



**TOKAT İLİ DOMATES EKİLİŞ ALANLARINDA ZARARLI
OLAN BEYAZSİNEK [*Bemisia tabaci* (GENNADIUS)
(HEMIPTERA: ALEYRODİDAE)]'İN NEONİKOTİNOİD GRUBU
İNSEKTİSİTLERE KARŞI DİRENÇ DÜZEYLERİ VE BU
PESTİSİTLERİN DOMATESTE KALINTI DÜZEYLERİNİN
BELİRLENMESİ**

TARIK BALKAN

DOKTORA TEZİ

BİTKİ KORUMA ANA BİLİM DALI

Prof. Dr. Kenan KARA

Ağustos - 2019

Her hakkı saklıdır

**T.C.
TOKAT GAZİOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
BİTKİ KORUMA ANA BİLİM DALI**

DOKTORA TEZİ

**TOKAT İLİ DOMATES EKİLİŞ ALANLARINDA ZARARLI OLAN
BEYAZSİNEK [*Bemisia tabaci* (GENNADIUS) (HEMIPTERA:
ALEYRODIDAE)]'İN NEONİKOTİNOİD GRUBU İNSEKTİSİTLERE KARŞI
DİRENÇ DÜZEYLERİ VE BU PESTİSİTLERİN DOMATESTTE KALINTI
DÜZEYLERİNİN BELİRLENMESİ**

TARIK BALKAN

**TOKAT
Ağustos - 2019**

Her hakkı saklıdır.



Bu tez çalışması;

**Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri tarafından
2016/45 nolu proje ile desteklenmiştir.**

Tarık BALKAN tarafından hazırlanan “Tokat İli Domates Ekiliş Alanlarında Zararlı Olan Beyazsinek [*Bemisia tabaci* (Gennadius) (Hemiptera: Aleyrodidae)]'in Neonikotinoid Grubu İsektisitlere Karşı Direnç Düzeyleri ve Bu Pestisitlerin Domateste Kalıntı Düzeylerinin Belirlenmesi” adlı tez çalışmasının savunma sınavı 5 AĞUSTOS 2019 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen Jüri tarafından Oy Birliği / ~~Oy Çokluğu~~ ile Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü BİTKİ KORUMA ANA BİLİM DALI nda DOKTORA TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza

Danışman

Prof. Dr. Kenan KARA

Üye

Prof. Dr. Ayhan GÖKÇE

Niğde Ömer Halisdemir Üniversitesi

Üye

Prof. Dr. Durali MENDİL

Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi

Üye

Doç. Dr. Dürdane YANAR

Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi

Üye

Doç. Dr. Sibel YORULMAZ SALMAN

Isparta Uygulamalı Bilimler Üniversitesi



ONAY

Prof. Dr. Cenan ÇEKİCİ
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü



TEZ BEYANI

Tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu tezin yazılmasında bilimsel ahlak kurallarına uyulduğunu, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezin içerdiği yenilik ve sonuçların başka bir yerden alınmadığını, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, tezin herhangi bir kısmının bu üniversite veya başka bir üniversitedeki başka bir tez çalışması olarak sunulmadığını beyan ederim.



TARIK BALKAN

Ağustos 2019

ÖZET

DOKTORA TEZİ

TOKAT İLİ DOMATES EKİLİŞ ALANLARINDA ZARARLI OLAN BEYAZSİNEK [*Bemisia tabaci* (GENNADIUS) (HEMIPTERA: ALEYRODIDAE)]'İN NEONİKOTİNOİD GRUBU İNSEKTİSİTLERE KARŞI DİRENÇ DÜZEYLERİ VE BU PESTİSİTLERİN DOMATESTE KALINTI DÜZEYLERİNİN BELİRLENMESİ

TARIK BALKAN

TOKAT GAZİOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

BİTKİ KORUMA ANA BİLİM DALI

(TEZ DANIŞMANI:PROF. DR. KENAN KARA)

Bu çalışmada, Tokat ili domates ekiliş alanlarından 2017 ve 2018 yıllarında toplanan *Bemisia tabaci* (Gennadius) (Hemiptera: Aleyrodidae) popülasyonlarının acetamiprid, imidacloprid ve thiamethoxam'a karşı duyarlılık düzeyleri biyoassay ve biyokimyasal yöntemlerle belirlenmiştir. Domates alanlarından toplanan sekiz popülasyon ve hassas popülasyonların ergin biyoassay probit analizleri sonucunda en hassas ve en dayanıklı popülasyonlar acetamiprid için Güryıldız (RF:5.64), Pazar (RF:16.82); imidacloprid için Zile (RF:10.02), TOGÜ Kampüs (RF:30.93); thiamethoxam için Güryıldız (RF:4.01), Pazar (RF:14.94) olarak bulunmuştur. Sitokrom P450 enzim aktivitesinde de en yüksek enzim düzeyi TOGÜ kampüs ve Pazar da saptanırken, en düşük enzim düzeyi Merkez ve Niksar popülasyonlarında belirlenmiştir.

Yukarıdaki çalışmalara ilaveten Tokat ilinde alışveriş merkezlerinden alınan 30 adet domates numunesinde neonikotinoid grubu insektisitlerin (acetamiprid, imidacloprid, thiamethoxam, clothianidin ve thiacloprid) kalıntı düzeyleri de araştırılmıştır. Kalıntı analizleri QuEChERS yöntemi kullanılarak LC-MS/MS aracılığıyla gerçekleştirilmiştir. Toplam 30 adet domates numunesi ile yapılan çalışmalar sonucunda 16 örnekte en az bir adet pestisit kalıntısına rastlanmıştır. Kalıntı saptananlar toplam numunenin %53,33'ünü temsil etmektedir. 1 adet numunede Türk Gıda Kodeksi (TGK) ve Avrupa Birliği (AB) Maksimum Kalıntı Limitleri (MRLs)'nin üzerinde kalıntı tespit edilmiştir.

2019, 135; SAYFA

ANAHTAR KELİMELER: *Bemisia tabaci*, domates, neonikotinoid, insektisit direnci, kalıntı, QuEChERS, LC-MS/MS, Tokat

ABSTRACT

DOCTORATE THESIS

RESISTANCE LEVEL OF WHITEFLY [*Bemisia tabaci* (GENNADIUS) (HEMIPTERA: ALEYRODIDAE)] TO NEONICOTINOID GROUP INSECTICIDE AND THE INSECTISIDE RESIDUE LEVELS ON TOMATO

TARIK BALKAN

TOKAT GAZIOSMANPASA UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

DEPARTMENT OF PLANT PROTECTION

(SUPERVISOR:)PROF.DR.KENAN KARA

In this study, the sensitivity levels of *Bemisia tabaci* (Gennadius) (Hemiptera: Aleyrodidae) populations against to Neonicotinoid group insecticides (acetamiprid, imidacloprid and thiamethoxam) collected from tomato cultivation areas in Tokat province in 2017 and 2018 were determined by bioassay and biochemical methods.

As a result of adult bioassay probit analysis of eight populations and sensitive populations, the most sensitive and most resistant populations were Guryıldız (RF: 5.64) for acetamiprid, Pazar (RF: 16.82); Zile (RF: 10.02) for Imidocloprid; TOGU campus (RF: 30.93), thiamethoxam for Guryıldız (RF: 4.01), Pazar (RF: 14.94) was found as. In cytochrome P450 enzyme activity, while the highest enzyme level was detected in TOGU campus and Pazar, the lowest enzyme level was determined in Central and Niksar populations. In addition to the above studies, residual levels of neonicotinoid insecticides (acetamiprid, imidacloprid, thiamethoxam, clothianidin and thiacloprid) were investigated in 30 tomato samples taken from shopping centers in Tokat. Residue analyzes were performed by LC-MS / MS using the QuEChERS method. As a result of the studies carried out with a total of 30 tomato samples, at least one pesticide residue was found in 16 samples. Samples with residues detected represent 53.33% of the total sample. 1 sample was found to have residues above the Turkish Food Codex (TGK) and European Union (EU) Maximum Residue Limits (MRLs).

2019, 135; PAGE

KEYWORDS: *Bemisia tabaci*, tomato, neonicotinoid, insecticide resistance, residue, QuEChERS, LC-MS/MS, Tokat

ÖNSÖZ

Bana bu araştırma konusunu veren, hayatın her alanında olduğu gibi tez çalışmamda da tecrübelerinden, bilgilerinden yararlandığım danışmanım, sayın Prof. Dr. Kenan KARA'ya sonsuz teşekkürler ederim. Tez İzleme Komitesinde yer alarak yardımlarını esirgemeyen Prof. Dr. Ayhan GÖKÇE ve Prof. Dr. Durali MENDİL'e teşekkürlerimi sunarım. Doktora tez savunma sınavında olmayı kabul eden ve tez süresince yardımlarını esirgemeyen Doç. Dr. Sibel YORULMAZ'a teşekkür ederim. Tez savunma sınavında olmayı kabul eden Doç. Dr. Dürdane YANAR'a teşekkür ederim. Ayrıca ders aşamasında beni 1 yıl misafir eden Ege Üniversitesi Ziraat Fakültesi Bitki Koruma Bölümüne, ders aşamasındaki katkılarından dolayı Prof. Dr. Yusuf KARSAVURAN, Prof. Dr. Zeynep YOLDAŞ ve Prof. Dr. Enver DURMUŞOĞLU hocalarıma teşekkür ederim. Beyazsinek üretimi ve bioassay çalışmalar sırasında yardımlarını gördüğüm bitki koruma bölümü yüksek lisans öğrencisi Doğan Şahin BUDAK'a, çalışmalarım süresince daima teşviklerini gördüğüm kıymetli eşim Dr. Shiva SADIGHFARD'a (TOĞÜ Ziraat Fakültesi), 2016/45 No'lu Proje ile tezimi maddi olarak destekleyen Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim Birimi Başkanlığı'na teşekkür ederim.

TARIK BALKAN

Ağustos 2019

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	1
ABSTRACT.....	2
ÖNSÖZ	3
İÇİNDEKİLER	4
SİMGELER VE KISALTMALAR	6
ŞEKİLLER LİSTESİ	8
ÇİZELGELER LİSTESİ	9
1. GİRİŞ	11
2. KAYNAK ÖZETLERİ.....	13
2.1.1. <i>Bemisia tabaci</i> (Gennadius)' genel morfolojik özellikleri	13
2.1.2. Biyolojisi.....	14
2.1.3. Zararı.....	15
2.1.4. Konukçuları	15
2.1.5. Dağılımı	15
2.1.6. Mücadelesi	16
2.2. Neonikotinoid grubu insektisitler.....	17
2.3. Direnç.....	18
2.3.1. Direnç gelişimini etkileyen faktörler	25
2.3.2. Direnç tipleri	26
2.3.3. Direnç ile ilgili enzimler	28
2.4. Pestisit Kalıntıları.....	31
2.4.1. Pestisitlerin meydana getirdiği çevre sorunları.....	31
2.4.2. Pestisit kalıntılarının insan sağlığı üzerine etkileri	32
2.5. Kaynak Özetleri	33
2.5.1. Direnç ile ilgili yapılan çalışmalar	33
2.5.2. Pestisit kalıntısı ile ilgili yapılan çalışmalar	45
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	56
3.1. Materyal	56
3.2. Yöntem.....	62
3.2.1. Domates bitkisi üretimi.....	62
3.2.2. <i>Bemisia tabaci</i> popülasyonlarının kültüre alınması.....	64
3.2.3. Biyoassay çalışmaları	65
3.2.3. Sayım ve değerlendirme	69
3.2.4. Biyokimyasal çalışmalar	69
3.2.5. Kalıntı çalışmaları.....	70
3.2.5. Domates numunelerinin toplanması ve saklanması.....	72
3.2.6. Domates numunelerinin ekstraksiyonu ve temizlenmesi.....	72
3.2.7. Standartların hazırlanması	75
3.2.8. Hareketli fazların hazırlanması	75
3.2.9. LC-MS/MS analizleri	75

3.2.10. Metot validasyonu.....	75
3.2.11. Tayin Sınırı (Limit of Detection-LOD) ve Ölçüm Sınırı (Limit of Quantification-LOQ)	76
3.2.12. Doğrusallık.....	76
3.2.13. Doğruluk ve kesinlik.....	77
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	78
4.1. Ergin Biyoassay Sonuçları	80
4.1.1. Acetamiprid ergin biyoassay bulguları	80
4.1.2. İmidacloprid ergin biyoassay bulguları	83
4.1.3. Thiamethoxam ergin biyoassay bulguları.....	86
4.2. Nimf Biyoassay Sonuçları	91
4.2.1. Acetamiprid nimf biyoassay bulguları.....	91
4.2.2. İmidacloprid nimf biyoassay bulguları	94
4.2.3. Thiamethoxam nimf biyoassay bulguları	97
4.3. <i>Bemisia tabaci</i> Popülasyonlarında Neonicotinoid Dayanıklılığının Enzimlerle İlişkisinin Saptanması.....	101
4.3.1. <i>Bemisia tabaci</i> popülasyonlarında Esteraz (EST) enzim aktivitelerinin belirlenmesi çalışmaları	101
4.3.2. <i>Bemisia tabaci</i> popülasyonlarında glutathion S-transferaz (GST) aktivitelerinin belirlenmesi çalışmaları.....	102
4.3.3. <i>Bemisia tabaci</i> popülasyonlarında sitokrom P450 enzim aktivitelerinin belirlenmesi çalışmaları	103
4.4. Kalıntı Analizleri (LC-MS/MS Analizleri).....	105
4.4.1. Pestisitlere ait ana iyon kütleleri, ürün iyonların kütleleri ve çarpışma enerjilerinin belirlenmesi	105
4.4.2. Gradyen programının oluşturulması	105
4.4.3. Pestisitlere ait kalibrasyon eğrileri.....	107
4.4.4. Tespit Sınırı (LOD) ve Ölçüm Sınırı (LOQ) Değerlerinin Belirlenmesi.....	110
4.4.5. Doğruluk ve Kesinlik.....	111
4.4.6. Beyazsinek popülasyonlarının toplandığı alanlardan alınan domates numunelerindeki kalıntı miktarları	112
4.4.7. Tüketime sunulan domates numunelerindeki kalıntı miktarları	114
4.4.8. Numunelerdeki kalıntı düzeylerinin genel değerlendirilmesi.....	120
5. SONUÇ	121
6. KAYNAKLAR	124
7. ÖZGEÇMİŞ	135

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler	Açıklama
Ca ²⁺	Kalsiyum iyonu
HAc	Asetik asit
K ⁺	Potasyum iyonu
MgSO ₄	Magnezyum sülfat
MeCN	Asetonitril
Na ⁺	Sodyum iyonu
NaAc	Sodyum asetat

Kısaltmalar	Açıklama
ACh	Asetilkolin
AChE	Asetilkolinesteraz
CDNB	1-chloro-2,4-dinitrobenzen
CNS	Merkezi sinir sistemi
COE	Karboksilesteraz
DDT	Dikloro difenil trikloroethan
DTT	DL-Dithiothreitol
DT ₅₀	Toprakta yarılanma ömrü
DEM	Dietil maleat
ECOD	7- ethoxycoumarinin O-deethylasyonu
EDTA	Ethylenediaminetetraacetic acid disodium salt dihydrate
EPA	Amerika Birleşik Devletleri Çevre Koruma Ajansı
GSH	İndirgenmiş glutathion
GST	Glutathion S-transferazlar
GUS	Yeraltı suyuna bulaşma skoru
HPLC	Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi
IGR	Böcek büyüme düzenleyicileri
IRAC	İnsektisit Dayanıklılığı Çalışma Grubu
LC ₁₀	Popülasyonun %10'unu öldüren konsantrasyon
LC ₅₀	Ortalama öldürücü konsantrasyon
LC ₉₀	Popülasyonun %90'ını öldüren konsantrasyon
LD ₅₀	Ortalama öldürücü doz
LOD	Tayin limiti
LOQ	Ölçüm limiti
mAChR	Muskarinik asetilkolin reseptörü
MEAM	<i>Bemisia tabaci</i> B biyotipi
MED	<i>Bemisia tabaci</i> Q biyotipi
MRL	Maksimum Kalıntı Limiti
nAChR	Nikotinik asetilkolin reseptörleri
NADPH	β-Nicotinamide adenine dinucleotide 2'-phosphate indirgenmiş tetrasodium hidrat tuzu
OPs	Organik fosforlu
PBO	Piperonil bütoksit
PNS	Periferel sinir sistemi

Ppb	Milyarda bir kısım (ug/kg)
Ppm	Milyonda bir kısım (mg/kg)
RF	Direnç faktörü-Direnç katsayısı
RSD	Standard bağıl sapma
SD	Standart sapma
TGK	Türk gıda kodeksi
TSA	Tayin sınırının altında
TPP	Trifenil fosfat
UGT	UDT-glikosiltransferaz
WHO	Dünya Sağlık Örgütü



ŞEKİLLER LİSTESİ

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
Şekil 2. 1 (A)Yumurta, (B) birinci dönem nimf, (C) üçüncü dönem nimf, (D) dördüncü dönem nimf yada pupa, (E) taksonomik tanımlamada kullanılan dişi genitalia'sı ,(F) ergin	14
Şekil 2. 2. <i>Bemisia tabaci</i> 'nin dünyadaki dağılımı	16
Şekil 2. 3. Böceklerin sinir sisteminde uyarıların iletim yolu	18
Şekil 2. 4. Değiştirilmiş hedef yeri direnci şematik gösterimi.....	28
Şekil 3. 1. <i>B.tabaci</i> popülasyonlarının toplandığı ilçeler.....	57
Şekil 3. 2. Çok bölmeli plastik viollerde ekimi yapılan domates tohumları.....	63
Şekil 3. 3. Plastik saksılara aktarılan domates bitkileri	63
Şekil 3. 4. İnsektaryumda kültüre alınmış farklı beyazsinek popülasyonları	64
Şekil 3. 5. 1000 ppm'lik stok çözeltiler	65
Şekil 3. 6. Son konsantrasyonlar	66
Şekil 3. 7. Yaprak daldırma yönteminde kullanılan çekerocek düzeneği ve uygulama .	67
Şekil 3. 8. Çeker ocakta tel ızgaralar üzerinde kurumaya bırakılan yapraklar.	68
Şekil 3. 9. Ergin böceklerin bardaklara çekilme düzeneği ve kurutulan yaprakların koyulduğu bardaklara beyazsineklerin çekilmesi.....	68
Şekil 3.10. Deneme ünitelerinin insektaryum içerisinde görüntüsü	68
Şekil 3. 11.Dikdörtgen şeklinde kesilip boş kabinler içerisine yerleştirilen domates bitkileri	68
Şekil 3.12. Analiz için homojenize edilen domatesler,Tartım(b).....	74
Şekil 3. 13. % 1'lik asetik asitli asetonitril(a) ve magnezyum sülfat + sodyum asetat eklenmesi (b)	73
Şekil 3.14. El ile çalkalama işlemi(a), Santrifüj işlemi (b), Santrifüj sonrası üst faz(c)..	74
Şekil 3.15.15ml'lik falkon tüpe üst fazın eklenmesi ve santrifüj makinesine koyulması	74
Şekil 3.16. Şırınga ile üst fazın filtrelenmesi(a), Filtrelenmiş fazın vial e aktarılması(b) Matrisin cihaza koyulması(c)	74
Şekil 4. 1. Acetamiprid uygulanan farklı <i>Bemisia tabaci</i> ergin popülasyonlarının logaritmik doz ve ölüm eğrileri	82
Şekil 4. 2. İmidacloprid uygulanan farklı <i>Bemisia tabaci</i> ergin popülasyonlarının logaritmik doz ve ölüm eğrileri	85
Şekil 4. 3. Thiamethoxam uygulanan farklı <i>Bemisia tabaci</i> ergin popülasyonlarının logaritmik doz ve ölüm eğrileri	88
Şekil 4. 4. Acetamiprid uygulanan farklı <i>Bemisia tabaci</i> nimf popülasyonlarının logaritmik doz ve ölüm eğrileri	93
Şekil 4. 5. İmidacloprid uygulanan farklı <i>Bemisia tabaci</i> nimf popülasyonlarının logaritmik doz ve ölüm eğrileri	96
Şekil 4. 6. Thiamethoxam uygulanan farklı <i>Bemisia tabaci</i> nimf popülasyonlarının logaritmik doz ve ölüm eğrileri	99
Şekil 4. 7. Thiamethoxam (a), imidacloprid (b), clothianidin (c), acetamiprid (d) ve thiacloprid (e) ait kromatogramlar	107
Şekil 4. 1. İmidacloprid'e ait kalibrasyon eğrisi	107
Şekil 4. 9. Clothianidin'e ait kalibrasyon eğrisi.....	107
Şekil 4. 10. Acetamiprid'e ait kalibrasyon eğrisi.....	107
Şekil 4. 11. Clothianidin'e ait kalibrasyon eğrisi	109
Şekil 4. 12. Thiamethoxam'a ait kalibrasyon eğrisi.....	109

ÇİZELGELER LİSTESİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
Çizelge 2. 1. <i>Bemisia tabaci</i> 'nin varlığı tespit edilen ülkeler	15
Çizelge 2. 2.IRAC Etki Mekanizması Sınıflandırması.....	20
Çizelge 2. 3.Biyolojik Faktörler.	25
Çizelge 2. 4.Genetik Faktörler.	25
Çizelge 2. 5.İşlevsel Faktörleri	26
Çizelge 3. 1.Tokat ilinde <i>Bemisia tabaci</i> 'nin toplandığı yerler ve toplanma zamanları. 57	
Çizelge 3. 2.Denemelerde kullanılacak insektisitlere ait bilgiler	58
Çizelge 3. 3.Acetamiprid aktif maddesine ait bazı bilgiler.....	59
Çizelge 3. 4.İmidacloprid aktif maddesine ait bazı bilgiler.....	60
Çizelge 3. 5.Thiamethoxam aktif maddesine ait bazı bilgiler	61
Çizelge 3. 6.Toplanan domates numuneleri ile ilgili bilgiler	71
Çizelge 3. 7.Türkiye'de domatesteki kullanımına izin verilen pestisitlerin listesi ve kabul edilebilir en yüksek kalıntı limitleri (ek-2)	62
Çizelge 4. 1. Acetamiprid uygulanan farklı <i>Bemisia tabaci</i> ergin popülasyonlarının LC ₁₀ , LC ₅₀ , LC ₉₀ , güven aralıkları, eğim ve RF50 değerleri.....	80
Çizelge 4. 2. İmidacloprid uygulanan farklı <i>Bemisia tabaci</i> ergin popülasyonlarının LC ₁₀ , LC ₅₀ , LC ₉₀ , güven aralıkları, eğim ve RF50 değerleri.....	83
Çizelge 4. 3. Thiamethoxam uygulanan farklı <i>Bemisia tabaci</i> ergin popülasyonlarının LC ₁₀ , LC ₅₀ , LC ₉₀ , güven aralıkları, eğim ve RF50 değerleri.....	86
Çizelge 4. 4. Acetamiprid uygulanan farklı <i>Bemisia tabaci</i> nimf popülasyonlarının LC ₅₀ , LC ₉₀ , güven aralıkları, eğim ve RF50 değerleri	92
Çizelge 4. 5. İmidacloprid uygulanan farklı <i>Bemisia tabaci</i> nimf popülasyonlarının LC ₅₀ , LC ₉₀ , güven aralıkları, eğim ve RF50 değerleri	94
Çizelge 4. 6. Thiamethoxam uygulanan farklı <i>Bemisia tabaci</i> nimf popülasyonlarının LC ₅₀ , LC ₉₀ , güven aralıkları, eğim ve RF50 değerleri	97
Çizelge 4. 7.Farklı <i>Bemisia tabaci</i> popülasyonlarının Esteraz (EST) aktiviteleri.....	101
Çizelge 4. 8.Farklı <i>Bemisia tabaci</i> popülasyonlarının Glutathion S-transferaz (GST) aktiviteleri.....	102
Çizelge 4. 9.Farklı <i>Bemisia tabaci</i> popülasyonlarının P450 enzim aktiviteleri.....	103
Çizelge 4. 10.Araştırma konusu olan pestisit ve pestisit metabolitlerinin ana iyon kütleleri, ürün iyon kütleleri ve çarpışma enerjileri	105
Çizelge 4. 11.Gradyen program	106
Çizelge 4. 12.Matrixli kalibrasyon çözeltilerinin hazırlanması.....	108
Çizelge 4. 13.Kalibrasyon eğrilerine ait doğru denklemleri ve korelasyon katsayıları	110
Çizelge 4. 14.Her bir pestisite ait hesaplanan standart sapma, yüzde relatif standart sapma LOD ve LOQ değerleri	110
Çizelge 4. 15.Her bir pestisite ait hesaplanan ortalama geri kazanım, standart sapma, yüzde relatif standart sapma değerleri	111
Çizelge 4. 16.Popülasyonlarının toplandığı alanlardan alınan domates numunelerindeki acetamiprid kalıntı miktarları	112
Çizelge 4. 17.Popülasyonlarının toplandığı alanlardan alınan domates numunelerindeki imidacloprid kalıntı miktarları	112
Çizelge 4. 18.Popülasyonlarının toplandığı alanlardan alınan domates numunelerindeki thiamethoxam kalıntı miktarları	113

Çizelge 4. 19. Popülasyonlarının toplandığı alanlardan alınan domates numunelerindeki clothianidin kalıntı miktarları.....	113
Çizelge 4. 20. Popülasyonlarının toplandığı alanlardan alınan domates numunelerindeki thiacloprid kalıntı miktarları.....	114
Çizelge 4. 21. Tüketime sunulan domates numunelerindeki acetamiprid kalıntı miktarları	115
Çizelge 4.22. Tüketime sunulan domates numunelerindeki imidacloprid kalıntı miktarları	116
Çizelge 4. 23. Tüketime sunulan domates numunelerindeki thiamethoxam kalıntı miktarları	117
Çizelge 4. 24. Tüketime sunulan domates numunelerindeki clothianidin kalıntı miktarları	118
Çizelge 4. 25. Tüketime sunulan domates numunelerindeki thiacloprid kalıntı miktarları.....	119



1. GİRİŞ

Anavatanı Güney Amerika olan domates (*Solanum lycopersicum* L., *Lycopersicon lycopersicum* L. H. Karst., *Lycopersicon esculentum* Mill.) ilk olarak ülkemize gelişi 19. Yüzyılda Fransa ve Suriye üzerinden gerçekleşerek, çukurova bölgesinde yetiştirilmeye başlanmış ve daha sonra diğer bölgelere yayılmıştır (Kaya ve ark., 2018; Karatoy, 2019).

2017 yılı verilerine göre domatesin dünyada üretimi 4.78 milyon hektar alanda 177.042.000 ton iken ülkemizde ise 188 bin hektar alanda 12.600.000 ton'dur (Anonim, 2018a). Ülkemiz ekonomisinde oldukça önemli bir yere sahip olan domates, yetiştirme yapılan bölgelerde çiftimizin önemli gelir kaynaklarından birisini oluşturmaktadır. Karadeniz bölgesinin yoğun yağış alan kısımları dışında ve Doğu Anadolu Bölgesi'nin bazı yerleri hariç yurdumuzun hemen her yerinde tarımı ve üretimi yapılan domatesin Türkiye için önemi kuşkusuz çok büyüktür (Durmuşoğlu, 1990).

Tokat ili hem Karadeniz iklim özellikleri hem de İç Anadolu'daki step (kara) ikliminin etkisi altında olup sıcak ve nemli özelliklerini göstermektedir. Geçit bölgesi ikliminde yer alan bu ilimiz tarım yapılan zengin bir üretim desenine sahiptir. Tarım arazilerinin % 67.51 tarla, % 2.26 sebze, % 1.64 bağ, % 1.25'i kavak ve söğütlük alanından oluşmaktadır. Türkiye tarım arazisi dağılımı incelendiğinde, Tokat ili tarla ve sebze alanları açısından Türkiye ortalamasının üstündedir (Anonim, 2019h). İklim koşullarının uygun olması sebebiyle Tokat ilinde en fazla üretimi yapılan ürün domates olup sebze üretim alanlarının % 37.76'sında (5.997 hektar alanda) yetiştirilmektedir (Anonim, 2019a).

TÜİK verilerine göre 1998 yılında Tokat ilinde domates üretimi 306.093 ton iken 2017 yılı verilerine göre 476.078 ton'dur. Ağırlıklı olarak açıkta sırik domates yetiştiriciliği yapılmaktadır. Bu tarz üretimde amaç, açıkta yaygın olarak yetiştirilen bodur domates yetiştiriciliğine göre birim alanda daha fazla ve daha kaliteli ürün elde etmektir. (Sağlam ve Yazgan, 1995; Sağlam ve Yazgan, 1997).

Tokat ilinde bulunan domates üretim alanlarında çiftçiler vejetasyon başlangıcından hasada kadar çeşitli oranlarda zarar yapan etmenlerle karşılaşmaktadırlar. Bu zararlı etmenlerin en önemlilerinden birisi de *Bemisia tabaci* Gennadius'dir. İlk olarak

Gennadius tarafından 1889 yılında *Aleyrodes tabaci* olarak tanımlanan bu tür ülkemizde ve dünyada dağılım göstermiş en önemli tarım zararlılardandır (Thomas, 2001). *Bemisia tabaci* 'nin hem ergin hemde nimfleri bitki özsuğunu emerek bitkiyi zararlandırmaktadır. Bunun yanında beslenme esnasında karbonhidratca zengin, aminoasit ve sekonder bitki bileşenleri bakımından fakir, şurup kıvamında bir madde salgılayarak fumajine neden olurlar. Bu durum ürünün albenisini azaltarak pazar değerini düşürmektedir. Daha da önemlisi *B.tabaci* birçok önemli kültür bitkisinde Begomovirüs cinsi başta olmak üzere 5 cinse ait 300'den fazla bitki virüs hastalığının vektörüdür (Paul ve ark. 2011; Gilbertson ve ark. 2015).

Böylesine önemli ekonomik kayıplara neden olan beyazsinek ile mücadelede parazitoid ve predatörlerin etkili olduğu bilinmesine karşın bazı yıl ve yörelerde söz konusu organizmaların yeterince etkili olamaması nedeniyle hem ülkemizde hemde diğer ülkelerde zararlının mücadelesinde sentetik insektisitler tercih edilmektedir (Bahşi ve ark. 2012).

Türkiye'de zararlıyı kontrol etmek amacıyla kullanılan beyazsineğe karşı ruhsatlı neonikotinoidler arasında; imidacloprid, thiamethoxam, acetamiprid, thiacloprid aktif maddeli ilaçlar bulunmaktadır. Bilindiği gibi, zararlılarla mücadelede insektisit kullanımı bilinen avantajlarının yanında böceklerde direnç gelişimi ve bitkilerde kalıntı gibi pek çok sorunu da beraberinde getirmektedir. Son yıllarda bu sorunların başında birçok böcek türünün insektisitlere karşı direnç geliştirmesi gelmektedir. IRAC (The Insecticide Resistance Action Committee); 2016 yılı ortalarına kadar 597 türün, 336 bileşiğe toplam 14.644 yayında dayanıklılık gösterdiğini bildirmiştir (IRAC, 2017). Dayanıklılığın gelişmesi ile kimyasallar etkinliğini yitirmekte, bu durum yoğun ilaçlamayı tetikleyerek ürünlerde pestisit kalıntı riskini arttırmaktadır.

Bu çalışmada açık alanda yetiştirilen domates bitkisi üzerinde beslenen *Bemisia tabaci*'nin bölgede yoğun olarak kullanılan neonikotinoid (acetamiprid, imidacloprid, thiametoxam) grubu insektisitlere karşı direnç durumunu biyoassay ve biyokimyasal yöntemlerle ortaya konulması, ayrıca bu pestisitlerin domates üzerindeki kalıntılarının tespit edilmesi amaçlanmıştır.

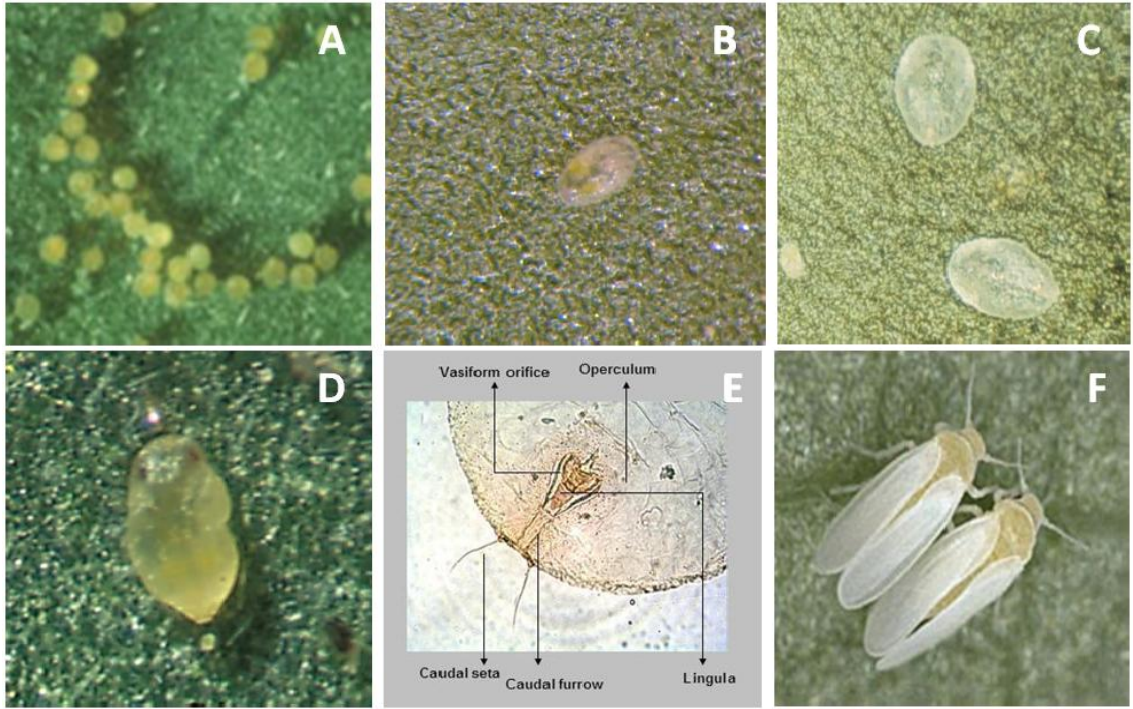
2. KAYNAK ÖZETLERİ

Dünyada tanımlanmış 1556 beyazsinek türü vardır (Martin ve Mound., 2007). Buna rağmen, sadece *Trialeurodes vaporariorum* ve *Bemisia tabaci* dünya çapında önemli tarım zararlıları olarak kabul edilir (Martin ve ark., 2000). *Bemisia tabaci*'nin sinonimleri oldukça fazla sayıdadır. Bunlar; *Aleurodes inconspicua* Quintance, *Aleurodes tabaci* Gennadius, *Bemisia achyranthes* Singh, *Bemisia bahiana* Bondar, *Bemisia costa-limai* Bondar, *Bemisia emiliae* Corbett, *Bemisia goldingi* Corbett, *Bemisia gossypiperda* Misra & Lamba, *Bemisia gossypiperda mosaicivectura* Ghesquiere, *Bemisia hibisci* Takahashi, *Bemisia inconspicua* (Quaintance), *Bemisia longispina* Priesner & Hosny, *Bemisia lonicerae* Takahashi, *Bemisia manihotis* Frappa, *Bemisia minima* Danzig, *Bemisia minuscula* Danzig, *Bemisia nigeriensis* Corbett, *Bemisia rhodesiaensis* Corbet, *Bemisia signata* Bondar, *Bemisia vayssieri* Frappa olarak sıralanabilir. Ülkemizde ise Beyazsinek, Pamuk beyazsineği, Tütün beyazsineği olarak bilinir.

Bemisia tabaci olarak Gennadius tarafından 1889 yılında *Aleyrodes tabaci* olarak tanımlanmıştır. Ülkemizde ise ilk defa 1928 yılında kayıt altına (Anonim, 2019a). Oldukça polifag bir zararlı olup, yaklaşık 600 konukçusu olduğu tahmin edilmekte ve bir konukçudan kolayca diğer konukçuya geçebilme yeteneğine sahiptir (Anonim, 2019c). Bitkisel üretimde dünyanın en önemli zararlılarından biridir (Byrne ve Bellows 1991; Bedford ve ark. 1994; Brown ve ark. 1995; Ellsworth ve Martinez-Carillo 2001; Viscaret ve ark. 2003).

2.1.1. *Bemisia tabaci* (Gennadius)' genel morfolojik özellikleri

Yumurtaları yaklaşık 0,2 mm boyunda olup yaprak dokusuna dik olarak bırakılır (Şekil 1A). Yumurtadan çıkan ve "hareketli nimf" adı verilen ilk dönem 0,16 - 0,26 mm boyutlarında düz, oval ve neredeyse saydamdır (Şekil 1B). İkinci nimf dönemi 0,24 - 0,36 mm boyutlarında yarı saydam ve oval üçüncü nimf dönemi ise 0,36 - 0,53 mm boyutundadır (Şekil 1C). Dördüncü nimf dönemi 0,45 - 0,73 mm boyutunda oval, yassı ve şeffaftır, pupa geliştikçe hacimli ve belirgin kırmızı gözlere sahip olur (Şekil 1D). Bu döneme puparium adı verilir ve moleküler veya morfolojik çalışmada tür tanımlanmalarında kullanılır (Şekil 1E). Erginlerde kanatlar 0,70 - 0,95 mm açıklığında olup zamanla beyaz sarımsı bir balmumu ile kaplanır. Dişiler, erkekten daha büyük olup (Şekil 1F), abdomen erkeklerde daha dar ve uca doğru sivridir (Gamara ve ark., 2016).



Şekil 2. 1 (A)Yumurta, (B) birinci dönem nimf, (C) üçüncü dönem nimf, (D) dördüncü dönem nimf yada pupa, (E) pupada taksonomik tanımlamada kullanılan dişi genitalia'sı (F) ergin (Gamara ve ark., 2016)

2.1.2. Biyolojisi

Yumurtalar genellikle dairesel gruplar halinde, genç ve genişçe olan yaprakların alt yüzeyinde dişi tarafından açılan yarığa sap yardımıyla dik olarak tutturulur. İlk bırakıldıklarında beyazımsı renkte, zamanla kahverengine dönerler ve 30°C'de 5-9 gün içerisinde açılırlar. Gelişme sıcaklık ve nem'e bağlı olarak değişmekte olup (Anonim 2019c), yumurta bırakmak için en uygun sıcaklığın 26–27°C ve % 60'ın üzerindeki orantılı nem koşullarda olduğu kaydedilmiştir (Ulusoy 2001; Özbek ve Hayat 2003).

Yumurtadan çıkan birinci dönem hareketli nimfler yassı, oval ve pul'a benzer bir görünüme sahiptir. Hareketli nimf beslenmek için uygun bir yer buluncaya kadar yaprağın alt yüzeyinde gezer, burada bacaklarını kaybederek deri değiştirmenin akabinde hareketsiz döneme geçer. İlk üç nimf evresinin her biri 2-4 gün, pupa dönemi ise yaklaşık 6 gün sürer ve erginler meydana gelir (Anonim 2019c).

Erginler pupadan çıkarak, abdomendeki bezlerden balmumu salgılayarak bütün vücudunu bu salgıyla kaplar. Çiftleşme çıkıştan 12-20 saat sonra başlar ve yaşamı boyunca birkaç kez gerçekleşir. Dişi bireyin yaşam süresi 2 ay, erkek bireylerin ise 9 ila 17 gün arasında olmaktadır. Dişi bireyler yaşam süreleri boyunca ortalama 160 yumurta koymakta olup, yılda 11-15 arasında döl verirler (Anonim 2019c).

2.1.3. Zararı

Ergin ve nimflerin beslenmesi sonucunda yaprak yüzeyinde klorotik lekeler, yoğunluk seviyesine bağlı olarak da bu lekelerden dolayı yaprağın tamamı sararabilir ve zamanla yapraklar dökülür. Aynı zamanda fumajine neden olarak bitkinin fotosentez potansiyelini düşürüler ve yoğun popülasyonlarda ürünün kalitesi ve kantitesini düşürürler (Anonim, 2019c). Bu tip zararı yanında belkide en önemli zararı virüs vektörü olarak yaparlar, *B. tabaci*, çoğunluğu Begomovirüs cinsine ait en az 111 farklı bitki virüsü, ilaveten Crinivirus, Closterovirus, Ipomovirus veya Carlavirus cinslerine ait virüsleride taşırlar (Jones, 2003). Bu virüslerin içerisinde çok ciddi ekonomik zarar yapanlar olup (Bedford ve ark., 1994; Markham ve ark., 1994), bunlar büyük mahsul kayıplarına neden olabilmektedirler (Bedford ve ark., 1993).

2.1.4. Konukçuları

Esas olarak pamuk (*Gossypium hirsutum* L.), tütün (*Nicotiana tabacum* L.), domates (*Solanum lycopersicum* L.) ve Gerbera (*Gerbera jamesonii* Bolus) başta olmak üzere 63 familyaya ait 600'ü aşkın konukçu bitkide zarar yaparlar (Taylor, J.E. 2011).

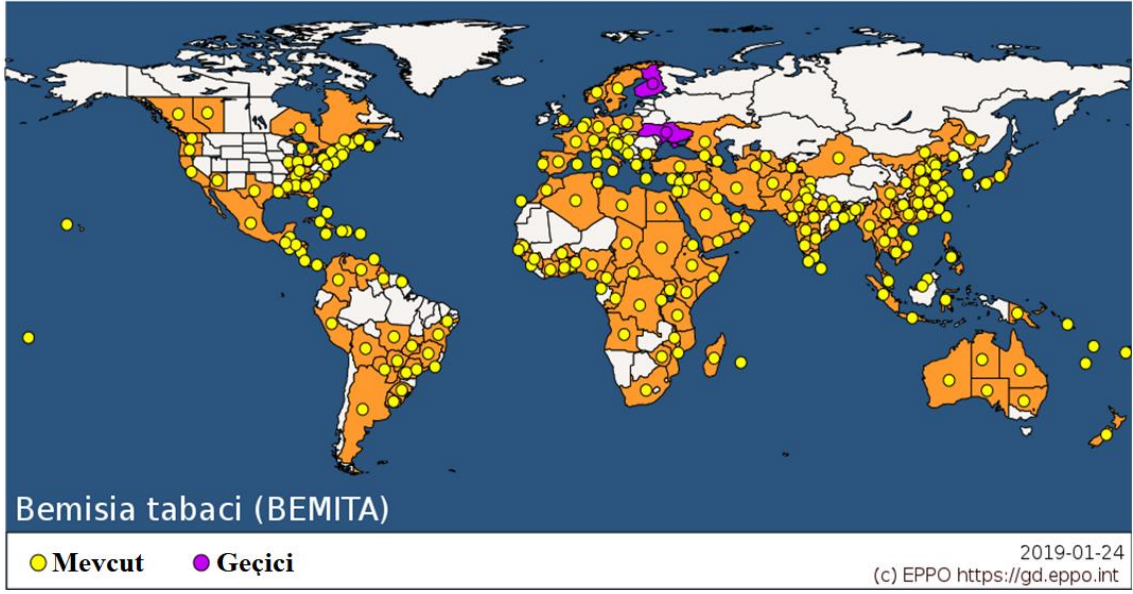
2.1.5. Dağılımı

Dünya çapında yaygın bir türdür (Şekil 2.2). 174 ülkede varlığı tespit edilmiştir (Çizelge 2.1), (Anonim 2019b).

Çizelge 2. 1.*Bemisia tabaci*'nin varlığı tespit edilen ülkeler

Afrika	Cezayir, Angora, Benin, Burkina Faso, Kamerun, Cape Verde, Orta Afrika Cumhuriyeti, Çad, Kongo, Demokratik Cumhuriyeti, Fildişi Sahili, Mısır, Ekvator Ginesi, Eritre, Etiyopya, Gabon, Gambiya, Gana, Gine, Kenya, Libya, Madagaskar, Malawi, Mauritius, Mayotte Fas, Mozambik, Nijerya, Reunion, Ruanda, Senegal, Seyşeller, Sierra Leone, Somali, Güney Afrika, Sudan, Tanzania, Togo, Tunus, Uganda
Amerika	Amerika Birleşik Devletleri, Antigua ve Barbuda, Arjantin, Bahamalar, Barbados, Belize, Bermuda, Bolivya, Brezilya, Küba, Dominika, Dominik Cumhuriyeti, Ekvador, El Salvador, Fransız Guyanası, Grenada, Guadeloupe, Guatemala, Guyana, Haiti, Honduras, Jamaika, Kanada, Martinik, Meksika, Montserrat, Hollanda Antilleri, Nikaragua, Panama, Paraguay, Peru, Porto Riko, Saint Lucia, St Kitts-Nevis, Surinam, Trinidad ve Tobago, Uruguay, Venezuela, Virgin Adaları (İngiliz)
Asya	Afganistan, Bahreyn, Bangladeş, Birleşik Arap Emirlikleri, Brunei, Sultanlığı, Kamboçya, Çin, Hindistan, Endonezya, İran, Irak, İsrail, Japonya, Ürdün, Kore Cumhuriyeti, Kuveyt, Lao, Lübnan, Malezya, Maldivler, Myanmar, Nepal, Umman, Pakistan,

	Filipinler, Suudi Arabistan, Singapur, Sri Lanka, Suriye, Tayvan, Tacikistan, Tayland, Türkmenistan, Özbekistan, Vietnam, Yemen
Avrupa	Almanya, Avusturya, Azerbeycan, Belçika, Bosna Hersek, Bulgaristan, Hırvatistan, Çek Cumhuriyeti, Danimarka, Estonya, Finlandiya, Fransa, Gürcistan, Hollanda, İngiltere, İskoçya, İspanya, İsveç, İsviçre, İrlanda, İtalya, Karadağ, Kıbrıs, Kuzey İrlanda, Letonya, Litvanya, Macaristan, Malta, Norveç, Polonya, Portekiz, Rusya, Slovenya, Türkiye, Ukrayna, Yunanistan
Okyanusya	Avustralya, Cook Adaları, Fiji, Fransız Polinezyası, Guam, Kiribati, Marşal Adaları, Mikronezya, Nauru, Yeni Kaledonya, Yeni Zelanda, Niue, Kuzey Mariana Adaları, Palau, Papua Yeni Gine, Samoa, Solomon Adaları, Tonga, Tuvalu, Vanuatu



Şekil 2. 2. *Bemisia tabaci*'nin dünyadaki dağılımı (Anonim, 2019b)

2.1.6. Mücadelesi

Beyazsineği kontrol etmek için farklı stratejiler kabul edilmiştir. Bunların arasında *Ascherosnia*, *Beauveria* ve *Metarhizium* gibi entomopatojen funguslar ve *Amblyseius swirskii* Athias-Henriot, *Macrophophus calliginosus* Wagner gibi predatörler veya *Encarsia* ve *Eretmocerus* cinsine giren parazitoid türler kullanılır (Horowitz ve ark., 2011). Ancak, doğal düşmanları koruma, popülasyonlarını artırma veya serbest bırakma girişimlerine rağmen, kimyasalların kullanımı hala beyazsinek kontrolü için kabul edilen ana stratejidir (Palumbo ve ark., 2001).

Karbamatlar, organofosfatlar ve piretroidler gibi geleneksel insektisitler, 2000'den önce beyazsinek kontrolü için en yoğun olarak kullanılan kimyasal sınıfları arasındaydı (Debarro, 2011). Ancak, birçok çalışma ile bu böceğin anılan ilaç gruplarına karşı direnç geliştirdiği bildirilmiştir (Denholm ve ark., 1998). Böcek büyüme düzenleyicileri

(IGR; Insect Growth Regulator) ile birlikte beyazsinek kontrolü için kimyasalların çeşitliliği artmıştır. Pyriproxyfen ve buprofezin, beyazsinek kontrolü için en yoğun kullanılan IGR'ler arasına girmiştir (Toscano ve ark., 2001). 1990'lı yılların başında, neonikotinoidler adı verilen farklı bir insektisit sınıfına ait imidacloprid etkili maddesi piyasaya sunulmuştur (Nauen ve Denholm, 2005). Bu bileşik, sistemik özellikleri nedeniyle yaprak bitleri ve beyazsinekler gibi bitki özsuyu ile beslenen, böceklerinin kontrolünde çok etkilidir (Tomizawa ve Casida, 2003). İmidacloprid'den sonra, yeni neonikotinoid grubu aktif maddeler (thiometoxam, acetamiprid) de piyasaya girmiştir (Jeschke ve Nauen, 2008).

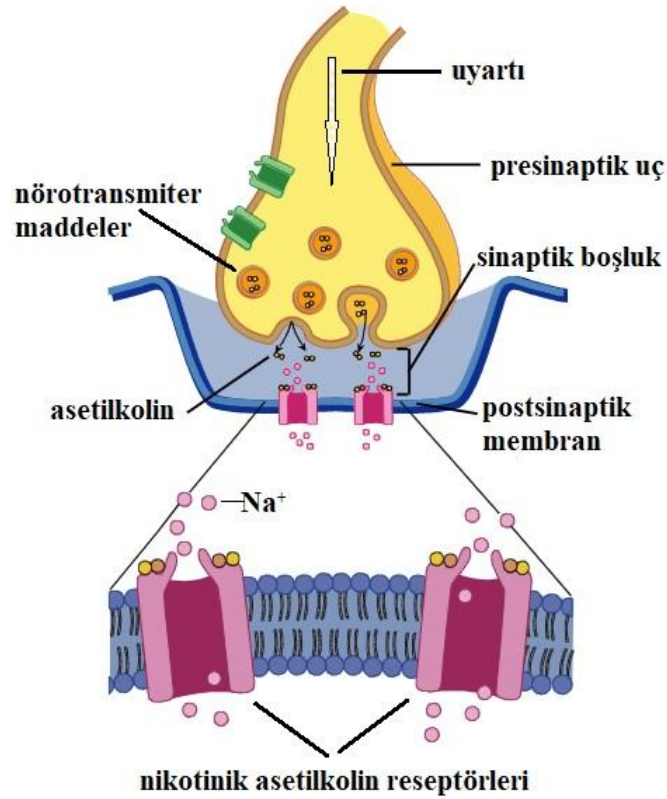
2.2. Neonikotinoid grubu insektisitler

Daha önce kloronikotinler (chloronicotinyls) olarak bilinen neonikotinoidler, böcek sinir sisteminin nikotinic asetilkolin reseptörüne etki eden, nikotin ile aynı etki mekanizmasına sahip olan bir insektisit grubudur (Chao ve ark., 1997). Neonikotinoidler dünyada en yaygın kullanılan insektisitlerdir. Bu grup imidacloprid, thiamethoxam, acetamiprid, thiacloprid, nitenpyram, clothianidin ve dinotefuran aktif maddelerini içerir. 2009 yılında 2,63 milyar ABD doları satışla küresel insektisit pazarının yaklaşık % 25'ini oluşturduğu kaydedilmiştir (Jeschke ve ark., 2011).

Neonikotinoidler, böceklerin merkezi sinir sistemindeki (CNS) kolinerjik sinir sistemini hedefler. Kolinerjik sistemde iki tür asetilkolin reseptörü vardır. Bunlar; (nAChR) nikotinic asetilkolin reseptörleri (iyonotropik ve nikotine duyarlı) ve (mAChR) muskarinic asetilkolin reseptörleridir (metabotropik ve muskarine duyarlı). Kolinerjik sistemin önemli uyarıcısı (sinir taşıyıcısı) asetilkolin (ACh), presinaptik nöronlardan salındığında, CNS içindeki veya PNS (periferal sinir sistemi) içindeki nöromusküler birleşme yerinde bulunan presinaptik veya postsinaptik nöronlardaki asetilkolin reseptörlerine (AChR'ler) bağlanır. ACh 'in nAChR'ne bağlanması durumunda, ligand kapılı iyon kanalının açılmasına neden olarak Na⁺ (bazen Ca⁺²) iyonun hücre içine geçmesine K⁺ iyonunun ise hücre dışına çıkışını sağlar. ACh daha sonra sinaptik boşlukta AChE (asetilkolin esteraz) tarafından indirgenir ve sinir iletimi gerçekleşmiş olur (Swenson, 2013).

Neonikotinoid etkili maddeler ise sinir iletiminde nAChR'ne seçici ve kalıcı olarak bağlanırlar. Bu durumda ACh sinapslarda serbest kaldığında postsinaptik membranda nAChR'ne reseptörlere bağlanmaz ve hiçbir etki gösteremezler. nAChR'ne bağlanan

neonikotinoidler ligand kapılı iyon kanalının sürekli olarak açık kalmasına neden olur. Bu durumda sinir iletimi kesintisiz olarak devam eder ve böcek paralize olarak ölür. Nikotinik asetilkolin reseptörleri böceklerde sıcakkanlı hayvanlardan daha fazla miktarda olup, bu yüzden bu insektisitler memelilerden mukayese edildiğinde böceklere daha toksiktir. Ancak bu zirai ilaç sınıfının bir dezavantajı ise arılara yüksek toksisite göstermesidir. Arılar neonikotinoidlere karşı belirli bir genetik kırılmalığa sahiptir, çünkü arılarda nAChR diğer böceklerden daha fazladır ve zararlı kimyasalları detoksifiye edebilen birçok böcek zararlı türünün aksine, arılar detoksifikasyon için daha az gen içerir (Anonim,2019d).



Şekil 2. 3. Böceklerin sinir sisteminde uyarıların iletim yolu

2.3. Direnç

Melander'in 1908 yılında San Jose kabuklu bitinde kükürt-kireç karışımına karşı oluşan duyarsızlaşmayı gözlemlemesi, insektisitlere karşı oluşan direncin gelişimiyle ilgili ilk kayıt olma özelliğinde olup o tarihten 1946 yılına kadar dirençle ilgili 11 kayıt bildirilmiştir (Yorulmaz, 2012; IRAC, 2019a). 1940'lı yıllarda DDT (Dikloro Difeniil Trikloroethan) gibi sentetik organik insektisitlerin piyasaya girmesinin ardından böceklere karşı direnç konusunun kapandığı düşünülmüş ancak 1947'de ev sineklerinin DDT'ye karşı direnç geliştirdiği tespit edilmiştir. Bu tarihten sonra her yeni insektisit (siklodienler, organofosfatlar, karbamatlar, formamidinler, piretroidler, spinosinler,

neonicotinoidler ve hatta *Bacillus thuringiensis* bile) girişinin ardından 2 ile 20 yıl zaman aralığında böceklerin bu ilaçlara direnç geliştirdiği tespit edilmiştir (IRAC, 2019a).

1914 yılından 2016 yılına kadar 597 türün 336 bileşiğe toplamda 14644 durumda dayanıklılığı bildirilmiş, en çok dayanıklılık sırasıyla Diptera (%33.8), Lepidoptera (%15.4), Acarina (%13.7), Coleoptera (%13.4) ve Homoptera (%10.5) takımına bağlı türlerde görülmüştür. Dayanıklılık durumu en çok sırasıyla organik fosforlu bileşiklere (%37.3), klorlandırılmış hidrokarbonlardan cyclodine grubuna dahil bileşiklere (%18.4), piretroitli bileşiklere (%15.5), DDT'ye (%11.8) ve karbamatlı bileşiklere (%7.1) karşı tespit edilmiştir (Whalon ve ark., 2008; IRAC, 2017).

Bundan sonra farklı kuruluşlar ve kişiler tarafından direncin tanımı yapılmıştır.

WHO'a göre direnç, zararlı türün doğal popülasyonundaki bireylerin büyük bir kısmını öldüren dozun (lethal doz), dirençli popülasyonda aynı oranda etki göstermeyeceği ve bu olgunun sonraki nesillere, artan oranlarda aktarılabilmesi olarak tanımlanmıştır (Yalçın, 2013).

IRAC'a (Insecticide Resistance Action Comity (İnsektisit Dayanıklılığı Çalışma Grubu) göre direnç, zararlı bir türe karşı kullanılmakta olan insektisit etkinliğinde, her uygulama sonrası giderek bir azalma meydana gelmesi ve bu durumun zamanla popülasyona kalıtsal bir özellik şeklinde yerleşmesiyle, artık insektisit etiketinde bildirilen dozdan beklenen etkinin elde edilememesi olarak tanımlanmıştır (IRAC, 2018).

Öncüler ve Durmuşoğlu (2008) ise direnci zararlıya karşı aynı pestisit veya etki mekanizması aynı olan pestisitlerin art arda uzun süre kullanılması sonucunda, bu zararlı popülasyonunda pestisitlere karşı önce hassasiyet azalışı görülmesi ve sonrasında da hassasiyeti az olan bireylerin popülasyonda artışı ile dayanıklı bireylerin çoğalması ve bu pestisitlere karşı dayanıklı ırkların meydana gelmesi olarak tanımlamışlardır.

Günümüzde uluslararası çalışma grupları ile ülke ya da bölge bazında çalışma grupları oluşturularak IRAC çatısı altında dünya çapında direnç üzerinde sistemli bir bilgi paylaşımı ve pek çok çalışma yapılmaktadır. Bu kapsamda çalışmaların düzeni açısından da faydalı olabilecek etkili maddeler için etki mekanizması (Mode of action) listesi sık sık yapılan toplantılarla güncellenerek yayınlanmaktadır. 2019 Temmuz

ayında (Version 9.3) yayımlanan son liste kapsamında 32 etki mekanizması bildirilmektedir. Bununla ilgili detaylı bilgiler çizelge 2.2'dedir.

Çizelge 2. 2.IRAC Etki Mekanizması Sınıflandırması (IRAC, 2019b)

IRAC MoA Classification Version 9.3, Temmuz 2019	
<i>Ana grup ve öncelikli etki yeri</i>	<i>Kimyasal alt grup ya da ana grubu örneklendiren aktif madde</i>
1 Acetilkinesteraz (AChE) inhibitörleri Sinir sisteminde etkili (bu proteinin insektisit etkilerinden sorumlu olduğuna dair güçlü kanıtlar vardır)	1A Carbamates
	1B Organophosphates
2 GABA-kapılı klorür kanalı antagonistleri Sinir sisteminde etkili (bu proteinin insektisit etkilerinden sorumlu olduğuna dair güçlü kanıtlar vardır)	2A Cyclo-diene, Organochlorines
	2B Phenylpyrazoles (Fiproles)
3 Sodyum kanalı modulatorleri Sinir sisteminde etkili (bu proteinin insektisit etkilerinden sorumlu olduğuna dair güçlü kanıtlar vardır)	3A Pyrethroid Pyrethrins
	3B DDT Methoxychlor
4 Nikotinik asetilkolin reseptörü (nAChR) agonistleri Sinir sisteminde etkili (bu protein sınıfının bir ya da daha fazlasının insektisidal etkilerin sorumlusu olduğuna dair güçlü kanıtlar vardır)	4A Neonicotinoids
	4B Nicotine
	4C Sulfoximines
	4D Butenolides
	4E Mesoionics
5 Nikotinik asetilkolin reseptörü (nAChR) allosterik aktivatörleri Sinir sisteminde etkili (bu protein sınıfının bir ya da daha fazlasının insektisidal etkilerin sorumlusu olduğuna dair güçlü kanıtlar vardır)	Spinosyns

<p>6</p> <p>Glutamat kapılı klorür kanalı (GluCl) allosterik modölatörleri</p> <p>Sinir ve kas etkili</p> <p>(bu protein sınıfının bir ya da daha fazlasının insektisidal etkilerin sorumlusu olduğuna dair güçlü kanıtlar vardır)</p>	<p>Avermectins, Milbemycins</p>
<p>7</p> <p>Jüvenil hormon taklitleri</p> <p>Büyüme regülasyonu</p> <p>(Hedef proteinin biyolojik aktivitesi bilinmiyor tanımlanmamış)</p>	<p>7A Juvenile hormone analogues</p> <p>7B Fenoxycarb</p> <p>7C Pyriproxyfen</p>
<p>8</p> <p>Çeşitli spesifik olmayan (multi-site) inhibitörleri</p>	<p>8A Alkyl halides</p> <p>8B Chloropicrin</p> <p>8C Fluorides</p> <p>8D Borates</p> <p>8E Tartar emetic</p> <p>8F Methyl I sothiocyanate generators</p>
<p>9</p> <p>Chordotonal organ TRPV kanal modölatörleri</p> <p>Sinir sisteminde etkili</p> <p>(Hedef protein Biyolojik aktivitesi bilinmiyor tanımlanmamış)</p>	<p>9B Pyridine azomethine derivatives</p> <p>9D Pyropenes</p>
<p>10</p> <p>CHS1'i etkileyen akar büyüme inhibitörleri</p> <p>Büyüme regülasyonu</p> <p>(Hedef proteinin biyolojik aktivitesi bilinmiyor tanımlanmamış)</p>	<p>10A Clofentezine, Diflovidazin, Hexythiazox</p> <p>10B Etoxazole</p>
<p>11</p> <p>Böcek karın zarının mikrobiyal bozucuları</p> <p><i>Bacillus thuringiensis</i> toksinleri ekspresyonu yapılmış transgenik bitkileri içerir</p> <p>(Transgenik bitkiler direnç yönetimi için özel yönlendirmesi etki mekanizmalarının rotasyonuna bağlı değildir)</p>	<p>11A <i>Bacillus thuringiensis</i> ve onun insektisidal proteinlerini üretirler</p> <p>11B <i>Bacillus sphaericus</i></p>
<p>12</p> <p>Mitokondriyal ATP sentez inhibitörleri</p> <p>Enerji metabolizması</p> <p>(Bileşikler bu proteinin fonksiyonunu etkiler ama bu biyolojik aktivite neyin neden olduğu belli değil)</p>	<p>12A Diafenthiuron</p> <p>12B Organotin miticides</p> <p>12C Propargite</p> <p>12D Tetradifon</p>

<p>13 Proton gradyanının oksidatif fosforilasyonunun bozulmasıyla eşleşmeyenler Enerji metabolizması</p>	Pyrroles, Dinitrophenols, Sulfluramid
<p>14 Nikotinik asetilkolin reseptörü (nAChR) kanal bloke ediciler Sinir sisteminde etkili (Bileşikler bu proteinin fonksiyonunu etkileyebilir, ancak biyolojik aktiviteyi neyin neden olduğu değil)</p>	Nereistoxin analogues
<p>15 CHS1'i etkileyen kitin biyosentezi inhibitörleri Büyüme regülasyonu Biyolojik aktivite için sorumlu hedef protein bilinmiyor veya karakterize edilmemiş</p>	Benzoylureas
<p>16 Kitin biyosentezi inhibitörleri, tip 1 Büyüme regülasyonu Biyolojik aktivite için sorumlu hedef protein bilinmiyor veya karakterize edilmemiş</p>	Buprofezin
<p>17 Deri değiştirmesini bozan, Diptera takımında Büyüme regülasyonu Biyolojik aktivite için sorumlu hedef protein bilinmiyor veya karakterize edilmemiş</p>	Cyromazine
<p>18 Ekdison reseptör agonistleri Büyüme regülasyonu (Bu proteinin insektisidal etkilerin sorumlusu olduğuna dair güçlü kanıtlar vardır)</p>	Diacylhydrazines
<p>19 Octopamine reseptör agonistleri Sinir sisteminde etkili (bu proteinin insektisit etkilerinden sorumlu olduğuna dair iyi kanıtlar vardır)</p>	Amitraz
<p>20 Mitokondriyal kompleks III elektron transport inhibitörleri Enerji metabolizması (bu protein kompleksinin insektisit etkilerinden sorumlu olduğuna dair iyi kanıtlar vardır)</p>	<p>20A Hydramethylnon</p> <p>20B Acequinocyl</p> <p>20C Fluacrypyrim</p> <p>20D Bifenazate</p>
<p>21 Mitokondriyal kompleks I elektron transport inhibitörleri</p>	<p>21A METI acaricides ve insecticides</p>

Enerji metabolizması (bu protein kompleksinin insektisit etkilerinden sorumlu olduğuna dair iyi kanıtlar vardır)	21B Rotenone
22 Voltaja duyarlı sodyum kanalı engelleyicileri Sinir sisteminde etkili (bu protein kompleksinin insektisit etkilerinden sorumlu olduğuna dair iyi kanıtlar vardır)	22A Oxadiazines
	22B Semicarbazones
23 Asetil CoA karboksilaz inhibitörleri. Lipid sentezi, büyüme düzenleme (bu protein kompleksinin insektisit etkilerinden sorumlu olduğuna dair iyi kanıtlar vardır)	Tetronic ve Tetramic acid derivatives
24 Mitokondriyal kompleks IV elektron taşıma inhibitörleri Enerji metabolizması (bu protein kompleksinin insektisit etkilerinden sorumlu olduğuna dair iyi kanıtlar vardır)	24A Phosphides
	24B Cyanides
25 Mitokondriyal kompleks II elektron taşıma inhibitörleri Enerji metabolizması (bu protein kompleksinin insektisit etkilerinden sorumlu olduğuna dair iyi kanıtlar vardır)	25A <i>Beta</i> -ketonitrile derivatives
	25B Carboxanilides
28 Riyanodin reseptörü modülatörleri Sinir ve kas etkili (bu protein kompleksinin insektisit etkilerinden sorumlu olduğuna dair iyi kanıtlar vardır)	Diamides
29 Chordotonal organ modülatörleri - Hedef yeri belirlenememiş Sinir sisteminde etkili (Chordotonal organ fonksiyonunun modülasyonu açıkça gösterilmiştir, ancak biyolojik aktiviteden sorumlu spesifik hedef proteinler Grup 9'dan farklıdır ve tanımlanamamıştır)	Flonicamid
30 GABA-kapılı klorür kanalı allosterik aktivatörleri Sinir sisteminde etkili (bu protein kompleksinin insektisit etkilerinden sorumlu olduğuna dair iyi kanıtlar vardır)	Meta-diamides Isoxazolines

31 Baculovirüsler - Hedef yeri belirlenememiş Konukçuya özgü patojenik virüsler	Granuloviruses (GVs) Nucleopolyhedroviruses (NPVs)
32 Nikotinik asetilkolin reseptörü (nAChR) allosterik aktivatörleri- Site II Sinir sisteminde etkili (bu protein sınıfının bir ya da daha fazlasının insektisidal etkilerin sorumlusu olduğuna dair güçlü kanıtlar vardır)	GS-omega/kappa HXTX Hv1a peptide
UN * Bilinmeyen veya belirsiz bileşikler (Biyolojik aktivite sorumlu hedef protein bilinmiyor, ya da tanımlanmamış)	Azadirachtin Benzoximate Bromopropylat Chinomethionat Dicofol Lime sulfur Mancozeb Pyridalyl Sulfur
UNB* Etki mekanizması bilinmeyen veya tanımlanmamış Bakteriyel ajanlar (Bt hariç)	<i>Burkholderia</i> spp <i>Wolbachia pipientis</i> (Zap)
UNE* Etki mekanizması bilinmeyen veya tanımlanmamış Bitkisel öz içeren sentetikler, Bitki özleri ve rafine edilmemiş yağlar	<i>Chenopodium ambrosioides</i> near ambrosioides extract Fatty acid monoesters with glycerol or propanediol Neem oil
UNF* Etki mekanizması bilinmeyen veya tanımlanmamış Fungal ajanlar	<i>Beauveria bassiana</i> strains <i>Metarhizium anisopliae</i> strain F52 <i>Paecilomyces fumosoroseus</i> Apopka strain 97
UNM* Etki mekanizması bilinmeyen veya tanımlanmamış Spesifik olmayan mekanik bozucular	Diatomaceous earth
UNP* Etki mekanizması bilinmeyen veya tanımlanmamış Peptitler	
UNV* Etki mekanizması bilinmeyen veya tanımlanmamış viral ajanlar (Baculovirüs hariç)	

Hedef fizyoloji : ■ Sinir&Kas ■ Büyüme&gelişme ■ Solunum ■ Mide ■ Bilinmeyen yada spesifik olmayan

-Grup 26 ve 27 şu anda atanmamış ve bu nedenle tablodan çıkarılmıştır.

*Bilinmeyen ve tartışmalı bir MoA ya da bilinmeyen bir toksisitesi olan bir böcek öldürücü madde daha uygun bir Moa grubu için kanıt bulunana kadar 'UN' yada 'UNB', 'UNE', 'UNF', 'UNM', 'UNP', UNV gruplarında kategorize edilecektir.

2.3.1. Direnç gelişimini etkileyen faktörler

Direnç gelişimini etkileyen faktörler, biyolojik faktörler, genetik faktörler ve işlevsel faktörler olarak üç grup altında toplanabilir. Bu faktörlerle ilgili detaylı bilgi sırasıyla çizelge 2.3, çizelge 2.4 ve çizelge 2.5’de verilmiştir. Biyolojik faktörler popülasyon büyüklüğü, üreme gücü, döl sayısı, üreme tipi, dağılım, pestisit metabolizması, pestisit etki mekanizma sayısı (MoA) ve konukçu dağılımı olarak tanımlanabilir. Genetik faktörler, direnç genlerinin frekansı ve baskınlığı, dirençli bireylerin başarısı, farklı direnç allellerinin başarısı şeklinde ifade edilebilir. İnsan bu faktörlere etki etmez. İnsektisit kimyası ve kullanımı işlevsel faktörlerdendir. İşlevsel faktörler insanoğluna bağlıdır ve insektisit direncinin evriminde önemlidir (Koçak, 1998).

Çizelge 2. 3.Biyolojik Faktörler

Biyolojik faktörler	Direnç geliştirme potansiyeli	
	Düşük	Yüksek
Popülasyon büyüklüğü	Küçük	Büyük
Üreme gücü	Az	Yüksek
Döl sayısı	Yılda bir veya daha az	Yılda çok sayıda döl
Üreme tipi	Cinsel	Partenogenetik
Dağılım	Zayıf	İyi
Pestisit metabolizması	Zor	Kolay
Pestisit etki mekanizma sayısı (MoA)	Birçok	Bir, spesifik
Konukçu dağılımı	Dar	Geniş

Çizelge 2. 4.Genetik Faktörler

Genetik faktörler	Direnç geliştirme potansiyeli	
	Düşük	Yüksek
Direnç geninin olması	Yok	Var
Direnç mekanizma sayısı	Bir	Çok
Gen frekansı	Az	Çok
Direnç geninin taşıma tipi	Resesif	Dominant
R gen tarafından sağlanan koruma	Zayıf	İyi
Çapraz direnç	Negatif veya yok	Pozitif
Önceki seleksiyon	Yok	Önemli
Modifiye gen	Yok	Var

Çizelge 2. 5.İşlevsel Faktörleri

Uygulama faktörleri	Direnç geliştirme potansiyeli	
	Düşük	Yüksek
Pestisit spektrumu	Spesifik (dar)	Geniş spektrum
Doz	Etiket tavsiyesi; heterozigotları öldürür (eğer R geni eksik dominantsa)	Etiket tavsiye dozundan az ise; heterozigotlar yaşar, Etiket tavsiye dozundan yüksek;sadece homozigot dirençli bireyler yaşar.
İlaç uygulamasının kaplaması	İyi	Zayıf
Uygulama sıklığı	Az	Sık
Sekonder zararlıların varlığı	Yok (sadece hedef zararlıya uygulama)	Var (sekonder zararlılara da uygulama var)
Pestisit uygulandığı dönem	Tek	Birden fazla
İlaç etki süresi	Kısa	Uzun
Uygulama yapılan ürün sayısı	Tek	Birden fazla
Zararlı kontrol taktikleri	Birden fazla yöntemin uygulanması	Sürekli aynı yöntem veya bileşiğin kullanılması
Hedef dışı zararlılara etki	Selektif etki, doğal düşmanlara etki yok	Selektif değil, doğal düşmanlarda etkileniyor

2.3.2. Direnç tipleri

Ünal ve Gürkan (2001), zararlıların pestisitlere karşı farklı yollarla direnç kazandığını ve çoğu zaman bu mekanizmaların birden fazlasının aynı anda görüldüğünü belirtmiş ve direnç tiplerini aşağıdaki gibi sıralamışlardır;

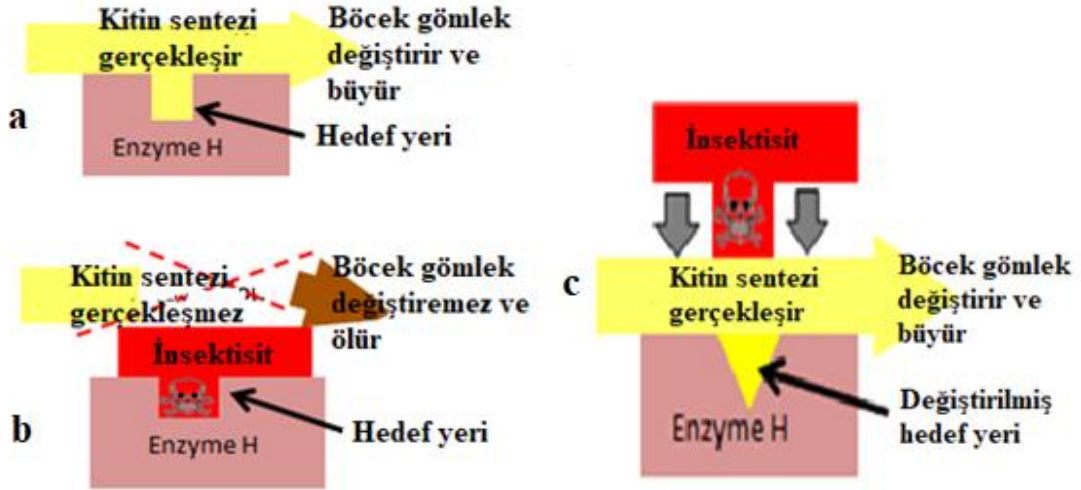
Davranışsal direnç: Bu tip dirençte böcekler ya da akarlar toksik madde ile temastan kaçınırlar. Bu direnç mekanizması klorlandırılmış hidrokarbonlar, organofosfatlılar, karbamatlılar ve piretroidler dahil çeşitli insektisit sınıflarında görülür. Bu tip dirençte böcekler basitçe beslenmekten vazgeçerler veya toksik maddenin bulunduğu ortamdan uzaklaşır. Transgenik bitkilerde ise beslenmelerini kısa tutup toksinlerin onları etkilemesine izin vermezler (Ünal ve Gürkan.,2001; IRAC, 2019a). Bu duruma örnek olarak, *Plutella xylostella* (L.) erginlerinin yumurtlamak için pestisitlere karşı davranış değişikliklerinden biri, kaçınma davranışı olarak gözlenmiştir. *P. xylostella*'nın,

yumurtalarını bırakmak için insektisite maruz bırakılan bitkiler üzerinde bir seçim yapması gerektiğinde dişilerin yumurtalarını sap ve yapraklar yerine bitkinin toprağa yakın bölgelerine bırakmayı tercih ettikleri görülmüştür (Sarfraz ve ark., 2005).

Penetrasyon direnci: Daha kalın bir kütikula ve daha yavaş bir insektisit emilimine ve penetrasyon oranına yol açmakla ifade edilen bu direnç şekli insektisitlere karşı ilk savunma hattı olup insektisit alınımını azaltır (Wood ve ark., 2010). Bu durum geniş bir insektisit sınıfından böcekleri koruyabilir. Dirençli böcekler, pestisiti hassas böceklerden daha yavaş emebilir. Bu mekanizma sıklıkla, diğer direnç tipleri ile birlikte bulunur ve düşük penetrasyon diğer direnç mekanizmalarının da etkilerini artırabilir (Ranson ve ark.,2011; Anonim, 2019e). Wood ve ark. (2010)'ları Güney Mozambik'ten toplanan bir *Anopheles funestus* Giles popülasyonunda piretroid direncinin artan kütikula kalınlığı ile ilişkili olduğunu ifade etmişlerdir.

Metabolik direnç: Metabolik direnç en sık görülen ve genellikle büyük sorun oluşturan, kırılması güç bir mekanizmadır. Dirençli böcekler toksini hassas böceklere göre daha hızlı detoksifiye ya da yok ederek toksik molekülleri vücutlarından uzaklaştırırlar. Böcekler insektisiti parçalamak için kendi iç enzim sistemlerini kullanırlar. Dirençli ırklar bu enzimlere yüksek düzeyde sahip olabilirler. Bu tip dirençte böcekler geniş bir aktivite spektrumuna sahip olan enzim sistemlerini bünyelerinde bulundurlar ve pek çok farklı insektisite direnç gösterebilirler (Hatipoğlu, 2014; IRAC, 2019a).

Değiştirilmiş hedef yeri direnci: Metabolik dirençten sonra en yaygın mekanizma olan bu direnç tipinde insektisit etkisini azaltmak için toksinin genellikle böcek içindeki hedef yeri modifiye edilir. Normalde böceklerde rutin olarak görülen gömlek değiştirme olayında gömlek değiştirmeden sorumlu olan enzim (Şekil 2.4a) hedef yerine etki ederek böceğin gömlek değiştirmesi sağlanır. Bu tip direncin görülmediği bir durumda (Şekil 2.4a) insektisit ile enzimin etkileşime girmesiyle böcek kitin sentezini gerçekleştiremez ve gömlek değiştiremeyerek ölür. Buna karşın değiştirilmiş hedef yeri direncine sahip olan gruplarda (Şekil 2.4c) böcek insektisit hedef yerini değiştirerek buraya bağlanmasına engel olur. İnsektisit etkisini gösteremez ve böcek normal fizyolojik faaliyetine devam ederek gömlek değiştirme olayını sonlandırır. İnsektisit ise detoksifiye edilir (Hatipoğlu, 2014).



Şekil 2. 4. Değiştirilmiş hedef yeri direnci şematik gösterimi (Anonim, 2019f)

Canlılarda organizmanın biyokimyasına yabancı olan maddeler olarak ifade edilen ksenobiyotiklerin (xenobiotik) detoksifikasyonundan sorumlu enzimler, esterazlar, oksidazlar, glutation S-transferaz (GST) ve sitokrom P450 monooksijenaz'lardır. Bunlar, endojen ve ksenobiyotik bileşiklerin detoksifikasyonunda merkezi bir rol oynamaktadır ve aynı zamanda hücre içi ulaşım, hormon biyosentezi ve oksidatif strese karşı koruma sağlamaktadırlar (Tsagkarakou ve ark., 2009).

2.3.3. Direnç ile ilgili enzimler

Böcekler yaşam döngüleri boyunca suni olarak üretilen pestisitler (karbamatlılar, organik fosforular, piretroitler vb.) veya bitkiler tarafından doğal olarak üretilen allelokimyasallar gibi toksinlere (ksenobiyotik) maruz kalmaktadırlar. Böceklerin bu toksinlere karşı kendilerini korumak için geliştirdikleri detoksifikasyon mekanizmaları mevcuttur (Li ve ark., 2007). Detoksifikasyon enzimleri, toksinlerin böcek vücuduna nüfuz etmesi sonucunda bu kimyasalların zararlarının engellenmesini sağlamaktadır (Tsagkarakou ve ark., 2009). Böceklerin insektisitlere direnci ile ilgili yapılan çalışmalar sayesinde, insektisitleri metabolize edici enzimler tanımlanmıştır (Li ve ark., 2007). Monooksijenazlar (Sitokrom P450), Glutathion S-transferazlar (GST) ve Hidrolazlar (Karboksilesterazlar (COE) - Asetilkolinesterazlar (AChE)) enzimlerinin direnç üzerine etkili oldukları bilinmektedir (Yorulmaz ve Ay, 2010). Bu enzimler toplu olarak detoksifikasyon enzimi olarak bilinirler (Hatipoğlu, 2014).

Sitokrom P450

Sitokrom P450 monooksijenaz detoksifikasyon sistemi böcek ve akarlarda insektisit direncinde rol oynayan önemli bir mekanizmadır (Pottelberge ve ark., 2008). Sitokrom P450 monooksijenazlar, tüm organizmalarda meydana gelir (Nelson ve ark., 1996). Bu enzim, steroid hormonları ve yağ asitleri gibi endojen bileşiklerin katabolizmasına ve/veya biyosentezine katılan heme-thiolate proteinlerinin eski bir üst familyasını içerir ve sayısız xenobiyotığın oksidatif biyotransformasyonunu katalize eder (Denisov ve ark., 2004; Hlavica, 2011).

Böceklerde mevcut olan sitokrom P450 enziminin beslenme, büyüme, gelişme, pestisitlere karşı direnç ve tolerans gibi fonksiyonel görevleri bulunmaktadır (Pottelberge ve ark., 2008). Ayrıca sitokrom P450 20-hidroksiekdizon ve gençlik hormonu gibi bazı böcek hormonlarının ve feromonlarının sentezi için de gerekmektedir. Bu nedenle P450 enzim engelleyicileri hormon sentezini dolaylı olarak etkiledikleri için, holometabol böceklerin morfoloji, gelişme ve yaşam sürelerinde değişikliklere yol açarlar. Bazı böcek türlerinde carbaryl, imidacloprid ve pyrethrin gibi pek çok insektisitlerin etki mekanizmalarının kısıtlanmasında veya engellenmesinde monooksijenaz enzim seviyesinin arttığı belirlenmiştir (Yorulmaz ve Ay, 2010).

Glutathion S-transferazlar (GST)

GST enzimi doğada aerobik mikroorganizmalar, bitkiler, böcekler, balıklar, kuşlar, omurgalı ve omurgasız hayvanlarda bulunmaktadır (Konanz ve Nauen, 2004). GST'lar vücuda alınan yabancı bileşiklerin detoksifikasyonunda önemli bir role sahip olan enzimlerdir. İsektisit metabolizmasında GST'ların önemi ilk kez organik fosforlu bileşiklerin zehirliliğinin giderilmesinde belirtilmiştir. GST'lar daha sonra organik klorlu ve siklodien grubu insektisitlere karşı böceklerde çalışılmıştır. GST'lar böceklerde organik fosforlu insektisitlere karşı gelişen dirençte önemli bir role sahiptir (Susurluk, 2008; Yorulmaz ve Ay, 2010). Böceklerde GST enzimi insektisit detoksifikasyonun yanı sıra hücrel membranların oksidatif yıkımlarına karşı korunmasını da sağlamaktadır (Yu, 2008).

Hidrolaz Enzimleri

Hidrolazlar hayvanlar, böcekler ve bitkileri de içine alan organizmaların çoğunda bulunmaktadır (Hollingworth ve Dong, 2008). Hidrolazlar, insektisitleri kimyasal yapılarında bulunan ester, amid ve fosfat gruplarının alkol ve asit kısımlarına su eklenmesi sonucu katalize etmektedirler. İsektisitler üzerindeki hidrolaz enziminin

aktivitesi dirençli böcek popülasyonlarında daha yüksektir. Piretroit, karbamat ve organik fosforlu insektisit grupları ester, amid ve fosfat yapılarını içermelerinden dolayı kısa sürede hidrolazlar tarafından detoksifike edilirler. Hidrolazlar içerisindeki en önemli enzim grupları esterazlardır (Yu, 2008). Esteraz enzimleri böceklerde feromon ve hormon metabolizması, sindirim sistemi ve sinir iletimi, üreme davranışı ve insektisitlere direnç gibi birçok önemli mekanizmada rol oynamaktadır. Böceklerde insektisitlere karşı direnç gelişiminde özellikle asetilkolinesterazlar ve karboksilesterazlar rol oynamaktadır. Bu esteraz grupları organik fosforuların engellenmesinde önemlidir (Baffi ve ark., 2005;Yorulmaz ve Ay, 2010).

Karboksilesterazlar

İnsektisitlerle seleksiyona maruz bırakılan böcek popülasyonlarının birçoğunda karboksilesteraz enziminin arttığı belirlenmiştir. Karboksilesteraz aktivitesi sonucu insektisitler sinir sistemindeki hedefe ulaşmadan önce zehirliliği giderilmekte ve bu nedenle böcek normal biyolojik fonksiyonuna devam etmektedir. (Yorulmaz ve Ay, 2010).

Asetilkolinesterazlar

Asetilkolinesteraz (AChE), dokularda serbest veya fosfolipidlerle birleşik halde bulunan lipotropik etkiye sahip asetilkolini hidrolizleyen özelleşmemiş bir enzimdir. Asetilkolin (ACh) sinir uçlarından etkilendiği organa veya sinir ucundan ikinci bir sinir hücrelerine, sinir impulsu taşıma görevini yapmaktadır. Ayrıca sinir ve kas hücreleri boyunca biyoelektriksel akımın oluşmasını da sağlayan biyolojik önemi büyük olan bir esterdir. Organizmaya verilen organik fosforlu, karbamatlı, klorlu veya diğer bazı kimyasal maddeler asetilkolinin reseptörlerle birleşmesini önlerler (Alon ve ark., 2008). Bunlar sinir ve kasların birleşme yerindeki taşıyıcıları çeşitli şekillerde etkilerler. AChE'i engelleyerek ACh'in sinirlerle kasların birleşme bölgelerinde uzun süre kalarak kasların sinirlere cevabını geciktirirler. Bu bileşiklerin yaygın kullanımı böceklerde çeşitli dirençli bireylerin gelişmesini sağlarken, organizmada dengesiz kas ve sinir fonksiyonlarına neden olur. Organik fosforular ve karbamatlılar asetilkolin'in benzeri olarak çalışırlar ve asetilkolinin aktif bölgesine bağlanırlar (Anazawa ve ark., 2003).

Asetilkolin hidroliz olmasına rağmen insektisitler, enzim-substrat kompleksi olarak sabit kalırlar. Bu insektisitler asetilkolinesteraz engellemesiyle sinir impulslarının transmisyonunu bloke eder ve asetilkolin reseptörlerinin uyuşmasına neden olurlar

(Hollingworth ve Dong, 2008). Sinapsislerdeki artan asetilkolin konsantrasyonu ve daha fazla uyarılmış merkezi sinir sistemi böceklerde ölüme yol açmaktadır (Çakır ve Yamanel, 2005;Yorulmaz ve Ay, 2010).

2.4. Pestisit Kalıntıları

Beslenme ihtiyacını karşılamak ve tarımsal üretimi arttırmak amacıyla, tarım ürünlerini hastalık, zararlı ve yabancı otlardan korumak, kalitesini ve verimi arttırmak için tarımsal mücadele yöntemlerini uygulamak kaçınılmaz olmuştur. Bu yöntemlerin birisi de tarım ilaçlarının (pestisitler) kullanıldığı kimyasal mücadeledir (Tağa, 2007). Bilindiği gibi, zararlılara karşı mücadelede pestisit kullanımı bilinen avantajlarının yanında pek çok sorunu da beraberinde getirmektedir (Ecevit ve ark., 1999; Durmuşoğlu ve Çelik, 2001; Durmuşoğlu, 2002; Delen ve ark., 2005, Durmuşoğlu ve ark., 2010). Son yıllarda bu sorunların başında pek çok böcek türünün insektisitlere karşı dayanıklılık geliştirmesi gelmektedir. Dayanıklılığın gelişmesi ile kimyasallar etkinliğini yitirir, bu durum yoğun ilaçlamayı tetikleyerek ürünlerde pestisit kalıntısı riskini arttırmaktadır.

Pestisit kalıntıları; bir gıda, zirai ürün veya hayvan yeminde pestisit kullanımı sonucu kalan herhangi bir madde veya maddeler grubudur. Bu terim, pestisitlerin dönüşüm ürünleri, metabolitleri, reaksiyon ürünleri ve toksikolojik önemi olabilen safsızlıklar gibi tüm pestisit türevlerini içerir. Bu kimyasal değişme veya parçalanma ürünleri de son kalıntı olarak ifade edilir (Tatlı, 2006).

Pestisitlerin, gıdalarda kalıntı olarak alınması da insan sağlığı için önemli ölçüde tehlike oluşturabilmektedir. Tarımsal ürünlerde ve hayvansal yemlerde bulunması kabul edilmiş, iyi bir tarımsal uygulama sonucu kalan pestisit kalıntısının maksimum konsantrasyonuna maksimum kalıntı sınırı (MRL) denir ve ppm (mg/kg) olarak gösterilir. Günümüzde tarımsal ürünlerde pestisit kalıntı düzeylerinin araştırılması oldukça önem kazanmıştır (Tatlı, 2006).

2.4.1. Pestisitlerin meydana getirdiği çevre sorunları

Pestisitlerin devamlı kullanılması üç ana sorun tayin etmektedir. Bunlardan birincisi bazı zararlı organizmaların (özellikle böcekler) zamanla kendilerini etkileyen kimyasal maddelere karşı dirençli hale gelmeleridir. Bu durum zararlılarla mücadele de yüksek dozların kullanılmasına ya da zararlıların direnç kazandıkları kimyasal maddeler yerine

yenilerinin geliştirilmesi gerektirir. İkincisi, bazı pestisitlerin kolaylıkla biyolojik ayrışmaya uğramayıp, uygulandıkları ve taşındıkları çevrede uzun süre kalmalarıdır. Bu özellik bazı hastalıkları kontrol etmede avantaj olabilirse de, kimyasal maddelerin çevrenin diğer kısımlarına hareketleri yönünden de bir dezavantajdır. Bu durum kimyasal maddelerin hedef olarak seçildiği zararlı ve hastalık etmeni organizmaların dışındaki diğer canlıların etkilenmesine neden olarak üçüncü sorunu oluşturur. Toprak fauna ve florası da diğer doğal yaşam içindeki canlılarda olduğu şekilde bu etkiden zarar görebilir. Problem bu kimyasal maddelerin organizmaların dokularına iştirak etme eğilimleri ile besin zincirinde tırmanması nedeni ile ortaya çıkar. Kuşlar ve balıklar, ikincil ve üçüncül tüketici varlıklar, bu tür kimyasal maddeleri bünyelerinde yoğunlaştırma eğilimindedirler (Haktanır ve Arcak, 1998). Bu tür besin almış olan türde, ölüm veya fizyolojik bozukluklar ortaya çıkmaktadır. Ayrıca pestisitlerin ikinci derecede kontamine olduğu canlıyı yiyen diğer türlerde bundan etkilenmektedirler. Zira besin halkasının sonunda kalıntı konsantrasyonu fazla akümüle olduğundan predatör türler daha geniş ölçüde tehlikeye düşmektedirler. Aynı zamanda pestisit uygulamalarının hedef olarak seçilmeyen çeşitli toprak organizmalarını da etkilediği bilinmektedir (Tatlı, 2006).

2.4.2. Pestisit kalıntılarının insan sağlığı üzerine etkileri

Pestisitler kullanıldığı zaman etkisini bir süre sonra yitirir ve tekrar ilaçlama yapılır. Bu işlem sık sık tekrarlanınca ürün üzerinde bir kısım kalıntı kalır. Bu insan ve çevre sağlığı bakımından problem oluşturmaktadır. Pestisitler vücutta birikim yaparak toksisite göstermektedirler. Vücuda alındıklarında enzimler etkisiyle bozularak bir kısmı vücuttan atılmaktadır (Gürcan, 2001).

İnsanlarda zehirlenmeler pestisitlerin vücuda deri, solunum veya sindirim yolları ile alınması ile gerçekleşmektedir. Her üç yolla da zehirlenmeye neden olanlar en fazla zarar veren pestisitlerdir. Zehirlenme akut veya kronik olarak iki şekilde gerçekleşir. Gıdalardaki pestisit kalıntılarının vücuda alımı ile oluşan kronik zehirlenme sonucu, akciğer hastalıkları, kanser, beyinde hasar, karaciğer ve böbrekte nefrozlar oluşabilir. Teratojen, mutajen ve allerjen etki gösteren pestisitler de vardır. Koruyucu elbise ve maske giymeden bazı organik fosforlu bileşiklerin kullanılması ani ölümlere neden olabilmektedir. Pestisitlerle ilgili zehirlenmeler genellikle pestisit üretim tesislerinde, ilaç hazırlama ve ilaçlama sırasında ve ilaçlı besinlerin yenmesi sonucu

ortaya çıkmaktadır. İlaçlı gıdaların yenmesi ile ortaya çıkanlar en yaygın olanlardır. Pestisitlere uzun süre maruz kalındığında, sinir, solunum, kalp damar, mide, bağırsak ve dolaşım sistemlerinde, karaciğer, böbrek gibi iç organlarda deri ve gözlerde çeşitli hasarlar meydana gelmektedir (Tatlı, 2006).

2.5. Kaynak Özetleri

2.5.1. Direnç ile ilgili yapılan çalışmalar

Prabhaker ve ark. (1985), Güney Kaliforniya'da üç tarla popülasyonunda *Bemisia tabaci*'nin insektisit dayanıklılığı çalışmalarında, sulfür ve methyl parathion'a yüksek direnç (20-54), bir popülasyonda, malathion, ve parathion'a orta düzey dayanıklılık (3-7 kat) saptamışlardır. İki popülasyonda Permethrin'e nispeten yüksek (12-29) direnç, DDT'ye 6.5 - 9.7 kat direncin mevcut olduğunu tespit etmişlerdir.

Dittrich ve ark. (1990), Sudan, Türkiye, Guatemala ve Nikaragua'dan alınan beyazsinek popülasyonlarında dayanıklılık mekanizması üzerine yürüttükleri çalışmada monochrotophose + sinerjist tricresylphosphate uygulamasında, Guatemala ve Nikaragua popülasyonlarında oldukça aktif spesifik olmayan esteraz varlığı tespit edilmişken, Türkiye ve Sudan'da ki popülasyonlarda esteraz varlığı belirlenememiştir. Cypermethrin spesifik esteraz aktivitesi Sudan ve Guatemala popülasyonlarında oldukça yüksek iken, Türkiye'de ihmal edilebilir derecede düşük bulunmuştur. Türkiye popülasyonlarında, duyarlı popülasyonlar gibi benzer esteraz aktivitesi belirlenmiştir. Monochrotophose ve carbofuran tarafından asetilkolinin duyarlılığının inhibe edilmesinin ölçülmesi (AChe) sonucunda Türkiye, Sudan ve Guatemala popülasyonlarının monocrotophosa duyarsız olduğunu tespit etmişlerdir.

Prabhaker ve ark. (1997), yürüttükleri çalışmada (ABD, Kaliforniya) Imperial Vadisi'nden topladıkları *Bemisia argentifolia* bireylerinde imidacloprid dayanıklılığının belirlenmesi üzerine çalışmışlardır. Sera koşullarında 32 döl devam eden seleksiyon baskısı altında yürüttükleri çalışmada, ilk 15 dölde 6-17 kat (orta düzey) dayanıklılık belirlenirken, devam eden süreçte dayanıklılığın en çok 82 kata kadar arttığını tespit etmişlerdir. İmidacloprid'e dayanıklı popülasyonlar endosulfan, chlorpyrifos ve methomyl'e çapraz dayanıklılık göstermezken, bifentrin'e çapraz dayanıklılık gösterdiğini saptamışlardır.

Elbert ve Nauen (2000), Güney İspanya'da *B. tabaci*'nin neonicotinoidlere dayanıklılığı üzerine yürüttükleri sistemik biyoassay denemelerinde 1994–1996–1998 yıllarında tarlalardan toplanan popülasyonlarda imidacloprid'e dayanıklılığın yavaş da olsa arttığını belirlemişlerdir. Aynı zamanda bu çalışmalarla acetamiprid ve thiamethoxam'da yüksek düzeyde çapraz dayanıklılık saptamışlardır. Tarla koşullarında da thiamethoxam ile imidacloprid'in çapraz dayanıklılığını ortaya koymuşlardır. 1998 yılında yürütülen tarla denemelerinde imidaclopridin bazı lokasyonlarda etkinliğinin iyi olduğunu, bazı yerlerde ise etkinliğinin azaldığını belirlemişlerdir.

Matsuda ve ark. (2001), imidaclopridin, küresel çapta giderek daha fazla böcek ilacı olarak kullanımının arttığı, nikotinik asetilkolin reseptörlerine (nAChR) bağlandığı ve böcekler için seçici toksite özelliği gösterdiğini belirtmişlerdir.

Nauen ve ark (2002), *Bemisa tabaci*'nin (Q biyotip) neonicotinoidlere çapraz dayanıklılığının belirlenmesi üzerine yürüttükleri çalışmada,

Almeria (İspanya) Q biyotipinin thiamethoxam, acetamiprid ve imidacloprid'e 100 kat daha az duyarlı olduğunu ortaya koymuşlardır. Bu popülasyonunun yanında, İtalya (Aralık 1999) ve Almanya'daki (Haziran 2001) seralardan elde edilen diğer iki popülasyonun yüksek çapraz direnç gösterdiğini saptamışlardır.

Nauen ve Elbert (2003), 2001 yılında Avrupanın farklı ülkelerinden 18 *Myzus persicae* Sulzer popülasyonu ve 6 *Aphis gossypii* Glover popülasyonu toplamışlar ve bu popülasyonların imidacloprid'e karşı hiç direnç göstermediğini, cyfluthrin (piretroid) etkili maddesine belli oranda direnç gösterdiğini, pirimicarb (karbamat), ve oxydemeton-methyl (organafosfat) insektisitlerine karşı ise yüksek düzeyde direnç gösterdiğini bildirmişlerdir.

James (2003), imidacloprid'in *Galendromus occidentalis* Nesbitt, *Neoseiulus fallacis* Garman and *Amblyseius andersoni* Chant (Acari: Phytoseiidae) üzerindeki toksik etkisini araştırmışlardır. İmidacloprid'in tarla uygulama dozu *G. occidentalis* ve *N. fallacis*'e % 100 ölüm oranıyla yüksek toksite gösterirken, *A. andersoni*'ye % 35,6 ölüm oranıyla daha az toksik etki gösterdiğini tespit etmiştir.

Rauch ve Nauen (2003), Güney İspanya'da *B. tabaci* neonicotinoid dayanıklılığında metabolize edici esterez, glutathion S-transferaz ve monooxygenazlara bağlı sitokrom P450 gibi enzimlerin etkisini yapay substratlarla biyokimyasal olarak çalışmışlardır.

Monooxygenaz aktivitesi, orta düzeyde (30 kat) dayanıklı olan ırklarda 2-3 kat, yüksek düzeyde (1000 kat) dayanıklılarda ise 5–6 kat artmıştır. İmidacloprid, thiamethoxam ve acetamiprid direnci ile ilişkisi olan yalnızca monooksijenaz enzim aktivitesi olduğunu ve bu nedenle monooksijenazlar, *B. tabaci* Q ve B tiplerinde neonikotinoid direncinden sorumlu olan tek enzim sistemi gibi görüldüğünü bildirmişlerdir.

Horowitz ve ark. (2004), 1999–2003 yıllarında İsrail’de pamuk üretim alanlarında insektisit direnç yönetim stratejisinin bir parçası olarak *B. tabaci*’nin neonicotinoid dayanıklılığını çalışmışlardır. Popülasyonların laboratuvar koşulları altında imidacloprid ve thiamethoxam’a duyarlılığı test edilmiş, iki ilacın çapraz dayanıklılığını çalışmışlardır. 2001 yılında acetamiprid’e farkedilebilir bir dayanıklılık gözlenmemiş, 2002–2003 yıllarında ise yaklaşık 5 kat artan bir dayanıklılık tespit edilmiştir. Buna karşın 2 farklı pamuk lokasyonunda thiamethoxam dayanıklılığı 2001’den 2003’e 100 kattan fazla artmıştır. Çapraz dayanıklılık analizlerinde thiametoxam’ın 12. dölünde seçilen bireyler acetamipride neredeyse hiç çapraz dayanıklılık göstermezken; acetamiprid’den seçilen ırklarda thiametoxam’a 500 kattan fazla çapraz dayanıklılık belirlemişlerdir.

Castagnoli ve ark. (2005), bazı insektisitlerin *Tetranychus urticae* Koch (Acari:Tetranychidae), *Neoseiulus californicus* (McGregor) (Acari: Phytoseiidae) ve *Tydeus californicus* (Banks) (Acari: Tydeidae)’a karşı toksisitelerini araştırmışlardır. Sonuç olarak, imidacloprid’in predatör *Neoseiulus californicus* ve *Tydeus californicus*’un doğurganlık oranını azalttığını saptamışlardır.

Prabhaker ve ark. (2005), Bu çalışmada *B. tabaci* ırkları ile laboratuvar biyoassaylerinde neonicotinoid grubu dört insektisit (acetamiprid, dinotefuran, imidacloprid ve thiamethoxam) dayanıklılık gelişimi ve çapraz dayanıklılığını incelemişlerdir. ABD’in güneydoğusunda üç farklı lokasyondan üç imidacloprid dayanıklı ırkı sistemik biyoassay yöntemi ile karşılaştırılmıştır. Imperial Vadisinden toplanan 120 kat imidaclopride dayanıklı ırk IM-R, acetamiprid, dinotefuran ve thiamethoxam ile çapraz dayanıklılık göstermemiştir. Aynı zamanda imidacloprid’e yüksek düzeyde dayanıklı (109 kat) Guatemala ırkı (GU-R), acetamiprid ve thiamethoxam’a düşük seviyede çapraz direnç göstermiştir. Ayrıca bu çalışmada dört neonikotinoidin içinden tarla popülasyonuna en toksik etkili madde dinotefuran olarak belirlenmiştir.

Roditakis ve ark. (2005), *B. tabaci*'nin imidaclopride dayanıklılık düzeylerini Girit'te çalışmışlar, beş sera ve açık alandan toplanan *B. tabaci* popülasyonları, referans duyarlı türlerle biyoassay yöntemiyle karşılaştırmışlardır. Seralardan toplanan örnekler yüksek düzeyde dayanıklılık göstermiştir. Bu popülasyonların direnç oranı GR-MAL (730), GR-IERC (210) ve GR-IERE (26 kat) olarak belirlenmiştir. Açık alanda kavun bitkileri üzerinden toplanan *B. tabaci* popülasyonunun ise GR-EPI (0.033 kat) test edilen referans kültürden çok daha hassas olduğunu saptamışlardır.

Schuster ve ark. (2006), *B. tabaci*'nin 2000–2006 yıllarında (ABD) Florida'da farklı lokasyonlardan topladıkları tarla popülasyonlarının imidaclopride duyarlılıklarını karşılaştırmışlar, maksimum direnç oranı 2001, 2002 ve 2003 yılı için sırasıyla 14.6, 35.2 ve 28.1 olarak bulunmuştur. Direnç oranı 2004'te 11.4'e ve 2005'te ise 2.59'a düşmüştür. Çalışma sonucunda *B. tabaci* B biyotipinin imidaclopride stabil olmayan direnç geliştirme potansiyelinde olduğu belirlenmiş ve Florida'da imidacloprid dayanıklılığının takibine devam edilmesi gerektiğini bildirmişlerdir.

Kang ve ark. (2006), *B. tabaci*'nin insektisitlere duyarlı insektaryum popülasyonu ile karşılaştırıldığında, tarla popülasyonundaki direnç oranları, methamidophos için 29.3 , chlorpyrifos için 21.8, phoxim için 2.2, fenvalerate için 72.4, avermectin için 9.4, emamectin benzoate için 5.5, spinosad için 1.8, fipronil için 11.6 ve imidacloprid için 8.0 kat olarak belirlenmiştir. *B. tabaci*'nin tarla popülasyonunda methamidophos ve dichlorvos için yüksek carboksilesteraz (COE) ve asetilkolinesteraz (AChE) duyarsızlığı tespit edilmişlerdir.

Dağlı ve ark. (2007), *B. tabaci*'nin Hatay, Adana, İçel, Antalya, Muğla ve Aydın'dan alınan popülasyonlarda lambda-cyhalothrine direncini, imidacloprid ve endosulfana göre daha yüksek belirlemişlerdir.

Poletti ve ark. (2007), neonicotinoid grubu insektisitlerden thiamethoxam, imidacloprid ve acetamiprid'in *Neoseiulus californicus* ve *Phytoseiulus macropilis* (Banks) (Acari: Phytoseiidae) üzerindeki etkilerini araştırmışlar, bu insektisitlerin ergin dişiler üzerinde düşük toksik etki gösterdiğini belirlemişlerdir.

Erdoğan ve ark. (2008), Adana, Antalya, İzmir ve Mersin illeri pamuk üretim alanlarından topladıkları *B. tabaci*'nin 4 popülasyonunda iki piretroid (bifenthrin ve fenprothrin), iki organik fosforlu (OPs) (formothion ve triazophos) ve bir böcek

gelişim düzenleyici (buprofezin) insektiside dayanıklılık durumu biyoassay yöntemiyle araştırmışlar, dört ırkta piretroid (57- 360) ve OPs'ye (20- 310 kat) önemli derecede dayanıklılık saptamışlardır. Buprofezin direnci ise İzmir'den toplanan sadece bir ırkta belirlenmiştir. Ayrıca spesifik olmayan toplam esteraz aktivitesini hassas ırktan 7,4-11 kat daha fazla olduğu ortaya konulmuştur.

Karunker ve ark. (2008), *B. tabaci* nin B ve Q biyotiplerinde yüksek imidacloprid dayanıklılığı ile ilgili sitokrom P450s geni olan CYP6CM1 üzerine yürüttükleri çalışmada, tüm popülasyonlarda en önemli dayanıklılık mekanizmanın sitokrom P450 monooksijenazın artan detoksifikasyonu olduğunu belirlemişlerdir. Çalışma sonunda tek bir P450 geni CYP6CM1'in B ve Q biyotiplerinde dayanıklılıkla kuvvetli bir şekilde ilişkili olduğunu saptamışlardır. Bu genin tarla popülasyonlarında neonicotinoidlere karşı olası bir dayanıklılıkta en önemli gen olabileceğini bildirmişlerdir.

Nauen ve ark. (2008), *B. tabaci*'nin neonicotinoid insektisitlere karşı yaşa özgü direnç gelişimini ölçtükleri çalışmada gözlenen en yüksek dayanıklılık oranı prepupa döneminde 13 kat iken, ergin dönemde 580 kat olarak tespit edilmişlerdir.

Roditakis ve ark. (2009), 2005-2007 yıllarında yaptıkları çalışmada 53 *B. tabaci* Q biyotip popülasyonu toplamışlar, neonikotinoidlerin, organofosfatların, karbamatların ve piretroidlerin yaygın bir şekilde kullanıldığı görülmüş ve popülasyonlarının çoğunda (>% 80) imidacloprid (RF: 38-1958 kat) ve α -cypermethrin'e (RF: 30-600 kat) yüksek direnç seviyeleri tespit etmişlerdir. Pirimiphos-methyl için düşük direnç seviyeleri (RF <12) gözlenmiş, imidacloprid direnci ile neonikotinoidli uygulama sayısı arasında kuvvetli bir ilişki saptanmıştır.

Wang ve ark (2009), *B. Tabaci*'nin NJ (B biyotip) popülasyonu 30 döl imidacloprid'le seleksiyona uğratılmış ve NJ-Imi popülasyonu elde edilmiştir. Bu popülasyon imidacloprid'e 490 kat, acetamiprid, thiamethoxam ve nitenpyram'a ise yüksek düzeyde çapraz dayanıklılık göstermiş monosultap, cartap ve spinosad için düşük çapraz direnç, abamectin ve cypermethrin için ise çapraz direnç göstermemiştir. NJ-Imi popülasyonunda dayanıklılık nedeninin sitokrom-P450s monooksijenaz enziminin fazla üretilmesiyle ilişkili olduğu ortaya konulmuştur.

Bostanian ve ark. (2010), yaptıkları çalışmada, *Neoseiulus fallacis*'de (Acari: Phytoseiidae) imidacloprid'in 7.73 kat direnç oranıyla erginlere toksik olduğunu,

thiamethoxam'ın 2.87 kat direnç oranıyla orta dercede toksik etki gösterdiğini, acetamiprid ve spinosad'ın 0.99 ve 0.45 direnç katı ile düşük toksik etki gösterdiklerini bulmuşlardır.

Hameed ve ark. (2010), yaprak daldırma biyoassaylerini kullanarak Pakistan'da *B. tabaci*'nin endosulfan, imidacloprid, acetamiprid ve diafenthiurone hassasiyetini çalışmışlar, *B. tabaci* popülasyonlarının hepsinin bu pestisitlere hassas olduklarını gözlemlemişlerdir. Bu insektisitlerin kıyaslamalı direnç oranları (LC₅₀ seviyeleri) endosulfan için 1.75- 3.60, imidacloprid için 1.18- 2.09, acetamiprid için 1.01- 4.29 ve diafenthiuron için 1.06-2 kat olduğunu bildirmişlerdir.

Feng ve ark. (2010), yaptıkları çalışmada 36 generasyon seleksiyonundan sonra 66.3 kat thiamethoxam dirençli *B. tabaci* ırkı (TH-R) elde edilmiştir. Duyarlı ırk (TH-S) ile karşılaştırıldığında, seçilen TH-R ırk imidacloprid (47.3 kat), acetamiprid (35.8 kat), nitenpyrama (9.99 kat), abamectine (5.33 kat) ve karbosülfan (4.43 kat) karşı çapraz direnç görüldüğünü, fipronil, chlorpyrifos veya deltamethrin'e karşı çapraz direnç görülmediğini bildirmişlerdir. Ayrıca biyokimyasal analizler sonucunda, sitokrom P450 monooksijenaz aktivitelerinin sırasıyla 1.21 ve 1.68 kat arttığını ve karboksilesteraz aktivitesinin TH-R ırk 2.96 kat arttığını bildirmişler, bununla birlikte, iki ırk arasında glutation S-transferaz enzimi için bir fark gözlenmediğini saptamışlardır.

Luo ve ark. (2010), yaptıkları çalışmada her iki biyotipin (Q ve B) piretroidlere, abamectine ve pyriproxyfene benzer şekilde yanıt verdiğini saptamışlar, ancak ticari olarak temin edilebilen üç neonikotinoide karşı Q biyotipini dirençli iken B biyotipinin hassas olduğunu bildirmişlerdir. B biyotipleri, acetamiprid, imidacloprid ve thiamethoxam'a büyük ölçüde duyarlı kalırken, Q biyotiplerinin bu insektisitlere 20 ila 170 kat arasında direnç gösterdiğini tespit etmişlerdir.

Dağlı ve ark. (2011), Antalya ilinde yaptıkları çalışmada *B. tabaci* popülasyonlarında acetamiprid, chlorpyrifos ve cypermethrine yüksek düzeyde dayanıklılık saptamışlardır.

Herron ve ark. (2011), Avustralya pamuk alanlarında ilk kez üç neonikotinoide (acetamiprid, clothianidin ve thiamethoxam) dirençli *A.gossypii*'nin tanımlayıcı ayırıcı konsantrasyon yöntemlerini ortaya koymaya çalışmışlar, uygun log doz probit analizi ile ayırıcı dozu acetamiprid, clothianidin ve thiametoxam direnci için sırasıyla 6.4, 10 ve 22 kat oranında bulmuşlardır. Laboratuvar seleksiyonuyla acetamiprid direnci

belirgin derecede (22 kat) artmıştır, clothianidin ve thiametoxamda ise değişmediğini bildirmişlerdir.

Rao ve ark. (2012), Çin'den topladıkları *Bemisia tabaci*'nin Q biyotipinin dört ırkı ve B biyotipinin bir ırkı ile pymetrozine ve dört neonikotinoid insektisite karşı direnci belirlemek için yaptıkları çalışmada; Q biyotip ırkları, imidacloprid, thiametoxam ve acetamiprid'e karşı orta ila yüksek bir direnç gösterdiğini, ancak dinotefuron'a karşı çapraz direnç olmadığını tespit etmişlerdir. B biyotipinde ise araştırılan insektisitlere büyük ölçüde duyarlı olduğunu bildirmişlerdir. Ayrıca Q biyotip ırklarında direnci sitokrom P450 monooksijenaz geni, CYP6CM1'in aşırı ekspresyonu ile ilişkilendirdiklerini ifade etmişlerdir.

Sohrabi ve ark. (2012), laboratuvar koşullarında imidacloprid ve buprofezin'in pamuk beyazsineği parazitoidi *Encarsia inaron* (Walker) (Hymenoptera:Aphelinidae) üzerindeki lethal ve sublethal etkilerini araştırmışlardır. İmidacloprid ve buprofezin'in tarla uygulama dozlarının parazitoidin larva ve pupa dönemlerindeki gelişimini kısıtladığını pupalardan ergin çıkışını azalttığını belirtmişlerdir. İmidacloprid ve buprofezin etkili maddelerinin parazitoidin üremesi ve eşey oranları üzerine etkisi olduğunu saptamışlardır.

Bahşi ve ark. (2012), Antalya ve ilçelerinden topladıkları *B. tabaci* popülasyonlarının neonikotinoidlerden acetamiprid; organik fosforulardan chlorpyrifos-ethyl ve piretroidlerden cypermethrin etken maddelerine karşı direnç durumunu ve direnç geliştirme potansiyeli araştırmışlardır. Popülasyonlarda acetamiprid, chlorpyrifos ve cypermethrin için ortaya çıkan direnç düzeyleri sırasıyla 6-299, 2-16 ve 1-22 kat olduğunu bildirmişlerdir. Ayrıca acetamiprid ve chlorpyrifos-ethyl ile seleksiyona tabi tutulan popülasyonların direnç düzeylerinde sırasıyla 18 ve 4 katlık artışlar tespit etmişlerdir. Bu sonuçlara göre, *B. tabaci* Antalya popülasyonlarının acetamiprid, chlorpyrifos ve cypermethrin'e karşı önemli düzeylerde direnç geliştirdiğini belirlemişlerdir.

Basit ve ark. (2013), Pakistan'da direnç seviyelerini tespit etmek için pamuk ve ayçiçeği arazilerinden (4 lokasyon) toplanan *B.tabaci* popülasyonlarına beş neonikotinoid ve iki böcek büyüme düzenleyicileri (IGR'ler) uygulamışlardır. Çalışma sonucunda veriler pamuk ve ayçiçeği popülasyonlarının benzer direnç seviyelerine sahip olduğunu göstermiştir. Karşılaştırma yapıldığında (dört popülasyon) Vehari popülasyonları,

acetamiprid, thiacloprid ve nitenpyram için diğerlerine (Multan, Sahiwal, Bahawalpur) göre daha yüksek direnç göstermiştir. Acetamiprid, thiacloprid ve nitenpyram için ortalama direnç oranları, sırasıyla 5-13, 4-8 ve 9-13 kat arasında değişmekte olduğunu bildirmişlerdir. Multan ve Vehari popülasyonlarının buprofezine karşı orta düzeyde (9-16 kat) dirençli olduğunu ortaya koymuşlardır. Veriler tarla popülasyonlarındaki direncin kararlı olduğunu da göstermiştir. Bifentrin ile dört generasyon seleksiyondan sonra (G1- G4), bifentrin'e karşı direncin, laboratuvar duyarlı popülasyonuna kıyasla 14 kat arttığını bildirmişlerdir.

Castle ve ark. (2013), yaptıkları çalışmada *B. tabaci*'nin Amerika Birleşik Devletleri'ndeki dört neonikotinoid insektisite duyarlılığı, 3 yıl boyunca her yıl içindeki popülasyonlar arasında önemli ölçüde değiştiğini saptamışlar, ayrıca Arizona ve Kaliforniya'da tarladan toplanan beyazsinek erginlerinde değişkenlik oranını kullanarak yaptıkları testlerde en büyük LC₅₀ aralığını imidacloprid de, en düşük LC₅₀ aralığını ise thiamethoxam da tespit ettiklerini bildirmişlerdir.

Gnankine ve ark. (2013), *B. tabaci*'nin Burkina Faso'daki direnç durumunu değerlendirmek için, pamuk tarlasından toplanan on popülasyonda yaprak daldırma yöntemi kullanarak dört insektisiti test etmişlerdir. Test edilen popülasyonların çoğunda neonikotinoidlere ve karbosülfana karşı önemli bir direnç gösterildiğini tespit etmişlerdir. Ayrıca neonikotinoidlere direncin sadece biyotip durumu ile ilgili değil aynı zamanda çevresel faktörler ve tarımsal uygulamalar ile ilgili olabileceğini belirtmişlerdir.

Koo ve ark., (2014), çalışmalarında tarım arazisinden topladıkları *Aphis gossypii* bireylerine karşı direnç seviyelerini incelemek için 12 farklı (6 neonicotinoid, 3 piretroid ve diğer gruplar) insektisitle deneme kurmuşlardır. Çalışmalar sonucunda acetamiprid, clothianidin, thiacloprid ve imidacloprid gibi neonicotinoidlere karşı yüksek düzeyde direnç gözlemlenmiştir. Direncin ortaya çıkışında detoksifikasyon enzimlerinden sitokrom P450, esterase ve glutathione S-transferase enzimlerinin etkinliğini bulmuşlardır. Ayrıca nicotinic asetilkolin reseptörü (nAChR) beta1 alt ünitesi loop D bölgesinde bir nokta mutasyonuna rastladıklarını bildirmişlerdir. Bu R81T noktası mutasyonunu, 5 ayrı bölgeden toplanan tarla popülasyonlarında da bulmuşlardır. Bu nedenle, R81T nokta mutasyonunu *A. gossypii*'de önemli bir imidacloprid direnç mekanizması olarak tanımlamışlardır.

Matsuura ve ark. (2014), 2012'de toplanan beş tarladan toplanan *A. gossypii* popülasyonunun ölüm oranının test edilen yedi neonikotinoid insektisit beşi için düşük olduğunu (imidacloprid (% 26.7-65.5), dinotefuran (% 0-27.3), clothianidin (% 20.0-35.7) , thiamethoxam (% 7.1-42.3) ve nitenpyram (% 6.7-32.1)) tespit etmişlerdir. İki insektisit ise yüksek ölüm oranına sahip olduğunu (acetamiprid için(% 86.2-100) ve thiacloprid için (% 90.2-100)) ortaya koymuşlardır. Duyarlı popülasyona kıyasla direnç oranı, clothianidin için en yüksek (687 kat), thiacloprid için en düşük (17 kat) ve diğer beş neonikotinoid için 43 ila 253 kat arasında değiştiğini bildirmişlerdir. Bu nedenle, insektisit kullanım sıklığının azaltılması gerektiği ve gelecekte bu iki insektisit direnç gelişimini önlemek için diğer insektisit gruplarının kullanılması tavsiyesinde bulunmuşlardır.

Seydebrahimi ve ark., (2015), yaptıkları çalışmada *A. gossypii* 'nin iki duyarlı popülasyonunun imidacloprid'lere duyarlılığının ve Piperonyl butoxide (PBO) , Diethyl maleate (DEM) ve Triphenyl phosphate (TPP) gibi bazı sinerjist etkili kimyasalların imidacloprid duyarlılığına etkisini mikro aplikatör aracılığıyla test etmişlerdir. Yaprakbitinin dayanıklı popülasyonu seralarda *Cucumis sativus* L. cv. Negin (Cucurbitaceae) üzerinden toplanmış, hassas popülasyonu ise *Cucumis sativus* üzerinde iki yıl süre ile yetiştirmişler ve imidacloprid dayanıklılığının hassas popülasyona kıyasla 11,24 kat daha fazla olduğunu tespit etmişlerdir. Farklı sinerjistik etkili maddelerin (esteraz, GSTs, sitokrom P450 monooksijenaz ve heme peroksidaz) kombinasyonlarının analiz edildiği biyokimyasal çalışmalar sonucunda sitokrom P450 mekanizmasının dayanıklılığı arttıran birincil mekanizma olduğunu bildirmişlerdir.

Cui ve ark. (2016), yaptıkları çalışmada dirençli *A. gossypii* popülasyonuna karşı imidacloprid'in LC₅₀'si 14.33 mg/L iken duyarlı popülasyonu için sadece 0.70 mg/L olarak tespit etmişlerdir. Buradaki direnci ise 20.47 kat olarak bulmuşlardır. Bunun yanında cycloxaprid'in LC₅₀'sini imidacloprid'e duyarlı ve imidacloprid'e dirençli popülasyonlar için sırasıyla 1.05 ve 1.36 mg/L olarak bulmuşlardır. Ayrıca cycloxaprid, dirençli *A. gossypii* popülasyonlarına karşı, açık alanlarda imidacloprid'den daha iyi etkinlik sağlamış, her ne kadar cycloxaprid, *A. gossypii*'ye karşı çok toksik olsa da, *A. gossypii* ile onun baskın doğal düşmanları, *Harmonia axyridis* (Pallas) (Col: Coccinellidae) ve *Chrysoperla sinica* (Tjeder) (Neuroptera: Chrysopidae) arasında yüksek selektif aktivite göstermiştir. Bu sonuçlar ile cycloxaprid'in, imidacloprid

dirençli *A. gossypii*'ye karşı umut verici bir insektisit olduğunu ve entegre zararlı yönetimi için uygun olabileceğini belirtmişlerdir.

Wang ve ark. (2016), *B. tabaci*'nin etkili bir kontrolünde etkinliği yüksek insektisitleri saptamak için dört ticari neonikotinoid ve yeni bir neonikotinoid (cycloxaprid) dahil olmak üzere beş neonikotinoid insektisidin MED ve MEAM1 biyotipleri üzerindeki etkilerini araştırmışlar, bu insektisitlerin etkilerini yaprak daldırma biyoassayı kullanılarak belirlemişler ve sonuçları, test edilen neonicotinoidler arasında cycloxaprid, *B. tabaci* MED ve MEAM1 ırkına karşı, LC₅₀ değerleri sırasıyla 0.70 mg/L ve 0.59 mg/L olarak saptamışlar ve diğer insektisitlerden daha toksik olduğunu ifade etmişlerdir.

Zimmer ve ark. (2016), belirli insektisitlerle birlikte kullanılan piperonyl butoxide (PBO) 'in laboratuvar ortamında direnç gelişimini baskılayabileceğini ortaya koymuşlar, bununla birlikte, PBO'nun direnç gelişimini baskı altına aldığı mekanizmanın belirsizliğini koruduğunu bildirmişlerdir.

Basij ve ark. (2017), İran'ın farklı bölgelerinden topladıkları 9 farklı *B. tabaci* popülasyonunun imidacloprid ve acetamiprid duyarlılıklarını çalışmışlar, popülasyonların direnç oranını, imidacloprid için 9.72 - 205.20 arasında, acetamiprid için ise 6.38 - 174.57 kat arasında olduğunu bildirmişlerdir. Sitokrom P450s monooksijenaz enzim aktivitesinin, imidacloprid ve acetamiprid'in dirençleriyle ilişkili olduğunu saptamışlar, bu yüzden sitokrom P450s enziminin *B. tabaci*'nin dokuz popülasyonundaki neonikotinoid direncinden sorumlu tek enzim sistemi olduğunu ifade etmişlerdir. Ayrıca, her iki neonikotinoid içinde, LC₉₀ değerlerinin arazi popülasyonlarında tavsiye edilen dozun üzerinde olduğunu bildirmişlerdir.

Naveen ve ark. (2017), Hindistan'da yaptıkları çalışmada yedi *B. tabaci* (Asya-I, Asya-II-1 ve Asya-II-7 genetik grupları) tarla popülasyonunun organofosfatlar, piretroidler ve neonikotinoidlerden seçilmiş insektisitlere karşı mevcut insektisit direnç düzeyini ortaya koymuşlar, en duyarlı popülasyonun Asya-II-7 olduğunu, Asya-I ve Asya-II-1 popülasyonlarının bu insektisitlere karşı önemli derecede direnç gösterdiğini saptamışlardır. LC₅₀ değerlerinin değişkenliği Asya-I genetik grubu için, imidacloprid ve thiamethoxam'da 7, monocrotofos'da 5 ve cypermethrin'de için 3 kat iken, Asya-I-1 genetik grubu için cypermethrin'de 7, deltamethrin'de için 6 ve imidacloprid'de ise 5 kat tespit edilmiştir.

Penk ve ark. (2017), Çin'de 2011 yılında beyazsinek kontrolü için ruhsat alan spirotetramat'ın, Q-tipi *B. tabaci*'nin tarla popülasyonları üzerindeki etkisini değerlendirmek ve direnç yönetimini iyileştirmek için, 2012'den 2016'ya kadar dirençteki değişiklikleri izlemişler, beş coğrafi bölgeden yumurta ve nimflerle yapılan biyoassaylar sonucu, nimflerin spirotetramat'a karşı yumurtalardan çok daha duyarlı olduğunu saptamışlardır. Daha da önemlisi, beş tarla popülasyonunun tamamının direnci 2012'de düşük bir seviyede iken 2016'da ise orta ve yüksek bir seviyeye ulaştığını ifade etmişlerdir. Bu çalışma, Çin'deki *B. tabaci*'ye karşı spirotetramat'a yüksek direnç bildiren ilk rapor olma hüviyeti taşımaktadır.

Şahin ve ark. (2017), 2011 yılı yaz döneminde Antalya'dan toplanan farklı beyazsinek popülasyonlarının neonikotinoid grubu insektisitlere karşı direnç durumunu araştırmış, acetamiprid için hassas bir popülasyona göre LC₅₀ dayanıklılık katsayılarının 4,4 ve 30,4 kat arasında olduğunu gözlemlemişlerdir. Benzer şekilde, hassas popülasyonla karşılaştırıldığında thiamethoxam için dayanıklılığın 8,6 ve 31,8 kat arasında değiştiğini tespit etmişlerdir.

Wei ve ark. (2017), yaptıkları çalışmada thiamethoxam dirençli *A. gossypii* (ThR) popülasyonunun, duyarlı bir *A. gossypii* ile kıyaslandığında thiamethoxam 'a 13.79 kat daha fazla dirençli olduğunu saptamışlardır. Biyoassay sonuçları, ThR popülasyonun bifenthrin (11.71), cyfluthrin (17.90), esfenvalerate (6.85), clothianidin (6.56), methidathion (5.34) ve alfa-cypermethrin (4.53) kat için çapraz direnç seviyeleri geliştirdiğini göstermiş ancak malathion, ometoat, acephate, chlorpyrifos, methomyl, sulfoxaflor veya imidacloprid'e çapraz direnç geliştirmedini göstermiştir. Ayrıca piperonil bütoksit (PBO) ve trifenil fosfat (TPP) sinerjistik olarak dirençli popülasyonda thiamethoxam toksisitesini artırırken, dietil maleat'ın (DEM) önemli düzeyde sinerjistik etki göstermediğini rapor etmişlerdir.

Zang ve ark. (2017), *B. tabaci* B-biyotipinin birçok böcek ilacına karşı yüksek direnç seviyeleri geliştirdiğini bildirmişlerdir. Yaptıkları çalışmada *B. tabaci*'de diafenthiuronun olası direnç mekanizmalarını araştırmak için, duyarlı ırk (S-Lab) kıyasla 36 generasyon seleksiyondan sonra 32,8 kat diafenthiuron-dirençli bir ırk (R-DfWf) elde edilmişlerdir. Biyokimyasal deneyler, R-DfWf ırkında sitokrom P450'nin p-NA'ya karşı aktivitesinin S-Lab ırkından daha yüksek (4.37 kat) olduğunu, benzer şekilde, karboksilesteraz (COE) aktivitesi ve glutation S-transferaz (GST)

aktivitesi, R-DfWf popülasyonundan S-Lab popülasyonundan daha yüksek olduğunu (sırasıyla 3.12- ve 1.83-kat daha yüksek), yedi P450 geninden beşinin ekspresyonunun, R-DfWf popülasyonunda S-Lab popülasyonundan daha yüksek (> 3 kat) olduğunu ortaya koymuşlardır. Çalışma sonucunda sitokrom P450, COE ve GST enzimlerinin *B. tabaci*'de diafenthiuron'a karşı dirençten sorumlu olabileceğini bildirmişlerdir.

Ahmad ve ark. (2018), Pakistan'da *B. tabaci* hassasiyetini belirlemek için yaptıkları çalışmalarda, 1992–2015 yılları arasında amitraz, hexythiazox ve pyridaben etkili maddelerine karşı hiç direnç tespit edememişlerdir. 1992-1997 yılları arasında ise endosülfan etkili maddesine karşı popülasyonun direnç göstermediğini, 1998–2010 yılları arasında ise çok düşük bir direnç seviyesi gösterdiğini, 2011–2015 döneminde de düşük bir direnç seviyesine yükseldiğini saptamışlardır. Chlorfenapyr direncinin 1997–2008 döneminde çok düşük olduğunu, 2009-2011 döneminde yüksek bir seviyeye, 2013 ve 2015'te ise çok yüksek bir seviyeye ulaştığını belirlemişlerdir. Avermectinler arasında abamectin'in, 2013'e kadar çok düşük bir direnç gösterdiğini, 2015'te yüksek bir direnç gösterdiğini ortaya koydular. Emamectin benzoat'ın 2010 yılına kadar çok düşük bir direnç gösterdiğini, ancak 2011-2015 döneminde orta ila yüksek bir direnç gösterdiğini ortaya koymuşlardır.

Bielza ve ark. (2018), İspanya'da tarım araziden toplanan *B. tabaci* popülasyonlarının, spiromesifen'e duyarlı popülasyondan daha dirençli olduğunu ortaya koymuşlar ve bu direncin varlığını doğrulamışlardır. Spiromesifen'e (> 10.000 kat) yüksek direnç gösteren çeşitli popülasyonlar, spirotetramata karşı çapraz direnç göstermiş, ancak direnç oranları çok daha düşük (130 kat) bulunmuştur. *B. tabaci*'nin spiromesifen ($LC_{50} > 30\ 000$ mg/L) ve spirotetramat'a ($LC_{50} = 368.1$ mg/L1) karşı çok dirençli olduğunu ortaya koymuşlardır. Bu çalışma, İspanya'da *B. tabaci* ye karşı spiromesifen ve spirotetramata karşı yüksek direnç bildiren ilk rapor olma özelliğindedir.

Ulusoy ve ark. (2018), yaptıkları çalışmada Adana bölgesindeki pamuk alanlarından 2015-2016 yıllarında toplanan *A. gossypii* popülasyonlarında imidacloprid ve thiamethoxam dayanıklılık düzeyini belirlemek amacıyla biyoassay ve enzim analizleri yapmışlar, analizler sonucunda imidacloprid için 54.6 - 206.5 arasında, thiamethoxam için 5.7 - 65.7 arasında LD50 dayanıklılık katsayıları bulunmuşlardır. Kürkçüler (206.55) popülasyonu imidacloprid için, Körkuyu (RF 65.72) popülasyonu da thiamethoxam için en yüksek LD50 değerine sahip olduğu bildirilmiş, enzim analizi ile

istatistiki anlamda yüksek metabolik direnci ortaya çıkarmışlardır. Her iki insektisit içinde en yüksek enzim aktiviteleri, karboksil esteraz enzimi Korkuyu popülasyonunda 17,8 nM/dk/mg protein, glutathion S-transferaz (GSTs) enzimi, Bahçe popülasyonunda 142,3 nM/dk/mg protein ve Korkuyu popülasyonunda 3,8 nM/dk/mg protein ile en yüksek sitokrom P450 monooksijenaz enzim aktivitesi bulunmuştur. Araştırmacılar bu çalışma sonucunda ile Türkiye’de neonicotinoidlere karşı *A. gossypii*’de direnç gelişmesini ve bu direncin kırılması için yeni yönetim stratejilerine ihtiyaç olduğunu bildirmişlerdir.

Wang ve ark. (2018), Çin’de 9 coğrafi bölgeden toplanan 18 *B. tabaci* popülasyonu üzerine cyclozaprid duyarlılığı ve cyclozaprid ile laboratuvarından seçilen bir dirençli ırkın diğer önemli neonikotinoidler arasında çapraz direnç olasılığını belirlemek için çalışmalar yapılmışlar, 18 popülasyona ait LC50 için cyclozaprid 0.84 ila 12.17 mg/L arasında değişmiştir. Ayrıca, imidacloprid’e-dirençli tür hassas laboratuvar ırkı ile karşılaştırıldığında, imidacloprid’e karşı 27.9, direnç ve acetamiprid’e 16.3, thiacloprid’e 13.7 ve nitenpyram’a 16.6 kat karşı daha düşük çapraz direnç seviyesi gösterdiğini bulmuşlardır. Cyclozaprid’e karşı ise çapraz direnç oluşmamış (1.9 kat), bu sonuçlar ile cyclozaprid etkili maddesinin beyazsinek yönetimi için imidacloprid seleksiyon baskısını azaltabilecek etkili bir alternatif insektisit olabileceğini ifade etmişlerdir.

Satar ve ark. (2018), yaptıkları çalışma duyarlı SUD-S ırkı ile *B. tabaci* popülasyonları karşılaştırıldığında test edilen tüm neonikotinoidlere beyazsineklerin dirençli olduğunu göstermişlerdir. En yüksek direnç faktörü, Kumluca’da imidacloprid için 2060 kat, en düşük değer ise Samandağ’da thiamethoxam için 5.36 kat olduğunu bildirmişlerdir. Ayrıca, Monooksijenaz aktivitesinde de en yüksek enzim düzeyi Kumluca ve Kazanlı, en düşük Samandağ popülasyonlarında belirlenmiş, dayanıklılıktan sorumlu olan mekanizmanın monooksijenaz enzimi olduğu tespit etmişlerdir.

2.5.2. Pestisit kalıntısı ile ilgili yapılan çalışmalar

Yöntem geliştirme çalışmaları

Pestisit kalıntıları ile ilgili çalışmalar dünyada ilk olarak 1950’li yıllarda başlamıştır. Amerika’da tarımsal ürünlerdeki pestisit kalıntıları ile ilgili araştırma sonuçları 1954 yılında yayınlanmıştır (Walker ve ark., 1954). Kanada’da bu tip çalışmaların 1967

yılından itibaren, İngiltere’de ise 1969 yılından itibaren yapılmaya başlandığı bildirilmektedir (Burçak ve ark., 2015).

Pestisit kalıntıları ile ilgili çalışmalar, 1960’lı yıllarda pestisitlerin kalıntı limitlerinin tespit edilmesi ve bu limitlere göre son ilaçlama ile hasat arasındaki sürenin belirlenmesi şeklinde yapılmıştır (Dormal ve Çakıllar, 1971).

1970’li yıllar itibariyle Dünyada pestisit kalıntıları konusunda yapılan çalışmalar özellikle yeni ve daha duyarlı analiz yöntemlerinin ortaya konması ve bu yöntemlerin çeşitli ürünlere uygulanması şeklindedir. Pestisit kalıntı analizi için en etkili yaklaşım çoklu kalıntı analiz yöntemleridir. Kayda değer ilk çoklu kalıntı analiz yöntemi 1963 yılında bildirilmiştir (Mills ve ark. 1963). Ancak bu yöntemin organik fosforlar gibi aşırı polar pestisitler için uygun olmaması nedeniyle 1970’lerde yeni yöntemler geliştirilmiş, orta polar pestisitlerin yüksek geri kazanımı sağlanmıştır (Anastassiades ve ark., 2003a).

Luke ve ark. (1981), yaptıkları çalışmada 70 pestisit için çoklu kalıntı analiz yöntemini geliştirmişlerdir. Bu yöntem AOAC Resmi Yöntemi (No:985.22) olarak tanınmıştır.

2000’li yıllarda tarımsal ürünlerde kalıntıların izlenmesi ile ilgili yöntem çalışmalarına ağırlık verilmeye başlanmıştır. Fransa’da özellikle katı faz mikro ekstraksiyon (SPME) yöntemleri üzerine çalışmalar ağırlık kazanmıştır (Burçak ve ark., 2015).

Anastassiades ve ark. (2003b), tarafından hızlı çoklu kalıntı analiz yöntemi üzerinde çalışılmış, basit bir ekstraksiyon işlemi sonucunda SPE (katı faz ekstraksiyonu) ile clean-up yapılmış, farklı sınıflardan toplam 300 pestisit % 90’ın üzerinde geri kazanım ve % 5’in altında tekrarlanabilirlik elde edilmiştir. Bu yöntemin sebze ve meyvelerde pestisit izleme programlarında kullanılabileceği ve Avrupa’nın yeterlilik testlerinde test örneklerinin analiz edilmesinde tüm ilgili pestisitler için başarıyla sonuç verebileceği bildirilmiştir. Bu yöntem daha sonra dahada geliştirilmiş, halen dünyada ve ülkemizde resmi yöntem olarak kullanılmakta ve Quechers yöntemi olarak da bilinmektedir (Burçak ve ark., 2015).

Rutin kalıntı analiz çalışmaları

Öden ve ark. (1959), mikrobiyoassay yolu ile kirazlarda DDT tayini üzerine bir çalışma yapmış, *Drosophila melanogaster*’in (Meig.) (Dipt.: Drosophilidae) ölüm oranlarına dayanarak örneklerdeki DDT kalıntı miktarlarını tayin etmişlerdir.

Kaya (1960), metil bromid ile fümige edilen antep fıstıklarında Dudley yöntemi ile bakiye tayini çalışması yapmıştır. Elde edilen sonuçlara göre; ortalama olarak uygulamadan yedi gün sonra tespit edilen bakiye miktarlarının Amerika Birleşik Devletleri tolerans değerlerini (5-75 ppm) aşmadığı bildirilmiştir.

Güvener ve ark. (1965), ekonomik öneme sahip meyvelerden birisi olan elmada ilaç kalıntıları üzerine çalışmalar yapmışlardır. 1964 yılında ise 2, 5, 12, 20 gün sonra alınan numuneler muntazaman tahlil edilmiş 2 gün sonra alınan numunelerde bile ilaç bakiyeleri gusathion için tolerans sınırında, DDT ve Kelthan için toleranslarının altında bulunmuşlardır. 20 gün sonra ise bunlar daha da düşmüşlerdir. Son ilaçlamadan 20 gün sonra elmalar tam olgunluğa erişmediği ve bulunan bakiye miktarları toleransların altında olduğundan tatbik dozlarının ülkemiz şartlarına uygun olduğu sonucuna varmışlardır.

Güvener ve Günay (1967), 1965 ve 1966 yılları arasında kirazlarda Kiraz sineği (*Rhagoletis cerasi* L.) (Dipt.: Tephritidae) ve portakalda Akdeniz meyve sineği (*Ceratitidis capitata* (Wied.)) (Dipt.: Tephritidae) mücadelesinde kullanılan dimethoate kalıntı miktarının insan sağlığına zararlı seviyede bulunup bulunmadığını tespit etmek için çalışmışlar, kirazlarda bu ilacın, 14 gün olarak belirlenen bekleme süresine uyulması halinde kullanılabileceğini belirtmişlerdir. Ancak mandarinlerin iç kısmında ve kabuklarında toleransın çok üstünde kalıntı bulunduğunu bu nedenle de dimethoate uygulamasının *C. capitata* mücadelesinde kullanılmamasının gerektiği sonucunu varmışlardır.

Otacı ve ark. (1972), 1960 ve 1970 yıllarında Göztepe, Kızıltoprak, Erenköy ve Bostancı pazarlarından, manavlardan alınan ve Adana'dan getirilen domates, sivribiber, dolmalık biber, patlıcan, hıyar, kabak ve bamya gibi sebzelerde parathion kalıntı tayinlerini yapmışlar ve Batı Almanya ile FDA'nın kabul ettiği ve Kodeks Komitesinin teklif ettiği toleransların altında oldukları tespit etmişlerdir.

Güvener (1972), çay koşnili (*Chloropulvinaria floccifera* (Westw.)) (Hom.: Coccidae)'ne karşı ilaçlanan çaylarda DDT, carbaryl, lebaycid ve parathion bileşimli ilaçların kalıntılarını araştırmışlar, DDT ve lebaycid'in tolerans değerlerini aştığını, carbaryl kalıntısına ise ya hiç rastlanmamış ya da tolerans değerlerinin altında olduğunu ifade etmişlerdir.

Güvener ve ark. (1977), 1973-1977 yılları arasında satışa sunulan sebze, meyve bitkisel yağ ve ve unlu gıdalar gibi ürünlerden yapılan çalışma sonucu 372 örnekte klorlandırılmış hidrokarbonlu ve organik fosforlu insektisit kalıntılarını araştırmışlar, araştırma bulgularına göre bu örneklerin 16 tanesinde aldrin ve dieldrin miktarları toleransların üzerinde bulunduğunu bildirmişlerdir.

Yiğit (1977), marmara Bölgesi'nde birçok meyve ve sebze de pestisit kalıntılarını araştırmış, örneklerin %83'ünde çeşitli pestisit kalıntılarına rastlamıştır. Analize alınan meyve ve sebze örneklerinin ortalama % 4'ünde, % 10 ile 16 arasında değişen miktarlarda tolerans üstü kalıntı tespit etmiştir. Tespit edilen etkili maddelerden bazılarının DDT, endosülfan, parathion, lindane ve aldrin olduğunu bildirmiştir.

Tufan (1984), 1981-1982 yıllarında İzmir Santral halinden temin edilen 19 meyve ve 35 sebze örneğinde insektisit kalıntılarını araştırılmış, analiz sonucu örneklerde BHC, dieldrin, heptachlor gibi klorlandırılmış hidrokarbonlu ve malathion, parathion, diazinon gibi organik fosforlu insektisit kalıntıları tespit etmiştir. Bulunan kalıntı miktarlarının çeşitli ülkelerin tolerans değerlerinden düşük olduğu ifade edilmiştir.

Aysal ve ark. (1998), tarafından domates yetiştiriciliğinde yaygın olarak kullanılan organik fosforlu insektisitlerden biri olan chlorpyrifos'un domates ve domates ürünlerindeki kalıntısını belirlemek için denemeler yapılmış, domates ve domates ürünlerindeki toplam kalıntı miktarlarına bakıldığı zaman salçada erken sezonda kalıntı miktarının en yüksek olduğu bildirilmiştir.

1996 yılında AB (Avrupa Birliği) komisyonunun direktifleri doğrultusunda pestisit kalıntı izleme programı çerçevesinde üye ülkeler elma, üzüm, domates, çilek ve marul ürünlerinde çalışmalar yapmışlar, sonuç olarak, toplam örneğin % 60'ını kalıntı tespit edilemeyen örnek miktarı, % 37'sini MRL değerinde veya altında kalıntı tespit edilen örnek miktarı ve % 3'ünü ulusal ve uluslararası MRL değerinin üzerinde kalıntı tespit edilen örnek miktarı oluşturmuştur (Anonim, 1998).

1997 yılında AB komisyonunun direktifleri doğrultusunda pestisit kalıntı izleme programı çerçevesinde üye ülkeler mandalinada 1037, bezelyede 1354, muzda 1193, taze fasulyede 779 ve patatesten 1658 numune olmak üzere toplam 6021 numunede çalışmışlar, toplam örneğin % 61'ini kalıntı tespit edilemeyen örnek miktarı, % 36'sini MRL değerinde veya altında kalıntı tespit edilen örnek miktarı ve % 5,5'ini ulusal ve

uluslararası MRL deęerinin üzerinde kalıntı tespit edilen örnek miktarı oluşturmuştur (Anonim, 1999).

1998 yılında AB komisyonunun direktifleri doğrultusunda pestisit kalıntı izleme programı çerçevesinde üye ülkeler portakalda 1592, şeftalide 1240, havuçda 1429, ıspanakta 913 numune olmak üzere toplam 5174 numunede çalışmalar yapmışlar, toplam örneğin % 61'ini kalıntı tespit edilemeyen örnek miktarı, % 36'sını MRL deęerinde veya altında kalıntı tespit edilen örnek miktarı ve % 3,3'ünü ulusal ve uluslararası MRL deęerinin üzerinde kalıntı tespit edilen örnek miktarı oluşturmuştur (Anonim, 2000).

1999 yılında AB komisyonunun direktifleri doğrultusunda pestisit kalıntı izleme programı çerçevesinde üye ülkeler karnabaharda 942, biberde 1730, buğday ununda 1159, kavunda 876 numune olmak üzere toplam 4707 numunede çalışmalar yapmışlar, sonuç olarak, toplam örneğin % 64'ünü kalıntı tespit edilemeyen örnek miktarı, % 32'sini MRL deęerinde veya altında kalıntı tespit edilen örnek miktarı ve % 4,3'ünü ulusal ve uluslararası MRL deęerinin üzerinde kalıntı tespit edilen örnek miktarı oluşturmuştur (Anonim, 2001).

Azar ve Kıvan, (2000), Bursa'da pazardan alınan limonlarda bazı insektisit kalıntılarının belirlenmesi üzerine yaptıkları çalışmada 6 aylık sürede pazar ve marketlerden alınan 36 adet limon örneğinde organik klorlu, organik fosforlu, sentetik piretroit ve dięer gruplara dahil 100 adet insektisit kalıntısı incelenmişlerdir. 30 örnekte (% 83) çeşitli pestisit kalıntıları tespit edilmiş, 6 örnekte ise incelenen pestisitlerin kalıntısına rastlanmamış, örneklerden 8 adedinde (% 22) MRL'ini aşan miktarlarda kalıntıya rastlanmıştır. Analizlerde, chlorpyrifos-ethyl, buprofezin, carbofuran, methidathion, bromopropylate, parathion-methyl, cypermethrin, ve dicofol kalıntısı tespit edilmiştir. Örneklerin 25 tanesinde chlorpyrifos-ethyl kalıntısı tespit edilmiş, bunlardan 5'inde tespit edilen kalıntılar MRL'nin % 4 ile % 32 arasında deęişen oranlarda bulunduğunu bildirmişlerdir.

2000 yılında AB komisyonunun direktifleri doğrultusunda pestisit kalıntı izleme programı çerçevesinde üye ülkeler pirinçde 869, salatalıkta 1202, lahanada 914, bezelyede 711 numune olmak üzere toplam 3696 numunede çalışmalar yapmış, toplam örneğin % 61'ini kalıntı tespit edilemeyen örnek miktarı, % 34'ünü MRL deęerinde

veya altında kalıntı tespit edilen örnek miktarı ve % 4,5'ini ulusal ve uluslararası MRL değerinin üzerinde kalıntı tespit edilen örnek miktarı oluşturmuştur (Anonim., 2002).

2001 yılında AB komisyonunun direktifleri doğrultusunda pestisit kalıntı izleme programı çerçevesinde üye ülkeler elmada 2641, domateste 2016, marulda 1838, çilekde 1652, üzümde 1721 olmak üzere toplam 9868 numunede çalışmalar yapmışlar, sonuç olarak, toplam örneğin % 59'unu kalıntı tespit edilemeyen örnek miktarı, % 37'sini MRL değerinde veya altında kalıntı tespit edilen örnek miktarı ve % 4,3'ünü ulusal ve uluslararası MRL değerinin üzerinde kalıntı tespit edilen örnek miktarı oluşturmuştur (Anonim, 2003).

Coscolla (2001), İspanya'da MRL'nin saptanması için üretim hacmi, coğrafik dağılım ve mevsimsel durumlara göre yılda 3000'den fazla sebze örneği alarak 5 yıllık çalışma yürütmüş, örneklerin %40'ından fazlasında kalıntı bulunmasına rağmen yalnızca çok az bir kısmında (%3,67) MRL'ler aşılmıştır. İhracat ürünlerinde de bazı problemler görülmüş en göze çarpan durumun 1999'da biberdeki methamidophos kalıntısı olduğu tespit edilmiştir.

2002 yılında AB komisyonunun istekleri doğrultusunda pestisit kalıntı izleme programı çerçevesinde üye ülkeler armutda 1330, muzda 883, taze fasulyede 896, patateste 1502, havuçta 1457, portakal ve mandalinada 2144, şeftalide 1190 ve ıspanakta 644 numune olmak üzere toplam 10046 numunede çalışmalar yapmışlar, toplam örneğin % 56'sını kalıntı tespit edilemeyen örnek miktarı, % 38'ini MRL değerinde veya altında kalıntı tespit edilen örnek miktarı, % 5,5'ini ulusal ve uluslararası MRL değerinin üzerinde kalıntı tespit edilen örnek miktarı oluşturduğu kayıt altına alınmıştır (Anonim, 2004).

Durmuşoğlu (2002), 1999-2000 yıllarında İzmir'de Menderes, Emiralem, Kemalpaşa ve Seferihisar ilçe pazarlarından topladığı örneklerin analizi sonucu 32 adet domates örneğinden 12 tanesinde organik fosforlu insektisit kalıntısına rastlamış, sadece bir örnekte dichlorvos, bir başka örnekte chlorpyrifos-ethyl, iki örnekte ise parathion-methyl kalıntısı tolerans değerlerinin üzerinde tespit edilmiştir. 32 adet hıyar örneğinin 14 tanesinde aranan organik fosforlu inektisitlerin kalıntısına rastlanmıştır. Dichlorvos'un iki örnekte tolerans değerinin altında, bir örnekte tolerans değerinin çok az üzerinde ve bir diğer örnekte de tolerans değerinin 3 kat üzerinde tespit edildiği belirtilmiştir.

Ay ve ark. (2003), Isparta ilindeki elma bahçelerinde yaygın olarak kullanılan chlorpyrifos ve diazinon'un kalıntı düzeyleri üzerinde yaptıkları çalışmada analiz edilen elma örneklerinin % 22.86 'sında chlorpyrifos, % 71'inde ise diazinon kalıntısı tespit etmişlerdir.

Günçan ve Durmuşoğlu (2003), Mustafakemalpaşa (Bursa) ilçesinde yetiştirilen sanayi domateslerinden alınan örneklerde, organik fosforlu insektisitlerden bazılarının kalıntılarını araştırmış, hasat dönemi başında alınan 15 örneğin altısında toleransı aşmayan miktarlarda dichlorvos kalıntısı tespit edilmiştir. Hasat döneminin sonlarına doğru alınan 15 örneğin dördünde yine toleransı aşmayan miktarlarda dichlorvos kalıntısına tesadüf edilmiştir. Ancak bu örneklerin 10 tanesinde domateste ruhsatlı olmayan methamidophos kalıntısına rastlanmış ve bunlardan sekizindeki değerler, % 10-70 arasında değişen oranlarda toleransın üzerinde bulunmuş, sadece bir örnekte tespit edilen parathion-methyl kalıntısının toleransın yaklaşık üç kat üzerinde bulunduğu tespit etmiştir.

2003 yılında AB komisyonunun direktifleri doğrultusunda pestisit kalıntı izleme programı çerçevesinde üye ülkeler karnabaharda 631, biberde 1754, buğday 1021, patlıcanda 706 numune, pirinçde 635 numune, üzümde 2163, salatalıkta 1150 ve bezelyede 519 numune olmak üzere toplam 8579 numunede çalışmalar yapmışlar, sonuç olarak, toplam örneğin % 65'ini kalıntı tespit edilemeyen örnek miktarı, % 32'sini MRL değerinde veya altında kalıntı tespit edilen örnek miktarı ve % 3'ünü ulusal ve uluslararası MRL değerinin üzerinde kalıntı tespit edilen örnek miktarı oluşturmuştur (Anonim, 2005).

Tatlı (2006), yaptığı çalışmada toplam 128 adet yaş meyve, sebze ve kurutulmuş gıda örnekleri incelenmiş, 42 adet numunede en az bir adet pestisit kalıntısına rastlamış, 3 adet numunede ise TGK ve AB MRL toleranslarının üzerinde kalıntı tespit edildiğini bildirmiştir.

Ay ve ark. (2007), Isparta ili'nin yoğun elma üretimi yapılan ilçelerinden 2006 yılı hasat mevsiminde depoya yeni konan elmalardan alınan örneklerde, bölgede yoğun olarak kullanılan 5 ilacın kalıntısı GC ve HPLC ile incelemişlerdir. Çalışma kapsamında incelenen 82 adet elma örneğinden 21 tanesinde (19'unda tolerans değerinin üzerinde) diazinon, 24 tanesinde (tümünde tolerans değerinin üzerinde) paration-methyl, 14 tanesinde (sadece bir tanesinde tolerans değerinin üzerinde) methidathion, 29 tanesinde

(24'ünde tolerans deęerinin üzerinde) chlorpyrifos, 53 tanesinde (14'ünde tolerans deęerinin üzerinde) 3.5.6-trichloro-2-pyridinol ve 55 tanesinde (40'inde tolerans deęerinin üzerinde) carbendazim bulunduęunu bildirmişlerdir.

Ersoy ve ark. (2011a), Konya yöresinde halkın tüketimine sunulan mahalli pazarlar ve marketlerden toplanan 101 adet yaş üzüm ve 10 adet çilek meyvelerinde 203 adet pestisit kalıntı düzeylerinin belirlenmesine yönelik olarak yaptıkları çalışmada 3 adet yaş üzüm numunesinde 33, 34 ve 47 µg/kg (tolerans deęeri 20 µg/kg) düzeylerinde İmazalil, 2 adet yaş üzüm numunesinde 337 ve 433 µg/kg Benomyl-Carbendazim (tolerans deęeri 300 µg/kg) bulmuşlar, bir üzüm numunesinde Monocrotophos kalıntısı 1100 µg/kg olup, Türk Gıda Kodeksi (TGK)'nin limit deęeri olan 20 µg/kg seviyesini 55 kat aştığını tespit etmişlerdir. Ayrıca, 3 yaş üzüm örneğinde kullanımı tamamen yasak olan acetamipridin (TGK tolerans deęeri 10 µg/kg) 4, 30 ve 37 µg/kg düzeylerinde olduğu tespit edilmiştir. İncelenen 10 adet çilek numunesinin 3 tanesinde ise kullanımı yasak olan chlorpyrifos'un 5.0, 11.0, 10.0 µg/kg düzeylerinde kalıntısına rastlanmış, çilek numunelerinde, kalıntısız örnek oranı %70, kalıntılı örnek, limit üzerinde kalıntılı örnek ve yasaklı kimyasal kullanılan örnek oranları ise %30'ar olarak tespit edildiğini bildirmişlerdir.

Ersoy ve ark. (2011b), Konya ilinde yaptıkları çalışmada, bir domates örneğinde kullanımı tamamen yasak olan oxamyl'in (TGK tolerans deęeri 10.0 µg/kg) yaklaşık 7 kat üstünde olduğu, bir biber örneğinde 112.0 µg/kg ethion ve 75.0 µg/kg triazophos bulunduęunu bir başka biber örneğinde de 120 µg/kg benomyl carbendazim' in TGK'nın tolerans deęeri olan 100.0 µg/kg deęerinin üzerinde olduęunu tespit etmişlerdir. Alınan 10 adet patlıcan numunesinde ise, kullanımı yasaklanmış Oxamyl'in yaklaşık 11 kat yani 107.0 µg/kg düzeyinde olduğu saptanmış, bunun yanında 3 farklı patlıcan örneğinde de imidacloprid (TGK tolerans deęeri 20.0 µg/kg) sırasıyla 49.0, 190.0 ve 64.0 µg/kg düzeylerinde bulunduęu kayıt altına alınmıştır.

Ersoy ve ark. (2011c), sert çekirdekli ve sert kabuklu meyve türlerinde bazı pestisit kalıntıları üzerine yaptıkları araştırma bulgularına göre, bir kayısı numunesinde 281.0 µg/kg amitraz düzeyinin Türk Gıda Kodeksi'nde bulunmasına izin verilen tolerans deęerinin (50.0 µg/kg) yaklaşık 6 katı olduęunu, bir kiraz numunesinde tamamen yasaklanan monocrotophos pestisitinin 26.0 µg/kg düzeyinde olduęunu, bir vişne numunesinde de kullanımı yasaklanan 5.0 µg/kg düzeyinde chlorpyrifos pestisit

kalıntısının bulunduğunu, yine bir şeftali numunesinde 929.0 µg/kg chlorpyrifos pestisit kalıntısının bulunup elde edilen değerin Türk Gıda Kodeksin’de belirtilen tolerans değerinin (200.0 µg/kg) oldukça üzerinde olup, yaklaşık 5 katı bir değer gösterdiğini saptamışlardır.

Fernandes ve ark. (2012), pestisitlerin dünyada yaygın olarak kullanılan kimyasallar olduğunu ve insanların düşük dozlarda bile pestisit kalıntılarına maruz kaldığını bildirmişlerdir. Araştırmacılar, Portekiz'deki çilek yetiştiriciliğinde, farklı tarım tekniklerinin pestisit kalıntıları üzerindeki etkilerini belirlemek için. 25 pestisiti gaz kromatografisi-kütle spektroskopisi ile çalışmışlardır. Sonuç olarak fludioksanil, bifenthrin, mepanipirim, tolyfluanid, sitprodinil, tetraconazole ve malathion’un maksimum kalıntı limitlerinin altında olduğunu bildirmişlerdir.

Mutengwe ve ark. (2016) birçok ülkede, ihraç edilen ürünler dışındaki yerel pazarlarda satılan taze ürünlerin genel olarak tarımsal kimyasal artıklar için analiz edilmediğini bildirmiş, bu durum yerel ürünlerin güvenilirliği konusunda endişelere yol açmaktadır. Ulusal bir pestisit izleme programının oluşturulmasının ülke için çok önemli olduğunu ve pestisitlerin iyi tarım uygulamaları ile uyumlu olmasını sağlayacak önlemlerin alınması gerektiğini belirtmiştir. Aynı araştırmacılar 2009-2014 döneminde 6 yıl boyunca ihracat için taze numunelerdeki 73 pestisit kalıntısı seviyelerini analiz etmişlerdir. Elde edilen sonuçlara göre numunelerde % 56,46 pestisit tespit edilmiş ve % 0,78 oranında MRL seviyesinin üzerinde kalıntı bulunduğunu belirtmişlerdir. Maksimum kalıntı seviyelerini aşan en yaygın pestisitlerin sırasıyla imazalil (% 37,71), prochloraz (% 28,69) ve iprodion (% 5,74) olduğunu tespit etmişlerdir.

Dinçay ve Civelek (2017), yaptıkları çalışmada Muğla ili Ortaca bölgesinde yetiştirilen turunçgillerde kullanılan insektisitlerin kalıntı düzeylerini araştırmışlar, çalışma için Ortaca bölgesini temsilen seçilen 54 bahçeden alınan numuneler kullanılmıştır. Analiz sonuçlarına göre; turunçgillerde ruhsatlı insektisit kalıntı düzeylerinin 50 numunede (%92.59) Türk Gıda Kodeksi MRL değerlerini aşmadığı, 4 numunede ise (%7.41) MRL değerlerini ortalama 1-20 ug/kg düzeyinde aştığını bulmuşlardır. Ancak tespit edilen tüm insektisitlere bakıldığında %52’sinin turunçgilde ruhsatlı, %26’sinin turunçgilde ruhsatsız ve %22’sinin ise ülkemizde kullanımı sonlandırılmış ve yasaklanmış insektisitler olduğu görülmektedir. Tüm bu sonuçlar bir araya geldiğinde 54 numuneden

26 tanesinin uygun olmadığı yani numunelerin %48'inin tüketim yönünden riskli olduğu sonucuna varmışlardır.

Dinçay ve ark. (2017), bu çalışma ile İzmir ilinde satsuma mandalinaları ve Antalya ilindeki narlarda uygulanan insektisitlerin kalıntılarının belirlenmesini hedeflemişler, kalıntı analizlerinde numunelerde tespit limitleri üzerinde (0.005 mg/kg) malathion, spinosad, tau-fluvalitate, esfenvalerate ve deltamethrin etken maddelerine rastlamışlardır. Satsuma mandalina numunesi analiz sonuçlarında ise 2013 yılında dört numunede, 2014 yılında yedi numunede malathion kalıntı değerleri MRL üzerinde olduğunu tespit etmişlerdir.

Stachniuka ve ark. (2017) , yaptıkları çalışmada Polonya'lı çiftçilerden satın alınan taze ve dondurulmuş meyve ve sebzelerin pestisit kalıntılarını incelemişler, toplam 60 örnekte (siyah kuş üzümü, kırmızı kuş üzümü, ahududu, kiraz, çilek, böğürtlen, karnabahar ve brokoli) 60 adet pestisit tayini için LC-MS / MS yöntemini kullanılmışlar, 46 örnekte, fungusit ve insektisit olmak üzere 15 bileşiğin kalıntılarını tespit etmişlerdir. Kalıntıları maksimum kalıntı limitlerinin (MRL) üstünde olan numuneleri % 15 oranındadır. Pestisit kalıntıları en çok siyah kuş üzümü (% 50), brokoli (% 36.4), ahududu (% 29) ve kırmızı kuş üzümü (% 21,8) örneklerinde tespit edilmiş, en sık rastlanan pestisitlerin ise carbendazim ve acetamiprid olduğunu belirtmişlerdir.

Zengin ve Karaca (2017), 2015-2016 yılları arasında Uşak İlinde örtü altı üretimi yapılan domateslerden alınan örneklerdeki 249 adet pestisit kalıntı düzeylerinin belirlenmesi amacıyla gerçekleştirdikleri çalışmada 60 adet domates numunesinin %63'ünde pestisit kalıntısını tespit edilebilir değerlerde bulamamışlar, pestisit kalıntısı tespit edilen %37'lik kısımda ise bu pestisitlerin hiçbiri maksimum kalıntı limitlerini aşmamış, tespit edilen pestisitler arasında en çok rastlanılanın ise imidacloprid olduğunu bildirmişlerdir.

Polat ve Tiryaki (2018), 2017 yılında açık alan domates yetiştiriciliği yapılan Çanakkale ilinde Entegre zararlı yöntemi gözetilerek mücadele ve geleneksel mücadele yapılan alanlardaki pestisit kalıntılarını araştırmışlar, analiz sonuçlarına göre hiçbir pestisit kalıntısı MRL (Maksimum Kalıntı Seviyesi) düzeyini aşmamıştır. Sadece chlorpyrifos-methyl, fenamidone, propamocarb ve pyrimethanil'in kalıntı seviyesi tayin limitinin (LOQ) üzerinde çıktığını bildirmişlerdir.

Vilca ve ark. (2018), Peru'da yaptıkları çalışmada 2010- 2011 hasatından itibaren 37 kinoa örneğinde 40 pestisit için yöntem validasyonu yapmış, RSD ≤ 23 ile % 31.6 ve 125.1 arasında olan geri alımı değerlendirmek için 0.01 ve 0.1 mg/kg spike edilmiş kinoa kullanıldığını bildirmiştir. Yöntemin $r^2 \geq 0.99$ doğrusallık gösterdiğini ve analiz edilen örneklerde hiçbir pestisit kalıntısı gözlemlenmediğini bildirmişlerdir.

Yakar (2018), yaptığı çalışmada Hatay'da yerel marketlerden temin edilen 60 adet çekirdeksiz üzüm numunesi 80 adet pestisit kalıntısı bakımından incelemiş, yapılan analizlerde carbendazim, azoxystrobin, cypermetrin, cyprodinil, metalaxyl, chlorpyrifos, myclobutanil, fludioxonil, dimethomorph, dithiocarbamate ve imazalil kalıntıları tespit edilmiştir. 9 numunede ise tespit edilen carbendazim ve imazalil miktarlarının maksimum kalıntı limitlerini aştığı kaydedilmiştir.

Algharibeh ve Alfararjeh (2019), Ürdün'de üretilen toplam 158 meyve ve sebze örneğini Sıvı Kromatografi-tandem Kütle Spektrometresi (LC-MS / MS) ve QuEChERS ekstraksiyon yöntemi ile çoklu kalıntı analiz tekniği kullanılarak pestisit kalıntılarının varlığı açısından incelenmişler, analiz edilen numuneler arasında 34'ü (% 22), maksimum kalıntı limitlerinin (MRL) üzerinde, 51'inin (% 32) MRL'nin altında pestisit kalıntısı tespit etmişlerdir. Tespit edilen kalıntıların çoğu tatlı biber, şeftali ve kayısı örneklerinde bulunmuş, analiz edilen 113 pestisitten, 9 tanesinin (exaconazole, propargite, propiconazole, myclobutanil, thiamethoxam, thiacloprid, clothianidin, clofentezine ve pyridaben) Avrupa MRL düzeylerinin üstünde 22 adet pestisit bulunduğunu saptamışlar, Ürdün meyve ve sebzelerde pestisit kalıntıları için sürekli bir izleme programını şiddetle tavsiye etmişlerdir.

Bakırcı ve ark. (2019), Manisa ilinde bulunan halka açık satış alanlarından 2017 yılında temin edilen 232 asma yaprağı (*Vitis vinifera* L.) örneğinde 318 pestisit kalıntısını analiz etmişler, 85 (%36.6) numunede pestisit kalıntısına rastlanmış olup toplam 52 numunede (%22.4) TGK MRL'lerin üzerinde pestisit etken maddesi tespit edilmiştir. Analiz edilen örneklerde 318 adet pestisit etken maddesinden, 42 farklı pestisit ve 210 farklı sonuç elde edilmiş olup bu sonuçların 92'sinin ise MRL değerlerinin üzerinde olduğu belirlenmiştir. Analiz edilen asma yapraklarında en çok rastlanan etken maddenin metalaxyl, TGK MRL değerleri üzerinde çıkan etken maddenin ise azoxystrobin olduğu belirtilmiştir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

Çalışmada kullanılacak ana materyali domates (*Lycopersicon esculentum* Mill.) bitkileri, Beyazsinek [*Bemisia tabaci* (Gennadius) (Hemiptera: Aleyrodidae)] ergin ve nimfleri, neonikotinoid grubu insektisitlerden acetamiprid, imidacloprid ve thiamethoxam etken maddeleri oluşturmuştur. Bitki üretimi çalışmaları için saksı, torf ve domates tohumları kullanılmıştır.

Biyoassay çalışmaları sırasında, kabin (50cm x 50cm x 60 cm), aspiratör, polistiren tek kullanımlık kristal bardak (200ml'lik), ambalaj lastiği, tül, hassas terazi, parafilm, pens, 100, 250, 500 ml'lik mezürler, 50, 100, 1000 ml'lik beherler, 50, 100, 250, 500 ml'lik balon jojeler, 100, 1000, 5000 µl'lik pipetler, huni, lateks eldiven kullanılmıştır.

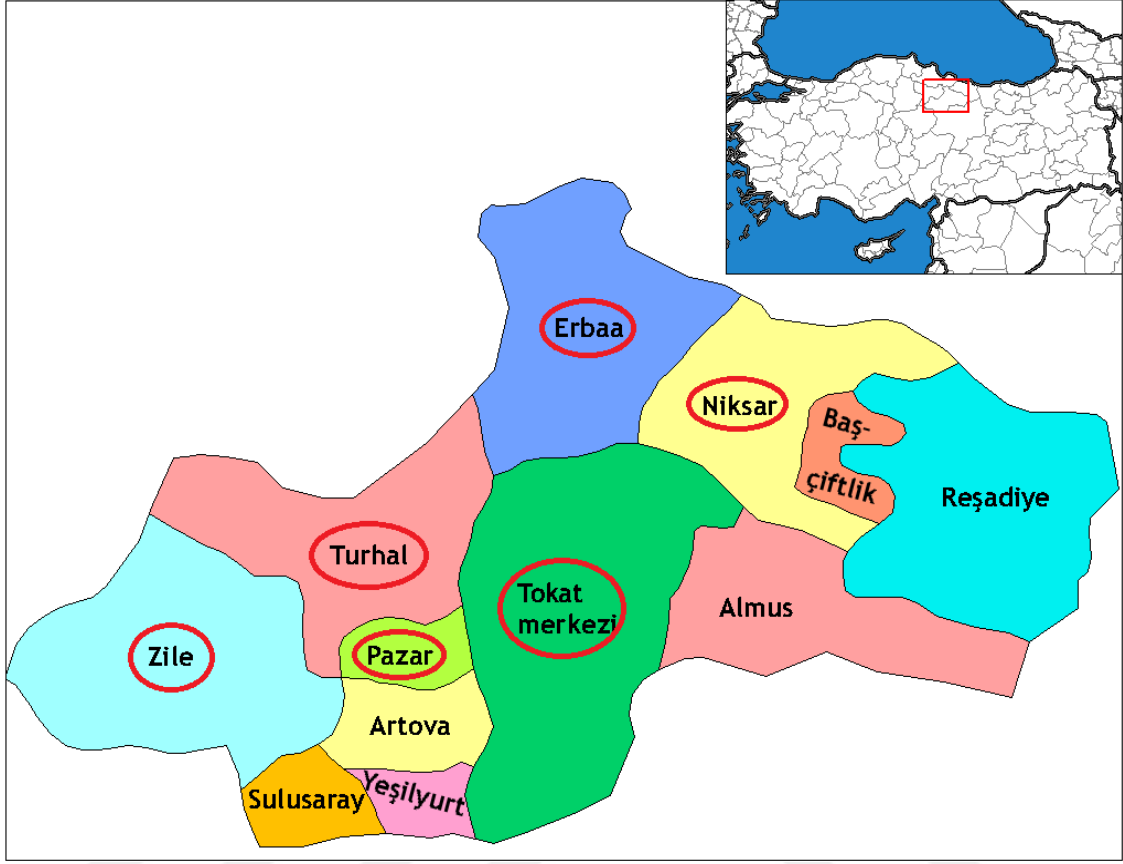
Biyokimyasal çalışmalarda kinetik mikropate reader, eppendorf tüpleri ve uyumlu homejenizatör, 96 kuyulu düz tabanlı mikropate, pH metre, ultrasonik banyo ve çeşitli kimyasal malzemeler kullanılmıştır.

Kalıntı çalışmasının ana materyalini domates üretim alanlarından, sebze halinden, semt pazarlarından, farklı satıcılardan (Bakkal, manav vb.), marketlerden toplanan domates numuneleri ve bu üründe kalıntısı aranan *Bemisia tabaci*'ye ruhsatlı neonikotinoid grubu acetamiprid, imidacloprid, thiamethoxam, clothianidin ve thiacloprid etken maddeleri oluşturmaktadır. Ayrıca acetamiprid, imidacloprid, thiamethoxam, clothianidin, thiacloprid standart maddeleri (% 99 saflıkta), 10, 100, 1000, µl'lik pipetler ve pipet uçları, hassas terazi, tartım kabı, lateks eldiven, sanayi tipi öğütücü, 15, 50 ml'lik falkon tüpleri, piset, ultrasonik banyo, C18 kolon, 2 ve 12 ml'lik vida kapaklı vialler, 5 ml'lik şırıngalar, 45/25 mm'lik şırınga filtreleri, çeşitli kimyasal malzemeler ve LC-MS/MS (Shimadzu, 80-50 modeli) cihazı kullanılmıştır.

Bemisia tabaci popülasyonları

B.tabaci popülasyonları Tokat ilinde domates üretiminin yapıldığı alanlardan 2017 ve 2018 yıllarında toplanmıştır (Şekil 3.1). 2017 yılında Tokat merkez, Turhal, Zile ve Erbaa ilçelerinden 4 farklı arazi popülasyonu ve 1 sera popülasyonu toplanmıştır. Yayladalı köyünden zirai ilaç kullanılmayan bir domates plantasyonundan alınan *B.tabasi* popülasyonu 2 yıl süreyle Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Ziraat Fakültesi Bitki koruma bölümü insektaryumunda yetiştirilmiş ve hassas popülasyon olarak

biyoassay çalışmalarda kullanılmıştır. 2018 yılında ise Tokat Merkez, Niksar ve Pazar ilçelerinden 4 farklı arazi popülasyonu toplanmış olup bunlar çizelge 3.1’de verilmiştir.



Şekil 3. 1. *B.tabaci* popülasyonlarının toplandığı ilçeler

Çizelge 3. 1. *Bemisia tabaci*'nin toplandığı yerler ve toplanma zamanları

Popülasyon adı	Koordinat	Toplama tarihi
Yayladalı (Hassas)	40.374527, 36.592487	24 Temmuz 2017
TOGÜ kampüs (Sera)	40.332352, 36.474065	25 Temmuz 2017
Erbaa	40.733764, 36.465677	26 Temmuz 2017
Turhal	40.311277, 36.282048	27 Temmuz 2017
Zile	40.215354, 35.651539	28 Temmuz 2017
Pazar	40.269830, 36.232960	4 Ağustos 2018
Merkez	40.340024, 36.414255	8 Ağustos 2018
Niksar	40.529501, 36.908518	17 Ağustos 2018
Güryıldız	40.341306, 36.363476	27 Ağustos 2018

Neonikotinoid grubu aktif maddeler

B.tabaci' ye karşı tavsiye edilen zirai ilaçlardan, yaygın kullanıldığı bilinen bazı insektisitler çalışma için seçilmiş ve bunlara ait detaylar çizelge 3.2'de verilmiştir.

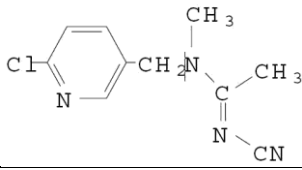
Çizelge 3. 2. Denemelerde kullanılacak insektisitlere ait bilgiler

Aktif Madde Adı	Etkili Madde Miktarı(g/l)	Preparat adı	Formülasyonu	Ruhsat tarihi ve numarası
Acetamiprid	% 20	Mospilan 20 SP	SP (Suda Çözünebilir Toz Formülasyonlar)	04.06.1996/2952
Imidacloprid	350	Confidor SC 350	SC (Süspansiyon Konsantre)	18.03.1994/2707
Thiamethoxam	240	Actara 240 SC	SC (Süspansiyon Konsantre)	27.03.2000/3741

Acetamiprid

Kontakt ve mide zehiri olup sistemik etkili bir insektisittir (EPA, 2010). Böceklerde normal şartlarda bir uyarı sonucu doğal olarak oluşan ACh, nikotinik ACh reseptörlerine bağlanarak uyarıyı iletir, bundan sonra asetilkolin esteraz enzimi asetilkolin'i asetil ve kolin'e parçalayarak uyarıyı sonlandırır. Acetamiprid ise asetilkolin (ACh) gibi davranarak, nikotinik ACh reseptörlerine tutunur ve acetamiprid alıcı reseptörlere bağlı olduğu için ACh sinaptik bölgede yığılır ve sonuçta böceğin ölümüne sebep olur (Öncüler ve Durmuşoğlu, 2008). Acetamiprid, EPA (Enviromental Protection Agency) ve WHO (World Health Organization) tarafından sıcakkanlılar için orta derecede zehirli olarak kabul edilmektedir. Toprakta yarılanma ömrü (DT₅₀; degradation time) 3 gün olup kalıcı olmayan grupta yer almaktadır. Yer altı suyuna bulaşma skoru (GUS; Grunwater Ubiquity Score) düşük bir aktif maddedir (Çizelge 3.3). Memelilere, balıklara ve arılara akut toksisitesi orta derecede iken kuşlara ve toprak solucanlarına akut toksisitesi yüksektir (Öncüler ve Durmuşoğlu, 2008). Ülkemizde ve dünyada, sebze, meyve, narenciye, pamuk gibi ürünlerde başta beyazsinek ve yaprakbiti olmak üzere çeşitli zararlılara karşı kullanılmaktadır.

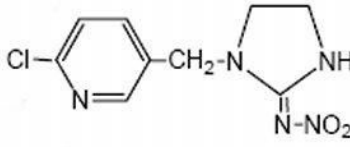
Çizelge 3.3.Acetamiprid aktif maddesine ait bilgiler (Öncüer ve Durmuşoğlu,2008)

Acetamiprid molekülü						
Fiziksel Durumu	Etkili madde renksiz ve kristal haldedir					
Kimyasal Formülü	C10H11ClN4	Moleküler Ağırlığı (g/mol)		222,67		
CAS Numarası	135410-20-7	EC Numarası		-		
IRAC	4A	EC 91/414 Durumu		Ek 1'e dahil		
Akut oral LD50	213	Solunum LC50 (mg/kg)		1,15		
Dermal LD50	2000	ADI (mg/kg)		0,07		
ARfD (mg/kg)	0,1	AOEL (mg/kg)		0,124		
Zehirlilik Sınıfı	III	EPA: III		WHO: III		
MRL (mg/kg)	Patateste; 0,01 ppm, Domates ve Elmada; 0,2 ppm, Turunçgillerde					
PHI	Domates ve karpuzda; 3 gün, patates ve fındıkta; 7, tütün ve					
Etki şekli	Kontakt, mide zehiri ve sistemik etkili insektisit.					
Hedef Zararlılar	Pamukta; Yaprakbiti, Beyazsinek, Tütünde; Beyazsinek, Patateste; Patates böceği, Domateste; Beyazsinek, Turunçgillerde; Yaprak galeri güvesi					
Karışabilirlik	Alkali ilaçlar hariç diğer insektisit ve fungusitler ile karıştırılabilir					
Zehirlilik (Akut)	Arı LD50 µg/arı	Balık LC50	Kuş LD50	Solucan LD50		
	8,09	100	98	9		
Çevrede Kalıcılık	Suda	Log P	GUS	Toprakta	Koc	Kf
	2950	0,8	0,94	3	106,5	1,58

İmidacloprid

Imidacloprid kontakt ve mide zehiri etkili bir insektisittir. Beyazsinek ve yaprakbiti gibi sokucu emici ağız yapısına sahip olan zararlılar ile mücadelede yaygın olarak kullanılmaktadır. Özellikle sebzeler, patates, mısır, meyveler, pamuk ve şeker pancarında kullanılır. Sistemik olduğu için tohum ilaçlaması ve toprak uygulaması da yapılmaktadır. Etki mekanizması aynen acetamiprid'de olduğu gibidir (Kidd and James, 1994; Meister, 1995; Öncüer ve Durmuşoğlu 2008). Sıcakkanlılar için zehirli sınıftan olan bu aktif madde, toprakta kalıcı olup yer altı suyuna karışma skoru yüksektir. Kuşlara ve arılara yüksek derecede, solucanlara orta derecede, memelilere ve balıklara ise düşük akut toksisiteye sahiptir (Çizelge 3.4).

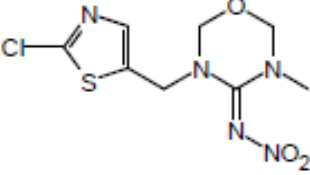
Çizelge 3. 4. İmidacloprid aktif maddesine ait bilgiler (Öncüer ve Durmuşoğlu, 2008)

İmidacloprid molekülü						
Fiziksel Durumu	Etkili madde renksiz ve kristalimsi toz halindedir					
Kimyasal Formülü	C ₉ H ₁₀ ClN ₅ O ₂	Moleküler Ağırlığı (g/mol)	255,66			
CAS Numarası	138261-41-3	EC Numarası	-			
IRAC	4A	EC 91/414 Durumu	Kararlaştırılmamış			
Akut oral LD ₅₀	131	Solunum LC ₅₀ (mg/kg)	0,69			
Dermal LD ₅₀	5000	ADI (mg/kg)	0,006			
ARFD (mg/kg)	0,4	AOEL (mg/kg)	0,15			
Zehirlilik Sınıfı	II	EPA: II	WHO: II			
MRL (mg/kg)	Ek 2/2: Domateste; 0,02 ppm, Hububatta; 0,05 ppm, Turunçgillerde 1 ppm					
PHI	Tüm ürünlerde 14 gün					
Etki şekli	Kontakt, mide zehiri ve sistemik etkili insektisit					
Hedef Zararlılar	Turunçgillerde; Yaprak galeri güvesi, Pamukta; Yaprakbiti,					
Karışabilirlik	Thiram ve Hymexazol terkipli ilaçlar ile karıştırılabilir.					
Zehirlilik (Akut)	Arı LD ₅₀ µg/arı	Balık LC ₅₀	Kuş LD ₅₀			
	0,0037	211	503			
Çevrede Kalıcılık	Suda	Log P	GUS	Toprakta	Koc	Kf
	610	0,57	3,76	191	225	2,23

Thiamethoxam

Kontakt ve mide zehiri olup sistemik etki şekline sahiptir. Cicadellidler, yaprakbitleri, tripsler, unlubitler, beyazsinekler ve bazı lepidopter türlerine etkilidir. Lahanagiller, yapraklı ve meyveli sebzeler, patates, mısır, pamuk, yaprak döken meyveler, turunçgil, tütün ve soyada yaprak ve toprak uygulamaları yapılırken, mısır, sorgum, buğday, pamuk, ayçiçeği, bezelye, pirinç, papates, şeker pancarında tohum ilaçlaması şeklinde uygulanmaktadır. Ayrıca, halk ve hayvan sağlığında da kullanılabilir. Etki mekanizması aynen acetamiprid'de olduğu gibidir (Çizelge 3.5). (Kidd and James, 1994; Meister, 1995; Öncüer ve Durmuşoğlu 2008).

Çizelge 3. 5. Thiamethoxam aktif maddesine ait bilgiler (Öncüer ve Durmuşoğlu, 2008)

Thiamethoxam molekülü					
Fiziksel Durumu	Slightly cream, fine crystalline powder, odourless				
Kimyasal Formülü	C ₈ H ₁₀ ClN ₅ O ₃ S	Moleküler Ağırlığı (g/mol)	291.71		
CAS Numarası	153719-23-4	EC Numarası	-		
IRAC	4A	EC 91/414 Durumu			
Akut oral LD ₅₀	310.2	Solunum LC ₅₀ (mg/kg)	2,15		
Dermal LD ₅₀	2,000	ADI (mg/kg)	0.02		
ARfD (mg/kg)	0.5	AOEL (mg/kg)	0.08		
Zehirlilik Sınıfı	III	EPA: II			
MRL (mg/kg)	Domateste; 0,02				
PHI	Domateste ve biberde; 5gün, Tütünde ;17 gün , Pamukta; 28 gün				
Etki şekli	Kontakt, mide zehiri ve sistemik etkili insektisit				
Hedef Zararlılar	Domateste; Yaprakbiti, Beyazsinek (sera), Tütünde; Yaprakbiti, Tütün thrips, Şeftali, Elma, Pamuk ve Marulda; Yaprakbiti, Patlıcan, Biber ve Hıyarda; Beyazsinek				
Karışabilirlik	Yaygın olarak kullanılan birçok ilaçla karışım halinde kullanılabilir. Ancak tüm ilaçlarla karışım durumu bilinmediğinden, tereddüt halinde fiziksel karışabilirlik testi yapılması tavsiye edilir.				
Zehirlilik (Akut)	Arı LD ₅₀ µg/arı	Balık LC ₅₀	Kuş LD ₅₀	Solucan LD ₅₀	
	0,024	100	576	106	

Kalıntı analizlerinde materyal olarak ise Türk gıda kodeksi pestisitlerin maksimum kalıntı limitleri yönetmeliğine göre Türkiye'de domateste kullanımına izin verilen pestisitler listesinde (Çizelge 3.7) bulunan neonikotinoidler kullanılacaktır.

Çizelge 3. 6. Türkiye'de domatesteki kullanımına izin verilen pestisitlerin listesi ve kabul edilebilir en yüksek kalıntı limitleri (ek-2) (Anonim, 2019g)

NO	PESTİSİT ETKEN MADDE	TGK MRL (mg/kg)
1	Acetamiprid (R)	0,2
2	Thiamethoxam (thiamethoxam ve clothianidin toplamı; thiamethoxam cinsinden)	0,2
3	İmidacloprid	0,5
4	Thiacloprid	0,5

3.2. Yöntem

3.2.1. Domates bitkisi üretimi

Bemisia tabaci bireylerinin üretimi için konukçu bitki olarak domates kullanılmıştır. Üretim 25±1 °C'de 16 saat aydınlık koşullardaki iklim odalarında gerçekleştirilmiştir. Çok bölmeli plastik viollerde 3:1 oranında toprak ve torf karışımına 1 cm derinlikte ekimi yapılan domates tohumlarının 6-7 gün içerisinde çimlenmesi sağlanmıştır (Şekil 3.2). Çimlenmeden sonra düzenli olarak sulanan ve bakımı yapılan domates bitkileri yaklaşık 15 gün sonra 20 cm çapında ve 17 cm yüksekliğindeki 2.5 litrelik saksılara dikilerek iklim odalarında yetiştirilmiştir (Şekil 3.3). Boyları yaklaşık 20-25 cm'ye ulaşan bitkiler, beyazsinek üretimi ve denemeler için konukçu bitki olarak kullanılmaya hazır hale getirilmiştir. Belli dönemlerde domates tohumu ekilerek sürekli domates bitkisinin bulunması sağlanmıştır.



Şekil 3. 2. Çok bölmeli plastik viollerde ekimi yapılan domates tohumları.



Şekil 3. 3. Plastik saksılara aktarılan domates bitkileri

3.2.2. *Bemisia tabaci* popülasyonlarının kültüre alınması

Tokat ilini temsil edecek şekilde yoğun ilaçlama yapılan alanlardan 15 farklı popülasyon toplanmış ancak bunlardan 9 popülasyonun üretimi yapılmıştır. *B. tabaci* popülasyonunun temini için, domates üretimi yapılan alanlarda Mayıs 2017 tarihinden itibaren arazi çalışmaları başlatılmış ve erginler toplanıp laboratuvara getirilerek kültüre alınmıştır. Laboratuvara getirilen beyazsinekler, karışmamaları için içerisinde domates bitkileri bulunan ayrı kabinlere alınmıştır (Şekil 3.4). Kafesler üzerine popülasyonların alındığı ilçelerin isimleri ve alım tarihleri etiketlenmiştir. Ayrıca laboratuvara getirilen örneklerin bir kısmı eppendorf tüplere alındıktan sonra -80 °C’de biyokimyasal çalışmalarda kullanılana kadar muhafaza edilmişlerdir. Karşılaştırma materyali olarak Yayladalı (hassas) popülasyonu kullanılmıştır. Domates alanlarından toplanıp laboratuvara getirilen tüm *Bemisia tabaci* popülasyonlarının üretilmesi ve biyoassay çalışmaları Gaziosmanpaşa üniversitesi Ziraat Fakültesi Bitki Koruma Bölümü insektaryumunda 25 ± 1 °C’de, % 65 ± 5 orantılı nem ve 16 saat aydınlık, 8 saat karanlık aydınlanma şartları altında yürütülmüştür. Popülasyonların temin edildiği alanlar Yayladalı (Hassas), TOGÜ kampüs (Sera), Güryıldız, Merkez, Pazar, Turhal, Zile, Niksar ve Erbaa olarak isimlendirilmiştir.



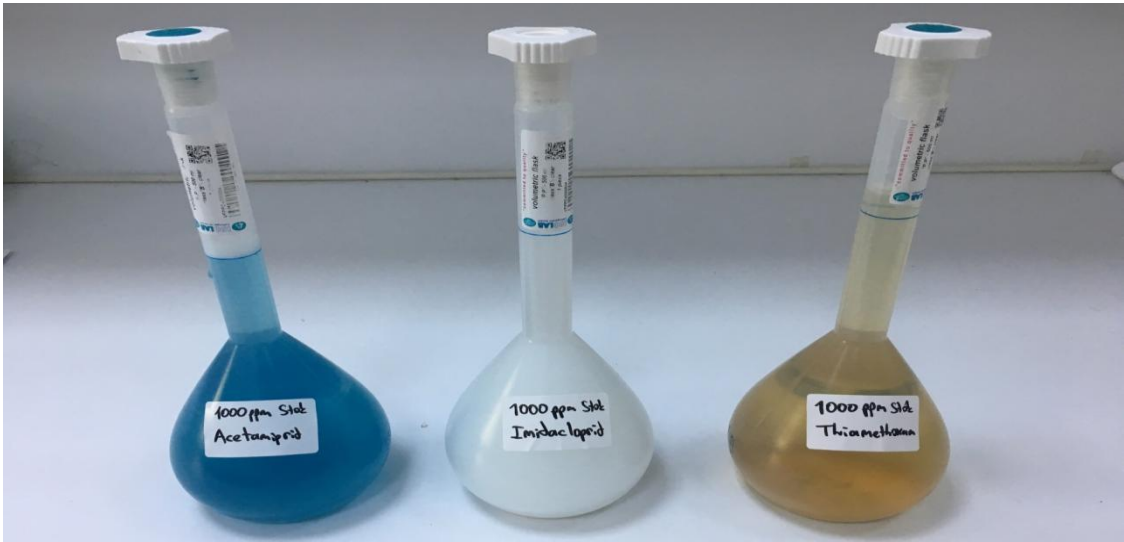
Şekil 3. 4.İsektaryumda kültüre alınmış beyazsinek popülasyonları

3.2.3. Biyoassay çalışmaları

3.2.3.1 Denemede kullanılacak insektisit dozları

Denemelerde bölgedeki domates alanlarında yoğun olarak (Zirai ilaç bayii ve domates üreticileri ile yapılan görüşmeler sonucu) kullanılmakta olan neonikotinoid grubu insektisitlerden üç aktif madde seçilmiştir.

Denemede kullanılacak dozların hazırlanması için önce etken madde stok çözeltileri, ağırlık/hacim ($\mu\text{g}/\mu\text{l}$) esasına göre saf su içerisinde çözünerek seyreltilmiş ve her bir ilaç için 1000 ppm'lik stok solüsyon elde edilmiştir (Şekil 3.5). Bu solüsyonlar kullanılarak son konsantrasyonlar elde edilmiştir (Şekil 3.6).



Şekil 3. 5. 1000 ppm'lik stok çözeltiler

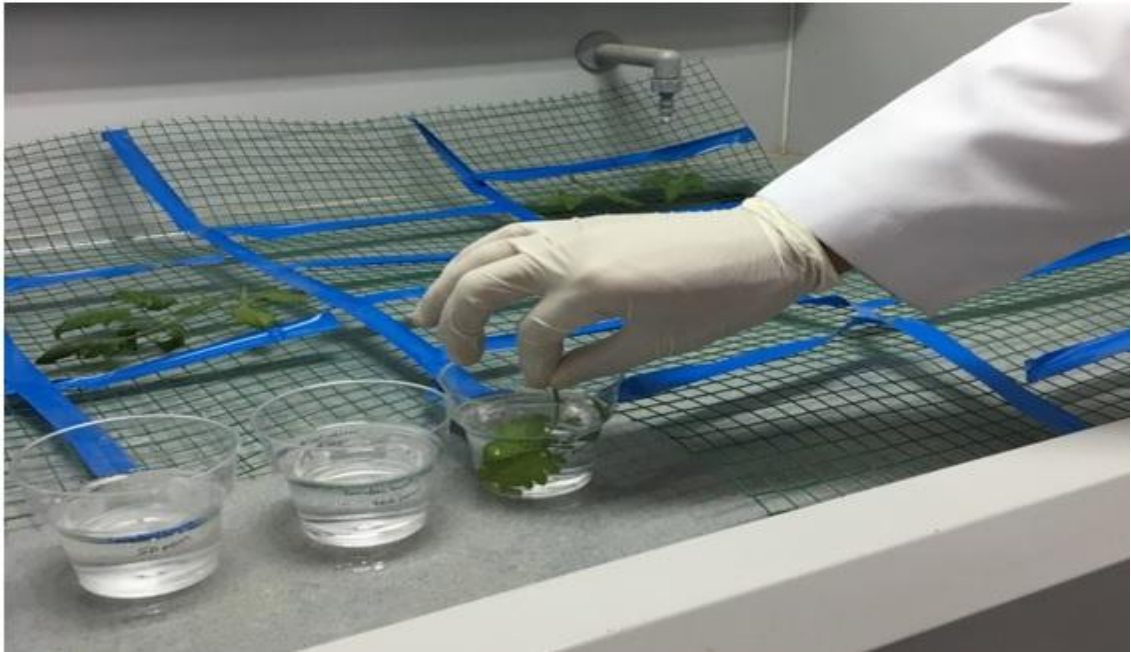


Şekil 3. 6. Son konsantrasyonlar

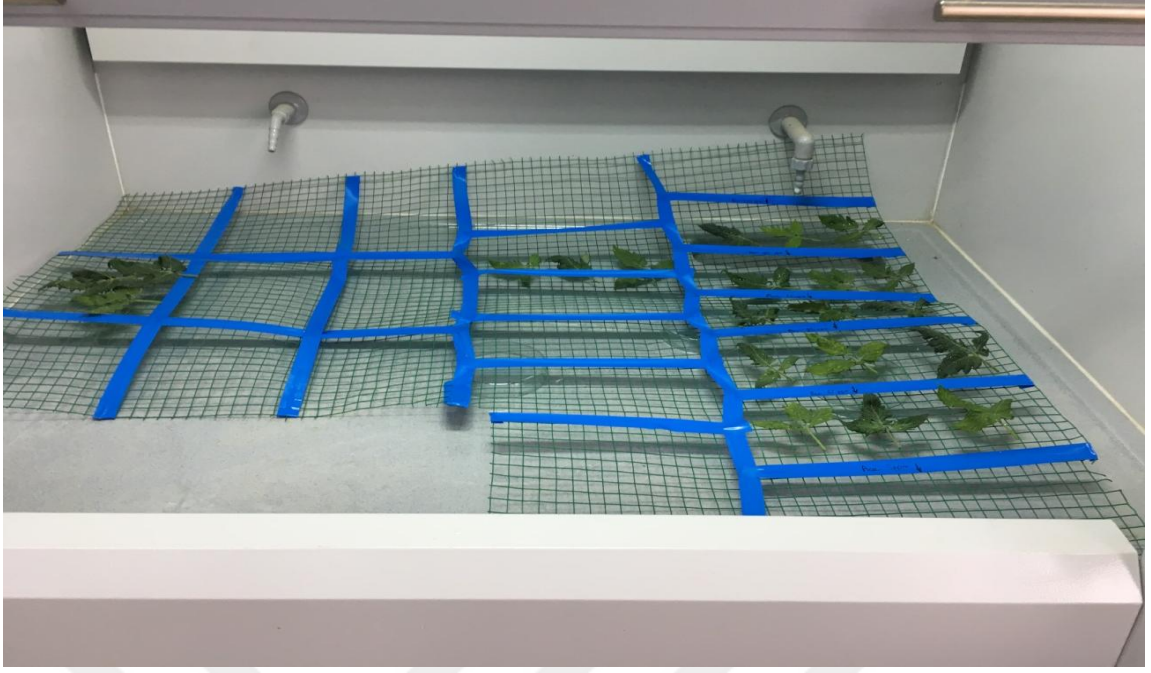
3.2.3.2 Popülasyonlardaki başlangıç toksisitesinin belirlenmesi

Ergin Biyoassay çalışmaları

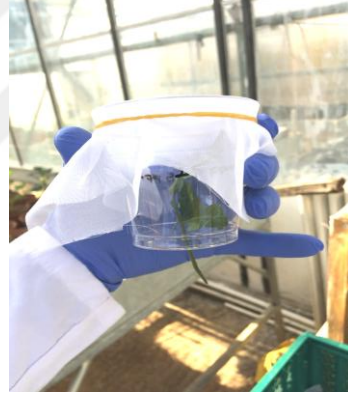
Bemisia tabaci popülasyonlarının söz konusu insektisitlere direnç durumunun belirlenmesi için biyoassay çalışmaları IRAC 'ın 008 nolu yöntemi kullanılarak LC₅₀ değerleri belirlenmiştir (IRAC, 2016a). Bu amaçla erginler için kontrollü iklim odası şartlarında saksı içerisinde yetiştirilen domates bitkileri 3 yapraklı olacak şekilde budanmış ve yaprak daldırma yöntemi uygulanmıştır (Şekil 3.7). Bu yöntemde, popülasyonlarda % 0-100 aralığında ölüm dağılımı elde etmek için üç yapraklı domates bitkisi, hazırlanan 6 farklı dozdaki ilaç konsantrasyonlarına ve kontrol olarak sadece saf su içerisine 5 sn süreyle daldırılmış sonra çıkarılıp çeker ocak içerisindeki tel ızgara düzeneği üzerinde kurumaya bırakılmıştır (Şekil 3.8). Kurutulan yapraklar, tabanı 2-3 mm çapında delinmiş olan bardaklara yerleştirilmiştir. Bu şekilde biyoassayler için hazır hale gelen her bir bardağın içerisine popülasyonlardan 20 adet ergin aspiratörle çekildikten sonra ince bir tül yardımıyla bardakların üst tarafı kapatılmıştır (Şekil 3.9). Ağız kapatılan ve içerisinde beyazsinek erginleri olan bardaklardaki bitkilerin canlı kalması amacıyla ikinci bir bardağa (altı delik olmayan) su konulmuş ve bu bardaklar içi içe geçirilerek insektaryumda sayım yapılanaya kadar bırakılmıştır (Şekil 3.10). Biyoassayler 3 tekerrürlü olarak düzenlenmiştir. Ölüm kontrolleri neonikotinoid grubu insektisitler sistemik olduğundan, uygulamadan 3 gün (72 saat) sonra yapılmıştır.



Şekil 3. 7. Yaprak daldırma yönteminde kullanılan çekerocak düzeneği ve uygulama



Şekil 3. 8. Çeker ocakta tel ızgaralar üzerinde kurumaya bırakılan yapraklar



Şekil 3. 9. Ergin böceklerin bardaklara çekilme düzeneği ve kurutulan yaprakların koyulduğu bardaklar



Şekil 3. 10. Deneme ünitelerinin insektaryum içerisinde görüntüsü

Nimf Biyoassay alıřmaları

Nimf biyoassay alıřmaları iin IRAC'ın 016 nolu yntemi kullanılarak LC₅₀ deęerleri belirlenmiřtir (IRAC, 2016b). Domates bitkisinin yaprakları  gerek yaprak oluřuncaya kadar yetiřtirilmiř ve aynı yařta seilen yaprakların her biri belirli bir alan oluřturmak amacıyla yaklařık 4x6 cm kk dikdrtgen řeklinde kesilip ii boř kabinler ierisine yerleřtirilmiřtir (řekil 3.11). Aspiratr kullanılarak ergin beyazsinekler kafeslerden toplanmıř ve yaprak bařına yaklařık 50 civarında bcek kafesler ierisinde yaprakları dikdrtgen řeklinde kesilen bitkilere bırakılmıřtır. Ergin beyazsinekler yumurta koyana kadar (24 saat sreyle) kafeslerde bırakıldıktan sonra tm erginler kafeslerden ıkartılmıřtır. Dokuzuncu gne kadar bekletilen bitkilerin yaprakları nimfler ile beraber alınarak ve yaprak daldırma yntemi uygulanmıřtır. Dikdrtgen řeklindeki yapraklar ila konsantrasyonlarına ve kontrol olarak sadece saf su ierisine 5 sn sreyle daldırıldıktan sonra ıkarılıp eker ocak ierisindeki tel ızgara dzeneęi zerinde kurumaya bırakılmıřtır. Kurutulan yapraklar, tabanı 2-3 mm apında delinmiř olan polistiren bardaklara yerleřtirilmiřtir. İ ie gemiř ve alt kısımda kalan bardaęa ise bitkilerin canlı kalması amacıyla su koyulup ince bir tl yardımıyla bardakların st tarafı kapatılmıř ve insektaryumda sayım yapılana kadar bekletilmiřtir. Biyoassayler 3 tekerrrl olarak dzenlenmiř ve lm kontrolleri ila uygulamasından 7 gn sonra yapılmıřtır.



řekil 3. 11. Dikdrtgen řeklinde kesilip boř kabinler ierisine yerleřtirilen domates bitkileri

3.2.3. Sayım ve değerlendirme

Sayımlar, erginler için ilaçlamalardan 72 saat sonra yapılmıştır, nimfler için ise ilaçlamalardan 7 gün sonra ölü ve canlı bireyler kaydedilerek gerçekleştirilmiştir. Doza bağlı ölü birey sayıları kullanılarak POLO-PLUS bilgisayar paket programında (LeOra Software, 2002) her bir etkili madde için LC₅₀ ve LC₉₀ değerleri belirlemek için probit analizi yapılmıştır. Denemeye alınan bütün popülasyonlarda kullanılan her etkili madde için saptanan LC₅₀ değerlerinin, hassas popülasyon için belirlenen LC₅₀ değerlerine oranlanması ile popülasyonların etkili maddelere göre direnç oranları belirlenmiştir.

3.2.4. Biyokimyasal çalışmalar

3.2.4.1 Esteraz enzim (EST) analizi

Yirmi *B.tabaci* bireyi 100 µl sodyum fosfat buffer (0.1M, pH 7.5) ve % 0.1 Triton X-100 içeren ependorf tüpleri içinde plastik pestle ile ezilerek homojenize edilmiştir. Bu homojenat 10000 g'de +4 °C'de ve 5 dk santrifüj (Hettich-rotina) edildikten sonra enzim kaynağı olarak kullanılmıştır. Enzim kaynağı olarak ependorf tüpün üst kısmından alınan supernatant (üst faz), distile su ile 10 kat seyreltilmiştir. Mikroplaka hücrelerine 25 µl supernatant ve 25 µl fosfat buffer (0.2 M, pH:6) konulmuştur. Çalışma, 30 mg fast blue RR tuzunun 50 ml 0.2 M sodyum fosfat buffer'da çözülmesi ve bu karışıma 500 µl 100 mM α – naphtyl acetate'ın eklenmesiyle elde edilen substrat solüsyonun mikroplaka hücrelerine 200 µl eklenmesiyle başlatılmıştır. Enzim aktivitesi 23 °C'de, 450 nm'de 10 dk süreyle Infinite P200 pro (Tecan) mikroplate okuyucu ile belirlenmiştir (Stumpf ve Nauen, 2002).

3.2.4.2 Glutathion-S-transferaz enzim (GST) analizi

Glutathion-S-transferaz aktivitesi, 1-chloro-2,4-dinitrobenzen (CDNB) ve substrat olarak indirgenmiş glutathion (GSH) kullanılarak belirlenmiştir. 30 *B. tabaci* ergini 300 µl Tris-HCL buffer içerisinde (0.05 M, pH: 7.5) homojenize edilmiştir. 96 kuyulu tabanı düz olan plate'in her bir kuyusunun toplam reaksiyon hacmi 300 µl olacak şekilde ayarlanmıştır. Sonuç olarak reaksiyon 100 µl supernatant, buffer içinde CDNB (%0.1 (v/v) ethanol içeren) ve indirgenmiş GSH'tan (sonuç konsantrasyonu- 0.4 mM CDNB ve 4 mM GSH-) oluşmuştur. Absorbanstaki değişim Microplate Reader'da herbir popülasyon için 2 tekerrürlü olarak 20 °C'de ve 340 nm'de 5 dk kinetik olarak

ölçülmüştür. CDNB ve GSH' nin enzimatik olmayan reaksiyonu kontrol olarak homojenat olmaksızın ölçülmüştür (Rauch ve Nauen, 2003).

3.2.4.3 Sitokrom -P450 enzim analizi

Sitokrom-P450'ye bağımlı monooksijenaz enzim aktivitesi Stumpf ve Nauen (2001, 2002)'ye göre 7- ethoxycoumarinin O-deethylasyonu ile belirlenmiştir. -80 °C'de donmuş 10 mg beyazsinek Na/K fosfat buffer (0.1 M, pH 7.6, 1 mM EDTA, 1mM DTT, 200 mM sucrose) içerisinde homojenize edilmiştir. Homojenat 5000 g'de 4 °C'de 5 dk için santrifüj edilerek, elde edilen sıvı kısım 15.000 g'de 15 dk, sonra 100.000 g'de 60 dk santrifüj edilmiştir. Ependorf tüpün altında kalan mikrosomal pellet 300 µl bufferın içinde tekrar karıştırılmıştır ve enzim kaynağı olarak kullanılmıştır. Mikrosomal kısmın 50 µl'si ve 40 µl Na/K fosfat buffer (0.1 M pH 7.6, aseton içinde 40 mM 7- ethoxycoumarin 1 µl'sini içeren) 96 kuyulu siyah plate'lerin kuyularına konulmuştur. Her bir kuyuya 10 µl sulu NADPH eklenerek reaksiyon başlatılmıştır, sonuç konsantrasyonu 1 mM NADPH ve 0.4 mM 7- ethoxycoumarinden oluşmuştur. Plate sallanarak 30 °C'de 30 dakika inkübe edilmiştir. Floresans özelliğe sahip olan NADPH, 10 µl oksidize edilmiş glutathion (30 mM suda) ve 10 µl glutathion reductase (0.5 U) eklenerek uzaklaştırılmış, 10 dk sonra, reaksiyon TRIZMA- base buffer (0.05, pH 10) içerisinde 120 µl % 50'lik acetonitrille durdurulmuştur. İnkübasyon boyunca açığa çıkan 7- hydroxycoumarin miktarı spectofluorometre (Tecan) ile 390 başlama (extension) ve final 465 nm' de ölçülmüştür. Herbir popülasyon için denemeler 2 kez tekrar edilmiş, Mikrosomal pellet olmayan kuyular kontrol olarak kullanılmıştır (Rauch ve Nauen, 2003).

3.2.5. Kalıntı çalışmaları

Bu çalışmada kullanılan domates materyali, Tokat-merkez, Turhal, Zile, Niksar ve Erbaa ilçelerindeki beyazsinek popülasyonlarının alındığı domates üretim alanlarından toplanmıştır. Ayrıca Tokat-merkez ilçesindeki üreticilerden, sebze halinden, semt pazarlarından, farklı satıcılardan (Bakkal, manav vb.) ve marketlerden temin edilen toplam 30 domates numunesi rasgele seçilmiştir. Toplanan domates numuneleri ile ilgili bilgiler çizelge 3.6.'da verilmiştir. Kontrol örneği olarak yayladalı'ndan alınan ve analizleri yapılarak hiçbir pestisit kalıntısına rastlanılmayan örnekler kullanılmıştır.

Çizelge 3. 7. Toplanan domates numuneleri ile ilgili bilgiler

Örnek No	Alındığı Yer	Örnekleme Yeri	Örnekleme Tarihi
TK-Y	Yayladalı	Üretim alanı	24/07/2017
TK-G	Güryıldız	Üretim alanı	27/08/2018
TK-M	Merkez	Üretim alanı	08/08/2018
P	Pazar	Üretim alanı	04/08/2018
T	Turhal	Üretim alanı	25/07/2017
Z	Zile	Üretim alanı	28/07/2017
N	Niksar	Üretim alanı	17/08/2018
E	Erbaa	Üretim alanı	26/07/2017
TK1	Tokat-Merkez	Semt pazarı	13/06/2017
TK2	Tokat-Merkez	Market	20/06/2017
TK3	Tokat-Merkez	Manav	22/06/2017
TK4	Tokat-Merkez	Seyyar satıcı	25/06/2017
TK5	Tokat-Merkez	Semt pazarı	28/06/2017
TK6	Tokat-Merkez	Market	30/06/2017
TK7	Tokat-Merkez	Bakkal	30/06/2017
TK8	Tokat-Merkez	Semt pazarı	02/07/2017
TK9	Tokat-Merkez	Semt pazarı	07/07/2017
TK10	Tokat-Merkez	Sebze hali	12/07/2017
TK11	Tokat-Merkez	Market	19/07/2017
TK12	Tokat-Merkez	Market	29/07/2017
TK13	Tokat-Merkez	Semt pazarı	06/08/2017
TK14	Tokat-Merkez	Semt pazarı	16/08/2017
TK15	Tokat-Merkez	Sebze hali	27/08/2017
TK16	Tokat-Merkez	Seyyar satıcı	30/08/2017
TK17	Tokat-Merkez	Market	03/06/2018
TK18	Tokat-Merkez	Semt pazarı	06/06/2018
TK19	Tokat-Merkez	Semt pazarı	24/06/2018
TK20	Tokat-Merkez	Bakkal	28/06/2018
TK21	Tokat-Merkez	Manav	02/07/2018
TK22	Tokat-Merkez	Sebze hali	06/07/2018

TK23	Tokat-Merkez	Semt pazarı	11/07/2018
TK24	Tokat-Merkez	Semt pazarı	22/07/2018
TK25	Tokat-Merkez	Semt pazarı	25/07/2018
TK26	Tokat-Merkez	Semt pazarı	02/08/2018
TK27	Tokat-Merkez	Market	09/08/2018
TK28	Tokat-Merkez	Market	14/08/2018
TK29	Tokat-Merkez	Market	16/08/2018
TK30	Tokat-Merkez	Sebze hali	17/08/2018

3.2.5. Domates numunelerinin toplanması ve saklanması

Analiz için numuneler, Anonim (2016)' ya göre her biri en az 1 kg (en az 10 adet) olacak şekilde alınmış ve en geç 24 saat içerisinde örnekler serin, karanlık koşullarda muhafaza edilerek laboratuvara getirilmiştir. Getirilen örnekler analiz edilinceye kadar -18 °C de derin dondurucuda muhafaza edilmiştir.

3.2.6. Domates numunelerinin ekstraksiyonu ve temizlenmesi

Kalıntı analizlerinde ekstraksiyon, QUECHERS (Quick, Easy, Cheap, Rugged, Safe) çoklu kalıntı analiz yöntemi kullanılarak yapılmıştır. Yöntem temel olarak ekstraksiyon ve temizleme olmak üzere iki aşamadan oluşmaktadır. Analize alınacak olan yaklaşık 1 kg (en az 10 adet) numunenin tamamı öncelikle bir öğütücü yardımıyla homojenize edilmiştir (Şekil 3.12a). Elde edilen numuneden 15 g tartılarak 50 ml'lik santrifüj tüpüne konulmuş (Şekil 3.12b), üzerine 15 ml %1 asetik asit (HAc) içeren asetonitril (MeCN), 6 g susuz magnezyum sülfat (MgSO₄) ve 1.5 g susuz sodyum asetat (NaAc) ilave edilmiştir (Şekil 3.13a,b). Santrifüj tüpünün kapağı kapatıldıktan sonra 1 dakika süreyle kuvvetlice çalkalanmış, çalkalama işlemi tamamlandıktan sonra tüp santrifüje konularak dakikada 5000 devir hızda 5 dakika süreyle santrifüj edilmiş ve böylece ekstraksiyon işlemi tamamlanmıştır (Şekil 3.14) (Lehotay ve ark. 2005).

Santrifüj işlemi sonrasında tüp içerisinde katı ve sıvı olarak ayrılan maddelerden sıvı kısımdan 8 ml çekilmiş, içerisinde 1,2 gr magnezyum sülfat ve 0,4 gr psa (primer sekonder amin) olan ikinci bir santrifüj tüpüne eklenmiştir (Şekil 3.15). Ağzı kapatılan tüp yaklaşık 1 dakika çalkalanarak yine 5000 devirde 5 dakika süreyle santrifüj edilmiştir (Lehotay ve ark. 2005). Böylece analit dışındaki maddelerin temizleme işlemi tamamlanmıştır. Tüp içerisinde santrifüj sonrası oluşan üst faz şırınga yardımıyla alınarak likit kromatografi cihazına verilmek üzere filtrelenerek 2 ml'lik cam viallere

konulmuştur (Şekil 3.16). Bu yönteme göre sırasıyla yapılan ekstraksiyon işlemleri aşağıda detaylı şekilde anlatılmış ve gösterilmiştir.

Analize alınacak olan yaklaşık 1 kg numunenin tamamı öncelikle bir öğütücü yardımıyla homojenize edilmiştir (Şekil 3.12a).



Şekil 3. 12. Analiz için homojenize edilen domatesler (a)

Tartım işlemi (b)

Daha sonra homojen hale gelen numuneden 15 g tartılarak 50 ml'lik santrifüj tüpüne konulmuş (Şekil 3.12b) üzerine 15 ml %1 asetik asit (HAc) içeren asetonitril (MeCN) (Şekil 3.13a), 6 g susuz magnezyum sülfat (MgSO₄) ve 1.5 g susuz sodyum asetat (NaAc) ilave edilmiştir (Şekil 3.13b).



Şekil 3. 13.% 1'lik asetik asitli asetonitril(a) ve magnezyum sülfat + sodyum asetat (b) eklenmesi

Santrifüj tüpünün kapağı kapatıldıktan sonra 1 dakika süreyle kuvvetlice çalkalanmış çalkalama işlemi tamamlandıktan sonra tüp santrifüje konularak dakikada 5000 devir hızda 5 dakika süreyle santrifüj edilmiş ve böylece ekstraksiyon işlemi sonlandırılmıştır (Şekil 3.14a,b,c) (Lehotay ve ark. 2005).



Şekil 3. 14. El ile çalkalama işlemi(a), Santrifüj işlemi (b), Santrifüj sonrası üst faz (c) (50 ml'lik falkon tüpler)

Santrifüj işlemi sonrasında tüp içerisinde katı ve sıvı olarak ayrılan maddelerden sıvı kısımdan 8 ml çekilmiş, içerisinde 1,2 gr magnezyum sülfat ve 0,4 gr psa olan ikinci bir santrifüj tüpüne eklenmiştir (Şekil 3.15).



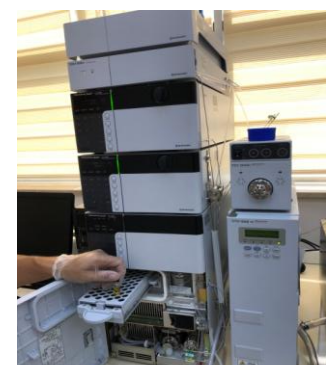
Şekil 3. 15. 15 ml'lik falkon tüpe üst fazın eklenmesi ve santrifüj makinesine koyulması Ağız kapatılan tüp yaklaşık 1 dakika çalkalanarak yine 5000 devirde 5 dakika süreyle santrifüj edilmiştir. Böylece temizleme işlemi tamamlanmıştır. Tüp içerisinde santrifüj sonrası oluşan üst faz şırınga yardımıyla alınarak likit kromatografi cihazına verilmek üzere filtrelenerek 2 ml'lik cam viallere konulmuştur. Vial, Shimadzu marka, 80-50 model cihaza (LC-MS/MS) konularak gerekli okumalar yapılmıştır (Şekil 3.16).



Şekil 3. 16. Şırınga ile üst fazın filtrelenmesi(a)



Filtrelenmiş fazın vialle aktarılması(b)



Matrisin cihaza koyulması(c)

3.2.7. Standartların hazırlanması

Dr. Ehrenstorfer Laboratories GmbH firmasından temin edilen toz haldeki saf pestisit standartları oda sıcaklığında analitik terazi ile 0,01 mg hassasiyetle tartılmıştır. İşlem sırasında tartım sonucunu etkileyebilecek etmenler belirlenerek, bu unsurların elemine edilmesi sağlanmıştır. Standartların son konsantrasyonu 1000 ppm olacak şekilde, 12 ml'lik vida kapaklı cam tüplerde hazırlanmıştır. Standart çözeltilerinin hazırlanması için HPLC saflığında asetonitril ve metanol kullanılmıştır. Araştırma konusu olan pestisitleri içeren 1 ppm, 10 ppm ve 100 ppm'lik ara stok karışımları hazırlanmış, ana ve ara stok standartlar çalışma kapsamında kullanılmak için solvent kaybını ve su girişini engellemesi amacıyla parafillenerek -18 °C'de muhafaza edilmiştir.

3.2.8. Hareketli fazların hazırlanması

Hareketli (mobil) Faz A: 500 ml saf su + 5 mmol amonyum asetat

Hareketli (mobil) Faz B: 500 ml metanol + 5 mmol amonyum asetat

Hazırlanan mobil faz A ve mobil faz B karışımı, içinde bulunan çözünmüş haldeki gazların uzaklaştırılması için 15 dakika süreyle ultrasonik banyoda bekletilmiştir.

3.2.9. LC-MS/MS analizleri

LC-MS/MS analizleri LCMS-8050 model (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japonya) cihazı ile gerçekleştirilmiştir. C18 İnertsil ODS-4, HP 3 uM, 2.1x150mm (GL Sciences, Japonya) boyut ve özelliğe sahip kolon kullanılmıştır.

Kromatografik analiz, gradyen programında yapılmıştır. En iyi kromatografik ayırımın gerçekleşmesi için mobil faz oranları ve akış değerleri, yapılan ön denemeler ile belirlenmiştir.

Çalışma kapsamında kullanılan pestisitlerin her birinin ana ve ürün iyonları uluslararası geçerliliği olan EUrl Data Pool sitesinden edinilmiştir (Anonim, 2015). Ürün iyonların en iyi şekilde tespit edildiği uygun değerlerdeki çarpışma enerjileri belirlenmiştir. 150 ppb konsantrasyonundaki pestisit karışımı LC-MS/MS cihazına enjekte edilerek pestisitlerin her biri için kendine özgü olan alıkonma zamanları belirlenmiştir.

3.2.10. Metot validasyonu

Yapılan kromatografik analiz sonucu elde edilen değerlerin güvenilirliğini ve doğruluğunu kanıtlamak için metot validasyon çalışması gerçekleştirilmiştir. Metot validasyonu, analiz yönteminin veya ölçüm prosedürünün uygulama aşamalarının doğru

bir şekilde gerçekleştirildiği ve elde edilen analiz sonuçlarının doğru, güvenilir, hassas olmasını sağlayan bir doğrulama işlemidir. Validasyon işlemi, yöntemin ardı ardına yapılan analizler ile denenmesi ve elde edilen sonuçların istatistiksel olarak değerlendirilmesi ile yapılmaktadır. Pestisit kalıntı analizi çalışmalarında yapılan metot validasyonu ise belirli bir örnek veya örnek matrisleri için geliştirilen yöntemin, geçerliliğinin kanıtlanmasıdır. Doğruluğu ve uygulanabilirliği kanıtlanmış metotlar ile çalışılması, laboratuvar çalışmalarında analiz işlemleri sırasında sonuçları etkileyecek parametrelerin belirlenerek, çoğunun ortadan kaldırılmasını sağlamaktadır (Tiryaki 2011).

3.2.11. Tayin Sınırı (Limit of Detection-LOD) ve Ölçüm Sınırı (Limit of Quantification-LOQ)

Analiz kapsamında tespit edilmesi istenen analit veya analitleri tespit edilebilir düzeylerde içermeyen materyale örnek körü denilmektedir. LOD (Tayin sınırı), yöntemin laboratuvar koşullarında örnekteki varlığını tespit edebildiği ancak kesin miktarını ölçemediği en düşük analit konsantrasyonuna denilmektedir (Anonim, 2018a). Tayin sınırının belirlenebilmesi için örnek körüne kromatografik ayırma cihazında tespit edilebilecek en düşük konsantrasyonda pestisit kalıntılarında oluşan karışım ilave edilerek aynı günde tekrarlı 10 çalışma gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar neticesinde her bir pestisit için standart sapma değerleri belirlenmiş ve standart sapmanın üç katı LOD olarak kabul edilmiştir.

LOQ (Ölçüm sınırı), analitik bir yöntem uygulamak suretiyle, örnek körü içerisindeki analit ve analitlerin miktarsal olarak tespit edilebilen en düşük konsantrasyonu olarak tanımlanabilir (Anonim, 2018b). Tayin sınırı için uygulanan işlemler ölçüm limiti için de uygulanır. Hesaplanan standart sapma değerinin on katı LOQ değeri olarak kabul edilmiştir.

3.2.12. Doğrusallık

Doğrusallık, uygulanan metot ile elde edilen test sonuçlarının, verilen sınırlardaki analitlerin konsantrasyonu ile orantılı olmasıdır. Bu kapsamda validasyon çalışmaları için en az beş konsantrasyonda, rutin analizler için en az üç konsantrasyonda kalibrasyon fonksiyonu oluşturulması, kullanılan kalibrasyon fonksiyonunun uygunluğunun kalibrasyon fonksiyonu kullanılarak hesaplanan konsantrasyonların gerçek konsantrasyondan olan sapmaları üzerinden kontrol edilmesi (\pm % 20'den fazla

sapmamalıdır) önerilmektedir (Anonim, 2018b). Elde edilen doğru ile ilgili veriler, eğim (slope), kesişim (intercept) ve korelasyon katsayısı (r^2) ile birlikte verilmelidir (Tiryaki 2011). Doğrusallığın belirlenebilmesi için öncelikle analitlerin alıkonma zamanları ve kütle spektrumları tespit edilmiştir. Ayrıca pestisit karışımında bulunan analitler için matriks uyumlu kalibrasyon grafikleri yapılmıştır. Kalibrasyon noktaları kör numune (blank numune) içine artan konsantrasyonlarda ilave edilmiştir. Çalışma kapsamında bulunan her bir pestisite ait kalibrasyon eğrisi sekiz farklı konsantrasyonda (0, 1, 5, 10, 25, 50, 75, 100, 150 ppb) olacak şekilde hazırlanmış ve her biri için ayrı ayrı üç tekrarlı okuma gerçekleştirilmiştir. Kalibrasyon grafiklerinin doğrusallığı korelasyon katsayıları (r^2) edinilerek değerlendirilmiştir.

3.2.13. Doğruluk ve kesinlik

Uygulanan test ve deney sonucu ve kabul edilen referans değer arasındaki yakınlık derecesidir (Anonim, 2018b). Bir analitik yöntemin veya ölçüm prosedürünün gerçek değere yakınlığı, elde edilen sonuçların örnek içerisindeki analitin gerçek değerine uyumluluğunun göstergesidir. Genel olarak doğruluk “bias” terimi ile açıklanmaktadır (Tiryaki 2011). Doğruluk’un belirlenebilmesi için geri kazanım çalışmaları yapılmış, bu sayede yöntemin tekrarlanabilirliği belirlenmiştir.

Kesinlik, analitik yöntemin veya deneysel prosedürün öngörülen koşullarda uygulanması ile elde edilen analitik sonuçların birbirine yakınlığını ifade etmektedir (Anonim 2013). Bir başka ifade ile; rastgele hataların bir ölçümüdür ve tekrarlanabilirlik / tekrarüretilebilirlik terimleri ile ifade edilmektedir. Standart sapma (SD) ve relatif standart sapma (%RSD) üzerinden değerlendirilir (Tiryaki 2011).

Analitik metotlar ve ölçüm prosedürleri belirli işlem basamaklarından geçirilerek uygulanmaktadır. Ancak bu işlemler gerçekleştirilirken, bazı uygulamalar ve girişim unsurları, tespit edilmesi istenen analit ve analitlerin belirlenmesini maskeleyebilmektedir. Bu uygulama ve girişim unsurlarının belirlenebilmesi için fortifikasyon (geri kazanım) çalışması yapılmaktadır. Geri kazanım hesaplanırken sapan değerler olabileceği dikkate alınarak 10 paralel ve iki tekrarlı ölçüm sonucunda elde edilen değerlerin ortalaması hesaplanmıştır. Bu değer örneğe ilave edilen ve gerçekte bulunması gereken standart madde miktarına bölünerek % geri kazanım olarak ifade edilmiştir. Geri kazanım oranı aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır (Anonim 1998).

$$\% \text{Geri Kazanım} = \frac{C_1 - C_2}{C_3} \times 100$$

C1: Analit eklenmiş örnek konsantrasyonu

C2: Analit eklenmemiş örnek konsantrasyonu

C3: Eklenen standart konsantrasyonu

Araştırmamızda geri kazanım çalışması, örnek körü içerisine çalışılan pestisit standartlarından oluşan karışım belirli bir konsantrasyonda eklenerek gerçekleştirilmiştir. Tekrarlanabilirlik, bir laboratuvarında bağımsız deney sonuçlarının, kısa zaman aralıkları içinde, aynı donanım kullanılarak, aynı deneyi yapan kişi tarafından, aynı laboratuvarında, eş değer deney maddeleri üzerinde aynı metot ile elde edildiği şartlarda yapılan analizlerin sonuçlarının birbirlerine yakınlığının bir göstergesidir (Anonim, 2018b). Bu kapsamda, tekrarlanabilirliğin tespit edilebilmesi için en az 5 tekrarlı analiz yapılması gerekmektedir (Tiryaki, 2011). Geri kazanım çalışmasında elde edilen analiz sonuçlarının relatif standart sapması, tekrarlanabilirliğin belirlenmesi için hesaplanmıştır.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Tokat ili ve ilçelerinde 8 farklı lokasyondan, yoğun domates üretiminin yapıldığı arazilerden toplanan *B.tabaci* popülasyonları ve hassas popülasyon olarak Yayladalı'ndan (Tokat-Merkez) sağlanan *B.tabaci* popülasyonlarının acetamiprid, imidacloprid ve thiamethoxam'a karşı duyarlılıkları belirlenmiştir.

Direnç çalışmalarında logaritmik doz - % ölüm eğrilerinden faydalanılır. Hassas popülasyonların logaritmik doz - % ölüm eğriler grafiğın sol kısmında, dirençli popülasyonlarınkı ise sađ kısmında bulunur. Grafikteki eğrilerin eğim derecesi ise popülasyonların homojen veya heterojen olduđunu gösterir. Logaritmik doz - % ölüm eğrisinin eğimi, zehirli maddeye karşı reaksiyonun deđişimi gösterir (Hoskins ve Gordon, 1956). Eğriler dikleştikçe popülasyonların homojenitesi artar, yatıklaştıkça heterojenitesi artar. Eğer eğim dik ise, dozdaki hafif bir deđişme ölüm oranında da büyük bir deđişmeye neden olmaktadır. Ancak bu eğrinin yatık olması durumunda, böceklerdeki farklılıđın daha fazla olduđu ve daha fazla ölüm elde etmek için daha yüksek dozların kullanılması gerektiđi söylenebilir.

Herhangi bir deneme sonucunda elde edilen logaritmik doz-probit doğrusunun eğimi, zehirli maddenin böcek vücuduna alınmasındaki ve organizmaların reaksiyonundaki farklılıkların toplamı sonucunda ortaya çıkmaktadır. Eğer iki popülasyon birbirinden farklı, ancak duyarlılık farkı birkaç kat ise logaritmik doz-probit doğruları birbirine oldukça yakın olmaktadır (Veliođlu ve Toros, 2002).

Hoskins ve Gordon (1956)'ya göre belli bir insektisite karşı hassas böceklerin genel olarak dik bir logaritmik doz-probit doğrusuna sahip olduklarını, ancak insektisit devamlı olarak kullanılmasından sonra etkilenmenin azaldıđını ve bu doğrunun daha az bir eğime sahip hale geldiđini açıklamaktadırlar. Eğimdeki belli bir azalma dayanıklılıđın görüldüđünün işareti olarak kabul edilmektedir. Seleksiyon devam ettikçe ilk önce eğim azalmakta ve daha sonra popülasyon dayanıklılık bakımından baskın hale geldiđinde eğim tekrar artmaktadır. Bir diđer deyişle, popülasyondaki bireylerin duyarlılık yönünden homojen olması durumunda, oldukça dik bir logaritmik doz-probit doğrusu oluşmakta, popülasyonda heterojenliđin artması durumunda ise eğim yatıklaşmaktadır. Dayanıklılık genlerinin homojen olma durumu arttıkça logaritmik doz-probit doğrusu tekrar dikleşmektedir. Daniella ve ark., (2017), böceklerde direnç seviyelerini üç kategoride sıralamışlardır: düşük direnç ($RF^{50} < 5$), orta direnç ($5 \leq RF^{50} \leq 10$) ve yüksek direnç ($RF^{50} > 10$). Araştırma sonucundaki bulgular bu üç kategoriye göre anlamlandırılmıştır.

4.1. Ergin Biyoassay Sonuçları

4.1.1. Acetamiprid ergin biyoassay bulguları

Denemede kullanılan ergin popülasyonlarının acetamiprid'e karşı göstermiş oldukları duyarlılık düzeyleri çizelge 4.1'de verilmiştir. Erbaa, Güryıldız, Merkez, Niksar, Pazar, TOGÜ kampüs, Turhal, Zile ve Hassas popülasyonların acetamiprid LC₅₀ değerleri sırası ile 90,35; 68,10; 96,79, 135,50; 202,92; 187,11; 123,67; 122,08 ve 12,06 ppm olarak bulunmuştur. Hassas popülasyon bütün popülasyonlardan istatistiksel olarak farklıdır (P<0,05). Bütün popülasyonların RF50 oranlarına bakıldığında 10 katın üzerinde olan Niksar, Pazar, TOGÜ kampüs, Turhal ve Zile popülasyonlarının acetamiprid'e karşı yüksek direnç oluşturduğu düşünülmektedir. En dirençli popülasyonlar olarak görülen Pazar ve TOGÜ kampüs popülasyonları istatistiksel olarak Merkez, Erbaa ve Güryıldız'dan farklıdır (P<0,05). Çizelge 4.1.'de de görüldüğü gibi Erbaa, Güryıldız, Merkez, Niksar, Pazar, TOGÜ kampüs, Turhal ve Zile popülasyonlarının LC₅₀ değerleri hassas popülasyondan daha büyük çıkmıştır. Direnç oranları ise sırası ile 7,49- 5,64- 8,02- 11,23- 16,82- 15,51- 10,25 ve 10,12 olarak tespit edilmiştir.

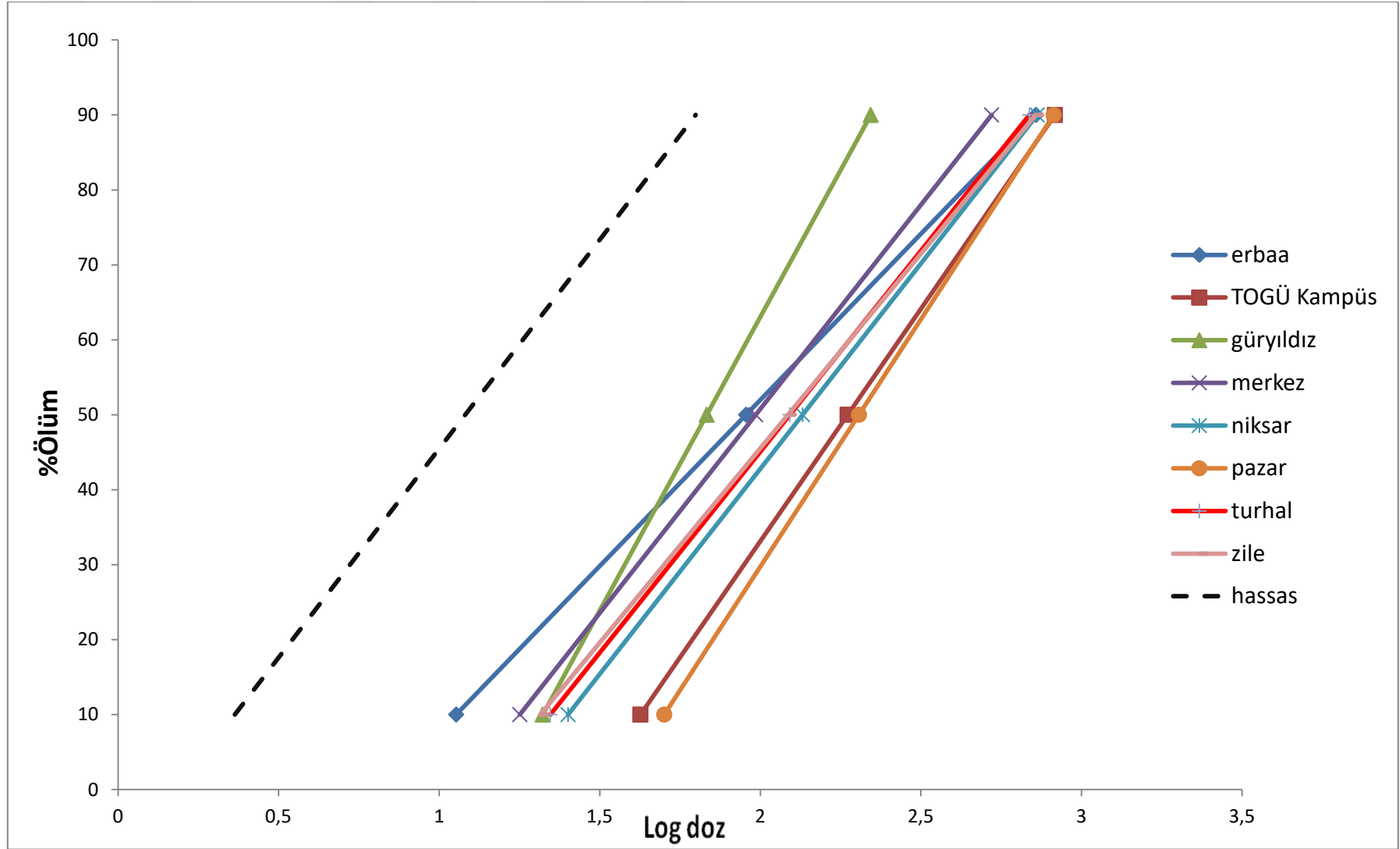
Çizelge 4. 1. Acetamiprid uygulanan farklı *Bemisia tabaci* ergin popülasyonlarının LC₁₀, LC₅₀, LC₉₀, güven aralıkları, eğim ve RF50 değerleri

İNSEKTİSİT	POPULASYON	n*	EĞİM ±(SE)	LC10 (GÜVEN ARALIĞI) (%95)	LC50 (GÜVEN ARALIĞI) (%95)	LC90 (GÜVEN ARALIĞI) (%95)	X ²	RF50**
ACETAMIPRID	Erbaa	420	1,420± 0,162	11,30 (6,80 - 16,06)	90,35 (70,036 - 123,99)	722,32 (423,21 - 1630,20)	0,38	7,49
	Güryıldız	420	2,509± 0,243	21,01 (15,43 - 26,38)	68,10 (58,07- 80,39)	220,71 (171,96 - 311,37)	0,23	5,64
	Merkez	420	1,745± 0,192	17,84 (11,83 - 23,86)	96,79 (77,90 - 125,89)	525,20 (342,11 - 995,72)	0,55	8,02
	Niksar	420	1,755± 0,213	25,21 (16,85 - 33,37)	135,50 (106,42 - 186,91)	728,32 (444,75 - 1581,93)	0,35	11,23
	Pazar	420	2,114± 0,311	50,25 (35,11 - 63,94)	202,92 (157,30 - 299,93)	819,50 (489,48 - 2025,24)	0,27	16,82
	TOGÜ kampüs	420	1,986± 0,281	42,34 (29,00 - 54,59)	187,11 (145,21-272,76)	826,87 (491,75 - 2015,00)	0,61	15,51
	Turhal	420	1,718± 0,200	22,19 (14,83 - 29,50)	123,67 (97,43 -168,47)	689,15 (425,58- 1446,98)	0,24	10,25
	Zile	420	1,662± 0,194	20,67 (13,62 - 27,71)	122,08 (95,64 - 167,65)	720,99 (438,28 - 1553,71)	0,17	10,12
	Hassas	420	1,786± 0,180	2,31 (1,30 - 3,44)	12,06 (9,38 -14,93)	62,98 (47,79 -91,50)	0,71	

n*: denemede kullanılan birey sayısı, RF50**: direnç oranı

Şekil 4.1 incelendiğinde hassas popülasyonun acetamiprid etkili maddesine gösterdiği logaritmik doz-ölüm eğrisi grafiğinin en solunda yer almış bunun sağında ise direnç oranı

en düşük olan Gryıldız poplasyonu yer almıştır. Gven aralıkları incelendiğinde Hassas, Gryıldız dışında tm poplasyonlar arasında akışmalar grlmektedir. Diren oranı en yksek olan Pazar ve TOG kamps poplasyonunun eđrisi ise grafiđin en sađında yer almıştır. Acetamiprid ile yapılan alıřmalarda en düşük diren oranı eđim deđeri ikinin zerinde olmasından dolayı olduka homojen olan Gryıldız poplasyonunda tespit edilmiştir. Bunu diren oranlarındaki artıřa gre sırasıyla sađa dođru izleyen Erbaa ve Merkez poplasyonları takip eder. Bu poplasyonların logaritmik doz-lm eđrilerinin sađa yatık olması poplasyonların heterojen olduđunu, uygulamanın devam etmesi durumunda mevcut olan orta dzeydeki direncin yksek seviyelere ıkabileceđi sylenebilir. Sırasıyla sađa dođru Zile, Turhal ve Niksar poplasyonları orta dzeyin hemen zerinde diren gstermekte olup, Pazar ve TOG kamps poplasyonları en direnli poplasyonlar olarak tespit edilmiştir. Pazar ve TOG kamps gibi yksek direncin olduđu poplasyonlar zerine acetamiprid uygulamasının etkisiz olacađı grlmekte olup aynı zamanda bu poplasyonların logaritmik doz-lm eđrileri incelendiğinde nispeten yatay bir eđime sahip olduđundan dolayı diren seviyelerinin daha yksek seviyelere ıkma ihtimali olduđunu sylemek mmkndr. Bu olay diren ynetim stratejisi aısından istenmeyen bir durumdur. Sonu olarak farklı grup insektisitler kullanılarak poplasyonlar zerindeki seleksiyon baskısı ortadan kaldırılmalıdır.



Şekil 4. 1. Acetamiprid uygulanan farklı *Bemisia tabaci* ergin popülasyonlarının logaritmik doz ve ölüm eğrileri

4.1.2. İmidacloprid ergin biyoassay bulguları

Denemede kullanılan ergin popülasyonlarının imidacloprid'e karşı göstermiş oldukları duyarlılık düzeyleri çizelge 4.2'de verilmiştir. Erbaa, Güryıldız, Merkez, Niksar, Pazar, TOGÜ kampüs, Turhal, Zile ve Hassas popülasyonların imidacloprid LC₅₀ değerleri sırası ile 146,88; 123,68; 136,81; 158,22; 206,05; 264,80; 118,39; 85,80; ve 8,56 ppm olarak bulunmuştur. Hassas popülasyon bütün popülasyonlardan istatistiksel olarak farklıdır (P<0,05). Bütün popülasyonların RF50 oranlarına bakıldığında 10 katın üzerinde olduğundan Tokat'taki tüm popülasyonların imidacloprid'e karşı yüksek direnç oluşturduğu düşünülmektedir. En dirençli popülasyon olarak görülen TOGÜ kampüs popülasyonu istatistiksel olarak Güryıldız, Turhal ve Zile'den farklıdır (P<0,05). Çizelge 4.2'de de görüldüğü gibi Erbaa, Güryıldız, Merkez, Niksar, Pazar, TOGÜ kampüs, Turhal ve Zile popülasyonlarının LC₅₀ değerleri hassas popülasyondan büyük çıkmıştır. Direnç oranları ise sırası ile 17,15- 14,44- 18,48- 15,98- 24,07- 30,93- 13,83 ve 10,02 olarak tespit edilmiştir.

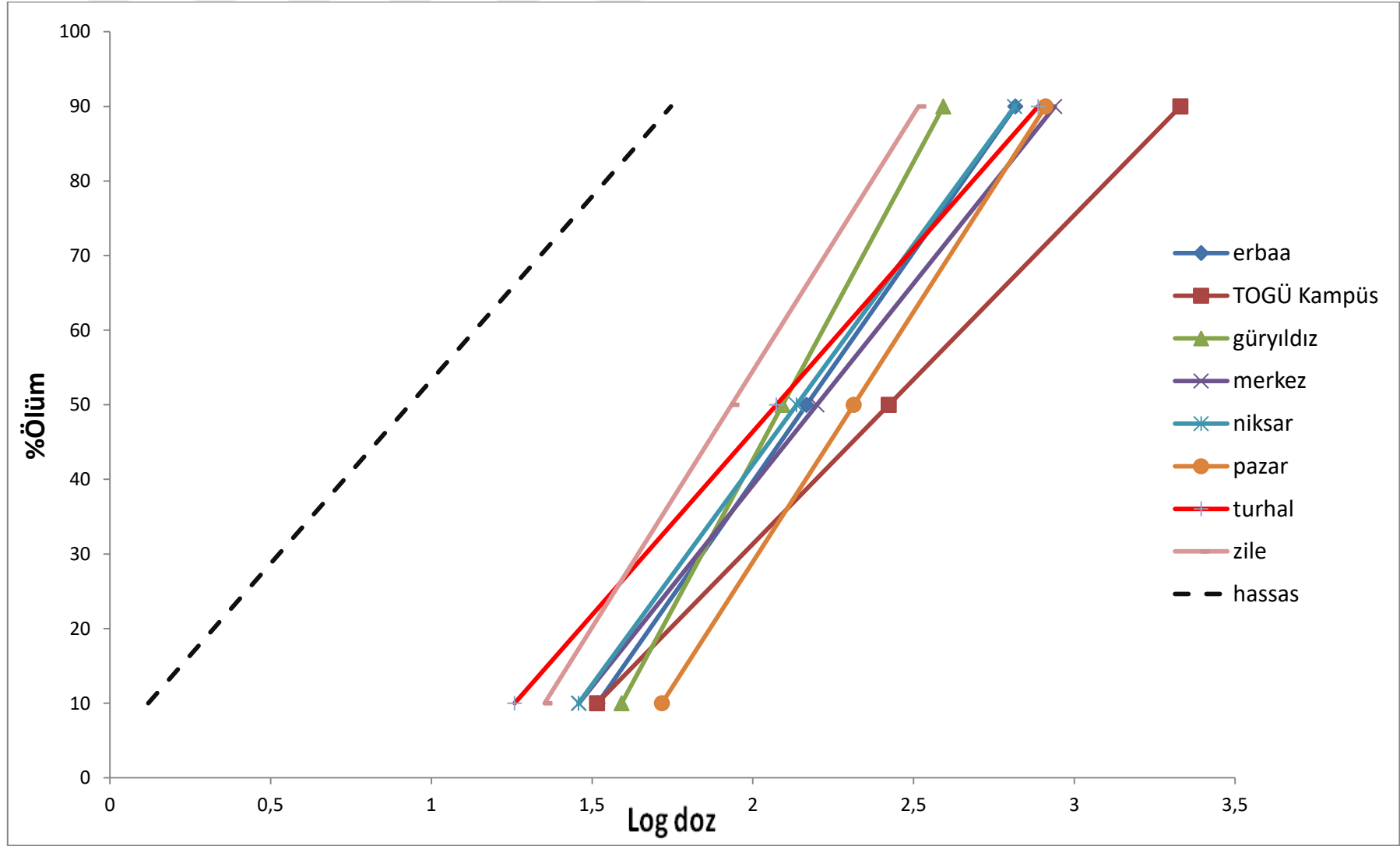
Çizelge 4. 2. İmidacloprid uygulanan farklı *Bemisia tabaci* ergin popülasyonlarının LC₁₀, LC₅₀, LC₉₀, güven aralıkları, eğim ve RF50 değerleri

İNSEKTİSİT	POPÜLASYON	n*	EĞİM ±(SE)	LC10	LC50	LC90	X ²	RF50**
				(GÜVEN ARALIĞI) (%95)	(GÜVEN ARALIĞI) (%95)	(GÜVEN ARALIĞI) (%95)		
İMİDACLOPRİD	Erbaa	420	1,972± 0,247	32,90 (22,74 - 42,50)	146,88 (117,06 - 199,39)	655,85 (415,88 - 1355,30)	0,46	17,15
	Güryıldız	420	2,561± 0,308	39,08 (28,42 - 48,71)	123,68 (104,28 - 152,32)	391,42 (284,45 - 640,73)	0,38	14,44
	Merkez	420	1,732± 0,238	28,80 (19,07 - 38,12)	158,22 (118,77 - 241,78)	869,40 (483,02 - 2345,01)	0,40	18,48
	Niksar	420	1,890± 0,244	28,70 (19,68 - 37,34)	136,81 (106,44 - 194,21)	652,16 (394,53 - 1473,93)	0,28	15,98
	Pazar	420	2,148± 0,349	52,16 (36,29 - 66,45)	206,05 (154,85 - 331,70)	813,99 (460,16 - 2377,56)	0,30	24,07
	TOGÜ kampüs	420	1,412± 0,215	32,78 (20,51 - 44,96)	264,80 (178,47 - 507,65)	2139,30 (941,61 - 9452,37)	0,69	30,93
	Turhal	420	1,574± 0,196	18,15 (11,62 - 24,69)	118,39 (90,05 - 172,16)	772,16 (437,55 - 1913,84)	0,35	13,83
	Zile	420	2,204± 0,242	22,49 (16,01 - 28,69)	85,80 (71,15 - 107,05)	327,33 (232,16 - 544,03)	0,30	10,02
	Hassas	420	1,576± 0,180	1,32 (0,59 - 2,21)	8,56 (6,12 - 11,08)	55,67 (41,16 - 84,94)	0,72	

n*: denemede kullanılan birey sayısı

RF50**: direnç oranı

Şekil 4.2 incelendiğinde hassas popülasyonun imidacloprid etkili maddesine gösterdiği logaritmik doz-ölüm eğrisi grafiğin en solunda yer almış bunun sağında ise direnç oranı en düşük olan Zile popülasyonu yer almıştır. Güven aralıkları incelendiğinde Hassas, Güryıldız ve TOGÜ kampüs dışında tüm popülasyonlar arasında çakışmalar görülmektedir. Direnç oranı en yüksek olan TOGÜ kampüs ve Pazar popülasyonunun eğrisi ise grafiğin en sağında yer almıştır. İmidacloprid ile yapılan çalışmalarda en düşük direnç oranı eğim değeri ikinin üzerinde olmasından dolayı oldukça homojen olan Zile popülasyonunda tespit edilmiştir. Bunu direnç oranlarındaki artışa göre sırasıyla sağa doğru izleyen Turhal, Güryıldız, Niksar, Erbaa ve Merkez popülasyonları takip eder. Bu popülasyonların eğim değerleri incelendiğinde Güryıldız popülasyonunun homojen olduğu diğer popülasyonların ise heterojen olduğu görülmektedir. Turhal, Niksar, Erbaa ve Merkez popülasyonlarında imidacloprid ile uygulamanın devam etmesi durumunda mevcut yüksek direncin daha yüksek seviyelere çıkabileceği söylenebilir. TOGÜ kampüs ve Pazar popülasyonları en dirençli popülasyonlar olarak tespit edilmiştir. TOGÜ kampüs ve Pazar gibi oldukça yüksek direncin olduğu popülasyonlar üzerine imidacloprid uygulamasının etkisiz olacağı görülmektedir. Aynı zamanda bu popülasyonların logaritmik doz-ölüm eğrileri incelendiğinde yatay bir eğime sahip olan TOGÜ kampüs popülasyonunun direnç seviyelerinin daha yüksek seviyelere çıkma ihtimali olduğunu söylemek mümkündür. Bunun aksine Pazar popülasyonunun logaritmik doz-ölüm eğrileri incelendiğinde dik bir eğime sahip olduğu görülmekte ve homojen bir yapı göstermektedir.



Şekil 4. 2. İmidacloprid uygulanan farklı *Bemisia tabaci* ergin popülasyonlarının logaritmik doz ve ölüm eğrileri

4.1.3. Thiamethoxam ergin biyoassay bulguları

Denemede kullanılan ergin popülasyonlarının thiamethoxam'a karşı göstermiş oldukları duyarlılık düzeyleri çizelge 4.3'de verilmiştir. Erbaa, Güryıldız, Merkez, Niksar, Pazar, TOGÜ kampüs, Turhal, Zile ve Hassas, popülasyonların thiamethoxam LC₅₀ değerleri sırası ile 122,07- 62,46- 113,65- 105,73- 232,53- 122,71- 124,90- 120,48 ve 15,57 ppm olarak bulunmuştur. Hassas popülasyon bütün popülasyonlardan istatistiksel olarak farklıdır (P<0,05). Bütün popülasyonların RF50 oranlarına bakıldığında 10 katın üzerinde olan Pazar popülasyonunun thiamethoxam'a karşı direnç oluşturduğu düşünülmektedir. En dirençli popülasyon olarak görülen Pazar popülasyonu istatistiksel olarak Erbaa, Zile, Merkez, Niksar ve Güryıldız'dan farklıdır (P<0,05). Çizelge 4.3'de de görüldüğü gibi Erbaa, Güryıldız, Merkez, Niksar, Pazar, TOGÜ kampüs, Turhal ve Zile popülasyonlarının LC₅₀ değerleri hassas popülasyondan büyük çıkmıştır. Direnç oranları ise sırası ile 7,84- 4,01- 7,30- 6,79- 14,94- 7,88- 8,02 ve 7,74 olarak tespit edilmiştir.

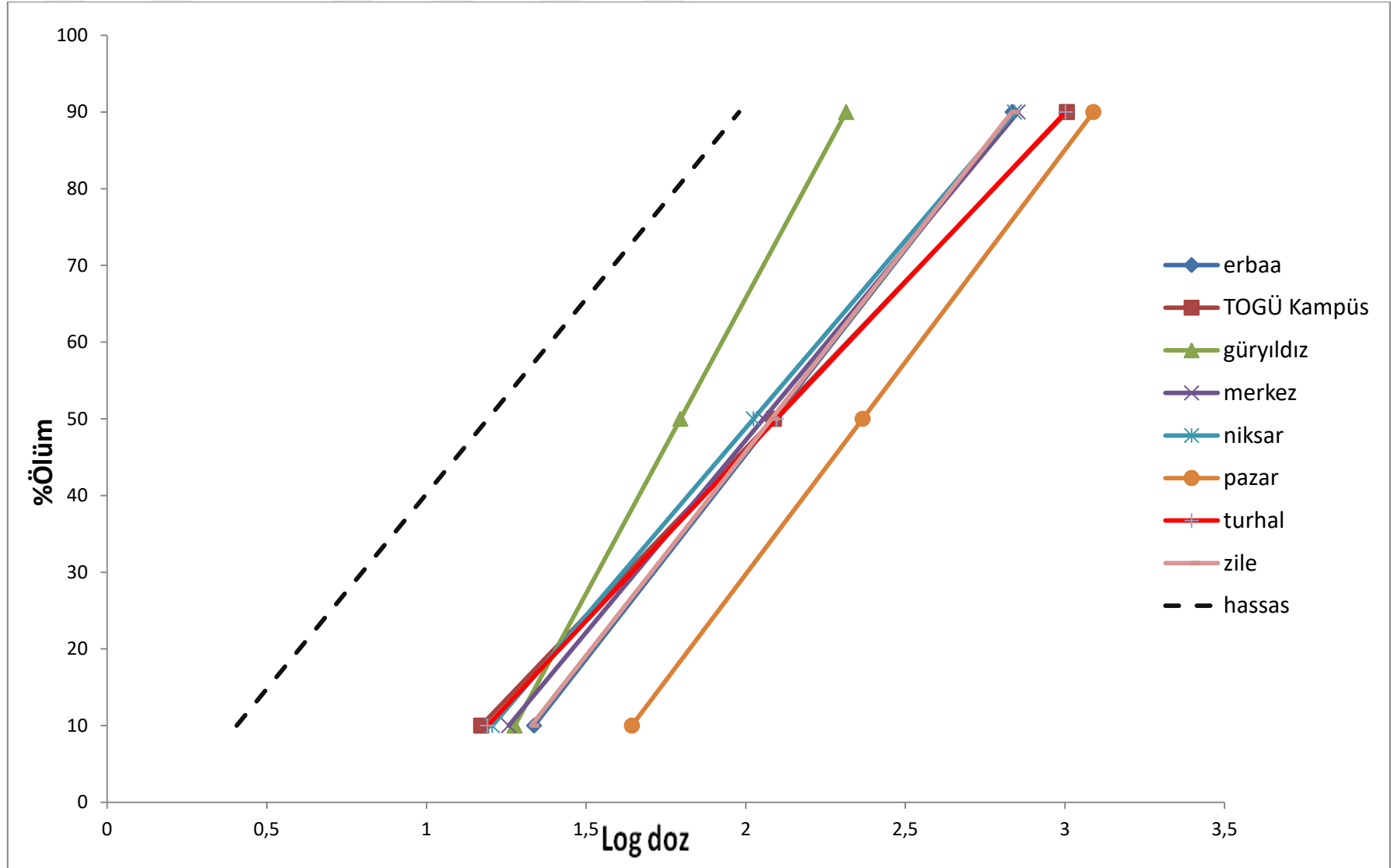
Çizelge 4. 3. Thiamethoxam uygulanan farklı *Bemisia tabaci* ergin popülasyonlarının LC₁₀, LC₅₀,LC₉₀, güven aralıkları, eğim ve RF50 değerleri

İNSEKTİSİT	POPULASYON	n*	EĞİM ±(SE)	LC10	LC50	LC90	X ²	RF50**
				(GÜVEN ARALIĞI) (%95)	(GÜVEN ARALIĞI) (%95)	(GÜVEN ARALIĞI) (%95)		
THIAMETHOXAM	Erbaa	420	1,710± 0,199	21,74 (14,49 - 28,94)	122,07 (96,19 - 166,08)	685,44 (423,41 -1437,20)	0,45	7,84
	Güryıldız	420	2,468± 0,233	18,90 (13,86 - 23,78)	62,46 (53,187- 73,70)	206,44 (161,279 -288,97)	0,45	4,01
	Merkez	420	1,606± 0,187	18,10 (11,67 - 24,58)	113,65 (89,03 - 155,46)	713,69 (431,78 - 1545,82)	0,45	7,30
	Niksar	420	1,567± 0,178	16,08 (10,30 - 21,98)	105,73 (82,79 - 144,01)	695,24 (421,25 - 1488,99)	0,28	6,79
	Pazar	420	1,773± 0,265	44,04 (29,67 - 57,62)	232,53 (169,83- 384,02)	1227,89 (647,40 - 3842,06)	0,15	14,94
	TOGÜ kampüs	420	1,397± 0,169	14,84 (9,04 - 20,87)	122,71 (92,35 - 179,68)	1014,40 (552,97 -2639,20)	0,81	7,88
	Turhal	420	1,416± 0,173	15,54 (9,45 - 21,82)	124,90 (94,30 - 182,30)	1004,09 (549,99 - 2605,59)	0,43	8,02
	Zile	420	1,703± 0,197	21,30 (14,16 - 28,40)	120,48 (94,97 - 163,70)	681,50 (421,13 - 1426,79)	0,29	7,74
	Hassas	420	1,629± 0,163	2,54 (1,42 - 3,82)	15,57 (12,15 - 19,35)	95,26 (69,919-145,57)	0,71	

n*: denemede kullanılan birey sayısı

RF50**: direnç oranı

Şekil 4.3 incelendiğinde hassas popülasyonun thiamethoxam etkili maddesine gösterdiği logaritmik doz-ölüm eğrisi grafiğın en solunda yer almış, bunun sağında ise direnç oranı en düşük olan Güryıldız popülasyonu yer almıştır. Güven aralıkları incelendiğinde Hassas, Güryıldız ve Pazar dıřında tüm popülasyonlar arasında çakışmalar görölmektedir. Direnç oranı en yüksek olan Pazar popülasyonunun eğrisi ise grafiğın en sağında yer almıştır. Thiamethoxam ile yapılan çalışmalarda en düşük direnç oranı oldukça homojen olan Güryıldız popülasyonunda tespit edilmiştir. Bunu direnç oranlarındaki artışa göre sırasıyla sağına doğru izleyen Niksar, Merkez, Zile, Erbaa, TOGÜ kampüs, Turhal, popülasyonları takip eder. Bu popülasyonların eğim deęerleri incelendiğinde tamamının heterojen yapıda olduđu görölmektedir. Buralarda thiamethoxam ile uygulamanın tekrarlanarak devam etmesi durumunda mevcut olan orta düzeydeki direncin yüksek seviyelere çıkabileceđi söylenebilir. Pazar popülasyonu en dirençli popülasyon olarak tespit edilmiştir. Pazar gibi oldukça yüksek direncin olduđu popülasyonlar üzerine thiamethoxam uygulamasının etkisiz olacađı görölmektedir. Aynı zamanda bu popülasyonların logaritmik doz-ölüm eğrileri incelendiğinde yatay bir eğime sahip olan Pazar popülasyonunun direnç seviyelerinin daha yüksek derecelere çıkma ihtimali olduđu söylenebilir.



Şekil 4. 3. Thiamethoxam uygulanan farklı *Bemisia tabaci* ergin popülasyonlarının logaritmik doz ve ölüm eğrileri

Tüm popülasyonlar karşılaştırıldığında araştırmada kullanılan tüm insektisitlerde LC₅₀ değerlerine göre duyarlılık kaybı bulunmuştur. *B.tabaci* ergin popülasyonlarında acetamiprid'e karşı 5,64 - 16,82 kat; imidacloprid'e karşı 10,02 - 30,93 kat; thiamethoxam'a karşı ise 4,01 - 14,94 kat arasında değişen oranlarda direnç tespit edilmiştir.

Ergin direnç biyoassay sonuçları popülasyon örnekleme bölgeleri bazında değerlendirildiğinde, farklı seviyelerde direnç oranlarına ulaşılmış olmakla birlikte, genel olarak popülasyonların tamamına yakınında yüksek oranda imidacloprid ve acetamiprid direncinin mevcut olduğu tespit edilmiştir. Bunun yanında thiamethoxam için ise popülasyonların tamamında orta düzeyde direncin vuku bulduğu sonucuna varılmıştır.

Yayladalı popülasyonunun tüm kullanılan ilaçlara diğer popülasyonlarla mukayese edildiğinde daha hassas olduğu görülürken, kullanılan preparatlara farklı düzeylerde tepki verdiği tespit edilmiştir. Yayladalı popülasyonunu en hassas olduğu etken madde imidacloprid iken, en dayanıklı olduğu etken madde thiamethoxam olup, acetamiprid'in ise ikisini arasında LC₅₀ değerine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Popülasyon yapısı bakımından ise acetamiprid dayanıklılığının diğerlerinden daha homojen olduğu, eğim değerlerinden ve log-doz grafiklerinden anlaşılmaktadır.

Pazar popülasyonu uygulanan üç neonikotinoid grubu insektisit de en yüksek RF50 değerine sahip olup yüksek bir dayanıklılığa sahiptir (Çizelge 4.1, 4.2, 4.3). Pazar ilçesinde entansif bir domates tarımının yapılması, beyazsinek yanında diğer gruplarında bu bölgede yoğun olarak bulunması ve neonikotinoid grubu preparatların yüksek oranda tercihi nedeniyle, yüksek seviyede direnç oluşumuna sebebiyet verildiği sonucuna varılmıştır. Aynı zamanda TOGÜ kampüs alanındaki seralardan toplanan beyazsinek popülasyonu imidacloprid ve acetamiprid'e yüksek oranda dirençli bulunmuş, thiamethoxam etkili maddesine ise orta seviyede direnç gösterdiği gözlemlenmiştir. Pazar'da imidacloprid etkili maddesine karşı oluşan dirençli popülasyonun homojen, acetamiprid ve thiamethoxam etkili maddelerine karşı oluşan dirençli popülasyonun ise heterojen bir popülasyon olduğu görülmektedir. Bu durumda imidacloprid'in popülasyon üzerinde bir seleksiyon baskısı oluşturmayacağı ancak diğer etkili maddelerin popülasyon üzerinde seleksiyon baskısı oluşturarak direnç seviyesini daha yüksek düzeylere çıkarabileceği düşünülmektedir. Bu yüzden Pazar ilçesindeki beyazsinek mücadelesinde farklı insektisit gruplarının kullanılmasında fayda olacağı aşikardır.

TOGÜ kampüs seralarında ise farklı insektisit gruplarının kullanılması ya da neonikotinoid grubu insektisitlerin bir süre kullanımına ara verilmesinde fayda vardır. Pazar ve TOGÜ kampüs dışındaki popülasyonlar mukayese edildiğinde, popülasyonlar arasında direnç oranı bakımından farklılıklar olduğu görülmektedir. Araştırma sonuçlarına göre direnç katsayılarının etkili maddeye ve popülasyona göre değiştiği saptanmıştır. LC₅₀ değerlerine göre 6 popülasyonun tamamında tüm insektisitlere oldukça dayanıklı bireyler bulunmaktadır. Tüm popülasyonların imidacloprid ve acetamiprid logaritmik doz-ölüm doğrularının eğimleri incelendiğinde heterojen olan popülasyonların homojen olma eğiliminde olduğu görülmektedir Genel anlamda Güryıldız popülasyonunun neonicotinoid grubu insektisitlere diğer popülasyonlara göre daha hassas olduğu söylenebilir. Preparatlar içerisinde erginler için en az direnç görülen etken madde thiamethoxam'dır. En yüksek direnç görülen etken madde ise imidacloprid'dir.

Benzer çalışmalar incelenecek olursa, Schuster ve ark. (2006), Florida'da (ABD) yaptıkları çalışmalarda 2000–2006 yıllarında *B. tabaci*'nin farklı lokasyonlardan toplanan tarla popülasyonlarının imidacloprid'e duyarlılıklarını çalışmışlardır. Maksimum direnç oranını 2001, 2002 ve 2003 yılları için sırasıyla 14.6, 35.2 ve 28.1 olarak saptamışlardır. 2004 yılında 11.4'e, 2005 yılında ise direnç oranının 2.59'a düştüğünü tespit etmişlerdir. Çalışma sonucunda ise *B. tabaci* B biyotipinin imidacloprid'e stabil olmayan direnç geliştirme potansiyelinde olduğu belirlenmiş ve Florida'da imidacloprid dayanıklılığının takibine devam edilmesi gerektiği kanaatine varmışlardır. Rao ve ark. (2012), Çin'den topladıkları *B. tabaci*'nin Q biyotipinin dört ırkı ve B biyotipinin bir ırkı ile pymetrozine ve dört neonikotinoid insektisite karşı direnci belirlemek için yaptıkları çalışmada; MED ırklarının, imidacloprid, thiametoxam ve acetamiprid'e karşı orta ila yüksek düzeyde bir direnç gösterdiğini tespit etmişlerdir. Bahşi ve ark. (2012), Antalya ve ilçelerinden topladıkları *B. tabaci* popülasyonlarının neonikotinoid sınıfından acetamiprid; organik fosforlu sınıftan chlorpyrifos-ethyl ve piretroid sınıfından cypermethrin etkili maddelerine karşı direnç düzeyi ve direnç geliştirme potansiyeli araştırmışlardır. Popülasyonlarda acetamiprid, chlorpyrifos ve cypermethrin için ortaya çıkan direnç düzeylerinin sırasıyla 6-299, 2-16 ve 1-22 kat olduğunu bildirmişlerdir. Ayrıca acetamiprid ve chlorpyrifos-ethyl ile seleksiyona tabi tutulan popülasyonların direnç düzeylerinde sırasıyla 18 ve 4 katlık artışlar tespit edilmiştir. Bu sonuçlara göre, *B. tabaci* Antalya popülasyonlarının acetamiprid, chlorpyrifos ve cypermethrin'e karşı önemli düzeylerde dayanıklılık

geliştirdiği ortaya çıkarılmıştır. Basij ve ark. (2017), İran'ın farklı bölgelerinden topladıkları 9 farklı *B. tabaci* popülasyonunun imidacloprid ve acetamiprid duyarlılıklarını araştırmışlardır. Çalışmaları sonucunda popülasyonların direnç oranı, imidacloprid için 9,72 - 205,20 kat arasında, acetamiprid için 6,38 - 174,57 kat arasında olduğunu bildirmişlerdir. Şahin ve ark. (2017), yaptıkları çalışmada Antalya'dan toplanan farklı beyazsinek popülasyonlarının neonikotinoid grubu insektisitlere karşı direnç durumunu araştırmışlar, acetamiprid için hassas bir popülasyona göre LC₅₀ dayanıklılık katsayılarının 4,4 - 30,4 kat arasında olduğunu gözlemlemişlerdir. Benzer şekilde, hassas popülasyonla karşılaştırıldığında thiamethoxam için dayanıklılığın 8,6 - 31,8 kat arasında değiştiğini tespit etmişlerdir. Satar ve ark. (2018), yaptıkları çalışma duyarlı SUD-S ırkı ile *B. tabaci* popülasyonları karşılaştırıldığında test edilen tüm neonikotinoidlere beyazsineklerin dirençli olduğunu göstermişler, en yüksek direnç faktörünün Kumluca'da imidacloprid için 2060, en düşük değer ise Samandağ'da thiamethoxam için 5,36 kat olduğunu bildirmişlerdir.

4.2. Nimf Biyoassay Sonuçları

4.2.1. Acetamiprid nimf biyoassay bulguları

Denemede kullanılan nimf popülasyonlarının acetamiprid'e karşı göstermiş oldukları duyarlılık düzeyleri çizelge 4.4'de verilmiştir. Erbaa, Güryıldız, Merkez, Niksar, Pazar, TOGÜ kampüs, Turhal, Zile ve Hassas popülasyonların acetamiprid LC₅₀ değerleri sırası ile 21,14- 18,31- 35,76- 36,69- 33,79- 53,11- 29,18- 31,66 ve 6,17 ppm olarak bulunmuştur. Hassas popülasyon bütün popülasyonlardan istatistiksel olarak farklıdır (P<0,05). En dirençli popülasyon olarak görülen TOGÜ kampüs popülasyonu istatistiksel olarak Niksar, Merkez, Zile, Turhal, Erbaa ve Güryıldız'dan farklıdır (P<0,05). Çizelge 4.4.'de de görüldüğü gibi Erbaa, Güryıldız, Merkez, Niksar, Pazar, TOGÜ kampüs, Turhal ve Zile popülasyonlarının LC₅₀ değerleri hassas popülasyondan büyük çıkmıştır. Direnç oranları ise sırası ile 3,42- 2,96- 5,79- 5,94- 5,47- 8,60- 4,73 ve 5,13 olarak tespit edilmiştir.

Çizelge 4. 4. Acetamiprid uygulanan farklı *Bemisia tabaci* nimf popülasyonlarının LC₅₀,LC₉₀, güven aralıkları, eğim ve RF50 değerleri

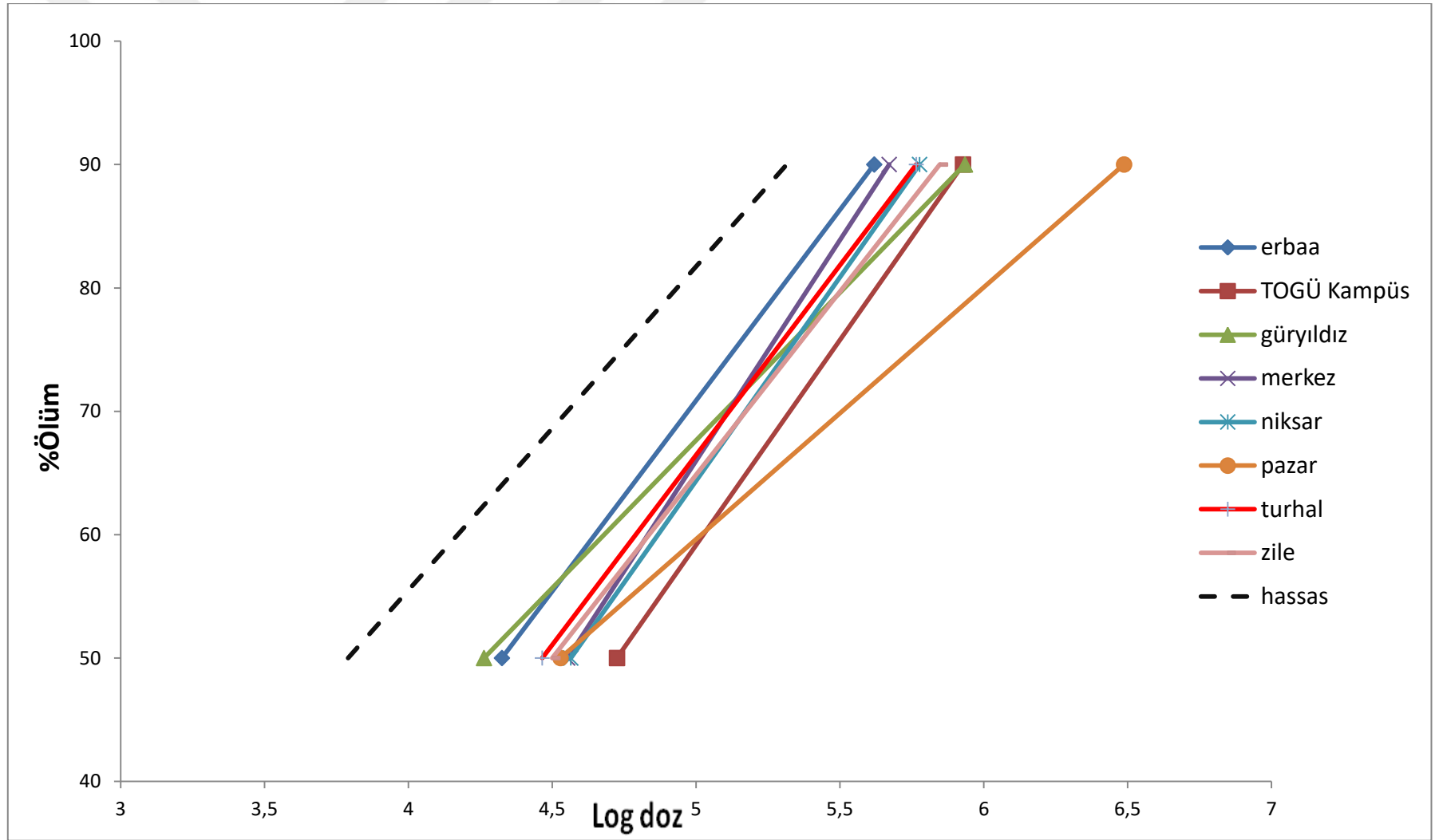
INSEKTİSİT	POPULASYON	n*	EĞİM ±(SE)	LC50	LC90	X ²	RF50**
				(GÜVEN ARALIĞI) (%95)	(GÜVEN ARALIĞI) (%95)		
ACETAMIPRID	Erbaa	1073	1,698±0,162	21,14 (16,76- 26,11)	847,23 (261,22 - 805,88)	0,32	3,42
	Güryıldız	1077	1,314±0,135	18,31 (13,58 - 23,62)	469,32 (470,44 - 2088,36)	0,79	2,96
	Merkez	1120	1,965±0,155	35,76 (29,87 - 42,75)	598,44 (321,41 - 776,14)	0,56	5,79
	Niksar	1131	1,812±0,140	36,69 (30,73 - 43,94)	3076,08 (397,22 - 1030,33)	0,65	5,94
	Pazar	1108	1,121±0,128	33,79 (25,24 - 45,00)	582,81 (1310,2 - 11529,9)	0,51	5,47
	TOĞÜ kampüs	1137	1,827±0,145	53,11 (44,43 - 64,31)	860,64 (545,84 - 1526,98)	0,79	8,60
	Turhal	1122	1,690±0,141	29,18 (23,85 - 35,44)	704,48 (374,89- 1060,53)	0,94	4,73
	Zile	1128	1,631±0,138	31,66 (25,82 - 38,75)	206,71 (438,45 - 1345,60)	0,39	5,13
	Hassas	1056	1,441±0,160	6,17 (4,01 - 8,44)	847,23 (128,59 - 419,32)	0,80	

n*: denemede kullanılan birey sayısı

RF50**: direnç oranı

SE : Standart hata

Şekil 4.4 incelendiğinde hassas popülasyonun acetamiprid etkili maddesine gösterdiği logaritmik doz-ölüm eğrisi grafiğın en solunda, bunun sağında ise direnç oranı en düşük olan Güryıldız popülasyonu yer almıştır. Güven aralıkları incelendiğinde Hassas popülasyon dışındaki tüm popülasyonlar arasında çakışmalar görülmektedir. Direnç oranı en yüksek olan TOĞÜ kampüs popülasyonunun eğrisi ise grafiğın en sağında yer almıştır. Acetamiprid ile yapılan çalışmalarda en düşük direnç oranı Güryıldız popülasyonunda tespit edilmiştir. Bunu direnç oranlarındaki artışa göre sırasıyla sağa doğru izleyen Erbaa ve Turhal popülasyonlarının takip ettiği görülmektedir. Sırasıyla sağa doğru Zile, Pazar, Merkez ve Niksar popülasyonları orta düzeyin hemen üzerinde direnç göstermekte olup, TOĞÜ kampüs popülasyonu en dirençli popülasyon olarak tespit edilmiştir. Tüm popülasyonların logaritmik doz-ölüm eğrilerinin sağa yatık olması popülasyonların heterojen yapıda olduğunu, uygulamanın devam etmesi durumunda Güryıldız, Erbaa ve Turhal popülasyonlarında mevcut olan düşük düzeydeki direnç artabilecek, Zile, Pazar, Merkez ve Niksar popülasyonlarında ise mevcut olan orta düzeydeki direnç yüksek seviyelere çıkabilecektir.



Şekil 4. 4. Acetamiprid uygulanan farklı *Bemisia tabaci* nimf popülasyonlarının logaritmik doz ve ölüm eğrileri

4.2.2. İmidacloprid nimf biyoassay bulguları

Denemede kullanılan nimf popülasyonlarının imidacloprid'e karşı göstermiş oldukları duyarlılık düzeyleri çizelge 4.5'de verilmiştir. Erbaa, Güryıldız, Merkez, Niksar, Pazar, TOGÜ kampüs, Turhal, Zile ve Hassas popülasyonların imidacloprid LC₅₀ değerleri sırası ile 17,57- 28,67- 35,76- 35,50- 28,62- 27,12- 19,56- 21,34 ve 4,09 ppm olarak bulunmuştur. Hassas popülasyon bütün popülasyonlardan istatistiksel olarak farklıdır (P<0,05). En dirençli popülasyonlar olarak görülen Merkez ve Niksar popülasyonları istatistiksel olarak Zile, Turhal ve Erbaa'dan farklıdır (P<0,05). Çizelge 4.5'de de görüldüğü gibi Erbaa, Güryıldız, Merkez, Niksar, Pazar, TOGÜ kampüs, Turhal ve Zile popülasyonlarının LC₅₀ değerleri hassas popülasyondan büyük çıkmıştır. Direnç oranları ise sırası ile 4,29- 7,01- 8,74- 8,67- 6,99- 6,63- 4,78 ve 5,21 olarak tespit edilmiştir.

Çizelge 4. 5. İmidacloprid uygulanan farklı *Bemisia tabaci* nimf popülasyonlarının LC₅₀, LC₉₀, güven aralıkları, eğim ve RF50 değerleri

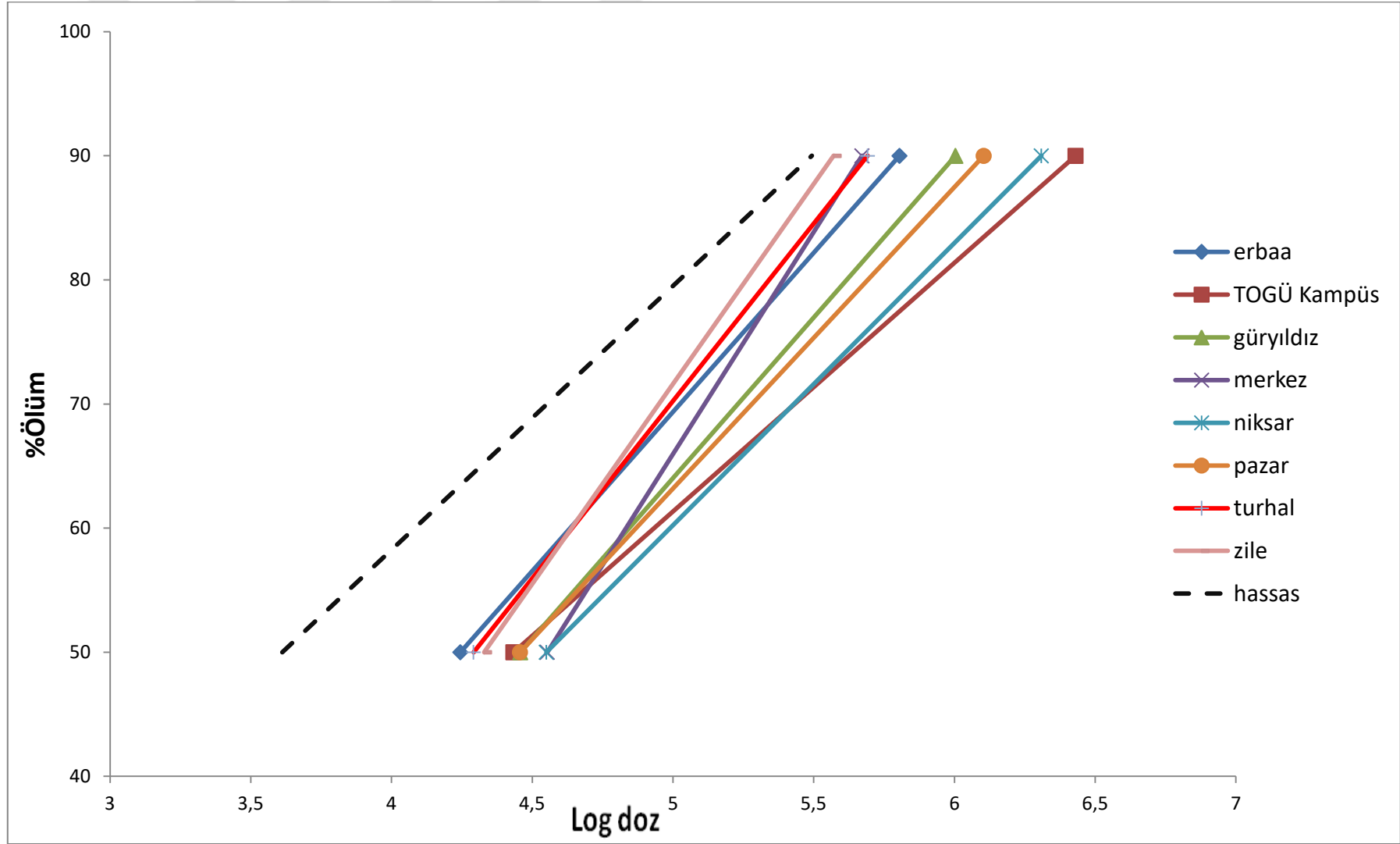
İNSEKTİSİT	POPULASYON	n*	EĞİM ±(SE)	LC50	LC90	X ²	RF50**
				(GÜVEN ARALIĞI) (%95)	(GÜVEN ARALIĞI) (%95)		
İMİDACLOPRİD	Erbaa	1086	1,408±0,141	17,57 (13,29 - 22,29)	638,28 (368,93 - 1412,33)	0,76	4,29
	Güryıldız	1099	1,421±0,136	28,67 (22,50 - 36,19)	1008,73 (562,23 - 2328,57)	0,66	7,01
	Merkez	1100	1,965±0,155	35,76 (29,87 - 42,75)	469,324 (321,41 - 776,14)	0,56	8,74
	Niksar	1159	1,249±0,132	35,50 (27,31 - 46,18)	2035,93 (976,67 - 6102,73)	0,50	8,67
	Pazar	1148	1,334±0,142	28,62 (22,16 - 36,74)	1270,84 (642,96 - 3522,00)	0,44	6,99
	TOGÜ kampüs	1119	1,100±0,123	27,12 (20,09 - 35,79)	2694,34 (1176,57 - 9629,32)	0,67	6,63
	Turhal	1073	1,569±0,137	19,56 (15,52 - 24,09)	491,635 (310,76 - 923,58)	0,58	4,78
	Zile	1115	1,769±0,140	21,34 (17,47 - 25,68)	372,497 (252,95 - 623,18)	0,53	5,21
	Hassas	1004	1,168±0,158	4,09 (2,04 - 6,39)	311,38 (166,42 - 873,55)	0,85	

n*: denemede kullanılan birey sayısı

RF50**: direnç oranı

SE : Standart hata

Şekil 4.5 incelendiğinde hassas popülasyonun imidacloprid etkili maddesine gösterdiği logaritmik doz-ölüm eğrisi grafiğın en solunda bunun sağında ise direnç oranı en düşük olan Erbaa popülasyonu yer almıştır. Güven aralıkları incelendiğinde Hassas popülasyon dışında tüm popülasyonlar arasında çakışmalar görölmektedir. Direnç oranı en yüksek olan Merkez popülasyonunun eğrisi ise grafiğın en sağında yer almıştır. İmidacloprid ile yapılan çalışmalarda en düşük direnç oranı Erbaa popülasyonunda tespit edilmiştir. Bunu direnç oranlarındaki artışa göre sırasıyla sağına doğru izleyen Turhal, Zile, TOGÜ kampüs, Pazar ve Güryıldız popülasyonlarının takip ettiği görölmektedir. Niksar ve Merkez popülasyonları en dirençli popülasyonlar olarak tespit edilmiştir. Tüm popülasyonların logaritmik doz-ölüm eğrilerinin sağına yatık olması popülasyonların heterojen yapıda olduğunu, uygulamanın devam etmesi durumunda Erbaa ve Turhal popülasyonundaki mevcut olan düşük düzeydeki direnç artacak, Zile, TOGÜ kampüs, Pazar, Güryıldız, Niksar, Merkez ve TOGÜ kampüs popülasyonlarında ise mevcut olan orta düzeydeki direnç yüksek seviyelere çıkabilecektir.



Şekil 4. 5. İmidacloprid uygulanan farklı *Bemisia tabaci* nimf popülasyonlarının logaritmik doz ve ölüm eğrileri

4.2.3. Thiamethoxam nimf biyoassay bulguları

Denemede kullanılan nimf popülasyonlarının thiamethoxam'a karşı göstermiş oldukları duyarlılık düzeyleri çizelge 4.6'de verilmiştir. Erbaa, Güryıldız, Merkez, Niksar, Pazar, TOGÜ kampüs, Turhal, Zile ve Hassas popülasyonların thiamethoxam LC₅₀ değerleri sırası ile 20,60- 20,18- 33,75- 20,02- 39,36- 26,20- 31,32- 22,98- ve 8,07 ppm olarak bulunmuştur. Hassas popülasyon bütün popülasyonlardan istatistiksel olarak farklıdır (P<0,05). En dirençli popülasyon olarak görülen Pazar popülasyonu istatistiksel olarak TOGÜ kampüs, Zile, Erbaa, Güryıldız ve Niksar'dan farklıdır (P<0,05). Çizelge 4.6'de de görüldüğü gibi Erbaa, Güryıldız, Merkez, Niksar, Pazar, TOGÜ kampüs, Turhal ve Zile popülasyonlarının LC₅₀ değerleri hassas popülasyondan büyük çıkmıştır. Direnç oranları ise sırası ile 2,55- 2,50- 4,18- 2,48- 4,88- 3,23- 3,88 ve 2,85 olarak tespit edilmiştir.

Çizelge 4. 6. Thiamethoxam uygulanan farklı *Bemisia tabaci* nimf popülasyonlarının LC₅₀, LC₉₀, güven aralıkları, eğim ve RF50 değerleri

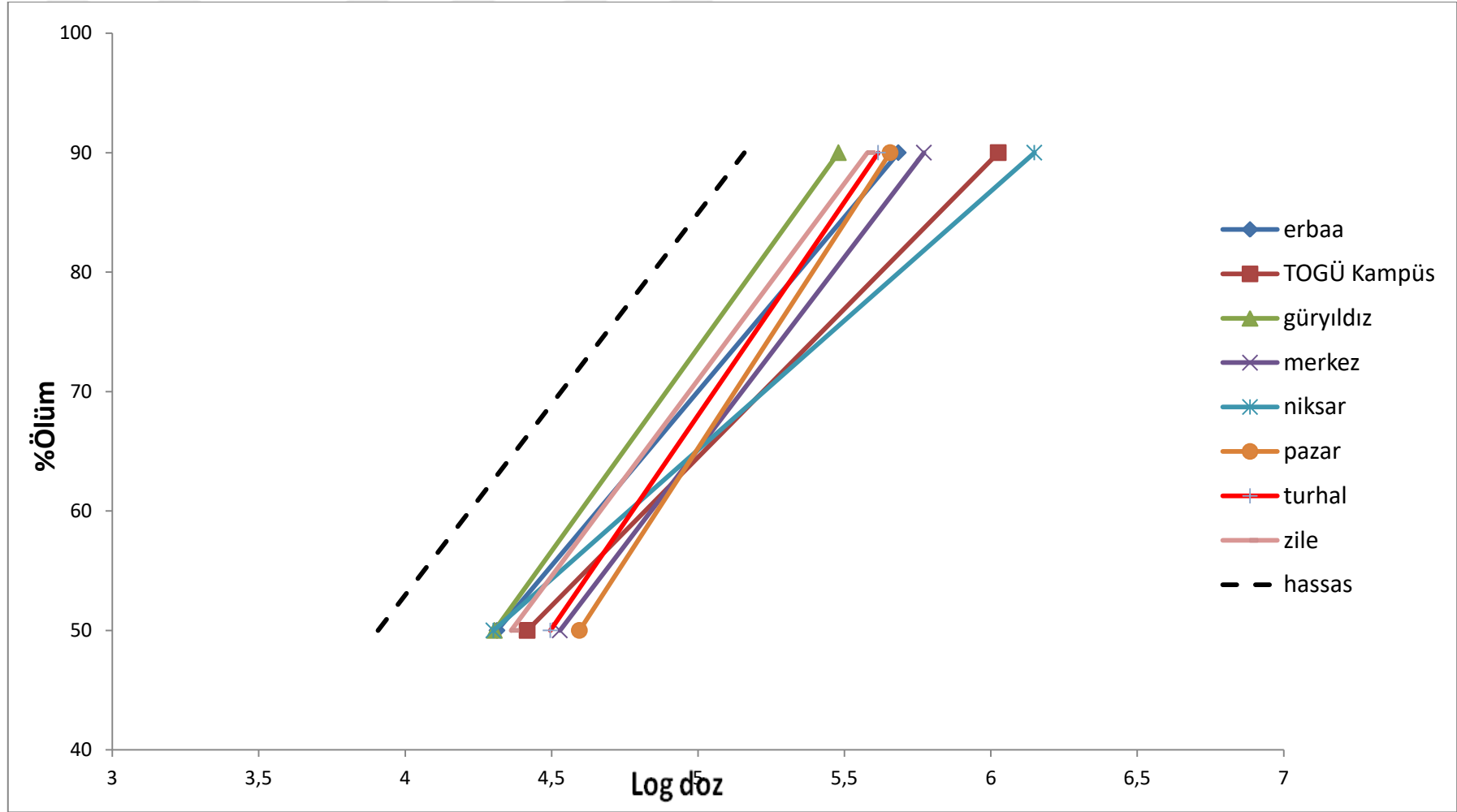
INSEKTİSİT	POPULASYON	n*	EĞİM ±(SE)	LC50 (GÜVEN ARALIĞI) (%95)	LC90 (GÜVEN ARALIĞI) (%95)	X ²	RF50**
THIAMETHOXAM	Erbaa	1114	1,603±0,137	20,60 16,44 – 25,28	483,26 309,46 - 888,00	0,62	2,55
	Güryıldız	1081	1,870±0,151	20,18 16,51 – 24,20	301,77 210,57- 487,22	0,58	2,50
	Merkez	1105	1,767±0,152	33,75 27,65 – 40,96	590,968 382,01 - 1073,65	0,95	4,18
	Niksar	1123	1,189±0,134	20,02 14,78 – 26,12	1408,05 668,86- 4416,51	0,37	2,48
	Pazar	1141	2,071±0,159	39,36 33,19 – 46,66	453,011 317,61 - 722,96	0,46	4,88
	TOGÜ kampüs	1097	1,366±0,130	26,20 20,38 – 32,91	1060,37 588,94- 2454,2	0,75	3,23
	Turhal	1036	1,963±0,149	31,32 26,28 – 37,13	412,238 288,25 - 659,23	0,57	3,88
	Zile	1117	1,805±0,143	22,98 18,87 – 27,63	378,71 257,93 - 631,12	0,66	2,85
	Hassas	1131	1,756±0,159	8,07 6,04 – 10,17	143,89 101,02- 233,23	0,81	

n*: denemede kullanılan birey sayısı

RF50**: direnç oranı

SE : Standart hata

Şekil 4.6 incelendiğinde hassas popülasyonun thiamethoxam etkili maddesine gösterdiği logaritmik doz-ölüm eğrisi grafiğın en solunda bunun sağında ise direnç oranı en düşük olan Niksar popülasyonu yer almıştır. Güven aralıkları incelendiğinde Hassas popülasyon dışında tüm popülasyonlar arasında çakışmalar görölmektedir. Direnç oranı en yüksek olan Pazar popülasyonunun eğrisi ise grafiğın en sağında yer almıştır. Thiamethoxam ile yapılan çalışmalarda en düşük direnç oranı Niksar popülasyonunda tespit edilmiştir. Bunu direnç oranlarındaki artışa göre sırasıyla sağına doğru izleyen Güryıldız, Erbaa, Zile, TOGÜ kampüs ve Turhal popülasyonları takip eder. Merkez ve Pazar popülasyonları en dirençli popülasyonlar olarak tespit edilmiştir Tüm popülasyonların eğim değerleri incelendiğinde tamamının heterojen yapıda olduğı görölmektedir. Bu alanlarda mevcut uygulamanın devam etmesi durumunda tüm popülasyonlardaki düşük düzeyde olan direnç artış gösterebilir.



Şekil 4. 6. Thiamethoxam uygulanan farklı *Bemisia tabaci* nimf popülasyonlarının logaritmik doz ve ölüm eğrileri

Genel olarak değerlendirme yapmak gerekirse *B.tabaci* nimf popülasyonlarında acetamiprid'e 2,96 – 8,60 , imidacloprid'e 4,29 – 8,74 , thiamethoxam'a karşı ise 2,48 – 4,88 kat arasında değişen oranlarda direnç tespit edilmiştir.

Nimf direnç biyoassay sonuçları popülasyon örnekleme bölgeleri bazında değerlendirildiğinde farklı seviyelerde direnç oranlarına ulaşılmış olmakla birlikte, popülasyonların tamamında imidacloprid'e orta düzeyde, thiamethoxam'a düşük düzeyde direncin mevcut olduğu söylenebilir. Bunun yanında üç popülasyonda acetamiprid'e karşı düşük düzeyde, beş popülasyonda ise orta düzeyde direncin mevcut olduğu saptanmıştır (Çizelge 4.4, 4.5, 4.6). Nimf direnç biyoassay sonuçlarını ergin biyoassay sonuçları ile mukayese ettiğimizde tüm popülasyonların uygulanan üç etkili maddeye karşı daha hassas oldukları ortaya çıkarılmıştır. Bu durumun nimflerin vücut gelişimini tamamlanmadığından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Konu ile ilgili yapılan çalışmalara bakılacak olursa; Jones (2011), üç *B.tabaci* popülasyonunda ergin ve nimflere karşı imidacloprid uygulaması yapmış ve her üç popülasyonda da nimflerin daha hassas olduğunu tespit etmiştir. Nauen ve ark (2008), *B. tabaci*'nin neonikotinoid insektisitlere karşı yaşa özgü direnç gelişimini ölçtükleri çalışmada gözlenen en yüksek dayanıklılık oranının prepupa döneminde 13 kat iken, ergin dönemde ise 580 kat olduğunu bulmuşlardır. Yukarıdaki yazarların yaptığı çalışmalarla şekil 4.7,4.8 ve 4.9'da görüldüğü üzere bu çalışmada elde edilen bulgular benzer olup, nimf döneminin ergin döneme göre daha hassas olduğu teyit edilmektedir.

Çalışmada denemeye alınan etken maddeler karşılaştırıldığında tüm insektisitler arasında popülasyonlara göre fark etmekle beraber çapraz dirençtan bahsedilebilir. TOGÜ kampüs popülasyonuna uygulanan acetamiprid ve imidacloprid etkili maddeleri, Pazar popülasyonuna uygulanan acetamiprid, imidacloprid ve thiamethoxam etkili maddeleri için maksimum LC₅₀ değerleri elde edilmiştir. Bu iki popülasyonunda adı geçen insektisitlere yüksek düzeyde çapraz direnç geliştirdiği düşünülmektedir. Benzer çalışmalar incelenecek olursa; Elbert ve Nauen (2000), yaptıkları çalışmada acetamiprid ve thiamethoxamda yüksek düzeyde çapraz dayanıklılık saptamışlardır. Tarla koşullarında da thiamethoxam ile imidaclopridin çapraz dayanıklılığını doğrulamışlardır. Horowitz ve ark (2004), yaptıkları çapraz dayanıklılık analizlerinde thiametoxamın 12. dölünde seçilen bireyler acetamipride neredeyse hiç çapraz dayanıklılık göstermezken; acetamiprid'den seçilen ırklarda thiametoxam'a 500 kattan fazla çapraz dayanıklılık belirlemiştir. Prabhaker ve ark (2005), *B. tabaci* ırkları ile

laboratuvar biyoassaylerinde neonicotinoid grubu dört insektisit (acetamiprid, dinotefuran, imidacloprid ve thiamethoxam) dayanıklılık gelişimi ve çapraz dayanıklılığını incelemişlerdir. ABD'in güneydoğusunda üç farklı lokasyondan üç imidacloprid dayanıklı ırk sistemik biyoassay yöntemi ile karşılaştırılmıştır. Imperial Vadisinden (Kaliforniya) toplanan 120 kat imidaclopride dayanıklı ırk IM-R, acetamiprid, dinotefuran ve thiamethoxam ile çapraz dayanıklılık göstermemiştir. Aynı zamanda imidaclopride yüksek düzeyde dayanıklı (RF:109 kat) Guatemala ırkı (GU-R), acetamiprid ve thiamethoxama düşük seviyede çapraz direnç göstermiştir. Ayrıca bu çalışmada dört neonicotinoidin içinden tarla popülasyonuna en toksik etkili madde dinotefuran olarak belirlenmiştir.

4.3. *Bemisia tabaci* Popülasyonlarında Neonicotinoid Dayanıklılığının Enzimlerle İlişkisinin Saptanması

4.3.1. *Bemisia tabaci* popülasyonlarında Esteraz (EST) enzim aktivitelerinin belirlenmesi çalışmaları

Popülasyonların microplate assay ile toplam esteraz enzim aktiviteleri α -naftyl asetat ile girdiği reaksiyonda 10 dakika içerisinde kinetik olarak belirlenmiştir. Esteraz enzim aktivitesi mOD/min/mg protein olarak hesaplanmıştır. Popülasyonların esteraz enzimlerinin microplate reader'da kinetik olarak okunması sonucunda, elde edilen protein miktarları tek yönlü varyans analizi tekniği ile (OneWay ANOVA) analiz edilmiştir. Popülasyonlar arasındaki farklılıkların belirlenmesinde Tukey testi kullanılmıştır.

Esteraz aktivitesinin belirlendiği çalışmada popülasyonlar arasında istatistiki farklılık belirlenmemiştir (Çizelge 4.7).

Çizelge 4. 7.Farklı *Bemisia tabaci* popülasyonlarının esteraz (EST)aktiviteleri

POPÜLASYON	EST
	(mOD/ μ l/mgprotein)
Erbaa	0,9652
Güryıldız	1,1638
Merkez	1,1845
Niksar	1,0570
Pazar	1,1275
TOGÜ kampüs	1,3329
Turhal	1,2621
Zile	1,0520
Hassas	0,8563

Konuyla ilgili yapılan çalışmalara bakılacak olursa; Rauch ve Nauen (2003), ise neonicotionid grubu insektisitlere en hassas olan USA-B popülasyonun, çalıştıkları popülasyonlara göre daha düşük, diğer bir hassas popülasyon olan SUD-S'den ise daha yüksek karboksilesteraz aktivitesine sahip olduğunu ortaya koymuşlardır. Jeschke ve Nauen (2005), esteraz aktivitesindeki farklılığın neonicotionid dayanıklılığıyla değil aksine organik fosforlarla ilişkisi olduğunu bildirmiştir.

4.3.2. *Bemisia tabaci* popülasyonlarında glutathion S-transferaz (GST) aktivitelerinin belirlenmesi çalışmaları

Yapılan çalışmada arazi ve hassas popülasyonların her birine ait GST enzim aktiviteleri kinetik olarak belirlenmiş 5 dk içinde toplam enzim aktivitesi saptanmıştır. Popülasyonların GST enzimlerinin microplate reader'da kinetik olarak okunması sonucunda, elde edilen protein miktarları (mOD/min/mg protein) tek yönlü varyans analizi tekniği ile (One-Way ANOVA) belirlenmiştir. Popülasyonlar arasındaki farklılıkların saptanmasında Tukey testi kullanılmıştır. Glutathion S-transferaz (GST) aktivitesinde popülasyonlar arasında istatistiksel farklılık belirlenmemiştir (Çizelge 4.8).

Çizelge 4. 8. Farklı *Bemisia tabaci* popülasyonlarının Glutathion S-transferaz (GST) aktiviteleri

POPÜLASYON	GST
	(mOD/ μ l/mgprotein)
Erbaa	0,0074
Güryıldız	0,0090
Merkez	0,0125
Niksar	0,0091
Pazar	0,0093
TOGÜ kampüs	0,0087
Turhal	0,0079
Zile	0,0087
Hassas	0,0070

Neonicotinoid dayanıklılığı, GST aktivitesinden çok monooksijenaz enzim aktivitesi sonucunda ortaya çıkmakta, bu enzimin aktivitesinin ise genelde organik klorlu ve klorlandırılmış hidrokarbon grubu insektisit dayanıklılığı ile ilişkili olduğu Vontas ve ark., (2000) ve Rauch ve Nauen, (2003) tarafından ifade edilmektedir. Benzer çalışmalara bakılacak olursa; yine Rauch ve Nauen (2003), en yüksek GST aktivitesinin hassas ırk USA-B'de olduğunu belirlemiş ve hiçbir dayanıklı popülasyonda daha yüksek GST aktivitesine rastlamamışlardır. Feng ve ark. (2010), iki

B.tabaci ırkı arasında glutation S-transferaz enzimi açısından herhangi bir fark gözlemlenmemişlerdir. Basij ve ark., (2016) hassas *B.tabaci* ırkının dirençlilerden daha yüksek GST aktivitesine sahip olduklarını bildirmişlerdir. Çalışmamızda ise hassas ırkla dirençli popülasyonlar kıyaslandığında benzer şekilde düşük GST aktivitesi belirlenmiştir.

4.3.3. *Bemisia tabaci* popülasyonlarında sitokrom P450 enzim aktivitelerinin belirlenmesi çalışmaları

Sitokrom P450 enzim aktivitesini saptamaya yönelik yapılan çalışmalarda popülasyonlar arasında istatistiki olarak bulunan fark önemlidir. Sitokrom P450 enzim aktivitesi 1,04 – 4,03 ng/30 min/ngprotein arasında değişen oranlarda bulunmuştur (Çizelge 4.9).

Çizelge 4. 9.Farklı *Bemisia tabaci* popülasyonlarının P450 enzim aktiviteleri

POPÜLASYON	P450
	(ng/30 min/ngprotein)
Erbaa	2,2498 cd
Güryıldız	2,3163 cd
Merkez	1,7553 e
Niksar	1,7185 e
Pazar	3,7933 b
TOGÜ kampüs	4,3715 a
Turhal	2,4399 c
Zile	2,0549 de
Hassas	1,0413 f

* Aynı sütun içinde aynı harfi içeren ortalamalar arasındaki fark Tukey testine göre istatistiki olarak önemli değildir.(P>0.05).

Araştırmalarda kullanılan 9 popülasyondan hassas olanı en düşük P450 aktivitesine sahipken, TOGÜ kampüs popülasyonu hassasa nispetle 4,19 kat daha fazla enzim aktivitesi göstermiştir. Bundan sonra ise Pazar popülasyonunda 3,64 kat P450 enzim aktivitesi saptanmıştır. Sitokrom P450 böceklerde neonikotinoid grubu preparatlara karşı direnç kazanımında etkili olan bir enzimdir. Yaptığımız çalışmada neonikotinoid grubu ilaçlara direnç kazanma açısından sitokrom P450 enzim aktivitesi, biyoassay bulguları ile paralellik arz etmektedir. Araştırmalar sonucunda direnci en yüksek popülasyonlardan TOGÜ kampüs ve Pazar ile ilgili olarak sitokrom P450 aktiviteleri de hassas popülasyonlara oranla daha yüksek düzeylerde bulunmuştur. Bu bakımdan

popülasyonların toplandığı alanlarda neonicotinoidli ilaçların kullanıldığı ve beyazsineklerin bu ilaçlara karşı direnç geliştirdiği söylenebilir.

Yapılan benzer çalışmalara bakılacak olursa; Nauen ve ark. (2002) ve Rauch ve Nauen, (2003), İspanya, Almanya ve İsrail’ den toplanan B ve Q biyotiplerinde neonicotinoid grubu dayanıklılığının artan sitokrom P450’ye bağımlı monooksijenaz aktivitesinden kaynaklandığını saptamışlardır. Buna karşın, Byrne ve ark. (2003), Guatemala’dan toplanan B biyotip popülasyonlarında seleksiyon yapılmasına rağmen belirgin bir enzim aktivitesini belirleyememişlerdir. Sitokrom P450’ye bağımlı monooksijenaz aktivitesi ve imidacloprid dayanıklılık düzeyi arasında önemli bir ilişki de Girit’ten toplanan Q tipi *B. tabaci* popülasyonlarında gözlemlenmiştir (Roditakis ve ark., 2009). Karunker ve ark (2008), *B. tabaci* nin B ve Q biyotiplerinde yüksek imidacloprid dayanıklılığı ile ilgili sitokrom P450 geni olan CYP6CM1 üzerine yürüttükleri çalışmada, tüm popülasyonlarda en önemli dayanıklılık mekanizmanın sitokrom P450 monooksijenaz enziminin artan detoksifikasyonu olduğunu saptamışlardır. Wang ve ark (2009), *B. tabaci*’nin NJ (B biyotip) popülasyonunu 30 döl imidacloprid’le seleksiyona uğratarak NJ-Imi popülasyonunu elde etmişlerdir. Bu popülasyonda imidacloprid’e 490 kat dayanıklılık belirlenmiştir. NJ-Imi popülasyonunda dayanıklılık nedeninin sitokrom-P450 monooksijenaz enziminin fazla üretilmesiyle ilişkili olduğunu belirlemişlerdir. Feng ve ark. (2010), yaptıkları çalışmada iki popülasyon üzerindeki biyokimyasal analizler sonucunda, sitokrom P450 monooksijenaz aktivitelerinin sırasıyla 1,21 ve 1,68 kat arttığını bildirmişlerdir. Rao ve ark. (2012), Çin’den topladıkları biyotip ırklarında direncin, sitokrom P450 monooksijenaz geni CYP6CM1’in aşırı ekspresyonu ile meydana geldiğini ifade etmişlerdir. Basij ve ark. (2017), İran’ın farklı bölgelerinden topladıkları 9 farklı *B. tabaci* popülasyonunun imidacloprid ve acetamiprid duyarlılıklarını çalışmışlar, popülasyonların direnç oranını imidacloprid için 9,72 – 205,20 , acetamiprid için ise 6,38 - 174,57 kat arasında olduğunu bildirmişlerdir. Sitokrom P450s monooksijenaz enzim aktivitesinin, imidacloprid ve acetamiprid dirençleriyle ilişki olduğunu dolayısıyla sitokrom P450 enziminin *B. tabaci*’nin dokuz popülasyonundaki neonicotinoid direncinden sorumlu tek enzim sistemi olduğunu ifade etmişlerdir.

4.4. Kalıntı Analizleri (LC-MS/MS Analizleri)

4.4.1. Pestisitlere ait ana iyon kütleleri, ürün iyonların kütleleri ve çarpışma enerjilerinin belirlenmesi

Sıvı kromatografisinde kalitatif olarak tespit edilecek olan pestisitler, sıvı kromatografisinden bir bağlantı hattıyla kütle dedektörü (MS) sistemine aktarılmaktadır. Pestisitlerin ayrımı, kütle dedektöründe kütle spektrumlarının alınabilmesi, analitlerin hareket halinde olan iyonlara dönüşmesi ve kütle/yük oranına göre sıralanmalarıyla mümkündür. Bu durumun gerçekleşmesi için kütle dedektörü sistemine giren analitler yüksek sıcaklıkta buharlaşır ve iyonlaşırlar. İyon halindeki moleküller argon gazı ile çarpışarak ürün iyonlarına parçalanırlar. Ana ve ürün iyon, hızlandırıcı yardımıyla quadrapollere (tanım yaz) girer, ardından analitin kütle dedektöründe kütle spektrumları alınır (Anonim 2010). Araştırma kapsamında kullanılan her bir pestisit için çarpışma enerjilerinin bulunabilmesi için 1 µg/L konsantrasyonunda pestisit standart çözeltileri hazırlanarak infüzyon yöntemiyle karışımın kütle dedektör sistemine doğrudan enjeksiyonu sağlandı. İnfüzyon akış hızı 5 µL/dk. olarak belirlenmiş ve karışımın akışı başlatılmıştır. Kütle spektrometre (MS) sistemine giren analitler, yüksek sıcaklıkta buharlaştıktan sonra argon gazı ile çarpıştırılarak ana ve iki ürün iyonuna ait çarpışma enerjileri saptanmıştır. Belirlenen değerler, çalışılan pestisitlerin LC-MS/MS ile tespitinde kullanılmış olup elde edilen sonuçlar çizelge 4.10'da verilmiştir.

Çizelge 4. 10. Araştırma konusu olan pestisit ve pestisit metabolitlerinin ana iyon kütleleri, ürün iyon kütleleri ve çarpışma enerjileri

Pestisitler	Ana İyon Kütleleri (g/mol)	Ürün İyon Kütleleri (g/mol)	Çarpışma Enerjisi (eV)
Acetamiprid	222,90	72,50/99,00/126,10	-53,0/ -39,0/ -19,0
İmidacloprid	255,90	175,10 / 209,10	-19,0 / -16,0
Thiacloprid	252,80	90,10 / 126,00	-40,0 / -20,0
Thiamethoxam	291,80	181,10 / 211,20	-22,0 / -13,0
Clothianidin	249,80	132,00 / 169,10	-16,0 / -12,0

4.4.2. Gradyen programının oluşturulması

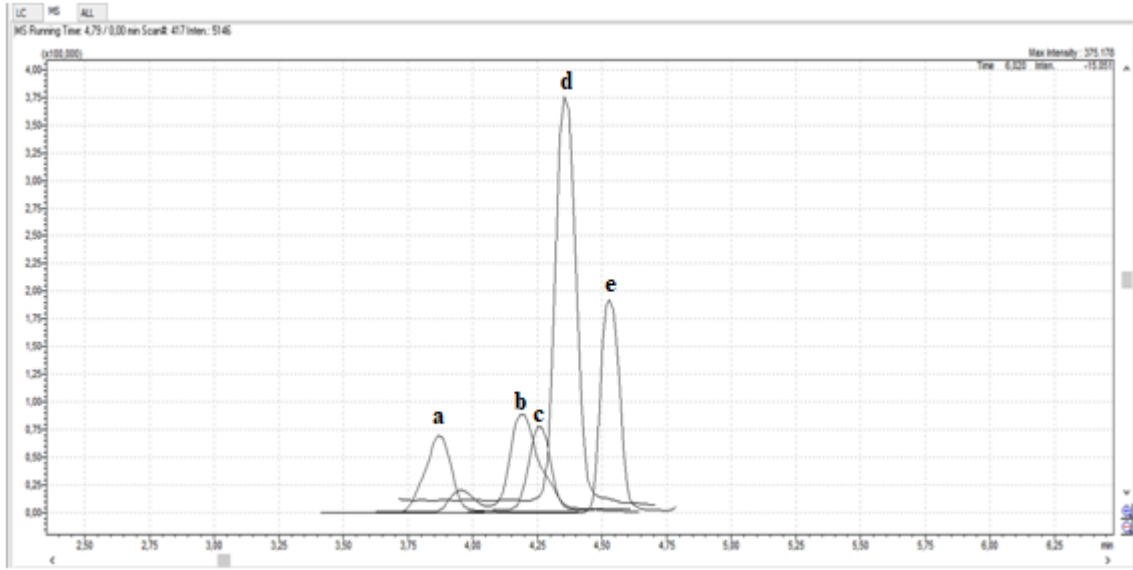
Analiz süresine etki eden faktörler hareketli faz konsantrasyonu, kolon cinsi, sıcaklığı ve özellikleri, enjeksiyon hacmi ve hareketli fazın akış hızından ibarettir (Hışıl, 1994). Hareketli faz konsantrasyonunun belirlenmesinde, piklerin iç içe girmesini ve yayvan pik

oluşumunu engelleyecek optimum değerler belirlenmiştir. Enjeksiyon hacmi, sıvı kromatografisi ve kütle dedektörünün kirlenmemesi ve hatlarda tıkanıklığa neden olmaması için 10 µL olarak belirlenmiştir. Yüksek kolon sıcaklığı, piklerin erken çıkmasına neden olurken aynı zamanda iç içe girmelerine de sebep olmaktadır. Pestisit çalışmaları için uygun kolon sıcaklığı genellikle 35 °C - 40 °C arasındadır. Bu nedenle kolon sıcaklığının belirlenmesi için ayrı bir optimizasyon çalışması yapılmamış ve kolon sıcaklığı 35 °C olarak belirlenmiştir. Metot optimizasyon çalışmaları ile kromatografik ayırımın en iyi şekilde gerçekleşmesi hedeflenmiştir. Oluşturulan metot, hareketli faz konsantrasyonu gradyen programıyla gerçekleştirilmiştir. Kromatografik ayırımın kısa sürede gerçekleşmesi için piklerin yayvan, üst üste ve çakışık olmaması, hareketli fazların oranı en iyi ve en uygun ayırımın gerçekleşebilmesi ve uygun piklerin gözlenebilmesi adına gradyen program oluşturulmuştur (Çizelge 4.11 ve Şekil 4.7). Sözü edilen acetamiprid, imidacloprid, thiacloprid, thiamethoxam ve clothianidin aktif maddelerinin kromatografik ayırımının gerçekleştirilmesinde bu program uygulanmıştır.

Çizelge 4. 11. Gradyen program

Zaman(dk)	B konsantrasyon(%)	Akış hızı ml/dk
0	5	0,4
4,00	95	0,4
6,00	95	0,4
6,01	5	0,4
10,00	5	0,4

Çizelge 4.11'de verilen gradyen programı kullanılarak domates numunelerinde acetamiprid, imidacloprid, thiacloprid, thiamethoxam ve clothianidin pestisitlerinin kalıntı analizleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen LC-MS/MS kromatogramları şekil 4.7'de gösterilmiş olup kromatografik ayırımın 4,279 dakikada sonlandığı gözlemlenmiştir.



Şekil 4. 7. Thiamethoxam (a), imidacloprid (b), clothianidin (c), acetamiprid (d) ve thiacloprid (e) ait kromatogramlar

Çizelge 4.11'de gösterilen gradyen programı uygulandığında, piklerin birbiri ile çakışmadan ayrıldığı ve kromatografik ayrımın 1 dakika gibi kısa bir zamanda sonlandığı gözlemlenmiştir. Kromatografik ayrımın kısa sürede gerçekleşmesi MS kirliliğinin önlemesi açısından önemlidir. Oluşturulan gradyen programında, hareketli faz akış hızı 400 $\mu\text{L}/\text{dk}$ olarak belirlenmiştir. Ayrıca, akış miktarının iyi bir şekilde ayarlanması ile çözügen tüketimi azaltılmış ve analiz daha ekonomik hale getirilmiştir.

4.4.3. Pestisitlere ait kalibrasyon eğrileri

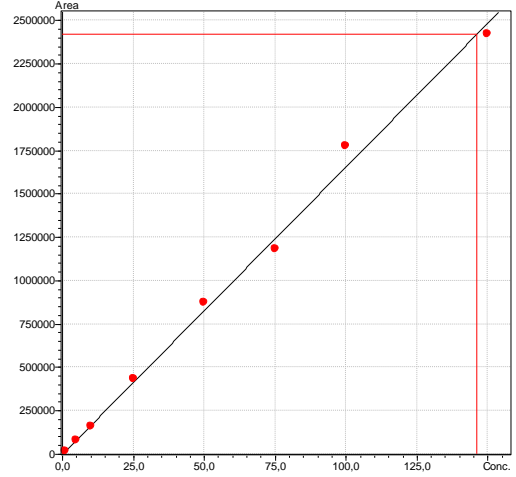
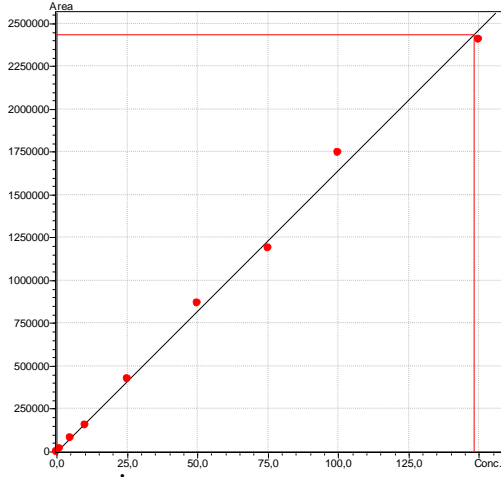
Pestisit kalıntı analizleri gerçekleştirilirken üzerinde durulması gereken önemli hususlardan birisi de ekstraksiyonu gerçekleştirilecek olan bitki, toprak ve gıda materyallerinden ekstraksiyon çözeltilisine geçen girişim unsurlarının kromatografik sistemde yarattığı sorunlardır. Kalıntı analizlerinde istenmeyen maddelerin ekstrakt çözeltilisinden uzaklaştırılması için temizleme (clean-up) işleminin yapılması gerekmektedir. Yetersiz ve doğru olmayan bir clean-up işlemi, ekstraksiyon işleminin kalitesi ve verimini olumsuz yönde etkileyebilmektedir. Bu etkiler ise, matrisden gelen bileşiklerin analit piklerinin tespitinin engellenmesi, pozitif hatalara sebebiyet vermesi, miktarsal hesaplamada büyük sapmalara neden olması olarak sıralanabilir. Bunlar matris etkisi olarak tanımlanmaktadır. Matris etkisini uzaklaştırmak için en sık uygulanan yöntem ise kalibrasyon çözeltileri hazırlanırken kalibrasyon noktalarını oluşturan her bir standardın örnek matris ile birlikte hazırlanmasıdır (Tiryaki 2009).

Çizelge 4.12'de verilen bileşimlerde kalibrasyon çözeltileri oluşturulmuş ve kalibrasyon noktaları, son konsantrasyon olan 0, 1, 5, 10, 25, 50, 75,100 ve 150 ppb olacak şekilde matriks uyumlu olarak hazırlanmıştır. Kalibrasyonların matriks uyumlu olarak yapılması, matriks etkilerini dengelemek için kullanılmaktadır. Kör numune olarak bu çalışma kapsamında içeriğinde herhangi bir pestisit bulunmadığı domates numuneleri kullanılmıştır. Domates numunelerinden, bölüm 3.2.6' da verilen QuEChERS yöntemi ile temizlenmiş ekstraksiyon sıvısı elde edilmiş ve bu sıvı kalibrasyon noktalarının hazırlanmasında ekstrakt olarak kullanılmıştır. Her bir vialde, çizelge 4.12'de belirtilen miktarlarda ekstrakt ilave edilmiştir. Çalışılan pestisitler için 100 ppb, 500 ppb ve 1000 ppb olacak şekilde ara stok çözeltiler oluşturulmuş ve bunlardan çizelge 4.12'de belirtilen miktarlarda alınarak artan konsantrasyonlarda kalibrasyon çözeltileri hazırlanmıştır. Her bir vialde, toplam hacim 1500 µL'ye tamamlanmıştır.

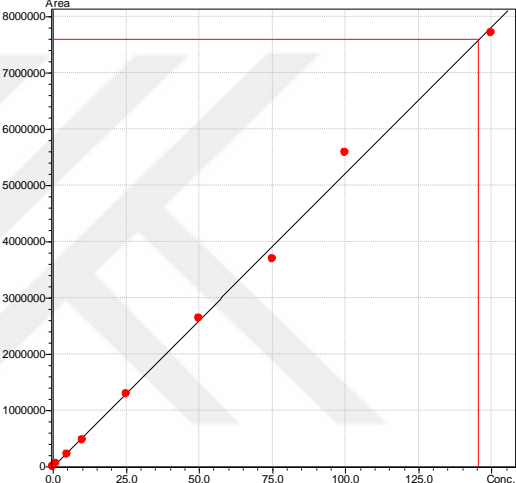
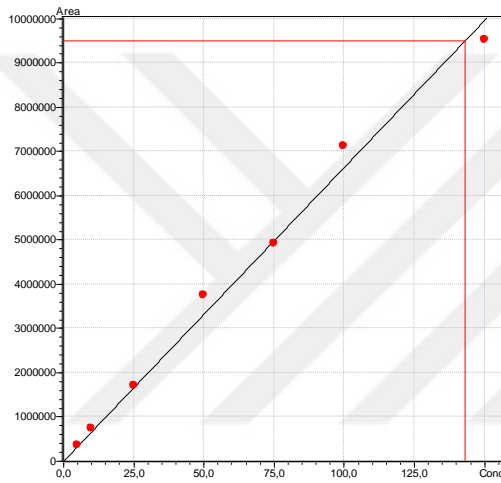
Çizelge 4. 12. Matrixli kalibrasyon çözeltilerinin hazırlanması

Matrixli Stantard hazırlama			
Ara stok	Çekilen hacim ul	Eklenen Matrix ul	Son konsantrasyon (ppb)
1000 µg/L	225	1275	150
1000 µg/L	150	1350	100
500 µg/L	225	1275	75
500 µg/L	150	1350	50
100 µg/L	375	1125	25
100 µg/L	150	1350	10
100 µg/L	75	1425	5
100 µg/L	37,5	1462,5	1
Blank		1500	Blank

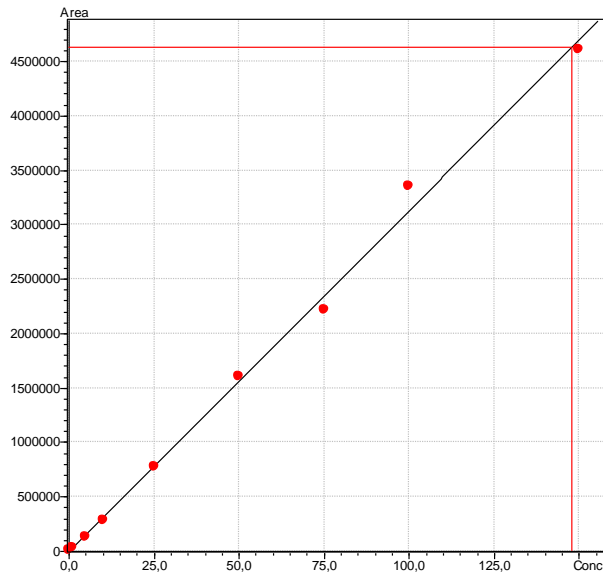
Pestisit ana moleküllerine ait kalibrasyon eğrileri, şekil 4.7 'de belirlenen pikler kullanılarak bölüm 3.2.12'de verilen yönteme göre elde edilmiştir. Çalışılan pestisitler için ilgili alıkonma zamanlarında elde edilen kalibrasyon grafikleri şekil 4.8,9,10,11 12'de verilmiştir.



Şekil 4. 8. İmidacloprid'e ait kalibrasyon eğrisi, Şekil 4. 9. Clothianidin'e ait kal. eđr.



Şekil 4. 10.Acetamidrid'e ait kalibrasyon eğrisi, Şekil 4. 11. Thiachloprid'e ait kal. eđr.



Şekil 4. 12. Thiamethoxam'a ait kalibrasyon eğrisi

Çalışılan pestisitler için şekil 4.8 - 4.12'de ile belirlenen kalibrasyon eğrilerine ait doğru denklemleri ve korelasyon kat sayıları çizelge 4.13'de verilmiştir.

Çizelge 4. 13. Kalibrasyon eğrilerine ait doğru denklemleri ve korelasyon kat sayıları

Pestisitler	Doğru Denklemi	Korelasyon Katsayısı (r^2)
İmidacloprid	$Y = (16457,0)X$	0,9969930
Clothianidin	$Y = (16569,7)X$	0,9959596
Acetamiprid	$Y = (66417,5)X$	0,9926831
Thiacloprid	$Y = (52204,9)X$	0,9968237
Thiamethoxam	$Y = (31318,7)X$	0,9965715

Her bir kalibrasyon noktası 3 tekrarlı enjeksiyon ile elde edilmiştir. Çalışılan tüm moleküllerin kalibrasyonlarına ait korelasyon katsayıları (r^2), 0,99 değerinin üzerindedir. Bu sonuç, oluşturulan programın geniş bir konsantrasyon aralığında doğrusal olduğunu göstermektedir.

4.4.4. Tespit Sınırı (LOD) ve Ölçüm Sınırı (LOQ) Değerlerinin Belirlenmesi

LOD ve LOQ değerlerinin belirlenebilmesi için son konsantrasyon 10 µg/L olacak şekilde blank (kör) domates numunesine pestisit karışımından enjekte edilmiştir. QuChERS ekstraksiyon yöntemiyle elde edilen ekstraktların, şekil 4.7'de verilen gradyen programı kullanılarak analizleri gerçekleştirilmiş ve konsantrasyonlar hesaplanmıştır. Çalışmalar, 10 tekrarlı olarak yapılmış ve her bir pestisite ait standart sapma ve bağıl standart sapma değerleri hesaplanmıştır. Hesaplanan standart sapma değerlerinin 3 katı her bir pestisit aktif maddesi için LOD, 10 katı ise LOQ değerleri olarak belirlenmiştir (Çizelge 4.14).

Çizelge 4. 14. Her bir pestisite ait hesaplanan standart sapma, yüzde relatif standart sapma. LOD ve LOQ değerleri

Ölçüm	İmidacloprid (ppb)	Clothianidin (ppb)	Acetamiprid (ppb)	Thiacloprid (ppb)	Thiamethoxam (ppb)
1	8,24	9,49	11,58	10,81	7,68
2	8,61	10,05	11,03	11,72	8,23
3	9,03	9,83	11,49	11,82	8,76
4	8,93	10,27	11,53	11,93	8,86
5	8,77	10,36	11,52	11,91	8,69
6	9,07	10,02	10,76	11,90	8,88
7	9,40	10,62	11,89	11,58	8,62
8	9,04	10,72	11,95	11,92	8,29
9	9,35	10,33	11,85	11,44	9,10
10	8,77	10,30	11,12	11,76	8,59

Ort.	8,92	10,20	11,47	11,68	8,57
SD	0,34	0,36	0,39	0,34	0,41
%RSD	0,04	0,04	0,03	0,03	0,05
LOD	1,03	1,09	1,18	1,03	1,22
LOQ	3,44	3,65	3,93	3,45	4,07

4.4.5. Doğruluk ve Kesinlik

Doğruluk ve kesinlik değerlerinin belirlenebilmesi için geri kazanım çalışması yapılmıştır. Bunun için, blank domates numunesine son konsantrasyon 10 ppb ve 50 ppb olacak şekilde iki farklı konsantrasyonda pestisit karışımının enjeksiyonu gerçekleştirilmiştir. Ekstraksiyon QuEChERS yöntemi ile 15 gram domates numunesi kullanılarak, 10 tekrarlı olarak yapılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre her bir pestisit için yüzde ortalama geri kazanım, standart sapma ve % relatif standart sapma değerleri hesaplanmıştır (Çizelge 4.15).

Çizelge 4. 15. Her bir pestisite ait hesaplanan ortalama geri kazanım, standart sapma, % relatif standart sapma değerleri

Analitler	1. Geri Kazanım-10 ppb			2. Geri Kazanım-50 ppb		
	% Ort. Geri kazanım	SD	% RSD	% Ort. Geri kazanım	SD	% RSD
İmidacloprid	88,81	1,00	11,25	88,24	3,63	8,24
Clothianidin	103,86	0,83	7,94	105,20	2,41	4,58
Acetamiprid	111,11	0,68	6,15	112,1	3,40	6,06
Thiacloprid	104,60	1,58	15,15	113,23	4,72	8,34
Thiamethoxam	99,61	1,21	12,20	108,42	4,35	8,03

4.4.6. Beyazsinek popülasyonlarının toplandığı alanlardan alınan domates numunelerindeki kalıntı miktarları

Çizelge 4. 16. Popülasyonların toplandığı alanlardan alınan domates numunelerindeki acetamiprid kalıntı miktarları

Acetamiprid				
Numune	Hesaplanan sonuç (ppb)	Ölçüm Belirsizliği ±	TGK MRL değeri (ppb)	Kıyaslama
Erbaa	TSA		200	Tespit edilemedi
Güryıldız	TSA		200	Tespit edilemedi
Merkez	28,14	±14,07	200	<MRL
Niksar	TSA		200	Tespit edilemedi
Pazar	2001,8	±1000,9	200	>MRL
Turhal	TSA		200	Tespit edilemedi
Zile	1431,2	±715,6	200	>MRL

Çizelge 4.16 incelendiğinde acetamiprid etken maddesi Erbaa, Güryıldız, Niksar ve Turhal'dan toplanan numunelerde tespit edilememiş, Merkez'den toplanan numunelerde MRL seviyesinin altında Pazar ve Zile'de ise MRL seviyesinin çok üstünde tespit edilmiştir.

Çizelge 4. 17. Popülasyonların toplandığı alanlardan alınan domates numunelerindeki imidacloprid kalıntı miktarları

İmidacloprid				
Numune	Hesaplanan sonuç (ppb)	Ölçüm Belirsizliği ±	TGK MRL değeri (ppb)	Kıyaslama
Erbaa	8,043	±4,022	500	<MRL
Güryıldız	2759,9	±1289,95	500	>MRL
Merkez	4156,04	±2078,02	500	>MRL
Niksar	2098,8	±1049,4	500	>MRL
Pazar	4181,9	±2090,95	500	>MRL
Turhal	3486,8	±1743,4	500	>MRL
Zile	1,294		500	< LOQ

Çizelge 4.17 incelendiğinde imidacloprid etken maddesi Zile'den toplanan numunelerde LOQ seviyesinin altında tespit edilmiş, Erbaa,'dan toplanan numunelerde MRL seviyesinin altında, Güryıldız, Merkez, Niksar, Pazar ve Turhal'de ise MRL seviyesinin üstünde tespit edilmiştir.

Çizelge 4. 18. Popülasyonların toplandığı alanlardan alınan domates numunelerindeki thiamethoxam kalıntı miktarları

Thiamethoxam				
Numune	Hesaplanan sonuç (ppb)	Ölçüm Belirsizliği ±	TGK MRL değeri (ppb)	Kıyaslama
Erbaa	TSA		200	Tespit edilemedi
Güryıldız	TSA		200	Tespit edilemedi
Merkez	8,3	±4,15	200	<MRL
Niksar	TSA		200	Tespit edilemedi
Pazar	TSA		200	Tespit edilemedi
Turhal	TSA		200	Tespit edilemedi
Zile	3,431		200	< LOQ

Çizelge 4.18 incelendiğinde thiamethoxam etken maddesi Erbaa, Güryıldız, Niksar, Pazar ve Turhal'dan toplanan numunelerde tespit edilememiş, Zile'den toplanan numunelerde LOQ seviyesinin altında, Merkez'den toplanan numunelerde ise MRL seviyesinin altında tespit edilmiştir.

Çizelge 4. 19. Popülasyonlarının toplandığı alanlardan alınan domates numunelerindeki clothianidin kalıntı miktarları

Clothianidin				
Numune	Hesaplanan sonuç (ppb)	Ölçüm Belirsizliği ±	MRL değeri (ppb)	Kıyaslama
Erbaa	TSA		40	Tespit edilemedi
Güryıldız	TSA		40	Tespit edilemedi
Merkez	4,92	±2,46	40	<MRL
Niksar	TSA		40	Tespit edilemedi
Pazar	TSA		40	Tespit edilemedi
Turhal	TSA		40	Tespit edilemedi
Zile	2,2		40	< LOQ

Çizelge 4.19 incelendiğinde clothianidin etken maddesi Erbaa, Güryıldız, Niksar, Pazar ve Turhal'dan toplanan numunelerde tespit edilememiş, Zile'den toplanan numunelerde LOQ seviyesinin altında, Merkez'den toplanan numunelerde ise MRL seviyesinin altında tespit edilmiştir.

Çizelge 4. 20. Popülasyonların toplandığı alanlardan alınan domates numunelerindeki thiacloprid kalıntı miktarları

Thiacloprid				
Numune	Hesaplanan sonuç (ppb)	Ölçüm Belirsizliği ±	MRL değeri (ppb)	Kıyaslama
Erbaa	TSA		500	Tespit edilemedi
Güryıldız	TSA		500	Tespit edilemedi
Merkez	TSA		500	Tespit edilemedi
Niksar	TSA		500	Tespit edilemedi
Pazar	TSA		500	Tespit edilemedi
Turhal	TSA		500	Tespit edilemedi
Zile	TSA		500	Tespit edilemedi

Çizelge 4.20 incelendiğinde incelendiğinde thiacloprid etken maddesi hiçbir domates numunesinde tespit edilememiştir.

Çizelge 4.16,17,18,19 ve 20'deki sonuçlar incelendiğinde acetamiprid etkili maddesinin maksimum kalıntı limitlerinin Pazar ve Zile'den toplanan numunelerde aşıldığı, imidacloprid etkili maddesinin ise Güryıldız, Merkez, Niksar, Pazar ve Turhal'dan toplanan numunelerde aşıldığı görülmektedir. Çıkan sonuca göre domates'de acetamiprid ve imidacloprid etken maddelerinin tercih edildiği gözlemlenmektedir.

Bu sonuçları beyazsineğin toplandığı alanlardaki popülasyonların direnç oranlarına göre yorumladığımızda, acetamiprid için en yüksek ergin direnç oranının olduğu Pazar popülasyonunda ve Zile popülasyonunda limitlerin üzerinde kalıntı tespit edilmiştir. İmidacloprid için ise en yüksek ergin direnç oranının olduğu Pazar popülasyonunda ayrıca Güryıldız, Merkez, Niksar, Pazar ve Turhal popülasyonlarında limitlerin üzerinde kalıntı tespit edilmiştir. Kalıntı probleminin yüksek oranda direnç gösteren popülasyonlarla mücadele edebilmek için yoğun ve önerilen dozun üzerinde insektisit kullanıldığından kaynaklandığı düşünülmektedir. Limitlerin aşılması, tüketici açısından kaygı vericidir. Ancak burada analizi yapılan numunelerin hasat olgunluğuna gelmemiş numuneler olduğu gözden uzak tutulmamalıdır. Tavsiye edilen bekleme sürelerine uyulmaması durumunda bu ürünler tüketiciler için risk oluşturur.

4.4.7. Tüketime sunulan domates numunelerindeki kalıntı miktarları

Tüketime sunulan alanlardan toplanan 30 adet domates numunesinde LC-MS/MS cihazında *B.tabaci*'ye ruhsatlı toplam 5 etken ile pestisit kalıntısı çalışılmış sonuçlar

aşağıda verilmiştir (Çizelge 4.21,22,23,24 ve 25).

30 örneğin 17 tanesinde acetamiprid etken maddesine rastlanmamıştır. 2 örnekte LOQ seviyesinin altında, 10 örnekte MRL seviyesinin altında 1 örnekte ise MRL seviyesinin üzerinde kalıntı tespit edilmiştir (Çizelge 4.21).

Çizelge 4. 21.Tüketime sunulan domates numunelerindeki acetamiprid kalıntı miktarları

Acetamiprid				
Numune	Hesaplanan sonuç (ppb)	Ölçüm Belirsizliği ±	MRL değeri (ppb)	Kıyaslama
TK1	TSA		200	< LOD
TK2	TSA		200	< LOD
TK3	TSA		200	< LOD
TK4	TSA		200	< LOD
TK5	TSA		200	< LOD
TK6	TSA		200	< LOD
TK7	TSA		200	< LOD
TK8	1,993		200	< LOQ
TK9	81,15	±40,575	200	<MRL
TK10	97,79	±48,895	200	<MRL
TK11	71,6	±35,80	200	<MRL
TK12	82,1	±41,05	200	<MRL
TK13	TSA		200	< LOD
TK14	TSA		200	< LOD
TK15	35,78	±17,89	200	<MRL
TK16	4,488	±2,244	200	<MRL
TK17	TSA		200	< LOD
TK18	TSA		200	< LOD
TK19	96,110	±48,055	200	<MRL
TK20	22,411	±11,205	200	<MRL
TK21	298,504*	±149,252	200	>MRL
TK22	2,616		200	< LOQ
TK23	35,146	±15,573	200	<MRL
TK24	TSA		200	< LOD
TK25	TSA		200	< LOD
TK26	TSA		200	< LOD
TK27	TSA		200	< LOD
TK28	TSA		200	< LOD
TK29	TSA		200	< LOD
TK30	64,861	±32,43	200	<MRL

(*) İşareti olan sonuçlar Türk Gıda Kodeksi toleransının üzerindeki değerlerdir.

TSA: Tayin Sınırının Altında

MRL: Maksimum Kalıntı Seviyesi.

LOQ: Ölçüm limiti.

LOD: Tayin limiti

30 örneğin 26 tanesinde imidacloprid etken maddesine rastlanmamıştır. 4 örnekte ise MRL seviyesinin altında kalıntı tespit edilmiştir (Çizelge 4.22).

Çizelge 4.22. Tüketime sunulan domates numunelerindeki imidacloprid kalıntı miktarları

İmidacloprid				
Numune	Hesaplanan sonuç (ppb)	Ölçüm Belirsizliği \pm	MRL değeri (ppb)	Kıyaslama
TK1	55,08	$\pm 27,54$	500	< MRL
TK2	TSA		500	< LOD
TK3	TSA		500	< LOD
TK4	114,49	$\pm 57,25$	500	< MRL
TK5	TSA		500	< LOD
TK6	TSA		500	< LOD
TK7	28,80	$\pm 14,40$	500	< MRL
TK8	TSA		500	< LOD
TK9	TSA		500	< LOD
TK10	TSA		500	< LOD
TK11	TSA		500	< LOD
TK12	TSA		500	< LOD
TK13	TSA		500	< LOD
TK14	TSA		500	< LOD
TK15	TSA		500	< LOD
TK16	TSA		500	< LOD
TK17	TSA		500	< LOD
TK18	4,19	$\pm 2,10$	500	< MRL
TK19	-----		500	Tespit edilemedi
TK20	-----		500	Tespit edilemedi
TK21	TSA		500	< LOD
TK22	-----		500	Tespit edilemedi
TK23	TSA		500	< LOD
TK24	TSA		500	< LOD
TK25	TSA		500	< LOD
TK26	TSA		500	< LOD
TK27	TSA		500	< LOD
TK28	-----		500	Tespit edilemedi
TK29	-----		500	Tespit edilemedi
TK30	-----		500	Tespit edilemedi

TSA: Tayin Sınırının Altında

MRL: Maksimum Kalıntı Seviyesi.

LOQ: Ölçüm limiti

LOD: Tayin limiti

30 örneğin 24 tanesinde thiamethoxam etken maddesine rastlanmamış, 2 örnekte LOQ seviyesinin altında, 4 örnekte ise MRL seviyesinin altında kalıntı tespit edilmiştir. (Çizelge 4.23).

Çizelge 4. 23. Tüketime sunulan domates numunelerindeki thiamethoxam kalıntı miktarları

Thiamethoxam				
Numune	Hesaplanan sonuç (ppb)	Ölçüm Belirsizliği ±	MRL değeri (ppb)	Kıyaslama
TK1	TSA		200	< LOD
TK2	TSA		200	< LOD
TK3	TSA		200	< LOD
TK4	3,304		200	< LOQ
TK5	TSA		200	< LOD
TK6	TSA		200	< LOD
TK7	8,88	±4,44	200	< MRL
TK8	TSA		200	< LOD
TK9	TSA		200	< LOD
TK10	-----		200	Tespit edilemedi
TK11	-----		200	Tespit edilemedi
TK12	3,404		200	< LOQ
TK13	-----		200	Tespit edilemedi
TK14	TSA		200	< LOD
TK15	-----		200	< LOD
TK16	TSA		200	< LOD
TK17	TSA		200	< LOD
TK18	TSA		200	< LOD
TK19	-----		200	Tespit edilemedi
TK20	TSA		200	< LOD
TK21	123,493	±61,74	200	<MRL
TK22	TSA		200	< LOD
TK23	14,47	±7,235	200	<MRL
TK24	TSA		200	< LOD
TK25	TSA		200	< LOD
TK26	TSA		200	< LOD
TK27	TSA		200	< LOD
TK28	53,513	±26,756	200	<MRL
TK29	TSA		200	< LOD
TK30	-----		200	Tespit edilemedi

TSA: Tayin Sınırının Altında

MRL: Maksimum Kalıntı Seviyesi.

LOQ: Ölçüm limiti

LOD: Tayin limiti

30 örneğin 23 tanesinde clothianidin etken maddesine rastlanmamış, 3 örnekte LOQ seviyesinin altında, 4 örnekte MRL seviyesinin altında ve bu örneklerden 2 tanesinin MRL seviyesine oldukça yakın olduğu gözlemlenmiştir. (Çizelge 4.24).

Çizelge 4. 24. Tüketime sunulan domates numunelerindeki clothianidin kalıntı miktarları

Clothianidin				
Numune	Hesaplanan sonuç (ppb)	Ölçüm Belirsizliği ±	MRL değeri (ppb)	Kıyaslama
TK1	TSA		40	< LOD
TK2	-----		40	Tespit edilemedi
TK3	TSA		40	< LOD
TK4	2,087		40	< LOQ
TK5	TSA		40	< LOD
TK6	TSA		40	< LOD
TK7	5,36	±2,68	40	<MRL
TK8	-----		40	Tespit edilemedi
TK9	TSA		40	< LOD
TK10	-----		40	Tespit edilemedi
TK11	-----		40	Tespit edilemedi
TK12	2,318		40	< LOQ
TK13	-----		40	Tespit edilemedi
TK14	TSA		40	< LOD
TK15	-----		40	Tespit edilemedi
TK16	TSA		40	< LOD
TK17	TSA		40	< LOD
TK18	TSA		40	< LOD
TK19	-----		40	Tespit edilemedi
TK20	TSA		40	< LOD
TK21	33,66	±16,83	40	<MRL
TK22	TSA		40	< LOD
TK23	6,97	±3,485	40	<MRL
TK24	-----		40	Tespit edilemedi
TK25	TSA		40	< LOD
TK26	TSA		40	< LOD
TK27	-----		40	Tespit edilemedi
TK28	26,100	±13,05	40	<MRL
TK29	1,181		40	< LOQ
TK30	-----		40	Tespit edilemedi

TSA: Tayin Sınırının Altında

MRL: Maksimum Kalıntı Seviyesi.

LOQ: Ölçüm limiti

LOD: Tayin limiti

Thiacloprid etken maddesi 30 örneğin hiçbirinde tespit edilmemiştir. (Çizelge 4.25).

Çizelge 4. 25. Tüketime sunulan domates numunelerindeki thiacloprid kalıntı miktarları

Thiacloprid				
Numune	Hesaplanan sonuç (ppb)	Ölçüm Belirsizliği ±	MRL değeri (ppb)	Kıyaslama
TK1	TSA		500	< LOD
TK2	TSA		500	< LOD
TK3	TSA		500	< LOD
TK4	TSA		500	< LOD
TK5	TSA		500	< LOD
TK6	TSA		500	< LOD
TK7	TSA		500	< LOD
TK8	TSA		500	< LOD
TK9	TSA		500	< LOD
TK10	TSA		500	< LOD
TK11	TSA		500	< LOD
TK12	TSA		500	< LOD
TK13	TSA		500	< LOD
TK14	TSA		500	< LOD
TK15	TSA		500	< LOD
TK16	TSA		500	< LOD
TK17	TSA		500	< LOD
TK18	TSA		500	< LOD
TK19	TSA		500	< LOD
TK20	TSA		500	< LOD
TK21	TSA		500	< LOD
TK22	TSA		500	< LOD
TK23	TSA		500	< LOD
TK24	TSA		500	< LOD
TK25	TSA		500	< LOD
TK26	TSA		500	< LOD
TK27	TSA		500	< LOD
TK28	TSA		500	< LOD
TK29	TSA		500	< LOD
TK30	TSA		500	< LOD

TSA: Tayin Sınırının Altında

MRL: Maksimum Kalıntı Seviyesi.

LOQ: Ölçüm limiti

LOD: Tayin limiti

4.4.8. Numunelerdeki kalıntı düzeylerinin genel deęerlendirilmesi

Toplam 30 adet domates numunesinde yapılan bakiye alıřmaları sonucunda rneklerin %46,66 'sında alıřılan etken maddelerden hibiri tespit edilememiř, %53,33'ünde ise en az bir etken madde tespit edilmiřtir. Ancak bunlar ierisinde sadece TK21 kodlu rnek tespit edilen acetamiprid kalıntı miktarıyla MRL seviyesini ařmıřtır. Dięer numunelerin tamamı MRL seviyesinin altında kalmıřtır. Sadece 1 rnekte limitlerin ařılması kalan 29 numunede limitlerin ařılmaması tketicisi ve retici aısından sevindiricidir. Yapılan bu alıřma ile domates bitkisinde ruhsatlı neonikotinoid grubu insektisitlerin kalıntı dzeyleri nemsenecek seviyelerde bulunmuřtur.



5. SONUÇ

Tokat ili domates ekiliş alanlarında ekonomik ölçüde zarar oluşturan *Bemisia tabaci*'de neonikotinoid grubu insektisitlerden acetamiprid, imidacloprid ve thiamethoxam dayanıklılığı biyoassay ve biyokimyasal çalışmalarla belirlenmeye çalışılmıştır. Bunun yanında çalışmanın yapıldığı ve beyazsineğe karşı ruhsatlandırılmış neonikotinoid grubu insektisitlerin kullanıldığı mahallerdeki üretimi yapılan domateslerde ve tüketiciler tarafından sıkça kullanılan domates sebzesinin satışa arz edildiği market, manav, semt pazarlarında acetamiprid, imidacloprid, thiamethoxam, clothianidin ve thiacloprid etken maddelerinin kalıntı miktarları da belirlenmiştir.

Direnç belirleme ergin biyoassay çalışmalarında TOGÜ kampüs ve Pazar popülasyonlarının Merkez, Güryıldız, Turhal, Erbaa, Niksar popülasyonlarına göre acetamiprid, imidacloprid, Thiamethoxam'ın LC₅₀ değerinin en yüksek düzeyde seyrettiği belirlenmiştir. Hassas popülasyon ile yapılan çalışmalara göre direnç faktörleri (RF50) belirlenmiş, sonuçta tüm popülasyonlarda tüm ilaçlara değişen oranlarda direnç olduğu ortaya çıkmıştır.

İmidacloprid ve thiamethoxam insektisitlerinin açık alanlarda yasaklandığı ancak sonuçlarımızın bakanlığın 19 Aralık 2019 tarihinde aldığı kararla uyuştugu görülmektedir. Bu yasağın özellikle direnç gelişimiyle alakalı olmadığı daha çok arılara toksik etkileri sebebiyle alındığı belirtilmiştir.

Çalışmamızda orta düzeyde olan acetamiprid direncinin daha yüksek seviyelere gelmemesi için diğer grup insektisitlerle rotasyonlu olarak kullanılmasının faydalı olacağı düşünülmektedir. Acetamiprid direncinin net olarak anlaşılabilmesi için bölgede yaygın olarak kullanılan diğer ilaçlarla çoklu direnç çalışmaları ve P450 bağlantılı sinerjistik çalışmaların yapılmasında yarar olacağı düşünülmektedir.

Özellikle sera popülasyonunda direncin yüksek olma nedenlerinin sık insektisit uygulama dolayısıyla daha yüksek enzim gelişimi olduğu düşünülmektedir. Bu nedenle bu tür çalışmaların bölgede örtüaltı koşullarında da yapılmasının yararlı olacağı düşünülmektedir.

Direnç belirleme nimf biyoassay çalışmalarında acetamiprid'in TOGÜ kampüs, imidacloprid'in Merkez ve Niksar, Thiamethoxam'ın Pazar popülasyonunda LC₅₀ değerinin en yüksek düzeyde olduğu belirlenmiştir. Diğer popülasyonların nimf

biyoassay sonuçları incelendiğinde ise tüm preparatlara değişen oranlarda direnç oluşumu gözlemlenmiştir. Ergin direnç oranlarıyla ile mukayese edildiğinde nimf direnç oranlarının daha düşük seviyelerde olduğu söylenebilir.

Gerçekleştirilen biyokimyasal çalışmalarda, Esteraz (EST), Glutathion S-Transferaz (GST) ve sitokrom P450 enzimlerinin aktivitelerine bakılmış, tüm biyokimyasal enzim analizlerinde hassas popülasyonların en düşük enzim aktivitesine sahip olduğu belirlenmiştir. Esteraz aktivitesi ve Glutathion S-Transferaz aktivitelerine bakıldığında popülasyonlar arasındaki farkın istatistiki olarak önemli ($p>0,05$) olmadığı gözlemlenmiştir.

EST ve GST enziminin neonikotinoid grubu insektisitlere dirençte önemli olmadığı, literatürde özellikle esteraz enziminin organik fosforlu ve karbamatlı grup insektisitlerle ilişkili olduğu bilinmekte, çalışmamızın sonuçları ise bu durumu desteklemektedir.

Sitokrom P450 enzim aktivitesinin belirlendiği çalışmada, enzim aktivitesi bakımından popülasyonlar arasında istatistiki olarak fark ($p<0,05$) önemli bulunmuştur. TOGÜ kampüs popülasyonu hassas popülasyona oranla daha fazla protein miktarıyla en yüksek aktiviteyi göstermiştir. İkinci en yüksek aktivite gösteren popülasyon ise Pazar olmuştur. Biyoassay sonuçlarında TOGÜ kampüs ve Pazar popülasyonları neonikotinoidli preparatlara karşı yüksek düzeyde direnç göstermiştir. Sitokrom P450 enzim düzeyi, TOGÜ kampüs ve Pazar popülasyonlarında biyoassayda elde edilen sonuçlarla paralellik arz etmektedir. Neonikotinoid grubu insektisitlerle P450 enziminin bağlantılı olduğu pekçok literatürde ortaya koyulmuş olup, çalışmamız bu sonuçları destekler niteliktedir.

Kalıntı analiz çalışmalarında Pazar ve Zile'den alınan örneklerde acetamiprid etken maddesi MRL üzerinde bulunmuşken, Pazar, Turhal, Merkez, Güryıldız ve Niksar'dan alınan örneklerde ise imidacloprid etken maddesi MRL üzerinde tespit edilmiştir.

Satışa arz edilmiş olan toplam 30 domates numunesinde yapılan kalıntı analizlerine göre örneklerin %46,66'sında çalışılan etken maddelerden hiçbiri tespit edilememiş, %53,33'ünde ise en az bir etken madde tespit edilmiştir. Ancak bunlar içerisinde sadece TK21 kodlu örneğin acetamiprid açısından MRL seviyesini aştığı saptanmıştır.

Bütün bu sonuçlar değerlendirildiğinde sebzelerdeki çok az sayıdaki pestisit kalıntı izleme çalışmalarında farklı gruplardan pek çok etkili maddenin kalıntılarına rastlamak

mümkündür. Bu çalışmada analiz edilen 30 adet domates numunesi sonuçlarına bakarak tüketime sunulan domateslerde kalıntı sorununun boyutlarını tam olarak yansıtmak ve kesin yargılarda bulunmak mümkün değildir. Ancak bu çalışma Tokat ilinde tüketime sunulan domateslerdeki kalıntı problemine az da olsa ışık tutmuş ve ilk verileri ortaya koymuştur. Konunun daha kapsamlı araştırmalarla incelenmesinin ve gelişmiş ülkelerde olduğu gibi rutin analizlerle kontrol altında tutulmasının gerekli olduğu, bu tip analizlerin sadece neonikotinoidli insektisitler için değil, sıkça kullanılan diğer tüm pestisitler için yapılmasının gerekli ve faydalı olacağı düşünülmektedir.



6. KAYNAKLAR

- Algharibeh, G.R., ve AlFararjeh M.S. 2019. Pesticide residues in fruits and vegetables in Jordan using liquid chromatography/tandem mass spectrometry, Food Additives & Contaminants: Part B, 12:1, 65-73,
- Anonim 1998. The fitness for purpose of analytical methods-a laboratory guide to method validation and related topics. Eurachem Working Group. [Http://www.eurachem.org](http://www.eurachem.org). Erişim tarihi: 08.06.2016
- Anastassiades, M, Lehotay, S.J., Stajnbaher, D. ve, Schenck, F.J. 2003a. Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and "dispersive solid-phase extraction" for the determination of pesticide residues in produce. J AOAC Int. 2003 Mar-Apr;86(2):412-31.
- Anastassiades, M, Sherbaum, E. ve Bartsch, D. 2003b. Validation of a simple and rapid multiresidues method (Quechers) and its implementation in routine pesticide analysis. Mediterranean group of pesticide researc 3rd symposium, Aixen provence, France, Poster 2.
- Anonim, 1998. Monitoring of Pesticide Residues in products of plant origin in the E.C., Report 1996, Annexes to the document XXIV/1774/98, Annex III.
- Anonim, 1999. Monitoring of Pesticide Residues in products of plant origin in the E.C., Report 1997.
- Anonim, 2000. Monitoring of Pesticide Residues in products of plant origin in the E.C., Report 1998. Annex to SANCO/2597/00-Final.
- Anonim, 2001. Monitoring of Pesticide Residues in products of plant origin in the E.C., Report 1999. Annex to SANCO/397/01-Final.
- Anonim, 2002. Monitoring of Pesticide Residues in products of plant origin in the E.C., Report 2000. Annex to SANCO/687/02-Final.
- Anonim, 2003. Monitoring of Pesticide Residues in products of plant origin in the E.C., Report 2001. Annex to SANCO/20/03-Final.
- Anonim, 2004. Monitoring of Pesticide Residues in products of plant origin in the E.C., Report 2002. Annex to SANCO/17/04-Final.
- Anonim, 2005. Monitoring of Pesticide Residues in products of plant origin in the E.C., Report 2003. Commission Staff Working Document, Brussels, 26.10.2005, SEC(2005) 1399
- Anonim 2010. TSQ Series hardware manual. Thermo Fisher Scientific, USA, 115 s.
- Anonim 2013. SANCO/12571/2013. Guidance document on analytical quality control and validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed. European Commission Health and Consumer Protection Directorate-General. http://www.eurlpesticides.eu/library/docs/allcrl/AqcGuidance_Sanco_2013_12571.pdf [Son erişim tarihi: 08.06.2016] – Güncelle sante
- Anonim, 2016. Bitkisel Ve Hayvansal Orijinli Gıda Maddelerinde Pestisit Kalıntılarının Resmi Kontrolü İçin Numune Alma Metotları Talimatı http://www.tarim.gov.tr/Belgeler/Mevzuat/Talimatlar/gkgm/pestisit_numune_alma.pdf Erişim tarihi: 16.02.2016
- Anonim, 2018a. Tarımsal ekonomi ve politika geliştirme enstitüsü. Ankara.
- Anonim, 2018b. UGRL Kalıntı/Pestisit Birimi, Metot Validasyonu ve Ölçüm Belirsizliği Rehberi. Haziran 2018_rev4 https://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans/Belgeler/B%C3%B6l%C3%BCmler/UGRL_Rehber_rev4.rar Erişim tarihi: 21.10.2018
- Anonim, 2019a. <https://gd.eppo.int/taxon/BEMITA/hosts> Erişim tarihi: 24.01.2019

- Anonim, 2019b. <https://gd.eppo.int/taxon/BEMITA/distribution> Erişim tarihi: 24.01.2019
- Anonim, 2019c. EPPO data sheets on quarantine pests *Bemisia tabaci*. Erişim tarihi: 24.01.2019
- Anonim, 2019d. http://www.pan-uk.org/about_neonicotinoids/ Erişim tarihi: 09.02.2019
- Anonim, 2019e. <https://www.irac-online.org/about/resistance/mechanisms/> Erişim tarihi: 13.02.2019
- Anonim, 2019f. <https://pesticidestewardship.org/resistance/insecticide-resistance/insecticide-resistance-mechanisms/> Erişim tarihi: 13.02.2019
- Anonim, 2019g. <http://www.resmigazete.gov.tr/eskiler/2014/08/20140825M1-1.htm> (Ek-2) Erişim tarihi, 10.03.2019
- Anonim,2019h.http://www.oka.org.tr/Documents/TOKAT_Tarim_ve_Kirsal_Kalkinma_Eylem_Plani.pdf Erişim tarihi: 19.05.2019
- Anonim,2019g.<https://tokat.tarimorman.gov.tr/Belgeler/%C4%B0statistikler/ALANLAR/%C4%B0STAT%C4%B0KLER%202017.pdf> Erişim tarihi: 17.05.2019
- Ahmad, M. ve Akhtar, K.P., 2018. Susceptibility of cotton whitefly *Bemisia tabaci* (Hemiptera: Aleyrodidae) to diverse pesticides in Pakistan, Journal of Economic Entomology, Volume 111, Issue 4, 3 August 2018, Pages 1834–1841.
- Ay, R., Karaca, İ. ve Seçilmiş, H. 2003. Isparta ilindeki elma bahçelerinde yaygın kullanılan chlorpyrifos ve diazinon'un kalıntı düzeylerinin HPLC ile belirlenmesi. Türk, entomol. derg., 2003, 27 (4) : 293-304
- Ay, R. ve Gürkan, M., O., 2005. *Tetranychus urticae* Koch (Acari:Tetranychidae)'nin değişik popülasyonlarının iki selektif akarısit karşı duyarlılıkları ve duyarlılık mekanizmaları üzerinde araştırmalar. Tarım Bilimleri Dergisi, 11 (2): 217-223.
- Ay, R., Yaşar, B., Demirözer, O., Aslan, B., Yorulmaz, S., Kaya M. Ve Karaca, İ.2007. Isparta İli elma bahçelerinde yaygın kullanılan bazı ilaçların kalıntı düzeylerinin belirlenmesi. Türk. entomol. derg., 2007, 31 (4): 297-306
- Aysal, P., Gözbek, K., Artık, N. ve Tunçbilek, A.S. 1998. Domates ve domates ürünlerindeki chlorpyrifos kalıntısının radyoizotop izleme tekniği ile araştırılması, V. Ulusal Nükleer Tarım ve Hayvancılık Kongresi, 20-22 Ekim 1998, Konya, 147-151.
- Azar, İ. ve M. Kıvan, 2009. Bursa'da pazardan alınan limonlarda bazı insektisit kalıntılarının belirlenmesi. Türkiye III. Bitki Koruma Kongresi Bildirileri. 15-18 Temmuz 2009, Van. 380 s.
- Bakırcı, G.T., Çınar, E. ve Karakaya, S. 2019. Manisa İlinden Toplanan Asma Yapraklarında Pestisit Kalıntıları. Akademik Gıda 17(1) (2019) 55-60
- Bahşi, Ş.Ü., Dağlı,F., İkten, C., Göçmen, H., 2012. Antalya ve ilçelerinden toplanan *Bemisia tabaci* (Gennadius) (Hemiptera: Aleyrodidae) popülasyonlarının Acetamiprid, Chlorpyrifos-ethyl ve Cypermethrin'e karşı duyarlılık düzeyleri. Akdeniz Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi (2012) 25(1): 17-22
- Basij, M., Talebi, K., Ghadamyari, M., Hosseinaveh, V., Salami, S. A., 2017. Status of Resistance of *Bemisia tabaci* (Hemiptera: Aleyrodidae) to Neonicotinoids in Iran and Detoxification by Cytochrome P450-Dependent Monooxygenases. Neotrop Entomol (2017) 46:115–124
- Basit, M., Saeed, S., Saleem,M.A., Denholm, I. and Shah, M. 2013. Detection of Resistance, Cross-Resistance, and Stability of Resistance to New Chemistry Insecticides in *Bemisia tabaci* (Homoptera: Aleyrodidae), Journal of Economic Entomology, Volume 106, Issue 3, Pages 1414–1422

- Bedford I. D., Briddon R. W., Markham P. G., Brown J. K. and Rossell R. C. (1993). A new species of *Bemisia* or biotype of *Bemisia tabaci* (Gennadius), as a future pest of European agriculture. Plant Health and the European Single Market, BCPC Monograph No.54, British Crop Protection Council, Farnham, UK, 381-386
- Bedford, I. D., R. W. Brighton, J. K. Brown, R. C. Rosel, and P. G. Markham. 1994. Geminivirus transmission and biological characterization of *Bemisia tabaci* (Gennadius) biotypes from different geographic regions. *Ann. Appl. Biol.* 125: 311-325.
- Bielza, P., Moreno, I., Belando, A., Grávalos, C., Izquierdo, J ve Nauen, R.2018. Spiromesifen and spirotetramat resistance in field populations of *Bemisia tabaci* Gennadius in Spain. *Pest. Manag. Sci.*, 75: 45-52
- Bostanian, NJ., Hardman, JM., Thistlewood, HA., Racette, G., 2010. Effects of six selected orchard insecticides on *Neoseiulus fallacis* (Acari: Phytoseiidae) in the laboratory. *Pest Manag. Sci.*, 66: 1263–1267.
- Brown, J. K., D. R. Frohlich, ve R. C. Rosell. 1995. The sweetpotato or silverleaf whiteflies: biotypes of *Bemisia tabaci* or a species complex? *Annu. Rev. Entomol.* 40: 511-534.
- Byrne, D. N. ve T. S. Bellows. 1991. Whitefly biology. *Annu. Rev. Entomol.* 36: 431-457.
- Byrne, F.J., Castle, S., Prabhaker, N., ve Toscano, N.C., 2003. Biochemical study of resistance to imidacloprid in B biotype *Bemisia tabaci* from Guatemala. *Pest management science*, 59(3):347–52.
- Burçak, A.A., Duru, A.U. ve Örnek H. 2015. Bitki koruma ürünleri ve pestisit kalıntıları. *Tarımsal Araştırmalar ve Politikalar Genel Müdürlüğü Ankara s;* 103-115
- Castle, S. J. ve Prabhaker, N. 2013. Monitoring Changes in *Bemisia tabaci* (Hemiptera: Aleyrodidae) Susceptibility to Neonicotinoid Insecticides in Arizona and California. *Entomological Society of America*.
- Castagnoli, M., Liguori, M., Simoni, S., Duso, C., 2005. Toxicity of some insecticides to *Tetranychus urticae*, *Neoseiulus californicus* and *Tydeus californicus*. *BioControl*, 50, 611-622.
- Chao S.L., Dennehy T.J. ve Casida J.E. 1997. Whitefly (Hemiptera: Aleyrodidae) binding site for imidacloprid and related insecticides: A putative nicotinic acetylcholine receptor. *Journal of Economic Entomology*, 90, 879-882
- Coscolla, R. 2001. Pesticide residues on spanish foof commodities. Second International symposium of pesticides in fruit and vegetables. Florida pesticide residue workshop.
- Cui, L., Qi, H., Yang, D., Yuan, H., ve Rui, C. 2016. Cycloxaprid: A novel cis-nitromethylene neonicotinoid insecticide to control imidacloprid-resistant cotton aphid (*Aphis gossypii*). *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 132, 96–101.
- Dağlı, F., Göçmen, H., İkten, C., Yükselbaba, U., Ve Topakçı, N., 2007. *Bemisia tabaci* (Genn.) Akdeniz ve Ege Bölgesi popülasyonlarının bazı insektisidlere duyarlılığı üzerinde araştırmalar. *Türkiye II. Bitki Koruma Kongresi Bildirileri*, Isparta., s:58.
- Dağlı, F., İkten, C., Göçmen, H., Bahşi, Ş.Ü., Topakçı, N., 2011. *Bemisia tabaci* (Genn.) Antalya popülasyonlarının acetamiprid, chlorpyrifos ve cypermethrin'e

- karşı direnç durumu. Türkiye IV. Bitki Koruma Kongresi Bildirileri, Kahramanmaraş, s:196
- Daniella, G., Christelle, D., Andric, G., Cédric, R., Thierry, G., Frédéric, F., Jean-Philippe, D., Joël, G., Anubis, V.R. ve Florence, F., 2017. Levels of insecticide resistance to deltamethrin, malathion, and temephos, and associated mechanisms in *Aedes aegypti* mosquitoes from the Guadeloupe and Saint Martin islands (French West Indies). *Infectious Diseases of Poverty* 6:38
- De Barro, P. J., Liu, S. S., Boykin, L. M., ve Dinsdale. A. B. 2011. *Bemisia tabaci*: a statement of species status. *Annu. Rev. Entomol.* 56. 1–19.
- Denholm, I., Cahill, M. . Dennehy, T. J ave Horowitz, A. R. 1998. Challenges with managing insecticide resistance in agricultural pests, exemplified by the whitefly *Bemisia tabaci*. *Phil. Trans. R. Soc. Lond. B.* 353,1757–1767.
- Denisov, I.G., Makris, T.M., Sligar, S.G., Schlichting, I. Structure and Chemistry of Cytochrome P450. *Chem. Rev.*, 105 (2005), pp. 2253-2277
- Dinçay, O. ve Civelek, H.S. 2017. Muğla ili Ortaca Bölgesi turunçgil ekosistemlerindeki insektisit kalıntılarının belirlenmesi. *Türk. entomol. bült.*, 2017, 7 (1): 31-40
- Dinçay, O , Civelek, H , Görmez, E . 2017. İzmir’de Yetiştirilen Satsuma (mandalina) ve Antalya’da Yetiştirilen Narlarda Akdeniz Meyve Sineği [*Ceratitits capitata* (Wiedemann) (Diptera: Tephritidae)] Mücadelesinde Kullanılan İsektisitlerin Kalıntı Analizi. *Ege üniversitesi ziraat fakültesi dergisi*, 54 (2), 231-238. DOI: 10.20289/zfdergi.387346
- Dittrich, V., Hernst, G., Ruesch, O., Solang, U.K., 1990. Resistance mechanisms in sweet potato whitefly (Homoptera: Aleyrodidae) populations from Sudan, Turkey, Guatemala, and Nicaragua Source. *Journal of Economic Entomology*, 83(5): 1665-1670.
- Dormal, S. ve Çakıllar, M. 1960. Meyve sebzelerde insektisit bakiye tesirleri. *Bitki koruma bülteni*, 1:62-69.
- Durmuşoğlu, E. 2002. İzmir'de pazara sunulan domates ve hıyarlarda bazı organik fosforlu insektisit kalıntılarının saptanması üzerinde araştırmalar. *Türk. entomol. derg.*, 26 (2) : 93-104
- Elbert, A., Nauen, R., 2000. Resistance of *Bemisia tabaci* (Homoptera: Aleyrodidae) to insecticides in southern Spain with special reference to neonicotinoids. *Pesticide Science*, 56(1): 60-64.
- Ellsworth, P.C. ve J. L. Martinez-Carillo. 2001. IPM for *Bemisia tabaci*: a case study from North America. *Crop Prot.* 20: 853-869
- Environmental protection agency, 2010. Name of Chemical: Acetamiprid Reason for Issuance: Conditional Registration Date Issued: March 15, http://www3.epa.gov/pesticides/chem_search/reg_actions/registration/fs_PC-099050_15-Mar-02.pdf (Erişim tarihi; 12 Şubat 2016)
- Erdoğan, C., Moores, G.D., Gurkan M.O., Gorman, K.J., & Denholm, I., 2008. Insecticide resistance and biotype status of populatios of the tobacco whitefly *Bemisia tabaci* (Hemiptera: Aleyrodidae) from Turkey. *Crop Protection*, 27(3-5):600-605.
- Eren, S., 2015, Entegre Mücadelede Direnç Gelişimi Ve Yönetimi. Zirai Mücadele Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü. Diyarbakır
- Ersoy, N., Tatlı, Ö., Özcan, S., Evcil, E., Coşkun, L.Ş., Erdoğan, E. ve Keskin, G. 2011a. Üzüm ve Çilekte Pestisit Kalıntılarının LC-MS/MS ve GC-MS İle Belirlenmesi. *Selçuk Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi* 25 (2): (2011) 70-80

- Ersoy, N., Tatlı, Ö., Özcan, S., Evcil, E., Coşkun, L.Ş. ve Erdoğan, E.. 2011b. LC-MS/MS ve GC-MS' le Bazı Sebze Türlerinde Pestisit Kalıntılarının Tespiti. Selçuk Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi 25 (3): (2011) 79-85
- Ersoy, N., Tatlı, Ö., Özcan, S., Evcil, E., Coşkun, L.Ş. ve Erdoğan, E.. 2011c. Sert Çekirdekli ve Sert Kabuklu Meyve Türlerinde Bazı Pestisit Kalıntıları. Selçuk Tarım ve Gıda Bilimleri Dergisi 25 (1): (2011) 75-83 ISSN:1309-0550
- Feng, Y., Wu, Q., Wang, S., Chang, X., Xie, W., Xu, B., Zhang, Y. 2010. Cross-resistance study and biochemical mechanisms of thiamethoxam resistance in B-biotype *Bemisia tabaci* (Hemiptera: Aleyrodidae).
- Fernandes, V.C., Domingues, V.F., Freitas V., DelerueMatos, C. ve Mateus, N. 2012. Strawberries from integrated pest management and organic farming: phenolic composition and antioxidant properties. Food Chem 134:1926–1931
- Gamarra, H., Mujica, N., Carhuapoma, P., Kreuzer, J. ve Kroschel, J. 2016. Sweetpotato white fly, *Bemisia tabaci* (Gennadius 1989) (Biotype B). Pest distribution and risk atlas for Africa.
- Güncan, A. ve Durmuşoğlu, E. 2003. Mustafakemalpaşa (Bursa)'da yetiştirilen sanayi domatesinde bazı organik fosforlu insektisit kalıntıları üzerinde araştırmalar. Türk. entomol. derg., 2003, 27 (3) : 223-230
- Gürçan, T. (2001) Tarımsal İlaç Kalıntıları ve Önemi, *Dünya Gıda Dergisi*, Mayıs, 2001, 67-72.
- Güvener A., Günay, Y. ve Sevimtuna, C. 1965. İktisadi önemi haiz meyva çeşitlerinden elmada ilaç bakiyeleri üzerinde araştırmalar, *Bit. Kor. Bül.* 5 (1): 40-46.
- Güvener A. ve Günay, Y. 1967. Kiraz ve mandarinlerde rogor bakiyeleri üzerine araştırmalar, *Bit. Kor. Bül.* 7 (1): 17-29.
- Güvener A. 1972. Çay koşnili (*Pulvinaria floccifera*)'ne karşı ilaçlanan çaylarda ilaç bakiye miktarlarının tespiti, *Zir. Müc. Ar. Yıll.*, 60-61.
- Güvener, A., Çifter, F., Türker, O. ve Körtimur, G. 1977. Gıda maddelerinde tarımsal ilaç bakiyelerinin araştırılması, *VI. Bilim Kongresi Tarım ve Ormancılık Araştırma Grubu Tebliğleri*, TÜBİTAK Yayınları, No: 407, 229- 237.
- Habig W.H., Pabst M.J. ve Jakoby W.B. 1974. Glutathione S-transferases, the first step in mercapturic acid formation. *J Biol Chem* 249:7130.
- Haktanır, K., Arcak, S. 1998, A.Ü.Z.F. Çevre Kirliliği Ders Kitabı (457), yayın no:1503
- Hatipoğlu, A. 2014. Manisa İli Bağ Alanlarında Salkım Güvesi [*Lobesia Botrana* (Denis & Schiffermüller) (Lepidoptera: Tortricidae)] Populasyonlarının İnektisit Direncinin Belirlenmesi. Ege üniversitesi. Doktora tezi
- Herron, G. A., ve Wilson, L. J. 2011. Neonicotinoid resistance in *Aphis gossypii* Glover (Aphididae: Hemiptera) from Australian cotton. *Australian Journal of Entomology*, (1), 93.
- Hışıl, Y. 1994. Enstrümental Gıda Analizleri-I-Yüksek Basınç Sıvı Kromatografisi. E.Ü. Mühendislik Fakültesi Ders Kitapları. İzmir. Yayın No:31, 218 ss.
- Hlavica, P., 2011. Insect cytochromes P450: Topology of structural elements predicted to govern catalytic versatility, *Journal of Inorganic Biochemistry*, Volume 105, Issue 10, Pages 1354-1364
- Horowitz, A.R., Kontsedalov, S. ve Ishaaya, I. 2004. Dynamics of resistance to the neonicotinoids acetamiprid and thiamethoxam in *Bemisia tabaci* (Homoptera: Aleyrodidae). *Journal of economic entomology*, 97(6):2051-6
- Horowitz, A.R., Antignus, Y., Gerling, D. (2011) Management of *Bemisia tabaci* whiteflies. In: Thompson WMO (ed) The whitefly, *Bemisia tabaci*

- (Homoptera: Aleyrodidae) interaction with Geminivirus-infected host plants. Springer, Dordrecht, pp 293–322.
- Hoskins, WM., 1960. Use of the dosage-mortality curve in quantitative estimation of insecticide resistance. *Miscellaneous Publication of the Entomological Society of America*, 2(1): 85-91
- Hoskins, WM. ve Gordon, HT., 1956. Arthropod resistance to chemicals. *Annual Review of Entomology*, 1: 89-122
- Insecticide Resistance Action Committee. 2016a, <http://www.irac-online.org/methods/bemisia-tabaci-adults/> Erişim 13.02.2016
- Insecticide Resistance Action Committee, 2016b, <http://www.irac-online.org/methods/trialeurodes-vaporariorum-bemisia-tabaci-nymphs/> Erişim 13.02.2016
- Insecticide Resistance Action Committee, 2017. <https://www.irac-online.org/documents/resistance-database-team-update-2016/?ext=pdf> Erişim 13.02.2018
- Insecticide Resistance Action Committee, 2019a. <https://www.irac-online.org/content/uploads/resistance-the-facts.pdf> Erişim 03.02.2019
- Insecticide Resistance Action Committee. 2019b. Mode of Action Classification Scheme, Version 9.3 <https://www.irac-online.org/documents/moa-classification/> Erişim 31.07.2019
- James, DG., 2003. Toxicity of imidacloprid to *Galendromus occidentalis*, *Neoseiulus fallacis* and *Amblyseius andersoni* (Acari: Phytoseiidae) from hops in Washington State, USA. *Experimental and Applied Acarology*, 31: 275-281.
- Jeschke, P. ve Nauen R.2005. Neonicotinoid insecticides. In *Comprehensive Molecular Insect Science*; Gilbert, L. I., Iatrou, L., Gill, S. S., Eds.;Elsevier: Oxford, U.K., 5: 53-105
- Jeschke, P. ve Nauen R.2008. Neonicotinoids-from zero to hero in insecticide chemistry. *Pest Manag Sci* 64, 1084–1098.
- Jeschke, P., Nauen R., Schindler M., ve Elbert A. 2011. Overview of the Status and Global Strategy for Neonicotinoids. *J. Agric. Food Chem.*, 59 (7), pp 2897–2908
- Jeschke, P.,Witschel, M., Kramer, W. ve Schirmer, U. 2018. *Modern Crop Protection Compounds*. 996.
- Jones, C. M. 2010. The evolutionary dynamics of insecticide resistance in the whitefly, *Bemisia tabaci*. PhD thesis, University of Nottingham. F - Theses
- Jones, D.R. 2003. Plant viruses transmitted by whiteflies. *European Journal of Plant Pathology*, 109 (3), 195-219.
- Kang, C., Y., Wu, G., Miyata, T., 2006. Synergism of enzyme inhibitors and mechanisms of insecticide resistance in *Bemisia tabaci* (Gennadius) (HOM., Aleyrodidae). *J. Appl. Entomol.*, 130(6-7): 377-385.
- Karatoy, S. 2019. Tatlı Mısır İle Farklı Sırlık Domates Tiplerinin Karışık Yetiştiriciliğinin Verim Ve Kalite Üzerine Etkileri. Yüksek lisans tezi.
- Karunker, I., Juergen, B., Bettina, L., Tanja, P., Nauen, R., Emmanouil, R., John, V., Kevin, G., Ian, D., Shai, M., 2008. Overexpression of cytochrome P450 CYP6CM1 is associated with high resistance to imidacloprid in the B and Q biotypes of *Bemisia tabaci* (Homoptera: Aleyrodidae). *Insect Biochemistry And Molecular Biology*, 38(6): 634-44.
- Kaya J. 1960. Methyl bromide ile fumige edilen antep fıstıklarında bakiye tayini, *Bit. Kor. Bül.* 1 (3): 25-29.

- Kaya, Y., Al-Remi, F., Arvas, Y. E., ve Durmuş, M., 2018. Domates bitkisi ve invitro mikro çoğaltımı (Tomato plant and its in vitro micropropagation). *Journal of Engineering Technology and Applied Sciences*, 3(1), 55-73.
- Kidd, H. ve James, D. (Eds.). 1994, *Agrochemicals Handbook*. Third Edition. Royal Society of Chemistry. Cambridge, England.
- Koçak Ö., 1998. Zararlı Savaşımı. Hacettepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi, İnsektisid Test Üretim Birimi, Ankara.
- Lehotay, S. J., Maštovská, K. ve Lightfield, A. R., 2005. Use of buffering and other means to improve results of problematic pesticides in a fast and easy method for residue analysis of fruits and vegetables. *Journal of AOAC Inter.* 88(2):615-629.
- Leora Software, 2002, *Polo-pc: a User' s Guide to Probit or Logit Analysis* Leora Software, Berkeley, CA, 28p.
- Luke, M.A, Froberg, J.E, Doose, G.M. ve Masumoto, H.T. 1981. Improved multiresidue gas chromatographic determination of organophosphorus, organonitrogen, and organohalogen pesticides in produce, using flame photometric and electrolytic conductivity detectors. *J Assoc Off Anal Chem.* 1981 Sep;64(5):1187-95.
- Luo, C., Jones, C.M. Devine, G., Zhang, F., Denholm, I., Gorman, K., 2010. Insecticide resistance in *Bemisia tabaci* biotype Q (Hemiptera: Aleyrodidae) from China. *Crop Protection* 29 (2010) 429–434
- Martin J.H. ve Mound L.A., 2007. An annotated check list of the world's whiteflies (Insecta: Hemiptera: Aleyrodidae). *Zootaxa* 1492
- Martin, JH, Mifsud, D ve Rapisarda, C (2000) The whiteflies (Hemiptera: Aleyrodidae) of Europe and the Mediterranean Basin. *Bulletin of Entomological Research* 90: 407-448.
- Matsuda, K., Buckingham, S.D., Kleier, D., Rauh, J.J., Grauso, M., ve Sattelle, D.B., 2001. Neonicotinoids: insecticides acting on insect nikotinik asetilkoline receptors. *TRENDS in Pharmacological Sciences*, 22(11):573-580.
- Matsuura, A., ve Nakamura, M. 2014. Development of neonicotinoid resistance in the cotton aphid *Aphis gossypii* (Hemiptera: Aphididae) in Japan. *Applied Entomology and Zoology*, 49(4), 535–540.
- Meister, R.T. (ed.). 1995, *Farm Chemicals Handbook '95*. Meister Publishing Company. Willoughby, OH.
- Mills, P.A., Onley, J.H., ve Guither, R.A. 1963. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 46, 186-191
- Mutengwe M.T., Chidamba L. ve Korsten L. 2016. Pesticide residue monitoring on South African fresh produce exported over a 6-year period. *J Food Prot* 79(10):1759–1766.
- Naranjo, S.E. ve P.C. Ellsworth. 2001. Introduction Special Issue: Challenges and opportunities for pest management of *Bemisia tabaci* in the new century. *Crop Protect.* 20: 707.
- Nauen, R., Stumpf, N. ve Elbert, A., 2002. Toxicological and mechanistic studies on neonicotinoid cross resistance in Q-type *Bemisia tabaci* (Hemiptera: Aleyrodidae). *Pest Management Science*, 58(9): 868-75.
- Nauen, R., Elbert, A., 2003. European monitoring of resistance to insecticides in *Myzus persicae* and *Aphis gossypii* (Hemiptera: Aphididae) with special reference to imidacloprid. *Bulletin of Entomological Research* 93, 47–54.
- Nauen, R., Ebberinghaus-Kintscher, U., Salgado, V., Kausmann, M., 2003. Thiamethoxam is a neonicotinoid precursor converted to clothianidin in insects and plants. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 76(2): 55-69.

- Nauen, R., ve Denholm, I. 2005. Resistance of insect pests to neonicotinoid insecticides: current status and future prospects. *Arch. Ins. Biochem. Physiol.* 58, 200–215.
- Nauen, R., Bielza, P., Denholm, I., Gorman, K., 2008. Age-specific expression of resistance to a neonicotinoid insecticide in the whitefly *Bemisia tabaci*. *Pest Management Science*, 64(11):1106-1110.
- Naveen, N. C., Chaubey, R., Kumar, D., Rebijith, K. B., Rajagopal, R., Subrahmanyam, B., & Subramanian, S. (2017). Insecticide resistance status in the whitefly, *Bemisia tabaci* genetic groups asia-I, asia-II-1 and asia-II-7 on the Indian subcontinent. *Scientific Reports (Nature Publisher Group)*, 7, 40634. doi:http://dx.doi.org/10.1038/srep40634
- Nelson, D.R., Koymans, L., Kamataki, T., Stegeman, J.J., Feyereisen, R., Waxman, D.J., Waterman, M.R., Gotho, O., Coon, M.J., Estabrook, R.W., Gunsalus, I.C., Nebert, D.W., 1996. *Pharmacogenetics*, 6, pp. 1-42
- Otaçı C., Tuğlular, P., Turhan, K., Barkın, S. Ve Ertuğrul, G. (1972). Sebzelelerde parathion bakiyeleri, *Bit. Kor. Bül.* 12 (2): 124-128.
- Öden T., Şentürk, İ. ve Genç, B. 1959. Memleketimizde mikrobioassay ile kirazlarda DDT tayini üzerinde bir çalışma, *Bit. Kor. Bül.* 1 (1): 17-19.
- Öncüer, C., Durmuşoğlu, E., 2008. Tarımsal Zararlılarla Savaş Yöntemleri ve İlaçları. Adnan Menderes Üniversitesi Yayınları, Aydın. No: 28, 472 s
- Özbek, H. ve Hayat, R., 2003. Tahıl, Sebze, Yem ve Endüstri Bitki Zararlıları. Atatürk Üniversitesi Yayınları No: 930 Ziraat Fakültesi Yayınları No:340 Ders Kitapları Serisi No:87. 319 s.
- Palumbo, J.C., Horowitz, A.R., ve Prabhaker, N. 2001. Insecticidal control and resistance management for *Bemisia tabaci*. *Crop Protect.* 20, 739–765.
- Paul J.B, Shu-Sheng L, Laura M.B, Adam B.D, 2011. *Bemisia tabaci*: A Statement of Species Status Annual Review of Entomology 2011 56:1, 1-19
- Peng, Z., Zheng, H., Xie, W., Wang, S., Wu, Q. ve Zhang, Y. 2017. Field resistance monitoring of the immature stages of the whitefly *Bemisia tabaci* to spirotetramat in China, *Crop Protection*, Volume 98, Pages 243-247,
- Polat, B., ve Tiryaki, O. 2018. Çanakkale İli Açık Alan Domates Yetiştiriciliğinde Pestisit Kalıntılarının QuEChERS Yöntemi ile Araştırılması. *ÇOMÜ Zir. Fak. Derg. (COMU J. Agric. Fac.)* 2018: 6 (1): 71–79
- Pottelberge, S. V., T. V. Leeuwen, K. V. Amermaet ve L. Tirry, 2008. Induction of Cytochrome P450 Monooxygenase Activity in the Two-spotted Spider Mite *Tetranychus urticae* and Its Influence on Acaricide Toxicity. *Pesticide Biochemistry and Physiology* 91, 128–133
- Prabhaker, N., Coudriet, D.L., D.E., 1985. Insecticide resistance in the sweetpotato whitefly, *Bemisia tabaci* (Homoptera: Aleyrodidae). *Journal of Economic Entomology*, 78(4):748-752.
- Prabhaker, N., Toscano, N.C., Castle, S.J., Henneberry, T.J., 1997. Selection for imidacloprid resistance in silverleaf whiteflies from the Imperial Valley and development of a hydroponic bioassay for resistance monitoring. *Pesticide Science*, 51(4):419-428
- Prabhaker, N., Castle, S., Henneberry, T.J. ve Toscano, N.C., 2005. Assessment of cross-resistance potential to neonicotinoid insecticides in *Bemisia tabaci* (Homoptera: Aleyrodidae). *Bulletin of Entomological Research*, 95:535–543.
- Ranson H., N'Guessan R., Lines J., Moiroux N., Nkuni Z., Corbel V., 2011. Pyrethroid resistance in African anopheline mosquitoes: What are the implications for malaria control? *Trends Parasitol.* 27:91–98. doi: 10.1016/j.pt.2010.08.004.

- Rao, Q., Xu, Y., Luo, C., Zhang, H., Jones, C.M., Devine, G.J., Gorman, K. ve Denholm, I. 2012. Characterisation of Neonicotinoid and Pymetrozine Resistance in Strains of *Bemisia tabaci* (Hemiptera: Aleyrodidae) from China, *Journal of Integrative Agriculture*, Volume 11, Issue 2, Pages 321-326
- Rauch, N., ve Nauen, R., 2003. Identification of biochemical markers linked to neonicotinoid cross resistance in *Bemisia tabaci* (Hemiptera: Aleyrodidae). *Archives of Insect Biochemistry and Physiology*, 54:165-176.
- Roditakis, E., Roditakis, N.E., ve Tsagkarakou, A., 2005. Insecticide resistance in *Bemisia tabaci* (Homoptera: Aleyrodidae) populations from Crete. *Pest Management Science*, 61:577-582
- Roditakis E., Grispuou M., Morou E., Kristoffersen J. B., Roditakis N., Nauen R., Vontas J., Tsagkarakou A., 2009.- Current status of insecticide resistance in Q biotype *Bemisia tabaci* populations from Crete.- *Pest Management Science*, 65 (3): 313-322.
- Sarfraz, M., Dossdall, L.M., Keddie B.A. 2005. Evidence for behavioural resistance by the diamondback moth, *Plutella xylostella* (L.) *J. Appl. Entomol.*, 129 (2005), pp. 340-341
- Satar, G., Ulusoy, M. R., Nauen, R., Dong, K. 2018. Neonicotinoid insecticide resistance among populations of *Bemisia tabaci* in the Mediterranean region of Turkey. *Bulletin of Insectology* 71 (2): 171-177
- Schuster, D.J., Mann, R.S., Toapanta, M., Cordero, R., Thompson, S., and Morris, R.F., 2006. Monitoring of imidacloprid resistance in biotype B of *Bemisia tabaci*. Florida Fourth International Bemisia Workshop International Whitefly Genomics Workshop. *Journal of Insect Science* 8:4, insectscience.org/8.04, p: 41-42
- Seydebrahimi, S.S., Jahromi, K.T., Imani, S., Naveh, V.S. ve Hesami, S. 2015. "Characterization of imidacloprid resistance in *Aphis gossypii* (Glover) (Hemiptera: Aphididae) in southern Iran. *Turk.entomol.derg.* 39(4):413-423.
- Sohrabi, F., Shishehbor, P., Saber, M., Mosaddegh, M.S., 2012. Lethal and sublethal effects of buprofezin and imidacloprid on the whitefly parasitoid *Encarsia inaron* (Hymenoptera: Aphelinidae). *Crop Protection*, 32 : 83-89
- Stachniuka, A., Szmagarab, A., Czekoc, R. ve Fornald, E. 2017. LC-MS/MS determination of pesticide residues in fruits and vegetables. *Journal Of Environmental Science And Health, Part B* 2017, Vol. 52, No. 7, 446-457
- Stumpf N, Nauen R. 2001. Cross-resistance, inheritance and biochemistry of METI-acaricide resistance in *Tetranychus urticae* (Acari: Tetranychidae). *J Econ Entomol* 94:1577- 1583.
- Stumpf N, Nauen R. 2002. Biochemical markers linked to abamectin resistance in *Tetranychus urticae* (Acari: Tetranychidae). *Pestic Biochem Physiol* 72:111-121.
- Swenson, T.L. 2013. Neonicotinoid Insecticide Metabolism and Mechanisms of Toxicity in Mammals. *Toxicol. Doctor of Philosophy in Molecular Toxicology in the Graduate Division of the University of California, Berkeley*
- Şahin, İ., İkten, C., 2017. Neonicotinoid resistance in *Bemisia tabaci* (Genn., 1889) (Hemiptera: Aleyrodidae) populations from Antalya, Turkey
- Tağa, Ö., 2007. Ege Ve Akdeniz Bölgelerinde Yetişen Narenciye Ürünlerindeki Pestisit Kalıntı Düzeylerinin Belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi, 2007.
- Tatlı, Ö., 2006. Ege Bölgesine Özgü Bazı Yaş Meyve, Sebze ve Kurutulmuş Gıda Ürünlerinde Pestisit Kalıntı Düzeylerinin Tespiti. Yüksek Lisans Tezi, 2006.

- Taylor, J.E. 2011. The Distribution Of, Relationship Between, And Factors Influencing The Abundance Of *Bemisia tabaci* And The Incidence Of *Tomato Yellow Leaf Curl Virus* In Southern Florida Tomato. Phd thesis University of Florida
- Thomas M.P., 2001. The *Bemisia tabaci* species complex. Crop Protection, Volume 20, Issue 9, Pages 725-737
- Tiryaki, O. 2009. Pestisit Kalıntı Analizlerinde Örnek Matriksi Sorunu ve Çözüm Yolları. *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 25 (1-2) 456-478.
- Tiryaki, O. 2011. Pestisit Kalıntı Analizlerinde Kalite Kontrol(QC) ve Kalite Güvencesi (QA). 182 (2), ANKARA, 196 s.
- Tomizawa, M., ve Casida, J. 2003. Selective toxicity of neonicotinoids attributable to specificity of insect and mammalian nicotinic receptors. *Annu. Rev. Entomol.* 48, 339- 364.
- Toscano, N.C., Prabhaker, N., Castle, S.J. ve Henneberry, T. J. 2001. Inter-regional differences in baseline toxicity of *Bemisia argentifolii* (Homoptera: Aleyrodidae) to the two insect growth regulators, buprofenzin and pyriproxifen. *J. Econom. Entomol.* 94, 1538-1546.
- Tsagkarakou, A., T. V. Leeuwen, A. Khajehalil, M. Grispou, M. S. Williamsons, L. Tirry, ve J. Vontas, 2009. Identification of Pyrethroid Resistance Associated Mutations in the Para Sodium Channel of the Two Spotted Spider Mite *Tetranychus urticae* (Acari:Tetranychidae). *Insect Molecular Biology*, 18(5): 583-593
- Tufan, G. 1984. Ege Bölgesi bazı önemli meyve ve sebzelerinde Pestisit kalıntılarının saptanması, İzmir Gıda Kont. Araşt. Enst. Müd. 131/16 İzmir.
- Ulusoy, M. R., 2001 Türkiye Beyazsinek Faunası. Baki Kitapevi, 88 s
- Ulusoy, S., Atakan, E. ve Dinçer, S., 2018. Neonicotinoid resistance of *Aphis gossypii* Glover, 1877 (Hemiptera: Aphididae) in cotton fields of Çukurova Region, Turkey
- Ünal, G. ve Gürkan, M.O., 2001, İnsektisitler Kimyasal Yapıları, Toksikolojileri ve Ekotoksikolojileri , 1. Baskı, Ethemoglu Ofset Matbaacılık, Ankara, 159 s.
- Velioğlu, A.S. ve Toros S. 2002. Değişik bölgelerden toplanan *Myzus persicae* (Sulz.) (Hom.:Aphididae) popülasyonlarının bazı insektisitlere karşı dayanıklılık düzeylerinin araştırılması. *Bitki koruma bülteni*, 2002, 42 (1-4): 67-79
- Vilca, F.Z., Rossi, G.C., Andrade, M., Alejandro, W., Cuba, Z. ve Tornisielo, V.L. 2018. Determination of pesticides residues in quinoa (*Chenopodium quinoa* Willd) using QuEChERS and LC-MS/MS. *Emirates Journal of Food and Agriculture*. 2018. 30(5): 421-427 doi: 10.9755/ejfa.2018.v30.i5.1683
- Viscaret, M. M., I. Torres-Jerez, E. Agostini de Maneo, S. N. Lopez, E. E. Botto, and J. K. Brown. 2003. Mitochondrial DNA evidence for a distinct New World group of *Bemisia tabaci* (Gennadius) (Hemiptera: Aleyrodidae) indigenous to Argentina and Bolivia, and presence of the old world B biotype in Argentina. *Ann. Entomol. Soc. Am.* 96: 65-72.
- Walker K., Goette, M. ve Bachelor, B.1954. Pesticide residues in foods of plant orgine. *Journal of Agric. And Foof Chemistry*. 2:1634-1645
- Wang, Z., Yao M., And Wu, Y., 2009. Cross-resistance, inheritance and biochemical mechanisms of imidacloprid resistance in B-biotype *Bemisia tabaci*. *Pest Managment Science*
- Wang R., Zheng, H., Qu C., Wang Z., Kong, Z., Luo C., 2016. Lethal and sublethal effects of a novel cis-nitromethylene neonicotinoid insecticide, cycloxaprid, on *Bemisia tabaci*. *Crop Protection* 83 (2016) 15-19

- Wang R., Fang Y., Mu C., Qu C., Li F., Wang Z., Luo C., 2018. Baseline susceptibility and cross-resistance of cycloxaprid, a novel cis-nitromethylene neonicotinoid insecticide, in *Bemisia tabaci* MED from China, *Crop Protection*, Volume 110, Pages 283-287
- Wei, X., Pan, Y., Xin, X., Zheng, C., Gao, X., Xi, J., and Shang, Q. 2017. Cross-resistance pattern and basis of resistance in a thiamethoxam-resistant strain of *Aphis gossypii* Glover. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 138, 91–96.
- Whalon, M., Mota-Sanchez, D. and Holling-worth, R. (2008) Analysis of global pesticide resistance in arthropods. *Global Pesticide Resistance in Arthropods*. CABI
- Wood, O.R., Hanrahan S., Coetzee M., Koekemoer L.L., Brooke B.D. Cuticle thickening associated with pyrethroid resistance in the major malaria vector *Anopheles funestus*. *Parasit. Vectors*. 2010 doi: 10.1186/1756-3305-367.
- Yakar, Y. 2018. Çekirdeksiz Sofralık Üzümlerde Pestisit Kalıntılarının Belirlenmesi. *YYÜ TAR BİL DERG (YYU J AGR SCI)* 2018, 28(4): 444-447
- Yalçın, E. 2013, İnsektisit Direnç Yönetimi. Meta Basım, İzmir.
- Yiğit, V., 1977. Türkiye’ de meyve ve sebzelerde bulunan pestisit kalıntıları üzerine araştırmalar. *TÜBİTAK Marmara Bil. Araş. Ens.*, Yayın No: 21, 70 s.
- Yorulmaz S., ve Ay, R., 2010, Akar ve Böceklerde Pestisitlerin Detoksifikasyonunda Rol Oynayan Enzimler. *U. Ü. Ziraat Fakültesi Dergisi*, 2010, Cilt 24, Sayı 2, 137-148
- Zengin, E. ve Karaca, İ. 2017. Uşak İlinde Örtü Altı Üretimi Yapılan Domateslerdeki Pestisit Kalıntılarının Belirlenmesi. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi Cilt 21, Sayı 2, 554-559, 2017*
- Zhang, B., Li, P., Liu, Z., Fang, W., Li, T. ve Li, Y. 2017. Biochemical and molecular mechanisms of diafenthiuron resistance in the whitefly, *Bemisia tabaci*, *International Journal of Pest Management*, 63:1, 74-81,
- Zimmer, C. T., Panini, M. , Singh, K. S., Randall, E. L., Field, L. M., Roditakis, E. , Mazzoni, E. ve Bass, C. 2017. Use of the synergist piperonyl butoxide can slow the development of alpha-cypermethrin resistance in the whitefly *Bemisia tabaci*.

7. ÖZGEÇMİŞ

1987 yılında Sakarya’da doğmuş ilk, orta ve lise öğrenimini Sakarya’da tamamlamıştır. 2006 yılında Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Bitki Koruma bölümünde Lisans eğitimine başlamış 2010 yılında mezun olmuş, aynı yıl Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Bitki Koruma Anabilim dalında yüksek lisans eğitimine başlamış 2014 yılında mezun olmuştur. 2014 yılında Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Bitki Koruma Anabilim dalında doktora programına başlamıştır. Ayrıca 2014 yılında Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Beden Eğitimi ve Spor Yüksek Okulu Antrenörlük Bölümünde 2. Lisans eğitimine başlamış, 2018 yılında mezun olmuştur. 2011 yılından beri TOGÜ Ziraat Fakültesi Bitki Koruma bölümünde çalışmaktadır.

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Tarık BALKAN
Doğum Tarihi ve Yer : 14/04/1987 - Sakarya
Medeni Hali : Evli
Yabancı Dili : İngilizce
Telefon : 0536 923 00 28
e-posta : tarik.balkan@gop.edu.tr

EĞİTİM BİLGİLERİ

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Doktora	Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Bitki Koruma Anabilim Dalı	2019
Yüksek Lisans	Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Bitki Koruma Anabilim Dalı	2014
Lisans	Gaziosmanpaşa Üniversitesi Beden Eğitimi ve Spor Yüksek Okulu	2018
Lisans	Gaziosmanpaşa Üniversitesi Ziraat Fakültesi Bitki Koruma Anabilim Dalı	2010
Lise	Ali Dilmen Lisesi	2004

İŞ DENEYİMİ

Yıl	Yer	Görev
2011- devam ediyor	Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Ziraat Fakültesi, Bitki Koruma Anabilim Dalı	Araştırma Görevlisi