

**T.C.
DİCLE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**GAP ULUSLARARASI TARIMSAL ARAŞTIRMA VE EĞİTİM
MERKEZİNİN TESCİLLİ TAHİLLARINDA ESER
ELEMENTLERİN ICP-OES İLE TAYİNİ**

Mehmet DÜZGÜN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KİMYA ANABİLİM DALI

**DIYARBAKIR
Haziran 2013**

T.C. DİCLE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ MÜDÜRLÜĞÜ
DİYARBAKIR

Mehmet DÜZGÜN tarafından yapılan bu çalışma, "GAP Uluslararası Tarımsal Araştırma ve Eğitim Merkezi'nin Tescilli Tahıllarında Eser Elementlerin ICP-OES ile Tayini" jürimiz tarafından Kimya Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Başkan : Doç. Dr. Sait ERDOĞAN

Üye : Doç. Dr. M. Zahir DÜZ (Danışman)

Üye : Doç. Dr. Abdurrahman SAYDUT

Tez Savunma Sınavı Tarihi: 28/06/2013

Yukarıdaki bilgilerin doğruluğunu onaylarım.

.../...../2013

Prof. Dr. Hamdi TEMEL

Enstitü Müdürü

TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın her aşamasında yardım, öneri ve desteğini esirgemedi beni yönlendiren danışman hocam Sayın Doç. Dr. M. Zahir DÜZ 'e ;

Çalışmalarım için örnek toplamamda bana yardımcı olan GAPUTAEM 'in Serin İklim Tahılları Biriminden Ziraat Yük. Mühendisleri Mehmet KARAMAN, Hüsnü AKTAŞ ve Dr. İrfan ERDEMCI' ye, Yemeklik Tane Baklagilleri Biriminden Ziraat Yük. Müh. Murat KOÇ, Ziraat Yük. Müh. Medeni YAŞAR'a, Sıcak İklim Bitkileri Biriminden Ziraat Yük. Müh. Şerif KAHRAMAN'a, ayrıca laboratuvar çalışmalarım sırasında bana yardımcı olan GAPUTAEM Kalite ve Teknoloji Birimi personelleri Gıda Yük. Müh. Belgizar ÇAM, Gıda Yük. Müh. Evrim ŞATANA, Vet. Sağlık Tek. M.Veysel AKSAKAL, Kimyager Ferhat OĞURLU, Semra KARDEŞOLU, Başak ÇAKMEN ve Emine AYÇİÇEK'e, ICP-OES eğitimi konusunda Erdem ÖZDİL'e, yazım aşamasında bana yardımcı olan Endüstri Müh. Murat CANPOLAT'a ayrıca GAPUTAEM Müdürü Ziraat Yük. Müh. Sayın Şevket TEKİN'e teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Çalışmalarım boyunca bana gösterdikleri hoşgörüden dolayı eşim Emine ve oğullarım Abdullah ve Abdurrahman'a sevgilerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

TEŞEKKÜR	I
İÇİNDEKİLER	II
ÖZET	V
ABSTRACT	VI
ÇİZELGE LİSTESİ	VII
ŞEKİL LİSTESİ	X
GRAFİK LİSTESİ	XI
KISALTMA VE SİMGELER	XII
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ÖZETLERİ	3
2.1. Tahıl Ürünlerinin Değerlendirilmesi	3
2.1.1. Buğday	3
2.1.2. Arpa	8
2.1.3. Çeltik/Pirinç	10
2.1.4. Mercimek	14
2.1.5. Nohut	15
2.2. Eser Elementler	19
2.2.1. Eser Elementlerin Önemi ve Tayini	19
2.2.2. Gıdalarda Yer Alan Mineraller ve Fonksiyonları	22
2.3. Eser Elementler ve Canlılardaki Fonksiyonları	26
2.3.1. Kalsiyum(Ca)	26
2.3.2. Magnezyum(Mg)	26
2.3.3. Demir(Fe)	27
2.3.4. Bakır(Cu)	28
2.3.5. Krom (Cr)	28
2.3.6. Mangan(Mn)	29
2.3.7. Selenyum (Se)	30
2.3.8. Çinko(Zn)	32
2.3.9. Arsenik (As)	32
2.3.10. Kadmiyum (Cd)	34
2.3.11. Potasyum(K)	35
2.3.12. Sodyum(Na)	35

2.3.13.	Nikel (Ni).....	35
2.3.14.	Silisyum(Si)	36
3.3.15.	Vanadyum(V)	36
2.3.16.	Kurşun(Pb).....	37
2.4.	Eser Element ve Konsantrasyon Aralığı	38
2.5.	Eser Element Analizlerinde Örnekleme ve Örnek Hazırlama	39
2.5.1.	Bitkisel Örneklerin Analize Hazırlanması	39
2.5.1.1.	Örnek alınması	39
2.6.	Eser Element Analizlerinde Çözünürleştirme Teknikleri	40
2.6.1.	Eser Elementlerde Mikrodalga Çözünürleştirmeler	41
2.6.1.1.	Tarihsel Gelişim.....	42
2.6.2.	Çözünürleştirmede Kullanılan Asitler	43
2.7.	Eser Element Analizlerinde Çözünürleştirme Metotlarında Sistemik Hatalar	45
2.8.	Analitik Verilerin Değerlendirilmesinde Temel Kavramlar	47
2.9.	İndüktif Eşleşmiş Plazma Optik Emisyon Spektroskopisi	48
2.9.1.	Optik Cihazların Bileşenleri.....	48
2.9.2.	Işık Kaynakları.....	49
2.9.3.	Sürekli Spektrum Kaynakları.....	50
2.9.4.	Çizgi Spektrum Kaynakları.....	50
2.9.5.	Numune Kapları.....	51
2.9.6.	Dalga Boyu Seçiciler	51
2.9.6.1.	Filtreler.....	51
2.9.6.2.	Monokromatörler	51
2.9.7.	Dedektörler	52
2.9.8.	Foto Çoğaltıcı Tüp	53
2.9.9.	Sinyal işlemciler ve Göstergeler	54
2.10.	Plazma Kaynaklı Emisyon Spektroskopisi	54
2.10.1.	Doğru Akım Plazması (DCP)	56
2.10.2.	Mikrodalga Uyarmalı Plazma (MIP)	56
2.10.3.	Kapasitif Eşlemeli Mikrodalga Plazması (CMP).....	57
2.10.4.	İndüktif Eşleşmiş Plazma (ICP).....	57
2.11.	Numune Verilmesi	59
2.11.1.	Radyal Sistemler	62
2.11.2.	Aksiyal Sistemler	62
2.12.	Analitik Hatalar.....	63

2.12.1.	Cihaz Hataları	63
2.12.2.	Kişisel Hatalar.....	64
2.12.3.	Yöntem Hataları.....	64
2.12.4.	Hatanın Sonuca Yansıtılması.....	65
2.13.	Yapılan Çalışmalar.....	66
3.	MATERYAL VE METOT	85
3.1.	Materyal	85
3.2.	Çalışmada Kullanılan Aletler.....	86
3.3.	Çözünürleştirme için kullanılan sistemler.....	89
3.4.	Element analizinde kullanılan stok ve çalışma standartlarının hazırlanması	90
3.5.	Yöntem.....	91
3.6.	Metotların Uygulanması	92
3.6.1.	Element tayini için örnek hazırlama basamakları	92
3.6.1.1.	Mikrodalga ile Çözünürleştirmede İşlem Basamakları.....	92
4.	BULGULAR VE TARTIŞMA.....	95
4.1.	Toprak Analiz Sonuçları	95
4.2.	Element Analizi Sonuçları	95
5.	SONUÇ VE ÖNERİLER.....	113
6.	KAYNAKLAR	115
	ÖZGEÇMİŞ	124

ÖZET

GAP ULUSLARARASI TARIMSAL ARAŞTIRMA VE EĞİTİM MERKEZİNİN TESCİLLİ TAHILLARINDA ESER ELEMENTLERİN ICP-OES İLE TAYİNİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

MEHMET DÜZGÜN

DİCLE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA ANABİLİM DALI

2013

Bu çalışmada GAPUTAEM'in tescil etmiş olduğu 12 çeşit makarnalık buğday, 5 çeşit ekmeçlik buğday, 4 çeşit arpa, 6 çeşit mercimek, 2 çeşit nohut ve 1 çeşit pirinç olmak üzere toplam 30 tescilli ürünün (Zn, Cu, Sn, Pb, Ni, Cd, Cr, As, Se, Fe, Mn, Ca, Mg, Na, K, V, Si) element konsantrasyonları ICP-OES ile tayin edildi. As ve Se element analizleri için hidrür sistemi kullanıldı. Çözünürleştirme için mikrodalga yöntemi kullanılmıştır. Yöntemin doğruluğu ve geçerliliği için GBW-10010 (wheat) SRM maddesi kullanıldı ve sertifikalı değerler ile tayin edilen değerler arasında iyi bir uyum olduğu görüldü.

Ürünlerin yetiştiği toprakların eser elementleri aynı yöntemle analiz edildi, ayrıca makarnalık buğday ve ekmeçlik buğdayın hem un hem de kepeğinin eser element konsantrasyonlarına bakıldı. Her iki ürün çeşidinde de kepekteki mikro ve makro element miktarları undakinden yüksek bulundu. Analizler sonucunda mikro element konsantrasyonlarının literatürde belirtilen değerlere yakın olduğu görüldü. Makro elementlerde literatürde belirtilen değerler arasında bazı farklılıklar olduğu tespit edildi.

Genel olarak bütün ürünlerde element konsantrasyonları büyükten küçüğe doğru K, Mg, Ca, Na, Fe, Si, Mn, Zn, Sn, Cu, Cr, Ni, Se, Pb, V, Cd ve As şeklinde olmuştur. Bütün ürünlerde K miktarları diğer element miktarlarından yüksek çıkmıştır. Analizler sonucunda hiçbir üründe As'ye rastlanmadı.

Analiz edilen ürünlerde FAO/WHO ve Türk Gıda Kodeksi verilerine göre toksik düzeyde element konsantrasyonlarına rastlanmadı.

Anahtar Kelimeler: Tahıllar, Eser elementler, ICP-OES

ABSTRACT

DETERMINATION OF TRACE ELEMENTS IN REGISTERED CEREALS OF GAP
INTERNATIONAL AGRICULTURAL RESEARCH AND TRAINING CENTER

MSc THESIS

DICLE UNIVERSITY
INSTITUTE OF SCIENCE
DEPARTMENT OF CHEMISTRY

2013

In this study, 12 kinds of durum wheat, 5 kinds of bread wheat, 4 kind of barley, 6 kinds of lentils, 2 kinds of chickpeas and 1 kind of rice which have been registered by GAPUTAEM, including a total of 30 registered product (Zn, Cu, Sn, Pb, Ni, Cd, Cr, As, Se, Fe, Mn, Ca, Mg, Na, K, V, Si) element concentrations were determined by ICP-OES. For elemental analysis Arsenic and selenium hydride system was used. Microwave method was used for solubilization. For the accuracy and validity of the method GBW-10010 (wheat) SRM material used and certified values were determined by the fit between the values.

Trace elements in soils grown products also were analyzed in the same way, durum wheat and bread wheat's both flour and bran concentrations of trace elements views. Both products also in bran makro and micro elements found higher than flour. After analysis the micro element concentrations were close to the values specified in the literature. In the macro elements in the literature were found to be some differences between the specified values.

In General, all products of element concentrations descending right K, Mg, Ca, Na, Fe, Si, Mn, Zn, Sn, Cu, Cr, Ni, Pb, Se, V, Cd and As has been in the form. All products was high the quantities of potassium other element proportion. As a result of analysis As were not found.

The products analyzed in the According to the FAO/WHO and Turkish food Codex concentrations of the toxic levels of the element not found.

Key Words: Cereals, ICP-OES, trace elements

ÇİZELGE LİSTESİ

<u>Çizelge No</u>		<u>Sayfa</u>
Çizelge 2.1.	Buğdayın başlıca bileşenleri.....	5
Çizelge 2.2.	2010 Yılı Bölgeler Bazında Türkiye Buğday Üretimi	6
Çizelge 2.3.	2008–2010 Sertifikalı Buğday Tohumluğu Tedarik ve Dağıtım Durumu (Ton) .	6
Çizelge 2.4.	Türkiye Yıllara göre Arpa Ekim Alanı, Üretimi ve Verimi	9
Çizelge 2.5.	Türkiye Yıllara göre Çeltik Ekim Alanı, Üretimi ve Verimi	12
Çizelge 2.6.	Türkiye Kabuklu Kırmızı Mercimek Ekiliş-Üretim-Verim	14
Çizelge 2.7.	Bölgelere Göre Kabuklu Kırmızı Mercimek Ekiliş ve Üretimi	15
Çizelge 2.8.	Dünya Mercimek (Kırmızı+Yeşil) Üretimi ve Başlıca Üretici Ülkeler	15
Çizelge 2.9.	Nohut'un bazı mineral, eser element ve vitamin içerikleri	16
Çizelge 2.10.	Dünya Nohut Ekiliş, Üretim ve Verim Durumu (2002).....	16
Çizelge 2.11.	Yıllar İtibariyle Dünya nohut Üretimi.....	17
Çizelge 2.12.	Türkiyede yıllara göre nohut üretimi.....	17
Çizelge 2.13.	Diyarbakır İli Seçilmiş Tarla Ürünleri Üretimi ve Türkiye Üretim İçerisindeki Payı.....	18
Çizelge 2.14.	Diyarbakır İli Tarla Bitkileri Üretim Zaman Çizelgesi	18
Çizelge 2.15.	Temel Bazı Eser Elementlerin Keşfedildiği yıl ve Bazı Biyolojik Fonksiyonları.....	20
Çizelge 2.16.	İnsan tarafından alınan metaller	21
Çizelge 2.17.	FAO-WHO Birleşik Gıda Kodeksi'nin önerdiği ağır metal miktarları.....	24
Çizelge 2.18.	İnsan vücudunda en çok bulunan elementlerin bağıl oranları	24
Çizelge 2.19.	Ortalama 70 kg Ağırlığındaki Bir İnsanın Günlük Alması Gereken Element Miktarı.....	37
Çizelge 2.20.	Eser element analizleri için çözünürleştirme metotları	41
Çizelge 2.21.	Çözünürleştirme Yöntemlerinin Karşılaştırılması.....	45
Çizelge 2.22.	Çözünürleştirme Metotlarında Sistemik Hatalar	45
Çizelge 2.23.	Laboratuvar atmosferindeki bazı element konsantrasyonları.....	46
Çizelge 2.24.	Mikrodalga çözünleştirme programı NIST® Food SRMs. İçin.....	66

Çizelge 2.25.	NIST® 8436 Wheat Flour analiz sonuçları ICP-MS kullanılarak	66
Çizelge 2.26.	Bazı Ürdün tahıllarında ve baklagillerinde mineral element konsantrasyonu FAO ve Fas'takilerle karşılaştırılması.....	67
Çizelge 2.27.	SRM, pirinç unu ve tam pirinçteki Cu, Mn, Zn, Cd ve Pb konsantrasyonları....	68
Çizelge 2.28.	Pekindeki bazı tahıllarda 10 mineral element içerikleri	68
Çizelge 2.29.	Baklagil, tahıl ve tahıl ürünlerinde Kadmiyum, kurşun bakır ve çinko konsantrasyonları	69
Çizelge 2.30.	Whole meal BCR 189 SRM maddesindeki Cd, Cr, Cu, Ni, Pb ve Zn element konsantrasyonları ve geri kazanım değerleri.....	70
Çizelge 2.31.	Topraktaki Toplam metal konsantrasyonları.....	70
Çizelge 2.32.	Buğday örneklerinde ve arpada bazı eser element konsantrasyonları.....	70
Çizelge 2.33.	Baklagillerde HNO ₃ /H ₂ O ₂ /H ₂ SO ₄ asit karışımı kullanılarak elde edilen element konsantrasyonları.....	71
Çizelge 2.34.	Yemen'de çalışılan buğday örneklerindeki mikroelement içerikleri	71
Çizelge 2.35.	Brezilya'daki bazı sebze, tahıl ve baklagillerdeki As, Sb, Se, Te ve Bi element konsantrasyonları.....	72
Çizelge 2.36.	GBW 08503 SRM maddesindeki Na, K, Ca, Mg, P, S, Fe, Zn, Mn ve Cu element değerleri.....	73
Çizelge 2.37.	Madrid şehrindeki bazı gıda maddelerindeki eser element konsantrasyonları....	73
Çizelge 2.38.	Litvanya'da yetiştirilen buğday ve çavdarda 1994-2002 yılları arasındaki element konsantrasyonları.....	75
Çizelge 2.39.	Pirinç ve buğday yoluyla alınan kadmiyum ve kurşun miktarları.....	75
Çizelge 2.40.	NBS 1548a SRM maddesindeki Cd ve Pb konsantrasyonları ve geri kazanım değerleri.....	75
Çizelge 2.41.	Bazı toprak özellikleri ve metal konsantrasyonları İstatistik özeti.....	78
Çizelge 2.42.	Pirinçteki bazı eser element konsantrasyonları	79
Çizelge 2.43.	Mikrodalga çözünürleştirme programı belirlenmiş gıdalar için	80
Çizelge 2.44.	Cazayir'deki iki önemli şehrin topraklarındaki Cd, Co, Cu, Ni, Pb ve Zn konsantrasyonları	82
Çizelge 2.45.	Etiyopya'daki bazı mercimeklerdeki eser elementler için Cd, Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb ve Zn standart hazırlama konsantrasyonları	83
Çizelge 2.46.	Etiyopyadaki bazı mercimeklerde bulunan ortalama Cd, Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb ve Zn konsantrasyonları	83
Çizelge 3.1.	Eser element analizleri yapılacak ürünlerin çizelgesi	85
Çizelge 3.2.	ICP-OES ile yapılan element tayinindeki analiz parametreleri.....	87

Çizelge 3.3.	Çözünürleştirme amaçlı kullanılan asitler ve özellikleri	90
Çizelge 3.4.	Toprak için mikrodalga çözünürleştirme programı	92
Çizelge 3.5.	Buğday ve Pirinç için mikrodalga çözünürleştirme programı	93
Çizelge 3.6.	Mercimek, nohut ve arpa için mikrodalga çözünürleştirme programı	93
Çizelge 4.1.	Pirinç, Mercimek, Nohut, Arpa ve Buğday ekilen toprakların bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri	95
Çizelge 4.2.	Sertifikalı referans maddenin element içerikleri ve parçalama sonrası tayin edilen element içerikleri (n=3, ortalama ± standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık)	96
Çizelge 4.3.	Buğday, Arpa, Mercimek, Nohut ve Pirinç'in Ekildiği Toprağın Element İçerikleri(n=3, ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık)	97
Çizelge 4.4.	Analiz Edilen Ürünlerin Protein Değerleri	98
Çizelge 4.5.	Analizi Yapılan Ürünlerin Element İçerikleri (n=3,ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık)	99
Çizelge 4.5.	Analizi yapılan Ürünlerin Element İçerikleri (n=3, ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık) (devamı)	100
Çizelge 4.5.	Analizi Yapılan Ürünlerin Element İçerikleri (n=3, ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık) (devamı)	101
Çizelge 4.5.	Analizi Yapılan Ürünlerin Element İçerikleri(n=3, ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık) (devamı)	102
Çizelge 4.5.	Analizi Yapılan Ürünlerin Element İçerikleri(n=3,ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık) (devamı)	103
Çizelge 4.5.	Analizi Yapılan Ürünlerin Element İçerikleri (n=3, ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık) (devamı)	104
Çizelge 4.6.	Makarnalık Buğday ve Ekmeklik Buğdayın Un ve Kepeklerindeki element içerikleri (n=3, ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık)	105

ŞEKİL LİSTESİ

<u>Sekil No</u>		<u>Sayfa</u>
Şekil 2.1.	Buğday çekirdeği.....	4
Şekil 2.2.	Makarnalık ve yumuşak buğdayın kimyasal bileşimi	5
Şekil 2.3.	Türkiye Çeltik Ekim Bölgeleri	12
Şekil 2.4.	Eser element tayinleri.....	19
Şekil 2.5.	Vücut Sıvısındaki Konsantrasyona Bağlı Olarak Ağır Metallerin Etkileri	21
Şekil 2.6.	Ağır Metallerin İnsan Vücudunda Etki Mekanizması.....	25
Şekil 2.7.	Mikrodalga çözünürleştirme aparatları	43
Şekil 2.8.	Optik spektroskopide kullanılan cihazların bileşenleri	49
Şekil 2.9.	Bazı görünür bölge ışık kaynakları	50
Şekil 2.10.	Spektral Bölgede sürekli ve çizgi spektrum kaynakları	50
Şekil 2.11.	İki tip monokromatör	52
Şekil 2.12.	Foto çoğaltıcı tüpün yapısı	53
Şekil 2.13.	a) Plazma b) ICP Yapısı c) ICP Sıcaklık Dağılımı	56
Şekil 2.14.	Kapasitif Eşlemeli Mikrodalga Plazması (CMP), Mikrodalga Uyarımlı Plazma(MIP),Ve İndüktif Eşlemeli Plazma (ICP)	57
Şekil 2.15.	ICP-OES şematik gösterimi	59
Şekil 2.16.	Örneğin plazmaya taşınması	60
Şekil 2.17.	Aksiyal plazma.....	62
Şekil 2.18.	Radyal plazma.....	62
Şekil 3.1.	Analizi yapılan ürünlerden bir görüntü	86
Şekil 3.2.	Buğday ve arpa başakları	86
Şekil 3.3.	Thermo ICAP 6300 model ICP-OES ve Cetac ASX 260 Autosampler	87
Şekil 3.4.	Perten 3100 Kırma Un değirmeni	88
Şekil 3.5.	Eker Un Değirmeni	89
Şekil 3.6.	Milestone Start D Mikrodalga Fırın	90

GRAFİK LİSTESİ

<u>Grafik No</u>		<u>Sayfa</u>
Grafik 2.1.	2010/11 Dünya Buğday Üretiminde Başlıca Ülkelerin Payları	7
Grafik 2.2.	2010/11 Dünya Buğday Tüketiminde Başlıca Ülkelerin Payları	7
Grafik 2.3.	2010/11 Dünya Arpa Üretiminde Başlıca Ülkelerin Payları	9
Grafik 2.4.	2010/11 Dünya Arpa Tüketiminde Başlıca Ülkelerin Payları.....	10
Grafik 2.5.	2010/11 Dünya Pirinç Üretiminde Başlıca Ülkelerin Payları	13
Grafik 2.6.	2010/11 Dünya Pirinç Tüketiminde Başlıca Ülkelerin Payları	13

KISALTMA VE SİMGELER

AAS	: Atomik Absorpsyon Spektrofotometresi
AB	: Avrupa Birliđi
AES	: Atomik Emisyon Spektrofotometresi
CV-AAS	: Sođuk Buhar Atomik Absorpsyon Spektrofotometresi
dl	: Desilitre
ETAAS	: Elektrotermal Atomik Absorpsyon Spektrofotometresi
FAAS	: Alevli Atomik Absorpsyon Spektrofotometresi
FAO	: Gıda ve Tarım Örgütü
FAOSTAT	: Gıda ve Tarım Örgütü İstatistik Veri Tabanı
fg	: Femtogram
GAPUTAEM	: GAP Uluslararası Tarımsal Araştırma ve Eğitim Merkezi
GB	: Görünür Bölge
GFAAS	: Grafit Fırınlı Atomik Absorpsyon Spektrofotometresi
Ghz	: Cigahertz
GTF	: Glikoz Tolerans Faktörü
HEPA	: Yüksek Verimli Partikül Hava
HG-AFS	: Hidrür Oluşturmalı Atomik Floresans Spektrofotometresi
ICP-AES	: İndüktif Eşleşmiş Plazma Atomik Emisyon Spektrofotometresi
ICP-MS	: İndüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrofotometresi
ICP-OES	: İndüktif Eşleşmiş Plazma Optik Emisyon Spektrofotometresi
IGC	: Uluslararası Hububat Konseyi
INNA	: İnrümental Nötron Aktivasyon Analiz
IR	: İnrared
Kg	: Kilogram
Kw	: Kilovat
mA	: Miliamper
mg	: Miligram
µg	: Mikrogram

Mhz	: Megahertz
MSS	: Merkezi Sinir Sistemi
NIST	: Ulusal Standartlar ve Teknoloji Enstitüsü
°K	: Kelvin
pg	: Pikogram
ppb	: Milyarda bir kısım
ppm	: Milyonda bir kısım
PTFE	: Politetrafloretillen
SRM	: Standart Referans Materyal
TSE	: Türk Standartları Enstitüsü
TÜGEM	: Tarımsal Üretim ve Geliştirme Genel Müdürlüğü
TÜİK	: Türkiye İstatistik Kurumu
TXRF	: Toplam Yansıma X-ışını Floresans
USDA	: Birleşik Devletler Tarım Bakanlığı
UV	: Ultraviyole
WHO	: Dünya Sağlık Örgütü
XRF	: X-ışını floresans spektrometresi

1. GİRİŞ

Tarım yaşamın temel unsurlarından biri olan beslenme ihtiyacının karşılanmasının ötesinde diğer tüm sektörlerin lokomotifi olma özelliği nedeniyle de tüm dünyada halen önemini korumaktadır.

Ülkemiz, geniş bir ürün yelpazesine imkan veren iklim ve ekolojik özellikleri nedeniyle tarımsal üretim açısından avantajlı bir ülke olup yeterlilik açısından iyi durumdadır. Üstelik toplam istihdamın yaklaşık %25'lik bir kısmı tarım sektöründe istihdam edilmektedir. Buna karşılık tarımın gayrisafi milli hasıladaki payı %10, ihracat gelirleri içerisindeki payı ise yaklaşık % 4 tür (TÜİK 2011).

Tarım yapılabilir 24,3 milyon hektarlık tarım alanı içerisinde %50 ile en büyük payı tahıllar almaktadır. Toplam tahıl alanları içerisinde ise %67'lik pay ile buğday ilk sırada yer almaktadır. Buğdayı %25'lik payla arpa %1'lik payla da çeltik takip etmektedir (TÜİK 2011).

Mercimek, nohut, fasulye, bezelye, bakla ve börülceyi içine alan baklagiller, dünyadaki 2 milyar'dan fazla insan için protein kaynağıdır. Yağ oranı düşük, karbonhidrat oranı yüksek ve besleyicidir. Dünyada insan beslenmesindeki bitkisel proteinlerin %22'si, karbonhidratların %7'si; hayvan beslenmesindeki proteinlerin %38'i karbonhidratların %5'i yemeklik tane baklagillerden sağlanmaktadır. Tarla bitkileri yetiştiriciliğinde ekim alanı ve üretim bakımından tahıllardan sonra gelen tane ürünüdürler. Türkiye'de tarla bitkileri üretimi yapılan toplam alanın yaklaşık %74'ünü oluşturan tahıllar birinci, %8.3'ünü oluşturan yemeklik tane baklagiller ise ikinci sırada yer almaktadır (TÜİK 2009).

Tahıllar ve kuru baklagiller mineral maddeler bakımından oldukça zengin besinlerdir. Beslenmede büyük önemleri olan buğday, arpa, pirinç, mercimek ve nohut gibi ürünlerin tüketimi oldukça fazladır. Bu nedenle bu ürünlerin içerdikleri mineral ve eser elementlerin analizi oldukça önemlidir. Dünyada gıdaların içerdikleri eser elementlerle ilgili oldukça fazla çalışma vardır fakat Türkiye'de bu alanda az çalışma yapılmış olup, bölgemizde tahıllardaki eser elementlerle ilgili hemen hemen hiç çalışma yapılmamıştır.

Bu alıřmada GAP Uluslararası Tarımsal Arařtırma ve Eęitim Merkezi (GAPUTAEM)'nin tescilli tahılları (12 eřit makarnalık buęday, 5 eřit ekmeklik buęday, 6 eřit mercimek, 4 eřit arpa, 2 eřit nohut ve 1 eřit pirin) analiz edilerek ierdikleri eser element konsantrasyonları (Zn, Cu, Sn, Pb, Ni, Cd, Cr, As, Se, Fe, Mn, Ca, Mg, Na, K,V, Si) tayin edilmiřtir.

Element analizi iin rnekler mikrodalga ile özünürleřtirildikten sonra ICP-OES ile analizleri gerekleřtirilmiřtir.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

2.1.Tahıl Ürünlerinin Değerlendirilmesi

2.1.1. Buğday

Günümüzden yaklaşık 10 bin yıl önce yeryüzünde tarım yapılan ilk insan köyleri Güneydoğu Anadolu'da ve Kuzey Suriye'de görülmeye başlandı (Nesbitt ve Samuel 1996). Suriye'deki Abu Hüreyra ve Türkiye'deki Cafer Höyük, Çayönü, Nevali, Çori gibi arkeolojik ören yerleri bu ilk tarım köyleri arasındadır. Bundan sonraki 1500 yıl içindedir buğday tarımı güneye (Örneğin Ürdün Vadisi'ndeki Beidha), doğuya (İran'daki Jarmo ve Ali Kosh) ve batıya (Orta Anadolu'daki, Aşıklı Höyük, Can Hasan III ve Çatalhöyük) yayıldı. Avrupa'da ele geçen en eski kültür buğday örnekleri Yunanistan'dan elde edilip M.Ö. 5900 yıllarına aittir (Nesbitt ve Samuel 1996). Neolitik (Yenitaş Çağı) olarak adlandırılan bu döneme ait yerleşmelerden, düzenli olarak ele geçen buğday kalıntıları tarımın, artı ürünün, yerleşik yaşamın ve toplumsal değerlerin ortaya çıkmaya başladığı ilk zamanlarda buğdayın insanlar için vazgeçilmez yerine işaret etmektedir.

Karbonhidrat kaynağı olan buğday, un haline getirilerek ekmek ve diğer unlu gıdaların imalatında kullanıldığı gibi, bulgur, makarna, bisküvi gibi çok değişik ürünler şeklinde mutlak suretle günlük beslenmemizde yer almaktadır. Öğütme teknolojisi sonucunda ortaya çıkan kepek ve diğer yan ürünler ile düşük vasıflı buğdaylar, hayvan yemi olarak kullanılmaktadır. Ayrıca son yıllarda ortaya çıkan yenilenebilir enerji kavramı ile birlikte buğdayın biyoetanol üretiminde de kullanımına rastlanmaktadır.

Buğdaylar botanik yapısına göre üç sınıfa ayrılmaktadır:

1-Triticum aestivum (ekmeklik buğday)

2-Triticum durum (makarnalık buğday)

3-Triticum compactum (topbaş veya bisküvilik buğday)

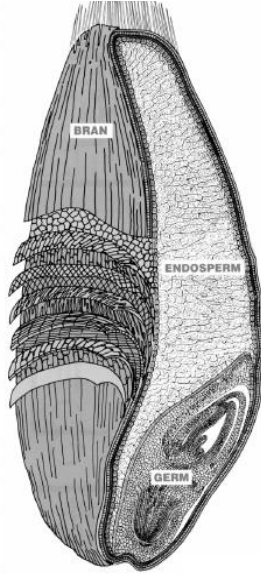
Ayrıca buğdaylar sertlik tane rengi ve ekiliş durumuna görede sınıflandırılmaktadır.

Tane sertliğine göre; Sert buğday, yarı sert buğday, yumuşak buğday

Tane rengine göre ; kırmızı buğday, beyaz buğday

Ekilişlerine göre; yazlık buğday, kışlık buğday

Buğday tanesi, kabuk (perikarp), rüşeym (embiryo) ve endosperm olmak üzere üç kısımdan oluşmaktadır. Endosperm tanenin %85' ini oluşturur ve bu kısımdan un elde edilir. Kabuk kısmından kepek elde edilir ve genellikle yem sanayisinde kullanılır. Rüşeym (embiryo) ise genellikle kepeklerle beraber kalmakta, bazanda ayrılmaktadır. Rüşeym, gıda olarak tüketilmekte ve ayrıca buğday yağı elde edilmesinde de kullanılır (Hububat Raporu 2010).



Şekil 2.1. Buğday çekirdeği (Tadesse 2006)

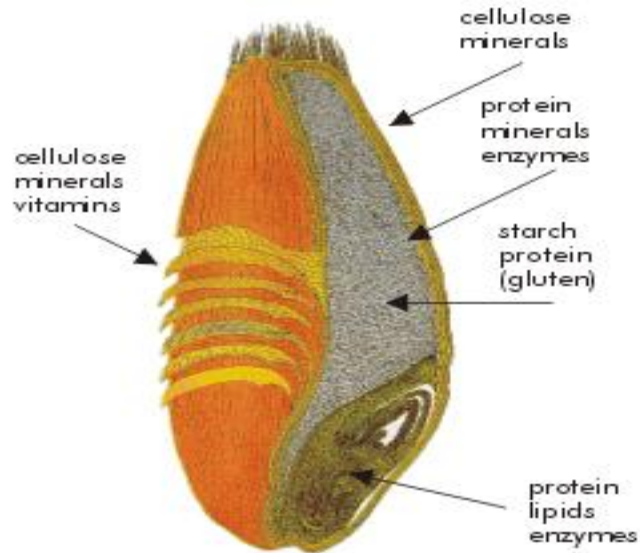
Buğday tanesinin bileşimi, çeşitlerine göre ve bölgesel olarak değişiklik göstermesine rağmen, ortalama %12 su, %70 karbonhidrat, %12 protein, %2 yağ, %2,2 selüloz ve %1.8 kül içermektedir.

Çizelge 2.1. Buğdayın başlıca bileşenleri

Bileşen	Endosperm	Tohum	Kepek
Karbonhidrat	74.0	46.0	51.2
Nişasta	72.5	10-30	12.2
Fiber (çözünmeyen)	3.3	8.1	45.0
Protein	10.6	26.6	16.0
Lizin	0.25	1.62	0.64
Yağ	0.98	9.2	4.65
Mineraller	0.35	4.2	4.15
fosfor	108	1100	1240
Potasyum	108	837	1390
Magnezyum	21	250	590
Demir	1.95	8.1	12.9
Vitaminler			
B1 (tiamin)	0.06	2.01	0.65
B2 (riboflavin)	0.03	0.72	0.51
Nikotinamid (yada niasin)	0.7	4.5	17.7
Vitamin E	2.3	27.6	9.1
su	13.9	11.7	11.5
Enerji (KJ)	1490	1450	789

(<http://www.smallgrains.org/WHFACTS/nutrflrs.html>, Tadesse 2006)

Tahıl kısım için 100 g başına gram olarak, mineraller ve elementler için miligram, enerji için, kilojoule kullanılmıştır.



Şekil 2.2. Makarnalık ve yumuşak buğdayın kimyasal bileşimi (Tadesse 2006)

2. KAYNAK ÖZETLERİ

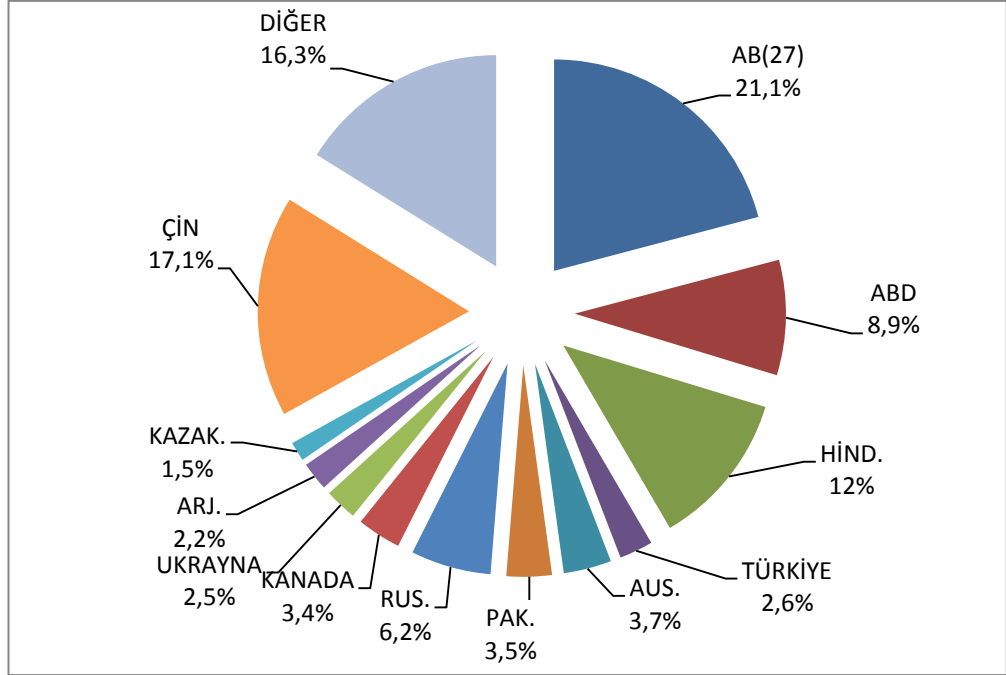
Çizelge 2.2. 2010 Yılı Bölgeler Bazında Türkiye Buğday Üretimi (Bin Ton)

Bölge Adı	Ekmeklik Buğday		Makarnalık Buğday	
	Miktar	%	Miktar	%
Marmara Bölgesi	2.730	17	6	0,2
Ege Bölgesi	1.133	7	372	11
İç Anadolu Bölgesi	5.458	34	803	23
Akdeniz Bölgesi	2.106	13	348	10
Doğu Anadolu Böl.	1.186	7	140	4
Güneydoğu Anadolu	1.821	11	1.590	46
Karadeniz Bölgesi	1.777	11	191	6
Toplam	16.210	100	3.450	100

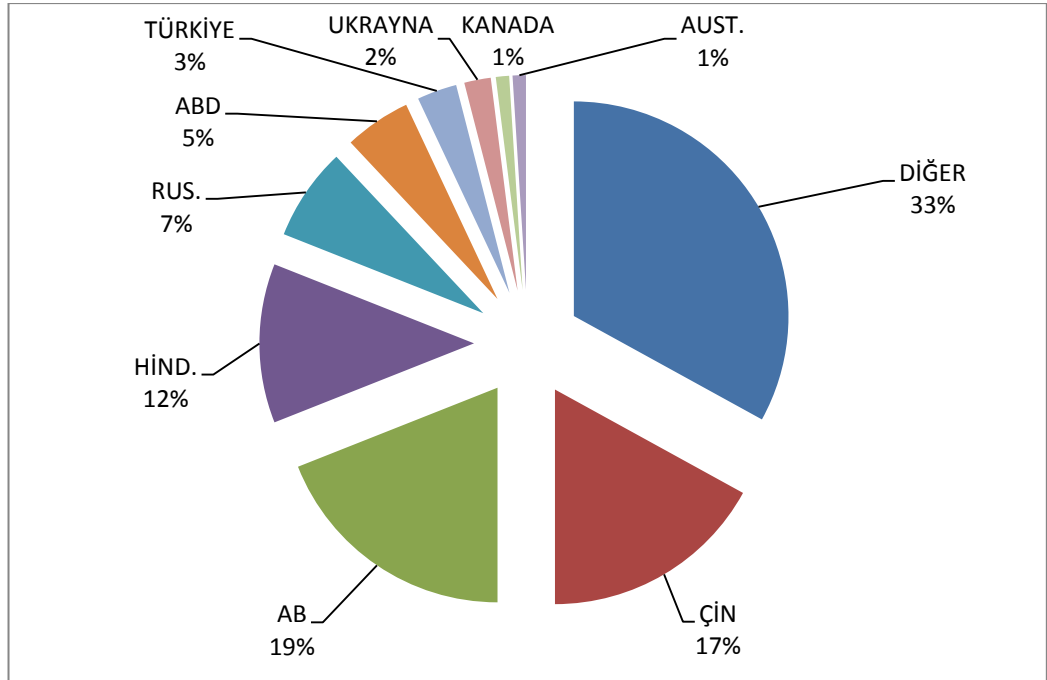
Çizelge 2.3. 2008–2010 Sertifikalı Buğday Tohumluğu Tedarik ve Dağıtım Durumu (Ton)

2008 Yılı						
Kuruluş	Üretim	İthal	Stok	Toplam tedarik	Dağıtım	İhraç
Kamu	69.885	35	31.642	101.563	83.432	1.900
Özel	75.636	576	4.577	80.789	72.084	2.512
Toplam	145.521	611	36.219	182.352	155.16	4.412
2009 Yılı						
Kamu	125.566	20	16.255	141.840	141.840	-
Özel	95.634	1.032	3.359	99.151	63.644	-
Toplam	221.200	1.052	19.614	240.991	205.484	-
2010 Yılı						
Kamu	167.152	80	39.235	206.467	116.311	0
Özel	148.473	427	27.029	175.899	76.650	4.534
Toplam	315.625	507	66.264	382.366	192.961	4.534

Kaynak: TÜGEM 2011

Grafik 2.1. 2010/11 Dünya Buğday Üretiminde Başlıca Ülkelerin Payları (%)

Kaynak: IGC Mart/2011 raporu.

Grafik 2.2. 2010/11 Dünya Buğday Tüketiminde Başlıca Ülkelerin Payları (%)

Kaynak: IGC Mart/2011 raporu.

2.1.2. Arpa

Arpa, Dünyada tahıllar içersinde üretimde buğday, çeltik ve mısırdan sonra 4. Sırada yer almaktadır. Türkiye’de ise buğdaydan sonra ikinci sıradadır. Arpa buğdaygiller familyasından gelmektedir. Tek yıllık bir uzun gün bitkisi olan arpa, değişik gün uzunluklarına da uyum sağlayabilmektedir.

Kültüre alınmış arpalar:

İki sıralı arpalar (hordeum distichum)

Altı sıralı arpalar (hordeum hexastichum) olarak sınıflandırılmaktadır.

İlk arpa üretiminin Güney Asya ile Etiyopya’nın yüksek kesimlerinde yapıldığı sanılmaktadır. M.Ö. 5 bin yıllarında Mısır’da arpa ekildiğine inanılmaktadır.

Arpa, fazla soğuk ve fazla sıcak olmayan nispi nemi yüksek olan yerlerde iyi gelişir. Sıcaklığı 0 °C ‘nin altına düşmeyen ve 18-20 °C’nin üzerine çıkmayan, nispi nemi % 70-80 olan yerler arpa için uygundur. Soğuk bölgelerde iki sıralı ılıman bölgelerde ise altı sıralı arpalar yetiştirilmektedir.

Arpa toprak isteği bakımından da seçicidir. Arpanın toprak isteği; havalanması iyi olan, en az %5 organik madde içeriği olan, nötr ve tınlı topraklardır. Asitli topraklara duyarlı, buna karşılık tuzlu topraklara dayanıklıdır. Toprakta fazla miktarda tuz kaldırdığı için sulu tarım alanlarında ekim nöbetinde önemli bir yer tutmaktadır.

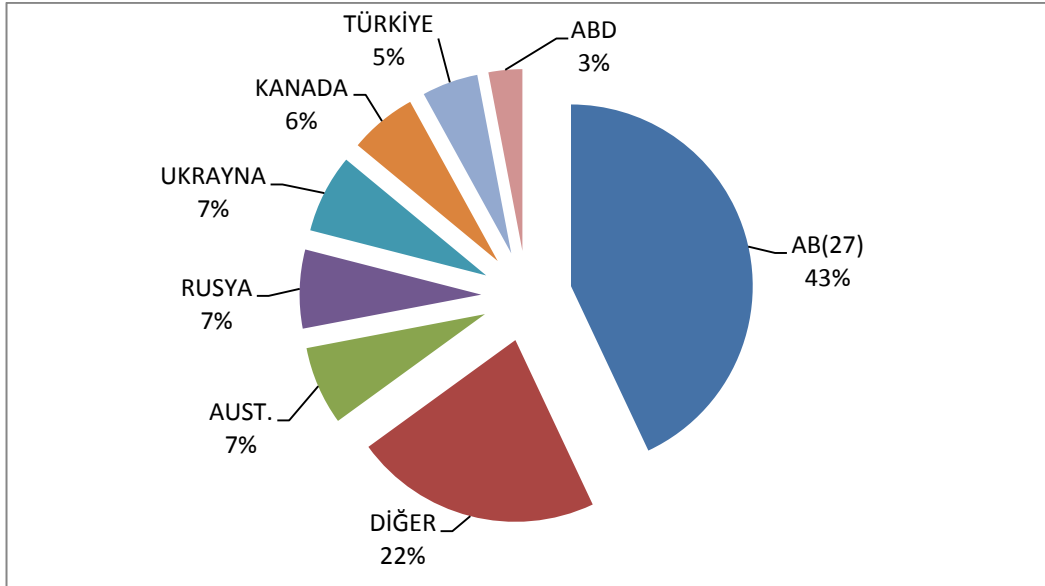
Dünya ekonomisinin olduğu kadar ülkemiz ekonomisinde temelini oluşturan tahıllar içersinde yer alan arpanın insan beslenmesinde doğrudan kullanımı çok azdır. Hayvansal üretim faaliyetinde ise yem rasyonlarına doğrudan katılarak tüketilebilme özelliğine sahiptir. Ayrıca malt sanaisinin de hammaddesidir. Arpa bunun yanında etanol üretiminde de özellikle AB’de az miktarda kullanılmaktadır.

Çizelge 2.4. Türkiye Yıllara göre Arpa Ekim Alanı, Üretimi ve Verimi

Yıllar	Ekim Alanı (Bin Ha)	Üretim (Bin Ton)	Verim (Ton/Ha)
2000	3.629	8.000	2,20
2001	3.640	7.500	2,06
2002	3.600	8.300	2,31
2003	3.400	8.100	2,38
2004	3.600	9.000	2,50
2005	3.650	9.500	2,60
2006	3.650	9.551	2,62
2007	3.428	7.306	2,13
2008	2.950	5.900	2,01
2009	3.010	7.300	2,43
2010	3.033	7.240	2,39

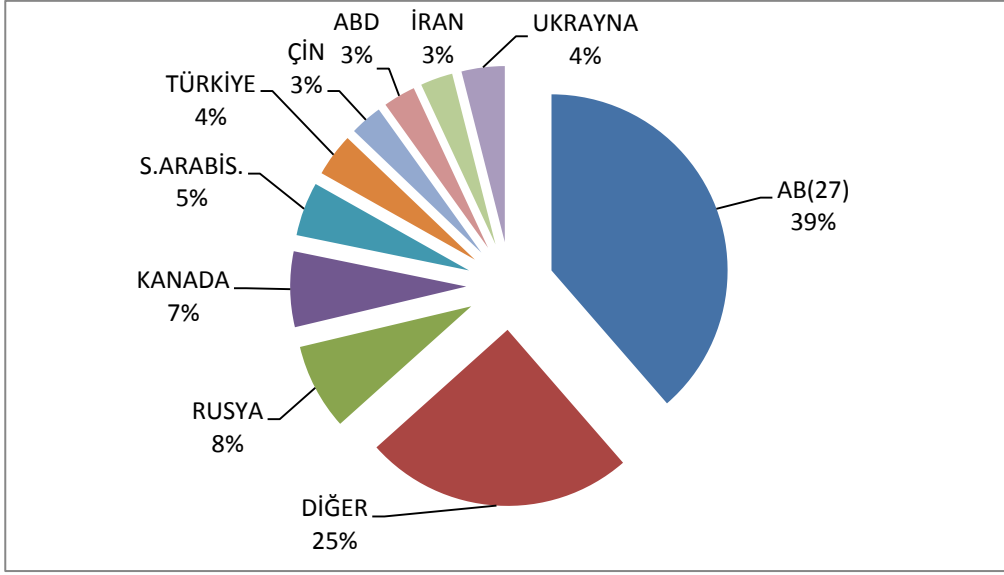
Kaynak: TÜİK 2011

Arpa; ekiliş-hasat dönemleri, serin iklim tahılı olması sebebiyle buğdaya benzerlik göstermekle birlikte, ülkemizde yetiştiği bölgelere göre buğdaydan yaklaşık iki hafta önce hasat edilmektedir (Hububat Raporu 2010).

Grafik 2.3. 2010/11 Dünya Arpa Üretiminde Başlıca Ülkelerin Payları (%)

Kaynak: IGC Mart/2011 raporu.

Grafik 2.4. 2010/11 Dünya Arpa Tüketiminde Başlıca Ülkelerin Payları (%)



Kaynak: IGC Mart/2011 raporu.

2.1.3. Çeltik/Pirinç

Çeltik (*oryza L.*) Buğdaydan sonra en önemli kültür bitkisidir. Çeltiğin işlenmesiyle elde edilen pirinç, bileşiminde az miktarda protein bulundurmasına rağmen, beslenme için mutlak gerekli aminoasitlerce zengin olması nedeniyle insan beslenmesinde buğdaya yakın olarak kullanılmaktadır. Çeltik bitkisi M.Ö. 3000 yıllarında Hindistan'dan Çin'e M.Ö. 1000 yıllarında Java'ya doğru yayılmıştır. Büyük İskenderin Asya seferleri sonunda M.Ö. 300 yıllarında Avrupa'ya getirilmiştir. Anadolu'ya 15. Yüzyılda Mısır üzerinden gelip güneyden giriş yaptığı ve ilk ekimlerin Tosya (Kastamonu)'da yapıldığı kabul edilmektedir (Geçit ve ark. 2009).

Çeltik, kökleri su altında çürümeden yetişebilen ve su içerisindeki erimiş oksijenden yararlanabilen tek tahıldır. Toprak isteği bakımından seçici bir bitki değildir. Suyu tutabilen hemen her toprakta yetişebilir. pH sı 3-8 arası olan tüm topraklarda iyi bir gelişim gösterir. Çeltik, kökleri su altında yetişen bir bitki olduğu için fazla su isteyen bir bitkidir. Sulama suyu sıcaklığı gelişmenin her döneminde 12 °C 'nin altına düşmemelidir ve 30 °C yi geçmemelidir. İdeal sulama sıcaklığı aralığı 25-30 °C arasındadır. Çeltik bitkisinin kendisi ve salkımları tamamen sararıp aşağıya doğru

sarkınca hasat zamanı gelmiş demektir. Hasat edilen bitkiler kurutulur ve harman edilir. Son yıllarda çeltik hasadı biçerdöver ile yapılmaktadır.

Ülkemizde 45 adet tescilli çeşit mevcut olup bu çeşitlerden sadece 15 tanesi üretimde kullanılmaktadır ve üretimde yer alan çeltik çeşitlerinin tamamı Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı'na bağlı araştırma enstitülerince geliştirilmiştir.

Ülkemizde Çeltik tarımı sulu tarım alanlarında yapıldığı için ekim alanı diğer bitkisel ürünlere göre kolayca değiştirilemez.

Çeltik işleme teknolojisine ilişkin temel tanımlar aşağıda verilmiştir:

Çeltik: kavuzlu ürün

Kahve rengi pirinç: Yalnız çiçek kavuzları soyulmuş ancak pirince işleme ve parlatma işlemi görmemiş haldeki tane

Pirinç: Kabukları soyulmuş ve parlatma işlemi yapılmış nihayi ürün

Bira pirinci: Kırılan pirinç parçalarının en küçüğü, genellikle tam bir pirincin dörtte bir uzunluğunda olur. Bira yapımında ve diğer mayalı ürünlerin yapımında kullanılır.

Pirinç kepeği: Çeltiği pirince dönüştürme aşamalarından biri olan kabuk soyma kısmında elde edilir. Soyulan kavuz ve kapçıklardan oluşur. Sığır besiciliği ve pasta sektöründe kullanılır.

Pirinç kepeği yağı: Pirinç kepeğinden çıkarılmış yüksek kaliteli yağdır.

Pirinç Unu: Kabuk soyma işlemi sırasında elde edilir. Soyulan kabuk, tohum kabuğu (testa) ve meyve kabuğu (pericarp) kısımlarından oluşur. İnsan ve hayvan beslenmesinde kullanılır.

Kavuz: Yakacak ve yalıtım malzemesi olarak kullanılır.

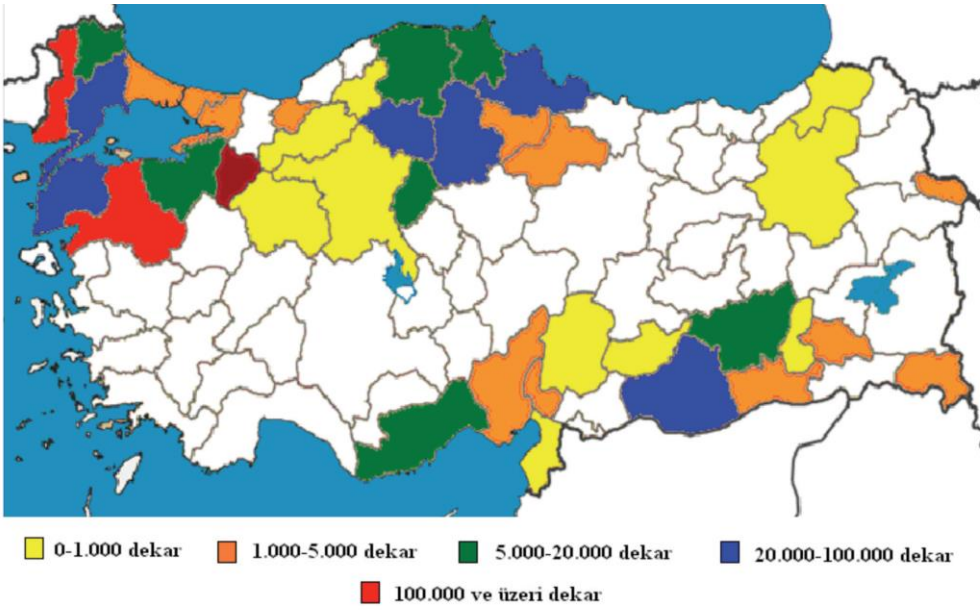
100 kg çeltiğin işlenmesi ile ortalama; 55-60 kg tam pirinç, 7-8 kg kırık pirinç, 8-10 kg kepek, 2-3 kg fotosel iadesi, kg ham tane, 15-20 kg kavuz elde edilir.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

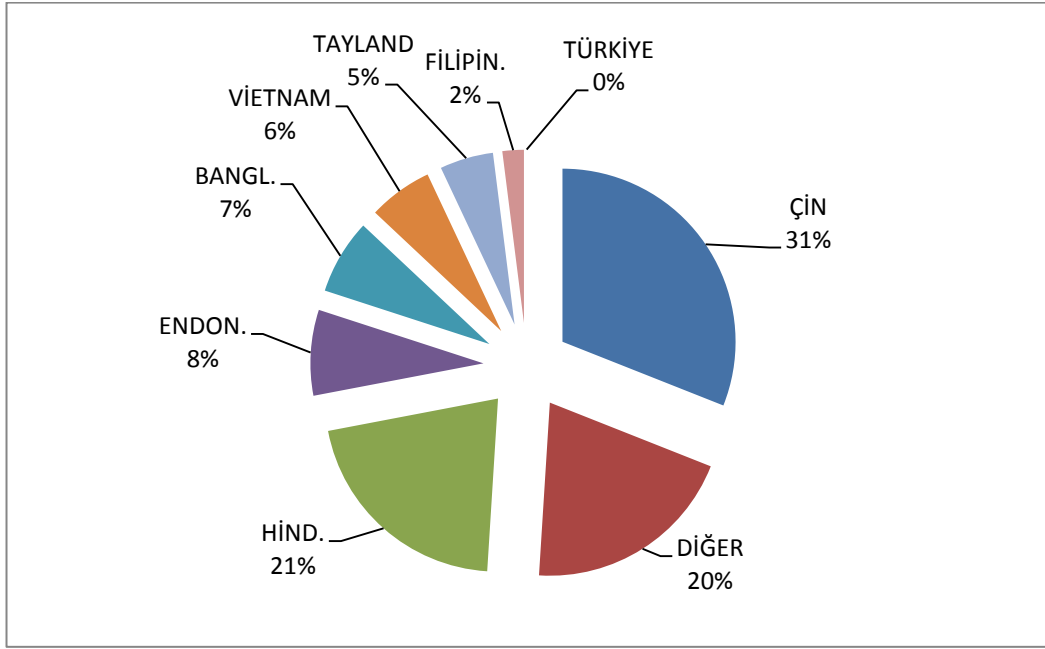
Çizelge 2.5. Türkiye Yıllara göre Çeltik Ekim Alanı, Üretimi ve Verimi

Yıl	Ekim Alanı (Ha)	Üretim (Ton)	Verim (Ton/Ha)
2000	58.000	350.000	6,04
2001	59.000	360.000	6,10
2002	60.000	360.000	6,00
2003	65.000	372.000	5,72
2004	70.000	490.000	7,00
2005	85.000	600.000	7,06
2006	99.100	696.000	7,02
2007	93.900	648.000	6,90
2008	99.500	753.000	7,57
2009	97.000	750.000	7,75
2010	99.000	860.000	8,69

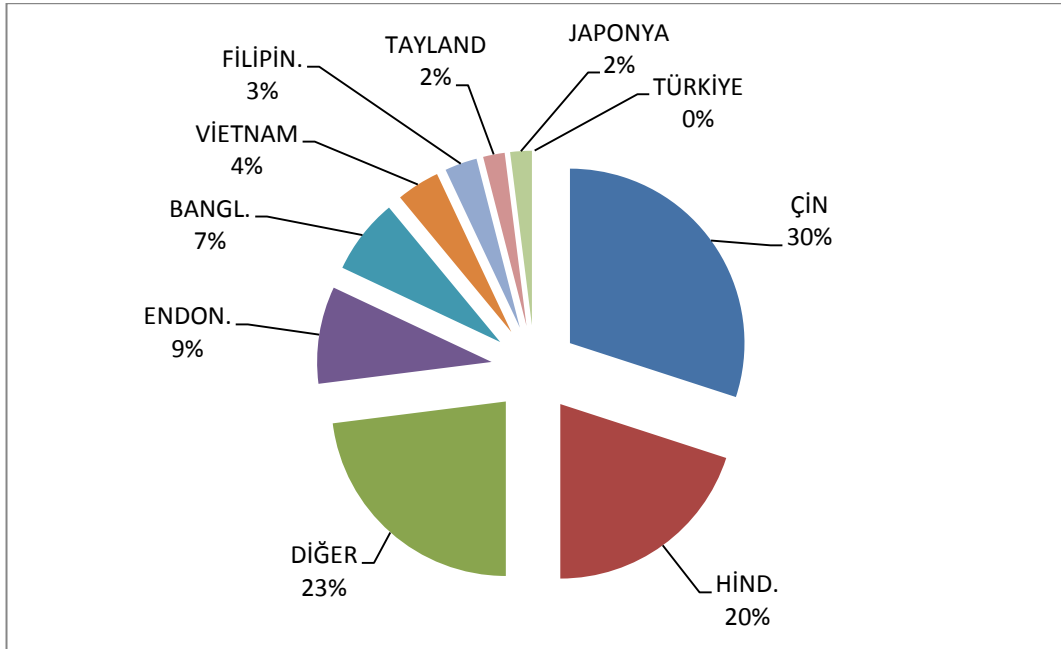
Kaynak: TÜİK 2011



Şekil 2.3. Türkiye Çeltik Ekim Bölgeleri (Hububat Raporu 2011).

Grafik 2.5. 2010/11 Dünya Pirinç Üretiminde Başlıca Ülkelerin Payları (%)

Kaynak: USDA 2011 (*) Tahmindir

Grafik 2.6. 2010/11 Dünya Pirinç Tüketiminde Başlıca Ülkelerin Payları (%)

Kaynak: USDA 2011 (*) Tahmindir

2.1.4. Mercimek

Mercimek (*Lens culinaris*), baklagiller familyasında yer alan Lens cinsine dahil dört türden biridir. Aslında Lens cinsi içinde bulunan tüm türlerin az çok merccek şekilli ve yenilebilir tohumları topluca "mercimekler" olarak anılsa da *Lens culinaris*, "mercimek" denildiğinde en çok akla gelen ve en sık tüketilendir.

Ülkemizde mercimek üretimi yeşil ve kırmızı mercimek olarak gerçekleştirilmektedir. 2010 yılı sonuçlarına göre 447.400 ton olan toplam mercimek üretimimizin % 94'ünü kırmızı,% 6'sını ise yeşil mercimek oluşturmaktadır. 2010 yılı itibariyle mercimek üretiminin toplam baklagiller içindeki payı ise %37'dir. Ülkemizde yeşil mercimek ile kırmızı mercimek üretiminin yapıldığı iller farklılık göstermektedir. Kırmızı mercimek üretiminin % 77,5'i sırasıyla Şanlıurfa, Diyarbakır ve Mardin illerinde yapılmaktadır. Yeşil mercimek üretimi ise daha çok İç Anadolu Bölgesinde yapılmakta olup üretimin %51'i sırasıyla Yozgat, Çorum ve Ankara'da yapılmaktadır. Türkiye kırmızı mercimek üretiminin %86'sı Güneydoğu Anadolu bölgesinde üretilmektedir.

Yağ oranı düşük, karbonhidrat oranı yüksek ve besleyicidir. Dünyada insan beslenmesindeki bitkisel proteinlerin %22'si, karbonhidratların %7'si; hayvan beslenmesindeki proteinlerin %38'i karbonhidratların %5'i yemeklik tane baklagillerden sağlanmaktadır (Akova 2009).

Çizelge 2.6. Türkiye Kabuklu Kırmızı Mercimek Ekiliş-Üretim-Verim

YILLAR	EKİLEN ALAN(ha)	ÜRETİM (Ton)	VERİM (Kg/Da)
2002	420.000	500.000	119
2003	380.000	485.000	128
2004	379.000	480.000	127
2005	386.700	520.000	134
2006	378.707	580.298	153
2007	357.233	508.378	142
2008	290.977	106.361	37
2009	189.378	275.050	145
2010	211.600	422.000	199
2011	215.120	300.000	139

Kaynak: TÜİK 2011

Çizelge 2.7. Bölgelere Göre Kabuklu Kırmızı Mercimek Ekiliş ve Üretimi

BÖLGELER	Ekiliş(ha)	Üretim(ton)	Verim(Kg/da)	Üretimdeki Payı(%)
MARMARA	120	250	208	0
KARADENİZ	0	0	0	0
İÇ ANADOLU	2.200	2.700	123	1
EGE	1.800	1.650	92	1
AKDENİZ	500	800	160	0
G.DOĞU AND.	210.000	294.000	140	98
DOĞU ANAD.	500	600	120	0
TOPLAM/ORT	215.120	300.000	139	100

Kaynak: TÜİK 2011

Çizelge 2.8. Dünya Mercimek (Kırmızı+Yeşil) Üretimi ve Başlıca Üretici Ülkeler (Ton)

ÜLKELER	2003	2004	2005	2006	2 007	2008	2009	2010
KANADA	484.600	915.800	1.164.300	692.800	733.900	1.043.200	1.510.200	1.947.100
HİNDİSTAN	873.200	1.037.800	994.200	946.200	910.000	810.000	950.000	900.000
TÜRKİYE	540.000	540.000	570.000	622.684	535.181	131.188	302.181	447.400
ABD	110.767	189.692	238.000	147.145	165.561	108.545	265.760	392.670
NEPAL	149.963	158.671	160.716	157.963	164.694	161.147	147.725	151.757
AVUSTR.	103.811	52.300	210.000	36.000	131.000	64.234	143.000	140.000
DİĞER	717.825	712.625	705.655	735.412	659.160	508.401	612.942	606.512
DÜNYA	2.980.166	3.606.888	4.042.871	3.338.204	3.299.496	2.826.715	3.931.808	4.585.439

Kaynak: FAOSTAT | © FAO Statistics Division 23 Şubat 2012

2.1.5. Nohut

Nohut (*Cicer arietinum* L.), binlerce yıldan bu yana tarımı yapılan ender bitkilerden biridir. Anavatanı olarak Türkiye'nin güney doğu bölgesi gösterilmektedir. Pek çok kaynağa göre, bu bölgede yaklaşık 7000-7500 yıl önce nohut yetiştirilmekteydi. Bugün artık Türkiye de dahil Dünyanın pek çok ülkesinde nohut tarımı yapılmaktadır.

Bugün Dünya nohut üretimine baktığımızda, üretimin Ortadoğu bölgesi ile Asya kıtasının güney batı bölgelerinde daha fazla yoğunlaştığını görebiliriz. FAO verilerine göre, 2002 yılında, Dünyada 9.893.672 hektarlık bir alanda toplam 7.807.891 ton nohut üretilmiş ve ortalama verim 78.9 kg/da olmuştur. Üretilen bu miktarın yaklaşık % 80-85'i sadece 4 ülke, Hindistan, Türkiye, Pakistan ve İran tarafından gerçekleştirilmiştir. Hindistan, 5.320.000 tonluk üretimiyle (% 68) Dünyada en fazla nohut üreten ülke konumundadır. Ülkemiz 590.000 ton olan üretimiyle (% 7.6) Hindistan'ın arkasından Dünya ikinciliğini elinde bulundurmaktadır.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Nohut, tanelerinde bulunan % 20-25 protein, % 40-60 karbonhidrat, % 4.5-5.5 yağ, fosfor ve kalsiyum sayesinde insan beslenmesinde önemli bir yere sahiptir. Dünya üretiminin hemen hemen tamamı değişik şekillerde gıda olarak tüketilmektedir. Bir baklagil olması ve köklerindeki nodüllerde havanın serbest azotunu bağlayabilmesi nedeniyle de iyi bir münavebe bitkisi olarak önemlidir (Babaoğlu 2013).

Çizelge 2.9. Nohut'un bazı mineral, eser element ve vitamin içerikleri
(Baysal 1996, Hellendom 1979, Erdoğan 2002)

Bileşen	Aralık	Ortalama (mg/100g örnek)
Ca	103.1-259.0	185.6
Mg	119.0-167.7	141.0
Fe	3.9-9.8	6.6
Cu	0.86-1.18	0.96
Zn	2.51-3,51	2.95
Vitamin A		0,19
Thiamin (Vit. B12)	0.28-0,30	0.29
Riboflavin (Vit.B ₂)	0.15-0.30	0.20
Pyridoxine (Vit B ₆)		0.55
Askorbic asit (Vit. C)	2.15-6.0	3.87
Niacin	1.60-2.40	2

Çizelge 2.10. Türkiyede yıllara göre nohut üretimi(ton)

Yıllar	Nohut
2005	600.000
2006	551.746
2007	505.366
2008	518.026
2009	562.564
2010	530.634

Kaynak:TÜİK 2011

Çizelge 2.11. Dünya Nohut Ekiliş, Üretim ve Verim Durumu (2002)

ÜLKELER	Ekiliş Alanı(ha)	Üretim(ton)	Verim (kg/da)
Hindistan	6.100.000	5.320.000	87.2
Türkiye	650.000	590.000	90.8
Pakistan	933.900	362.100	38.8
İran	740.000	250.000	33.8
Meksika	150.000	240.000	160.0
Etiyopya	211.910	175.734	82.9
Kanada	154.000	156.000	101.3
Avustralya	201.000	136.000	67.7
Çin	1.800	6.500	361.0
DÜNYA	9.893.672	7.807.891	78.9

Kaynak: FAOSTAT 2002 (www.fao.org)

Çizelge 2.12. Yıllar İtibariyle Dünya nohut Üretimi

Yıllar	E.Alan (1000Ha)	Üretim (1000Ton)	Verim(Kg/Da)
2004	10.484	8.388	80
2005	10.191	8.445	83
2006	10.510	8.458	80
2007	11.223	9.677	86
2008	11.023	8.503	77
2009	11.082	9.774	88

Kaynak: FAO

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Çizelge 2.13. Diyarbakır İli Seçilmiş Tarla Ürünleri Üretimi ve Türkiye Üretimi İçerisindeki Payı

Ürün	Türkiye (2011)			Diyarbakır (2011)			Üretimdeki Oran (%)
	Ekilen alan (da)	Verim (Kg)	Üretim (Ton)	Ekilen alan (da)	Verim (Kg)	Üretim(Ton)	
Çeltik	994.000	906	900.000	20.136	524	10.544	1,17
Buğday (Durum)	13.850.000	290	3.850.000	1.454.763	295	428.749	11,14
Buğday (Diğer)	67.580.000	267	17.950.000	2.173.079	315	685.240	3,82
Arpa (Diğer)	26.521.795	264	6.970.000	566.255	304	172.198	2,47
Mercimek (Kırmızı)	1.923.225	198	380.000	424.650	182	77.296	20,34
Nohut	4.464.129	122	487.477	61.940	163	10.092	2,07

www.gaputaem.gov.tr ocak 2013

Çizelge 2.14. Diyarbakır İli Tarla Bitkileri Üretim Zaman Çizelgesi

Ürün	Ocak	Şubat	Mart	Nisan	Mayıs	Haziran	Temmuz	Ağustos	Eylül	Ekim	Kasım	Aralık
Buğday(Mak.)							Hasat					
Buğday(Ek.)										Ekim		
Arpa											Ekim	
Pamuk (1.El)					Ekim							
(2.El)					Ekim							
Mısır (Dane)					Ekim							
(İkinci Ürün)							Ekim					
K.Mercimek						Hasat					Ekim	
Nohut(Yazlık)			Ekim									
(Kışlık)							Hasat					Ekim
Çeltik				Ekim					Hasat			

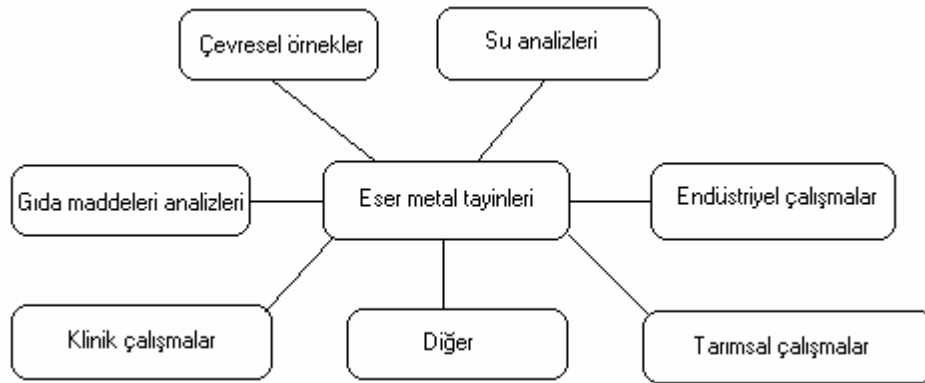
www.gaputaem.gov.tr ocak 2013

Ekim Hasat

2.2. Eser Elementler

2.2.1. Eser Elementlerin Önemi ve Tayini

19. yüzyılda enstrümental analitik metotların gelişmeye başlamasıyla, kısa bir zaman içinde bir örnekte birçok element tayin edilebilir hale gelmiştir. Eser element analizi, organik ve inorganik örneklerdeki mg/L, µg/L ve hatta daha düşük düzeydeki derişimlerin tayini olarak tanımlanabilir. Analitik kimyanın en önemli araştırma alanı olan eser element analizi, gün geçtikçe eser elementlerin yüksek saflıktaki malzemeler, jeokimya, hava, su ve toprak kirliliği, elektronik sanayi, eczacılık, insan vücudu ve metabolizmasına etkileri gibi değişik alanlardaki fonksiyonlarının anlaşılmasıyla daha da önem kazanmıştır. Özellikle son 50 yılda artan sanayileşme ve hızlı nüfus artışları sonucu toprak, su ve havanın sürekli ve bazı bölgelerde aşırı kirlenmesi eser elementlerin canlılara geçişini etkilemiştir. Canlılar için hayati öneme sahip bir element çevre kirlenmesi sonucu biraz yüksek dozda alındığı zaman organizma üzerinde toksik etki yapmaktadır. Buna karşılık bazı elementler, yaşamsal önemde olmasalar bile çevre kirlenmesi sonucu canlıların besin zincirlerine geçerek canlı yaşamı ve gelişimini etkilemektedir (Saraçoğlu 2001).



Şekil 2.4. Eser element tayinleri (Cesur 2004)

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Çizelge 2.15. Temel Bazı Eser Elementlerin Keşfedildiği yıl ve Bazı Biyolojik Fonksiyonları

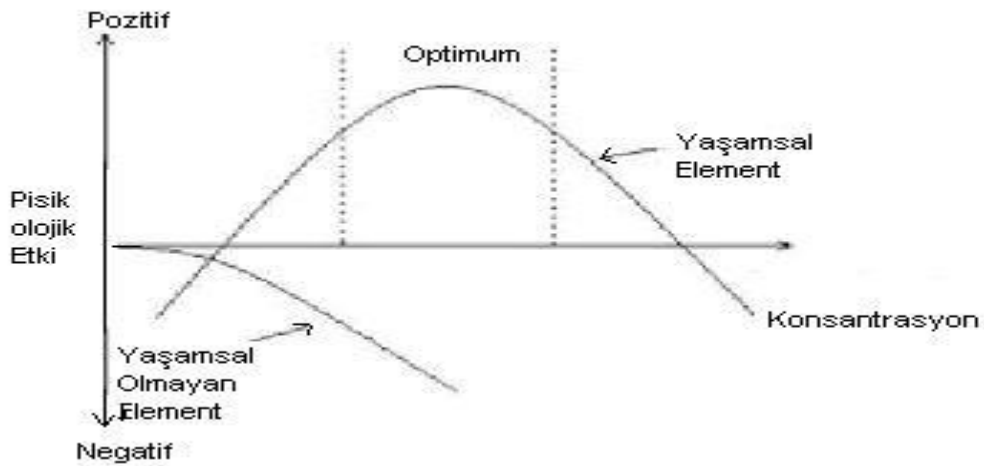
Demir (17.yy)	Oksijene karışır ve elektron taşır, eksikliğinde anemi, aşırısı çok tehlikeli hemakromatoz
İyot (1850)	Tiroid hormonlarının bileşeni, eksikliğinde guatr ve tiroid fonksiyonlarının bozulması, aşırısında tirotoksikoz başlangıcı
Bakır (1928)	Oksidatif enzimlere bağlanır, demirle birbirini etkiler, bağ dokunun çapraz bağlanması için temeldir, eksikliğinde anemi, gebe kadınlarda hassaslık, alınganlık v.s.
Mangan (1931)	Mukopolisakkarit metabolizmasına katılır, insanlarda bilinen eksiklik etkisi yoktur, solunduğunda toksiktir, aşırısında nörolojik rahatsızlıklar ortaya çıkar.
Çinko (1934)	Temel metabolik proseslerde 100'den fazla enzimin bileşenidir, eksikliğinde önemli büyüme bozuklukları, deri lezyonları, bağışıklık sisteminde bozukluk v.s.
Kobalt (1935)	B-12 vitamininin bileşenidir, vejetaryan diyetleri gibi düşük alımlarda ciddi etkilere neden olur.
Molibden (1953)	Ksantin, aldehit ve sülfür oksidaz enzimlerinde bulunur, eksikliğinde insanlarda bilinen etkisi yoktur, aşırısında 'lagut benzeri' belirtiler.
Selenyum (1957)	Glutasyon peroksidazın bileşeni, insanlarda bilinen hastalığı kardiyomyopati, dışardan selenyum verilerek tamamen iyileştirilebilir, hayvanlarda toksik etkileri kanıtlanmıştır.
Krom (1959)	İnsulini aktive ettiğine inanılır, glukoz düzeyini zayıflatmasına bağlı olarak serum lipitlerini yükseltir ve bunun sonucu kalp rahatsızlıklarına neden olabilir, aşırısında krom alerjisi, egzema, kanser görülür.
Kalay (1970)	Hayvanlarda gelişim için gerekliliği bilinmektedir, metabolik etkileşimi bilinmemekte.
Vanadyum (1971)	Hayvanlarda gelişim için gerekliliği bilinmektedir, metabolik etkileşimi bilinmemekte, yüksek konsantrasyonlarda demir absorpsiyonuyla girişim yapar.
Flor (1971)	Dişlerin yapısında temel bileşendir, kemik gelişimi için gereklidir, eksikliğinde osteoporoz, diş ve kemik çürümesi, aşırısında toksik etkisi vardır.
Silisyum (1972)	Bağ doku oluşumuna katılır, eksikliği genel olarak bilinmemekte.
Nikel (1976)	Demir absorpsiyonuna girişim yapar, diğer metabolik etkileşimleri bilinmemekte, aşırısı egzema ve kansere neden olur.
Arsenik (1977)	Hayvanlarda organizma için gerekli olduğu bilinmemekte, metabolik etkileşimleri bilinmemekte.
Parantez içindeki yıllar, temel element olarak keşfedildiği yılı göstermektedir (Vandecasteele 1993)	

En önemli konulardan birisi de, toksik metallerin gıda yapısında birikmesidir. Birikme sonucu metallerin konsantrasyonları sudakinin ve havadakinin çok üstüne çıkabilir. Böyle büyük oranda toksik metal içeren bir gıdayı alan insan veya hayvan zehirlenebilir. Ayrıca insan vücudunun bazı toksik metalleri biriktirme özelliği de vardır. Örneğin, kurşunun insan vücudundaki yarılanma ömrü 1460, kadmiyumun ki 200, çinkonun ki ise 933 gündür (Gündüz 2004).

Çizelge 2.16. İnsan tarafından alınan metaller

Metal	Günlük alınan miktar (mg)		Zehirleyici miktar (mg)	Vücuttaki Toplam miktar (mg)	Vücuttaki yarılanma ömrü (gün)
	Besin ve su	Hava			
Antimon	0.100	0.0017	100	7.9	38
Bakır	1.325	0.0014	250-500	72.0	80
Baryum	0.735	0.030	200	22	65
Berilyum	0.012	0.00004	-	0.03	180
Bizmut	0.020	0.00076	-	0.23	5
Civa	0.025	-	-	-	70
Çinko	14.50	0.0168	-	2300	933
Demir	15.0	0.084	-	4200	800
Gümüş	0.60	-	60	1	5
Kadmiyum	0.160	0.0074	3	50	200
Kalay	7.3	0.0006	2000	17	35
Kobalt	0.390	0.00012	500	1.5	9,5
Kurşun	0.30	0.046	-	12.0	1460
Krom	0.245	0.0011	200	1.8	616
Mangan	4.40	0.0288	-	12	17
Molibden	0.335	0.006	-	9.3	5
Nikel	0.600	0.00236	-	10	667
Titan	1.375	0.0014	-	9	320
Uranyum	0.050	-	-	0.7	100
Vanadin	0.116	0.00916	-	22	42
Zirkonyum	0.490	-	-	420	450

(Gündüz 2004).



Şekil 2.5. Vücut Sıvısındaki Konsantrasyona Bağlı Olarak Ağır Metallerin Etkileri

2.2.2. Gıdalarda Yer Alan Mineraller ve Fonksiyonları

İnsan vücudunun temel yapıtaşları su, protein, yağ ve anorganik bileşenlerdir. Sağlıklı bir beslenme için bu bileşenlerin belli bir oran ve denge içerisinde çeşitli gıdalarla alınması gerekir. Besin öğeleri içerisinde mineraller vücudun yaklaşık % 4.3'nü oluşturmalarına rağmen önemli bazı fonksiyonlara sahiptirler. Minerallerin bazıları vücudun yapı taşlarıdır, bazıları da vitaminlerle birlikte besin öğelerinin yıkım ve yapımındaki kimyasal değişimlerde düzenleyici olarak yer almaktadır. İnsan vücudu için doğada bulunan elementlerden 25 tanesi yaşam için gerekli olup, canlı hücrede yer almaktadır (Bilge 1998, Keskin 1987). Bu canlı bitki ve hayvansal kaynaklardan üretildiği için doğal olarak 25 elementin de besinlerde yer alması beklenir.

Gıdaların bileşiminde yer alan mineraller büyük ve karmaşık bir element grubunu kapsar. Bunlardan birçoğu insanlar için gerekli olup, özellikle bazı eser düzeydeki elementlerin belli derişimlerde vücutta bulunması gerekir. Mineral maddeler gıdaların besleyici değerlerini önemli ölçüde arttırlar. Bu besleyici öğeler, metallerin genellikle buldukları kaynaklara, metal tuzlarına veya fosfoproteinler gibi organik bileşiklerle birlikte bulunmaları ya da metal içeren enzimlerin bileşiminde yer almalarına göre değişir (Baysal 1996, Bilge 1998).

Vücutta yüksek oranda bulunan elementlere makro elementler, az miktarda bulunanlara ise mikro veya iz elementler denir. Bu ayırım fizyolojik önemlerine göre değil, derişimleri dikkate alınarak yapılmıştır. Eser elementler insan vücudunda ve besinlerde 100 ppm'den düşük derişimde bulunan elementlerdir. Gıda aracılığı ile sağlanan temel elementler; potasyum, sodyum, kalsiyum, magnezyum, klor, kükürt ve fosfordur. Eser elementler: demir, bakır, iyot, kobalt, selenyum, florür ve çinkodur. Beslenme değeri henüz bilinmeyen elementler: Alüminyum, bor, krom, nikel ve kalaydır.

Biyolojik değerlendirmeye göre de bileşenler yaşam için gerekli asıl bileşenler ve istenmeyen veya son derece zararlı bileşenler olarak sınıflandırılabilirler (Bilge 1998, Keskin 1987, Tannaus 1989). Asıl bileşenler enzim, vitamin ve hormonlar emilme, sindirim ve metabolizmada önemli rol oynarlar veya belirli vücut maddelerinin (kemikler, dişler) tamamlayıcısı olarak yer alırlar. Vücuda yabancı ve zararlı bileşenler

en başta kurşun ve civa, bunun yanında berilyum, uranyum tuzları, tellur, talyum'dur. Bunun yanında vücut için gerekli olduğu halde; belli derişimin üzerinde alındıkları taktirde toksik etki gösteren Se, Zn gibi iz elementler de mevcuttur. Mineraller insan vücudunun çeşitli bölge ve dokularında deęişik miktarlarda yer alarak temel işlevlerini yerine getirirler. Ancak bazı mineraller gıda aracılığı ile ya da çevresel etmenlerle vücuda kirlilik olarak alınmaktadır (Baysal 1996). Mineral maddelerin vücuttaki işlevleri ya doğrudan sisteme katılarak neden oldukları tepkimelerle ortaya çıkmakta ya da hormon ve enzimlerin yapısında yer alarak dolaylı etkileri görülmektedir. Hücre çalışması nötr ortamda oluşur, hücre içi ve dışı sıvının nötr ortamı kaybetmesi hücre çalışmasını olanaksızlaştırır. Bu nedenle vücut sıvılarının nötr ortamda tutulması için denetim mekanizmaları vardır. Bunlardan biri proteinlerin tampon özelliğidir. Sıvılardaki proteinler sıvının asit veya alkali durum almasında tampon görevi yapar. Asit-baz dengesinin denetiminde mineral iyonların da görevi vardır. Minerallerden bazıları asit, bazıları da baz oluşturma eğilimindedirler. Bunlar birbirleriyle tuz oluşturarak vücut sıvısının nötr ortamda kalmasına yardımcı olurlar. Asit oluşturan mineraller S, P, Cl; baz oluşturanlar Na, K, Ca, Mg ve Fe'dir. Bir mineralin "yaşam için gerekli" olmasının anlamı bireyin günlük beslenmesinde alınmadığında kısa ve uzun dönemde fizyolojik işlevinde ve sağlığına yönelik belirgin sorunların ortaya çıkmasıdır.

İnsanlar için temel olan minerallerin günlük gereksinimi mineral türüne göre deęişmekle birlikte genelde birkaç pg/gün ile 1 g/gün arasında deęişmektedir. Belli aralıklar içinde gerekli miktarın vücuda alınmaması eksiklik işaretlerinin ortaya çıkmasına sebep olurken, bunun aksine bazı minerallerin önerilen dozların üstünde alınması ise zehirlenmeye yol açmaktadır (Baysal 1996, Bilge 1998, Keskin 1987, Sankar 1981).

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Çizelge 2.17. FAO-WHO Birleşik Gıda Kodeksi'nin önerdiği ağır metal miktarları

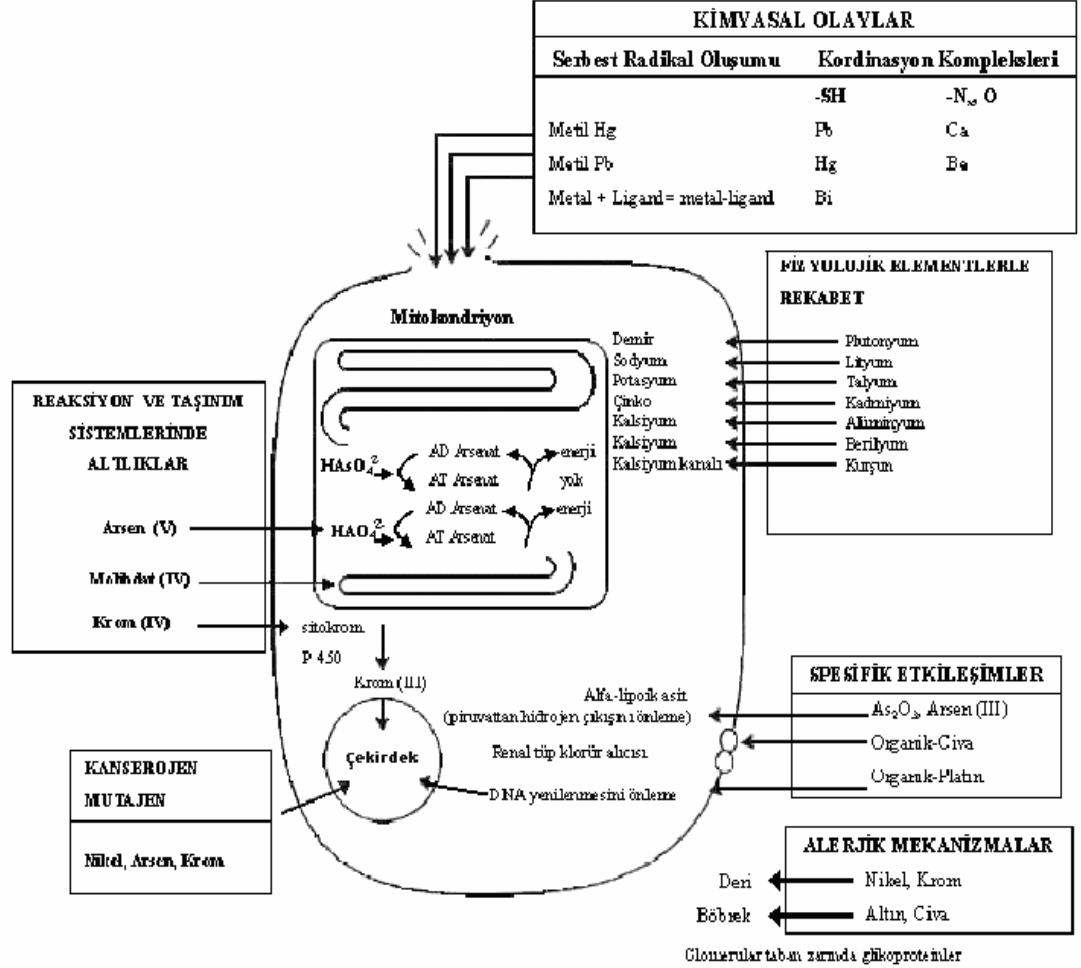
Ağır metal Gıdalarda bulunabilecek maksimum miktar Vücut ağırlığı (v.a) başına alınabilecek maksimum miktar		
Kalay	150-250 mg/kg	20 mg/kg v.a (günlük)
Arsenik	0.1-2.0 mg/kg	0.002 mg/kg v.a (günlük)
Civa	Kodeks tarafından henüz belirlenmemiş	Toplam Hg 0.005 mg/kg v.a Metil Hg 0.0033 mg/kg v.a(hafta)
Kadmiyum	Kodeks tarafından henüz belirlenmemiş	0.0067-0.0083 mg/kg v.a (haftalık)
Kurşun	0.1-2.0 mg/kg	0.005 mg/kg v.a (haftalık)
Bakır	0.1-5.0 mg/kg	0.005-0.5 mg/kg v.a (günlük)
Demir	1.5-15 mg/kg	0.8 mg/kg v.a (günlük)
Çinko	5 mg/kg	0.3-1.0 mg/kg v.a (günlük)
Fe,Cu,Zn'nun toplamı	20 mg/kg	v.a= vücut ağırlığı

Çizelge 2.18. İnsan vücudunda en çok bulunan elementlerin bağlı Oranları (Keskin 1987).

Element	%	Element	%	Element	%
O	65	P	0.8-1.2	Mg	0.05
C	18	K	0.35	Fe	0.004
H	10	S	0.25	Mn	0.0003
N	3	Na	0.20	Cu	0.00015
Ca	1.5-1.2	Cl	0.15	I	0.0000<

Besinlerde genelde 20-25 kadar element bulunur. Bunlardan Ca, P, Na, K, Cl, Mg, Mn, I, Fe, Cu, S, Zn, Co, Br ve F anorganik element grubunu oluştururlar. Bunlar dışında vücut bileşimine istenmeyen ve dolaylı bir şekilde Al, As, Ni ve Si gibi elementler de girebilir. Vücudumuza giren anorganik elementlerin tek tek azlık veya çoklukları o kadar büyük rol oynamamaktadır. Bunlardan her birinin görevi bir başkasınınki ile ilgilidir. Örneğin kemik ve dişlerin oluşumunda kalsiyum, fosfor ve florürün aralarında belirli bir ilişki vardır. Bakır demirin kullanılmasını katalizler ve kan

oluşumunda kobalt her ikisini de etkiler (Bilge 1998, Keskin 1987, Tannaus 1989, Erdoğan 2002)



Şekil 2.6. Ağır Metallerin İnsan Vücudunda Etki Mekanizması (Tokman 2007)

PBG= Porphobilinogen; ATPase=Adenozin trifosfat; ALA=Aminolaevulinic asit

2.3. Eser Elementler ve Canlılardaki Fonksiyonları

2.3.1. Kalsiyum (Ca)

Yetişkin bir kişinin vücudunda yaklaşık % 99'u iskelet sisteminde olmak üzere 1,2-1,5 kg kadar kalsiyum bulunmaktadır. Geride kalan % 1'lik Ca'un hücre membranında yer alır. İskelet dışı kalsiyum, sinir iletimi, kas kontraksiyonu, kan pıhtılaşması ve membran geçirgenliği gibi hayati fonksiyonlarda önemli görev almaktadır (Bilge 1998). Kandaki normal kalsiyum düzeyi 8,8-10,8 mg/100ml kadardır. Kalsiyumun en önemli işlevi kemik ve dişlerin gelişimini ve sağlığını korumaktır. İskelet kaslarının kasılması için gerekli sinir uyarılarının iletilmesinde belli oranda kalsiyuma gereksinim duyulmaktadır (Vaessen ve Kamp 1990). Kalsiyum, sodyum, potasyum ve magnezyum iyonları arasında sağlanan denge kalp kasının kasılma ve gevşemesini sağlar. Ancak kalsiyum için en iyi kaynaklar emilebilen kalsiyumu içeren kaynaklardır ki bunlar süt ve süt ürünleri, susam, fındık, fıstık, yeşil yapraklı sebzeler ve kuru baklagillerdir. (Bilge 1998, Keskin 1987). Günde 2,5 g'a kadar kalsiyum alan yetişkinlerde hiçbir yan etki gözlenmemiş olmasına karşın, bunun üstündeki dozlar çeşitli hastalıklara neden olmaktadır. Ayrıca yüksek kalsiyum alımı demir, çinko ve diğer gerekli minerallerin bağırsaktan emilimini azaltabilmektedir.(Baysal 1996, Bilge 1998, Keskin 1987, Vaessen ve Kamp 1990, Erdoğan 2002)

2.3.2. Magnezyum (Mg)

Magnezyum besin öğelerinin metabolize edildiği ve yeni ürünlerin oluşturulduğu pek çok enzimatik basamakta görev alır. Kemik ve dişlerin yapısında kalsiyum ve fosforla birlikte bulunur. Vücut sıvılarındaki magnezyum, osmotik basıncın ve asit-baz dengesinin sağlanmasında yardımcıdır. Magnezyum pek çok yiyecek ve içecekte bulunur. Magnezyum açısından zengin yiyecekler, kuru baklagiller, ceviz, badem, fındık ve yeşil sebzelerdir (Bilge 1998, Keskin 1987, Vaessen ve Kamp 1990, Erdoğan 2002).

2.3.3. Demir (Fe)

Vücudun içerdiği demir miktarı 4-5 g kadardır. Bunun büyük bir kısmı hemoglobin ve miyoglobin pigmentlerinde bulunmaktadır. Günlük beslenmede yer alan bu element pek çok enzimin yapısında da yer almaktadır. Demirin vücut çalışmasındaki başlıca işlevi, oksijen taşınması ile ilgili olup, bu elementin hemoglobinin bileşiminde yer alması ile akciğerlerden hücrelere oksijen, hücrelerden akciğere ise karbondioksitin taşınması sağlanmaktadır. Mikro mineral demirin gerekliliği enerji taşınması için ve dolayısıyla hayatın kendisi için gerekli bir molekül olan “Hem” in içinde bulunması nedeniyle ortaya çıkar. Bilindiği gibi anemi, kırmızı kan hücrelerinin etkilendiği demir yetersizliğinin en ciddi işaretidir. Vücutta yeteri kadar demir bulunmadığı zaman “demir yetersizliği anemisi” anemide kan hücrelerinin sayısı azalır, kadının günlük demir gereksinimi 15 mg, yetişkin erkekte ise 12 mg olduğu bildirilmektedir. Kuru baklagiller, yapraklı sebzeler, fındık, susam gibi yiyecekler demirce zengin kaynaklardır. Bitkisel yiyeceklerdeki Fe, ham olmayan demirdir ve % 4-15’i emilebilmektedir. İyi pişirilmiş kuru baklagillerin Fe içeriği ve emilim oranı tahıllardakinden daha yüksektir (Bilge 1998, Keskin 1987, Levy 1998).

Toprakta demir, yerkabuğunda alüminyumdan sonra en fazla bulunan bir elementtir. Doğada 2^+ (ferro), 3^+ (ferrik) değerli formlarda bulunur. Bitki kökleri tarafından demir iyonik formlarda veya kompleks organik tuzlar şeklinde absorbe edilir. Bitkiler tarafından demir absorpsiyonuna çeşitli faktörler etki etmektedir.

Bunlar:

-Işık ve sıcaklık

-Toprakta bulunan demirin kimyasal formları

-Ortamın reaksiyonu (hidrojen iyonu konsantrasyonu belli bir seviyeye kadar arttıkça bununla ilgili olarak demir absorpsiyonu da artmaktadır).

-Bitkinin demir içeriği

-Diğer iyonların, özellikle fosfatın bulunması, özellikle pH=6 ve daha yüksek değerlerde olumsuz yönde etkilemektedir (Baysal 1996, Kaçar 1972, Onianwa ve ark. 2001, Erdoğan 2002)

2.3.4. Bakır (Cu)

Vücuttaki bakır miktarı 100-150 mg düzeyindedir. Günlük ortalama bir beslenmeyle 2-5 mg arasında bakır alınmaktadır. Bunun 0.6-1.6 mg kadarının ince bağırsakta emildiği sanılmaktadır. Vücut için bakırın önemi, kritik noktalardaki enzim aktivatörü rolü nedeniyle. Bu görevini yapabilmesi için elementin eser miktarları yeterli olurken, gerektiğinden fazla alınması toksik olabilmektedir. Bakır yetersizliğinin de anemiye yol açtığı belirlenmiştir. Bu durum bakırın hemoglobin oluşumunda da rolü olduğunu göstermektedir (Baysal 1996, Bilge 1998, Onianwa ve ark. 2001). Protein Cu emilimini artırırken; posa, Zn ve Cd, Cu emilimini azaltır. Bakırca zengin yiyecekler başta karaciğer, kuru baklagiller, susam, fıstık, etler, yumurta ve yeşil sebzelerdir.

Fazla alınan bakır vücuttaki bazı enzimlerin çalışmasını engellediği için toksik etki göstermektedir. Toprakta bakır, iyon halinde bulunduğu gibi, kil kompleksleri üzerinde adsorbe edilmiş halde de bulunur. Bitkilerin topraktan bakırı Cu^{++} halinde aldığı kabul edilmiştir. (Baysal 1996, Bilge 1998, Keskin 1987, Kaçar 1972, Fennema 1985, Erdoğan 2002)

2.3.5. Krom (Cr)

Krom, organizmada karbonhidrat, lipid, protein ve nükleik asit metabolizmasında önemli role sahip bir elementtir. Glikoz tolerans faktörü (GTF) olarak bilinen binikotik asit-glutasyon kompleksi yapısında bulunması ve insülinin etkisini artırması nedeniyle karbonhidrat metabolizması için önemli bir iz elementtir. İnsanlarda yapılan gözlemler ve hayvan denemeleri, vücutta oluşturulan Cr yetmezliklerinde glikoz yüklenmesine cevaben, dolaşımdaki insülin düzeyinin arttığı gösterilmiştir. Yetersiz Cr alımına bağlı olarak glikoz seviyesinde önemli dalgalanmalar ve lipid metabolizmasında bozukluklar ortaya çıkar. Normal glikoz metabolizmasının devamlılığı için gereklidir. Kolesterol, yağ ve protein sentezi için hayati bir mineraldir. İnsülinin etkisini arttıran glikoz tolerans faktöründe oldukça etkili olan önemli bir insülin kofaktörüdür. Osteoporozla mücadelede ve yaşlanmayı geciktirmede etkili olduğu ayrıca kas oluşumunu desteklediği bilinmektedir (Vıçıl 2005). Krom, insan organizmasında karbonhidrat metabolizması için önemlidir. Kolesterol, yağ ve protein sentezi için hayati bir mineral olan krom, kan şekeri düzeyinin sabit kalmasını sağlar.

Ortalama bir diyet kromdan fakirdir. Şayet diyetinde eksik alınırsa eksikliği ortaya çıkabilir. Damar sertliğine karşı krom koruyucudur. Krom'un yetersiz alımında huzursuzluk, yorgunluk, şekere karşı tolerans bozukluğu, damar sertliği riskinde artma, fazla kilo alımı ve kan kolesterolünde yükselme görülür. Aşırı alınması durumunda krom toksitesi görülebilir. Krom yetersizliğinde kilo kaybına, periferik sinir hastalığına ve şeker hastalığı benzeri belirtilere yol açar. Konsantrasyon bozukluğu ve sinirlilik hali yaratır. Huzursuzluk, yorgunluk, şekere karşı tolerans bozukluğu, damar sertliği riskinde artış, fazla kilo alımı görülebilir. Tedavide kullanım alanları: Kolesterol ve trigliserit gibi kan yağlarında düşme, şeker toleransında düzelme görülmektedir. Şeker hastalarında ise insülin ihtiyacı azalmaktadır. Ani kilo kaybı, sinir uçları tahrişi ve kan şekeri düşüklüğü olanlarda tavsiye edilir. Özellikle premenstruasyon sendromu ve duygulanım bozukluklarında kullanılır (Anonim 2007).

2.3.6. Mangan (Mn)

Bitki ve hayvan hücrelerinde yaygın olarak bulunan önemli bir iz elementtir. İnsan vücudu 10-40 mg arasında mangan içermektedir. Günlük beslenmeyle karşılanabilen 2-48 mg/gün düzeyindedir. Bazı temel enzim tepkimeleri de mangan ile birlikte çalışır. Hücreler içinde mangan mitokondride bulunduğundan, mitokondrice zengin olan karaciğer, böbrek gibi organların mangan derişimleri yüksektir. Bitkisel yiyeceklerle beslenen yetişkin erkeklerin 7.0 mg/gün Mn aldıkları, bunun 2.5 mg kadarının vücutta kaldığı bulunmuştur. Büyüme çağında Mn'nin daha çok tüketildiği tespit edilmiştir. Tahıllar, kuru baklagiller, ceviz, fındık, fıstık, çay, yeşil yapraklı sebzeler mangan açısından zengindir. Mangan güvenli ve yeterli alımının 2.0-5.0 mg/gün olduğu sanılmaktadır. Eksikliği halinde büyüme geriliği iskelet anormalliği, üreme bozukluğu gibi rahatsızlıklar görülmektedir. Fazla mangan alımı ise; zatüre, nörolojik ve troid hormonlarında bozukluklara neden olmaktadır (Baysal 1996, Bilge 1998, Keskin 1987). Bitkilerin manganı genellikle Mn^{++} iyonu halinde absorbe ettikleri kabul edilir (Sankar 1981, Kaçar 1972, Erdoğan 2002).

2.3.7. Selenyum (Se)

Selenyum ve E Vitamini antioksidan etkileri yönünden birbirlerini destekler tarzda davranırlar. Bu etkisine karşın tüm vücutta bulunan selenyum miktarı 1 mg'dan azdır. Bağırsaklardan % 60 oranında emilir ve vücutta erkeklerde testiste, her iki cinste dalak, böbrek ve pankreasta bulunur. Selenyum etkisini E vitamini ile birlikte daha iyi göstermektedir. C Vitamini ise inorganik selenyumu etkisiz kılabilen organik olanına etki etmez. Önerilen günlük alım 50-200 mikrogram olmasıdır. Çocuklar için 30-150 mikrogram yeterlidir. Erkekler kadınlardan biraz daha fazla gereksinim gösterebilirler.

Selenyumun etkileri

Üzerinde araştırmalar yapıldıkça yeni etkileri anlaşılmaktadır. Bu etkinin temeli antioksidan özelliğine dayanır.

- Glutatyon peroksidaz enziminin yapısına girer.
- Besin antioksidan sisteminde hücre zarlarını ve hücrelerin bir arada tutulmasını sağlayan sistemi yağ peroksidasyon etkisinin zararlarından korur.
- Özellikle kan hücrelerinin kromozomlarının zarar görmesini önler.
- Hücrelerin dolayısı ile dokuların yaşlanma olarak adlandırılan süreci yavaşlatıcı etkisi vardır.
- Araştırmalar Selenyum ve E vitamini ile birlikte aşılarla oluşturulması istenilen antikor yapımını 20-30 kat arttırmaktadır.
- Kalp krizlerini önleme de antioksidan özelliğinin yanında bilinmeyen başka bir etkisi daha olduğu düşünülmektedir.
- Ağır metaller ve diğer zararlı maddelerden vücudu korur. Sigara, alkol, okside yağlar, civa, kadmiyum gibi insanlara zararlı maddelerin etkilerini azaltır.
- Protein sentezine, büyüme ve gelişmeye yararlıdır.

Selenyum eksikliği

20 yıl önce insan vücuduna yararlı bir etkisi olduğu bilinmiyordu. Bu nedenle eksikliği diye bir şeyin de üzerinde durulmuyordu. Son yıllarda gelişen inceleme yöntemleri ile eksikliğinden söz edilebilir olmuştur. Eksikliği ile toprağın selenyum açısından zenginliğinin yakın ilişkisi vardır. Fakat yine de kesin olarak selenyum eksikliğine bağlı hastalık olarak nitelendirilebilecek bir durum yoktur. Bazı sorunların selenyum eksikliği ile ilişkisi olduğunun üzerinde durulmaktadır. Bazı kanser türleri ile kalp damar hastalıklarının selenyum eksikliği ile yakın ilişkisi vardır. Katarakt nedeniyle ameliyat edilenlerde alınan merceğin normal merceğe oranla 6 kat daha az selenyum içerdiği ispatlanmıştır. Bunun kataraktın nedeni mi yoksa sonucu mu olduğu kesin değildir. Doku esnekliği ve yaşlanma belirtileri selenyum eksikliğinde daha hızlı olmaktadır. Metaller selenyum eksikliğinde daha zararlı olmaktadır. Selenyumdan fakir topraklarda yaşayan ailelerin çocukları diğer çocuklara oranla daha yavaş büyümektedirler. En yaygın kullanım nedeni kanser, kalp hastalıklardan korunmak içindir. İmmun sistemi güçlendirmek, yaşlanma etkilerini yavaşlatmak, deri sağlığını arttırmak amacıyla kullanılır. Keshan hastalığı olarak tanımlanan bir kalp damar hastalığı üzerinde oldukça etkili olmaktadır. Bu hastalık belki de selenyum eksikliği ile ilgisi kanıtlanabilecek şimdilik tek hastalıktır. Artrit denilen eklem iltihabına iyi geldiği üzerine araştırmalar vardır. Norveç ve Danimarka da bu amaçla kullanılmaktadır. Hipotoridizm denilen tiroid bezinin az salgı yaptığı durumda önerilir. T3 oluşumuna etkisi vardır (Anonim 2007).

Selenyum Fazlalığı

Doğada inorganik ve organik olarak iki çeşittir. Daha yaygın bulunan inorganik formu genellikle sodyum selenit şeklindedir ve oldukça zararlı etki yapabilir. Diğer organik formu selenometiyonin şeklindedir ve daha az zararlıdır. Vücutta sürekli alım sonucu zararlı olabilmektedirler. Hangi miktarlarda ne gibi kötü etkilerin ortaya çıkacağı kesin değildir. Selenyum insan vücudunda diğer elementlerle de ilişkiye girmesi nedeniyle fazlalığı bunlara da bağlı olarak farklı belirtiler yapabilir. Görme, adale ve kalp ile ilgili sorunlar ortaya çıkar. Bu selenyumdan zengin topraklarda yaşayan hayvan ve insanlarda görülmüştür. Diş çürümesine yol açar. Bunu flor ile etkileşmesine bağlamak mümkündür. Ağızda kötü bir tat ve sarımsak kokusuna benzer bir koku oluşur. Deri, saç ve tırnak değişiklikleri ortaya çıkar. Fazla alım sürdüğü

takdirde ateş, iştahsızlık, sindirim sistemi arazları, karaciğer, dalak hasarı, ölüme kadar giden değişik sorunlar olabilir (Özyılmaz 1999).

2.3.8. Çinko (Zn)

İnsan vücudunda dokuların içerdiği çinko miktarı 2-4 g arasında değişir. Normal bir beslenmeyle karşılanan gereksinim ise 6-22 mg/gün'dür. Çinko pek çok enzimin önemli bir parçasıdır ve 200'den fazla enzimin yapısında bulunur. Yüksek çinko alımı insanlarda toksik etkiler yaratmaktadır. Toplu beslenme yerlerinde asitli gıdaların çinko kaplarda muhafaza edilmesi çinko zehirlenmelerine yol açmaktadır. Çinko en çok deniz ürünlerinde, kuru baklagillerde, peynir, süt, yumurta ve yağlı tohumlarda bulunmaktadır. Çinko nükleik asit sentezinde, protein sindiriminde, protein sentezinde, karbonhidrat metabolizmasında, karanlığa adaptasyonda, kemik metabolizmasında, oksijen taşınmasında ve birçok enzimin fonksiyonuna yardımcı olarak görev almaktadır. Çinko gereksinimi yetişkin bir kadın için 12 mg/gün, erkek için 15 mg/gün olarak belirlenmiştir (Bilge 1998, Onianwa ve ark. 2001). Çinko yetersizliğinde yara iyileşmesinin gecikmesi, tat ve koku duyularının bozulması, cücelik, karaciğer ve dalak büyümesi gibi rahatsızlıklar ve bozukluklar görülmektedir. Güvenlik aralığı geniş olmasına rağmen aşırı çinko alımı toksisiteye neden olmaktadır.

Topraklarda çinko suda çözünebilir, kimyasal formu değişebilir ve bitkilerin kullanamadığı halde bulunabilir. Bitkiler çinkoyu genellikle Zn^{2+} halinde alırlar (Baysal 1996, Bilge 1998, Kaçar 1972, Onianwa ve ark. 2001, Davies 1984, Erdoğan 2002)

2.3.9. Arsenik (As)

Arsenik element halinde toksik olarak düşünülemez. Fakat bileşikleri toksiktir. Arsenik bileşiklerinden As_2O_3 rodendisit; bakır arsenit, Paris yeşili: bakır aseto arsenit, sodyum arsenit, kalsiyum arsenit gibi (+3) ve kurşun arsenat, sodyum arsenat, kalsiyum arsenat gibi (+5) değerlikli anorganik As bileşikleri insektisit olarak kullanılmaktadır.

Çevrede bulunuşu ve zehirlenme nedenleri: Arsenik çevrede çok yaygındır. Özellikle (+5) değerlikli bileşikli toprakta bulunur. Besinlerdeki miktarı topraktan geçen arsenik nedeni ile yüksek düzeye ulaşabilir. Özellikle deniz ürünlerinde arsenik miktarı tolerans sınırının (2,6 ppm) üstünde olabilir. Arsenikli bileşiklerin tarımda pestisit olarak

kullanılması uygulayıcıları olduğu kadar, meyve ve sebzelerde kalan kalıntıları yiyenlerde de zehirlenmelere neden olabilir. Kurşun ve kalsiyum arsenat veya arsenitler toprağa sıkıca bağlanır ve yavaş yavaş su ve bitkilere geçerler. Besin kaplarından geçen arsenikle de zehirlenme olabilir.

Metabolizma ve toksisitesi: Arsenik bileşikleri inhalasyon (solunum) ve gastrointestinal (mide-bağırsak) yolla absorbe olabilir. Besinlerde As_2O_3 için maksimum limit değer 3.5 ppm'dir. Günde besinlerle ve hava ile alınan arsenik miktarı 300 µg altındadır. Genel olarak As bileşikleri As'ten daha toksiktir. As_2O_3 ile letal öldürücü dozu 100-200 mg/70 kg insan olarak tahmin edilmektedir. 20 mg As_2O_3 zehirlenme belirtileri ortaya çıkar. Duyarlı olan kişilerde 1 mg arsenikle bile ciddi zehirlenme semptomları görülür. Arsenik bir dereceye kadar kümülatif özellik göstererek yumuşak dokularda birikir. Kalan bu arsenik miktarı az da olsa kronik etki gösterir. Arsenaminler kemiklerde, tüm arsenik bileşikleri ise saç ve tırnaklarda birikir. Tırnaklarda arsenik Mee's (beyaz çizgiler) oluşturur. Maruziyetten 6 hafta sonra görülür. Tırnaklarda bu beyaz bandın tırnak dibine olan uzaklığı ölçülerek risk zamanında tayin edilebilir. Başlıca atılım yolu böbreklerdir.

Akut toksik etkileri: Yüksek dozda (70-80 mg) arsenik alımı akut olarak ölüme neden olabilir. Arsenikle akut zehirlenmenin başlıca belirtileri:

- 1) Nefeste As kokusu, ağızda metalik tad, iştahsızlık, ateş
- 2) Bulantı, sık sık kusma, kolik (bağırsak), kolera tipi diyare (ishal)
- 3) Bazen hafif sarılık, hepatomegali
- 4) Beslenme eksikliği ve anemi
- 5) Periferik nevrit (Sinir ile ilgili hastalık): Özellikle ellerde ve ayaklarda kızarma, parestezi ağrılı şişme
- 6) Kaseksi (zayıflık): Miyokardiyal (kalp kası) dejenerasyon, enjeksiyon ve ölüm şeklinde sıralanabilir.

Akut zehirlenmede, membranlarda hasar, irritasyon (tahriş), vezikül (kesecik) oluşumu ve soyulma şeklinde görülür. Perifer sinir sistemindeki duyu kaybı en önemli nörolojik etkidir. Yüksek dozlarda 1-2 hafta arseniğe maruz kalma, aksonlarda Wallerian dejenerasyonuna yol açar. Ancak bu etki reversibldir, maruziyet kesilince etki kaybolur. Anemi, lökopeni ve granülositopeni birkaç gün içinde görülür ve etki reversibldir.

Kronik toksik etkileri: Organik arsenik bileşiklerine maruz kalma, periferik ve merkezi sinir sisteminde (MSS) nörotoksik etki gösterir. Bu etkiler duyu değişmesi, parestezi, kaslarda zayıflık şeklinde ortaya çıkar. Periferik nöropati, hem duyu ve hem de motor nöronlarda, uzun aksonlu sinir liflerinin demiyelinizasyonuna (sinir hücrelerinde miyelin kınının olmaması) yol açarak gelişir. Etkiler dozla ilişki gösterir. Arsenik zehirlenmesinde, kronik etki altında olma sarılıkla başlar, siroz ve asit toplanması şeklinde gelişir (Özyılmaz 1999).

2.3.10. Kadmiyum (Cd)

Kümülatif bir zehir olan kadmiyum başlıca karaciğer ve böbrekte toplanır. Günde 1µg kadar düşük miktarda kadmiyum absorpsiyonunun 40 yıl içinde vücut kadmiyum yükünü 14,6 mg'a çıkardığı hesaplanmıştır. Total kadmiyum vücut yükünün yarısı karaciğer ve böbrekte toplanır. Ayrıca kanda eritrositlerde ve kemik dokusunda birikir.

Toksitesisi ve etki şekli: Kadmiyum tuzlarının insanlardaki letal dozları tam olarak bilinmemekle beraber, tuzların çözünürlüğüne bağlı olarak 350-500 mg arasında değiştiği ve minimal akut dozunun 10 mg, olduğu tahmin edilmektedir. Kadmiyumun etkisine bakıldığında, kadmiyuma en duyarlı organ böbreklerdir. Uzun süreli kadmiyuma maruz kalma böbreklerde hasara yol açar. Kadmiyumun maruziyeti kesildikten sonra da bu hasarın devam ettiği gözlenmiştir. Buna karşın karaciğerde kadmiyum miktarının azalması, bu toksik metalin böbreklere taşındığını açıklamaktadır. Bu nedenle böbreklerdeki renal (böbrek) bozukluğu, kadmiyumun vücut yükü hakkında bilgi verir. Kadmiyumun, organizmaya giriş yoluna göre, toksik etkisi farklılık gösterebilir. Oral yolla alınması sonucu, böbreklerin etkilenmesi yanında ileri derecede kemik bozuklukları, yalancı kemik ve çatlakları, lumbago ağrıları, kemiklerde

şiddetli ağrı, ayak miyaljisi ördek yürüyüşü, yüksek tansiyon şeklindedir. Bu hastalık en çok 60 yaş üstündeki kadınlarda dikkat çekmiştir (Özyılmaz 1999).

2.3.11. Potasyum (K)

Bu elementin vücuttaki derişimi 2 mg/g'dır. Genellikle hücre içinde bulunduğundan hücredeki osmotik basıncı düzenler. Normal bir beslenmeyle alınan potasyum miktarı 2-5, 9 g /gün olup potasyumun minimum gereksinimi günde 1.6-2.0 g arasında değişmektedir. Vücut hücreleri içinde yer alan, pozitif yüklü potasyum iyonu (K^+) dur. Potasyum sıvı ve elektrolit dengesini ve hücre bütünlüğünü korumada önemli rol oynar. Potasyum gereksinimi gıda yolu ile kolaylıkla karşılanır. Kuru baklagiller, yeşil sebzeler, kahve, çay, fındık potasyum açısından oldukça zengindir (Baysal 1996, Bilge 1998, Keskin 1987, Erdoğan 2002).

2.3.12. Sodyum (Na)

Vücuttaki sodyum içeriği 1,4 mg/g kadardır. Sodyum da potasyumla birlikte vücut sıvısının osmotik basıncının düzenlenmesinde görev alır. Vücut tarafından sodyum emilimi çok hızlıdır. Vücudun normal koşullardaki sodyum alımı 1,7-6,9 g /gün arasında değişir. Sodyum, su ve asit-baz dengesini, osmotik basıncı, besin öğelerinin membrandan emilimini düzenler. Minimum gereksinim yetişkin bireyler için 500 mg/gün'dır (Bilge 1998, Keskin 1987, Erdoğan 2002).

2.3.13. Nikel (Ni)

Nikel, çevrede çok düşük seviyede bulunan bir elementtir. Gıda maddeleri, doğal olarak küçük miktarlarda nikel içerir. Çikolata ve katı yağların, yüksek oranda nikel içerdiği bilinir. Kirli topraklardan elde edilen sebzelerin yüksek miktarda tüketilmesiyle nikel alımı artmaktadır. Bitkilerin nikeli topladığı bilinmektedir dolayısıyla sebzelerden nikel alımı yüksektir. İnsanlar nikel solunum yoluyla, içme suyuyla, gıdaların tüketimiyle veya sigara içilmesiyle maruz kalabilir. Nikelle kirlenen toprak veya su deriyle temas ettiğinde de nikel maruz kalınabilir. Aslında nikelin az miktarda alınması vücut için gereklidir; fakat aşırı dozda alınırsa insan sağlığı için tehlikeli olabilir.

Nikelin fazla miktarda alınması aşağıda belirtilen bozukluklara neden olabilir.

-Akciğer, burun, prostat ve gırtlak kanseri riskini artırır.

-Akciğerlerde tıkanma

-Solunum yetersizliği

-Doğum kusurları

-Astım ve kronik bronşit

-Kalp rahatsızlıkları

Nikel ve belirli nikel bileşenleri ciddi anlamda kanserojen olarak kabul edilen malzemeler listesinde bulunmaktadır. Uluslararası Kanser Araştırmaları Ajansı (IARC) nikel bileşenlerini grup 1'de (İnsanlarda kansere yol açtığına dair yeterli kanıt bulunan), nikeli grup 2B'de (İnsanlarda kansere yol açma olasılığı bulunan) listelemiştir (Anonim 2007).

2.3.14. Silisyum (Si)

Hayvan deneylerinde, silisyum eksikliği, gelişme geriliği, kemik, kırık ve bağ dokusu bozukluklarına neden olmaktadır. Ancak şu ana kadar insanlarda silisyum eksikliği ile ilgili bir tespit yapılamamıştır. Fazlalığı ise, magnezyum trisilikat yapısında olan antiasitleri, mide rahatsızlığı nedeniyle uzun yıllar boyunca kullanan kişilerde görülür. Bu kişilerde silikat yapısında olan böbrek taşlarına sık rastlanılmaktadır.

2.3.15. Vanadyum (V)

İlk olarak vanadyumun kemik ve diş gelişimi için gerekli olduğu tespit edilmiştir. Vanadyumun karbonhidrat metabolizmasında önemli bir rol oynadığı da kayıtlar arasındadır. Aynı zamanda kolesterol ve kan lipid metabolizmasına yardımcı olduğuna inanılmaktadır.

Vanadyum minerali; deniz ürünlerinde, mantar, soya fasulyesi, bazı tahıllar ve mısır gevreği gibi birçok besin kaynağında bulunur. Aynı zamanda maydanoz, yeşil fasulye, havuç, yulaf ve lahananın yanı sıra ayçiçeği, mısır, aspir ve zeytin yağı da vanadyum bakımından zengindir. Bu yüzden vanadyum eksikliği yaygın bir sorun değildir.

2.3.16. Kurşun (Pb)

Kurşun, kemiklerde birikir. Kolaylıkla kalsiyumun yerini alabilir. Ancak çoğu bileşiği suda çok az çözüldüğü için yıllarca zehir etkisi üzerinde fazla durulmamıştır. Kurşundan kaynaklanan rahatsızlıklar meslek hastalıkları arasında ilk sırayı alır. Kurşun zehirlenmesi en çok görülen zehirlenmedir. Zehirlenmede uykusuzluk, yorgunluk, iştihayı ve görme bozukluğu ve kramp, ağırlık kaybı görülür. Başlangıçta en çok karaciğer ve böbrekte birikir, ayrıca kan, beyin, miyokardiyum (kalp kası) ve iskelet kası ve testise de önemli derecede birikir. Placentadan fetüse geçer. Oral yoldan alınan kurşun miktarları, Amerika’da 100 µg, Avrupa’da 30 µg’ın altındadır. Bu oran ülkemizde 70 µg/gün düzeylerinde tespit edilmektedir. Hergün vücuda alınan kurşunun 35 µg/dl’ lik kısmı idrarla atılır. Kan kurşun düzeyi için normal sınır 90-400 µg/dl aralığıdır. Öte yandan, plazma kurşun miktarının 40-80 µg/dl’ ye ulaşması halinde protoporfirin metabolizması ve oksidasyon redüksiyon reaksiyonları baskılanabildiğinden kandaki kurşun miktarının 40 µg/dl’ yi geçmesi arzu edilen bir tablo değildir. Organizmada kurşun homojen olarak dağılmaz. Kana geçen kurşunun % 90’ı eritrositlerle moleküler bağ kurar. Çok az miktarda kurşun ise, plazma proteinlerine bağlanır veya serbest halde kan sıvısında dolaşır. Dolaşım sırasında kurşun, hücreler arası sıvı, dalak, kemik iliği ve böbrekler gibi RES ortamlarına dağılır.

Çizelge 2.19. Ortalama 70 kg Ağırlığındaki Bir İnsanın Günlük Alması Gereken Element Miktarı

Element	Miktar (mg/gün)	Element	Miktar (mg/gün)
Zn	15	Co	0.04
Mn	2.8 (2-5)	Ni	0.025
Fe	15 (10-28)	Cr	0.05-0.20
Cu	2.5 (2-3)	Pb	0.415
Al	5 (2-10)	Cd	0.057
Sr	1.6 (0.98-2.2)	Mg	300
Ba	1.1 (0.65-1.7)	Ca	500

(Erdoğan 2002)

2.4. Eser Element ve Konsantrasyon Aralığı

İlk eser element analizinin 1879'da Gutzeit tarafından kalitatif Marsh testi esas alınarak yapılan arsenik tayini olduğu belirtilmektedir. Spesifik ve kolay uygulanabilen bu metodun tayin sınırı % 10^{-5} 'in altındadır (Minczewski 1982). 1955 yılında New York'ta yapılan ilk eser element sempozyumuyla birlikte eser element konsantrasyon aralığı ve tanımı verilmeye başlanmıştır. Teknolojinin gelişmesiyle eser element konsantrasyon aralığıda değişmiştir. 1940'a kadar % 10^{-1} – 10^{-2} eser konsantrasyonu olarak bilinirken, bu aralık 1950 yılında Rodden tarafından % 10^{-3} – 10^{-5} ve 1965'te Alimarin tarafından % 10^{-6} – 10^{-8} olarak verilmiştir. Bu alanda ilk sistematik yaklaşım Kaiser tarafından 1973 yılında yapılmış olup, ppm (parts per million), ppb(parts per billion) tanımları verilmiştir. Minczewski konsantrasyon aralıklarını aşağıdaki gibi tanımlamıştır (Rodden 1950, Minczewski 1962):

Eser : % 10^{-1} - 10^{-3}

Mikroeser : % 10^{-4} - 10^{-6}

Ultra mikroeser : % 10^{-7} - 10^{-9}

Submikroeser : % 10^{-10} - 10^{-12}

Yaygın olarak eser element konsantrasyon aralığı 10^{-2} - 10^{-6} 'dır ve % 10^{-6} altındaki konsantrasyonlar da ultra eser olarak bilinmektedir (Minczewski 1982). Son zamanlarda geliştirilen tekniklerle eser bileşenler de ayrıca alt gruplara ayrılmıştır. Bunlar şöyledir:

a) Eser bileşenler, konsantrasyonları 100–10000ppm veya gramda 100–10000 μ g olanlar,

b) Mikro–eser bileşenler, konsantrasyonları 10^{-7} - 10^{-4} ppm veya gramda 0.1-100 pg (pikogram) olanlar,

c) Nano eser bileşenler, konsantrasyonu 10^{-10} - 10^{-7} ppm veya gramda 0.1-100 fg (femtogram) olanlar,

Ayrıca örnek miktarı 0.1-1mg kadarsa ve bu numunede eser bileşenin konsantrasyonu %0.01 seviyesindeyse, buna sub-eser analiz, mikro eser analiz denir (Gündüz 2002).

2.5. Eser Element Analizlerinde Örnekleme ve Örnek Hazırlama

2.5.1. Bitkisel Örneklerin Analize Hazırlanması

2.5.1.1. Örnek alınması

Bitkilerde ve ürünlerinde metal analizi biyolojik, çevresel ve kimyasal olarak oldukça önemlidir. Bitkilerdeki metallerin biyolojik etkinliklerini veya toksik etkilerini belirlemek için onların normal derişimlerini tayin etmek ve besin zincirinin bir parçası olarak rolünü değerlendirmek gerekir. Ayrıca bu ağır metal düzeylerinin tayini kalite kontrollerinin belirlenmesinde de yardımcı olur. Bu amaçla örnekler analize hazırlanırken çeşitli tekniklerle parçalanıp çözelti haline getirilir (Filgueiras ve ark. 2000). Örnekler çözünürleştirilmeden önce; bir takım ön işlemler yapılmalıdır. Analiz öncesi yapılacak ilk iş örnek alımıdır, analizlerin başarısı öncelikle örnek alımına bağlıdır. Üzerinde analiz yapılan örnek bütün bir örneğin özelliklerini temsil etmiyorsa yapılan analizler bir anlam ifade etmez. Bu nedenle örnek alma işlemi standart yöntemlerle ve çok dikkatli yapılması gereken bir iştir.

Örnek küçük miktarlarda ise; kirliliklerinden temizlenmiş olan örnek (toz, sap, çürük örnekler...vs) öğütüldükten sonra; kurutulup, polietilen şişelerde numaralandırılarak saklanır. Ama madde büyük miktarlarda, tonlarca ise durum değişir, bunun için izlenmesi gereken sıralama aşağıda verilmiştir.

İlk (primer) örnek: Örnek kütlesinin bir noktasından veya doldurma veya boşaltma sırasında belli bir zamanda alınan örnektir.

Bileşik örnek: Alınan ilk örneklerin karışımıdır.

Son örnek: Bileşik örneğin dikkatli bir şekilde tekrar tekrar bölünmesi ile elde edilen ve esas partiyi temsil eden az miktardaki örnektir.

Laboratuvar örneği: Son örneğin dikkatli bir şekilde tekrar bölünmesi ile elde edilen ve esas partiyi temsil eden az miktardaki örnektir.

Analizde kullanılacak örneklerin miktarı; örnekte bulunan analiz edilecek maddelerin derişimleri, kullanılan yöntemlerin tayin sınırı ve duyarlılığı, öğütölme inceliğı gibi çeşitli faktörlere bağıdır.

Bu şekilde alınan örnekler metal kirliliğı içermeyen agat havanda veya değirmenlerde toz edilir. Ezme ve toz etme işlemlerine çok dikkat edilmeli ve dışarıdan herhangi bir şekilde yabancı maddelerin girmemesine, saklama sonucu kayıpların olmamasına özen gösterilmelidir.

Örneklerin çeşitli değirmenlerde öğütölmeleri genellikle makro elementler bakımından önemsiz olan, fakat mikro elementler bakımından büyük önem taşıyan kirlenmelere yol açmaktadır. Özellikle değirmenlerde öğütölen örneklerin Fe, Zn, Cu, Co, Na ile önemli derecede kirlendiğı düşünölmektedir (Kaçar 1972, Özkaya ve Kahveci 1990, Zhou ve ark. 1996).

Eleme: Bazı hallerde örneklerin elenmesi gerekir. Bunun için istenilen boyuta göre elek kullanılır. Eleme işleminden sonra iyice karıştırılır.

Numunelerin kurutulması: Katı örnekler genellikle 70-105 °C de kurutulur. ve ağzı kapaklı polietilen kaplar içinde muhafaza edilir.

Tartım alma: Doğrudan çözünürleştirme işlemi yapılacak kaplar içinde yapılmalı veya pürüzsüz bir kağıt üzerinde tartım alınmalıdır (TSE 1974, Özkaya ve Kahveci 1990).

Analizi yapılacak gıda örneklerinin inorganik ve organik içeriklerinin belirlenmesi için; çözünürleştirme ve ekstraksiyon işlemleri uygulanmaktadır. Gıda örneklerine uygulanan çözünürleştirme yöntemleri aşağıda verilmiştir.

2.6. Eser Element Analizlerinde Çözünürleştirme Teknikleri

Katı örneklerin çözünürleştirilmesi pek çok analitiksel metodun önemli bir kısmıdır. Elektrotermal atomizasyon gibi bazı analitiksel metotlar direkt katı örneklere uygulanabilir ve ölçümden önce örneklerin çözünürleştirilmesi gerekmez. Oysa çoğu analitiksel metot (AAS, ICP, AES v.s.) ki bunlar hayli yüksek duyarlıktaki metotlardır. Örneğın çözelti formunu gerektirir. Elementin zenginleştirilmesi ve kimyasal ayırmalar da ölçüm kalitesini arttırmak için gereklidir. En eski ve hala çok sık kullanılan teknik, açık sistemlerde yaş çözünürleştirme. Yaş çözünürleştirme kapalı sistemlerde de kullanılır.

İdeal olarak eser element analizlerinde, örnek tamamen çözünmelidir. Çoğu inorganik madde, çözünürleştirme işlemlerinde bazı elementler uçucu hale gelseler de, asit veya asit karışımlarında çözünürleştirilirler. Kuartz, silika gibi pek çok mineral ve maden cevheri asitlerle çözünmezler, eritilerek çözeltilmeye alınırlar. Eritme işleminin reaktif ve eritme kaplarından kaynaklanan yüksek kör değerlerinden dolayı eser element analizlerinde kullanışlılığı fazla değildir.

Çizelge 2.20. Eser element analizleri için çözünürleştirme metotları (Vandecasteele 1993).

1. Yaş çözünürleştirme
1.1. Açık sistemlerde
1.2. Kapalı sistemlerde
• Konvensiyonel ısıtıcı ile
• Mikrodalga ile
2. Yakma
2.1. Açık sistemlerde
• Kuru külleme
• Düşük sıcaklıkta külleme
2.2. Kapalı sistemlerde
• Yakma tüpü
2.3. Dinamik sistemlerde
3. Eritme

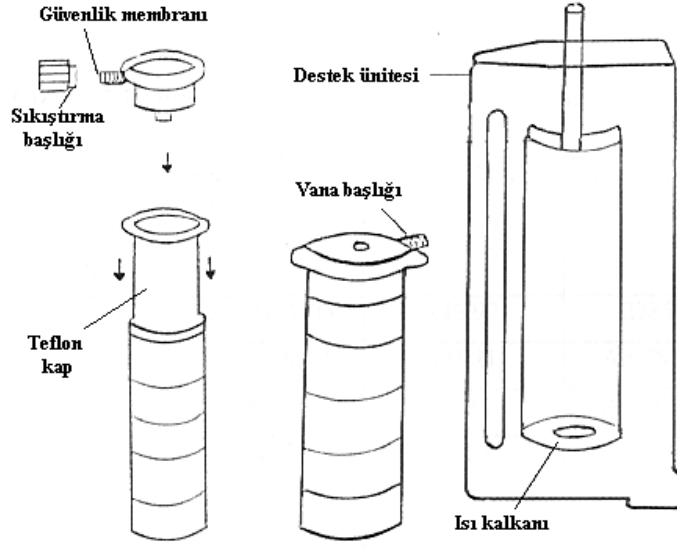
2.6.1. Eser Elementlerde Mikrodalga Çözünürleştirmeler

Örnek 100-500 psi basınç ve 50-180°C sıcaklıkta nitrik asit veya hidroklorik asitle çözünürleştirilir. Çözünürleştirme işlemleri ile örnekler daha basit yapılara ayrılırlar. Bu çözünürleştirme tekniği Atomik Absorpsiyon Spektrofotometre’de veya İndüktif Eşleşmiş Plazma’da eser metal analizi için sıklıkla kullanılır. Mikrodalga çözünürleştirme özel yapılmış kaplarda asitlendirilmiş örnek belirli bir basınç ve sıcaklıkta kontrollü olarak çözünürleştirilir. Kapalı veya açık sistem çözünürleştirme yöntemleri uygulanabilmektedir. Yüksek basınçlı işlemler biyolojik ve organik örneklere uygulanmakta, daha düşük basınçlı işlemler ise yağ analizlerinde, çevresel analizlerde ve katalizör analizlerinde kullanılmaktadır (Skoog 1996).

2.6.1.1.Tarihsel Gelişim

1975’de mikrodalgalar hızlı ısıtma kaynağı olarak açık sistem-yaş çözünürleştirme işlemleri için kullanıldı. Erlenmayer içindeki asitlendirilmiş örneklerin biyolojik matriksleri 5-10 dakikadan 1-2 saatte kadar mikrodalgalarla bozunuyordu. Bu işlem yeni örnek hazırlama tekniklerinin araştırılmasını ve geliştirilmesini sağladı. İlk araştırmacılar cam ve teflon kapları kullanarak mikrodalga fırında örnekleri asidin kaynama noktasına kadar ısıtarak çözünürleştirme işlemini gerçekleştiriyorlardı.1980’de araştırmacılar tepkimenin hızını arttırmak ve çözünürleştirme zamanını kısaltmak için özel olarak tasarlanmış kapalı kapları kullanarak reaksiyon sıcaklığını asidin atmosferik kaynama noktasının üzerine çıkardılar. Kapalı sistem mikrodalga kapları teflon ve polikarbonattan yapılmıştı ve özel olarak mikrodalga fırın için geliştirilmemişti. Kapalı sistem mikrodalga sisteminde reaksiyonun hızı ve çözünürleştirme süresini ayarlamak için sıcaklık ve basınç gösterimine dalgaboyu parametresi de eklendi.1985’de ilk mikrodalga fırın kullanıma sunuldu. İlk olarak güvenlik özellikleri eklenerek ev kullanımı için geliştirildi. Daha sonra asit ve elektriksel etkilere karşı izolasyon ve havalandırma sistemi eklendi. Mikrodalga fırınların kullanılmaya başlanmasıyla birçok şirket mikrodalganın homojen yayını ve kontrolü için, en önemlisi de güvenliliği için, araştırmalarını sürdürdü.1986’da tamamen laboratuvar kullanımı için tasarlanmış mikrodalga sistem tanıtıldı. Daha önceki fırınlarda kullanılan mikrodalga boşluktan farklı olarak tek bir kap direkt mikrodalgaya maruz bırakılıyordu. Kaplar kuartz veya teflondan yapılmıştı. Kaplar açık olduğunda bazı uçucu elementler kaybolabiliyordu. Günümüzde ise günlerce sürebilecek çözünürleştirme işlemleri sadece 10-15 dakika gibi kısa sürede yapılabilir hale gelmiştir. Mikrodalga çözünürleştirme yöntemi diğer yöntemlere göre oldukça hızlı ve daha doğru sonuçların alınmasını sağlamaktadır (<http://www.cem.com>).

Atomik Absorpsiyon Spektrofotometre, İndüktif Eşleşmiş Plazma, İndüktif Eşleşmiş Plazma-Kütle Spektrofotometre ve diğer yöntemlerle yapılacak analizlerde mikrodalga fırınlarda hazırlanan örneklerle hızlı, doğruluğu ve tekrarlanabilirliği yüksek sonuçlar alınabilmektedir. Yeni sistemlerde basınca dayanıklı 36 kap aynı anda kullanılabilmekte, 300-600 W arası güç uygulanabilmekte, sıcaklık 300°C’ye kadar, basınç ise 1500 psi’ye kadar ulaşabilmektedir.



Şekil 2.7. Mikrodalga çözünürleştirme aparatları

2.6.2. Çözünürleştirmede Kullanılan Asitler

Nitrik Asit: Nitrik asit birçok metali yükseltgeyebilen bir asittir. 2 M derişimin altında yükseltgeme gücü zayıftır. Ancak yükseltgeme gücü klorat, permanganat, hidrojen peroksit ve brom katılmasıyla veya basınç ve sıcaklık yükselttilerle artırılabilir. Nitrik asit altın ve platini yükseltgeyemezken, bazı metallerde de pasifleşirler. Bu metaller asit karışımları ile yükseltgenebilir.

Hidroklorik Asit: Yükseltgeyici değildir. Metal karbonatlar, peroksitler ve alkali hidroksitler hidroklorik asitle çözülebilir. Altın, kadmiyum, demir ve kalay gibi bazı metaller hidroklorik asitle çözülebilir ancak başka asitlerle çözünlükleri artırılabilir. Genellikle nitrik asit kullanılır.

Hidroflorik Asit: HF silikatları çözebilen birkaç asitten biri olduğu için daha çok inorganik örnekleri çözmede kullanılır. Çözücü gücünü arttırmak için nitrik asit gibi başka asitlerle karıştırılır.

Sülfirik Asit: Seyreltik sülfirik asidin yükseltgeme gücü olmasa da derişik halde bazı bileşikleri çözebilmektedir. Kaynama noktası 339 °C olan % 98,7'lik sülfirik asit

teflon kapların yüzeyinde korozyona neden olduğu için daha çok kuartz kaplarla çalışma tercih edilir. Sülfürik asit de diğer asitlerle beraber kullanılır. Daha çok perklorik asit ve hidrojen peroksit tercih edilir.

Perklorik Asit: Seyreltik perklorik asidin sıcak veya soğukta yükseltgeme gücü yoktur. % 60-72'lik perklorik asit ise sadece sıcakta yükseltgeyicidir. Organik maddeleri ve bazı alaşımları çözebilir. Bazı organik matrikslerle hızlı tepkime verir hatta patlayıcı olabilir. Bu nedenle genelde nitrik asitle karıştırılarak kullanılır ve organik maddelerin kontrollü çözünürleştirilmeleri sağlanır. Karışımdaki nitrik asit düşük sıcaklıkta yükseltgeme yapabilir. Sıcaklık çok artarsa perklorik asit nitrik asidin çözünürleştirme gücünü azaltabilir. Ayrıca bazı metallerin susuz perklorat tuzları patlayıcıdır. Perklorik asidin organik maddeleri kapalı sistemde çözünürleştirmede patlama riski vardır.

Hidrojen Peroksit: Genelde %30'luk hidrojen peroksit çözünürleştirme için yeterlidir. Hidrojen peroksit yüksek derişimde tek başına birçok organik bileşikle patlayıcı reaksiyon verir. Hidrojen peroksit, oksitleme gücünü arttırmak için genelde başka asitlerle karıştırılarak kullanılır. Sülfürik asitle kombinasyonu olan monoperoksoşülfürik asit çok güçlü bir yükseltgeyicidir. Bu nedenlerle hidrojen peroksit çözünürleştirme işlemlerinde en çok tercih edilen asittir. Perklorik asit kullanımındaki gibi mikrodalga kapalı bozundurma işlemlerinde patlama riski vardır.

Çizelge 2.21. Çözünürleştirme Yöntemlerinin Karşılaştırılması

Yaş Yakma	Kuru Yakma	Mikroalga
Hızlı	Yavaş	Hızlı
Tecrübe ister	Kolay, basit	Kolay, basit
Düşük sıcaklık	Yüksek sıcaklık	Düşük sıcaklık
Kirlenme riski yüksek	Kirlenme riski yüksek	Kirlenme riski az
Düşük uygulanabilirlik	Yüksek uygulanabilirlik	Yüksek uygulanabilirlik
Reaktif tüketimi çok fazla	Reaktif tüketimi fazla	Reaktif tüketimi az

2.7. Eser Element Analizlerinde Çözünürleştirme Metotlarında Sistemik Hatalar

Çözünürleştirme metotlarında yapılan sistemik hataların değerlendirilmesi Çizelge 2.22’de verilmiştir. Analiz sonuçlarındaki anormal yüksek değerler, havadaki tozlar, reaktif blankları ve kap malzemelerinden kaynaklanan kontaminasyonların sonucu olabilir. Hata çalışmalarında, blank değerleri sonuçlardan çıkarılarak düzeltme yapılabilir. Yüksek blank değerlerinin nedenleri, tekrarlanabilirlik etkileri ve analizin tayin sınırıdır.

Çizelge 2.22. Çözünürleştirme Metotlarında Sistemik Hatalar (Vandecasteele 1993).

Hatanın türü	Hatanın kaynağı
	Kontaminasyon Atmosfer
	Reaktifler
	Kap malzemesi
	Element kayıpları buharlaşma
	Kap malzemesinin adsorpsiyon yapması
	Kap malzemesinin reaksiyona girmesi
	Çözünürleştirmenin tamamlanmaması

Si, Al, Fe, Ca, Na, K, Mg, C, Ti, Cl ve S elementleri havadaki tozlarda genel olarak vardır. V, Zn, Ni, Cr, Cu, Br ve F elementleri ise popülasyonun yüksek olduğu bölgelerde bile diğerlerine göre daha az bulunur ve yaklaşık konsantrasyonları $0.1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ’tür. Laboratuarlarda çalışma ortamının niteliğine göre bunlar ve diğer elementler

2. KAYNAK ÖZETLERİ

atmosferde bulunabilirler. Havadan gelecek kontaminasyonlar, kapalı sistemler kullanılarak azaltılabilir ya da tamamen yok edilebilir. Çalışılan odanın, laboratuvarın atmosferinin toz ve asılı parçacıklardan tamamen arındırılmış ve muhafaza edilmiş olması gerekebilir. Bu amaçla ‘temiz odalar’ denilen çalışılan alanda özel koruyucu elbiselerin (tozdan arındırılmış) kullanıldığı, laminar temiz hava akımının sağlandığı laboratuvarlar yapılmıştır. Burada, hava HEPA (high efficiency particulate air) filtreler kullanılarak toz parçacıklarından tamamen temizlenmektedir. Bu odaların veya bankoların kalitesi ortamda bulunan parçacık sayısı ile belirtilir. Örneğin tipik ‘sınıf 100’ veya ‘sınıf 10’ ifadelerinin anlamı havanın 0.28 m³ lük alanında 100 veya 10’den daha az parçacık bulunduğudur (Vandecasteele 1993).

Çizelge 2.23. Laboratuvar atmosferindeki bazı element konsantrasyonları (Vandecasteele 1993).

	Konsantrasyon (µg/m ³)			
	Fe	Cu	Pb	Cd
Normal laboratuvar	0.2	0.02	0.4	0.002
Temiz oda	0.001	0.002	0.0002	—

Çözünürleştirmede, reaktif kör değerleri yüksek saflıktaki reaktiflerden minimum miktarlar kullanılarak azaltılabilir. Kullanılan su ultra saf olmalıdır. Kap malzemesinin çözünürleştirme sırasında örnek madde ile reaksiyona girmesi de başka bir sistematik hata kaynağıdır. Araştırmalar çerçevesinde kullanılan çeşitli kap malzemeleri karşılaştırılmış ve tüm çalışmalar için ‘en iyi’ olarak nitelendirilebilecek kadar inert olmadıkları görülmüştür. Cam genellikle çok düşük eser element analizleri için kullanılmaz. PTFE belirli çalışmalar için oldukça uygundur. Kuartz ve polietilen, elementleri en az adsorbe eden elementlerdir, bu yüzden çok kullanılırlar (Yörük 2008).

2.8. Analitik Verilerin Değerlendirilmesinde Temel Kavramlar

Kesinlik: Ölçümlerin tekrarlanabilirliğini, yani tamamen aynı yolla elde edilen sonuçların yakınlığını gösterir.

Doğruluk: Ölçümlerin gerçek veya kabul edilen değere yakınlığını belirtir. Doğruluk ve kesinlik arasında farklılıklar vardır. Doğruluk bir sonuç ile gerçek değer arasındaki yakınlığı ölçer. Kesinlik ise aynı yolla ölçülen birçok sonuç arasındaki yakınlığı açıklar. Kesinlik, bir ölçmenin basit olarak tekrarlanmasıyla tayin edilir. Diğer taraftan, bir büyüklüğün gerçek değeri hiçbir zaman tam olarak bilinmediğinden, doğruluk tam olarak tayin edilemez. Doğru değer yerine doğru kabul edilen değer kullanılmalıdır. Doğruluk, mutlak ya da bağıl hata terimleriyle ifade edilir.

Mutlak hata: Bir X_i büyüklüğünün ölçümündeki mutlak hata $E = X_i - X_t$ eşitliği ile verilir. Buradaki X_t , söz konusu büyüklüğün gerçek değer kabul edilen değeridir.

Bağıl hata: Genellikle mutlak hatadan daha faydalı bir büyüklüktür. Yüzde bağıl hata şu eşitlikle ifade edilir.

$$E = (X_i - X_t)/X_t * 100$$

Standart sapma: Çok sayıda verinin kesinliğinin bir ölçüsü olan standart sapma şu eşitlikle verilir; $\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \mu)^2}{N-1}}$

Ortalama Değerin Güvenilirliği: Genel olarak laboratuvar koşullarında sonuçlar az sayıda analiz yapılarak değerlendirilir. Bu durumda elde edilen ortalama değer gerçek değerden farklı olabilir. Verilen sonuç, değer hangi güvenilirlik seviyesinde ve verilen hata sınırları içerisinde kabul edilebileceğinin belirtilmesi gerekir. Güvenilirlik sınırları % kaç olasılıkla, verilen ortalama değer belirtilen standart sapma değerleri arasında olduğunu gösterir. Genelde kullanılan güvenilirlik seviyesi % 95'tir. Ve buna karşı gelen hata sınırları $\pm 1,96 S$ dir.

Gözlenebilme sınırı: Bir analitik yöntemin başarısı genellikle gözlenebilme sınırı ile ölçülür. Gözlenebilme sınırı derişim birimleriyle verilir ve kör örnekten istatistiksel olan ve tayin edilebilen en düşük derişim olarak verilir. Pratikte gözlenebilme sınırı kör veya köre yakın derişimdeki bir çözelti için standart sapmanın

iki veya üç katının derişim eşdeęeri olarak alınır. Tekrarlanabilirlięin ve duyarlılıęın yüksek olması daha düşük gözlenebilme sınırının elde edilmesine neden olur.

Tayin sınırı ve dinamik aralık: Gözlenebilme sınırı 3 S ile verilse dahi çok düşük olduęundan gerçek tayinler için sınır standart sapma deęerinin eşdeęer derişimin bazan 5 veya 10 katı olarak alınır ki, bu deęer tayin sınırı olarak tanımlanır. Sinyalin derişimle doğrusal olarak deęiştii aralıęa dinamik aralık denir. Genel olarak sinyal-derişim eğrisi yüksek derişimlerde doğrusallıktan sapar ve eğim azalır. Pek çok yöntem için dinamik aralık tayin sınırı ile bükülmenin başladığı nokta arası olarak kabul edilir.

Sinyal/Gürültü oranı: Yapılan ölçümlerin tekrarlanabilirlięi sinyal/gürültü olarak (S/N) oranının yüksek olmasına baęlıdır. S/N oranı azalırsa % Baęıl Standart Sapma artar ve tekrarlanabilirlik azalır. S/N oranı cihazın özelliklerine, kullanım ömrüne ve örneklemedeki başarıya baęlıdır (Erdemoęlu 1998, Kılıç 1996).

2.9. İndüktif Eşleşmiş Plazma Optik Emisyon Spektroskopisi

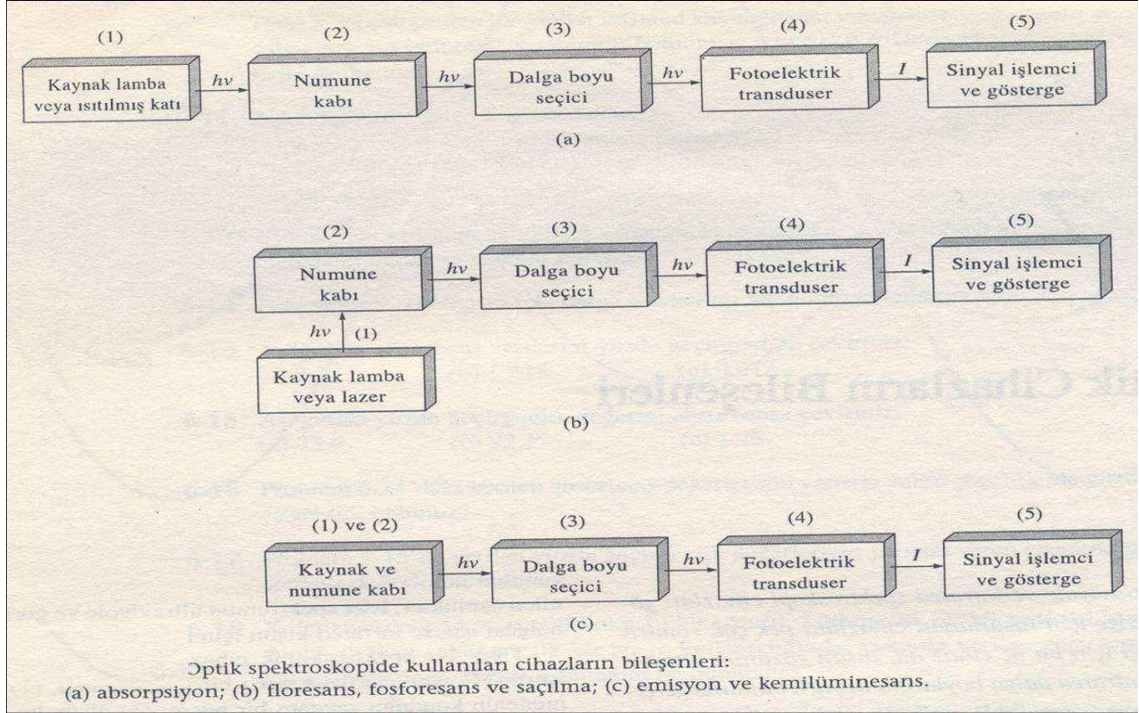
2.9.1. Optik Cihazların Bileşenleri

Optik spektroskopik yöntemler 6 olaya dayanır. **1.** Absorpsiyon, **2.** Floresans, **3.** fosforesans, **4.** Saçılma, **5.** Emisyon, **6.** Kemilüminesans.

Her olayı, ölçen cihaz yapısal olarak farklılık gösterirken, temel bileşenlerinin çoęu dikkate deęer ölçüde benzerlik gösterirler.

Tipik bir spektroskopik cihaz başlıca beş bileşen içerir:

1. Işın enerjisi kararlı bir ışık kaynağı, **2.** Numunenin konduęu saydam bir hücre, **3.** Ölçümler için spektrumun belirli bir bölgesini ayıran bir düzenek, **4.** Işınların enerjisini ölçülebilir bir sinyale (genellikle elektriksel) dönüştüren bir dedektör, **5.** Sinyal işlemcisi ve kayıt sistemidir.

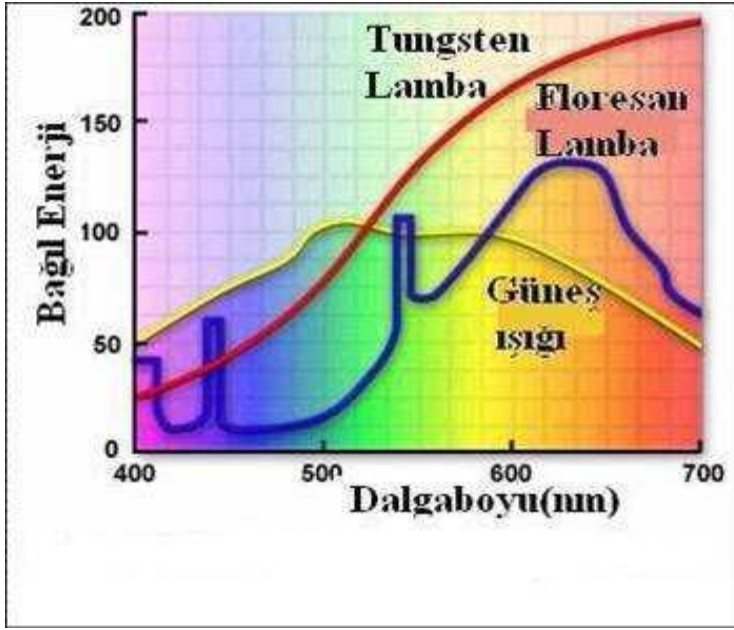


Şekil 2.8. Optik spektroskopide kullanılan cihazların bileşenleri

(a) absorpsiyon, (b) floresans, fosforesans ve saçılma, (c) emisyon ve kemilüminesans (Gündüz 2003).

2.9.2. Işık Kaynakları

1. Yeterli güçte ışın demetleri oluşturmalı,
2. Yayıdığı ışın şiddeti belirli sürede sabit kalmalı, (bunu sağlamak zor olduğundan iki ışın yollu cihazlar kullanılır. Numuneden geçen ve geçmeyen ışınlar karşılaştırılır.)
3. İstenilen dalga boyunda ışın yayabilmeli. Bütün bu özellikler tek bir ışın kaynağında olmadığından amaca uygun olarak çeşitli ışık kaynakları kullanılır. Kaynaklar yaydıkları ışına göre “sürekli” ve “çizgi” olmak üzere ikiye ayrılır.



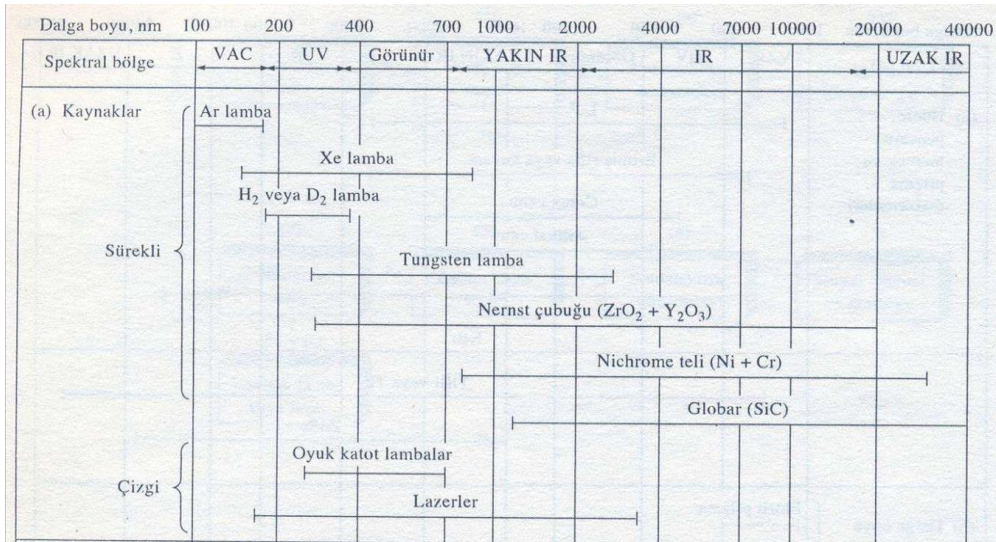
Şekil 2.9. Bazı görünür bölge ışık kaynakları (Gündüz 2003).

2.9.3. Sürekli Spektrum Kaynakları

Bunlar absorpsiyon ve floresans spektroskopisinde yaygın olarak kullanılır. Belli bir dalga boyu aralığında tüm dalga boylarındaki ışınları yayarlar.

2.9.4. Çizgi Spektrum Kaynakları

Sadece bazı dalga boylarında ışın yayan kaynaklardır.



Şekil 2.10. Spektral Bölgede sürekli ve çizgi spektrum kaynakları (Gündüz 2003)

2.9.5. Numune Kapları

Emisyon spektroskopisi hariç, bütün spektroskopik yöntemlerde numune kaplarına ihtiyaç duyulur. Numune kapları hücre veya küvet olarak adlandırılır. Çalışılan dalga boyu aralığı için geçirgen olmalıdır. Mesela cam küvetler 350 nm altındaki ışığı absorblayacağı için UV bölgedeki çalışmalarda kuvars veya erimiş silis küvet kullanılır. Sodyum klorür kristalleri IR bölgede uygun hücre penceresi olarak kullanılır.

2.9.6. Dalga Boyu Seçiciler

Spektroskopik analizlerin çoğunda, analit tarafından absorplanan veya yayılan bir ışın bandını diğer ışıklardan ayıracak bir sistem gerekir. Bu sistemler cihazın hem seçiciliğini hem de duyarlılığını büyük ölçüde artırır. Dalga boyu seçicisinden çıkan ışınların tek dalga boylu olması ideal olarak beklenir. Ancak hiçbir dalga boyu ayırıcısı bunu tam olarak yerine getiremez. Bir bant oluştururlar. Bandın inceliği cihazın performansını artırır. Dalga boyu seçiciler filtreler ve monokromatörler olarak iki başlıkta incelenir.

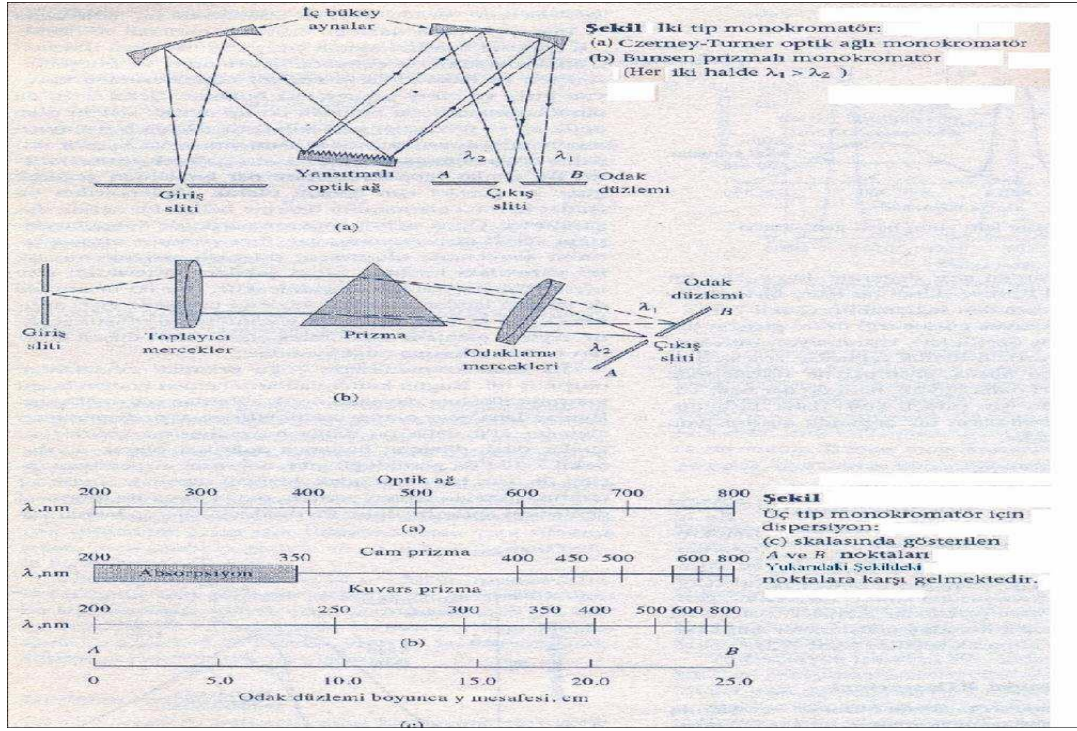
2.9.6.1. Filtreler

Filtreler, sürekli ışın veren bir kaynağın yaydığı ışıklardan belli bir ışın bandındaki diğer dalga boylarını absorblayarak çalışır. Absorbsiyon filtrelerinde etkin bant genişliği 30-250 nm aralığındadır. Absorbsiyon duyarlı çalışan filtreler görünür bölgede (GB) kullanılır. Genelde renkli camdırlar. Bunun dışında girişim filtreleri UV, GB ve IR bölgelerde kullanılır. Girişim filtreleri çok dar ışın bandı elde etmek için optik girişimden yararlanır. Filtreler basit sağlam ve ucuzdur.

2.9.6.2. Monokromatörler

Birçok spektroskopik yöntemde ışınların dalga boyunu sürekli olarak değiştirmek gerekir. Monokromatörler spektral taramaları yapabilmek için tasarlanmıştır. UV, GB ve IR için kullanılan monokromatörlerin yapılarında mercekler, pencereler, optik ağ veya prizmalar kullanılmıştır.

2. KAYNAK ÖZETLERİ



Şekil 2.11. (a) iki tip monokromatör: (i) Czerney-Turner optik ağı monokromatör (ii) Bunsen prizmalı monokromatör (Her iki halde $\lambda_1 > \lambda_2$) (b) Üç tip monokromatör için dispersiyon: (c) skalasında gösterilen A ve B noktaları yukarıdaki şekildeki noktalara karşı gelmektedir (Skoog 2002).

2.9.7. Dedektörler

Dedektör, genel anlamda herhangi bir fiziksel olgunun varlığını gösteren cihazlardır. Elektromagnetik veya radyoaktif ışınların varlığını gösteren fotoğraf filmleri, kütle farklarını gösteren terazi ibresi, termometrelerdeki civa seviyesi, bilinen dedektörlerdir. İnsan gözü de dedektördür. Göz GB ışınlarını bir elektrik sinyaline dönüştürür ve bu sinyal optik sinirdeki nöronlar zinciri ile beyne iletilir.

İdeal bir dedektörün özellikleri ;

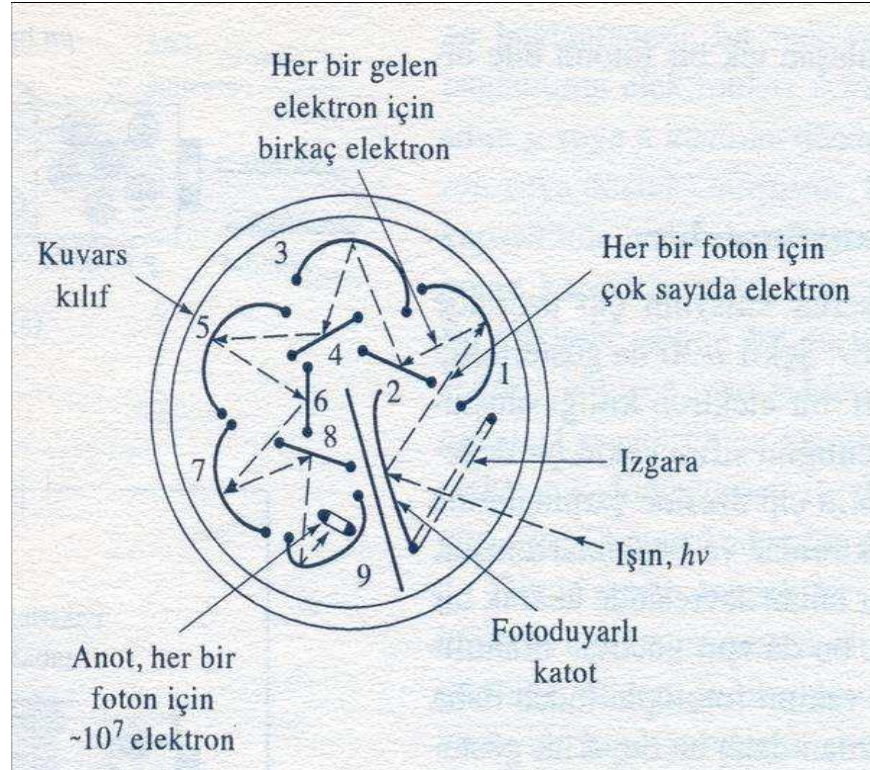
1. Yüksek duyarlılığa sahip olmalı,
2. Sinyal/Gürültü (S/G) oranı yüksek olmalı,
3. Geniş dalga boyu aralığında sabit ve orantılı cevap vermeli,
4. Hızlı cevap vermeli,

5. Işın gelmediğinde çıkış sinyali “0” olmalı.

Gürültü; analitik cihazlardan elde edilen sinyal, kontrolü mümkün olmayan pek çok değişkenin etkisiyle rastgele şekilde dalgalanır. Cihazın duyarlılığını azaltan bu dalgalanmalara gürültü denir.

2.9.8. Foto Çoğaltıcı Tüp

Foto çoğaltıcı tüp en çok kullanılan dedektörlerdendir. Tüpte foto duyarlı katoda karşı 9 tane dinod adı verilen ek elektrotlar vardır. Foto katodun yüzeyine ışın düşünce elektron yayar. Dinod 1 katoda oranla 90V daha pozitif tutularak elektronlar ona doğru hızlanır. Dinoda çarpan her bir elektron ilave elektronların oluşmasına yol açarlar. Dinod 1’den daha pozitif olan dinod 2’ye yönelirler. Burada tekrar yüzeye çarpan elektronlar ilave elektronlar oluşturur. Bu işlem 9 dinodda tamamlandığında her bir foton için $10^6 - 10^7$ elektron oluşur. Oluşan bütün elektronlar anotta toplanır ve oluşan akım ölçülür.



Şekil 2.12. Foto çoğaltıcı tüpün yapısı (Skoog 2003).

Dedektörler fotonlara ve ısıya duyarlı olmak üzere iki türdür. Foton dedektörleri, ışın fotonlarının aktif bir yüzeye çarparak ya elektron koparması ya da yüzeydeki elektronları uyararak yüzeyi iletken hale getirmesi esasına dayanır. Yaygın olarak 6 tip foton dedektörü kullanılır.

1. Fototüpler,
2. Foto çoğaltıcılar,
3. Silisyumlu foto diyotlar,
4. Fotovoltaik hücreler,
5. Fotoiletken hücreler,
6. Yük aktarım düzenekleri,

Isı dedektörleri ise, IR ışınları gibi düşük enerjili ışınların ölçümünde kullanılır, ısı dedektörleri, üzerine ışın düşüncü sıcaklığı yükselen siyah bir yüzeyden ve bu sıcaklık artışını elektrik sinyaline dönüştüren bir elektrik devreden oluşur (Gündüz 2003).

2.9.9. Sinyal işlemciler ve Göstergeler

Sinyal işlemcisi dedektörden gelen elektrik sinyalini yükselten elektronik bir düzenedir. Sinyali doğru akımdan alternatif akıma ya da alternatif akımdan doğru akıma çevirebilir. Sinyalde istenmeyen bileşenleri uzaklaştırabilir.

2.10. Plazma Kaynaklı Emisyon Spektroskopisi

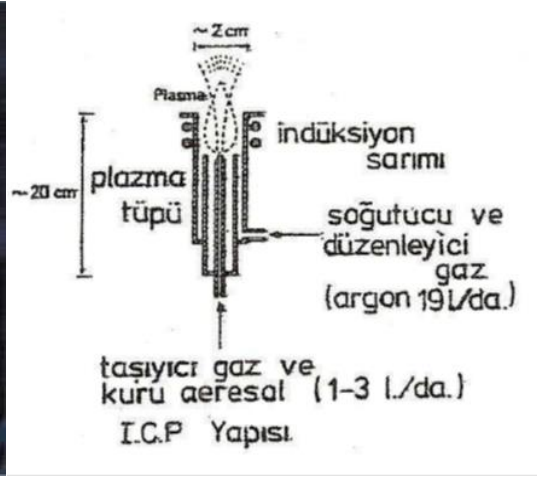
Analiz örneğinin atomlaştırılması ve uyarılması dışındaki düzeneklerin kullanıldığı cihazlarda, alev yerine elektrotların veya plazmanın yerleştirilmesinden başka bir değişiklik yoktur. Analiz edilecek örneğin atomlaştırılması ve uyarılması için yaygın olarak kullanılan yöntem, iki elektrot arasına elektrik boşalımı uygulamaktır. Bu yöntemde, örnek elektrotlardan birisinin içine konulur ve örnek içermeyen bir karşıt elektrotla bu elektrotun arasına elektrik boşalımı uygulanır. Elektrot malzemesi olarak genellikle grafit kullanılır. Bunun nedeni, grafitin yüksek iletkenliği ve spektral girişimlere neden olmayışıdır. Pek yaygın olmamakla birlikte bazı uygulamalarda grafit

yerine bakır elektrotlar da kullanılmaktadır. Atomik emisyon spektroskopisinde elektrik boşalımına dayanan atomlaştırma ve uyarma kaynakları son yıllarda yerini plazmalara bırakmıştır.

Kasyon ve elektronlardan meydana gelen ve elektrik akımını ileten ortama plazma denir. Gaz halindeki iyon akımı olarak tanımlanabilir. Plazmanın dışarıya yükü sıfırdır. Yani negatif yüklerin toplamı yaklaşık pozitif yüklerin toplamına eşittir. Plazmadaki kasyonlar farklı kasyonlardan meydana gelir. Örneğin argon plazmasında, argon kasyonları, elektronlar ve analiz yapılan numuneden buharlaşan atomların kasyonları bulunmaktadır. Numuneden buharlaşan atomların kasyonları miktar olarak argon kasyonları ve elektronlardan azdır. Bir plazmada argon iyonları oluştuktan sonra bu iyonlar, daha fazla iyonlaşma ile plazma halini sürdürebilmesini sağlayacak bir düzeyde sıcaklık oluşturmak için bir dış kaynaktan yeterli güç absorplama yeteneğine sahiptir. Yani argon kasyonları enerji absorplayarak ortamın sıcaklığı yaklaşık 10000 °K'de sabit olarak tutulur.



(a)



(b)



Şekil 2.13. a) Plazma b) ICP Yapısı c) ICP Sıcaklık Dağılımı (Welz, 1985).

Bugün kullanılan başlıca plazma tipleri :

1. Doğru akımla oluşturulan plazmalar (DCP)
2. Mikrodalga ile güçlendirilen plazmalar (MIP)
3. Kapasitif eşlemeli (bağlantılı) mikrodalga plazmaları (CMP)
4. İndüktif etkili (eşleşmeli) yüksek frekans plazmaları (ICP)

2.10.1. Doğru Akım Plazması (DCP)

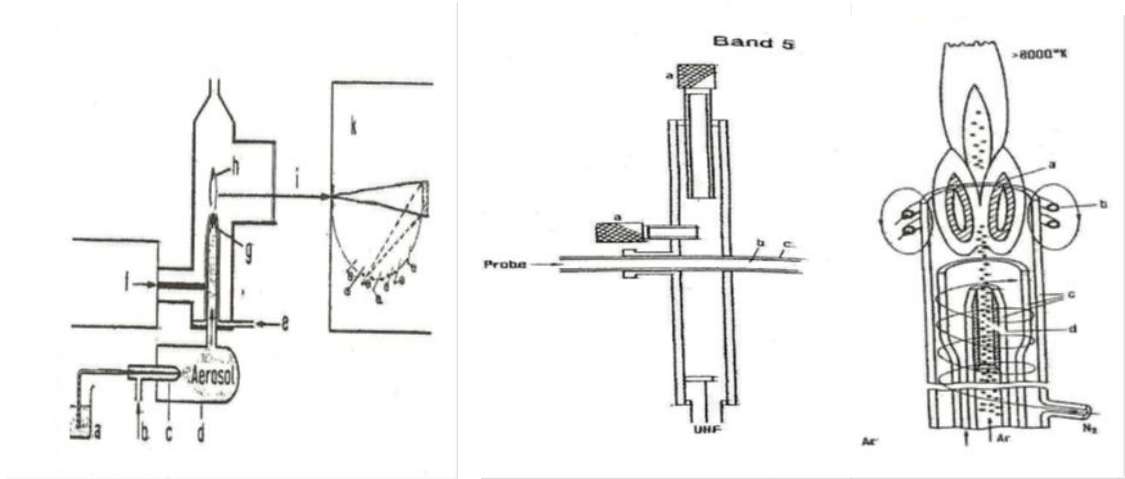
Bu plazma özellikle 1959'da Margoshes ve Schribner tarafından geliştirildi. Plazma iki eğik elektrot arasında yanma ile oluşur. Plazmanın bir kısmı elektrotlar arasında kalan gaz akımında oluşur. Kolay iyonlaşan alkali elementlerin eklenmesi ile elektrik iletkenliği değiştirilebilir. Akımsız bir plazmadır. Ancak özel düzenekli doğru akım arki ile oluşturulan bir plazmadır.

2.10.2. Mikrodalga Uyarmalı Plazma (MIP)

Bu plazma diğer plazmalardan oldukça farklı bir plazmadır. Oyuk bir ortamdaki Resonatörden değişken alanda bir dalga oluşturulur. Plazma elektrik alanın en yüksek olduğu yerde oluşturulur. Tipik güç 50-200W ve frekans 2.45Ghz'dir. Çalışma gazı olarak Ar veya He kullanılır. Düşük basınçta veya normal basınçta plazma oluşturulabilir. Uyarma sıcaklığı çalışma koşullarına göre 4000-6000°K ve gaz sıcaklığı 1500-3000°K (He'da yüksek değerler) olup, örnek plazmaya girmeden önce kurutulmalıdır. Çok az örneklerin analizine uygun olup MIP çoklukla gaz kromatografisinde element seçici dedektör olarak kullanılır.

2.10.3. Kapasitif Eşlemeli Mikrodalga Plazması (CMP)

Bu plazma 1951-1963 yılları arasında gelişti. CMP'nin basit şeması şekil 2.14.'te görülmektedir. CMP başlıca bir koaksial güç jeneratörü ve bunun ucunda aerosolün sürüklendiği bir yanma ucundan oluşur. 2.45 GHz gibi yüksek frekans oluşturan 100W gücündeki değişken elektrik alanı yanma ucu ile dış çeper arasına özel şekilli bir boşalım oluşturur. Plazma, örneği taşıyan aerosol içinde oluşur. Aerosol taşıyıcı gaz olarak N₂ ve Ar kullanılır. CMP akım taşıyan plazmadır. Bu nedenle kolay iyonlaşan maddelerin eklenmesi ICP'den daha kuvvetli reaksiyon verir. Uyarma sıcaklığı 5000-9000°K, gaz sıcaklığı 3000-5000°K arasındadır. Bu nedenle molekülleri ayrıştırmaya yeterli enerji mevcuttur.



Kapasitif Eşlemeli Mikrodalga Plazması (CMP)

Mikrodalga Uyarmalı Plazma (MIP)

İndüktif eşleşmeli plazma (ICP)

Şekil 2.14. Kapasitif Eşlemeli Mikrodalga Plazması (CMP), Mikrodalga Uyarmalı Plazma (MIP) ve İndüktif Eşleşmeli Plazma (ICP) CMP : a) Örnek çözeltisi, b) Argon girişi, c) Parçalayıcı nemlendirici, d) Ön Bölme, e) Azot, f) 2,47Ghz Jeneratörü, g) Soğutmalı yanıcı ucu, h) Plazma MIP : a) Mesafe ayar vidası, MIP, b) Kuvarz boru. ICP : a) Simit sekli plazma, b) İndüksiyon sarımı, c) Kuvarz boru, d) Aerosol parçaları (Welz 1985).

2.10.4. İndüktif Eşleşmiş Plazma (ICP)

Bu tür plazmalar önce Reed tarafından geliştirildi. Ancak bunlar Greenfield ve arkadaşları (1964) tarafından analiz amacıyla kullanılmak üzere geliştirildi. Daha sonra Fassel, Robin, Mermet, Boumans, Beroekaert ve Barnes'in çalışmaları ile geliştirilen bu

kaynak son yıllarda emisyon spektroskopisinin özellikle çözelti analizleri için en uygun uyarma kaynağı olarak yerini almıştır. En çok kullanılan plazma türü ICP (Inductively Coupled Plasma) dır. Plazma katyon ve anyon içeren elektriksel olarak iletken olan gaz halindeki iyon akımı olarak tanımlanabilir. Kolay iyonlaştırılabilmesi ve inert olması nedeniyle ICP tekniğindeki plazma argon gazı ile oluşturulur. Birçok değişik yöntemle plazma oluşturmak mümkün olmakla birlikte; bu yöntemde plazma, elektromagnetik olarak argon gazının, indüksiyon sarımlarında bir radyo frekans (rf) jeneratörü ile etkileştirilmesiyle elde edilir. İndüktif eşleşmiş plazma kaynağı iç içe geçmiş üç kuvars borudan (torch) yapılmıştır. Bunların arasından dakikada 10-17 ml argon gazı geçer. En geniş borunun çapı 2,5 cm'dir. Bu borunun üst kısmında suyla soğutulan radyo indüksiyon bobini bulunur. Radyo indüksiyon jeneratörünün gücü 27 veya 41Mhz ve 0,5-2 kW'dır. Çapı bir silindirik tüpten biraz daha büyük olan ikinci bir kuartz silindirin içinden ise plazmayı oluşturacak argon gazı geçer. Dış silindirin uç kısmına değişik sayıda indüksiyon sarımı sarılır ve bu sarımlar bir radyo frekans jeneratörüne bağlanır. Akan argonun iyonlaşması bir tesla bobininden kıvılcım ile başlatılır. Oluşan iyon ve elektronlar indüksiyon bobini tarafından oluşturulan magnetik alan sarımları ile etkileşir. Bu etkileşim sonucunda iyonlar ve elektronlar aynı yöne doğru akmaya başlar. Ortamın bu akmaya karşı gösterdiği direnç (ortamdaki argon iyonu ve elektron sayısının artması sonucu oluşan plazma) ile ortamın sıcaklığı 6000-10000°K arasında değişen bir sıcaklığa ulaşır. Plazmanın magnetik alandan enerji absorplaması elektrik transformatörlerinde birincil sarımdan ikincil sarıma enerji aktarımına benzer bir prosedir (Gündüz 2003, Skoog 2002).

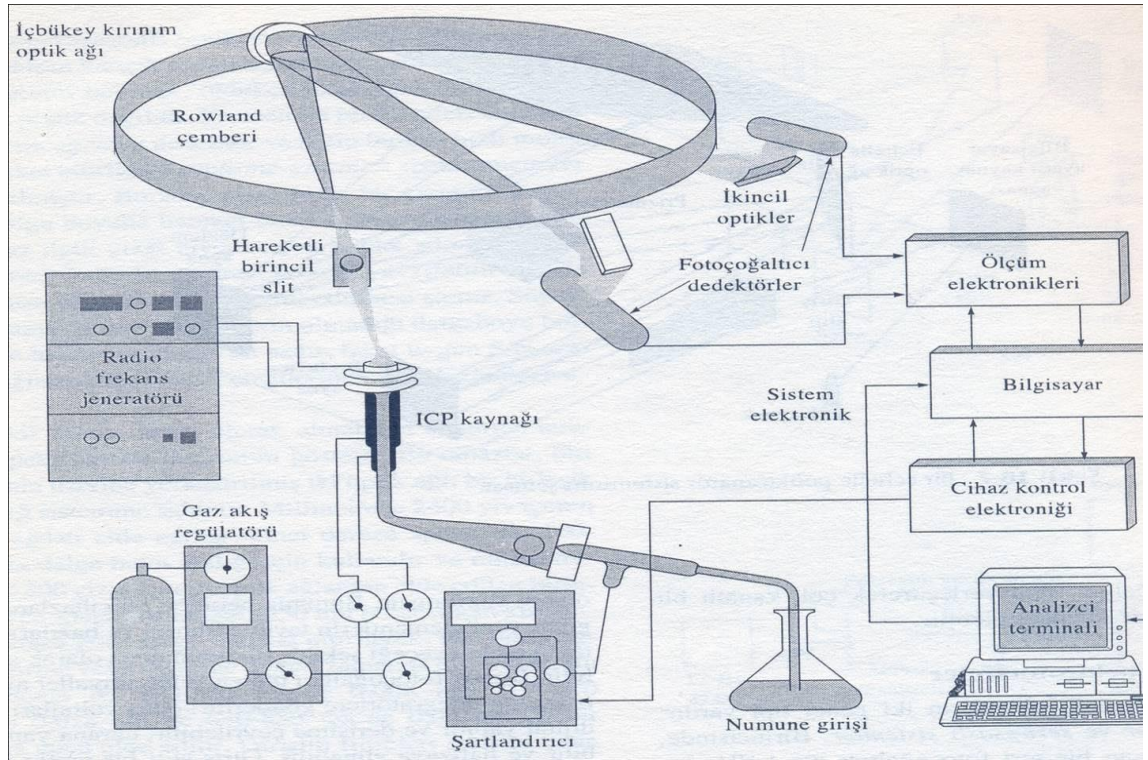
ICP-OES birçok araştırma alanında kullanılmaktadır. Çok sayıda örneğin hızlı bir şekilde ölçülmesine olanak tanıdığından çevresel analizler için uygundur ve tercih nedenidir.

ICP-OES'in çevresel analizleri için uygunluğunu gösteren bazı özellikler şunlardır;

1. ICP-OES'in element analizi tekniği yaklaşık yetmiş değişik kimyasal elementinin yüksek gerilimlerde izlenimlerine imkan sağlar.
2. ICP-OES çoğunlukla bilinen, izlenen metallerin (örneğin, Cu, Cr, Ni ve Zn) belirlenmesinde yeterli hassasiyete sahiptir. Diğer tekniklerden daha çok gözle görülen yüksek performans sağlar. Ti, W, V gibi elementlerin ve bazı ametallerin belirlenmesine de olanak sağlar.

3. Teoride örnekler sıvı, gaz veya katı olarak sunulabilir. Fakat pratikte çoğu örnekler katı veya gaz çözelti değil de sıvı halde elde edilebilir. Gaz örneklerinin ölçümünde As, Se ve Sb gibi gaz halindeki kararlı hidrürler önemli ikincil (yardımcı) tekniktir.

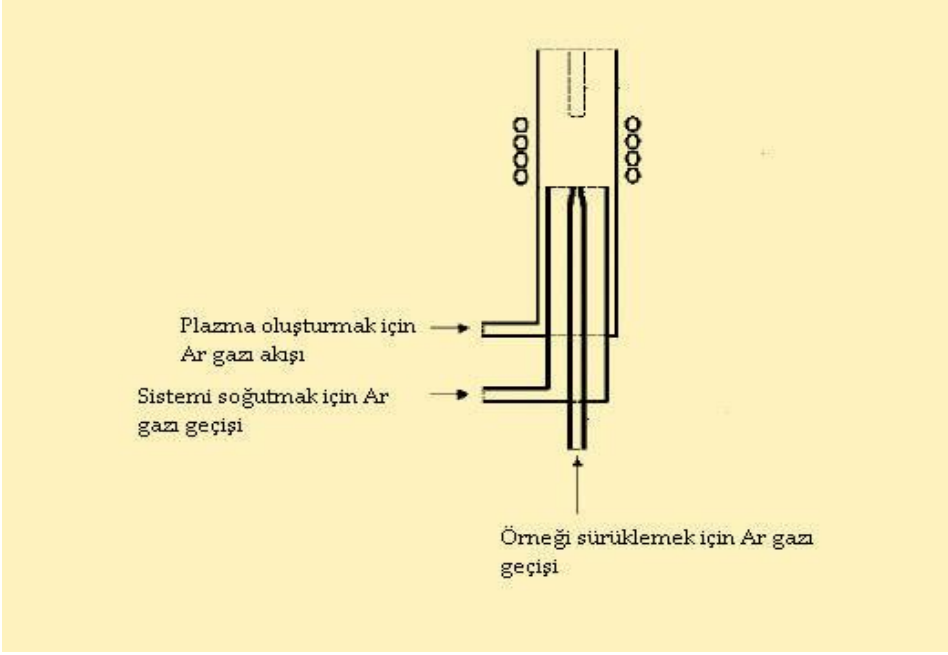
4. ICP-OES oldukça geniş, dinamik, kalibrasyon aralığına sahiptir. Tek bir örnek hazırlanmasıyla yüksek ve düşük ppm seviyelerinde ölçüm yapılabilir (Welz 1985).



Şekil 2.15. ICP-OES şematik gösterimi (Skoog 2002)

2.11. Numune Verilmesi

En içteki kuvarz borudan geçen argon gazı akısıyla plazma içerisinde numune taşınır. Numune, cihaza üç şekilde ilave edilebilir.



Şekil 2.16. Örneğin plazmaya taşınması

- 1. Aerosol halinde** : Ultrasonik bir sisleştirici vasıtasıyla oluşan çok küçük damlacıklar argon gazı yardımıyla plazmaya taşınır.
- 2. Buhar halinde** : Plazmaya katı ve sıvı numuneleri vermek için elektrotermal buharlaştırıcılar kullanılır.
- 3. İnce toz halinde** : Nebulizer yerine lazer kullanılır. Numune atomları, taşıyıcı argon gazı sayesinde 4000-8000°K sıcaklığındaki bölgeye ulaşır. Burada 2 ms kalırlar. Bu sıcaklıkta atomlaşma oluşur. Plazma sıcaklığında ark ve alevdeki gibi yerel termik denge yoktur. Sıcaklığın bu kadar yüksek olması a) Atomlaşma derecesini ve bununla tayin kapasitesini yükseltirken aynı zamanda alev ve AAS’de görülen moleküler girişimi önlenmiş olur. b) Çok çeşitli atom ve iyon hatları uyarabilir. Böylece değişik derişim aralığında değişik analiz hatları, hatta atom hatlarından daha şiddetli olan iyon hatları seçilebilir. Bunda başlıca etken soğutucu ve taşıyıcı olarak kullanılan argonun yarı kararlı enerji düzeyleridir. c) Çalışma koşullarının uygun seçimiyle ve spektral tampon kullanımıyla iç element etkisi de önlenir. Plazma sıcaklığı her bölgede aynıdır ve bu nedenle self absorpsiyon ve self dönüşüm etkileriyle karşılaşılmaz (Welz 1985) .

ICP çözelti analizlerinde AAS kadar yüksek tayin kapasitesine sahiptir (hatta bazı elementlerde daha da iyidir). Katı örneklerin de doğrudan analizi yapılacak şekilde ICP düzenekleri de vardır. Son yıllarda soğutucu gaz (dış gaz) olarak, hatta taşıyıcı gaz

olarak da argon yerine azot gazı kullanılan çalışmalar yayınlanmıştır. Bu plazmalar daha kararlı olup duyarlılığı biraz daha düşüktür. Son yıllarda ICP, kütle spektrometrelerinde iyonlaşma kaynağı olarak yaygın ve önemli bir yer tutmuştur. Pratikte yüksek güçlü (4-6 kW) ve düşük güçlü (0,4-2 kW) ICP kullanılmaktadır. Gücün düşmesi ICP'nin üstün özelliklerini değiştirmeden, düşük güçlü plazmalar daha üstündür.

ICP'nin Tipik çalışma koşulları :

Frekans : 50Mhz

Jeneratöre giren max. Güç : 2-3 Kw

Plazmaya çıkış gücü : 0,4-1,0 Kw

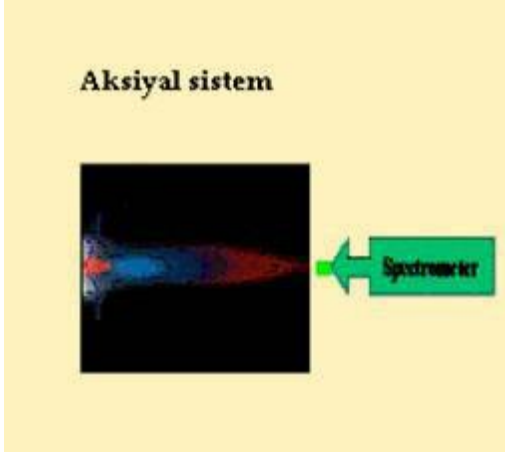
Osilatör anot akımı : 400-600 mA

Aerosol nemlendirici : Ultrasonik aerosol jeneratörü

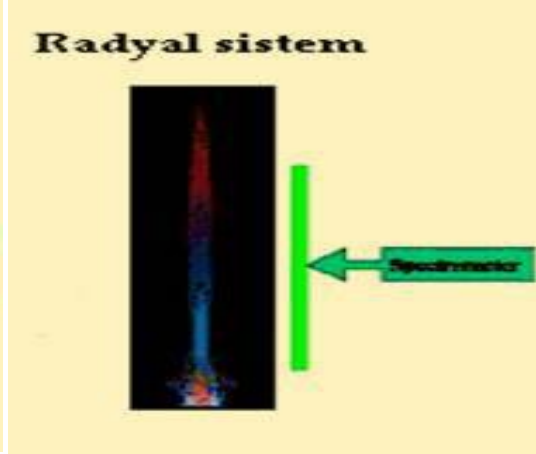
Taşıyıcı gaz hızı : 1-3 lt/dak argon

Soğutucu ve düzenleyici gaz hızı : 20 lt/dak argon

ICP teknolojisinin ilk yıllarında emisyonların plazmanın yan tarafında gözlemlendiği radyal tekniği kullanılmaktaydı. Daha sonraları, plazmanın torch eksenine doğrultusunda izlenebildiği aksiyal sistemler geliştirilmiştir. Farklı elementlerin sıcak bölgede farklı yüksekliklerde emisyon vermesi nedeniyle radyal plazma tekniğinde gözlem yüksekliği çok önemlidir. Aksiyal sistemlerde ise plazma eksenine boyunca daha yoğun olarak gelen emisyonlar kullanılmakta bu da duyarlılığın artmasına fakat çalışabilir üst sınırın azalmasına neden olmaktadır. Bu nedenle düşük konsantrasyonlu ölçümlerde aksiyal sistem tercih edilmelidir. Plazmanın aksiyal olarak gözlemlendiği uç kısımdaki soğuk bölgede bulunan temel enerji düzeyindeki atomlar emisyonları absorbe ederek self-absorbsiyona neden olur. Bunu engellemek için soğuk bölge hava bıçağı olarak adlandırılan bir yöntemle basınçlı hava kullanılarak kesilir.



Şekil 2.17. Aksiyal plazma



Şekil 2.18. Radyal plazma

2.11.1. Radyal Sistemler

Avantajları :

- Yüksek konsantrasyonlarda çalışır,
- Kolay iyonlaşabilen elementlerden fazla etkilenmez,
- Daha az miktarda spektral interferans,
- İnternal standardizasyon gerektirmeyebilir,
- İyonizasyon engelliyiciler önemli değildir.

Dez avantajları :

- İz elementler için uygun değildir,
- Düşük konsantrasyonlarda hassasiyeti azalır,
- İlgilenilen konsantrasyonlarda pek çok dalga boyu duyarlı olmayabilir.

2.11.2. Aksiyal Sistemler

Avantajları :

- Dedeksiyon limitleri çok iyidir,
- Düşük konsantrasyonlarda hassasiyeti Radyal sistemlere göre çok iyidir,
- Çok iyi sinyal/background oranlarına sahiptir,

-Matriks etkisini veya toplam çözünmüş katı miktarını azaltmak için numune seyreltilmesine daha uygundur.

- Dezavantajları :

- Sisleşme etkileri çok belirginleşir,

- Kolay iyonlaşabilen element etkileri artar, tampon kullanılması gerekir,

- İnternal standardizasyon gerektirir.

Sonuç olarak, Plazma teknikleri açısından bakıldığında, ne yazık ki Aksiyal ve Radyal teknikler geniş kapsamlı uygulamalarda tek başlarına yeterli olamamaktadır. Radyal teknikler kullanım kolaylığı sağlarken yeterli düzeyde düşük dedeksiyon limitlerine inememekte, buna karşılık, Aksiyal sistemlerin dedeksiyon limitleri düşük olmakla birlikte kullanım bakımından bazı kısıtlamalar getirmektedir (Skoog 2002).

2.12. Analitik Hatalar

Hata, ölçülen değer ile gerçek değer arasındaki fark olarak adlandırılır. İyi bir kantitatif analiz yapmak için, sırasıyla metot seçimi, temsili numune almak, laboratuvar numunesinin hazırlanması, tekrar numunelerinin alınması, numunelerin çözülmesi, bozucu etkilerin giderilmesi, analitin özelliğinin ölçülmesi, sonuçların hesaplanması ve güvenilirliğinin belirlenmesi gerekir (Skoog 1996).

Güvenilirliği bilinmeyen veriler değersiz olduğundan, sonuçların olası doğruluğunun değerlendirilmesi her analizin en önemli kısmıdır. Verilerin güvenilirliğinin karşılaştırılmasında iki terim çok önemlidir. Bunlar kesinlik ve doğruluktur. Kesinlik, sonuçların tekrarlanabilirliği olarak tanımlanır ve iki veya daha fazla tekrarlar elde edilen sonuçların veya tamamen aynı yolla elde edilen ölçümlerin sonuçlarının sayısal değerlerinin aralarındaki uyumdur.

2.12.1. Cihaz Hataları

Cihaz hatalarının tipik kaynakları, elektronik devrelerdeki kaymalar, vakum sistemlerindeki sızdırma, dedektörlerdeki sıcaklık etkileri, 110 V'luk güç hatlarındaki devrelerde indüklenmiş akım, kullanıma bağlı olarak kalibrasyon hatalarıdır.

Sistemik cihaz hataları genellikle uygun standartlarda kalibrasyon yapılarak tespit edilir ve düzeltilir. Aşınma, korozyon ve kötü kullanım neticesi cihazların periyodik olarak kalibrasyonunun yapılması gerekir (Skoog 1998).

2.12.2. Kişisel Hatalar

Kişisel hatalarla, analizcinin yargıya varmak durumunda kaldığı ölçümlerde karşılaşılır. İki skala bölmesi arasından bir göstergenin yerini, bir titrasyonda çözeltinin dönüm noktasındaki rengini, taksimatlı bir pipetle taksimatlara göre sıvı seviyesini veya iki ışın kaynağının bağıl şiddetlerini belirlemek, bu hata kaynaklarına örnek gösterilebilir. Kişisel hataların birçoğu, dikkatle ve kendi kendimizi eğiterek en aza indirilebilir (Skoog 1998).

2.12.3. Yöntem Hataları

Herhangi bir kantitatif analizde önemli ilk basamak, metot seçimidir. Bir analizin dayandığı reaksiyonların ve analizde kullanılan reaktifin ideal olmayan fiziksel ve kimyasal davranışları genellikle sistemik yöntem hatalarına yol açar. Muhtemel kaynakları kimyasal reaksiyonların yavaşlığı veya tamamlanamaması, buharlaşmayla olan kayıplar, katılar tarafından analitin absorpsiyonu, reaktiflerin kararsızlığı, kirlenmeler ve kimyasal bozucu etkilerdir. Yöntem hataları, diğer sistemik hatalara oranla daha zor tespit edilebilir ve düzeltilebilir. Bir yöntemin geçerliliğinin tespitinin en iyi ve emin yolu, fiziksel ve kimyasal özellikleri analiz edilecek numuneye benzer standart malzemelerin o yöntemle analizidir.

Ulusal Standartlar ve Teknoloji Enstitüsü'nün (NIST) tarafından analitik yöntemlerin kontrolü için özel olarak hazırlanmış çeşitli standart maddeler (SRM) hazırlanmakta ve satılmaktadır. Ayrıca saf kimyasalların karışımıyla da standartlar elde edilebilir (Skoog 1998).

2.12.4. Hatanın Sonuca Yansıtılması

Bir nesnenin uzunluğu veya bir çözeltinin sıcaklığı gibi bir özel ölçümle ilgili rastgele hatanın tahmini veya ölçümü mümkündür. Hata, bir cihazın ne kadar iyi okunabildiğine veya özel bir metotla ilgili tecrübelerle ilgili olarak değişir (Haris 1994).

Verileri kullananlar için sosyal bir sonuç, onun doğruluğu hakkında bazı şeyler bilinmedikçe değersizdir. Bu nedenle, daima verilerin güvenilirliğini en iyi şekilde göstermek gerekir. Güvenirliliği göstermenin en iyi yollarından biri, %90 veya %95 güven seviyesindeki bir güven sınırını vermektedir. Diğer bir metot ise, verilen mutlak standart sapmasını veya varyasyon katsayısını vermektedir. Çok sayıdaki veri için ortalamanın tam değeri (μ) hiçbir zaman tam olarak tayin edilemez. Çünkü tam olarak tayin edilebilmesi için sonsuz tane deney yapmak gerekir. Bununla beraber istatistiksel teori, verilen bir olasılık derecesinde, deneysel olarak tayin edilen ortalama (X_{ort}) etrafında, gerçek ortalama değerin (μ) de içinde kaldığı sınırları bulmamıza yardımcı eder. Bu sınırlar güven sınırları, bu sınırların belirlediği aralık da güven aralığı olarak bilinir.

$$\mu \text{ için güven sınırı (GS)} = X \pm Z\sigma \quad (5.4)$$

olarak ifade edilir. N adet ölçümün ortalaması için, σ yerine ortalamanın standart hatası olan

$$\sigma / \sqrt{N} \text{ kullanılır, yani; } \mu \text{ için güven sınırı (GS)} = X_{ort} \pm \frac{Z\sigma}{\sqrt{N}} \quad (5.33)$$

şeklindedir. Burada, Z çeşitli güven seviyeleri için değişen bir sabit sayıdır.

2.13. Yapılan Çalışmalar

Bosnak ve Pruszkowski (2010), Bu çalışmada bazı SRM maddeler mikrodalga çözünürleştirme uygulanmış ve ICP-MS ile eser element konsantrasyonları ölçülmüştür. 0.5 g SRM tartılıp 5+2 ml HNO₃ ve H₂O₂ eklenmiş ve 30 dk.' da tamamının çözündüğü görülmüştür

Çizelge 2.24. Mikrodalga çözünleştirme programı NIST® Food SRMs. İçin

Adım	Güç(W)	Rampa (dk.)	Durmak (dk.)
1	500	1	4
2	1000	5	5
3	1400	5	10
4	(soğutma 0)	—	15

Bulunan değerler şöyledir.

Çizelge 2.25. NIST® 8436 Wheat Flour analiz sonuçları ICP-MS kullanılarak

Element	Kütle (a.no)	Referans değer (mg/kg)	Deneysel değer (mg/kg)
B	11	—	0.62
Na	23	16.0 ±6.1	17.0
Mg	26	1070 ±80	1030
Al	27	11.7 ±4.7	11.8
P	31	2900 ±220	2330
S	34	1930 ±280	1460
K	39	3180 ±140	2950
Ca	44	278 ±26	262
V	51	0.021 ±0.006	0.026
Cr	52	0.023 ±0.009	0.053
Fe	54	41.5 ±4.0	41.4
Mn	55	16.0 ±1.0	15.1
Co	59	0.008 ±0.004	0.007
Ni	60	0.17 ±0.08	0.17
Cu	63	4.30 ±0.69	4.18
Zn	66	22.2 ±1.7	20.6
As	75	(0.03)	0.01
Se	78	1.23 ±0.09	1.22
Sr	88	1.19 ±0.09	1.19
Mo	98	0.70 ±0.12	0.72
Cd	111	0.11 ±0.05	0.11
Sn	118	—	0.032
Sb	121	—	0.002
Ba	137	2.11 ±0.47	2.04
Hg	202	0.0004 ±0.0002	<0.0007
Pb	208	0.023 ±0.006	0.35
Tl	205	—	<0.0001

Ereifej ve ark. (2001), Bu çalışmada Ürdün'deki arpa, makarnalık buğday, bezelye, mercimek ve nohut örneklerinde Cu, P, Mg, K, Na, Fe, Zn, Cu ve Mn içeriklerine bakılmıştır. FAO, Fas ülkeleri ile kıyaslanmıştır. AAS ile analizler yapılmıştır.

Çizelge 2.26. Bazı Ürdün tahıllarında ve baklagillerinde mineral element konsantrasyonu FAO ve Fas'takilerle karşılaştırılması (mg/100g)

ürünler		Ca	P	Mg	K	Na	Fe	Zn	Cu	Mn
arpa	Ürdün	69.3±3	179.0±5	92.7±2	612±4	6.5±0.8	6.3±0.20	2.0±0.004	3.5±0.40	0.8±0.30
	Fas	69.9±2.5	350±6	135±3	573±11	20.3±1.3	3.5±0.27	2.8±0.05	2.29±0.02	1.94±0.09
	FAO	67.7	279	—	—	—	19.9	—	—	—
Makarnalı kbuğday	Ürdün	29.5±0.6	265.3±3	85.1±4	625±8	7.9±0.9	8.3±0.04	2.5±0.3	3.8±0.06	—
	Fas	40.1±0.5	392±6	137±2	515±7	5.6±1.2	3.5±0.09	3.74±0.03	0.26±0.06	4.74±0.34
	FAO	55.8	349	—	—	—	—	—	—	—
bezelye	Ürdün	71.7±3.5	771.7±5	184.5±2	1050±22	54.9±6	2.8±0.03	6.3±0.5	1.22±0.03	1.62±0.03
	Fas	106±3	393±7	143±3	1111±26	2.9±0.3	6.71±0.1	3.69±0.66	0.80±0.02	1.48±0.07
	FAO	101	429	—	—	—	20.1	—	—	—
mercimek	Ürdün	42.3±4	458.5±10	12.9±2	38.1±3	78.6±5	13.3±2	6.2±0.03	1.1±0.03	1.3±0.5
	Fas	97.9±4.8	315	119±1	548±21	30.4±10.6	11.9±1.4	3.73±0.08	0.88±0.2	1.48±0.08
	FAO	71.0	331	—	—	—	7.8	—	—	—
nohut	Ürdün	225±0.1	2.2±0.2	1.4±0	13.6±1	264±8	9.0±0.16	3.6±0.05	1.7±0.01	2.0±0.06
	Fas	182±3	344±6	151±3	1119±20	8.01±1.3	—	—	—	—
	FAO	280±2	301	—	—	—	12.3	—	—	—

Tuzen ve Soylak (2007), Bu çalışma konserve ürünlerindeki (mantar, mısır, bezelye, karışık sebze, domates, barbunya, turşu, üzüm yaprağı dolması, fasulye, şarküteri) bakır, çinko, mangan, demir selenyum, alüminyum, krom, nikel ve kobalt içeriklerine bakılmış ve mikrodalga çözünürleştirme yöntemi kullanılmıştır. 1 g örnek tartılarak 6 ml HNO₃ ve 2 ml H₂O₂ kullanılmış ve metodun doğruluğu için NIST SRM 1573a Tomato leaves kullanılmıştır. Geri kazınım değerleri %95 in üstünde bulunmuştur. Cihaz olarak FAAS ve GFAAS kullanılmıştır. Bulunan konsantrasyon aralıkları 2.85–7.77 µg/g bakır için, 8.46–21.9 µg/g çinko için, 6.46–18.6 µg/g mangan için, 27.5–79.6 µg/g demir için, 0.05–0.35 µg/g selenyum için, 0.93–3.17 µg/g alüminyum için, 0.19–0.52 µg/g krom, 0.18–0.75 µg/g nikel için ve 0.20–1.10 µg/g kobalt için, bulmuşlardır.

Dickson (2010), Bu çalışmada pirinç ununda bakır, mangan, çinko, kurşun ve kadmiyum konsantrasyonlarına bakılmıştır. Çalışma GFAAS ve FAAS ile yapılmıştır. Kapalı sistem mikrodalga çözünürleştirme yapılmış ve 0.25 g örnek üzerine 4+4 ml HNO₃ eklenmiştir. Bulunan değerler şöyledir.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Çizelge 2.27. SRM, pirinç unu ve tam pirinçteki Cu,Mn,Zn,Cd,ve Pb konsantrasyonları

	Beklenen konsantrasyon(mg/kg)	Ölçülen konsantrasyon(mg/kg)	Geri kazanım(%)
Bakır			
SRM Pirinç unu Tam pirinç	0.013	0.012 0.007 0.014	108.3
Mangan			
SRM Pirinç unu Tam pirinç	0.163	0.162 0.038 0.026	100.6
Çinko			
SRM Pirinç unu Tam pirinç	0.110	0.111 0.091 0.063	99.1
Kadmiyum			
SRM Pirinç unu Tam pirinç	1.43± 0.07	1.5 <DL <DL	105
Kurşun			
SRM Pirinç unu Tam pirinç	2.00± 0.07	2.03 <DL <DL	102 %

Hongxing ve Kui (2012), Bu çalışma Pekin'deki bazı tahıl ürünlerindeki eser elementler ICP-MS ile ölçülmüştür.

Çizelge 2.28. Pekindeki bazı tahıllarda 10 mineral element içerikleri

Mineral elementler	Tahıllar (µg/g)			
	Mısır	Soya	Buğday	Darı
Li	0.014	0.065	0.020	0.012
Ca	47.69	699.53	200.63	154.20
Mg	313.09	1184.51	321.11	1129.71
Fe	16.99	108.44	19.02	34.13
Mn	1.42	15.11	6.69	11.16
Cu	0.647	6.698 2	.896	6.119
Zn	6.11	31.70	8.01	26.89
Mo	0.248	2.403	0.175	0.261
K	1688.87	9611.04	1569.34	2285.54
Se	boş	0.352	0.067	boş

Elementler genellikle büyükten küçüğe doğru tahıllarda $K > Mg > Ca > Fe > Zn > Mn > Cu > Mo > Li$ şeklinde sıralanmıştır.

Salama ve Radwan (2005), Bu çalışmada çeşitli gıda maddelerindeki Cd, Zn, Pb, ve Cu konsantrasyonlarına bakılmıştır. AAS yöntemi ile analizler yapılmış ve bazı ülkelerle karşılaştırılmıştır. Aşağıdaki değerler bulunmuştur.

Çizelge 2.29. Baklagil, tahıl, ve tahıl ürünlerinde Kadmiyum, kurşun bakır ve çinko konsantrasyonları

Gıdalar	Ortalama konsantrasyon±Standart sapma (mg/kg)			
	Cd	Pb	Cu	Zn
bakla	0.063 ± 0.05	0.281 ± 0.26	8.012 ± 0.59	14.534 ± 4.05
börülce	0.010 ± 0.00	0.132 ± 0.01	3.165 ± 0.01	12.455 ± 0.29
nohut	0.056 ± 0.04	0.143 ± 0.03	6.193 ± 2.78	10.764 ± 0.37
fasulye	0.178 ± 0.04	0.217 ± 0.09	4.254 ± 0.49	12.940 ± 1.51
Acı bakla	0.150 ± 0.04	0.218 ± 0.20	2.839 ± 0.35	15.861 ± 3.03
boyotu	0.150 ± 0.11	0.264 ± 0.12	7.252 ± 0.29	14.605 ± 4.60
Tüm tohum mercimek	0.013 ± 0.00	0.013 ± 0.00	3.676 ± 0.36	9.102 ± 1.26
Bölünmüş mercimek	0.024 ± 0.00	0.024 ± 0.00	3.406 ± 0.19	6.111 ± 2.46
Tahıllar				
pirinç	0.091 ± 0.07	0.239 ± 0.02	0.241 ± 0.04	4.893 ± 0.70
mısır	0.142 ± 0.03	0.116 ± 0.06	0.458 ± 0.08	15.45 ± 2.94
arpa	0.136 ± 0.02	0.131 ± 0.06	1.962 ± 0.08	9.244 ± 3.62
buğday	0.131 ± 0.02	0.398 ± 0.18	1.776 ± 0.66	12.02 ± 4.70
Tahıl ürünleri				
spagetti	0.155 ± 0.02	0.245 ± 0.14	0.403 ± 0.06	3.395 ± 0.64
Tatlı büsküviler	0.013 ± 0.00	0.126 ± 0.06	0.787 ± 0.05	2.347 ± 0.01
Tuzlu büsküviler	0.122 ± 0.07	0.127 ± 0.08	1.386 ± 0.18	4.749 ± 0.16
makarna	0.127 ± 0.04	0.299 ± 0.13	0.816 ± 0.01	5.127 ± 0.29
Pizza kabuk	0.123 ± 0.06	0.176 ± 0.09	0.889 ± 0.17	13.70 ± 2.08
Patlamış mısır	0.194 ± 0.09	0.152 ± 0.11	0.633 ± 0.02	5.218 ± 0.60

Jamalia ve ark. (2009), Bu çalışmada toprak ve kepekli unda ve BCR 189 SRM' de Cd, Cr, Cu, Ni, Pb ve Zn içeriklerine bakılmıştır. Yöntem olarak FAAS ve ETAAS kullanılmıştır. Mikrodalga çözünürleştirme yapılmıştır. Toprak için (200mg) 3 ml HNO₃ ve 1 ml HCl kullanılmıştır. Kepekli un için (200 mg) 2 ml HNO₃ ve 1 ml H₂O₂

2. KAYNAK ÖZETLERİ

kullanılmıştır. Bu çalışma Pakistan’da yapılmıştır. Aşağıdaki değerler bulunmuştur ve geri kazanım değerlerinin oldukça iyi olduğu görülmüştür.

Çizelge 2.30. Whole meal BCR 189 SRM maddesindeki Cd, Cr, Cu, Ni, Pb ve Zn element konsantrasyonları ve geri kazanım değerleri

Elementler	Whole meal flour BCR 189(mg/kg)		
	Sertifikalı değer	Bulunan değer	geri kazanım
Cd	0.072 ± 0.003	0.071 ± 0.002	98.6
Cr	0.065 ± 0.001	0.068 ± 0.002	98.3
Cu	6.4 ± 0.2	6.2 ± 0.18	105.6
Ni	0.35 ± 0.04	0.342 ± 0.04	101.6
Pb	0.38 ± 0.012	0.36 ± 0.014	104.6
Zn	56.5 ± 1.7	57.4 ± 1.9	96.9

Çizelge 2.31. Topraktaki Toplam metal konsantrasyonları

Topraktaki toplam metal(mg/kg)	
Cd	1.59 ± 0.114
Cr	2.22 ± 0.049
Cu	11.1 ± 0.374
Ni	28.1 ± 0.875
Pb	21.1 ± 0.421
Zn	104.6 ± 0.637

Sagera ve Mutendonfer, Bu çalışmada buğday ve arpa örneklerinin Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb ve Zn konsantrasyonlarına GFAAS ve FAAS ile bakılmıştır. Çözünürleştirme için HNO₃ ve HCl kullanılmıştır. Aşağıdaki değerler bulunmuştur.

Çizelge 2.32. Buğday örneklerinde ve arpada bazı eser element konsantrasyonları

Elementler	Buğday örneklerinde ranj(mg/kg)	Elementler	Arpa için ortalama değer (mg/kg)
Cd	0.011-0.108	Cu	4.10±0.35
Co	0.005-0.095	Mn	17.0±0.8
Cr	0.08-3.20	Fe	43.4±10.6
Cu	2.35-4.20	Zn	23.2±0.8
Fe	24.1-93.0	Cr	0.49±0.52
Mn	17.9-34.3	Ni	0.55±0.44
Mo	0.11-0.36	Pb	0.155±0.069
Ni	0.11-1.26	Co	-
Pb	0.13-0.43	-	-
Zn	16.1-26.4	-	-

Momen ve ark. (2006), Bu çalışmada yaş yakma ve kuru yakma yöntemleri ile baklagillerdeki (Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Zn) ve toksik (Al, Cd, Pb) elementlerin konsantrasyonu ICP-OES ile ölçülmüştür. Bulunan değerler diğer asya ülkeleri ile uyumludur. Yöntemin geçerliliği için IAEA-331 ve IAEA-359 SRM maddeleri kullanılmıştır.

Yaş yakmada $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}_2$ 4+1+1 asit karışımı kullanılmış, 0,5 g numune tartılmıştır. kuru yakma için $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2+\text{HNO}_3$ 2+1 oranında eklenmiştir.

Çizelge 2.33. Baklagillerde $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{SO}_4$ asit karışımı kullanılarak elde edilen element konsantrasyonları ($\mu\text{g/g}$)

Elementler	Beyaz fasulye	Bakla	Mercimek	Bezelye	Nohut
Al	13.0±0.5	17.0±0.5	39±3	1.0±0.1	35±3
Cd	0.90±0.08	0.80±0.06	0.50±0.03	<LOQ	<LOQ
Cr	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Cu	15.7±1.0	16.2±1.0	7.7±0.4	20±1	13.0±0.6
Fe	79±4	110±5	129±5	23±2	64±3
Mg	1524±35	1361±30	2229±59	1688±44	1596±39
Mn	23±2	15.0±0.5	19.0±0.8	9.0±0.4	33±3
Pb	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Zn	82±4	34±3	58±3	42±3	45±2

<LOQ: Tespit sınırının altında

Sonuçları bulunmuştur

Al-Gahri ve ark. (2008), Bu çalışmada Yemen’de yetişen ve ithal edilen bazı buğday örneklerindeki Fe, Cu, Mn, Zn, Co, Cd ve Pb içeriklerine bakılmış ve FAAS yöntemi kullanılmıştır.

Çizelge 2.34. Yemen’de Çalışılan buğday örneklerindeki mikroelement içerikleri

Elementler	Buğday örnekleri (kaynaklar), $\mu\text{g/g}$				
	Kuzey kesim	Orta kesim	Doğu yaylası	Avusturya	Amerika
Fe	51.40±0.11	53.05±0.13	51.06±0.13	57.63±0.12	60.54 ±0.09
Zn	10.05±0.12	16.60±0.14	16.96±0.09	11.55±0.13	17.13 ±0.12
Mn	35.43±0.07	49.82±0.04	34.88±0.06	44.10±0.07	41.33 ±0.09
Cu	8.30±0.01	9.02±0.02	5.73±0.02	4.70±0.03	5.24 ±0.02
Co	ND	0.177±0.001	0.071±0.003	0.043±0.001	0.154 ±0.002
Cd	ND	0.246±0.001	0.296±0.002	ND	0.117 ±0.001
Pb	0.257±0.01	0.367±0.02	ND	ND	0.346 ± 0.01

ND:tespit edilemedi

Reyes ve ark. (2010), Bu çalışmada Brezilya’daki bazı sebze, tahıl ve baklagillerinde As, Sb, Se, Te ve Bi içeriklerine bakılmıştır. Kuru yakma işlemi

2. KAYNAK ÖZETLERİ

uygulanmış ve HCl ile çözme işlemi yapılmıştır. Hydride generation atomic fluorescence spectrometry (HG-AFS) yöntemi kullanılmıştır. Rice Flour (NIST 1568a), Tomato Leaves (NIST 1573) ve Cabbage (IAEA 359) referans materyalleri kullanılmıştır ve bulunan değerler ile sertifikalı değerler arasında iyi bir uyum olduğu görülmüştür. Analizlerde aşağıdaki değerler bulunmuştur.

Çizelge 2.35. Brezilya'daki bazı sebze, tahıl ve baklagillerdeki As, Sb, Se, Te ve Bi element konsantrasyonları

Ürünler	As(ng/g)	Sb(ng/g)	Se(ng/g)	Te(ng/g)	Bi(ng/g)
Castellana mercimek	29 ± 1	1.3 ± 0.1	<LOD	<LOD	<LOD
Nohut	61 ± 2	1.5 ± 0.1	270 ± 4	<LOD	<LOD
İrmik	86 ± 4	<LOD	50 ± 6	<LOD	<LOD
Buğday unu	<LOD	0.34 ± 0.05	50 ± 3	<LOD	<LOD
Mısır unu	<LOD	0.5 ± 0.1	109 ± 2	<LOD	<LOD
Pirinç	105 ± 4	0.43 ± 0.04	67 ± 2	0.91 ± 0.15	<LOD
Pirinç irmiği	145 ± 5	0.42 ± 0.06	67 ± 5	1.41 ± 0.08	<LOD
Buğday kepeği	175 ± 5	2.9 ± 0.3	<LOD	12.7 ± 0.5	<LOD
Çavdar gevreği	4 ± 1	2.9 ± 0.1	<LOD	1.3 ± 0.2	<LOD
Çavdar unu	154 ± 5	<LOD	<LOD	20 ± 2	<LOD

<LOD: Tespit sınırının altında

Cernohorsky ve ark. (2008), Bu çalışmada ICP OES ile çalışılmış ve GBW 08503 SRM madde kullanılmıştır. Çözünürleştirme işlemi için mikrodalga kullanılmış 6 ml HNO₃ kullanılmış Na, K, Ca, Mg, P, S, Fe, Zn, Mn ve Cu elementlerine bakılmıştır.

Çizelge 2.36. GBW 08503 SRM maddesindeki Na, K, Ca, Mg, P, S, Fe, Zn, Mn ve Cu element değerleri

Elementler	Sertifikalı değer (mg/ kg)	Çözünürleştirme sonrası değer (mg /kg)
Na	10	11.3 ± 0.71
K	1980 ± 280	1890 ± 156
Ca	441 ± 44	453 ± 23
Mg	551 ± 42	526 ± 27
P	23900	22100 ± 1326
S	-	1537 ± 128
Fe	39.8 ± 5.2	37.2 ± 3.1
Zn	22.7 ± 4.0	19.6 ± 1.6
Mn	19.6 ± 2.0	21.2 ± 1.9
Cu	4.40 ± 0.62	3.81 ± 0.35

Değerleri elde edilmiştir.

Cuadrado ve ark. (2000), Bu çalışmada İspanya'nın Madrid şehrindeki bazı gıda maddelerindeki Pb, Cd, Mo, Ni, Se, Cu, Zn, ve Mn elementlerinin konsantrasyonlarına bakılmış ve GFAAS kullanılmıştır. Aşağıdaki değerler bulunmuştur.

Çizelge 2.37. Madrid şehrindeki bazı gıda maddelerindeki eser element konsantrasyonları

u/kg kuru ağı.	Tahıllardaki element içerikleri						
	Buğday unu	çörekler	Beyaz ekmek	Tam ekmek	pirinç	Bisküviler	makarna
kurşun (µg)	21.3	39.2	35.9	59.2	17.6	25.6	18.7
kadmiyum (µg)	33.2	9.33	16.5	33.9	2.60	7.91	50.4
Molibden(µg)	206	120	212	258	290	96.3	308
Nikel (µg)	65.1	112	151	134	80.6	63.4	383
Selenyum (µg)	41.7	28.5	21.3	33.7	39.6	17.9	110
bakır (mg)	1.88	1.20	1.87	2.86	2.20	0.99	3.81
çinko (mg)	8.63	8.96	9.19	18.4	14.0	3.95	14.1
Mangan (mg)	8.18	4.10	6.66	17.1	7.15	3.42	9.34

Yada ve ark. (2006), Bu çalışmada pirinçte (Fe, Cu, Zn ve Cd) elementlerine bakılmıştır. X-ray florescence (XRF) Spectrometry cihazı ile ölçüm yapılmış, ve şu değerler bulunmuştur. Fe için 30.5 ppm, Cu için 4.7 ppm, Zn için 20.2 ppm, Cd için 0,22±0.06 mg/kg değerleri bulunmuştur.

Demirel ve ark. (2008), Bu çalışmada bazı gıda maddelerinde (domates sosu, pirinç, nohut, bulgur, ceviz, fındık, beyaz tohum, çörek otu, kabak çekirdeği, sarımsak, fıstık, bisküvi, mantar, dana eti, tavuk eti, süt, kırmızı şarap ve bira) da Cu, Zn, Mn, Se,

Fe ve Al değerlerine bakılmıştır. FAAS ve GFAAS kullanılmıştır. Üç farklı çözünürleştirme işlemi karşılaştırılmıştır, kuru yakma, yaş yakma ve mikrodalga çözünürleştirme, sonuç olarak en iyi sonucun mikrodalga çözünürleştirmede olduğu görülmüş ve en iyi geri kazanımların bu yöntemle olduğu saptanmıştır. Çözücü olarak 6 ml HNO₃ ve 2 ml H₂O₂ en iyi değeri vermiştir, NIST SRM 1573a Tomato Leaves SRM madde ve NIST SRM 8418 Wheat Gluten SRM madde kullanılmıştır.

Pirinç, nohut, ve bulgur için elementlerin konsantrasyon aralıkları şöyle bulunmuştur. Cu için 1.97±0.14-8.43±0.65 µg/g, Zn için 1.57 ± 0.15-10.9 ± 0.8 µg/g, Mn için 12.7±1.1- 27.1±2.5 µg/g, Fe için 11.8 ± 0.9- 50.2 ± 3.8 µg/g, Se için 0.082 ± 0.007- 0.095 ± 0.006 µg/g, Al için 0.29 ± 0.03- 0.43 ± 0.03 µg/g, bulunmuştur. Burada nohuttaki Fe miktarının en yüksek olduğu görülmüştür.

Anandan ve ark. (2011), Bu çalışmada 10 adet pirinç genotipinin Fe, Zn, Mn, Cu değerlerine bakılmış ve cihaz olarak AAS kullanılmıştır. Bulunan konsantrasyon aralıkları Fe için 6.83- 39.19 mg/kg, Zn için 14.87- 38.60 mg/kg, Mn için 5.69- 35.40 mg/kg, Cu için 6.20- 32.30 mg/kg olduğu saptanmıştır.

Millour ve ark. (2011), Bu çalışmada bazı gıda ürünlerinde mikrodalga çözünürleştirme işlemi uygulanmış ve ICP-MS ile ölçüm yapılmıştır. Li, Al, V, Mn, Co, Ni, C, Zn, Ga, Ge, As, Sr, Mo, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Ba, Hg ve Pb elementlerinin analizi yapılmış ve metodun uygunluğu onaylanmıştır.

Li ve ark. (2012), Bu çalışmada Çin'in Pearl River Estuary bölgesinden, 52 adet toprak numunesi FAAS'de analiz edilmiştir. Çözünürleştirme için HCl-HNO₃-HF-HClO₄ asitleri kullanılmıştır. Cd, Zn, Pb, Cu, Cr ve Ni konsantrasyon aralığı şöyle bulunmuştur. Cd için 0.099-3.778 mg/kg, Pb için 14.3-103.2 mg/kg, Cr için 63.7-148.9 mg/kg, Cu için 29.4-169.6 mg/kg, Zn için 32.3-594.1 mg/kg, Ni için 24.6-58.7 mg/kg olarak ölçülmüştür.

Ziaukiene (2009), Bu çalışmada Litavanya'daki bazı buğday ve çavdar örneklerindeki (Cu, Zn, Pb ve Cd) içerikleri incelenmiş ve FAAS kullanılmıştır.

Çizelge 2.38. Litvanyada yetiştirilen buğday ve çavdarda 1994-2002 yılları arasındaki element konsantrasyonları

Elementler	Ranj	ortalama
mg/kg		
Cu	2.26 – 10.5	5.32 ± 0.76
Zn	15.2 – 36.6	24.8 ± 5.95
Pb	0.10 – 0.86	0.28 ± 0.11
Cd	0.014 – 0.167	0.048 ± 0.016

1994-2002 yılları arasında Litvanya'daki bazı tahıllardaki tespit edilen element konsantrasyon ortalaması (mg/kg), buğdayda 4.9 ±0.89 Cu; 24.5 ±5.03 Zn; 0.30 ±0.14 Pb; 0.054 ±0.022 Cd; çavdar da 5.71 ±0.87 Cu; 25.2 ±6.88 Zn; 0.25 ±0.07 Pb; 0.042 ±0.016 Cd olarak bulunmuştur.

Çizelge 2.39. Pirinç ve buğday yoluyla alınan kadmiyum ve kurşun miktarları

	Buğday		Pirinç	
	Ortalama	ranj	ortalama	ranj
Günlük tahıl tüketimi(g/gün)	165	(158-178)	91	(67-104)
Kadmiyum				
Kadmiyum içeriği(ng/g)	49.7	(43.0-70.1)	19.3	(17.0-21.2)
Günlük kadmiyum alımı(ng/gün)	8191	(7409-12506)	1754	(1297-1993)
Kurşun				
Kurşun içeriği(ng/g)	2.2	(1.8-3.0)	2.7	(1.8-3.6)
Günlük kurşun alımı(ng/gün)	363	(304-478)	245	(120-201)

japonya sağlık bakanlığı verileri (2000)

Shimboa ve ark. (2000), Typical diet NBS 1548a SRM madde analiz edilmiştir.

Çizelge 2.40. NBS 1548a SRM maddesindeki Cd ve Pb konsantrasyonları ve geri kazanım değerleri

Typical diet NBS 1548a.	Kadmiyum(mg/kg)	Kurşun(mg/kg)
Sertifikalı değer (A)	(0.035±0.0015)	(0.044±0.009)
Bulunan değer (B)	(0.035±0.004)	(0.047±0.004)
B/A(%).	100%	107%

Geri kazanım değerlerinin oldukça iyi olduğu gözlenmiştir.

Gills ve ark. (1978), Bu çalışmada (INAA) instrumental nötron aktivasyon analiz yöntemi ile yapılmıştır. Br, Co, Fe, Na, Se, As, Sb, Cu, Hg, K, Mn, Rb ve Zn,

konsantrasyonları SRM maddesinde incelenmiştir. Bulunan sonuçlar ile sertifikalı değerler arasında geri kazanım açısından iyi sonuçlar bulunmuştur.

Benetta ve ark. (2000), Bu çalışmada Kuzey Wisconsin (ABD)'de yabani pirinçlerdeki Ag, As, Cd, Cr, Cu, Hg, Mg, Pb, Se ve Zn ICP ile analiz edilmiştir.

Dalyan (2007), Bu çalışmada bebek mamalarındaki 17 eser elemente ICP-AES ile bakılmıştır. Analizde mikrodalga çözünürleştirme kullanılmıştır. Çözücü olarak HNO₃ kullanılmıştır. Yapılan deneyler sonucunda, bazı mama örneklerinde elementlerin toksik etki yaratacak düzeyde oldukları saptanmıştır. Özellikle vücutta toksik etkilere sebep olacak Pb, Cu, Cr, Co, As, Fe ve Ni elementleri TSE ve uluslararası standartlara göre verilen sınır değerlerin üzerinde bulunmuştur.

Masson ve ark., Bu çalışmada bazı SRM lerde eser element analizi yapılmış, kuru yakma ve mikrodalga çözünürleştirme kullanılmıştır. Bulunan değerler arasında önemli bir farka rastlanmamıştır. As, Cd, Pb, Co, Ni, Cr, Cu ve Mo elementlerin konsantrasyonlarına bakılmış, çözünürleştirme için HNO₃, H₂O₂ ve HF kullanılmıştır, 4 çeşit NIST (National Institute of Standard and Technology, Gaithersburg, Md.) SRM maddesi kullanılmıştır. SRM 1573a (tomato leaves), SRM 1575a (pine needles), SRM 1568a (rice flour) ve SRM 1547 (peach leaves). Her iki çözme işleminde uygun olduğu belirtilmiştir.

Adomako ve ark. (2011), Bu çalışmada Gana'da 549 örnek buğday, mısır, pirinç ve sorgum örneklerinin As, Cd, Co, Cu, Mn, Pb, Se ve Zn konsantrasyonlarına bakılmıştır.

Chirila ve ark. (2009), Bu çalışmada 108 örnek mısır pirinç ve arpada Cd ve Pb element konsantrasyonlarına bakılmıştır. Romanya'nın güneydoğusundan numuneler toplanmış olup FAAS tekniğiyle ölçümler yapılmıştır. Pb ve Cd bütün numunelerde alt sınırlarda bulunmuştur.

Zhanga ve ark. (1998), Bu çalışmada Kuzeydoğu Çin'deki bazı tahıllarda ve baklagillerde Cd ve Pb içeriklerine bakılmış ICP-MS kullanılmıştır. Yaş yakma yöntemi uygulanmış ve ortalama kurşun değeri tahıllarda 31.3 ng Pb/g, baklagillerde 25.7 ng Pb/g olarak bulunmuş ve önemli bir fark bulunmamıştır. Cd ise tahıllarda ortalama

olarak 9.2 ng Cd/g, baklagillerde ise 55.7 ng Cd/g bulunmuştur. Önemli bir fark saptanmıştır.

İkema ve ark. (2002), Bu çalışmada ABD, İngiltere ve Nijerya'daki bazı bebek mamalarındaki (Ca, Co, Cu, Cr, Fe, Mg, Mn, Mo, Na, Zn, Ag, Al, As, Ba, Be, Cd, Hg, Ni, Pb, Sb, Sn, Sr, Ti, Tl, U, ve V) element konsantrasyonlarına bakılmış ve mikrodalga çözünürleştirme yapılmıştır. ICP-OES ile değerler tespit edilmiştir. Yöntemin doğruluğu için SRM 8435 (Whole Milk Powder) kullanılmıştır. Bulunan değerlerle uyumlu çıkmıştır.

Tadesse (2006), Çalışma FAAS ile yapılmıştır. 6 ml HNO₃ 2 ml HCl 50 ml saf su çözünürleştirme için kullanılmıştır. Bu çalışmada buğday unundaki kadmiyum içeriği 0.011-0.024 mg/kg aralığındadır. Ortalama çinko konsantrasyonu, ise 5.93 - 9.88 mg/kg aralığında değişmektedir.

Noel ve ark. (2012), Bu çalışmada Fransa'da bazı gıda maddelerinde bulunan Li, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Se ve Mo konsantrasyonlarına bakılmış, mikrodalga çözünürleştirme yapılmış ve ICP-MS ile ölçüm yapılmıştır. Bu elementlerin en yüksek değeri balık ve balık ürünlerinde görülmüştür.

Shtangeeva ve ark. (2011), Bu çalışmada aynı ortamda yetişen buğday ve çavdarın kök, yaprak ve tohumlarındaki Al, As, B, Ba, Br, Ca, Cd, Cl, Co, Cr, Cs, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, Rb, Sb, Sc, Si, Sr, Ti, V, ve Zn element konsantrasyonlarına bakılmıştır. ICP-MS kullanılmıştır. Buğday ve çavdarın farklı oranlardaki içeriklere sahip olduğu görülmüştür.

Tosmur (2004), Bu çalışmada Muğla ve yöresindeki çam ballarında Fe, Zn, Cd, Mn, Cu, Ni, ve Pb içeriklerine iki farklı spektrofotometrik yöntemle bakılmış AAS ve ICP kullanılmıştır. Elde edilen bulgular her iki yöntem için ortalama olarak şu şekildedir. Fe; 10.92 mg/kg, Cu; 2.46 mg/kg, Mn; 1.06 mg/kg, Zn; 0.95 mg/kg, Ni; 0.91 mg/kg, Pb; 0.25 mg/kg, Cd; 0.013 mg/kg dır. Bulunan bu değerlerin FAO ve WHO tarafından belirlenen aralıkların içerisinde olduğu saptanmıştır.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Rodriguez ve ark. (2008), Bu çalışmada İspanya'nın bazı topraklarındaki Cr, Ni, Pb, Cu, Zn, Hg ve Cd değerlerine ICP-OES ile bakılmış ve topraklar aqua regia'da çözülmüştür.

Millour ve ark. (2011), Bu çalışmada Fransa'daki bazı gıda maddelerindeki Pb, Hg, Cd, As, Sb ve Al içeriklerine bakılmış, 1319 örnek mikrodalga çözünürleştirme yöntemi ile yakılmış ve ICP-MS ile ölçülmüştür.

Çizelge 2.41. Bazı toprak özellikleri ve metal konsantrasyonları İstatistik özeti (mg/ kg Cr, Ni, Pb, Cu, Zn, Cd ve µ g /kg Hg için)

	Ortalama	S.D.	Ortanca	Min.	Max.
pH	8	-	8	5	9
T.O.M	2.2	1.4	2	0.2	13
CaCO ₃	30	16	31	0	79
E.C.	0.59	0.85	0.27	0.02	9
kum (%)	38.6	17.1	38	3.9	96
kil (%)	22.1	8.7	21	1.7	62
alüvyon (%)	39.4	13.1	39	2.0	89
Cr	20	12	18	<0.1	98
Ni	19	9	18	2	66
Pb	17	8	15	4	61
Cu	17	12	13	2	122
Zn	57	24	55	11	175
Hg	34	39	27	1	216
Cd	0.41	0.16	0.40	<0.01	1.00

T.O.M: Toplam organik madde (%). CaCO₃: Kireç (%). E.C.: toprak Elektriksel iletkenlik (dS/m). S.D: Standart sapma

Erdoğan ve ark. (2006), Bu çalışma Türkiye'deki bazı mercimek, nohut ve barbunya çeşitlerinin Fe, Zn, Mn ve Cu içerikleri FAAS de ölçülmüş ve mikrodalga çözünürleştirme yapılmıştır. Optimize edilen asit karışımları barbunya için 4+4 ml HNO₃+H₂O₂ 1 g örnek için, nohut ve mercimek için 4+4+2 ml HNO₃+H₂O₂+HCl olarak ayarlanmış ve tatmin edici sonuçlar bulunmuştur. Fe, Zn, Mn ve Cu konsantrasyonları sırasıyla barbunya için 6.27±0.94, 2.23 ± 0.36, 1.64 ± 0.14, 0.99 ± 0.19; mercimek için, 8.24 ± 1.11, 2.46 ± 0.06, 1.17 ± 0.19, 1.01 ± 0.28 ve nohut için 6.00 ± 1.40, 2.21 ± 0.14, 1.60 ± 0.43 ve 0.58 ± 0.18 mg /kg olarak bulunmuştur.

Parengam ve ark. (2010), Bu çalışmada Instrumental nötron aktivasyon analiz (INAA) ve GFAAS ile yapılmış olup. Bazı pirinç ve baklagil örneklerindeki (Al, As, Br, Ca, Cr, Cu, F, Fe, Hg, I, K, Mg, Mn, Mo, Na, P, Se, Sn, V, Zn, Cd ve Pb) element analizleri yapılmıştır. Cd ve Pb GFAAS ile analiz edilmiştir. Yöntemin geçerliliği için (NIST 1568a, ACSP DORM-1 ve NMIJ 7302-a) referans materyalleri kullanılmıştır ve doğru sonuçlar elde edilmiştir. Algılama sınırları 0.002–3.324 mg/100g aralığında bulunmuştur. Pirinç için aşağıdaki değerler bulunmuştur.

Çizelge 2.42. Pirinçteki bazı eser element konsantrasyonları

Mineral (mg/100 g)	White jasmine
Al	1.02±0.22
Br	0.09±0.05
Ca	ND
Cl	0.34±0.07
Fe	ND
K	61.80±6.66
Mg	4.05±0.49
Mn	0.73±0.09
Zn	2.18±0.47
Toksik Elementler(mg/kg)	
As	0.103±0.02
Cd	0.013±0.005
Hg	0.197±0.11

ND:Tespit edilemedi

Castillo ve ark. (1997), Bu çalışmada Meksika'daki bazı tahıl, tahıl ürünleri ve baklagillerdeki Mn, Cu, Zn, Co, Cr, Cd, Pb içeriklerine ICP-MS ile bakılmış çözünürleştirme işlemi için 500 mg örnek 1,8 ml HNO₃ ve 0,2 ml H₂O₂ kullanılmış mikrodalga (30 s 162W da, 25 s 266W da, 20 s 361W da, 15 s 456W da, ve 10 s 561W da) şeklinde ayarlanmıştır. Örnekler 20 ml saf su ile tamamlanmıştır.

Nardi ve ark. (2009), Bu çalışmada bazı gıdalardaki Se, Pb, Cd, Mn, Co, Zn, Cu, Sr, Mo, V, Mg, Hg, Al, As, Cr ve Ni içerikleri ICP-MS ile ölçülmüş (NIST) (Whole Egg Powder RM 8415, Rice Flour SRM 1568a, Typical Diet SRM 1548a, Wheat Flour SRM 1567a ve Bovine Muscle Powder RM 8414) referans materyali kullanılmış ve bulunan sonuçların iyi bir uyum içerisinde olduğu görülmüştür. Çözme

2. KAYNAK ÖZETLERİ

işlemi için mikrodalga kullanılmış 250 mg örnek üzerine %20 lik 4 ml HNO₃ ve 2 ml H₂O₂ kullanılmıştır.

Çizelge 2.43. Mikrodalga çözünürleştirme programı belirlenmiş gıdalar için

Adım	Sıcaklık (C)	Güç (W)	Zaman (dk.)
1	160	1000	4.5
2	160	0	0.5
3	230	1000	5.0
4	230	1000	15.0
5	0	0	20.0

Yöntemin uygun olduğu saptanmıştır.

İkrbic ve Cupic (2005), Bu çalışmada Sırbistan'daki bazı yumuşak buğdaylardaki Cd, Pb, Hg, As, Cu, Zn, Fe, ve Mn içeriklerine bakılmış, Cd, As, ve Pb GFAAS ile Cu, Zn, Fe ve Mn FAAS ile ölçülmüştür. Bu değerler 29 ve 24 µg/kg Cd, 137 ve 87 µg/kg Pb, 7 ve <0.1 µg/kg Hg, 55 ve 59 µg/kg As, 4.1 ve 4.0 mg/kg Cu için, 24 ve 24 mg/kg Zn, 53 ve 53 mg/kg Fe için, 34 ve 33 mg/kg Mn olarak bulunmuştur.

Duran ve ark. (2010), Bu çalışmada kedi ve köpek mamalarındaki Cu, Ni, Pb, Fe, Mn, Cr ve Cd içerikleri yaş yakma metodu ile FAAS de ölçülmüştür. NIST-SRM 8418 Wheat Gluten referans materyali kullanılmıştır. En iyi çözme işlemi 6 ml HNO₃ ve 2 ml H₂O₂ ile yapılmıştır. Bulunan konsantrasyon aralıkları sırasıyla şöyledir. 3.33–16.6, 5.78–19.7, 1.66–15.5, 23.9–71.1, 3.28–24.4, 0.58–3.73, ve 0.60–2.47 µg/g Cu, Ni, Pb, Fe, Mn, Cr, ve Cd için bulunmuştur.

Beladel ve ark. (2012), Bu çalışmada Cezayirdeki 11 çeşit buğdaydaki Co, Cr, Cs, Fe, Rb, Sc, Se ve Zr içeriklerine INAA yöntemiyle bakılmış ve bulunan değerlerin günlük toksik sınırının altında oldukları belirlenmiştir.

Bonafaccia ve ark. (2003), Bu çalışmada Tataristan'daki karabuğdayın un ve kepek yapısındaki Se, Cr, Rb, Zn, Fe, Co, Sb, Ba, Ni, Ag, Hg ve Sn elementlerine INAA ile bakılmış ve göstermiştir ki kepektaki selenyum, çinko, kobalt, nikel, rubidyum ve antimon, içeriğinin undakinden fazla olduğu saptanmıştır.

Holmgren ve ark. (1993), ABD deki bazı tarım topraklarındaki ortalama Cd, Cu, Ni, Pb ve Zn değerleri sırasıyla 0.265, 29.6, 23.9, 12.3 ve 56.5 mg/kg şeklindedir.

Lorenz ve ark. (1997), Avrupa'daki bazı topraklarda ortalama Cd, Cu, Ni, Pb ve Zn içerikleri sırasıyla 5.43, 217, 75.3, 497, 489 mg/kg şeklindedir.

Aveglano ve ark. (2011), Bu çalışma Brezilya'daki toplam diyet çalışmasında 30 çeşit gıda maddesindeki Na, K, Ca, Fe, Zn ve Cr INAA ile ölçülmüş SRM madde kullanılmış ve yöntemin doğruluğu ispatlanmıştır. Elementlerin konsantrasyon aralıkları şöyledir. Na: 1.5–256, 185; K: 0.51–532; Ca: 22–1827; Fe: 0.08–49; Zn: 0.030–98 mg/kg ve μ g/ kg Cr: 2.6–799 olarak bulunmuştur.

Christopher ve ark. (2009), Bu çalışmada Nijeryada satılan bazı buğday unlarındaki Cd, Cr, Cu, Fe, Ni, Mn, Zn, Pb, As ve Hg element konsantrasyonlarına bakılmıştır. FAAS kullanılmıştır. Cd (0.002 mg/kg), Cr (0.012 mg/kg), Cu (0.016 mg/kg), Fe (0.040 mg/kg), Ni (0.006 mg/kg), Zn (0.019 mg/kg) değerleri bulunmuş ve insan sağlığını olumsuz etkilemediği saptanmıştır.

Wei ve Yang (2010), Bu çalışmada Çin'deki bazı tarım topraklarındaki Cr, Ni, Cu, Pb, Zn, As, Hg ve Cd element konsantrasyonlarına bakılmıştır. Topraklar HF, HClO₄, HNO₃, H₂O₂, Aqua regia, H₂SO₄ ve ya Boric acid gibi çeşitli asitlerde çözüldükten sonra ICP, ICP-MS, ICP-AES, ICP-OES, CV-AAS, AAS, XFS yada XRF gibi cihazlarla ölçülmüştür. Topraklarda bulunan ortalama element konsantrasyonları Cu (31.71), Pb (37.55), Zn (117.72), Ni (27.53), Cd (0.43), Hg (0.24) mg/kg, Cr (58.87) ve As (10.18) mg/kg olarak bulunmuştur.

Ahmed ve Bouhadjera (2010), Bu çalışma Cezayir'deki iki önemli şehirdeki toprakların eser elementleri (Cd, Cu, Zn, Pb, Ni ve Co) AAS ile analiz edilmiştir. Topraklar 3+1 ml HCl+HNO₃ karışımında yakılmış ve şu sonuçlar bulunmuştur.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Çizelge 2.44. Cazayir'deki iki önemli şehrin topraklarındaki Cd, Co, Cu, Ni, Pb ve Zn konsantrasyonları

Bu çalışmadaki topraklar (ortalama \pm S.D., n=3).		
Metal konsantrasyonu (mg/ Kg kuru ağırlık)		
	S1	S2
Cd	3.81 \pm 0.1	3.31 \pm 0.1
Co	3.02 \pm 0.2	6.91 \pm 1
Cu	13.60 \pm 0.2	8.85 \pm 0.1
Ni	26.62 \pm 1	35.37 \pm 1
Pb	99.4 \pm 3	129.4 \pm 2
Zn	1300.07 \pm 4	1389 \pm 29

Altundag ve ark. (2011), Bu çalışmada ICP-OES ile yapılmış ve bazı kuru meyvelerin (Ba, Pb, Cd, Mn, Cr, Co, Ni, Cu, Mn, Zn, Sr ve Fe) element konsantrasyonlarına bakılmış ve üç farklı yakma işlemi uygulanmıştır. Kuru yakma, yaş yakma ve mikrodalga çözünürleştirme kullanılmış en uygun ve en pratik yöntemin mikrodalga yöntemi olduğu saptanmıştır. Kuru yakma da 1 g örnek 450 °C ye kadar yakılmış ve 5 ml HNO₃ ilave edilmiştir. Yaş yakmada 1 g örnek üzerine 6 ml HNO₃ ve 2 ml H₂O₂ eklenmiş ve 130 °C de hotplate üzerinde 4 saat bırakılmıştır. Mikrodalgada ise 1 g örnek üzerine 6 ml HNO₃ ve 2 ml H₂O₂ eklenmiş mikrodalga şartları 250 W için 2 dk, 0W için 2 dakika, 250 W için 6 dak, 400 W için 5 dk, 550 W için 8 dk, havalandırma: 8 dk olarak ayarlanmıştır. Yöntemin doğruluğu için NIST-SRM 1515-Apple Leaves SRM madde kullanılmış ve doğru değerler bulunmuştur. Bulunan değerlerin toksik etkide olmadığı bildirilmiştir.

Rodushkina ve ark. (1999), Bu çalışmada bitki örnekleri iki farklı çözme yöntemi ile çözülmüştür. ICP-MS ve ICP-AES ile Al, Fe, Ti, Zn, Mn, Cu, Co, Ni, Cr, Ba, Sr, Cd, As, V, Mo ve Pb element konsantrasyonları ölçülmüştür. Birinci yöntem açık kapta çözme işlemi yapılmış 2 g numune üzerine 10 ml HNO₃ eklenmiştir ve ısıtılmıştır. İkinci yöntem mikrodalga kapalı sistem çözme işlemi yapılmış ve 0.5 g numune üzerine 5 ml HNO₃ ve 0.5 ml H₂O₂ eklenmiş 600 W 1 saat yakılmıştır. SRM ile yöntemin doğruluğu analiz edilmiş ve her iki çözme işleminin uygun olduğu bildirilmiştir.

Kitaw (2010), Bu çalışmada Etiyopya'daki bazı mercimeklerdeki Cd, Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb ve Zn konsantrasyonlarına bakılmış ve çözme işlemi için 8 ml HNO₃ ve 4 ml H₂O₂ kullanılmış AAS ile okumalar yapılmıştır.

Kalibrasyon için standartlar şu konsantrasyonlarda hazırlanmıştır.

Çizelge 2.45. Etiyopya'daki bazı mercimeklerdeki eser elementler için Cd, Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb ve Zn standart hazırlama konsantrasyonları

Elementler	Standart konsantrasyonları(mg/L)
Cd	0.25, 0.50, 1.00
Cu	0.50, 1.00, 1.50
Co	0.25, 0.50, 1.00
Pb	1.20, 2.40, 4.80
Mn	0.25, 0.50, 1.00
Ni	0.25, 0.50, 1.00
Zn	0.20, 0.40, 0.80
Fe	0.50, 1.00, 1.50

Çizelge 2.46. Etiyopyadaki bazı mercimeklerde bulunan Ortalama Cd, Co,Cu,Fe, Mn, Ni, Pb ve Zn konsantrasyonları

Mercimekte bulunan ortalama değer(mg/100gr)	
Metal	ortalama
Cd	0.0122 ± 0.0006
Co	0.31 ± 0.013
Cu	0.27 ± 0.003
Fe	11.26 ± 0.32
Mn	6.95 ± 0.09
Ni	0.208 ± 0.012
Pb	BDL
Zn	8.79 ± 0.11

BDL:tespit sınırının altında

Değerleri bulunmuştur.

Antoine ve ark. (2012), Bu çalışmada Jamaika'daki bazı pirinç çeşitlerindeki eser elementler dört farklı yöntemle belirlenmiştir. Bu yöntemler ICP-OES, FAAS, INAA, TXRF yöntemleridir ve şu değerler elde edilmiştir. Kalsiyum (127 mg/kg; 104 mg/kg), krom (0.08 mg/kg; 0.157 mg/kg), bakır(1.65 mg/kg; 2.96 mg/kg), demir (22.3 mg/kg; 20.1 mg/kg), magnezyum (371 mg/kg; 1205 mg/kg), mangan (10.5 mg/kg; 26.5 mg/kg), molibden (0.790 mg/kg; 0.770 mg/kg), fosfor (1203 mg/kg; 3361 mg/kg), potasyum (913 mg/kg; 2157 mg/kg), selenyum (0.108 mg/kg; 0.131 mg/kg), sodyum (6.00 mg/kg; 15.1 mg/kg), sülfür (1131 mg/kg;1291 mg/kg) ve çinko (15.6 mg/kg; 20.2 mg/kg) olarak belirlenmiştir.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Araujo ve ark. (2002), Bu çalışmada da kapalı sistem mikrodalga çözünürleştirme uygulanmış ve Spinach leaves (NIST 1570a), Corn bran (NIST 8433) SRM maddeleri kullanılmıştır. Çözmede 2 ml HNO₃ ve 0.5 ml H₂O₂ kullanılmış ve doğru sonuçlar bulunmuştur.

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Materyal

Materyal olarak 12 çeşit makarnalık buğday, 5 çeşit ekmeklik buğday, 4 çeşit arpa, 6 çeşit mercimek, 2 çeşit nohut ve 1 çeşit pirinç GAPUTAEM'in Tarla Bitkileri, Serin iklim tahılları ve Yemeklik tane baklagilleri bölümlerinden temin edilmiştir. Örnekler bu yıl ekilen lokasyonlardan seçilmiştir. Her örnekten 500 g alınarak analizin yapılacağı zamana kadar polipropilen kaplarda saklanmıştır. Çizelge 3.1. ürünlerin adları, tescil yılları, ıslah edildikleri yer/yıl ve ıslahçı kuruluşu göstermektedir.

Çizelge 3.1. Eser element analizleri yapılan ürünlerin çizelgesi

Ürünler	Tescil Yılı	Islah Edildiği yer/yıl	Islahçı Kuruluş
Makarnalık Buğdaylar			
Güney Yıldızı	2010	Diyarbakır-2008	GAPUTAEM
Zühre	2010	Diyarbakır-2008	GAPUTAEM
Eyyubi	2008	Diyarbakır-2006	GAPUTAEM
Artuklu	2008	Diyarbakır-2006	GAPUTAEM
Şahinbey	2008	Diyarbakır-2006	GAPUTAEM
Sarıçanak-98	1998	Diyarbakır-1996	GAPUTAEM
Altıntoprak-98	1998	Diyarbakır-1996	GAPUTAEM
Fırat-93	2002	Diyarbakır-1993	GAPUTAEM
Aydın-93	2002	Diyarbakır-1993	GAPUTAEM
Harran-95	1995	Diyarbakır	GAPUTAEM
Ceylan-95	1995	Diyarbakır	GAPUTAEM
Diyarbakır-81	1987	Diyarbakır	GAPUTAEM
Ekmeklik Buğdaylar			
Cemre	2008	Diyarbakır-2008	GAPUTAEM
Nurkent	2000	Diyarbakır-2000	GAPUTAEM
Karacadağ-98	1998	Diyarbakır-1998	GAPUTAEM
Dinç	2013	Diyarbakır-2013	GAPUTAEM
Aday-13	-	Diyarbakır	GAPUTAEM
Arpalar			
Altıkat	2011	Diyarbakır-2007	GAPUTAEM
Samyeli	2011	Diyarbakır-2007	GAPUTAEM
Şahin-91	1991	Diyarbakır-1989	GAPUTAEM
Sur-93	1993	Diyarbakır-1991	GAPUTAEM
Mercimekler			
Çağıl	2006	Diyarbakır-2002	GAPUTAEM
Altıntoprak	2006	Diyarbakır-2002	GAPUTAEM
Seyran-96	1996	Diyarbakır-1993	GAPUTAEM
Fırat-87	2012	Diyarbakır-1987	GAPUTAEM
Yerli Kırmızı	1983	Diyarbakır-1983	GAPUTAEM
Tigris	2013	Diyarbakır-2013	GAPUTAEM
Nohutlar			
Diyar-95	1995	Diyarbakır-1992	GAPUTAEM
ILC-482	1986	Diyarbakır-1983	GAPUTAEM
Pirinç			
Karacadağ	1992	Diyarbakır	GAPUTAEM



Şekil 3.1. Analizi yapılan ürünlerden bir görüntü



Şekil 3.2. Buğday ve arpa başakları

3.2. Çalışmada Kullanılan Aletler

Yapılan bu çalışmada eser element analizi için ICAP 6300 Duo Thermo Scientific (ICP-20113107, England) model ICP-OES cihazı kullanıldı. Cetac ASX-260 model autosampler örnekleyici olarak kullanıldı.

Çizelge 3.2. ICP-OES ile yapılan element tayinindeki analiz parametreleri

Parametreler	Normal okuma	Hidrür Sistemi ile
Güç	1150 W	1350 W
Analiz için pompa Dönme hızı	50 rpm	30 rpm
Purge gas	Argon	Argon
Plazma gas akışı	12 L/dk.	16 L/dk.
Yardımcı gas akışı	0.5 L/dk.	0.5 L/dk.
Sisleştirici gas akışı	0.6 L/dk.	0.3 Ldk.
Torch(Hamlaç)	Axial, Radial	Axial
Oto Örnekleyici	Cetac ASX-260	-
Elementler İçin Kullanılan Dalgaboyları (nm)	Ca(317.933) Cd(214.438), Cr(205.560) Cu(224.754), Fe(259.940) K(766,440), Mg(279.553) Mn(257.610), Na(588.995) Ni(221.647), Pb(220.353) Si(251.611), Sn(189.989) V(292.402), Zn(213.856)	As(189.042) Se(196.090)



Şekil 3.3. Thermo ICAP 6300 model ICP-OES ve Cetac ASX 260 Autosampler

Çalışmada kullanılan diğer yardımcı aletler

Hitachi U-1800 model spektrofotometre

Su saflaştırma Sistemi (Purelab Elga FLC00001798 Ultra Saf Su, 18.2 micron)

Kalsimetre (Scheibler)

Kondüktüvi metre (Hanna EC215)

pH metre (İmolab 720)

Çalkalayıcı (GFL-3020)

Etüv (Fisher model 318G)

Çeker Ocak (Modkim)

Hassas terazi (Shimadzu ATX224, Japan)

Mikro pipet (Biohit)

Mesh (Utest)

Yağlı Tohumlar Değirmen (Perten 3303)

Kırma Un Değirmeni (Perten 3100)

Un Değirmeni (Eker)

Desikatör

Polipropilen kaplar, balon jojeler, bütetler, pipetler



Şekil 3.4. Perten 3100 Kırma Un değirmeni



Şekil 3.5. Eker Un Değirmeni

3.3. Çözünürleştirme için kullanılan sistemler

Mikrodalga fırın ile çözünürleştirme

Mikrodalga Fırın (Milestone Start D, İtaly)

Tek magnetron sistemi ve homojen mikrodalga dağılımı için döner distribütör.

Yayılan mikrodalga gücü 1.200 Watt, 1 Watt lık artışlarla.

Çıkış gücü 1200 Watt'a kadar, mikroprosesör kontrolü ile.

Geniş mikrodalga kavitesi 37 x 34.5 x 33.5(h) cm.

Kavite aydınlatması.

Mikrodalga kavitesi 18/8 paslanmaz çeliktir ve 350°C de çok katmanlı Teflon Plazma kaplamalıdır.

Tüm donanım asit/organik solventlere karşı hem iç hem dış yüzeylerde polimer kaplama ile korunmuştur.

Mikrodalga fırının kapısı açıldığında mikrodalga emisyonunu önlemek için toplam 4 adet mikroviç.

Yerleşik eksoz sistemi

Ağırlık: 75 kg

Ebatlar 57 x 51 x 61 cm

Güç 220V/50-60Hz, 2.4 kW.

TFM Teflon Kaplar ve Kapaklar

Kontrol Terminali ve bağlantı kablosu

ATC-400CE sensor



Şekil 3.6. Milestone Start D Mikrodalga Fırın

Çizelge 3.3. Çözünürleştirme amaçlı kullanılan asitler ve özellikleri

Asit	%	Yoğunluk(g/ml)	Molekül Ağırlığı(g/mol)	Merck No
HNO ₃ (extra saf)	65	1,39	63,01	1.00456.2500
HF(extra saf)	38-40	1,13	20,01	1.00337.2500
H ₂ O ₂ (extra saf)	35	1,13	34,02	1.8600.2500
HCl(extra saf)	37	1,19	36,5	1.00317.2500
H ₂ SO ₄ (extra saf)	95-98	1,84	98,08	1.00713.2500
H ₃ BO ₃ (extra saf)	99,5	1,435(g/cm ³)	61,83	1678960

3.4. Element analizinde kullanılan stok ve çalışma standartlarının

Hazırlanması

Çalışma standartları Ca, Na, K, Mg için 50, 100, 200, 400 ppm derişimlerinde, Fe, Zn için 2.5, 5, 10, 20 ve 40 ppm derişimlerinde, Mn, Ni, Sn, Cd, Cr, Cu, Pb ve V için 0.05, 0.1, 0.25, 0.5, 1 ppm derişimlerinde hazırlandı. Bunun için ICP Multielement Stock Solition çözeltisi (HIGH-PURİTY, 1213901, Charleston, SC) seyreltilerek belirlenen derişimlerdeki standart çözelti % 2 lik HNO₃ çözeltisi ile hazırlandı.

As ve Se element analizleri Hidrür Sistemi ile yapıldı. Standartları 1 ppm olacak şekilde As 100 ml lik balona aktarılarak üzerine %1 KI ve Askorbik asit olacak şekilde eklendi ve % 10 'luk HCl ile tamamlandı. Oluşan stoktan 10, 20, 40, 60 ve 100 ppb lik standartlar hazırlandı. Standartlarda yine %1 lik KI ve Askorbik asit olacak şekilde % 10' luk HCl ile tamamlandı. Se için, 1ppm selenyum alınarak 10 ml 6 M HCl ile 15 dakika kaynatıldı. Daha sonra 100 ml balon jodede 6 M HCl ile hacme tamamlandı. Oluşan stoktan 10, 20, 40, 60 ve 100 ppb lik standartlar hazırlandı.

3.5. Yöntem

Örneklere aşağıdaki işlem basamakları uygulanmıştır.

- İçersindeki kaba safsızlıklar uzaklaştırıldıktan sonara, üzerlerindeki çamur, toz, çürük örnekler...vs. kirliliklerden uzaklaştırılması için ultra saf su ile yıkandı.
- Yıkama işleminden sonra örnekler geniş polipropilen kaplarda etüvde 70 °C 24 saat boyunca kurutuldu.
- Buğday, Pirinç ve Mercimek örnekleri Kıırma un değirmeninde (Perten 3100) öğütüldü.
- Nohut ve Arpa (Perten 3303) değirmeninde öğütüldü. Un ve kepeği ayırmak için (Eker) Un değirmeni kullanıldı.
- Öğütülen bu örnekler polipropilen numune saklama kaplarında numaralandırılarak saklandı ve bütün analizler boyunca bu örnekler kullanıldı.
- Örnekler çözünürleştirme işleminden önce 4 saat boyunca etüvde 70 °C de kurutulduktan sonra tartımları alındı.
- Tartımı alınan her bir örnek Milestone kapalı sistem mikrodalga sisteminde çözünürleştirilmiştir.
- Çözünürleştirme işlemi bittikten sonra örnekler polipropilen balonjojlerde analiz gününe kadar buzdolabında saklanmıştır.
- Mikrodalga çözünürleştirme işlemi için HNO₃, H₂O₂, HF ve H₃BO₃ asit karışımları kullanıldı.

- Çözünürleştirme performansını ve uygulanan metodun doğruluğunu kontrol etmek amacıyla GBW-10010 (Wheat, Approved By General Administration of Quality Supervision, Langfang, China) sertifikalı referans madde kullanıldı.

3.6. Metotların Uygulanması

3.6.1. Element tayini için örnek hazırlama basamakları

3.6.1.1. Mikrodalga ile Çözünürleştirmede İşlem Basamakları

Toprak örnekleri için 0,25 g örnek TFM kaplarında tartılarak 6 ml % 65 lik HNO₃, 1 ml % 30 luk H₂O₂ ve 3 ml % 40 HF eklendikten sonra kaplar iyice kapatılıp aşağıdaki programa göre çözünürleştirilmiştir.

Çizelge 3.4. Toprak için mikrodalga çözünürleştirme programı

Adım	Zaman(dk.)	Sıcaklık(°C)	Güç(W)
1	20:00	180	500
2	15:00	180	500

Çözünürleştirme işleminden sonra her bir kap üzerine 1,2 g H₃BO₃ eklenerek çözünmesi sağlanmıştır.

Buğday için 0,25 g örnek tartılarak 8 ml % 65 lik HNO₃ ve 2 ml % 30 luk H₂O₂ eklendi, Pirinç için 0,25 g örnek tartılarak 6 ml % 65 HNO₃, 1 ml H₂O₂ ve 3 ml H₂O eklendikten sonra aşağıdaki mikrodalga programına göre çözünürleştirilmiştir.

Çizelge 3.5. Buğday ve Pirinç için mikrodalga çözünürleştirme programı

Adım	Zaman(dk.)	Sıcaklık(°C)	Güç(W)
1	20:00	180	1200
2	20:00	180	1200

Mercimek, nohut ve arpadan 0,25 g tartılarak 8 ml % 65 lik HNO₃ ve 2 ml % 30 luk H₂O₂ eklendikten sonra aşağıdaki mikrodalga programına göre çözünürleştirilmiştir.

Çizelge 3.6. Mercimek, nohut ve arpa için mikrodalga çözünürleştirme programı

Adım	Zaman(dk.)	Sıcaklık(°C)	Güç(W)
1	20:00	180	1200
2	20:00	180	1200

Çözünürleştirme işlemlerinden sonra örneklerin çözüldüğü görülmüştür, örnekler polipropilen balonjelerde analizin yapılacağı zamana kadar buzdolabında saklanmıştır. Örnekler 18.2 micron ultra saf su ile 25 ml ye tamamlanmıştır.

As ve Se analizleri Hidrür Sistemi ile yapıldı.; As için, Numuneye içerisine %1 Potasyum İyodur (KI) ve %1 Askorbik asit olacak şekilde eklendi ve numune % 10 HCl ile 50 ml hacme tamamlandı. Se için, numuneye 6 M HCl eklendi ve 15 dakika kaynatıldı. Numunenin içerisine %1 lik KI ve %1 lik Askorbik asit olacak şekilde eklenerek % 10 luk HCl ile 50 ml ye tamamlandı.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Toprak Analiz Sonuçları

Analizi yapılacak ürünlerin ekildiği toprakların bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri Çizelge 4.1. de gösterilmiştir.

Çizelge 4.1. Pirinç, Mercimek, Nohut, Arpa ve Buğday ekilen toprakların bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri

Ürünler	Derinlik(cm)	Su ile Doygunluk (%)	Bünye	Toplam Tuz (%)	pH (sç)	Kireç CaCO ₃ (%)	Fosfor P ₂ O ₅ (kg/da)	Organik Madde (%)
Pirinç	0-20	61	Killitlnli	0.177	8.15	10.875	1.04	0.87
Mercimek -Nohut	0-20	77	killi	0.246	7.75	6.26	1.28	0.676
Buğday- Arpa	0-20	73	killi	0.334	7.80	10.56	1.60	0.613

sç: saturasyon çamuru

4.2. Element Analizi Sonuçları

GBW-10010 (wheat) sertifikalı referans maddeye ve diğer örneklere aynı örnek hazırlama işlemleri uygulandı. Uygulanan çözünürleştirme ve analiz tekniğinin doğruluğunu göstermek için, referans maddenin verilen element içerikleri ve çözünürleştirme sonrasında tayin edilen element içerikleri Çizelge 4.2.'de görülmektedir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Çizelge 4.2. Sertifikalı referans maddenin element içerikleri ve parçalama sonrası tayin edilen element içerikleri (n=3, ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık)

Element	GBW-10010 (wheat)(SRM)	Tayin edilen Miktar	MDL	MQL
Ca	340±20	366±18	0.031	0.103
Na	17±5	20±13	0.206	0.686
Mg	450±7	427±53	0.0086	0.028
K	1400±60	1320±123	0.004	0.133
Si	80	75.6±5.31	0.046	0.153
Fe	18.5±3.1	15.6±4.8	0.22	0.733
Zn	11.6±0.7	13.7±0.51	0.003	0.01
Mn	5.4±0.3	5.92±0.40	0.0180	0.06
Ni	0.06±0.02	0.075±0.91	0.0025	0.008
Cd	0.180±0.04	0.193±0.004	0.0015	0.005
Cr	0.096±0.014	0.087±0.02	0.0021	0.007
Cu	2.7±0.2	2.64±0.127	0.0015	0.005
Sn	-	7.356±1.36	0.093	0.31
Pb	0.065±0.024	0.078±0.032	0.0025	0.0083
V	0.034±0.012	0.042±0.018	0.002	0.006
As	0.031±0.005	0.0270±0.034	0.02	0.066
Se	0.053±0.007	0.060±0.018	0.0045	0.015

MDL: Metot Dedeksiyon Limitleri

MQL: Metot Quantification Limitleri

Çizelge 4.2. incelendiğinde sertifikalı referans maddeye ait element içerikleri ile tayin edilen element içerikleri karşılaştırılacak olursa bulunan değerlerin sertifikalı değerler ile uyduğu görülmektedir. Ayrıca, çizilen kalibrasyon grafiklerinde element derişimi ile absorbans değerleri arasında iyi bir korelasyon vardır. Korelasyon katsayıları her bir element için 0.999'dan büyüktür.

Çizelge 4.3. Buğday, Arpa, Mercimek, Nohut ve Pirinç'in Ekildiği Toprağın Element İçerikleri(n=3, ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık)

Element	Buğday-Arpa	Mercimek-Nohut-Pirinç
Ca	9550±33	17762±54
K	4083±44	3971±32
Si	1971±32	1230±34
Fe	16594±102	17056±145
Zn	44.5±1	45.3±0.3
Mn	520±10	530±12
Ni	64.6±0.8	67.1±0.2
Cd	0.56±0.01	0.59±0.005
Cr	119±6	104±0.7
Cu	23.8±2.3	23±2.2
Sn	10.8±0.7	10.5±0.1
Pb	10.2±0.1	12±0.2
V	70.6±6.8	71.5±6.5
As	8.92±0.32	10.1±0.08
Se	<0.0045	<0.0045

Çizelge 4.4. Analiz Edilen Ürünlerin Protein Değerleri

Ürünler	(%) Protein Değerleri
Güneyyıldızı	14-20
Zühre	14-18
Eyyubi	12-16
Artuklu	12-16
Şahinbey	12-16
Sarıçanak-98	12-16
Altıntoprak-98	11-14
Fırat-93	13-16
Aydın-93	10-16
Cemre	12-17
Nurkent	11-18
Karacadağ-98	12-18
Altıkat	13-15
Samyeli	14-17
Şahin-91	14-17
Sur-93	13-16
Çağıl	28.11
Altıntoprak	25.84
Seyran-96	28.75
Fırat-87	27.45
Yerli kırmızı	26.5
Tigris	24.99
Diyar-95	21.8
ILC-482	21.4
Karacadağ (çeltik)	8-12

Buğday ve Arpa Protein değerleri NIT (Near Infrared Transmittance) Cihazı ile yapılmıştır. Mercimek ve nohut protein değerleri Tarla Bitkileri Merkez Araştırma Enstitüsü (Ankara) Kalite Laboratuvarında yapılmıştır. Çeltik (Alp 2011)'e göre değerlendirilmiştir.

Çizelge 4.5. Analizi Yapılan Ürünlerin Element İçerikleri (n=3,ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık)

Element	Ca	Na	Mg	K	Si	Fe
Ürünler	Makarnalık Buğdaylar					
Güney Yıldızı	629±27	552±13	766±25	2537±86	46.1±4.7	44.4±6
Zühre	595±12	536±8.4	784±15	2580±51	72.5±0.8	57±0.2
Eyyubi	605±5	528±42	526±62	2405±14	44.3±2.2	49.2±1
Artuklu	681±64	585±59	851±20	2703±58	62.3±5	48.3±5
Şahinbey	624±2.4	548.5±7.5	843±9.5	2741±38	97.5±1.3	50.1±0.07
Sarıçanak-98	704±11	612±52	856±14	2868±100	55.4±19	52.1±5
Altıntoprak-98	670±2.6	557±4.2	789±11	2506±59	55.0±0.4	72.8±0.3
Fırat-93	480±6	548±12	828±9	2486±24	78.3±8	49.2±4
Aydın-93	742±20	619±58	819±15	2626±32	49±13	41.0±0.2
Harran-95	652±17	523±37	740±82	2695±102	49.3±3	43.1±0.9
Ceylan-95	720±26	422±53	587±41	1988±52	41.4±2	50.3±1.84
Diyarbakır-81	718±8	546±7.5	829±7.5	2752±38	85.5±1.3	44.2±0.6
	Ekmeklik Buğdaylar					
Cemre	487±11	415±5	883±23	2514±121	56.4±5	47.6±5
Nurkent	625±54	424±23	842±3	2954±13	65.5±4	44.1±7
Karacadağ-98	454±11	402±15	856±21	2504±16	34.3±3	43.3±1
Diñç	420±4	406±3	762±8	1974±10	44.8±2	38.2±4
Aday-13	495±7	395±5	778±20	1896±70	34.2±0.7	34.7±0.25

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Çizelge 4.5. Analizi yapılan Ürünlerin Element İçerikleri (n=3, ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık) (devamı)

Element	Ca	Na	Mg	K	Si	Fe
Ürünler	Arpalar					
Altıkent	471±12	449±39	637±14	2837±172	160±35	36.6±5.6
Samyeli	521±15	415±9.4	846±11	3116±78	134±11	68.7±1.8
Şahin-91	480±13	415±8.5	720±90	2611±153	171±12	38.3±2.4
Sur-93	488±8	489±16	844±23	2547±143	239±3	47.7±0.6
	Mercimekler					
Çağır	601±5.4	411±3	863±10	4851±77	33.5±0.7	73.1±0.4
Altıntoprak	783±17	464±12	880±24	5350±13	36.8±3	70.3±8
Seyran-96	606±7	416±12	855±9	4996±95	50.3±1	96.4±10
Fırat-87	609±6.2	406±15	848±15	4891±37	34.2±2.7	73.2±9
Yerli kırmızı	879±14	420±25	867±21	5052±45	32.5±7	86±3.3
Tigris	950±41	455±13	854±16	4416±33	29.7±2	84.3±0.5
	Nohutlar					
Diyar-95	1038±21	432±8	-	4235±154	23.3±0.3	49.0±0.98
ILC-482	1499±15	439±4.5	901±14	3285±102	35.4±5	52.1±7
	Pirinç					
Karacadağ	133±2.2	370±12	530±17	873±21	23.1±0.2	15.5±0.03

Çizelge 4.5. Analizi Yapılan Ürünlerin Element İçerikleri (n=3, ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık) (devamı)

Element	Zn	Mn	Ni	Cd	Cr	Cu	Sn
Ürünler	Makarnalık Buğdaylar						
Güneyyıldızı	29.4±0.06	35.5±10	0.72±0.009	0.041±0.003	0.82±0.25	7.75±2	30.0±10
Zühre	23.83±0.2	35.7±0.6	0.62±0.007	0.011±0.002	1.41±0.02	4.22±0.02	31.4±10
Eyyubi	26.6±0.08	33.3±3	0.93±0.03	0.042±0.001	1.03±0.02	10.5±0.3	22.4±7
Artuklu	33.4±4	42.7±5	0.85±0.008	0.010±0.001	0.12±0.01	7.83±1.5	23.1±4
Şahinbey	34.8±0.2	46.9±0.6	0.84±0.01	0.043±0.007	0.99±0.02	6.4±0.01	13.4±0.8
Sarıçanak-98	31.2±0.1	48.2±4	0.11±0.03	0.006±0.002	1.02±0.04	5.11±2	23.1±4
Altıntoprak-98	32.7±0.1	50.5±0.04	0.98±0.02	0.014±0.003	1.05±0.01	7.15±0.02	27±1.5
Fırat-93	21.6±0.1	43.5±3	0.89±0.009	0.052±0.005	1.21±0.02	5.20±0.4	33.9±13
Aydın-93	29.3±0.2	43.5±7.3	0.71±0.005	0.021±0.003	0.85±0.1	8.70±1.2	15.7±1.7
Harran-95	23.5±0.2	33.2±0.6	0.72±0.01	0.030±0.003	1.08±0.02	13.2±0.2	16.5±4
Ceylan-95	23.0±0.08	42.1±1.56	0.72±0.04	0.061±0.0005	1.42±0.04	14.7±0.6	15.6±3.3
Diyarbakır-81	18.8±0.2	44.2±0.6	0.54±0.01	0.060±0.001	1.63±0.01	4.91±0.1	13.1±0.8
	Ekmeklik Buğdaylar						
Cemre	20.7±0.1	41.5±1	0.9±0.02	0.011±0.001	0.81±0.01	6.2±1	21.2±2
Nurkent	27.1±1.7	42.7±5.2	0.78±0.07	0.002±0.0004	0.52±0.03	5.5±0.9	20.3±3.9
Karacadağ-98	26.4±0.05	45.3±0.9	0.72±0.02	0.021±0.003	0.66±0.05	5.2±0.1	15.4±1.7
Diñç	18.4±0.09	39.4±3	0.56±0.01	0.008±0.0005	0.97±0.01	4.4±0.1	16.2±1.6
Aday-13	19.2±0.09	34.1±1	0.57±0.03	0.032±0.003	0.52±0.009	4.4±0.1	13.6±1

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Çizelge 4.5. Analizi Yapılan Ürünlerin Element İçerikleri(n=3, ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık) (devamı)

Element	Zn	Mn	Ni	Cd	Cr	Cu	Sn
Ürünler	Arpalar						
Altıkat	19.4±0.2	13.7±0.07	0.53±0.07	0.041±0.004	0.55±0.02	3.90±0.3	16.6±0.7
Samyeli	23.4±1	15.1±0.37	0.54±0.04	0.023±0.006	0.97±0.05	4.81±0.2	17.3±1.1
Şahin-91	28.4±0.25	14.2±1.3	0.44±0.01	0.029±0.006	0.55±0.004	4.47±0.45	18.3±1.8
Sur-93	21.3±0.08	21.4±0.3	0.52±0.02	0.032±0.002	0.61±0.008	5.83±0.02	16.8±0.2
	Mercimekler						
Çağıl	32.4±0.05	16.3±0.08	2.10±0.01	0.031±0.006	0.52±0.007	11.1±0.05	20.0±1.5
Altıntoprak	34.1±0.07	14.4±2	1.8±0.008	0.022±0.006	0.51±0.006	10.4±1.9	30.2±0.3
Seyran-96	38.03±0.2	14.2±2	2.27±0.03	0.020±0.007	1.63±0.006	11.3±1.7	22.1±4
Fırat-87	38.2±0.04	12.3±3	2.09±0.03	0.030±0.001	0.52±0.005	8.6±2	19.4±4
Yerli kırmızı	40.8±0.03	12.5±0.5	2.51±0.04	0.021±0.004	0.59±0.007	9.5±1	17.4±1.4
Tigris	33.4±0.1	14.8±0.6	2.12±0.003	0.032±0.003	0.71±0.01	11.7±0.6	23.4±0.5
	Nohutlar						
Diyar-95	33.7±0.2	22.2±0.4	1.06±0.03	0.020±0.001	0.51±0.01	8.3±0.1	18.7±0.4
ILC-482	29.6±0.02	20.1±6	0.94±0.02	0.011±0.006	0.50±0.0036	7.2±2.5	21.2±1.9
	Pirinç						
Karacadağ	16.2±0.07	28.0±0.2	1.04±0.02	0.032±0.002	1.04±0.007	3.3±0.1	24.8±0.75

Çizelge 4.5. Analizi Yapılan Ürünlerin Element İçerikleri (n=3, ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık) (devamı)

Element	Pb	V	As	Se
Ürünler	Makarnalık Buğdaylar			
Güneyyıldızı	0.210±0.01	0.042±0.01	<0.002	0.312±0.10
Zühre	0.171±0.05	0.090±0.02	<0.002	0.250±0.08
Eyyubi	0.242±0.08	0.091±0.01	<0.002	0.260±0.11
Artuklu	0.163±0.01	0.062±0.02	<0.002	0.374±0.06
Şahinbey	0.082±0.05	0.073±0.02	<0.002	0.220±0.13
Sarıçanak-98	0.111±0.02	0.072±0.01	<0.002	0.337±0.09
Altıntoprak-98	0.124±0.09	0.04±0.009	<0.002	0.344±0.11
Fırat-93	0.162±0.01	0.060±0.01	<0.002	0.293±0.06
Aydın-93	0.181±0.02	0.040±0.01	<0.002	0.385±0.03
Harran-95	0.160±0.06	0.102±0.02	<0.002	0.400±0.03
Ceylan-95	0.220±0.03	0.09±0.008	<0.002	0.312±0.08
Diyarbakır-81	0.091±0.01	0.05±0.006	<0.002	0.398±0.05
	Ekmeklik Buğdaylar			
Cemre	<0.0025	1.483±0.1	<0.002	0.324±0.02
Nurkent	0.041±0.01	0.051±0.02	<0.002	0.276±0.07
Karacadağ-98	<0.0025	1.212±0.10	<0.002	0.322±0.07
Diğ	0.022±0.001	1.041±0.34	<0.002	0.350±0.04
Aday-13	0.044±0.01	1.351±0.11	<0.002	0.344±0.06

Çizelge 4.5. Analizi Yapılan Ürünlerin Element İçerikleri (n=3, ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık) (devamı)

Element	Pb	V	As	Se
Ürünler	Arpalar			
Altıkat	0.090±0.02	0.090±0.005	<0.002	0.380±0.24
Samyeli	0.140±0.01	0.110±0.02	<0.002	0.210±0.2
Şahin-91	0.121±0.08	0.063±0.006	<0.002	0.311±0.1
Sur-93	0.034±0.01	0.010±0.001	<0.002	0.312±0.12
Mercimekler				
Çağıl	<0.0025	0.470±0.1	<0.002	0.552±0.1
Altıntoprak	<0.0025	0.710±0.1	<0.002	0.475±0.11
Seyran-96	0.131±0.07	0.100±0.006	<0.002	0.558±0.06
Fırat-87	0.070±0.01	0.89±0.2	<0.002	0.480±0.17
Yerli kırmızı	0.062±0.02	0.054±0.003	<0.002	0.437±0.07
Tigris	<0.0025	0.071±0.01	<0.002	0.650±0.02
Nohutlar				
Diyar-95	0.310±0.03	1.48±0.14	<0.002	0.410±0.09
ILC-482	0.080±0.02	0.20±0.02	<0.002	0.316±0.15
Pirinç				
Karacadağ	0.003±0.0001	0.020±0.006	<0.002	0.411±0.07

Çizelge 4.6. Makarnalık Buğday ve Ekmeklik Buğdayın Un ve Kepeklerindeki element içerikleri (n=3, ortalama±standart sapma (mg/kg) kuru ağırlık)

Ürünler	Güneyyıldızı(un)	Güneyyıldızı(kepek)	Cemre (un)	Cemre(kepek)
Element				
Ca	380±4	1566±4	300±4	1426±9
Na	378±3.7	675±33	378±14	538±22
Mg	484±6	482±13	414±13.5	402±10
K	1493±21	1519±14	1610±44	1517±23
Si	38.3±2.4	100±18	62.4±1	42.3±7.5
Fe	29.6±0.2	207±34	32.4±0.2	159±4
Zn	19.2±0.008	85.4±0.6	11.1±0.02	59±0.09
Mn	17.6±1.4	168±3	15.3±0.12	141±11
Ni	0.48±0.02	1.94±0.008	0.87±0.01	2.54±0.02
Cd	0.06±0.007	0.11±0.009	0.04±0.003	0.05±0.008
Cr	0.8±0.001	1.31±0.01	1.06±0.005	1.06±0.008
Cu	3.51±0.04	9.22±2	3.8±0.03	14.5±4
Sn	15.5±1.2	33.1±2.5	16.5±0.8	31.2±0.84
Pb	0.03±0.009	0.11±0.07	0.05±0.001	0.09±0.004
V	0.31±0.02	4.22±1	0.11±0.01	7.16±2
As	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002
Se	0.290±0.23	0.395±0.11	0.480±0.08	0.890±0.06

Araştırma bulgularımızda makarnalık buğdayda Ca değerleri 480±6-742±20 mg/kg arasında, ekmeklik buğdayda 420±4-625±54 mg/kg arasında, arpada 471±12-521±15 mg/kg arasında, mercimekte 601±5.4-950±41 mg/kg arasında, nohutta 1038±21-1499±15 mg/kg arasında, pirinçte 133±2.2 mg/kg olarak tayin edilmiştir. Ereifej ve ark. (2001)'e göre, Ürdün, Fas ve FAO makarnalık buğdaydaki Ca değerleri sırasıyla; 29.5±0.6, 40.1±0.5, 55.8 mg/100g, arpada sırasıyla; 69.3±3, 69.9±2.5, 67.7 mg/100g, mercimekte sırasıyla; 42.3±4, 97.9±4.8, 71.0 mg/100g, nohutta sırasıyla; 225±0.1, 182±3, 280±2 mg/100g olarak verilmiştir. Hongxing ve Kui (2012)'e göre, (Pekin) buğdayda Ca miktarı 200.63 µg/g olarak verilmiştir. Antoine ve ark. (2012)'e göre,

Jamaika'daki bazı pirinç çeşitlerindeki kalsiyum miktarı (127 mg/kg; 104 mg/kg) olarak verilmiştir.

Bu çalışmada makarnalık buğdaydaki Na değerleri, 422 ± 53 - 619 ± 58 mg/kg arasında, ekmeklik buğdayda 395 ± 5 - 424 ± 23 mg/kg arasında, arpada 415 ± 8.5 - 489 ± 16 mg/kg arasında, mercimekte 406 ± 15 - 464 ± 12 mg/kg arasında, nohutta 432 ± 8 - 439 ± 4.5 mg/kg arasında, pirinçte 370 ± 12 mg/kg olarak tayin edilmiştir. Antoine ve ark. (2012)'e göre, Jamaika'daki bazı pirinç çeşitlerindeki sodyum miktarı (6.00 mg/kg; 15.1 mg/kg) olarak verilmiştir. Na değerlerinin literatürde verilen değerlerden yüksek olduğu görülmüştür.

Bu çalışmada makarnalık buğdayda Mg miktarı 526 ± 62 - 856 ± 14 mg/kg arasında, ekmeklik buğdayda 762 ± 8 - 883 ± 23 mg/kg arasında, arpada 637 ± 14 - 846 ± 11 mg/kg arasında, mercimekte 848 ± 15 - 880 ± 24 mg/kg arasında, nohutta 901 ± 14 mg/kg, pirinçte 530 ± 17 mg/kg olarak tayin edilmiştir. Ereifej ve ark. (2001)'e göre, Ürdün ve Fas'taki makarnalık buğdayda sırasıyla 85.1 ± 4 , 137 ± 2 mg/100g, arpada sırasıyla 92.7 ± 2 , 135 ± 3 mg/100g, mercimekte 12.9 ± 2 , 119 ± 1 mg/100g, nohutta sırasıyla 1.4 ± 0 , 151 ± 3 mg/100g olarak belirtmişlerdir. Hongxing ve Kui (2012)'e göre, (Pekin) buğdayda Mg miktarı 321.11 µg/g olarak verilmiştir. Antoine ve ark. (2012)'e göre, Jamaika'daki bazı pirinç çeşitlerindeki magnezyum miktarı (371 mg/kg; 1205 mg/kg) olarak verilmiştir.

Bu çalışmada makarnalık buğdayda K miktarı 1988 ± 52 - 2868 ± 100 mg/kg arasında, ekmeklik buğdayda 1896 ± 70 - 2954 ± 13 mg/kg arasında, arpada 2547 ± 143 - 3116 ± 78 mg/kg arasında, mercimekte 4416 ± 33 - 5350 ± 13 mg/kg arasında, nohutta 3285 ± 102 - 4235 ± 154 mg/kg arasında, pirinçte 873 ± 21 olarak tayin edilmiştir. Ereifej ve ark. (2001)'e göre, Ürdün ve Fas'taki makarnalık buğdayda sırasıyla 625 ± 8 , 515 ± 7 mg/100g, arpada sırasıyla 612 ± 4 , 573 ± 11 mg/100g, mercimekte sırasıyla 38.1 ± 3 , 548 ± 21 mg/100g, nohutta sırasıyla 13.6 ± 1 , 1119 ± 20 mg/100g olarak belirtmişlerdir. Hongxing ve Kui (2012)'e göre, (Pekin) buğdayda K miktarları 1569.34 µg/g olarak verilmiştir. Antoine ve ark. (2012)'e göre, Jamaika'daki bazı pirinç çeşitlerindeki Potasyum miktarı (913 mg/kg; 2157 mg/kg) olarak verilmiştir.

Bu çalışmada makarnalık buğdayda Si miktarı 41.4 ± 2 - 97.5 ± 1.3 mg/kg arasında, ekmeklik buğdayda 34.2 ± 0.7 - 65.5 ± 4 mg/kg arasında, arpada 134 ± 11 - 239 ± 3 mg/kg

arasında, mercimekte 29.7 ± 2 - 50.3 ± 1 mg/kg arasında, nohutta 23.3 ± 0.3 - 35.4 ± 5 mg/kg arasında, pirinçte 23.1 ± 0.2 mg/kg olarak tespit edilmiştir. Si miktarının arpada diğer ürünlere göre daha fazla bulunduğu tespit edilmiştir.

Bu çalışmada Fe miktarları makarnalık buğdayda 41.0 ± 0.2 - 57 ± 0.2 mg/kg arasında, ekmeçlik buğdayda 34.7 ± 0.25 - 47.6 ± 5 mg/kg arasında, arpada 36.6 ± 5.6 - 68.7 ± 1.8 mg/kg arasında, mercimekte 70.3 ± 8 - 96.4 ± 10 mg/kg arasında, nohutta 49.0 ± 0.98 - 52.1 ± 7 mg/kg arasında, pirinçte 15.5 ± 0.03 mg/kg olarak tayin edilmiştir. Ereifej ve ark. (2001)'e göre, Fe miktarları, Ürdün, Fas ve FAO makarnalık buğdaylarında sırasıyla 8.3 ± 0.04 , 3.5 ± 0.09 mg/100g, arpada sırasıyla 6.3 ± 0.20 , 3.5 ± 0.27 , 19.9 mg/100g, mercimekte sırasıyla 13.3 ± 2 , 11.9 ± 1.4 , 7.8 mg/100g, nohutta sırasıyla 9.0 ± 0.16 , -, -, 12.3 mg/100g olarak bildirmişlerdir. Hongxing ve Kui (2012)'e göre, (Pekin) buğdayda Fe miktarı 19.02 µg/g olarak verilmiştir. Al-Gahri ve ark. (2008)'e göre Yemen, Avusturya ve Amerika'daki buğdaylarda Fe miktarları sırasıyla 51.06 ± 0.13 , 57.63 ± 0.12 , 60.54 ± 0.09 µg/g olarak bildirilmiştir. Demirel ve ark. (2008)'e göre, (Türkiye) Pirinç, nohut, ve bulgur için elementlerin konsantrasyon aralıkları şöyle bulunmuştur. Fe için 11.8 ± 0.9 - 50.2 ± 3.8 µg/g olarak verilmiştir. Antoine ve ark. (2012)'e göre, Jamaika'daki bazı pirinç çeşitlerindeki demir miktarı (22.3 mg/kg; 20.1 mg/kg) olarak verilmiştir.

Bu çalışmada Zn miktarları, makarnalık buğdayda 18.8 ± 0.2 - 34.8 ± 0.2 mg/kg arasında, ekmeçlik buğdayda 18.4 ± 0.09 - 27.1 ± 1.7 mg/kg arasında, arpada 19.4 ± 0.2 - 28.4 ± 0.25 mg/kg arasında, mercimekte 32.4 ± 0.05 - 40.8 ± 0.03 mg/kg arasında, nohutta 29.6 ± 0.02 - 33.7 ± 0.2 mg/kg arasında, pirinçte 16.2 ± 0.07 mg/kg olarak tayin edilmiştir. Ereifej ve ark. (2001)'e göre, Zn miktarları Ürdün, Fas ve FAO makarnalık buğdaylarında sırasıyla 2.5 ± 0.3 , 3.74 ± 0.03 , -, mg/100g, arpada sırasıyla 2.0 ± 0.004 , 2.8 ± 0.05 , -, mg/100g, mercimekte sırasıyla 6.2 ± 0.03 , 3.73 ± 0.08 , -, mg/100g, nohutta 3.6 ± 0.05 , -, -, mg/100g olarak belirtmişlerdir. Hongxing ve Kui (2012)'e göre, (Pekin) buğdayda Zn miktarları 8.01 µg/g olarak verilmiştir. Al-Gahri ve ark. (2008)'e göre, Yemen, Avusturya ve Amerika'daki buğdaylarda Zn miktarları sırasıyla 16.96 ± 0.09 , 11.55 ± 0.13 , 17.13 ± 0.12 µg/g olarak bildirilmiştir. Demirel ve ark. (2008)'e göre, (Türkiye) Pirinç, nohut, ve bulgur için elementlerin konsantrasyon aralıkları şöyle bulunmuştur. Zn için 1.57 ± 0.15 - 10.9 ± 0.8 µg/g olarak verilmiştir.

Antoine ve ark. (2012)'e göre, Jamaika'daki bazı pirinç çeşitlerindeki çinko miktarı (15.6 mg/kg; 20.2 mg/kg) olarak belirlenmiştir.

Bu çalışmada Mn miktarları, makarnalık buğdayda 33.2 ± 0.6 - 50.5 ± 0.04 mg/kg arasında, ekmeklik buğdayda 34.1 ± 1 - 45.3 ± 0.9 mg/kg arasında, arpada 13.7 ± 0.07 - 21.4 ± 0.3 mg/kg arasında, mercimekte 12.5 ± 0.5 - 16.3 ± 0.08 mg/kg arasında, nohutta 20.1 ± 6 - 22.2 ± 0.4 mg/kg arasında, pirinçte 28.0 ± 0.2 mg/kg olarak tespit edilmiştir. Ereifej ve ark. (2001)'e göre, Mn miktarları, Ürdün, Fas'taki makarnalık buğdaylarında sırasıyla -, 4.74 ± 0.34 mg/100g, arpada 0.8 ± 0.30 , 1.94 ± 0.09 mg/100g, mercimekte 1.3 ± 0.5 , 1.48 ± 0.08 mg/100g, nohutta 2.0 ± 0.06 , - , mg/100g olarak belirtmişlerdir. Hongxing ve Kui (2012)'e göre, (Pekin) buğdayda Mn miktarları 6.69 µg/g olarak verilmiştir. Al-Gahri ve ark. (2008)'e göre Yemen, Avusturya ve Amerika'daki buğdaylarda Mn miktarları sırasıyla 34.88 ± 0.06 , 44.10 ± 0.07 , 41.33 ± 0.09 µg/g olarak bildirmişlerdir. Demirel ve ark. (2008)'e göre, (Türkiye) Pirinç, nohut, ve bulgur için elementlerin konsantrasyon aralıkları şöyle bulunmuştur Mn için 12.7 ± 1.1 - 27.1 ± 2.5 µg/g olarak verilmiştir. Antoine ve ark. (2012)'e göre, Jamaika'daki bazı pirinç çeşitlerindeki mangan miktarı (10.5 mg/kg; 26.5 mg/kg) olarak verilmiştir.

Bu çalışmada Ni miktarları makarnalık buğdayda 0.11 ± 0.03 - 0.98 ± 0.02 mg/kg arasında, ekmeklik buğdayda 0.56 ± 0.01 - 0.9 ± 0.02 mg/kg arasında, arpada 0.44 ± 0.01 - 0.54 ± 0.04 mg/kg arasında, mercimekte 1.8 ± 0.008 - 2.51 ± 0.04 mg/kg arasında, nohutta 0.94 ± 0.02 - 1.06 ± 0.03 mg/kg arasında, pirinçte 1.04 ± 0.02 mg/kg olarak tayin edilmiştir.

Bu çalışmada Cd miktarları makarnalık buğdaylarda 0.010 ± 0.001 - 0.061 ± 0.0005 mg/kg arasında, ekmeklik buğdayda 0.008 ± 0.0005 - 0.032 ± 0.003 mg/kg arasında, arpada 0.023 ± 0.006 - 0.041 ± 0.004 mg/kg arasında, mercimekte 0.020 ± 0.007 - 0.032 ± 0.003 mg/kg arasında, nohutta 0.011 ± 0.006 - 0.020 ± 0.001 mg/kg arasında, pirinçte 0.032 ± 0.002 mg/kg olarak tespit edilmiştir. Tadesse (2006)'e göre, buğday unundaki kadmiyum içeriği 0,011 - 0,024 mg / kg aralığındadır. Ortalama çinko konsantrasyonu, ise 5.93 - 9.88 mg/kg aralığında değişmektedir. Al-Gahri ve ark. (2008)'e göre Yemen, Avusturya ve Amerika'daki buğdaylarda Cd içerikleri 0.296 ± 0.002 , - , 0.117 ± 0.001 µg/g olarak verilmiştir.

Bu çalışmada Cr miktarları makarnalık buğdayda 0.12 ± 0.01 - 1.63 ± 0.01 mg/kg arasında, ekmeklik buğdayda 0.52 ± 0.009 - 0.97 ± 0.01 mg/kg arasında, arpada 0.55 ± 0.004 - 0.97 ± 0.05 mg/kg arasında, mercimekte 0.51 ± 0.006 - 1.63 ± 0.006 mg/kg arasında, nohutta 0.50 ± 0.0036 - 0.51 ± 0.01 mg/kg arasında, pirinçte 1.04 ± 0.007 mg/kg olarak tayin edilmiştir. Antoine ve ark. (2012)'e göre, Jamaika'daki bazı pirinç çeşitlerindeki krom miktarı (0.08 mg/kg; 0.157 mg/kg) olarak verilmiştir.

Bu çalışmada Cu miktarları makarnalık buğdayda 4.22 ± 0.02 - 14.7 ± 0.6 mg/kg arasında, ekmeklik buğdayda 4.4 ± 0.1 - 6.2 ± 1 mg/kg arasında, arpada 3.90 ± 0.3 - 5.83 ± 0.02 mg/kg arasında, mercimekte 8.6 ± 2 - 11.7 ± 0.6 mg/kg arasında, nohutta 7.2 ± 2.5 - 8.3 ± 0.1 mg/kg arasında, pirinçte 3.3 ± 0.1 mg/kg olarak tayin edilmiştir. Ereifej ve ark. (2001)'e göre, Cu miktarları Ürdün ve Fas'taki makarnalık buğdaylarda sırasıyla, 3.8 ± 0.06 , 0.26 ± 0.06 mg/100g, arpada sırasıyla 3.5 ± 0.40 , 2.29 ± 0.02 mg/100g, mercimekte sırasıyla 1.1 ± 0.03 , 0.88 ± 0.2 mg/100g, nohutta 1.7 ± 0.01 mg/100g olarak bildirmişlerdir. Hongxing ve Kui (2012)'e göre, (Pekin) buğdayda Cu miktarı 8.96 µg/g olarak verilmiştir. Al-Gahri ve ark. (2008)'e göre Yemen, Avusturya ve Amerika'daki buğdaylarda Cu içerikleri sırasıyla 8.30 ± 0.01 , 4.70 ± 0.03 , 5.24 ± 0.02 µg/g olarak verilmiştir. Demirel ve ark. (2008)'e göre, (Türkiye) Pirinç, nohut, ve bulgur için elementlerin konsantrasyon aralıkları şöyle bulunmuştur. Cu için 1.97 ± 0.14 - 8.43 ± 0.65 µg/g olarak verilmiştir. Antoine ve ark. (2012)'e göre, Jamaika'daki bazı pirinç çeşitlerindeki Bakır miktarı (1.65 mg/kg; 2.96 mg/kg) olarak verilmiştir.

Bu çalışmada Sn miktarları makarnalık buğdayda 13.1 ± 0.8 - 33.9 ± 13 mg/kg arasında, ekmeklik buğdayda 13.6 ± 1 - 21.2 ± 2 mg/kg arasında, arpada 16.6 ± 0.7 - 18.3 ± 1.8 mg/kg arasında, mercimekte 17.4 ± 1.4 - 30.2 ± 0.3 mg/kg arasında, nohutta 18.7 ± 0.4 - 21.2 ± 1.9 mg/kg arasında, pirinçte 24.8 ± 0.75 mg/kg olarak tayin edilmiştir.

Bu çalışmada Pb miktarları makarnalık buğdayda 0.082 ± 0.05 - 0.242 ± 0.08 mg/kg arasında, ekmeklik buğdayda <0.025 - 0.044 ± 0.01 mg/kg arasında, arpada 0.034 ± 0.01 - 0.140 ± 0.01 mg/kg arasında, mercimekte <0.025 - 0.131 ± 0.07 mg/kg arasında, nohutta 0.080 ± 0.02 - 0.310 ± 0.03 mg/kg arasında, pirinçte 0.003 ± 0.0001 mg/kg olarak tayin edilmiştir. Al-Gahri ve ark. (2008)'e göre Yemen, Avusturya ve Amerika'daki buğdaylarda Pb içerikleri sırasıyla 0.367 ± 0.02 ,-, 0.346 ± 0.01 µg/g olarak verilmiştir.

Bu çalışmada V miktarları makarnalık buğdayda $0.04\pm 0.009-0.102\pm 0.02$ mg/kg arasında, ekmeklik buğdayda $0.051\pm 0.02-1.483\pm 0.1$ mg/kg arasında, arpada $0.010\pm 0.001-0.110\pm 0.02$ mg/kg arasında, mercimekte $0.054\pm 0.003-0.89\pm 0.2$ mg/kg arasında, nohutta $0.20\pm 0.02-1.48\pm 0.14$ mg/kg arasında, pirinçte 0.020 ± 0.006 mg/kg olarak tayin edilmiştir.

Bu çalışmada ürünlerde As'ye rastlanmamıştır.

Bu çalışmada Se miktarları makarnalık buğdayda $0.220\pm 0.13-0.400\pm 0.03$ mg/kg arasında, ekmeklik buğdayda $0.276\pm 0.07-0.350\pm 0.04$ mg/kg arasında, arpada $0.210\pm 0.2-0.380\pm 0.24$ mg/kg arasında, mercimekte $0.437\pm 0.07-0.650\pm 0.02$ mg/kg arasında, nohutta $0.316\pm 0.15-0.410\pm 0.09$ mg/kg arasında, pirinçte 0.411 ± 0.07 mg/kg olarak tespit edilmiştir. Hongxing ve Kui (2012)'e göre, (Pekin) buğdayda Se miktarları 0.067 µg/g olarak verilmiştir. Demirel ve ark. (2008)'e göre, (Türkiye) Pirinç, nohut, ve bulgur için elementlerin konsantrasyon aralıkları şöyle bulunmuştur. Se için $0.082 \pm 0.007- 0.095 \pm 0.006$ µg/g olarak bulunmuştur. Antoine ve ark. (2012)'e göre, Jamaika'daki bazı pirinç çeşitlerindeki selenyum miktarı (0.108 mg/kg; 0.131 mg/kg) olarak verilmiştir.

Salama ve Radwan (2005)'e göre, Cd, Pb, Cu, Zn miktarları mercimekte sırasıyla, 0.013 ± 0.00 , 0.013 ± 0.00 , 3.676 ± 0.36 , 9.102 ± 1.26 mg/kg, nohutta sırasıyla, 0.056 ± 0.04 , 0.143 ± 0.03 , 6.193 ± 2.78 , 10.764 ± 0.37 , buğdayda sırasıyla 0.131 ± 0.02 , 0.398 ± 0.18 , 1.776 ± 0.66 , 12.02 ± 4.70 mg/kg, arpada sırasıyla 0.136 ± 0.02 , 0.131 ± 0.06 , 1.962 ± 0.08 , 9.244 ± 3.62 mg/kg, pirinçte sırasıyla 0.091 ± 0.07 , 0.239 ± 0.02 , 0.241 ± 0.04 , 4.893 ± 0.70 mg/kg olarak bildirilmiştir.

Momen ve ark. (2006)'e göre, Cd, Cu, Fe, Mg, Mn, ve Zn miktarları mercimekte sırasıyla, 0.50 ± 0.03 , 7.7 ± 0.4 , 129 ± 5 , 2229 ± 59 , 19.0 ± 0.8 , 58 ± 3 µg/g, nohutta sırasıyla -, 13.0 ± 0.6 , 64 ± 3 , 1596 ± 39 , 33 ± 3 , 45 ± 2 µg/g olarak bildirilmiştir.

Reyes ve ark. (2010)'e göre, (Brezilya) As ve Se miktarları mercimekte sırasıyla 29 ± 1 , -, ng/g, nohutta sırasıyla 61 ± 2 , 270 ± 4 ng/g, buğday ununda sırasıyla -, 50 ± 3 ng/g, pirinçte sırasıyla 105 ± 4 , 67 ± 2 ng/g, buğday kepeğinde sırasıyla 175 ± 5 , -, ng/g olarak bildirmişlerdir.

Cuadrado ve ark. (2000)'e göre, (İspanya) Pb, Cd, Ni, Se, Cu, Zn, ve Mn miktarları buğday ununda sırasıyla 21.3µg/kg, 33.2 µg/kg, 65.1 µg/kg, 41.7 µg/kg, 1.88mg/kg, 8.63mg/kg, 8.18 mg/kg, pirinçte sırasıyla 17.6 µg/kg, 2.60 µg/kg, 80.6 µg/kg, 39.6 µg/kg, 2.20 mg/kg, 14.0 mg/kg, 7.15 mg/kg olarak bildirmişlerdir.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Yapılan analizler sonucunda bütün tescilli ürünlerde potasyum miktarının en fazla olduğu görülmüştür. Makro elementler kalsiyum, magnezyum ve sodyumun potasyumdan sonra en fazla miktara sahip oldukları görülmüştür. Element konsantrasyonları mg/kg kuru ağırlık üzerinden hesaplanmıştır. Analizler sonucunda Ca miktarının en düşük Karacadağ pirinç çeşidinde 133 ± 2.2 mg/kg, en yüksek ILC-482 nohut çeşidinde 1499 ± 15 mg/kg olarak tespit edilmiştir. En düşük Na miktarı Karacadağ pirinç çeşidinde 370 ± 12 mg/kg, en yüksek Aydın-93 makarnalık buğday çeşidinde 619 ± 58 mg/kg olarak tespit edilmiştir. Mg miktarı en düşük Eyyubi makarnalık buğday çeşidinde 526 ± 62 mg/kg, en yüksek ILC-482 nohut çeşidinde 901 ± 14 mg/kg olarak ölçülmüştür. K miktarı en düşük Karacadağ pirinç çeşidinde 873 ± 21 mg/kg, en yüksek Altıntoprak mercimek çeşidinde 5350 ± 13 mg/kg olarak tespit edilmiştir. Si miktarı en düşük karacadağ pirinç çeşidinde 23.1 ± 0.2 mg/kg, en yüksek Sur-93 arpa çeşidinde 239 ± 3 mg/kg olarak tespit edilmiştir. Fe miktarı en düşük Karacadağ pirinç çeşidinde 15.5 ± 0.03 mg/kg, en yüksek Seyran-96 mercimek çeşidinde 96.4 ± 10 mg/kg olarak ölçülmüştür. Zn miktarı en düşük Karacadağ pirinç çeşidinde 16.2 ± 0.07 mg/kg, en yüksek Yerli kırmızı mercimek çeşidinde 40.8 ± 0.03 mg/kg olarak tayin edilmiştir. Mn miktarı en düşük Yerli kırmızı mercimek çeşidinde 12.5 ± 0.5 mg/kg, en yüksek Altıntoprak-98 makarnalık buğday çeşidinde 50.5 ± 0.04 mg/kg olarak tayin edilmiştir. Ni miktarı en düşük Sarıçanak-98 makarnalık buğday çeşidinde 0.11 ± 0.03 mg/kg, en yüksek Yerli kırmızı mercimek çeşidinde 2.51 ± 0.04 mg/kg olarak tayin edilmiştir. Cd miktarı en düşük Sarıçanak-98 makarnalık buğday çeşidinde 0.006 ± 0.002 mg/kg, en yüksek Ceylan-95 makarnalık buğday çeşidinde 0.061 ± 0.0005 mg/kg olarak tayin edilmiştir. Cr miktarı en düşük Artuklu makarnalık buğday çeşidinde 0.12 ± 0.01 mg/kg, en yüksek Diyarbakır-81 makarnalık buğday çeşidinde 1.63 ± 0.01 mg/kg olarak tespit edilmiştir. Cu miktarı en düşük Karacadağ pirinç çeşidinde 3.3 ± 0.1 mg/kg, en yüksek Ceylan-95 makarnalık buğday çeşidinde 14.7 ± 0.6 mg/kg olarak tayin edilmiştir. Sn miktarı en düşük Diyarbakır-81 makarnalık buğday çeşidinde 13.1 ± 0.8 mg/kg, en yüksek Fırat-93 makarnalık buğday çeşidinde 33.9 ± 13 mg/kg olarak tayin edilmiştir. Pb miktarı en düşük Cemre ve Karacadağ-98 ekmeçlik buğday çeşitlerinde Çağıl, Altıntoprak ve Tigris mercimek çeşitlerinde < 0.0025 dedeksiyon limiti altında, en yüksek Eyyubi makarnalık buğday çeşidinde 0.242 ± 0.08

mg/kg olarak tayin edilmiştir. V miktarı en düşük Karcadağ pirinç çeşidinde 0.020 ± 0.006 mg/kg, en yüksek Cemre ekmeklik buğday çeşidinde 1.483 ± 0.1 mg/kg olarak tayin edilmiştir. Çalışmamızda analiz edilen ürünlerde As bulunmamıştır. Se miktarı en düşük Samyeli arpa çeşidinde 0.210 ± 0.2 mg/kg, en yüksek Tigris mercimek çeşidinde 0.650 ± 0.02 mg/kg olarak tayin edilmiştir.

Yapılan bu çalışmada Makarnalık buğday olan Güneyyıldızı çeşidinin un ve kepeğindeki eser elementlere ayrı ayrı bakıldı, ayrıca ekmeklik buğday çeşidi olan Cemre çeşidinin hem un hem de kepeğindeki eser elementlere ayrı ayrı bakıldı. Her iki çeşitte de kepekteki makro ve mikro element konsantrasyonlarının undakinden fazla olduğu tespit edilmiştir. Bundan şunu çıkarmak mümkündür, kepekli ekmek ya da kepekli mamullerin insan sağlığına faydalı olduğu çıkarılabilir.

Analiz edilen çeşitlerin literatürdeki karşılaştırmalarında, genel anlamda mikro elementlerin bir birlerine yakın olduğu görülmüştür. Makro elementlerde ise ülkeden ülkeye farklılıklar olduğu görülmüştür. Toprak yapısının ve toprağın pH'sının bunda etkili olduğu düşünülmektedir.

Ürünlerde toksik düzeyde herhangi bir element konsantrasyonuna rastlanmamıştır. FAO/WHO ve Türk Gıda Kodeksi verilerinden araştırılmıştır.

ICP-OES'in gıdalarda ve tahıllarda çoklu element analizi için oldukça uygun bir yöntem olduğu görülmüştür, ayrıca mikrodalga çözünürleştirme tekniğinin pratik ve uygun bir yöntem olduğu görülmüştür.

6. KAYNAKLAR

- Adomako, E.E. Williams, P.N. Deacon, C. Meharg, A.A. 2011. Inorganic arsenic and trace elements in Ghanaian grain staples Environmental Pollution 159, 2435-2442
- Ahmed, B. Bouhadjera, K. 2010. Assessment of metals accumulated in Durum wheat (*Triticum durum* Desf.), pepper (*Capsicum annuum*) and agricultural soils African Journal of Agricultural Research Vol. 5(20), pp. 2795-2800
- Akova, Y. 2009. İGEME Bakliyat Raporu. T.C. Başbakanlık Dış Ticaret Müsteşarlığı
- Al-Gahri, M.A. Al mussali, M.A. 2008. Microelement Contents of Locally Produced and Imported Wheat Grains in Yemen E-Journal of Chemistry Vol. 5, No.4, pp. 838-843
- Altundag, H. Tuzen, M. 2011. Comparison of dry, wet and microwave digestion methods for the multi element determination in some dried fruit samples by ICP-OES Food and Chemical Toxicology 49, 2800–2807
- Anandan, A. Rajiv, G. Eswaran, R. Prakash, M. 2011. Genotypic Variation and Relationships between Quality Traits and Trace Elements in Traditional and Improved Rice (*Oryza sativa* L.) Genotypes Journal of Food Science, Vol. 76, Nr. 4
- Antoine, J.M.R. Fung, L.A.H. Grant, C.G. Dennis, H.T. Lalor, G.C. 2012. Dietary intake of minerals and trace elements in rice on the Jamaican market Journal of Food Composition and Analysis 26 , 111–121
- Araujo, G.C.L. Gonzalez, M.H. Ferreira, A.G. Nogueira , A.R.A. Joaquim, A. Nobrega, J.A. 2002. Effect of acid concentration on closed-vessel microwave-assisted digestion of plant materials Spectrochimica Acta Part B 57 , 2121–2132
- Avegliano, R.P. Maihara, V.A. Da Silva, F.F. 2011. A Brazilian Total Diet Study: Evaluation of essential elements Journal of Food Composition and Analysis 24, 1009–1016
- Babaoğlu, M. 2013. <http://www.ttae.gov.tr/>
- Baysal, A. 1996. Beslenme, Ankara, 1996, 110-130, 258-260.

- Beladel, B. Nedjimi, B. Mansouri, A. Benamar, M.E.A. 2012. Trace elements determination in Algerian wheat by instrumental neutron activation analysis (INAA) J Radioanal Nucl Chem 293:497–501
- Bennetta, J.P.U. Chiribogab, U.E. Colemanb, J. Waller, D.M. 2000. Heavy metals in wild rice from northern Wisconsin The Science of the Total Environment 246-261,269
- Bilge, İ. 1998. Saldamlı, Gıda Kimyası, Ankara, 379-392.
- Bonafaccia, G. Gambellia, L. Fabjan, N. Kreftb, I. 2003. Trace elements in flour and bran from common and tartary buckwheat Food Chemistry 83, 1–5
- Bosnak, C. Pruszkowski, E. 2010. The Determination of Toxic, Essential, and Nutritional Elements in Food Matrices Using an ICP-MS PerkinElmer, Inc. Shelton, CT USA
- Castillo, C.P.S. Dewey, P.J.S. Reid, M.D. Solano, M. W. Philip, T. James, W.P.T. 1997. The Mineral and Trace Element Content of Mexican Cereals, Cereal Products, Pulses, and Snacks: Preliminary Data journal of food composition and analysis 10, 312–333
- Cernohorsky, T. Krejcova, A. Pouzar, M. Vavrusova, L. 2008. Elemental analysis of flour-based ready-oven foods by slurry sampling inductively coupled plasma optical emission spectrometry Food Chemistry 106 1246–1252
- Cesur, H. Aksu, Ç. 2004. “Yeni çöktürülmüş mangan-dietilditiyokarbamat ile Zn, Cd ve Pb nin ön deriştirilmesi ve FAAS ile tayini”, *Analitik Kimya Kongresi*, İnönü Üniversitesi, Malatya.
- Chirila, E. Canuta, M. Pavel, O. 2009. Cd and Pb determination in some Romanian south eastern region cereals Ovidius University Annals of Chemistry Volume 20, Number 1, pp.142-145
- Christopher, A.E. Iniama, G. Osabor, V. Etiuna, R. Ochelebe, M. 2009. A Comparative Evaluation of Heavy Metals in Commercial Wheat Flours Sold in Calabar-Nigeria Pakistan Journal of Nutrition 8 (5): 585-587

- Cuadrado, C. Kumpulainen, J. Carbajal A. Moreiras, O. 2000. Cereals Contribution to the Total Dietary Intake of Heavy Metals in Madrid, Spain *Journal of food composition and analysis*, 13, 495-503
- Dalyan, N. 2007. ICP-AES Cihazı ile Bebek Mamalarının Eser Element Analizi Yüksek Lisans Tezi Mustafa Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Ana Bilim Dalı, Hatay.
- Davies, B. 1984. Soil and plant analysis for heavy metals and Quality of environment, *European Spectroscopy News*, 56: , 19-22.
- Demirel, S. Tuzen, M. Saracoglu, S. Soylak, M. (2008). Evaluation of various digestion procedures for trace element contents of some food materials *Journal of Hazardous Materials* 152, 1020–1026
- Dickson, H. 2010. Applications Chemist, Thermo Fisher Scientific, Cambridge, UK Food Safety Series - Determination of Trace Elements in Rice Products by Flame and Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry Application Note: 43019 Thermo Scientific
- Duran, A. Tuzen, M. Soylak, M. 2010. Trace element concentrations of some pet foods commercially available in Turkey *Food and Chemical Toxicology* 48, 2833–2837
- Erdemoğlu, S. 1998 “Çay-su ekstraktlarında Alüminyum spesiasyomu” Doktora tezi, İnönü Üniversitesi
- Erdoğan, S. Erdemoğlu, S.B. Kaya, S. 2006. Optimisation of microwave digestion for determination of Fe, Zn, Mn and Cu in various legumes by flame atomic absorption spectrometry *J Sci Food Agric* 86:226–232
- Ereifej, K.I. Haddad, S.G. 2001. Chemical composition of selected jordanian cereals and legumes as compared with the FAO, Moroccan, East Asian and Latin American tables for use in the Middle East *Trends in Food Science and Tecnology* 11,374-378
- Eserkaya, T. Sönmezoglu, G.ÖA. Yıldırım, A. 2010. Makarnalık Buğdaylarda Kalite ve Kaliteyi Etkileyen Faktörler GOÜ. Ziraat Fakültesi Dergisi, 27(1), 113-120
- FAO 2009. Faostat-Agriculture.
- Fennema, O.R. 1985. Food Chemistry, New York, 1985, 522-531.

Filgueiras A.V. Capelo J.L. Lavilla I. Bendicho C. 2000. Comparison of ultrasound-assisted extraction and microwave-assisted digestion for determination of magnesium, manganese and zinc in plant samples by flame atomic absorption spectrometry, *Talanta*, 53: ,433-441.

Geçit, H.H. vd. 2009. Tarla bitkileri A.Ü.Z.F. ders kitabı 521, yayın no:1569 ISBN 978-975-482-803-0, Ankara

Gills, T. E. Gallorini, M. Rook, H. L. 1978. The Determination of Trace Elements in New Food Grain SRM's using Neutron Activation Analysis *Journal of Radioanalytical Chemistry*, Vol. 46, 21-25

Gündüz, T. 2003. Enstrümental Analiz, Ankara Ü. Yayınları, Ankara

Gündüz, T. 2002. İnstrümental Analiz, 9-10.

Gündüz, T. 2004. Çevre Sorunları, Gazi Kitabevi, Ankara

Haris, C. 1994. Analitik Kimya, (Çev. G.Sümer) Gazi Büro Kitabevi, Ankara, 33s

Hellendom, E.W. 1979. İntestinal effects following ingestion of beans, *Food Technology*, 23, 795-800.

Holmgren, G.G.S. Meyer, M.W. Chaney, R.L. Daniels, R.B. 1993. Cadmium, lead, zinc, copper and nickel in agricultural soils of the United States of America. *Journal of Environmental Quality* 22,335-348.

Hongxing, Z. Kui, R.Y. 2012. Determining mineral elements in four kinds of grains from Beijing market by ICP-MS simultaneously *Journal of Saudi Chemical Society* 16, 31–33

<http://tr.wikipedia.org/wiki/Mercimek>

http://www.mineraller.info/minerallermanganmn_oxff.html Anonim 2007. Selenyum.

<http://www.smallgrains.org/WHFACTS/nutrflrs.html>)

IGC 2011 <https://www.igc.org.uk> internet adresi 24 mart tarihli rapor

İkema, A. Nwankwoala, A. Oduyungbo, S. Nyavora, K. Egiebor, N. 2002. Levels of 26 elements in infant formula from USA, UK, and Nigeria by microwave digestion and ICP–OES *Food Chemistry* 77, 439–447

- İkrbic, B. Cupic, S. 2005. Toxic and essential elements in soft wheat grain cultivated in Serbia Eur Food Res Technol , 221:361–366
- Jamalia, M.K. Kazia, T.G. Araina, M.B. Afridi, H.I. Jalbani, N. Kandhroa, G.A. Shaha, A.Q. Baiga, J.A. 2009. Heavy metal accumulation in different varieties of wheat (*Triticum aestivum* L.) grown in soil amended with domestic sewage sludge Journal of Hazardous Materials 164 1386–1391
- Kaçar, B. 1972. Bitki ve Toprağın Kimyasal analizleri: II. Ankara, 1972, 1-50, 261-266,288-300, 369-386,349-366
- Keskin, H.1987. Besin Kimyası, İstanbul, 369-380.
- Kılıç, E. Köseoğlu, F. 1996. Analitik Kimya, 1-15 Ankara
- Kitaw, S.L. 2010. Determination of The Levels of Trace Metals in Ethiopian Landrace Lentils (*Lens Culinaris Medik*) Addis Ababa University School of Graduate Studies Department of Chemistry
- Levy, J. 1998. Immunonulrition: The pediatric Experience, Nutrition, 14; 641-647.
- Li, Q. Chena, Y. Fua, H. Cuia, Z. Shia, L. Wanga, L. Liua, Z. 2012. Health risk of heavy metals in food crops grown on reclaimed tidal flat soil in the Pearl River Estuary, China Journal of Hazardous Materials 227– 228 148– 154
- Lorenz, S.E. Hamon, R.E. Holm, P.E. Domingues, H.C. Sequeira, E.M. Christensen, T.H. Mc Grath, S.P. 1997. Cadmium and zinc in plants and soil solutions from contaminated soils. Plant and Soil 189, 21-31.
- Masson, P. Dalix, T. Bussiere, S. Determination of Major and Trace Elements in Plant Samples by Inductively Coupled Plasma–Mass Spectrometry Soil Science and Plant Analysis, 41:3, 231-243
- Millour, S. Noe, L. Kadar, A. Chekri, R. Vastel, C. Gue, T. 2011. Simultaneous analysis of 21 elements in foodstuffs by ICP-MS after closed-vessel microwave digestion: Method validation Journal of Food Composition and Analysis 24, 111–120
- Millour, S. Noel, L. Kadar, A. Chekri, R. Vastel, C. Sirot, V. Leblanc, J.C. Guerin, T. 2011. Pb, Hg, Cd, As, Sb and Al levels in foodstuffs from the 2nd French total diet study Food Chemistry 126, 1787–1799

- Minczewski, J. 1962. *Acta Chim. Acad. Sci. Hung.*, 34, 123.
- Ministry of Health and Welfare, the Government of Japan. *Nutritional Status in Japan 1998*. Tokyo: Dai-ichi Shuppan Press, 2000:73-75, in Japanese.
- Momen, A.A. Zachariadis, G.A. Anthemidis, A.N. Stratis, J.A. 2006. Investigation of four digestion procedures for multi-element determination of toxic and nutrient elements in legumes by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry *Analytica Chimica Acta* 565, 81–88
- Nardi, E.P. Evangelista, F.S. Tormen, L. Saint Pierre, T.D. Curtius, A.J. De Souza, S.S. Barbosa Jr. F. 2009. The use of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) for the determination of toxic and essential elements in different types of food samples *Food Chemistry* 112, 727–732
- Nesbitt, M. Samuel, D. 1996. "From staple crop to extinction? The archaeology and history of the hulled wheats" in *Hulled Wheats: Proceedings of the First International Workshop on Hulled Wheats 21-22 Temmuz 1995*, Pascoli, İtalya S. Padulosi, K. Hammer, ve Heller J. eds. IPGRI, s. 41-100. Roma, İtalya
- Noel, L. Chekri, R. Millour, S. Vastel, C. Kadar, A. Sirot, V. Leblanc, J.C. Li, T.G. 2012. Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Se and Mo levels in foodstuffs from the Second French TDS *Food Chemistry* 132, 1502–1513
- Onianwa, P. C. Adeyemo, A. O. Idowu, O. E. Ogabiela, E. E. 2001. Copper and Zinc contents of Nigerian foods and estimate of the adult dietary intakes, *Food Chemistry*, 72,89-95.
- Özkaya, H. Kahveci, B. 1990. *Tahıl ve Ürünleri Analiz Yöntemleri*, Ankara, , 49-62.
- Özyılmaz, G. 1999. İskenderun Körfezinde Endüstri Kuruluşlarının Neden Olduğu Hava ve Toprak Kirliliği, Mustafa Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı, Antakya
- Parengam, M. Judprasong, K. Srianujata, S. Jittinandana, S. Laoharajanaphand, S. Busamongko, A. 2010. Study of nutrients and toxic minerals in rice and legumes by instrumental neutron activation analysis and graphite furnace atomic absorption spectrophotometry *Journal of Food Composition and Analysis* 23, 340–345

- Reyes, M.N.M. Cervera, M.L. Campos, R.C. De la Guardia, M. 2010. Total content of As, Sb, Se, Te and Bi in Spanish vegetables, cereals and pulses and estimation of the contribution of these foods to the Mediterranean Daily intake of trace elements Food Chemistry 122, 188–194
- Rodden, C.J. 1950. Analytical Chemistry of the Manhattan Project, Mc-Graw Hill, New York.
- Rodriguez, J.A. Nanos, N. Grau, J.M. Gil, L. Arias, M.L. 2008. Multiscale analysis of heavy metal contents in Spanish agricultural topsoils Chemosphere 70, 1085–1096
- Rodushkina, I. Ruthb, T. Sa Huhtasaari, A. 1999. Comparison of two digestion methods for elemental determinations in plant material by ICP techniques Analytica Chimica Acta 378, 191-200
- Sagera, M. Mütendorfer, J. Influence of Milling or Cutting Procedures on Trace Element Contents of Plant Samples In frn. I envimm. amı. chrn.. vid. 67. pp. 59-7
- Salama, A.K. Radwan, M. 2005. Heavy metals (Cd, Pb) and trace elements (Cu, Zn) contents in some foodstuffs from the Egyptian market *Emir. J. Agric. Sci. . 17 (1): 34-42*
- Sankar, D.S.R. Dedeasthale, Y. G. 1981. *Mineral composition of four Indian legumes.* Journal of Food Science, 46 , 1962-1963.
- Saraçoğlu, S. 2001. Chromosorb 102 Reçinesi Kullanılarak Katı Faz Özütleme Yöntemiyle Eser Elementlerin Zenginleştirilmesi ve AAS ile Tayini, Doktora Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri
- Shimbo, S. Zhanga, Z.W. Watanabe, T. Nakatsuka, H. Inoguchi, N.M. Higashikawa, K. Ikeda, M. 2000. Cadmium and lead contents in rice and other cereal products in Japan in 1998-2000 The Science of the Total Environment 281, 165-175
- Shtangeeva, I. Steinnes, E. Lierhagen, S. 2011. Macronutrients and trace elements in rye and wheat: Similarities and differences in uptake and relationships between elements Environmental and Experimental Botany 70 , 259–265
- Skoog, D.A. Holler, F.J. Nieman, T.A. 1998. Enstrümental Analiz İlkeleri (Kılıç, E., Köseoglu, F. Yılmaz, H. Editör). Ankara, 231-234, Türkiye

- Skoog, D.A. Holler, F.J. West, D.M. 2002, Enstrümental Analiz İlkeleri
- Skoog, D.A. West, D.M. Holler, F.J. 1996. Analitik Kimya Temelleri, Cilt I, (Çev. E.Kılıç ve P.Köseoglu), Bilim Yayıncılık, 3-20
- Skoog, D.A. West, D.M. Holler, F.J. 1996. Fundamentals of Analytical Chemistry, Saunders Collage Publishing, Philadelphia, New York.
- Tadesse, Z. 2006. Levels of trace Cadmium and essential Zinc in wheat flour commercially available in Addis Ababa, Ethiopia Addis Ababa University School of Graduate Studies Department of Chemistry
- Tannaus, R.I. Ullah, M. 1989. *Effects of aulocloving on nutritional factors in legume seeds*, Tropical Agriculture, 46, 123-129.
- TMO 2011. Hububat Raporu 2010.
- TMO 2011. TMO Genel Müdürlüğü kurum verileri, Ankara
- Tokman, N. 2007. Çeşitli Örneklerde Eser Element Analizinde Farklı Çözme Tekniklerinin Karşılaştırılması Yüksek Lisans Tezi Marmara Üniversitesi Kimya Anabilim Dalı Analitik Kimya Programı, İstanbul.
- Tosmur, B. 2004. Muğla Yöresi Çam Ballarındaki Eser Element İçeriğinin İki Farklı Spektroskopik Yöntem İle Analizi Yüksek Lisans Tezi Muğla Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı, Muğla.
- TS-1386 1974. Baklagiller ve numune alma, TSE, Ankara
- TÜGEM 2011. Genel Veriler
- TÜİK 2009. Bitkisel Üretim İstatistikleri
- Tuzen, M. Soylak, M. 2007. Evaluation of trace element contents in canned foods marketed from Turkey Food Chemistry 102 1089–1095
- TÜİK 2011 <http://www.tuik.gov.tr/> veri tabanı internet adresinden, erişim tarihi nisan 2011
- USDA 2011. <http://www.usda.gov.tr>

- Vaessen, H.A.M.G. Van de Kamp, C.G. 1990. Reference-material-based collaborative test of flame atomic absorption spectroscopic determination of calcium and magnesium in foods and biological materials, *Z. Lebensm Unters Forsch*, 19: , 199-204.
- Vandecasteele, C. Block, C.B. 1993. *Modern Methods for Trace Element Determination*, John Wiley and Sons Ltd., England.
- Wei, B. Yang, L. 2010. A review of heavy metal contaminations in urban soils, urban road dusts and agricultural soils from China *Microchemical Journal* 94, 99–107
- Welz, B. 1985. *Atomic absorption spectrometry*. Weinheim, VCH. Medcalfe, E. (1987) www.gaputaem.gov.tr ocak 2013
- Yada (Kaburagi), S. Kawasaki, A. Matsuda, K. Mizuhira, M. Oda, H. 2006. A rapid and simple screening analysis of cadmium in rice samples using an X-ray fluorescence spectrometer. *Japanese Journal of Soil and Fertilizer Science (Nippon Dojo Hiryo Gaku Zasshi)* Vol. 77 No. 2 p. 165-170
- Yeşil, E. 2007. Alümit Cevherinin ICP-OES Çalışması, Yüksek Lisans Tezi Dumlupınar Üniversitesi Fizik Ana Bilim Dalı, Kütahya.
- Yörük, O. 2008. Ergene Havzasında Yetiştirilen Ayçiçek Bitkisinde (*helianthus annuus* L.) Bazı Eser Element İçeriklerinin ICP-OES ile Tayini Yüksek Lisans Tezi Kimya Anabilim Dalı Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Edirne.
- Zhang, Z.W. Watanabe, T. Shimbo, S. Higashikawa, K. Ikeda, M. 1998. Lead and cadmium contents in cereals and pulses in north-eastern China *The Science of the Total Environment* 220-137,145
- Zhou, C.Y. Wong, M.K. Koh, L.L. Yeow, C.W. 1996. Microwave- assisted dilute acid extraction of trace metals from biological samples for atomic absorption spectrometric determination, *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 11: 585-590.
- Ziaukiene, V. 2009. Mineral Elements in Cereal Grains Cultivated in Lithuania and in Their Products Summary of Doctoral Dissertation Technological Sciences, Chemical Engineering (05t), Kaunas University of Technology

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Mehmet DÜZGÜN

Doğum Yeri : Mardin/ Kızıltepe

Doğum Tarihi : 31.03.1976

Medeni Hali : Evli

Yabancı Dili : İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Kızıltepe Lisesi, 1995

Lisans : Harran Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü, 2001

Çalıştığı Kurum ve Yıl

Gap Uluslararası Tarımsal Araştırma ve Eğitim Merkezi Müdürlüğü 2011-

Yayımları (SCI ve diğer):