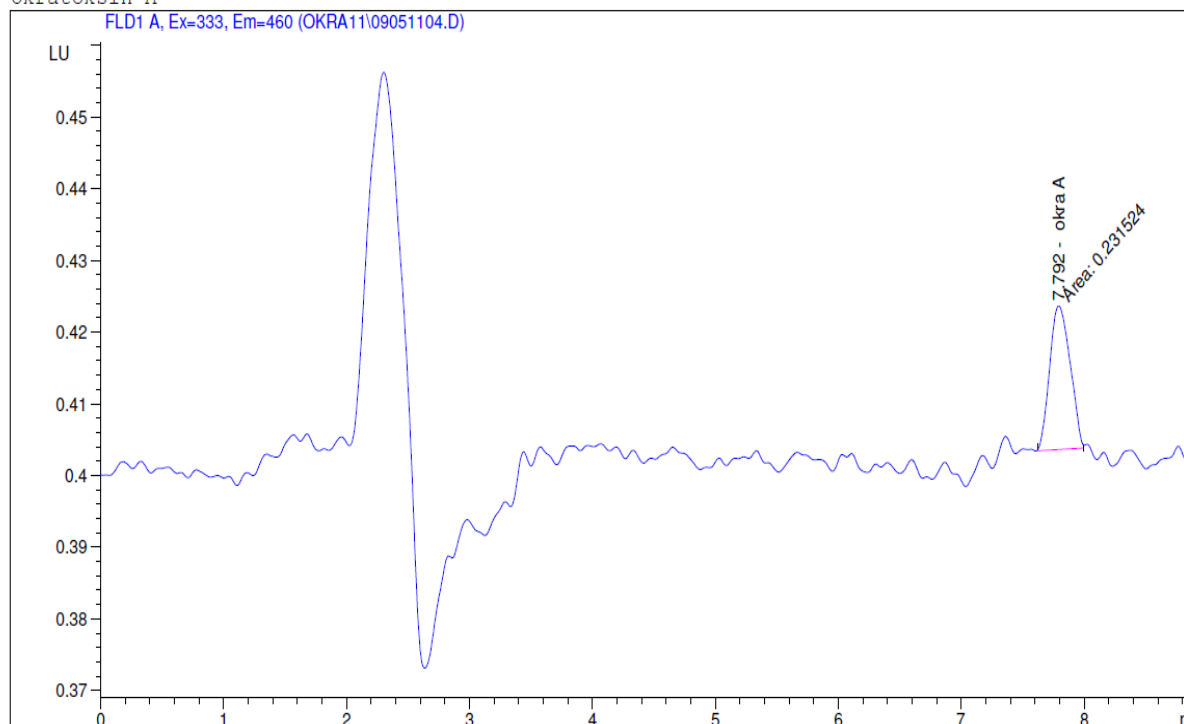
EK2- BAZI ÖRNEKLERİN OTA MİKTARLARINI GÖSTEREN HPLC KROMATOGRAMLARI

Data File C:\HPCHEM\1\DATA\OKRA11\09051104.D

Sample Name: Bk 1 a-

```

=====
Injection Date   : 5/9/2011 1:38:22 PM           Seq. Line :    2
Sample Name     : Bk 1 a-2                       Location  : Vial 2
Acq. Operator   :                               Inj       :    1
Acq. Instrument : Instrument 1                   Inj Volume: 100 µl
Acq. Method     : C:\HPCHEM\1\METHODS\OKRA.M
Last changed    : 5/9/2011 1:27:27 PM
                : (modified after loading)
Analysis Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\OKRA.M
Last changed    : 5/10/2011 9:15:23 AM
Okratoksin A
    
```



External Standard Report

```

=====
Sorted By       : Signal
Calib. Data Modified : 5/9/2011 12:36:03 PM
Multiplier      : 1.0000
Dilution        : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FLD1 A, Ex=333, Em=460

| RetTime [min] | Type | Area LU | Amt/Area *s | Amount [ng/100ul] | Grp | Name |
|---------------|------|------------|-------------|-------------------|-----|--------|
| 7.792 | MM | 2.31524e-1 | 1.04666e-1 | 2.42327e-2 | | okra A |

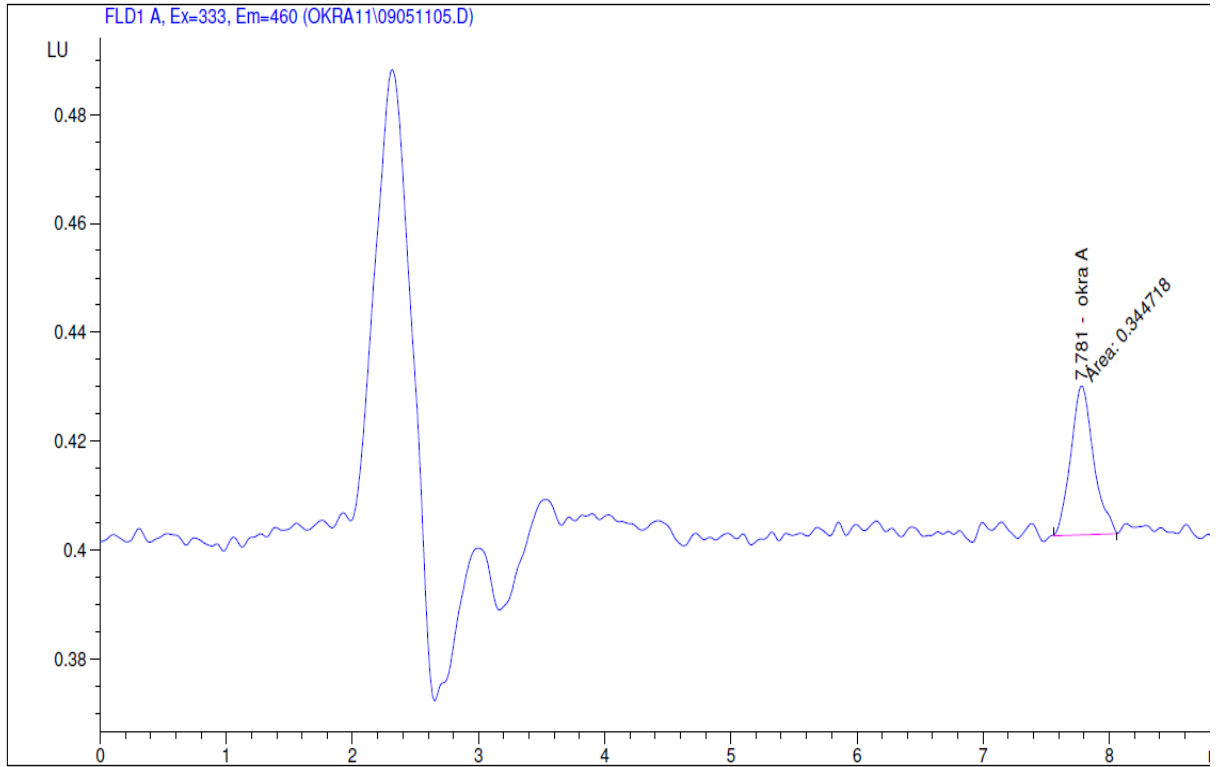
Totals : 2.42327e-2

Results obtained with enhanced integrator!

*** End of Report ***

```

=====
Injection Date : 5/9/2011 1:49:25 PM      Seq. Line : 3
Sample Name    : Bk 1 a-3                  Location  : Vial 3
Acq. Operator  :                          Inj      : 1
Acq. Instrument : Instrument 1             Inj Volume : 100 µl
Acq. Method    : C:\HPCHEM\1\METHODS\OKRA.M
Last changed   : 5/9/2011 1:27:27 PM
                (modified after loading)
Analysis Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\OKRA.M
Last changed   : 5/10/2011 9:15:23 AM
Okratoksin A
    
```



External Standard Report

```

Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 5/9/2011 12:36:03 PM
Multiplier     : 1.0000
Dilution       : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FLD1 A, Ex=333, Em=460

| RetTime [min] | Type | Area LU *s | Amt/Area | Amount [ng/100ul] | Grp | Name |
|---------------|------|------------|------------|-------------------|-----|--------|
| 7.781 | MM | 3.44718e-1 | 9.64888e-2 | 3.32615e-2 | | okra A |

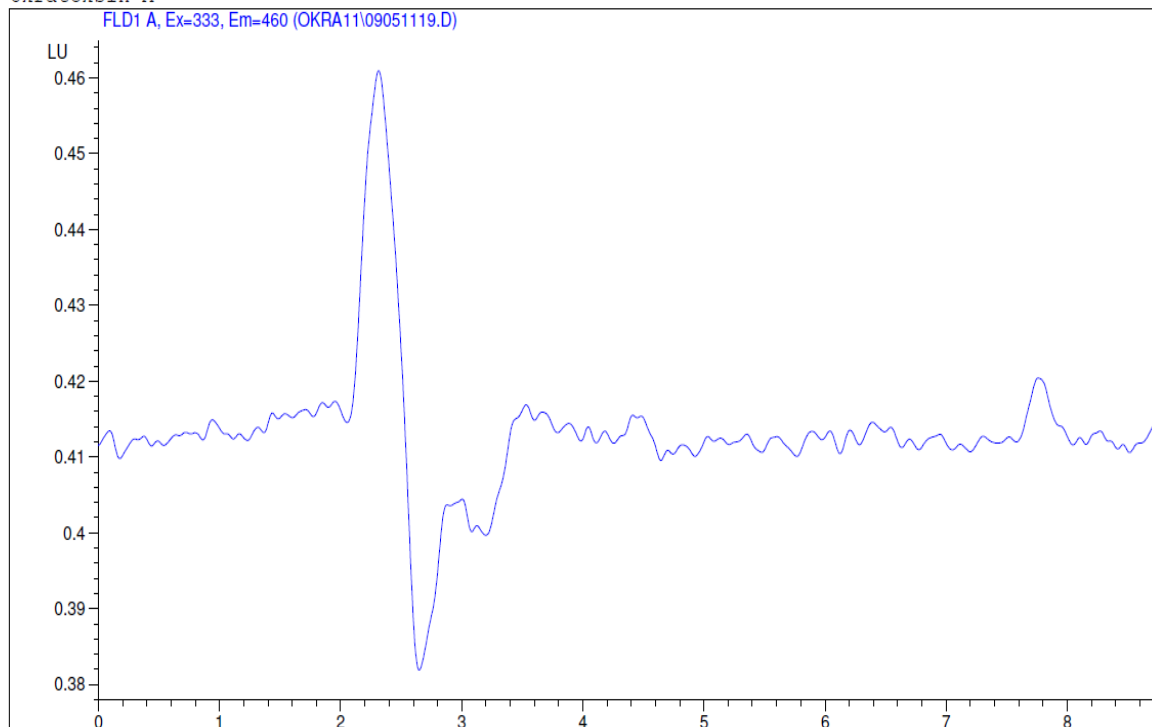
Totals : 3.32615e-2

Results obtained with enhanced integrator!

*** End of Report ***


```

=====
Injection Date : 5/9/2011 4:24:03 PM      Seq. Line : 17
Sample Name    : Kak 1 f-2                 Location  : Vial 17
Acq. Operator  :                           Inj      : 1
Acq. Instrument : Instrument 1             Inj Volume : 100 µl
Acq. Method    : C:\HPCHEM\1\METHODS\OKRA.M
Last changed   : 5/9/2011 2:45:56 PM
                (modified after loading)
Analysis Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\OKRA.M
Last changed   : 5/10/2011 9:15:23 AM
Okratoksin A
    
```



External Standard Report

```

=====
Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 5/9/2011 12:36:03 PM
Multiplier     : 1.0000
Dilution       : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FLD1 A, Ex=333, Em=460

| RetTime [min] | Type | Area LU *s | Amt/Area | Amount [ng/100ul] | Grp | Name |
|---------------|------|------------|----------|-------------------|-----|--------|
| 7.809 | - | - | - | - | - | okra A |

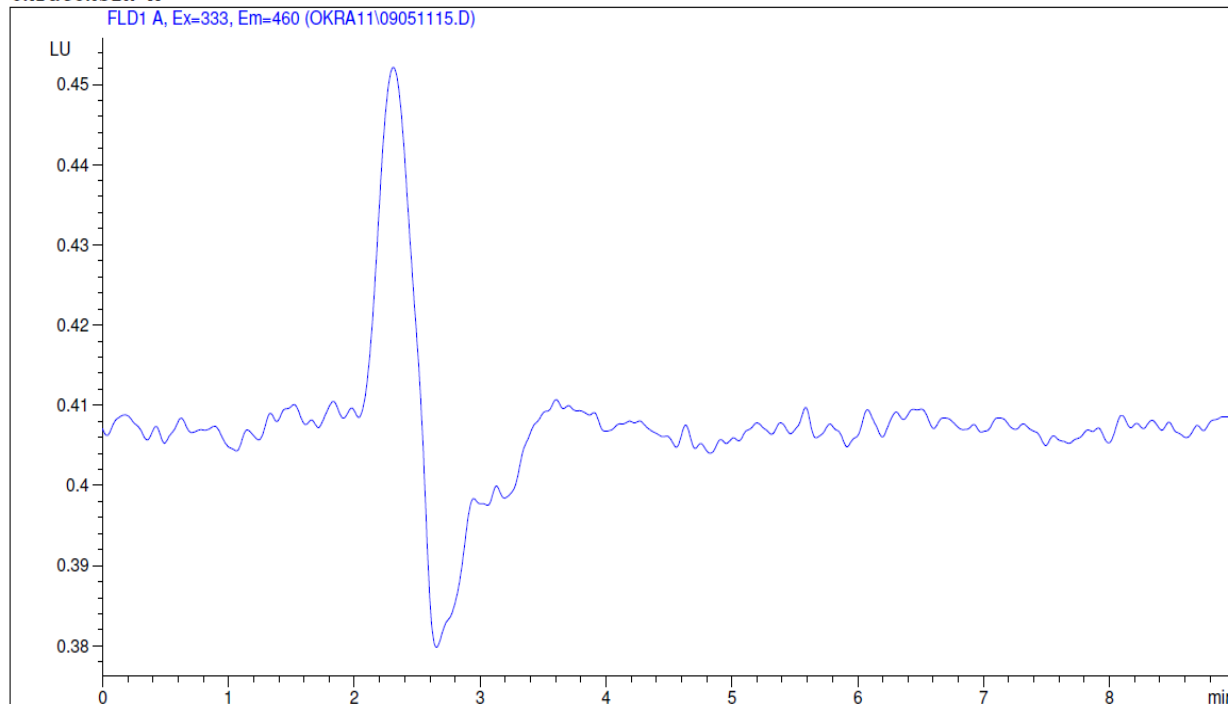
Totals : 0.00000

Results obtained with enhanced integrator!
 1 Warnings or Errors :

Warning : Calibrated compound(s) not found

```

=====
Injection Date : 5/9/2011 3:39:53 PM      Seq. Line : 13
Sample Name    : Bk 5 e-1                  Location  : Vial 13
Acq. Operator  :                           Inj      : 1
Acq. Instrument : Instrument 1              Inj Volume : 100 µl
Acq. Method    : C:\HPCHEM\1\METHODS\OKRA.M
Last changed   : 5/9/2011 2:45:56 PM
                (modified after loading)
Analysis Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\OKRA.M
Last changed   : 5/10/2011 9:15:23 AM
Okratoksin A
    
```



External Standard Report

```

Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 5/9/2011 12:36:03 PM
Multiplier     : 1.0000
Dilution       : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FLD1 A, Ex=333, Em=460

| RetTime [min] | Type | Area LU | Amt/Area *s | Amount [ng/100ul] | Grp | Name |
|---------------|------|---------|-------------|-------------------|-----|--------|
| 7.809 | - | - | - | - | - | okra A |

Totals : 0.00000

Results obtained with enhanced integrator!

1 Warnings or Errors :

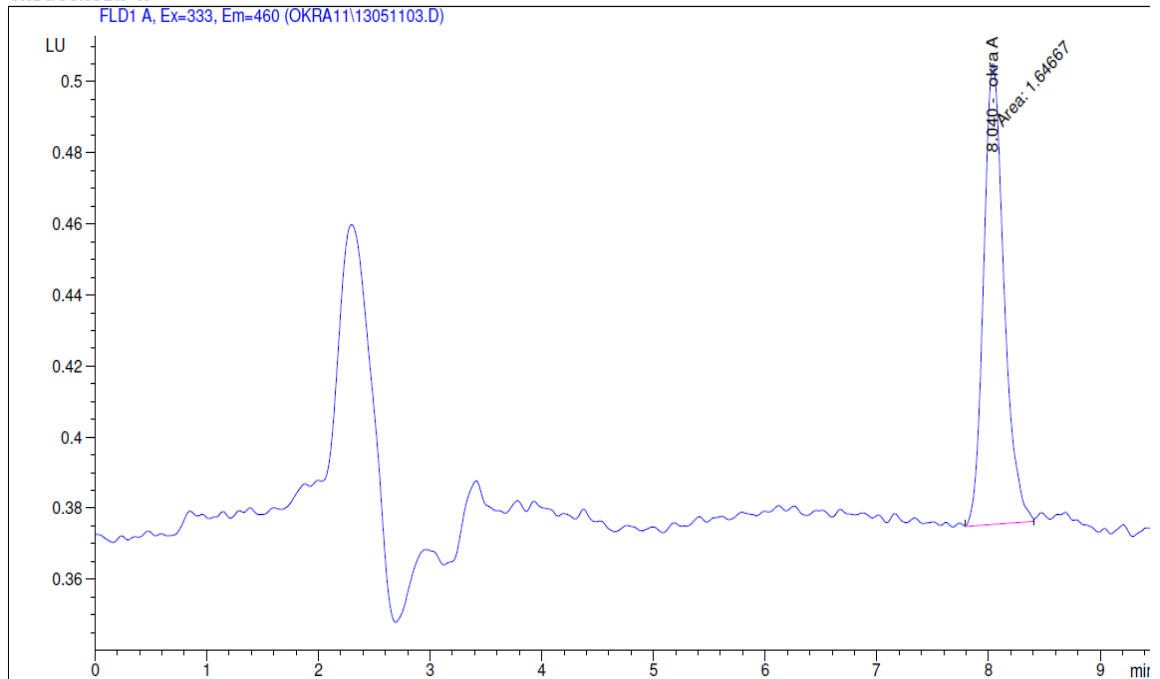
Warning : Calibrated compound(s) not found

```

=====
Injection Date : 5/13/2011 11:38:59 AM      Seq. Line : 4
Sample Name    : 5 ppb                      Location  : Vial 4
Acq. Operator  :                           Inj      : 1
Acq. Instrument : Instrument 1              Inj Volume : 100 µl
Acq. Method    : C:\HPCHEM\1\METHODS\OKRA.M
Last changed   : 5/13/2011 11:34:39 AM
                (modified after loading)
Analysis Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\OKRA.M
Last changed   : 5/13/2011 12:06:28 PM
                (modified after loading)

```

Okratoksin A



External Standard Report

```

Sorted By      : Signal
Calib. Data Modified : 5/13/2011 10:54:51 AM
Multiplier     : 1.0000
Dilution       : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

```

Signal 1: FLD1 A, Ex=333, Em=460

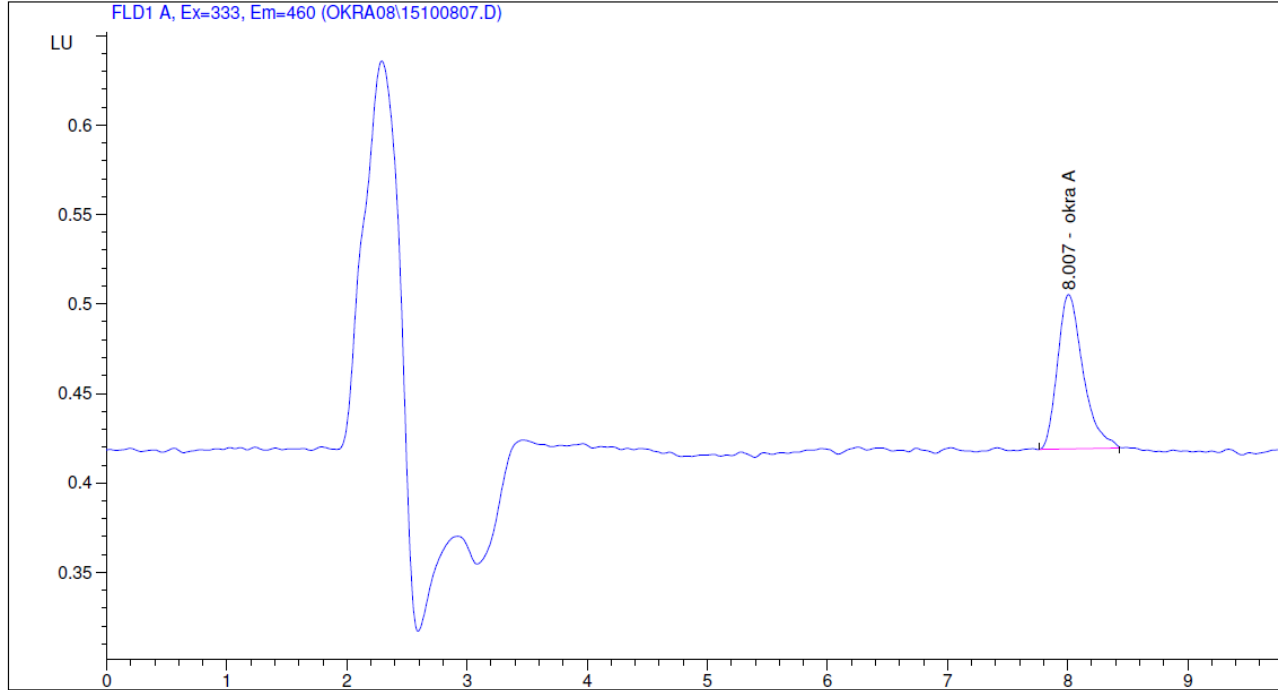
| RetTime [min] | Type | Area LU | Amt/Area *s | Amount [ng/100ul] | Grp | Name |
|---------------|------|---------|-------------|-------------------|-----|--------|
| 8.040 | MM | 1.64667 | 8.32648e-2 | 1.37110e-1 | | okra A |

Totals : 1.37110e-1

Results obtained with enhanced integrator!

*** End of Report ***

Sample Name : 1 ng/ml Location : Vial 2
 Acq. Operator : mikotoksin Inj : 1
 Acq. Instrument : Instrument 1 Inj Volume : 100 µl
 Acq. Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\OKRA.M
 Last changed : 10/15/2008 11:49:49 AM by mikotoksin
 (modified after loading)
 Analysis Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\OKRA.M
 Last changed : 5/13/2011 3:54:06 PM
 Okratoksin A



=====
 External Standard Report
 =====

Sorted By : Signal
 Calib. Data Modified : 5/13/2011 10:54:51 AM
 Multiplier : 1.0000
 Dilution : 1.0000
 Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: FLD1 A, Ex=333, Em=460

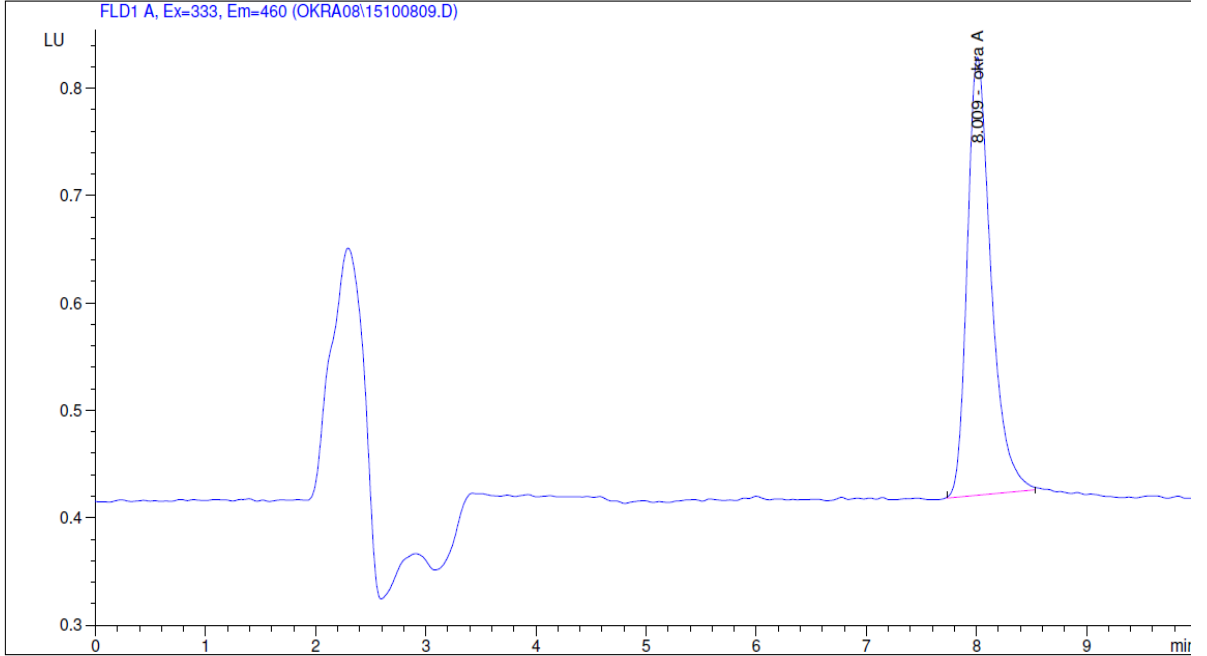
| RetTime [min] | Type | Area LU | Amt/Area *s | Amount [ng/100ul] | Grp | Name |
|---------------|------|---------|-------------|-------------------|-----|--------|
| 8.007 | PB | 1.27618 | 8.42813e-2 | 1.07558e-1 | | okra A |

Totals : 1.07558e-1

Results obtained with enhanced integrator!

=====
 *** End of Report ***

Sample Name : 5 ng/ml Location : Vial 4
 Acq. Operator : mikotoksin Inj : 1
 Acq. Instrument : Instrument 1 Inj Volume : 100 µl
 Acq. Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\OKRA.M
 Last changed : 10/15/2008 12:14:38 PM by mikotoksin
 (modified after loading)
 Analysis Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\OKRA.M
 Last changed : 5/13/2011 3:54:06 PM
 Okratoksin A



External Standard Report

Sorted By : Signal
 Calib. Data Modified : 5/13/2011 10:54:51 AM
 Multiplier : 1.0000
 Dilution : 1.0000
 Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: FLD1 A, Ex=333, Em=460

| RetTime [min] | Type | Area LU | Amt/Area *s | Amount [ng/100ul] | Grp | Name |
|---------------|------|---------|-------------|-------------------|-----|--------|
| 8.009 | BB | 6.13459 | 8.07034e-2 | 4.95082e-1 | | okra A |

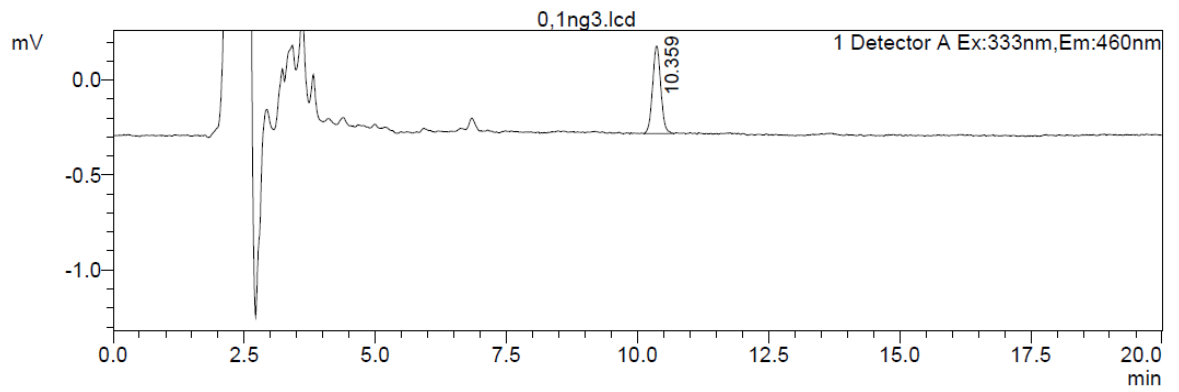
Totals : 4.95082e-1

Results obtained with enhanced integrator!

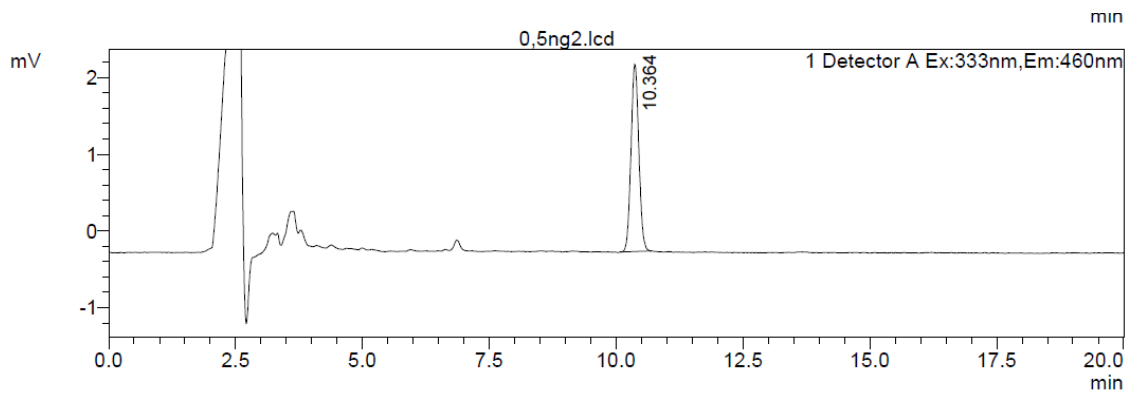
*** End of Report ***

EK 3- OTA STANDARD KROMATOGRAMLARI

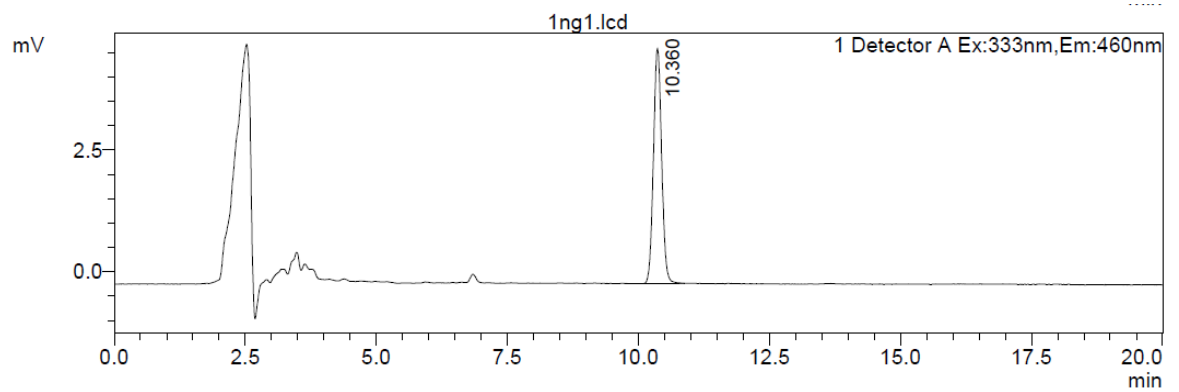
0,1 ppb



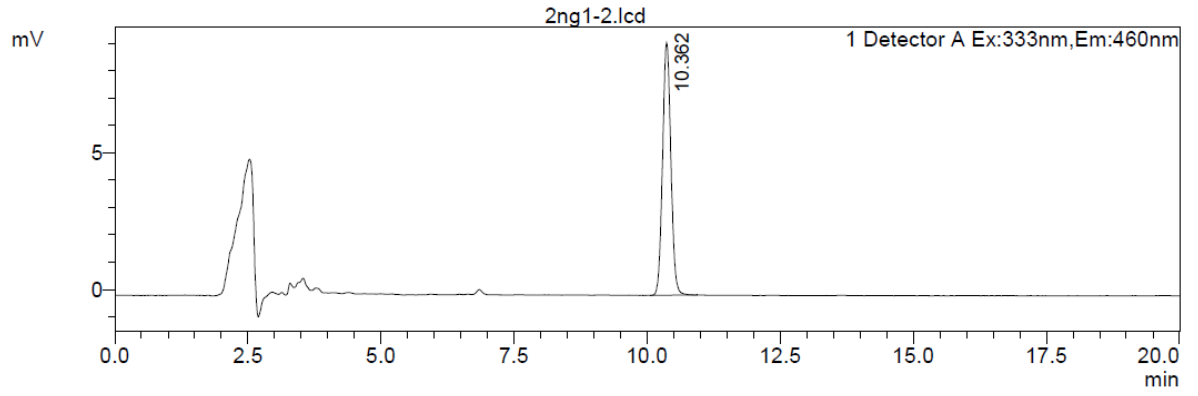
0,5 ppb



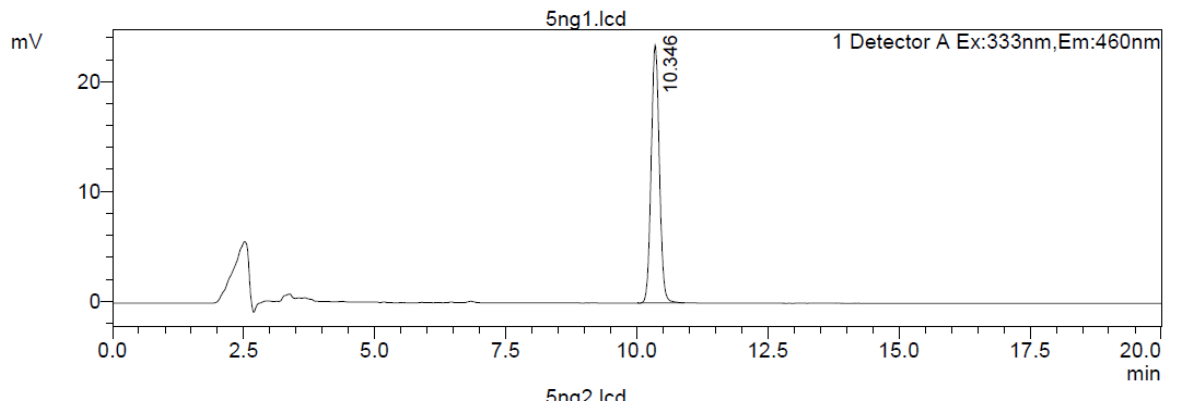
1 ppb



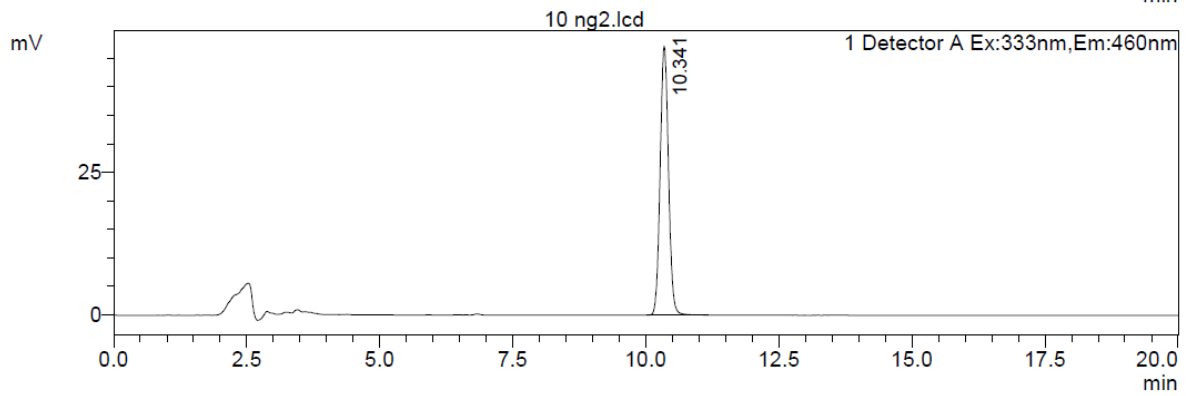
2 ppb



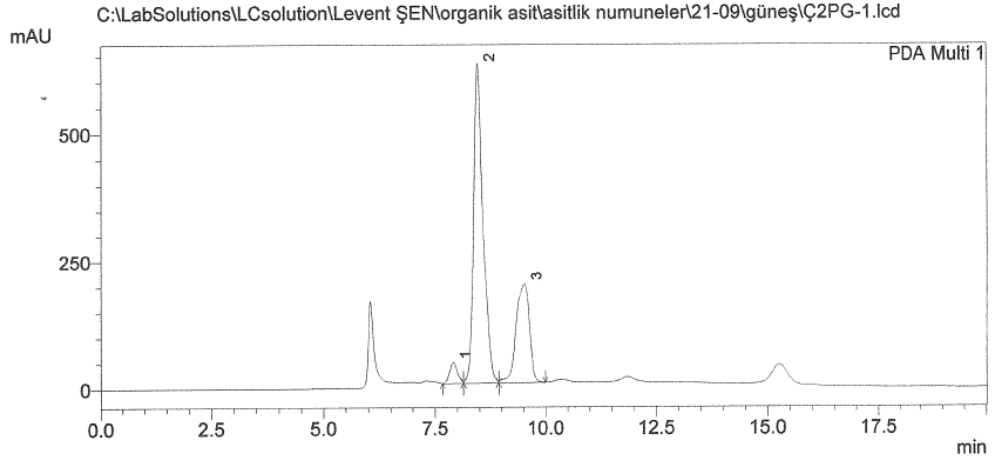
5ppb



10ppb



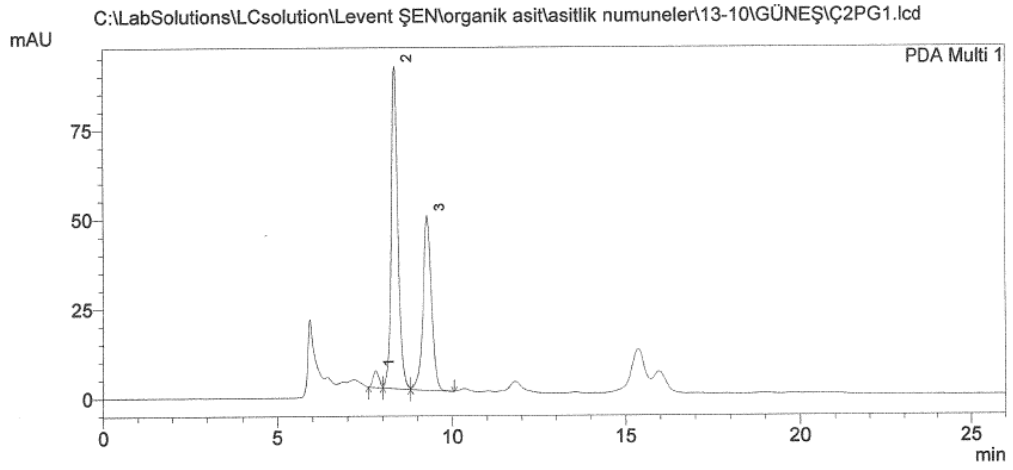
EK 4- BAZI ÖRNEKLERİN ORGANİK ASİT KROMATOGRAMLARI



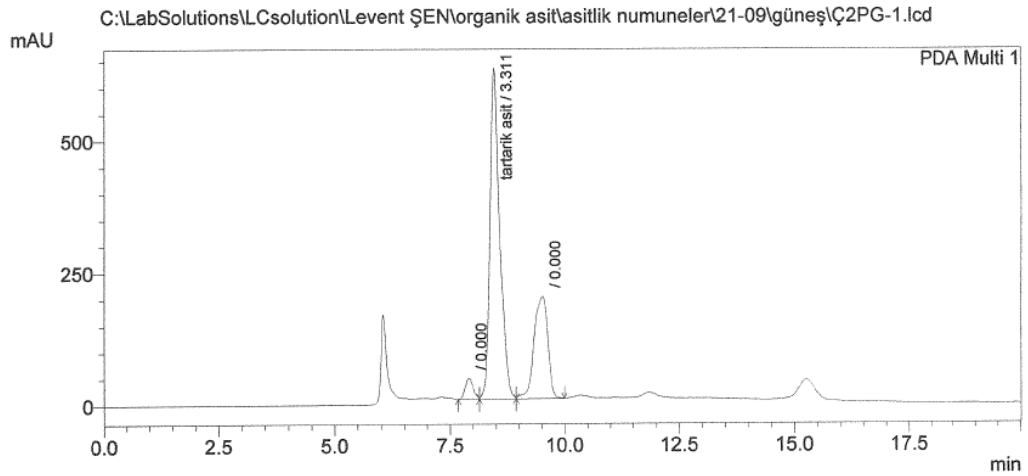
1- Sitrik asit

2-Tartarik asit

3. Malik asit

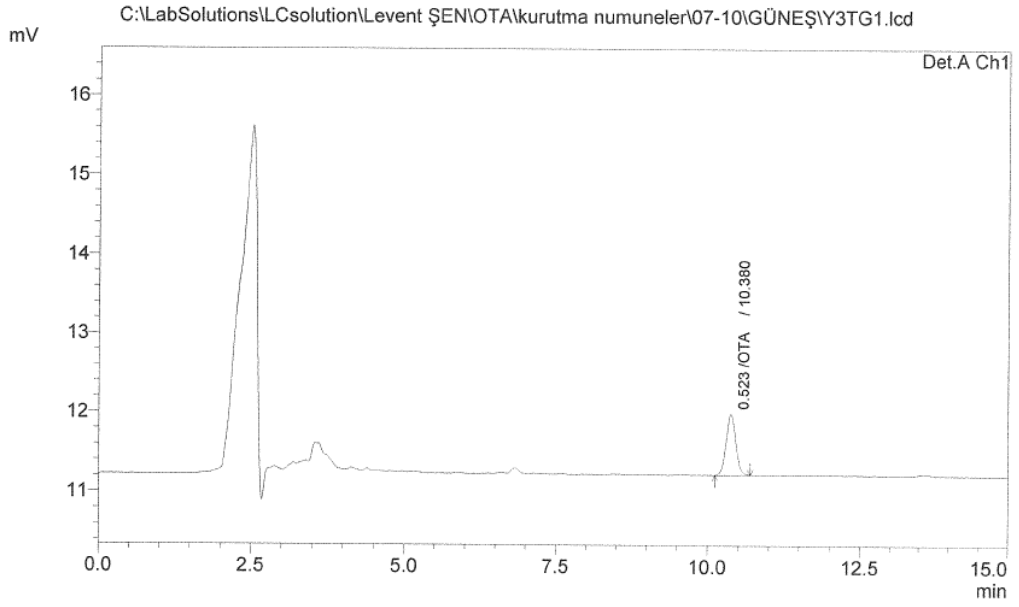
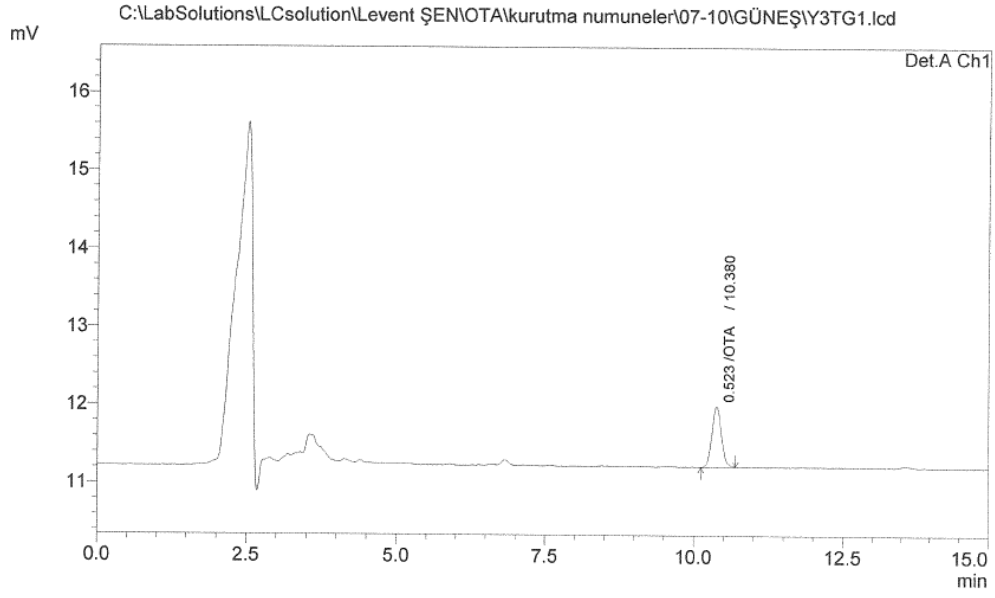


1 PDA Multi 1/214nm 4nm

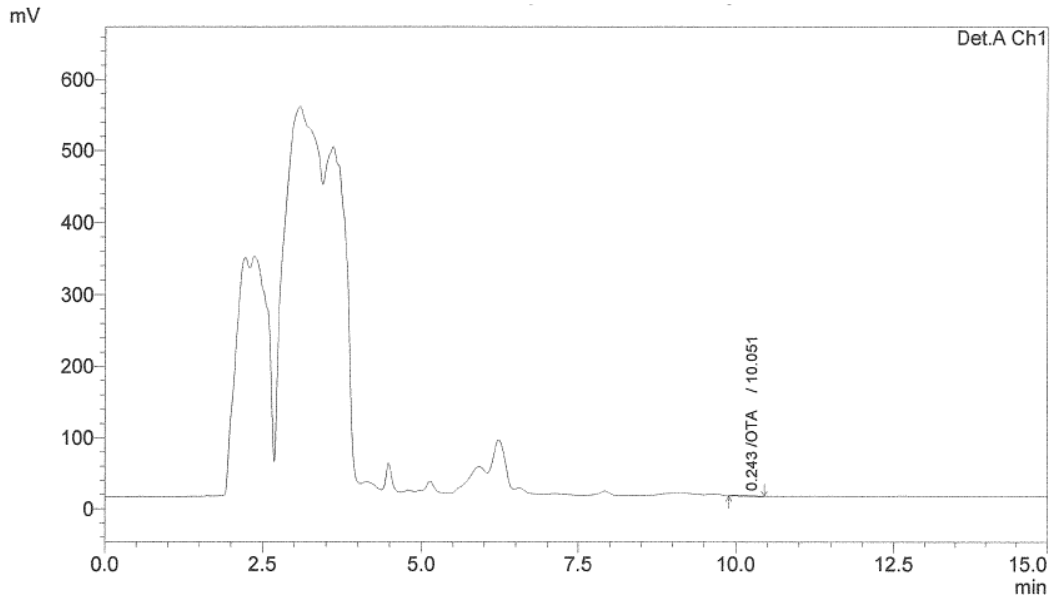
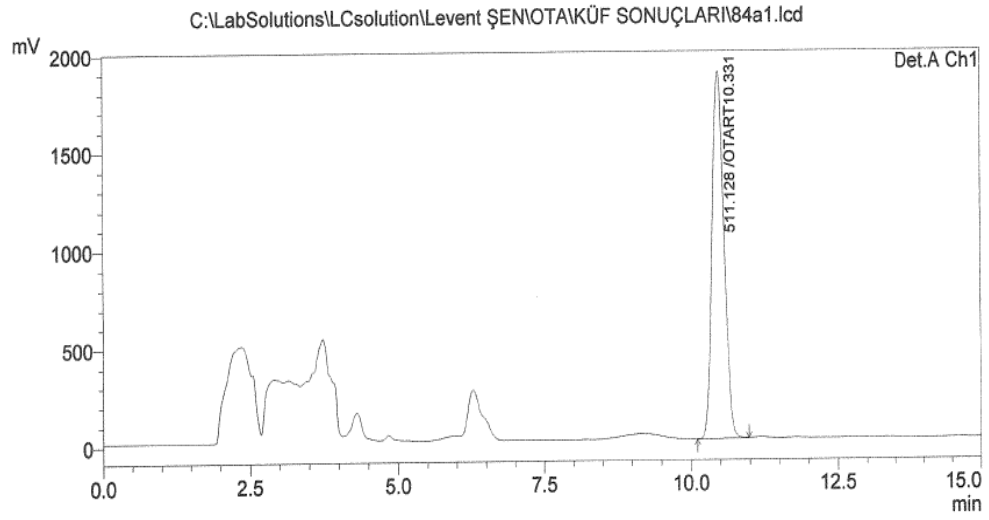


1 PDA Multi 1/214nm 4nm

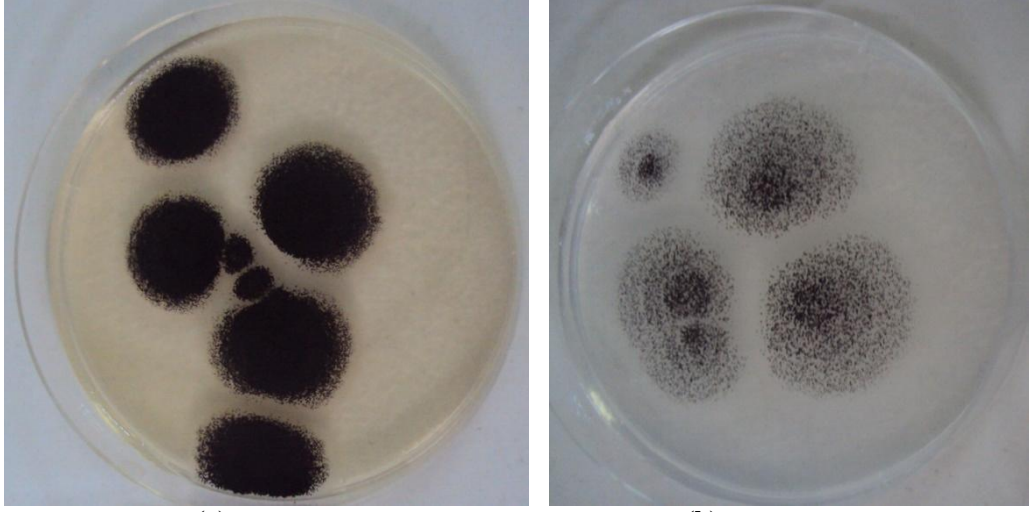
EK 5- KURUTMA SÜRESİNCE ÖRNEKLERDE BELİRLENEN OTA MİKTARLARINA AİT KROMATOGRAMLARDAN BAZILARI



EK 6- OTA ÜRETİM KAPASİTESİ BELİRLENMİŞ KÜF TÜRLERİNE AİT KROMATOGRAM



EK 7- ÇALIŞMA SÜRESİNCE TANIMLANAN KÜF TÜRLERİNE AİT FOTOĞRAF ÖRNEKLERİ



(a)

(b)

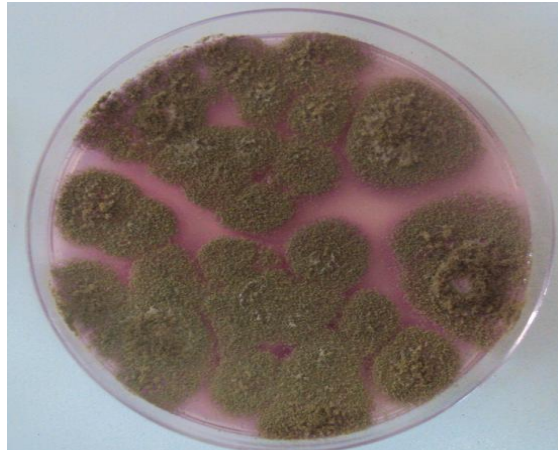
Aspergillus niger

(a) Malt Ekstrakt Agarda ve (b) Czapek Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri



(a)

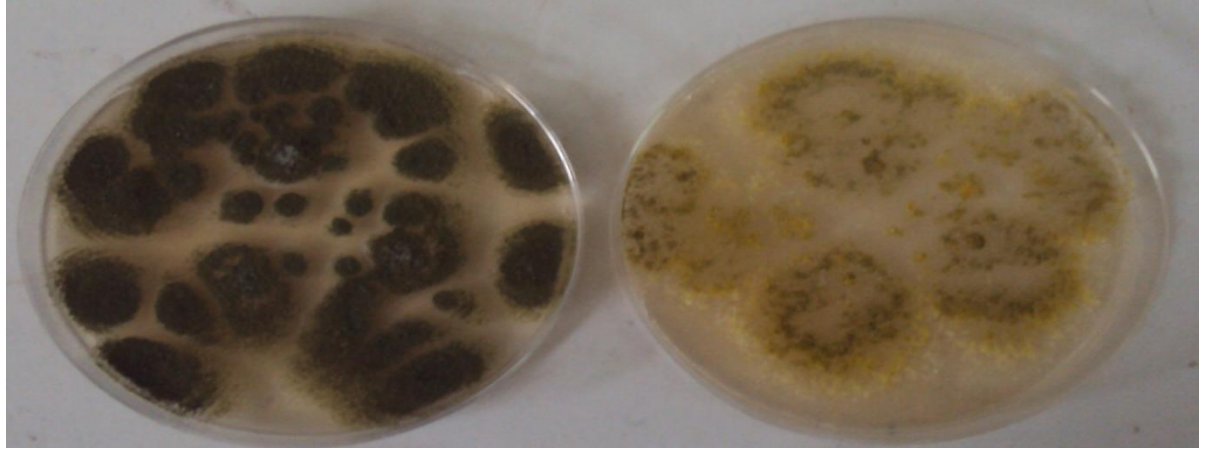
(b)



(c)

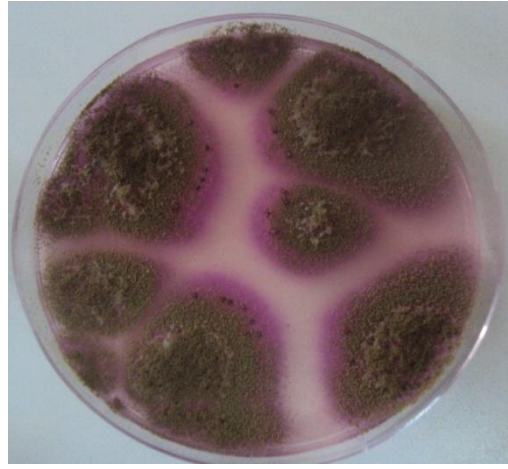
Aspergillus flavus

a) Malt Ekstrakt Agarda ve b) Czapek Dox Agar c) Rose Bengal Kloramfenikol Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri.



(a)

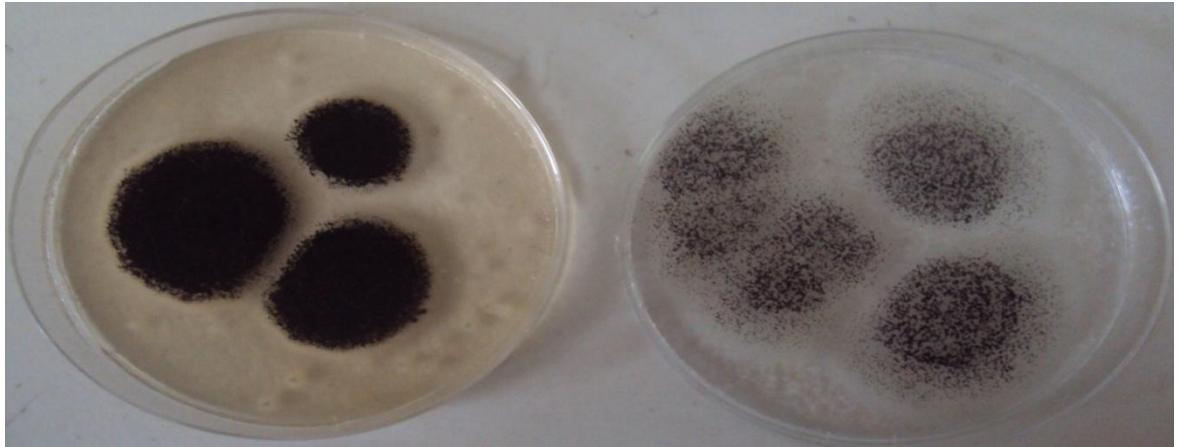
(b)



(c)

Aspergillus ochraceus

a) Malt Ekstrakt Agarda ve b) Czapek Dox Agar c) Rose Bengal Kloramfenikol Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri



(a)

(b)

Aspergillus heteromorphus

a) Malt Ekstrakt Agarda ve b) Czapek Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri



(a)

(b)

Aspergillus carneus

a) Malt Ekstrakt Agarda ve b) Czapex Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri



(a)

(b)

Aspergillus citrisporus

a) Malt Ekstrakt Agarda ve b) Czapex Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri



(a)



(b)

Penicillium humili

a) Malt Ekstrakt Agarda ve b) Czapek Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri

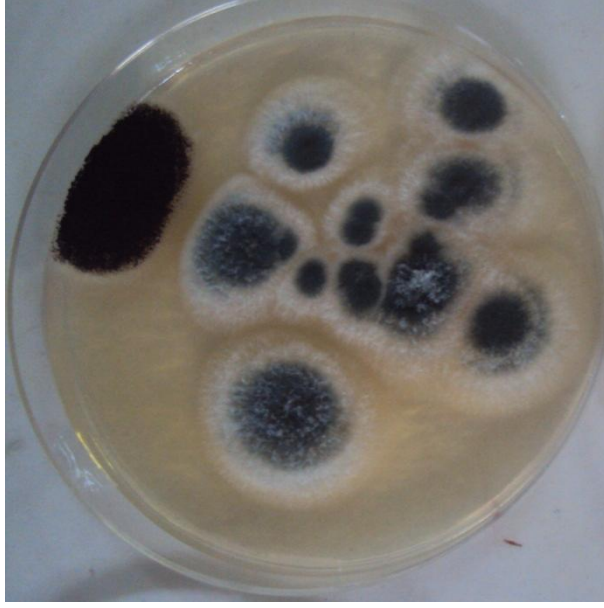


(a)

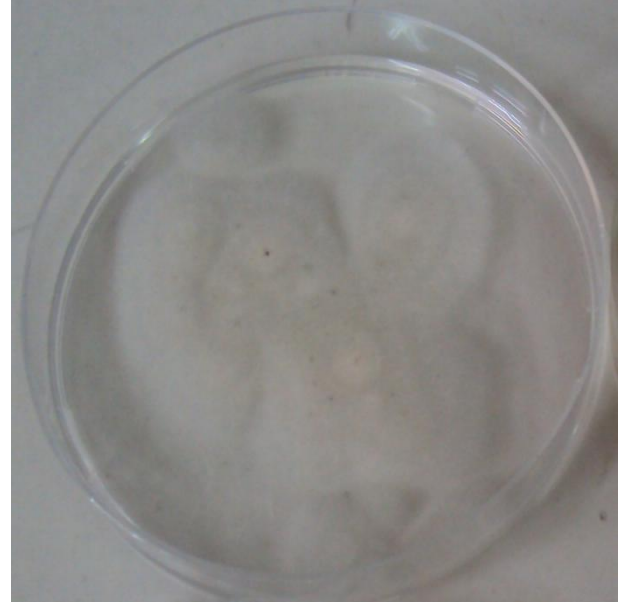
(b)

Penicillium diversum

a) Malt Ekstrakt Agarda ve b) Czapek Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri



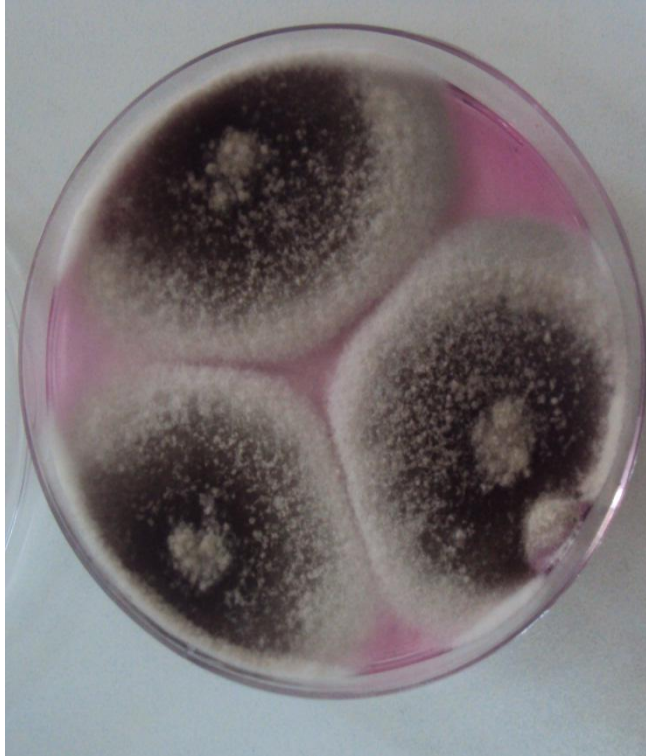
(a)



(b)

Penicillium frequentans

a) Malt Ekstrakt Agarda ve b) Czapek Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri



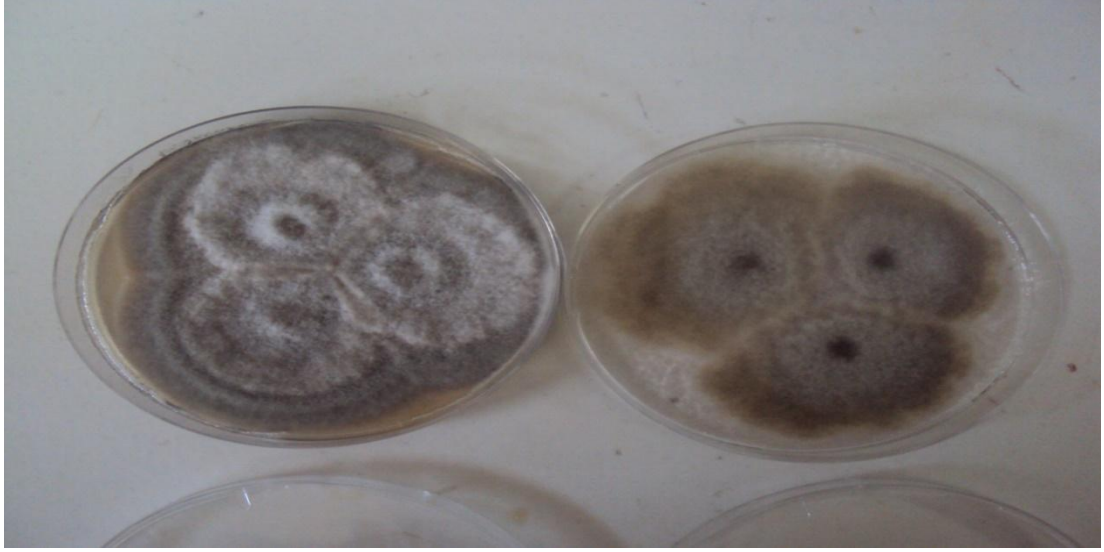
(a)



(b)

Alternaria alternata

a) Rose Bengal Kloramfenikol Agar b) Czapek Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri

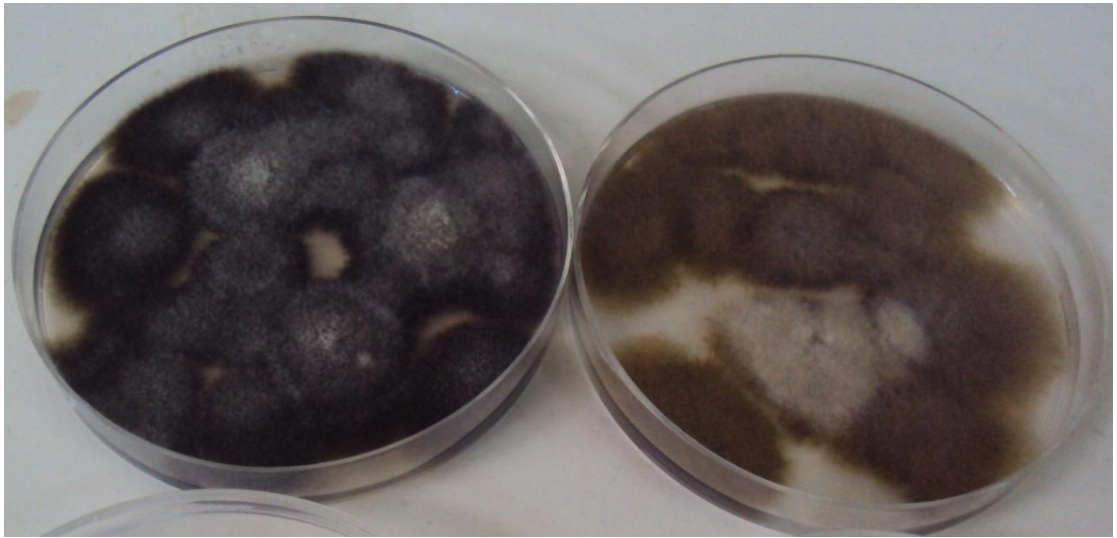


(a)

(b)

Alternaria tenuissima

a) Malt Ekstrakt Agarda ve b) Czapek Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri

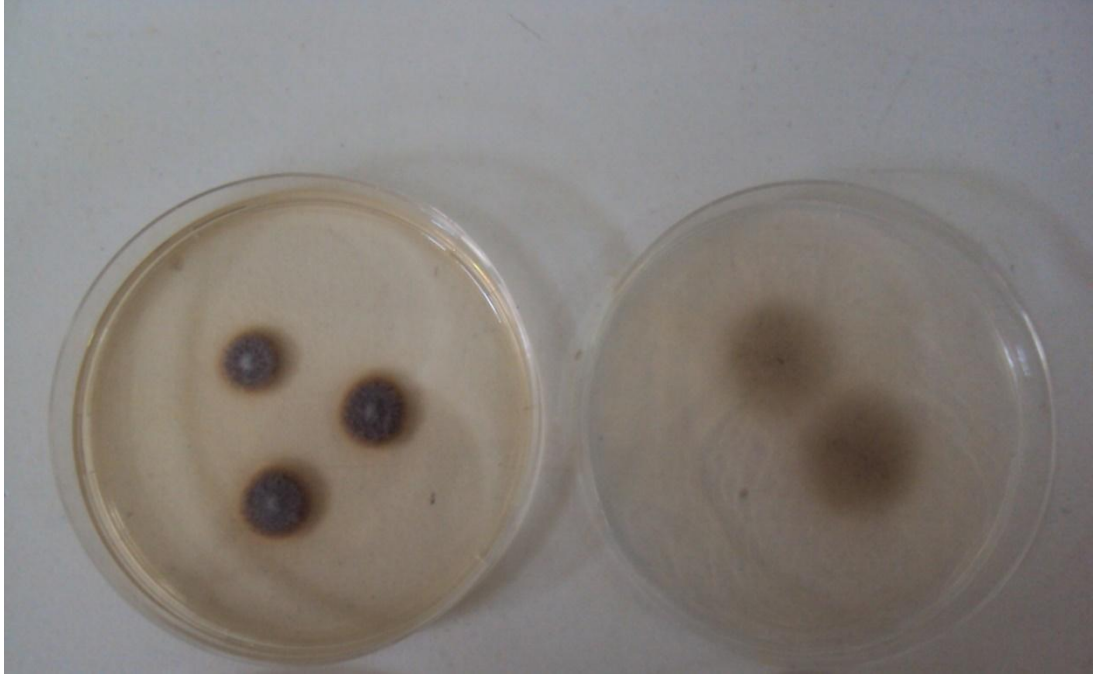


(a)

(b)

Ulacladium actrum

a) Malt Ekstrakt Agarda ve b) Czapek Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri



(a)

(b)

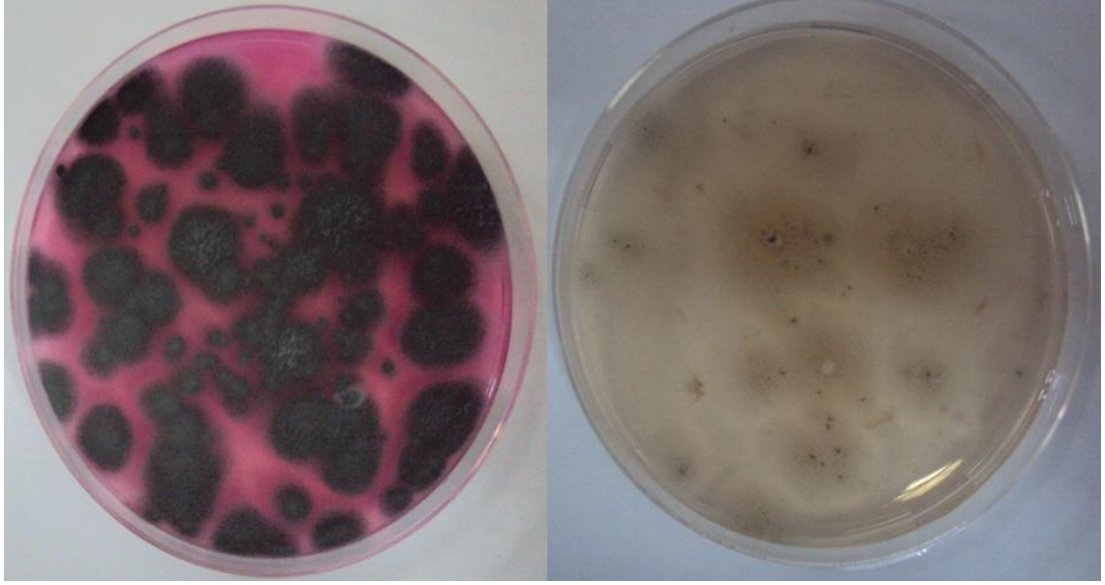
Stachybotrys aerolopsamlina
a) Malt Ekstrakt Agarda ve b) Czapex Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri



(a)

(b)

Aspergillus flavipes
a) Malt Ekstrakt Agarda ve b) Czapex Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri

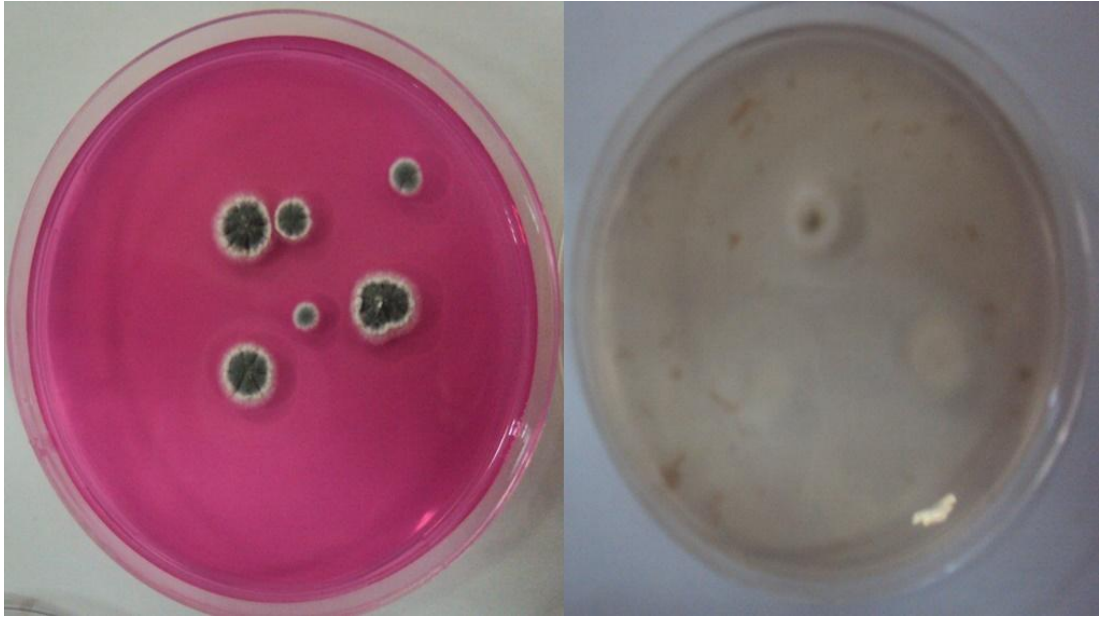


(a)

(b)

Aspergillus Fumigatus

a) *Rose Bengal Agarda* ve b) *Czapex Dox Agarda* 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri

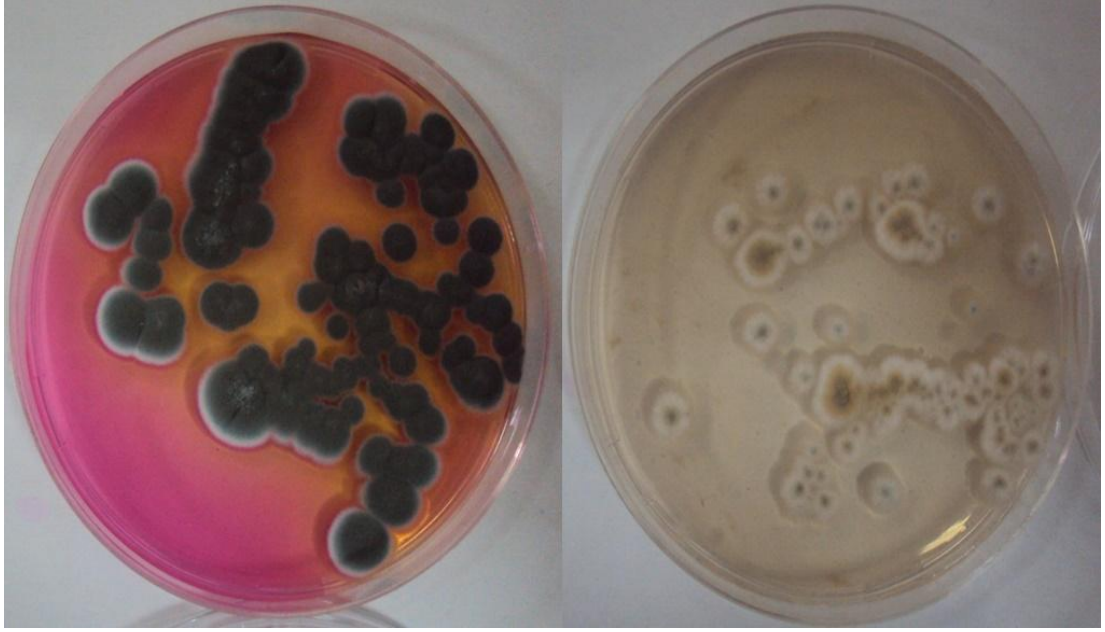


(a)

(b)

Penicillium vulpinum

a) *Rose Bengal Agarda* ve b) *Czapex Dox Agarda* 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri

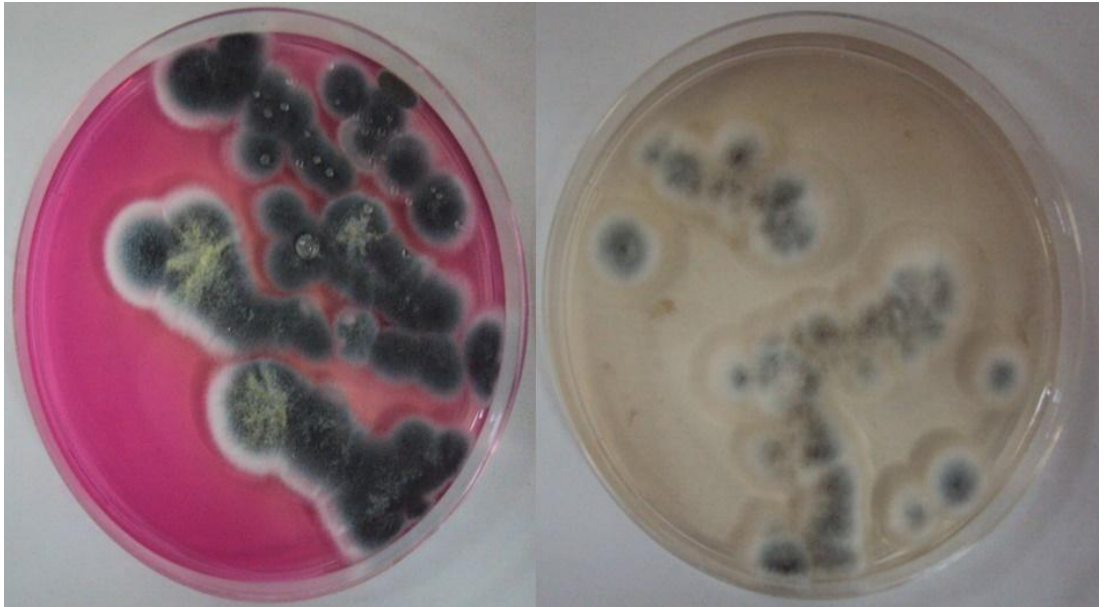


(a)

(b)

Penicillium godlewski

a) Rose Bengal Agarda ve b) Czapek Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri

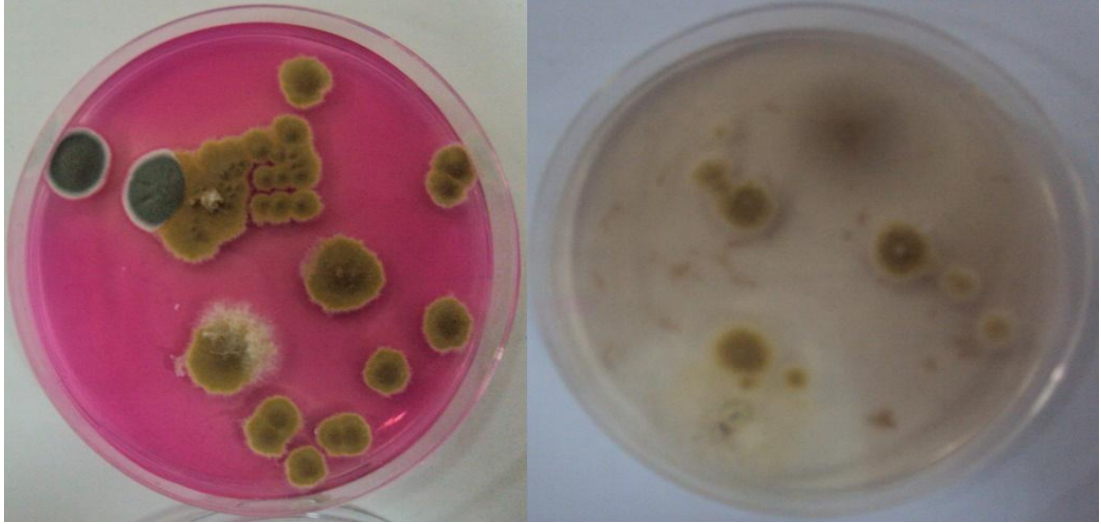


(a)

(b)

Penicillium godlewski var. botryosum

a) Rose Bengal Agarda ve b) Czapek Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri

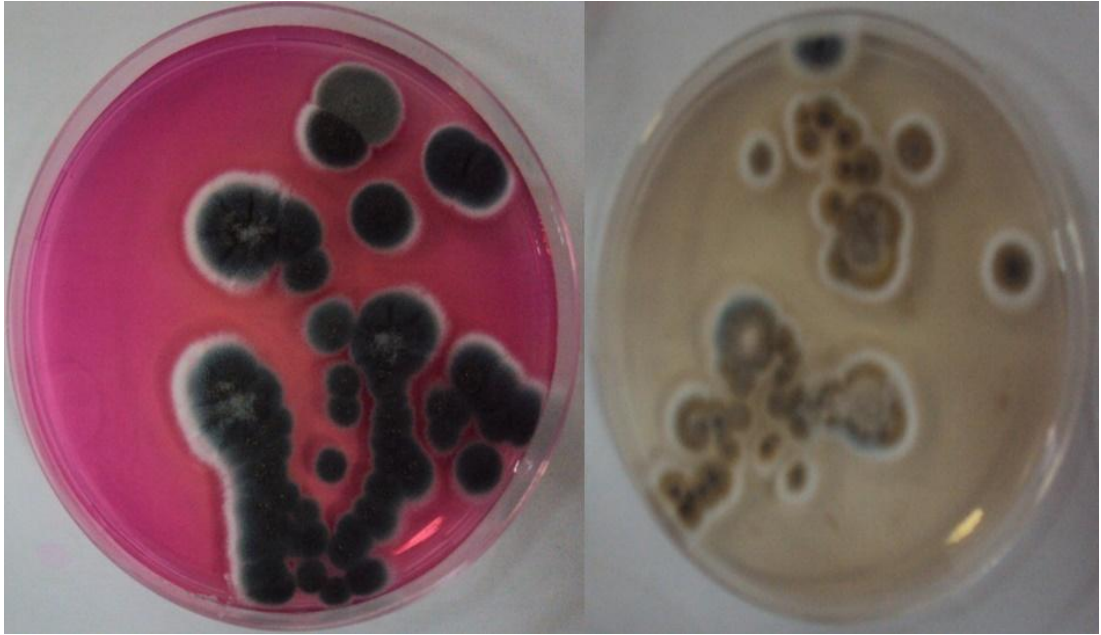


(a)

(b)

Paecilomyces variotii (syn. *Byssochlamys nivea*)

a) Rose Bengal Agarda ve b) Czapex Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri

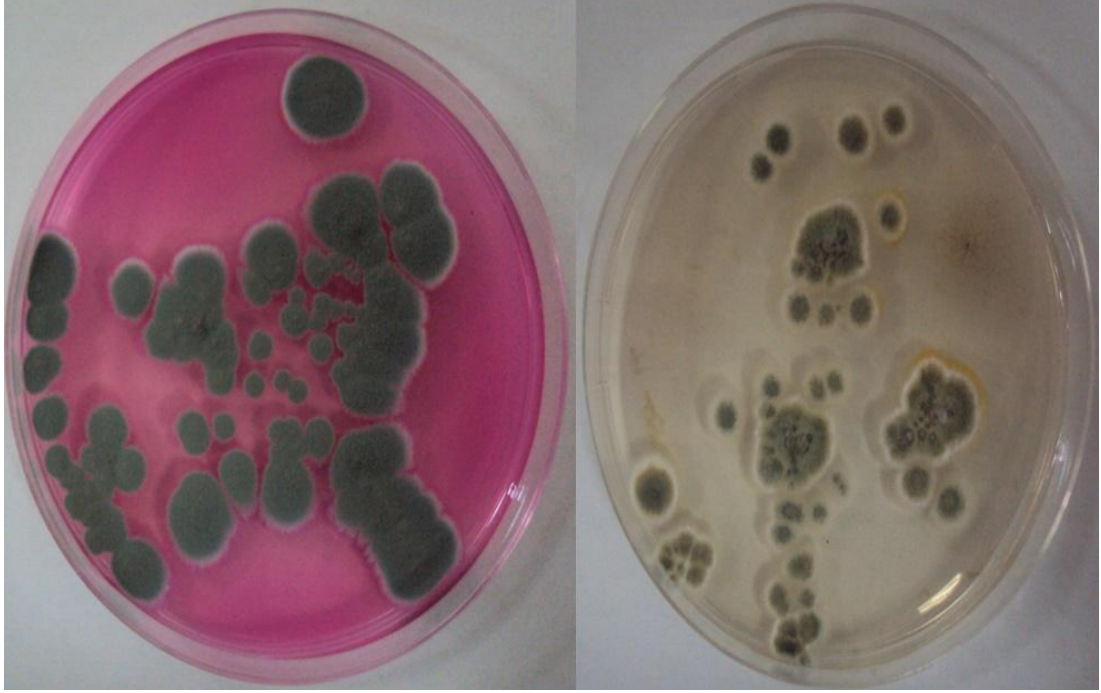


(a)

(b)

Penicillium fagi

a) Rose Bengal Agarda ve b) Czapex Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri

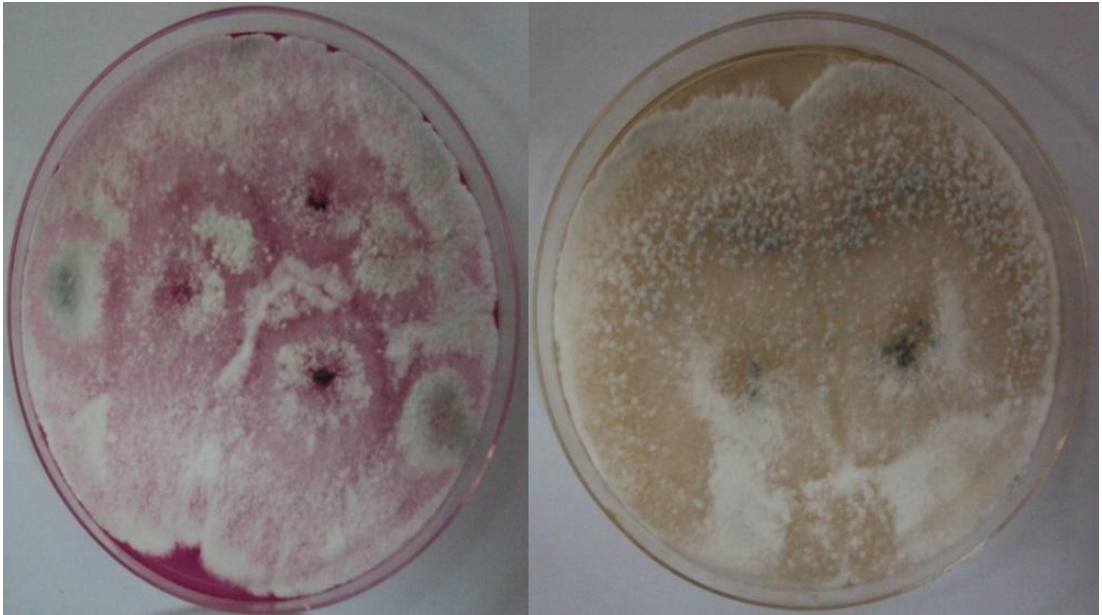


(a)

(b)

Penicillium verrucosum var. *ochraceum*

a) Rose Bengal Agarda ve b) Czapek Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri



(a)

(b)

Trichoderma viride

a) Rose Bengal Agarda ve b) Czapek Dox Agarda 25 °C' de 7 gün inkübasyondan sonraki gelişimleri