



T.C.
TOKAT GAZİOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

TOKAT NARİNCE SALAMURA ASMA YAPRAKLARININ AĞIR
METAL İÇERİĞİNİN, BAZI FİZİKOKİMYASAL VE
MİKROBİYOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

MERVE ZENGİN YILMAZ

Doç. Dr. Mustafa BAYRAM

Şubat - 2022

Her hakkı saklıdır

T.C.
TOKAT GAZİOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

TOKAT NARİNCE SALAMURA ASMA YAPRAKLARININ AĞIR
METAL İÇERİĞİNİN, BAZI FİZİKOKİMYASAL VE
MİKROBİYOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

MERVE ZENGİN YILMAZ

Şubat - 2022

Her hakkı saklıdır

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürlüğü'ne,
Merve ZENGİN YILMAZ'ın TOKAT NARİNCE SALAMURA ASMA
YAPRAKLARININ AĞIR METAL İÇERİĞİNİN, BAZI FİZİKOKİMYASAL VE
MİKROBİYOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ adlı çalışması 17 Mayıs
2022 tarihinde jürimiz tarafından Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri
Enstitüsü GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ
olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza

Danışman

Doç. Dr. Mustafa BAYRAM

Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi

Üye

Prof. Dr. Cemal KAYA

Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi

Üye

Prof. Dr. Osman KOLA

Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi

ETİK SÖZLEŞME

Bu belge ile bu tezdeki bütün bilgi toplama ve raporlaştırma sürecinin Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliği'ne, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Tez Yazım Kılavuzuna, genel akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak gerçekleştirildiğini; bu tez çalışmasının “intihal engelleme” programı ile tarandığını, bana ait olmayan tüm bilgi, düşünce ve bulgulara atıf yaptığımı ve kaynağını gösterdiğimi beyan eder, sorumluluğun tarafıma ait olduğunu kabul ederim.

18.02.2022

MERVE ZENGİN YILMAZ

ÖZET

TOKAT NARİNCE SALAMURA ASMA YAPRAKLARININ AĞIR METAL İÇERİĞİNİN, BAZI FİZİKOKİMYASAL VE MİKROBİYOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

Merve Zengin Yılmaz

Yüksek Lisans, Gıda Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Mustafa Bayram

Mayıs 2022, 56 sayfa

Bu araştırmada Tokat yöresinde endüstriyel ve geleneksel olarak üretilen 15 farklı yerden temin edilen Narince Salamura Asma yaprağının fizikokimyasal özellikleri, toplam fenolik madde miktarları, antioksidan kapasiteleri, bazı mikrobiyolojik özellikleri (toplam aerobik mezofilik canlı, laktik asit bakterileri, koliform grubu bakteriler ve toplam maya küf) ve ağır metal içeriği (Zn, Ni, Cd, Cr, Mn, Cu, Ca, Pb) belirlenmiştir. Salamura asma yapraklarında sertlik 0.043-0.177 N aralığında saptanmıştır. Renk analizi sonucu salamura asma yapraklarının L değeri 27.89-43.17; a değeri -1.11 ile 3.99; b değeri 25.70-44.91 aralığında tespit edilmiştir. Örneklerin pH değeri 3.22-5.19; toplam asitlik laktik asit cinsinden %0.11-1.95; tuz miktarı ise %2.98-17.97 aralığında tespit edilmiştir. Toplam fenolik bileşik ve antioksidan kapasite tayini için yaprakların %70 metanol, %80 etanol, saf su ekstraktları kullanılmıştır. Toplam fenolik madde miktarı bu çözücülere göre sırasıyla 4.32-10.07 mg GAE/g; 5.13-14.14; 1.33-5.32 mg GAE/g aralığında tespit edilmiştir. Katyon radikali giderme aktivitesi (ABTS) bu çözücülere göre sırasıyla 2.88-17.98 mg TE/g; 1.73-16.29 mg TE/g; 0.26-3.41 mg TE/g aralığında belirlenmiştir. Serbest radikali giderme aktivitesi (DPPH) bu çözücülere göre sırasıyla 8.63-12.44 mg TE/g; 9.71-13.13 mg TE/g, 10.11-12.92 mg TE/g aralığında tespit edilmiştir. Salamura asma yapraklarında 7 örnekte herhangi bir mikrobiyolojik gelişme olmamıştır. Koliform grubu bakteriler ise sadece 2 örnekte belirlenmiştir. Salamura yaprakların toplam aerobik mezofilik canlı koloni sayıları 5.05×10^3 - 1.54×10^8 kob/g; toplam maya küf canlı 9.5×10^2 - 1.17×10^8 kob/g; laktik asit bakterileri 7.1×10^1 - 5.5×10^5 kob/g aralığında tespit edilmiştir. Salamura asma yapraklarda kadmiyum (Cd), krom (Cr) ve kalsiyum (Ca) tespit edilebilir düzeyin altında çıkmıştır. Nikel (Ni) sadece 1 örnekte 2.30 ppm olarak tespit edilmiştir. Çinko (Zn) elementi 3.02-28.39 ppm, mangan (Mn) elementi 1.65-24.14 ppm, bakır (Cu) elementi 7.24-38.60 ppm, kurşun (Pb) elementi 0.58-1.55 ppm aralığında tespit edilmiştir.

ANAHTAR KELİMELEER: SALAMURA, ASMA YAPRAĞI, FERMANTASYON, AĞIR METAL, FENOLİK

ABSTRACT

DETERMINATION OF HEAVY METAL CONTENT, SOME PHYSICOCHEMICAL AND MICROBIOLOGICAL CHARACTERISTICS OF TOKAT NARİNCE BRINE VINE LEAVES

Merve Zengin Yılmaz

Master's Thesis, Food Engineering Department

Advisor: Assoc. Dr. Mustafa Bayram

May 2022, 56 pages

In this research, we have determined the physicochemical properties, total phenolic substance amounts, antioxidant capacities, some microbiological properties (Total aerobic mesophilic organisms, lactic acid bacteria, coliform bacteria and total yeast-mold) and heavy metal content (Zn, Ni, Cd, Cr, Mn, Cu, Ca, Pb) of Narince Brine Vine leaves produced by industrial and traditional methods and obtained from 15 different places in Tokat region. The hardness of the pickled vine leaves was determined in the range of 0.043-0.177 N. As a result of color analysis, the L value of the pickled vine leaves was detected in the range of 27.89-43.17; a value in the range of -1.11 to 3.99; and b value in the range of 25.70-44.91. The pH of the samples was detected in the range of 3.22-5.19; total acidity in terms of lactic acid in the range of 0.11-1.95%; the salt amount in the range of 2.98-17.97%. For the determination of total phenolic compounds and antioxidant capacity, 70% methanol, 80% ethanol and pure water solvents were used. The total amount of phenolic substance according to these solvents is detected in the range of 4.32-10.07 mg GAE/g; 5.13-14.14; 1.33-5.32 mg GAE/g, respectively. The cation radical scavenging activity (ABTS) amounts according to these solvents is detected in the range of 2.88-17.98 mg TE/g; 1.73-16.29 mg TE/g; 0.26-3.41 mg TE/g respectively; The amount of free radical scavenging activity (DPPH) amounts according to these solvents is detected in the range of 8.63-12.44 mg TE/g ; 9.71-13.13 mg TE/g , 10.11-12.92 mg TE/g respectively. Microbiological development could not be detected in 7 pickled vine leaves. While the coliform bacteria were observed in only 2 sample. Total aerobic mesophilic living colony numbers in pickled vine leaves were detected in the range of 5.05×10^3 - 1.54×10^8 cfu/g; total yeast mold liver was detected in the range of 9.5×10^2 - 1.17×10^8 cfu g cfu/g; total lactic acid bacteria were detected in the range of 7.1×10^1 - 5.5×10^5 cfu/g. Cadmium (Cd), chromium (Cr) and calcium (Ca) in pickled vine leaves were below detectable levels. Nickel (Ni) was determined as 2.30 ppm in only one sample. Zinc (Zn) element is in the range of 3.02-28.39 ppm; manganese (Mn) element is in the range of 1.65-24.14 ppm; copper (Cu) element is in the range of 7.24-38.60 ppm; lead (Pb) element was detected in the range of 0.58-1.55 ppm.

KEY WORDS: BRINE, VINE LEAF, FERMENTATION, HEAVY METAL, PHENOLIC

ÖNSÖZ

Yüksek lisans öğrenim hayatım boyuncaengin deneyimlerinden yararlandığım, her aşamada sabır ve anlayışla bana destek olan değerli danışman hocam sayın Doç. Dr. Mustafa BAYRAM’ a tez çalışmam süresince her konuda yardımlarını esirgemeyen Arş. Gör. Semra TOPUZ’ a teşekkürlerimi sunuyorum.

Hayatımın her anında arkamda olan her konuda desteklerini her daim hissettim canım aileme ve eşime teşekkürlerimi sunuyorum.

MERVE ZENGİN YILMAZ

Şubat - 2022

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	i
ABSTRACT.....	ii
ÖNSÖZ	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ŞEKİL LİSTESİ.....	x
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xi
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ÖZETLERİ	4
2.1. Dünya’da ve Ülkemizde Bağcılık.....	5
2.2. Asma Yapağının Bileşimi.....	9
2.2.1. Salamura asma yaprak üretimi	10
2.2.2 Salamura asma yapraklarının kalite kriterler.	12
2.3. Ağır Metallerin Tanımı ve Özellikleri	12
2.3.1. Arsenik (As)	13
2.3.2. Bakır (Cu).....	14
2.3.3. Civa (Hg).....	14
2.3.4. Çinko (Zn).....	15
2.3.5. Demir (Fe).....	15
2.3.6. Kadmiyum (Cd).....	15
2.3.7. Krom (Cr).....	16
2.3.8. Kurşun (Pb).....	16

2.3.9. Mangan (Ma).....	17
2.3.10. Nikel (Ni).....	17
2.4. Ağır Metallerin Toprağa ve Gıdaya Etkileri.....	18
2.5. Ağır Metallerin İnsanlara Ulaşma Yolları ve İnsan Sağlığına Etkileri.....	19
2.6. Salmura Asma Yapraklarında Ağır Metal İçeriği ve Önemi.....	20
3. YAPILAN ÇALIŞMALAR	22
4. MATERYAL ve YÖNTEM.....	24
4.1. Materyal	24
4.1.1. Bitkisel materyal.....	24
4.1.2. Kimyasal materyal.....	24
4.1.3. Kullanılan alet ve ekipmanlar.....	24
4.2. Yöntem.....	25
4.2.1. Tüylülük – dilimlilik - sertlik tayini.....	25
4.2.2. Renk tayini.....	25
4.2.3. pH tayini.....	25
4.2.4. Toplam asitlik tayini.....	25
4.2.5. Tuz tayini.....	26
4.2.6. Toplam fenolik bileşik tayini.....	26
4.2.7. Katyon radikali giderme aktivitesi (ABTS+).	26
4.2.8. Serbest radikali giderme aktivitesi (DPPH●).....	27
4.2.9. Mikrobiyolojik analizler.....	27
4.2.10. Ağır metal analizi.....	28
4.2.11. İstatiksel analizler.....	29

5. BULGULAR ve TARTIŞMA.....	30
5.1. Tüylülük, Dilimlilik ve Sertlik Değerleri.....	30
5.2. Renk Değerleri.....	31
5.3. pH Değerleri.....	32
5.4. Toplam Fenolik Bileşik Miktarı.....	34
5.5. Katyon Radikali Giderme Aktivitesi (ABTS+).....	35
5.6. Serbest Radikali Giderme Aktivitesi (DPPH●).....	37
5.7. Mikrobiyolojik Analizler.....	39
5.8. Ağır Metal İçeriği.....	41
6. SONUÇ ve ÖNERİLER.....	45
7. KAYNAKLAR.....	47
8. EKLER.....	52
8.1. Çözeltiler.....	52
8.2. Kalibrasyon Eğrileri.....	54
8.2.1. Gallik asit kalibrasyon eğrisi.....	54
8.2.2. Troloks kalibrasyon eğrisi (ABTS).....	55
8.2.3. Troloks kalibrasyon eğrisi (DPPH).....	55
9. ÖZGEÇMİŞ.....	56

SİMGELER VE KISALTMALAR

<u>Simgeler</u>	<u>Açıklama</u>
%	Yüzde
°C	Derece santigrat
>	Büyük
<	Küçük
±	Artı veya eksi
L*	(0) Siyah, (50) Gri, (100) Beyaz
a*	(+) Kırmızı, (-) Yeşil
b*	(+) Sarı, (-) Mavi
ABTS	2,2'-azino-bis(3etilbenzotiyazolin-6sülfonik asit) diamonyumtuzu
Al	Aliminyum
As	Arsenik
Ag	Gümüş
AgNO ₃	Gümüş nitrat
B	Bor
Ca	Kalsiyum
Cd	Kadmiyum
Co	Kobalt
Cu	Bakır
CO ₂	Karbondioksit
DPPH	2,2 difenil-1-pikrilhidrazil
Fe	Demir
H ₂ O ₂	Hidrojen Peroksit
HNO ₃	Nitrik Asit
Hg	Civa
K	Potasyum
K ₂ CrO ₄	Potasyum Kromat

Kob	Koloni Oluřturan Birim
Mn	Mangan
Mg	Magnezyum
NaCl	Sodyum Klorür
Na ₂ CO ₃	Sodyum karbonat
NaOH	Sodyum Hidrokside
Ni	Nikel
P	Fosfor
Pb	Kurřun
S	Kükürt
Sn	Kalay
Zn	Çinko

Kısaltmalar

AB

DDT

dk

FAO

FC

JECFA

g

GAE

GC

ha

ICP-MS

kg

LC

LC-MS/MS

 μ g

m

mL

mg

MRL

MS

PCA

PDA

ppm

SPSS

VRB

TGK

TÜİK

WHO

Açıklama

Avrupa Birliği

Dikloro difenil trikloroetan

Dakika

Gıda ve Tarım Örgütü

Folin-Ciocalteu

Gıda Katkı Maddeleri Uzman Komitesi

Gram

Gallik Asit Eşdeğeri

Gaz Kromatografisi

Hektar

İndüktif Eşleşmiş Plazma-Kütle Spektrometresi

Kilogram

Sıvı Kromatografisi

Sıvı Kromatografisi-Kütle/Kütle Spektrometresi

Mikrogram

Metre

Mililitre

Miligram

Maksimum Kalıntı Limiti

Kütle Spektrofotometresi

Plate Count Agar

Potato Dextrose

Parts per million

Statistical Package for the Social Sciences

Violet Red Bile Agar

Türk Gıda Kodeksi

Türkiye İstatistik Kurumu

Dünya Sağlık Örgütü

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil	<u>Sayfa</u>
Şekil 2.1 Türkiye’de Bazı İllerin Üzüm Üretim Alanları ve Üretim Miktarları.....	8
Şekil 4.1 Ağır Metal Analizi Yaş Yakma Yöntemi.....	28



ÇİZELGE LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1 Ülkelerin Yıllara Göre Bağ Alanları (ha).....	6
Çizelge 2.2 Ülkelerin Yıllara Göre Üretim Miktarları (ton).....	6
Çizelge 2.3 2016-2020 Yılları Arasında Türkiye’de Üzüm Üretim Alanları ve Miktarları (ton).....	7
Çizelge 2.4 Asmadaki Farklı Organların Makro Elementleri (Ca, P, K, Mg, S) g/100 g Kuru Ağırlık ve Mikro Elementleri (B, Cu, Fe) mg/100g Kuru Ağırlık.....	9
Çizelge 2.5 Tokat İlinin Bazı Köylerinden Alınan Narince Üzüm Çeşidi Yapraklarının Bileşimi.....	10
Çizelge 2.6 Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliği ve FAO Göre Yapraklı Sebzelerin Bazı Ağır Metal Limitleri	19
Çizelge 2.7 Bazı Ağır Metallerin İnsan Vücuduna Etkileri.....	20
Çizelge 2.8 Türk Gıda Kodeksi İnsani Tüketim Amaçlı Sular Hakkında Yönetmeliği ve Türk Gıda Kodeksi Tuz Tebliği üst limitleri.....	21
Çizelge 2.9 Tokat Yöresin Asma Yaprakları, Yetiştigi Toprak ve Salamurada Kullanılan Suyun Ağır Metal İçerikleri.....	21
Çizelge 5.1 Narince Salamura Asma Yapraklarının Tüylülük, Dilimlilik ve Sertlik Değerleri.....	30
Çizelge 5.2 Salamura Asma Yapraklarının Renk Değerleri.....	31
Çizelge 5.3 Salamura Asma Yaprakların pH, Toplam Asitlik ve Tuz Değerleri.....	33
Çizelge 5.4 Salamura Asma Yapraklarının Toplam Fenolik Madde Miktarı.....	34
Çizelge 5. 5 Salamura Asma Yapraklarının Katyon Radikali Giderme Aktivitesi.....	36
Çizelge 5.6 Salamura Asma Yapraklarının Serbest Radikali Giderme Aktivitesi.....	37
Çizelge 5.7 Kolerasyon Katsayıları.....	40
Çizelge 5.8 Salamura Asma Yaprakların Mikrobiyolojik Anliz Sonuçları.....	41
Çizelge 5.9 Salamura Asma Yapraklarının Ağır Metal İçeriği.....	42

1.GİRİŞ

Vitis vinifera L. türüne ait ılıman bir iklim bitkisi olan asma yıllar süresince bağcılığı önemli yerlere taşımıştır. Asıl vatanı konusunda farklı görüşler olmasına karşın 60 000 000 yıl öncesinde dahi dünyanın birçok yerinde yetiştirildiği gözlenmiştir (Kara ve Kara, 2018; Karaca Sanyürek ve ark, 2018; Anonim, 2020a). Günümüzde ise bağcılık genel olarak güney yarım kürede 20°- 40° enlemleri, kuzey yarım kürede 20°-50° enlemleri arasında yaygın olarak yapılmaktadır. FAO 2019 verilerine bakıldığında dünyada 7 700 000 hektar alanda üzüm yetiştiriciliği yapıldığı görülmektedir (Anonim, 2021a).

Türkiye gerek elverişli iklim kuşağı gerekse verimli toprakları sayesinde dünya genelinde asmanın gen merkezlerinden sayılmaktadır. Anadolu da bağcılık 7 000 – 8 000 yıllık farklı uygarlıkların ekonomik yapısına etki sağlayarak bu günlere kadar taşınmıştır. Hemen hemen her bölgesinde en az %1 bağ alanı olan ülkemiz dünya sıralamasında üzüm üretiminde ilk beşte yer almaktadır. Türkiye’de 2020 yılında 4 200 000 dekar alanda üzüm yetiştirilmiştir (Karaca Sanyürek ve ark, 2018). Anadolu’da bağ alanlarının bölgelere göre dağılımına bakıldığında, ilk sırada 1 398 018 da bağ alanı ve %47.1 üzüm üretimi ile Ege Bölgesi yer almaktadır. Ege Bölgesini, Akdeniz ve Güneydoğu Anadolu Bölgesi takip etmektedir. Ege, Akdeniz ve Güneydoğu Anadolu Bölgeleri son dönemde üzüm üretiminin %80’lik kısmını karşılamaktadır. Ülkemizde 1200 civarında üzüm çeşidi olduğu saptanmış fakat ticari anlamda ekonomik değeri yüksek olan yaklaşık 80 çeşit yaygın olarak yetiştirilmektedir (Karaca Sanyürek ve ark., 2018; Yıldız ve Dilli, 2018)

Bağcılığın temel meyvesi üzüm ülkemizde ağırlıklı olarak sofralık, kurutmalık ve şaraplık olarak değerlendirilmektedir. Türkiye İstatistik Kurumu 2020 üzüm üretim verilerine baktığımızda ülkemizde 4 200 000 ton üzüm üretimi gerçekleştiğini görmekteyiz. Bu üretilen üzümün 2 218 000 tonu sofralık, 1 535 000 tonu kurutmalık ve 456 000 tonu şaraplık olarak kullanılmaktadır (Anonim, 2021a). Üretilen üzüm ülkemizde en çok kuru üzüme işlenmektedir. Yurtiçi sofralık ve şaraplık üzüm talebini üretilen miktar ancak karşılayabilmektedir (Anonim, 2020b). Bunların yanında yaş üzüm pekmez, lokum, pestil, köme, sucuk, tarhana vb. geleneksel ürünlerin üretiminde bir kısmı ise sirke ve alkollü içecek üretiminde kullanılmaktadır (Gazioğlu Şensoy ve Tutuş, 2017; Göktürk ve ark., 1997; Yıldız ve Dilli, 2018)

Ülkemiz ekonomisi adına bu denli önemli bir geçim kaynağı olan bağıcılık farklı değerlendirme seçenekleri ile tarımsal ürünlerimize çeşitlilik katmıştır. Asmanın en önemli yan ürünü olan yaprakları gerek besin değeri gerekse çeşitli muhafaza yöntemleri ile neredeyse üzümünden daha önemli bir yere gelmiştir. Bağlarda yaz dönemi yapılan asma yaprak kırımının zamanında ve yeterli düzeyde yapıldığında üzüm tanelerinin daha iyi renklendiğini ve oluşabilecek hastalıkları da bir ölçüde engellediği ifade edilmiştir (Yıldız, 2006; Yağcı ve ark., 2018).

Taze olarak uzun süre muhafaza edilemeyen asma yaprağında kullanılan muhafaza yöntemi salamura ile fermentasyondur. Ülkemizde son yıllarda salamura asma yaprağının kullanımında hızlı bir artış görülmekte ve ekonomik anlamda önemli bir ihraç ürünü haline gelmektedir. Hatta bazı yörelerde salamura asma yaprağı geliri üzüm gelirinin önüne geçmiştir (Gülcü ve Demirci, 2011). Özellikle ülkemizin Manisa iline özgü Sultaniye üzümü ve Tokat ilimizin Narince üzümü yetiştiriciliğinin yaprak toplamaya yönelik yapıldığı belirtilmektedir (Fırat ve Çetin, 2015).

Tokat ili 230 m ile 1000 m yükseklikte değişen rakıma sahip olmasından ötürü eski dönemlerden bu zamana üzüm yetiştiriciliğiyle öne çıkmaktadır. Yörede hakim olan Narince üzüm çeşidinin yaprakları Mayıs ayının sonundan başlayarak Temmuz ayının sonlarına kadar toplanabilmektedir. Tokat ilinde salamura asma yaprak üretimi yapan 15'i aşkın işletme bulunmaktadır (Bekar ve Cangı, 2017).

Türkiye'de piyasaya sunulan ve ihraç edilen salamura asma yapraklarının önemli bir kısmı Tokat ilinden tedarik edilmektedir. Tokat yöresinde yaprak kalitesi yüksek olmasına karşın son yıllarda salamura yaprakların pazarlanmasında ciddi maddi kayıplara ve sağlık problemlerine neden olan en önemli sorunlardan birisi pestisit kalıntılarıdır. Verim arttırmak amacıyla bilinçsizce yapılan sulama, gübreleme ve hastalıkla mücadelede kullanılan ilaçlamalar sonucu meyve ve yapraklarda kalıntılar oluşmaktadır. Pestisitlerin yanı sıra teknolojinin ilerlemesiyle birlikte hızlı sanayileşme, sürekli artan trafik yoğunluğu gibi daha birçok çevre faktörlerinin sonucunda gıda ürünlerinde bulunan ağır metallerin miktarlarında da artışlar yaşanmaktadır (Okcu ve ark., 2009; Akinyele ve Shokunbi, 2015).

Gıda güvenliğinin sağlanması, toplum sağlığının korunması çok önemli bir konudur. Gıdalarda bulunan tehlikeli kimyasallar çok çeşitlidir ve bunlar gıdaya ve yeme üretim, işleme, taşıma, hazırlama ve tüketim aşamalarının herhangi bir noktasında bulaşabilir.

Son yıllarda, bitki koruma ürünlerinin kalıntıları, doğal toksik maddeler (mikotoksinler, bitki toksinleri vb.), işleme sırasında oluşan toksinler (akrilamid, heterosiklik, aromatik aminler, furanlar vb.), gıda alerjenleri, ağır metaller (kurşun, arsenik, civa, kadmiyum vb.) endüstriyel kimyasallar (dioksinler, benzen, perklorat vb.) gıda ürünlerinde bulunabilmektedir. Ülkemizde ve Türk nüfusunun fazla olduğu ülkelerde ünlü olan coğrafi işarete sahip Tokat Salamura Asma Yapağı üretimi yöre ekonomisi için oldukça önemlidir. Şimdiye kadar Tokat Salamura Asma Yapağı ile ilgili yapılan çalışmalarda ağırlıklı olarak ticari asma yapağı üreticileri için problem olan pestisit kalıntıları üzerinde durulmuştur. Literatürde Tokat salamura asma yapraklarının ağır metal içeriğiyle alakalı sadece bir çalışmaya rastlanmış, Tokat salamura asma yapraklarının fenolik bileşik, antioksidan kapasite ve mikrobiyolojik özellikleri ile ilgili herhangi çalışmaya ise rastlanmamıştır.

Bu araştırmada Tokat yöresinde yetiştirilen Narince üzüm çeşidi yapraklarından geleneksel ve ticari olarak üretilen salamura asma yapraklarının bazı fizikokimyasal ve mikrobiyolojik özelliklerinin, fenolik bileşik miktarının ve antioksidan kapasitesinin belirlenerek tüketime uygunluğunun tespit edilmesi, ayrıca ağır metal miktarlarının belirlenerek Türk Gıda Kodeksi Maksimum Kalıntı Limitleri Yönetmeliğine uygunluğunun saptanması hedeflenmiştir.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Tarih öncesi dönemlere dayanan bağcılık köklü bir geçmişe sahip olup dünya üzerinde geniş bir yer kaplamaktadır. Kuzey yarım kürede 30°-50°, güney yarım kürede 30°-40° enlem derecelerine yayılmış olan bağcılık, gerek iklim gerekse toprak uygunluğu bakımından uygarlıklara göre çok fazla çeşit zenginliği göstermiştir. ‘Eski dünya üzümü’ olarak adlandırılan *Vitis vinifera* L. dünyada 32 çeşit üzüm türünden en önemlisidir ve dünyadaki üzüm üretiminin %90’ını karşılamaktadır. Anavatanı ile ilgili farklı görüşler olmasına karşın Kuzeydoğu Anadolu, Hazar Denizi ve Kafkasya çevreleri kabul edilmiştir. Bağcılığın çok yönlü değerlendirme imkanı olması ve çoğu iklim, toprak yapısında kolaylıkla yetiştirilebilmesi onu tüm dünyada en önemli tarım sektörlerinden biri haline getirmiştir (Sezgin, 2021).

Arkeolojik ve jeolojik çalışmalar sonucu 10 000 yıl öncesine ait olduğu öne sürülen üzüm pres artıkları gösteriyor ki; üzümünden şarap yapımı insanlık tarihi kadar eskiye dayanmaktadır. Bu duruma bağlı olarak Anadolu’da bağcılık kültürünün de aynı dönemlerde başladığı bilinmektedir (Taş, 2019). Anadolu’da bağcılık tarihi uygarlıklar ile iç içedir. M.Ö. 2000’li yıllarda hakimiyet kurmuş olan Hititlilere ait heykellerde, resimlerde üzüm ve şarap figürleri bolca bulunmaktadır. Anadolu’da asmanın tarihi çok eski olmasına karşın şarap kültürünün Hititler ile başladığı düşünülmektedir (Gazioğlu Şensoy ve Tutuş, 2017). Hitit kanunlarında bağcılık kültürünü korumaya yönelik maddelerin yer alması Anadolu’da bağcılığın ekonomik ve sosyolojik olarak da önemli olduğunu göstermektedir (Çalkan Sağlam ve Sağlam, 2018). Anadolu’da yapılan şarap Fenikeli gemiciler tarafından ilk olarak Yunanistan’a götürülmüştür. Daha sonra Avrupa’da Hristiyanlık yayılınca Hz. İsa’nın kanı şarap simgesiyle kutsallaştırılmış ve tüm Avrupa’da kabul görmüştür (Karaca Sanyürek ve ark., 2018).

Osmanlı döneminde Manisa yöresinde gelişen bağcılık ile Avrupa ve Kanada’ya kuru üzüm ihracatı başlamış ve talepten ötürü kuru üzüm üretimine ağırlık verilmiştir. Osmanlı döneminde padişahlar tarafından sevilerek tüketilen Manisa çekirdeksiz üzümünün adına ‘sultanlara layık’ anlamıyla Sultani üzümü ismi verilmiştir. Cumhuriyet döneminde de bağcılığın geliştirilmesi ve ihracatı adına ciddi kararlar alınmıştır. Devlet arazilerinin halka 10 yıllığına kiralanması ile bağcılık yapılması teşvik edilmiştir (Yurtoğlu, 2019).

Geçmişten günümüze bakıldığında uygarlıklar ve toplumlar üzüme ve üzümünden elde edilen şarap vb. geleneksel ürünlere büyük anlamlar yüklemişlerdir. Üzümün toprağa olan sıkı bağı insanları etkilemiştir. Toplumlar içerisinde sadece maddi bir kazanç olmaktan çıkıp yaşamlarına ve dini değerlerine etki eden bir objeye dönüşmüştür. Anadolu’da önceki uygarlıklar Türk kültürünü de etkilemiş ve Türkler içinde üzüm önemli bir yere sahip olmuştur. Günümüzde kültürel değerleri kısmen unutulmuş olsa bile üzümün bağında kurumaya bırakılmış bir salkım olarak değil şirasını, şarabını, pekmezini elde ettiğimiz kıymetli bir ürün olduğu hatırlanmalıdır (Taş, 2019). Bu düşünce ile ülkemizde yetişen üzüm çeşitlerini korumak adına Tekirdağ Bağcılık Araştırma Enstitüsü tarafından Milli Koleksiyon Bağı kurulmuştur. Türkiye’nin tamamı taranarak 1 439 yerli ve 93 yabancı üzüm çeşidi toplamda 1 532 üzüm muhafaza altına alınmıştır. Manisa Bağcılık Araştırma Enstitüsü’ de asma genetik kaynakların yedeklenmesi ve muhafaza edilmesi adına bir dublikasyon bağı yapılmıştır (Anonim, 2020a).

2.1. Dünya’da ve Ülkemizde Bağcılık

Dünya Gıda Örgütü’nün (FAO) 2018 yılı üzüm üretim alanı ve üretim, tüketim miktarları verilerine baktığımızda; dünyada 7 200 000 ha alanda, 78 000 ton üzüm üretimi yapıldığını görmekteyiz. Dünya üzüm üretiminin %71 gibi büyük bir kısmı şarap üretiminde, %27’si sofralık ve %2’si ise kuru üzüm üretiminde kullanılmaktadır. Son 15 yıl içinde sofralık üzüm üretiminde %11’lik bir artış varken şaraplık üzüm üretiminde ise %10’luk bir azalış yaşanmaktadır (Anonim, 2019a). Dünya sıralamasında ilk altı ülkenin bağ alanları Çizelge 2.1’de verilmiştir. (Anonim, 2020a).

Çizelge 2.1 Ülkelerin Yıllara Göre Bağ Alanları (ha) (Anonim, 2020a).

Ülkeler	2014	2015	2016	2017	2018
İspanya	931 065	941 056	935 105	937 763	1 123 644
Çin	770 101	802 144	753 746	774 856	779 935
Fransa	757 339	752 101	751 366	750 463	752 837
İtalya	682 183	672 858	668 087	670 085	675 818
Türkiye	467 093	461 956	435 227	416 907	417 041
ABD	418 607	413 873	408 571	403 796	379 190
Diğer Ülkeler	2 995 120	3 074 436	2 993 093	2 996 386	3 011 193

Dünyadaki üzüm üretim miktarlarına bakıldığında ise ilk sırada %17 ile Çin, peşine %11 ile İtalya, %9 ile ABD, %8 ile İspanya, %8 ile Fransa ve 6. sırada %5 ile Türkiye yer almaktadır (Çizelge 2.2).

Çizelge 2.2 Ülkelerin Yıllara Göre Üretim Miktarları (ton), (Anonim, 2020a).

Ülkeler	2014	2015	2016	2017	2018
Çin	11 813 199	13 249 535	12 709 080	13 175 502	13 494 811
İtalya	6 930 794	7 915 008	8 201 914	7 169 745	8 513 643
ABD	7 152 090	6 964 593	6 982 630	6 698 518	6 890 970
İspanya	6 222 584	5 799 131	6 102 851	5 387 403	6 673 481
Fransa	6 204 909	6 258 363	6 027 506	5 011 054	6 198 323
Türkiye	4 175 356	3 650 000	4 000 000	4 200 000	3 933 000
Diğer Ülkeler	31 411 118	32 510 285	30 065 712	31 365 591	33 421 754

Türkiye zengin yerli ve yabancı asma çeşitleri ile asmanın gen merkezlerinden sayılmaktadır ve 1 200' ü aşkın sofralık, kurutmalık, şaraplık ve şıralık üzüm çeşidi yetiştirilmektedir (Anonim, 2019a).

Çizelge 2.3 2016-2020 Yılları Arasında Türkiye’de Üzüm Üretim Alanları ve Miktarları (ton) (Anonim, 2021b)

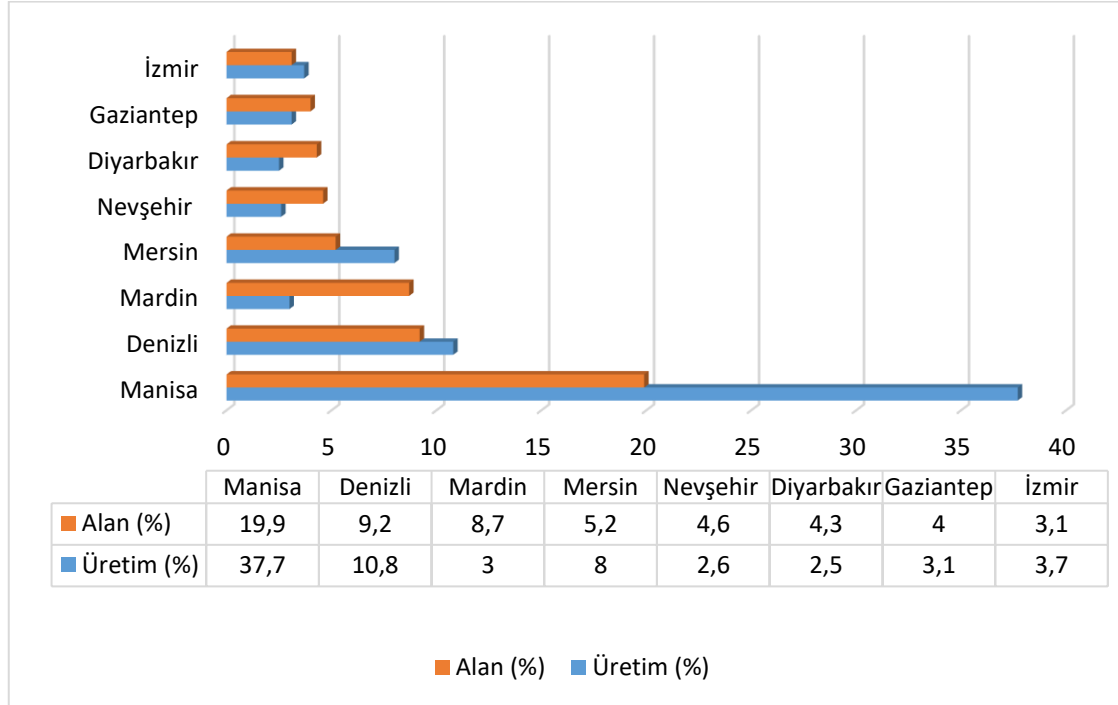
Yıllar	Alan (ha)	Sofralık	Kurutmalık	Şaraplık	Toplam
2016	4 352 269	1 990 604	1 536 862	472 534	4 000 000
2017	4 169 068	2 109 000	1 603 000	488 000	4 200 000
2018	4 170 410	1 945 262	1 524 091	463 647	3 933 000
2019	4 054 387	2 050 000	1 599 000	451 000	4 100 000
2020	4 009 979	2 218 056	1 534 499	456 353	4 208 908

Ülkemizde ağırlıklı olarak sofralık ve kurutmalık üzüm yetiştirilmektedir (Anonim, 2021b). Bağ alanlarının da azalması üzüm üretiminde karlılığın azalması ve desteklerin yeterli düzeyde olmaması, bakım işlemlerinin yeterince yapılamaması, bazı dönemlerde karşılaşılan floksera hastalığı gibi sebeplerden etkilenmektedir (Bashimov, 2017).

Ülkemizde bölgelere göre üzüm üretiminde Ege Bölgesinde Sultani çekirdeksiz üzüm çeşidi, Akdeniz Bölgesinde turfanda sofralık üzüm, Marmara Bölgesinde sofralık ve şaraplık üzüm, İç Anadolu ve Güneydoğu Anadolu Bölgelerinde sofralık, şaraplık, sıralık, kurutmalık üzüm yetiştirilmektedir. Ülkemizde en yaygın üretilen üzüm çeşitleri Sultani, Yapıncak, Çiftlik, Çavuş, Narince, Emir, Öküzgözü, Mercan’dır (Gülcü ve Torçuk, 2016).

Ülkemizde 2019 yılında 4 100 000 dekar alanda 4 000 000 ton üzüm üretimi yapılmıştır. Birinci sırada 1 500 000 milyon ton üretimi ile Manisa ikinci sırada 441 000 tonluk üretimi ile Denizli, üçüncü sırada ise 329 000 ton’ luk üretimi ile Mersin ili yer almaktadır (Şekil 2.1) (Anonim, 2021b).

Şekil 2.1 Türkiye’de Bazı İllerin Üzüm Üretim Alanları ve Üretim Miktarları (Anonim, 2021b)



Ülkemizde bağcılıkta batı illerinde daha modern yöntemler doğu illerinde geleneksel yöntemler uygulanarak üzüm yetiştiriciliği yapılmaktadır. Batı illerimizde verim doğu illerine göre 5 kat daha fazladır (Bekar, 2017; Anonim, 2019a).

Türkiye’nin Doğu Karadeniz bölgesinde bulunan Tokat ili tarıma elverişli iklimi ve bereketli toprakları ile sebze ve meyveciliğin yoğun yapıldığı bir yöredir. 2020 yılı itibarı ile 162 450 ha meyve üretim alanında 118 454 ton meyve, 805 813 ha sebze üretim alanında 771 467 ton sebze, 2 100 403 ha alanda ise bağcılık ve diğer tarım ürünlerinin üretimi gerçekleştirilmiştir. Türkiye’de 2020 yılında 4 208 908 ton üzüm üretim miktarının 58 937 tonunun Tokat yöresinde üretilen üzüm oluşturmaktadır (Anonim, 2020b).

Tokat ve çevresinde en çok yetiştirilen üzüm çeşidi Narince’ dir. Yaprakları salamura yapmak için en uygun olan üzüm çeşitlerinden birisidir. Tokat ilinde son dönemlerde bağcılık ciddi anlamda gelişmektedir. Toplamda 64 110 dekar alanda asma bağ yaprağı üretimi gerçekleştirilmektedir. Tokat yöresinde 15 civarında da salamura asma yaprak üretim tesisi bulunmaktadır (Anonim, 2019b; Anonim, 2020b).

2.2. Asma Yapracağının Bileşimi

Asma yaprağı, elde edildiği üzümün çeşitlerine göre açık yeşil, sarı-yeşil, koyu yeşil veya kırmızımsı olabilmektedir (Gülcü ve Demirci, 2011). Asma yaprağı bileşiminde C vitamini (askorbik asit), A vitamini, D vitamini, B1-B2 vitamini, demir ve kalsiyum içermektedir (Alibaş, 2012). 100 g taze asma yaprağının; 5.60 g protein, 2.1 g yağ, 17.30 g karbonhidrat, 11.00 g diyet lifi, 11.10 mg C vitamini, 0.4 mg B6 vitamini içerdiği tespit edilmiştir (Bakırcı ve ark., 2019). Asma yaprağının farklı organlarındaki bazı mikro ve makro elementler Çizelge 2.4'te verilmiştir.

Çizelge 2.4 Asmadaki Farklı Organların Makro Elementleri (Ca, P, K, Mg, S) g/100 g Kuru Ağırlık ve Mikro Elementleri (B, Cu, Fe) mg/100 g Kuru Ağırlık (Demirhan, 2006)

Elementler	Yaprak	Odun	Tane	Çekirdek
Ca	1.82 - 2.85	0.64	0.08 - 0.40	0.45 - 0.33
P	0.08 - 0.20	0.14	0.19 - 0.35	0.33 - 0.34
K	0.59 - 0.98	0.76	0.84 - 2.42	0.59 - 0.65
Mg	0.24 - 0.23	0.10	0.04 - 0.13	0.10 - 0.12
S	0.10 - 0.11	0.04	0.03 - 0.12	0.04 - 0.07
B	16 - 2000	5 - 50	15 - 34	-
Cu	3 - 47	15 - 16	5 - 10	-
Fe	190 - 220	23 - 33	13 - 530	-

Asmanın farklı kısımlarında ve dokularındaki fenolik bileşik miktarı çeşit ve tür özelliklerinin yanı sıra olgunlaşma, asma yaşı gibi pek çok faktöre bağlıdır. Yapraklarda fenolik bileşik miktarı olgunlaşma ile artmaktadır. Aynı omca üzerindeki genç yaprakların yaşlı yapraklara göre daha fazla fenolik bileşikler içerdiği belirlenmiştir. Renkli ve yeşil yapraklara sahip asma çeşitlerinde benzer fenolik asitler, flavonoidler ve kondanse tanenler saptanmıştır. Fakat renkli yaprakların fenolik asit ve flavonoid içeriği yeşil yapraklara göre daha düşüktür. Renkli asma yapraklarında peonidin-3-glikozit temel antosiyanin olarak belirlenmiş ve üzümlerin olgunlaşma döneminde maksimuma ulaştığı görülmüştür (Sivritepe, 2001).

Katalinic ve ark., (2013) Mayıs, Ağustos ve Eylül aylarında toplanan altı üzüm çeşidinin asma yapraklarından elde edilen ekstraktların fenolik bileşiklerini ve antioksidan aktivitesini incelenmişlerdir. Toplam fenolik madde miktarı Mayıs ayında 18.8-28.0 g

GAE/L, Ağustos ayında 25.2-35 g GAE/L ve Eylül ayında 32.5-46.8 g GAE/L olarak belirlenmiştir. Toplam flavonoid miktarı ise Mayıs ayında 1.8-6.2 g GAE/L, Ağustos ayında 2.5-11.2 g GAE/L ve Eylül ayında 6.8-23.2 g GAE/L olarak saptanmıştır.

Tokat yöresinde bazı köylerden alınan asma yapraklarının besin içerikleri Çizelge 2.5'te yer almaktadır.

Çizelge 2.5 Tokat İlinin Bazı Köylerinden Alınan Narince Üzüm Çeşidi Yapraklarının Bileşimi (Anonim, 2017).

Besin Öğeleri (mg/100g)	Ağcaalan	Bağpınar	Çatılı	Karakaya	Üzümlü
Protein	4 810.0	3 060.0	3 560.0	3 690.0	3 380.0
Diyet lifi	1 168.0	9 450.0	1 027.0	1 042.0	1 009.0
C vitamini	25.48	11.37	7.69	0.47	41.79
E vitamini	7.83	3.80	5.21	3.76	6.89
B1 vitamini	0.016	0.01	0.01	0.02	0.02
B6 vitamini	0.029	0.13	0.16	0.17	0.37
K vitamini	409.0	271.0	320.0	299.0	459.0

2.2.1. Salamura asma yaprak üretimi

Anadolu'da yüzyıllardır fermantasyon ile salamura yaprak üretimi asma yapraklarının saklanması ve korunmasında kullanılan bir uygulama olmuştur. Birçok üzüm çeşidine ait asma yaprağı gıda olarak tüketilebilmektedir ancak salamuraya işlenecek yapraklar yaprağın bileşimine ve bazı fiziksel özelliklerine (kalınlık, tüylülük, şekil vb.) dikkat edilerek seçilmektedir. Diğer taraftan yaprak seçiminde asmanın çeşidinden, asma yaprağının kırım zamanına kadar birçok faktör önemlidir. Vejetasyonun başlangıç döneminde toplanan yapraklar omcaların zayıflamasına neden olmaktadır. Geç dönemde toplanan yapraklar ise daha sert, büyük ve koyu renkte olduğu için salamura asma yaprak üretimine uygun değildir. Gülcü ve Demirci, (2011) tarafından yapılan çalışmada yaprak hasadının yaprakların büyüklüğünün 1/3-2/3'üne ulaştıkları dönemde yapılması gerektiğini belirtmişlerdir. Fermantasyon ile salamura asma yaprak üretimi, taze asma yapraklarının daha uzun süre tüketilebilmesi amacıyla uzun yıllardır kullanılan bir saklama yöntemidir. Salamura asma yaprağı, bileşiminde bulunan başta karbonhidrat

olmak üzere organik maddelerin mikroorganizmalar tarafından kullanılması sonucu elde edilen fermente üründür. Salamura asma yaprağı üretiminde belli oranlarda tuzlu su, içerisinde salamura edilerek fermentasyona uğratılan taze yapraklar daha sonra ambalajlanarak tüketime sunulmaktadır (Cangi ve Yağcı, 2017; Zorlu, 2021).

Salamura asma yaprağı üretimi uzun yıllardır kullanılan en yaygın saklama yöntemidir. Hasat edilen asma yapraklarından tüketime uygun olmayan zarar görmüş olanlar ayıklanır ve toz, böcek, ilaç vb. kalıntılardan temizlenmek amacıyla su ile yıkanır. Temizlenen yapraklar destelendikten sonra fermente edilecek büyük kaplar içerisine yerleştirilir. %10-15'lik tuz ve %1'lik sitrik asit içeren salamura bu kaplar içerisine doldurulur ve yapraklar fermentasyona bırakılır. Fermentasyon süresi tamamlanan yapraklar tüketime hazır hale gelir. Ticari üretimde yapraklar fermentasyon sonunda vakumlu ambalajlarda veya içerisine %10'luk salamura eklenmiş plastik kaplarda satışa sunulur (Gülcü, 2012). Asma yaprağında diğer bir saklama metodu da konserve asma yaprağı üretimidir. Konserve üretiminde de salamura yönteminde olduğu gibi yaprağın fiziksel özellikleri çok önemlidir. Salamura asma yaprağı üretiminden farklı olarak taze yapraklara ön işlemlerden geçtikten sonra teneke kutu, cam kavanoz veya uygun özellikteki kaplara doldurularak, kapların hava almayacak şekilde (hermetik) kapatılması ve ısıl işlem uygulanması suretiyle yaprakların dayanıklı hale getirilmesidir. Uygulanacak ısıl işlemin sıcaklık ve süresi ürünün asitlik düzeyi ve pH değeri ile doğrudan ilişkilidir. Genel olarak ürün pH' s 4.5'in altında kaldığı için pastörizasyon (75-90°C'de 5-20 dakika) işlemiyle asma yaprakları için istenilen muhafaza süresine ulaşabilmektedir (Göktürk ve ark., 1997; Gülcü ve Demirci, 2011).

Laktik asit fermentasyonu ile muhafaza edilen gıdalar çok eski zamanlardan beri kullanılmaktadır. Dışarıdan başlatıcı kültür ilavesi yapılarak veya hammaddeden veya ortamdan gelen doğal flora içerisindeki laktik asit bakterilerinin şekerleri asitlere dönüştürmesi ile gerçekleşen laktik asit fermentasyonu hammaddeye göre yeni ve farklı karakteristik özelliğe sahip ürünler ortaya çıkarmaktadır. Laktik asit fermentasyonunda *Lactobacillus*, *Leuconostoc*, *Pediococcus*, *Streptococcus* cinsi bakteriler rol almaktadır. Bu bakterilerin ortak özellikleri fermentasyon sonucunda laktik asit üretmeleridir. Ayrıca laktik asit fermentasyonu sonucu ortaya çıkan bazı metabolitler ürünü bozulmalara ve toksin oluşturan mikroorganizmalara karşı korumakta, patojenlerin gelişimini engellemekte ve ürünün besinsel değerini de arttırmaktadır (Dalgıç ve Akbulut, 1988).

Vitis vinifera L.'den 3 farklı üzüm (Ekşikara, Hesapalı ve Siyah pekmezlik) yapraklarından elde edilen salamura asma yapraklarının üretimi sonunda laktik asit fermentasyonunun etkisi üzerine yapılan bir araştırmada fermentasyonun bitiminde indirgen şeker miktarında azalma ve ortamdaki CO₂ miktarında artış gözlenmiştir. %10 tuz ve %1 sitrik asitten oluşan bir salamuraya bırakılan asma yapraklarının fermentasyonun beşinci haftasında pH'sı 2.09 - 2,57 aralığında belirlenmiştir. Ayrıca taze yaprakların protein miktarının fermentasyon sonucunda yaklaşık %50 oranında azaldığı saptanmıştır (Ünver ve ark., 2005).

2.2.2 Salamura asma yapraklarının kalite kriterleri

Yemeklik olarak üretilen asma yapraklarına ait herhangi bir yasal mevzuat ve standart bulunmamaktadır. Bu durum tüketicinin talepleri doğrultusunda belli kalite kriterlerinin oluşmasına neden olmuştur. Salamura asma yaprağı seçiminde üzüm çeşidine göre yaprağın hasat edileceği uygun zaman, ürün işleme yöntemleri, dikkat edilmesi gereken hususlardır. İşlem sırasında gerçekleştirilen laktik asit fermentasyonunun kontrollü şartlar altında yapılması da son ürün kalitesi açısından oldukça önemlidir (Gülcü ve Demirci, 2011).

Göktürk ve ark. (1997) tarafından yapılan bir çalışmada çeşitli taze asma yapraklarından konserve salamura yapraklar üretilmiştir. Konserve işlemi sonunda asma yapraklarının alt ve üst yüzeylerinde bulunan dik ve yünsü tüylerin yoğunluğu incelenmiş, tüysüz ya da çok az tüylü olanları seçilmiştir. Asma çeşidine ve yaprağın yaşına bağlı bir özellik olan sert ve selülozu fazla olan yapraklar ayrılıp ince olanlar alınmıştır. Diğer bir özellik olan yaprağın alt ve üst ceplerle sap cebinin derin olduğu dilimli çeşitler sarma yapımı sırasında güçlüklerle neden olmaları nedeniyle tercih edilmemiş az dilimli mümkün olduğunca bütün yapraklar seçilmiştir.

2.3. Ağır Metallerin Tanımı ve Özellikleri

Ağır metal, genel olarak vücudun gereksinimi olmayan endüstriyel ve sanayi ürünleriyle alınan toksik etkili elementler olarak ifade edilmektedir. Yoğunluğu 5 g/cm³' ten daha yüksek ve atom numarası 22'den 92'ye kadar olan elementler ağır metal olarak tanımlanmaktadır. Bakır, civa, çinko, demir, kadmiyum, krom, kobalt, kurşun ve nikel olmak üzere 60'tan fazla metal bu gruba girmektedir. Genellikle bu elementler

yeryüzünde karbonat, oksit, silikat ve sülfürleri halinde stabil bileşik olarak veya silikatlar içinde hapsolmuş şekilde bulunmaktadır (Kılıçel ve ark. 2004; Mohajer ve ark., 2020). Ağır metaller genellikle eser element olarak adlandırılır. Ancak eser elementler canlılardaki düşük konsantrasyonlar için kullanılır. Ağır metaller, organizmalara gerekli olsun ya da olmasın yüksek konsantrasyonda toksik etkiler meydana getirir. Ağır metaller bu etkilerini, enzimlerle reaksiyona girerek veya membran yapısına bağlanarak gösterirler (Okcu ve ark., 2009). Ağır metaller ikiye ayrılmaktadır.

Esansiyel ağır metaller: Bakır (Cu), krom (Sn), kobalt (Co), demir (Fe), mangan (Mn), molibden (Mo), nikel (Ni), uranyum (U), vanadyum (V), çinko (Zn) metaller canlılar için az miktarda gereklidir fakat fazla alındığında vücut için toksik maddelerdir (Okcu ve ark., 2009).

Esansiyel olmayan ağır metaller: Gümüş (Ag), civa (Hg), kadmiyum (Cd), kurşun (Pb), kalay (Sn), talyum (Tl), platin (Pt) ise çok az miktarda dahi vücuda alındığında toksik etki yaratmaktadırlar (Okcu ve ark., 2009).

2.3.1. Arsenik (As)

Arsenik metal ve ametal özellik içermekte olduğundan dolayı yarı metaller grubunda yer almaktadır. Yapısında karbon bağı olmayanlar anorganik, karbon bağı olanlar ise organik olarak ayrılmaktadır. Arseniğin inorganik formları çeşitli su kaynaklarında bulunurken organik formu ise ilaç ve yem sanayisinde yaygın kullanılmaktadır. Arseniğin toksik etkisi bileşimine bağlıdır organik formu insan vücudundan çok daha kolay atılmasına karşın inorganik formu için aynı şey söz konusu değildir. İnorganik formu organik formuna göre çok daha fazla toksik etki göstermektedir (Akgül ve ark., 2018).

Arsenik bileşikleri geniş kullanım alanına sahiptir, en yaygın olarak yabani otlar-mantarlar ve istenmeyen mikroorganizmalar ile mücadelede pestisitlerin bileşimine katılmaktadırlar. Ayrıca deterjan, boya sanayinde kullanılmaktadır. Kağıt sanayinde, deri sanayinde, cam, seramik, lastik gibi ürünlerin üretiminde yardımcı madde olarak kullanılmaktadır. Birçok kullandığımız üründe var olan arsenik insan vücuduna solunum yolu ile veya çeşitli ilaçlarla girmektedir. İnsan vücudundaki antioksidan ve DNA onarım enzimleri gibi çoğu enzimi etkisiz hale getirmesinden dolayı arseniğin vücuda az miktarda dahi alınması ciddi hastalıklara sebep olmaktadır. İnce bağırsaklarda emilen arsenik ciğerlerde ve kalpte birikmektedir. Fazla miktar da arseniğe maruz kalındığında ise damar rahatsızlıkları ve cilt kanseri ortaya çıkmaktadır (Özbolat ve Tuli, 2016).

2.3.2. Bakır (Cu)

İnsan vücudu açısından önem taşıyan bakır birçok mineralde bulunan esansiyel bir mikro besin ögesidir. İnsanda bazı iç organların, saçların, kemiklerin yapısında bulunan temel bileşendir. Vitaminler, yağ asitleri ve aminoasitlerin metabolizma reaksiyonlarında görevlidir. Proteinlerin ve birçok enzimlerin yapılarına katılan bakır kemik gelişiminde, hemoglobin ve metalloenzimlerin oluşumunda görev almakta ve sinir sisteminde ise bazı yaşamsal faaliyetlerin yapılmasından sorumludur. Bu görevini yapabilmesi için elementin eser miktar alınması yeterli olmaktadır (Kara, 2020).

Karaciğerde, beyin, kalp ve midede çok fazla bulunan bakır, ince bağırsaklardan emilmekte ve vücuda dağılmaktadır. İnsan ve hayvanlarda bakır eksikliğinde büyüme bozuklukları, solunum sistemi rahatsızlıkları, kemik erimesi, saç ve deri rahatsızlıkları yaşanmaktadır. Vücuda 15 mg'dan fazla alınan bakır ise bulantı, kusma, ishal, kas ağrıları gibi durumlara neden olmaktadır (Akyol, 2018; Özbolat ve Tuli, 2016).

2.3.3. Civa (Hg)

Oda sıcaklığında sıvı halde bulunan civa Latince' de sıvı akışkan gümüş anlamı taşıyan 'hydragyros' sözcüğünden türetilmiştir ve element sembolü Hg'dir. Civa elektrik elektronik sanayinde, selüloz üretiminde, boya kağıt sanayinde, kozmetik sanayinde, tarım ilaçları üretiminde kullanılmaktadır (Özbolat ve Tuli, 2016). Civanın toprağa geçmesiyle organik maddelerle birleşmesiyle oluşturduğu yapılar çözünmezdir (Yerli ve ark., 2020).

Son dönemde yaygın kullanılan tarım ilaçlarından veya su ürünlerinden beslenme döngüsü ile vücudumuza alınan civa, insan sağlığını ciddi derecelerde etkilemektedir. Toksik etkisi kimyasal formuna bağlı olan civa metalik, inorganik ve organik olarak üç formda bulunur. Vücuda alınan metalik civa kana karışarak bütün dokulara yayılır ve beyinde birikir. Unutkanlık, sinirsel bozukluklar ve daha da ileri aşamalarda böbrek hasarları, diş eti iltihabı ve psikolojik bozukluklara sebep olmaktadır (Özbolat ve Tuli, 2016; Kara ve Kara, 2018).

2.3.4. Çinko (Zn)

Çinko suda çözünebilen, hava, su, toprakta doğal olarak bulunan bir elementtir. Birçok besin ögesinde de bulunmaktadır. Bunların yanı sıra çok yaygın olarak alaşımlarda ve metal kaplamalarda kullanılır. Elementler içerisinde yıllık tüketime bakıldığında

dördüncü sırada gelmektedir. Çinko birçok ilaç, krem, mürekkep, boya, karbon kağıtları ve otomotiv endüstrisi gibi çeşitli alanlarda kullanılmaktadır (Seven ve ark., 20018).

Çinko insanlar, hayvanlar ve bitkiler açısından mutlaka alınması gereken bir elementtir. Bağışıklık sisteminin güçlenmesi sağlayan çinko protein sentezinde, DNA ve RNA sentezinde görev almaktadır. Ayrıca çocuklarda öğrenme kabiliyetini arttırmaktadır. Vücuda az alındığında iştah eksikliği, yaraların geç iyileşmesi, bağışıklık sisteminin zayıflaması, yeni doğan bebeklerde sağlık sorunlarına sebep olmaktadır. Ayrıca çinko yüksek miktarlarda vücuda alındığında toksik etki yaratmaktadır. Mide krampları, ishal gibi belirtiler göstermektedir (Akyol, 2018; Kara ve Kara, 2018; Seven ve ark., 2018).

2.3.5. Demir (Fe)

Doğada fazla miktarda bulunan demir bitkilerin fotosentezi gerçekleştirmesinde mutlak görevli olan bir elementtir. Bitkilerdeki klorofil sentezinin gerçekleşmesinde görev alan demirin yokluğu fotosentezde aksamalara yol açmaktadır (Yerli ve ark., 2020). Demir kırmızı kan hücrelerinde bulunan hemoglobinin yapısına katılması nedeniyle de insanlar açısından da oldukça önemlidir (Akyol, 2018).

İnsan vücudunda demirin eksik veya fazla olması bağışıklık sistemini olumsuz etkilemektedir. Tüm dünyada yaygın olan anemi rahatsızlığı demir eksikliğinden kaynaklanmaktadır. Demir eksikliğinde lökositlerin vücuttaki zararlı bakterileri öldürme güçleri azalır, hastalıklara karşı vücut direnci düşmüş olur. Demir vücuda istenenden fazla alındığı zamanlarda ise kanın pıhtılaşması güçleşir ve zehirlenmeler gerçekleşir (Arslanbaş, 2010).

2.3.6. Kadmiyum (Cd)

Kadmiyum ağır metaller içerisinde canlı sağlığını tehdit eden ve çevreyi kirleten toksik elementlerden birisidir. Doğada yalnız halde bulunmayan bu zehirli ağır metal ilk olarak çinko üretimine eşlik eden metal olarak üretilmeye başlanmıştır. Suda çözünme özelliği olan kadmiyum elementi toprağa karışarak besinlere, içme sularına, deniz ürünlerine geçmekte ve bu şekilde canlı vücuduna alınmaktadır. Birikme özelliği taşıyan kadmiyum toprakta bazı sebze ve meyvelerin köklerinde birikir. Gıdalara uygulanan yıkama soyma gibi işlemler bu toksik maddenin miktarını azaltmamaktadır. Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğine göre sebze ve meyvelerde tolere edilen kadmiyum miktarı maksimum 0.05 ppm'dir (Arslanbaş, 2010; Anonim, 2011; Karçık, 2017).

Endüstride yaygın olarak kullanılan kadmiyum çimento üretimi, demir işleme, pil üretimi gibi alanlarda kullanılmaktadır. Bunun sonucu olarak havaya yayılan bu ağır metal solunum yolu ile de vücuda alınmaktadır. Bu ağır metalin insan vücuduna girmesi ve birikmesi sonucu karaciğerde, böbreklerde, kemiklerde ciddi hastalıklar ortaya çıkmaktadır (Yazılan, 2010; Gördes Baş, 2020). Sağlıklı bir insan vücudunda haftalık tolere edilebilir kadmiyum miktarını Uluslararası Dünya Sağlık Örgütü (WHO) 7 µg/kg vücut ağırlığı olarak belirtmiştir (Anonim, 1997).

2.3.7. Krom (Cr)

Krom doğada birçok ortamda bulunabilen çok yönlü bir elementtir. İnsan metabolizması açısından önemli bir rolü olan bu element vücuttaki kan şeker seviyesini düzenlemekte, kas oluşumunu desteklemekte ve kemik erimesine karşı destekleyici görev almaktadır. İnsan vücudunun oluşturmadığı bu element dışardan alınmak zorundadır. İnsan vücuduna günde ortalama olarak 30 ile 200 µg civarında krom alımı gerçekleşir bunun herhangi bir zararı yoktur ve krom ihtiyacını karşılamaktadır (Uğuz, 2017). Et, bakliyat ve baharatlarda yüksek miktarda bulunan krom hemen hemen her besinde azda olsa bulunmaktadır. Vücutta krom eksikliğinin en büyük sonucu şeker hastalığıdır. Ayrıca krom toz haline getirilerek deri sanayinde kullanılmaktadır, deriye uzun süre dayanıklılık sağlamaktadır (Okçu ve ark., 2009; Gördes Baş, 2020).

2.3.8. Kurşun (Pb)

Binlerce yıl öncesinden varlığı bilinen insanlar tarafından kullanılan kurşun doğada en çok bulunan elementlerdendir. Doğada organik ve inorganik formları bulunan kurşun ekosisteme en fazla zararı veren elementtir. Uçucu olan organik kurşun gıda maddelerine ve sulara çok çabuk karışmaktadır. Bu özelliği ile organik kurşun insan sağlığını çok ciddi seviyede tehdit etmektedir (Yerli ve ark., 2020).

Günlük kullandığımız çoğu maddede var olan kurşun özellikle motorlu taşıtların kullanımı ile soluduğumuz havaya, toprağa geçmektedir. Çözünebilir formda bulunan topraktaki kurşun yeraltı su kaynaklarına geçerek suları kirletmektedir. İnsan vücudu günde 1-2 mg kadar kurşunu emilime uğramadan vücuttan atabilmektedir. Fakat bu miktardan daha fazla vücuda alınan kurşun yumuşak dokulara veya kana geçerek toksik etki oluşturmaktadır (Arslanbaş, 2010; Özbolat ve Tuli, 2016). WHO ve Birleşmiş Milletler Gıda Tarım Örgütü (FAO) almış oldukları karar sonucunda bir insanın haftalık

tolere edilebilir kurşun alım miktarını 3 mg olarak bildirmişken çocuklarda bunun yarısına müsaade edilmiştir (Anonim, 1997).

Vücuda alınan kurşun karaciğerde ve yumuşak dokularda depolanır. Etkisi beslenme yaş ve fizyolojik durumlara göre değişen kurşun vücutta fazla birikmesi sonucu akut zehirlenmelere, beyin hasarına; çocuklarda kronik zehirlenme, zeka geriliği, sinir sistemi bozukluklarına sebep olmaktadır. Vücutta biriken kurşunun kandan atılımı 30 günken kemiklerden atılımı ise 27 yıldır (Kara ve Kara, 2018).

2.3.9. Mangan (Mn)

Diğer adı manganiz olan mangan hem canlılar için hem de sanayi sektörü adına önemli elementlerden birisidir. Fotosentezde görevli enzimlerin yapısında yer almaktadır. Fotosentezin gerçekleştiği kloroplastlar mangan eksikliğinde yapıları bozulur ve fotosentez engellenmiş olur ve bitki hücreleri küçülür. Bitkilerde mangan fazlalığında ise yaşlı yapraklarda manganın birikmesi sonucu yapraklar kahverengi benekler oluşturur ve bu beneklerin olduğu yerlerde mantarlar üremeye başlar. Bitkinin büyümesini sağlayan oksin hormonunun işlevi azalır bitkinin gelişmesi yavaşlar (Uğuz, 2017).

İnsan vücudunda miktarı demir, bakır ve çinkodan çok daha azdır ama işlevi fazladır. Birçok enzimin yapısında mangan elementi vardır. Mangan iyi bir antioksidandır, ayrıca kemik oluşumu ve bağ dokuları için gereklidir, protein sentezine katkıda bulunur, besinlerden enerji üretiminde görevlidir. Eksikliğinde bulantı-kusma, kilo kaybı, deri rahatsızlıkları, saç beyazlaması ve büyümede bozukluklar görülür. Vücutta fazla birikmesi sonucu ise sinir bozukluğu, hareket zorluğu, depresyon ve ruhsal problemlere sebep olmaktadır. Gıdalarda en çok fındık, ananas, portakal, kuru üzüm, brokoli, fasulye, ıspanak ve yeşil renkli sebzelerde bol miktarda bulunmaktadır (Bolat ve Kara, 2017; Eskiya, 2017).

2.3.10. Nikel (Ni)

Doğada çok az miktarda bulunan nikel bir bitki elementidir. Gümüşümsü ve parlak bir element olan nikel topraktan bitkiler tarafından iyon formunda alınmaktadır. Toprakta bulunan nikel özellikle fosforlu gübreler ve volkanik kayalarda daha fazla bulunmaktadır. Suda çözünmeyen nikel nitrik asitte çözünmekte, sülfürik asit ve seyreltik hidroklorik asitte çok az çözünmektedir (Yazılan, 2010; Seven ve ark., 2018).

Teknolojinin gelişmesiyle tıp dahil çoğu sektörün önemli bir hammadde haline gelen nikel kullanım alanı geniş bir elementtir. Kömür, boya, petrol, elektronik aletler, çelik

sanayi gibi çoğu üründe karşımıza çıkan nikel sanayi atıkları ile suya ve atmosfere geçmektedir (Akyol, 2018).

Nikelin vücuda alımı bitkilerle ve tahıl grubu ürünler ile gerçekleşmektedir. Atmosferde bulunan nikelin solunum yolu ile fazla miktarda vücuda alımı sağlık problemlerine yol açmaktadır. İnsan vücudunda nikelin sebep olduğu ciddi rahatsızlıkların başında akciğer, kalp, böbrek rahatsızlıkları gelmektedir. Nikelin vücuttan atılımı konusunda net bilgiler bulunmamaktadır (Kara ve Kara, 2018; Seven ve ark., 2018; Yerli ve ark., 2020).

2.4. Ağır Metallerin Toprağa ve Gıdaya Etkileri

Özellikle gelişmekte olan ülkelerde yaşandığı gibi ülkemizde de sanayileşmenin artması ile doğru orantılı olarak çevre kirliliğinde de artış olmaktadır. Çeşitli sanayi kollarında; deri işleme, maden endüstrileri, gübre ve pestisit sanayi, demir çelik sanayi gibi birçok alanda kimyasallar ve ağır metal içeren atıklar dolaylı veya direk çevreye verilmektedir. Otoyol kenarlarındaki ve yoğun trafiğin olduğu bölgelerdeki tarım topraklarında çok daha fazla bir ağır metal birikimi gözlenmektedir (Çolakesetlili ve ark., 2019). Tarımda verimi arttırmak amacıyla uygulanan bilinçsiz gübreleme işlemi toprağın özellikle üst kısmında yüksek kadmiyum birikimine sebep olmaktadır. Arsenik, çinko, civa, krom, kurşun, kadmiyum, nikel toprakta en fazla olan ağır metallerdendir. Ağır metallerin toprakta fazla birikimi toprak ekosistemini bozmakta, solunum aktivitesini ve enzim aktivitesini olumsuz etkilemektedir. Ayrıca toprakta bulunan mikroorganizmalara zarar vermektedir (Akyol, 2018; Yerli ve ark., 2020).

Toprakta biriken ağır metaller sadece toprakların kirlenmesine sebep olmamakta tüm ekosistemi olumsuz etkilemektedir. Atmosfere ulaşan ağır metaller su kaynaklarını tehdit etmektedir. Ayrıca toprakta yetişen bitkilere geçmektedir (Yerli ve ark., 2020).

WHO ve FAO son dönemde gıdalarda artış gösteren ağır metal konsantrasyonları ve günlük alım miktarları üzerinde durmaktadır. Bazı ağır metallerin Türk Gıda Kodeksi tarafından ve WHO, FAO tarafından çalışmalar sonucunda izin verilen limitleri Çizelge 2.6' da yer almaktadır (Akyol, 2018).

Çizelge 2.6 Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliği ve FAO'ya Göre Yapraklı Sebzelerde Bazı Ağır Metal Limitleri (Akyol, 2018)

Element Açıklama	TGK Limit	Uluslararası Limit	Kaynak -
	Değeri (mg/kg)	Değeri (mg/kg)	Açıklama

Bakır (Cu)	10	10	WHO/ FAO
Çinko (Zn)	5-50	20	WHO/FAO
Kobalt (Co)	0.2	-	-
Demir (Fe)	52	10-200	*

*Toksik seviye limiti bitkilerde 10-200. İnsanlarda 200 mg/kg'dır.

2.5. Ağır Metallerin İnsanlara Ulaşma Yolları ve İnsan Sağlığına Etkileri

Çevre kirliliğe ve insan sağlığına olumsuz etkilere yol açan ağır metaller toprağa karışarak ürün verimliliğini ve ekosistemi olumsuz etkilemektedirler. Bitkiler sulardaki ve toprakta ki elementleri az ya da çok demeden kök ve yeşil kısımlarında biriktirirler. Bu topraklarda yetiştirmiş olduğumuz ürünler ile ve yine bu topraklarda hayvanların yemlenmeleri durumunda hayvanın etinden, sütünden de bu ağır metaller besin zincirine geçerek insan vücuduna alınmaktadır (Zengin ve Yıldız, 2019; Seven ve ark., 2018).

Ağır metaller besin zinciri, solunum yolları ve deri temasları ile insan vücutlarına geçmektedirler. Ağır metallerin büyük bir kısmı insan metabolizması için gerekli olsa da vücuda gereğinden fazla alınması durumunda yumuşak dokularda birikirler ve hastalıklara yol açarlar, hatta ölümlere sebep olmaktadır. Ağır metaller içerisinde en çok zehir etkisi gösterenler ise Cd, Pb, Hg olarak ifade edilmektedir. (Okçu ve ark., 2009; Özbolat ve Tuli 2016). Yapılan araştırmalar sonucunda minerallerin ve elementlerin insan vücudundaki her hücrenin dengesini sağlamada ve insan sağlığını korumada çok önemli olduğu tespit edilmiştir. Ancak ağır metaller vücuda alındıkları oranlarına, iyon yapısına, çözünürlük değerine ve vücuda ne şekilde alınmış olduğuna bağlı olarak oluşturduğu hasarlar değişmektedir. Ağır metaller vücuda alındığında DNA yapısını bozabilirler, oksidatif stresin artışına bağlı olarak oksidatif protein yıkımı meydana getirirler, hücre membranına zarar verebilirler, romatizma, böbrek hastalığı, alerji, egzama, astım, depresyon, migren, alzheimer hastalığı, parkinson gibi hastalıklara yol açarlar (Çizelge 2.7.) (Özbolat ve Tuli, 2016; Kara ve Kara, 2018).

Çizelge 2.7 Bazı Ağır Metallerin İnsan Vücuduna Etkileri (Kara ve Kara, 2018).

Element	Semptomlar	Etkileri
Çinko	Kusma	Ülser
	İshal	Mukoz zarlarında tahriş

		Akciğer ödemi
Nikel	Bayılma	Ödem
	Kusma	Solunum yolu rahatsızlıkları
	Zafiyet	Gırtlak kanseri ve akciğer kanseri
Kadmiyum	Kusma	Kalsiyum bağlayıcı proteini bağırsakta engeller
	Mide bulantısı	Sindirim sisteminde birikmesi sonucu tahribat
	Karın ağrısı	Proteinin hücre zarından geçmesini engeller

2.6. Salamura Asma Yapraklarında Ağır Metal İçeriği ve Önemi

Gıdaların doğal yapısında bulunmayan bu ağır metallerin kontaminasyonu çevresel etkiler (hava, su, toprak yolu), üretimlerinde kullanılan metalik alet-ekipmanlar, depolama ve dağıtım sırasındaki ambalaj materyalleri ile gerçekleşmektedir. Salamura asma yapraklarında taze yaprağın topraktan aldığı ağır metaller haricinde salamura da kullanılan su ve tuz içeriğinin ağır metal miktarı çok önemlidir (Çolakesetlili ve ark., 2019). Türk Gıda Kodeksi İnsani Tüketim Amaçlı Sular Hakkında Yönetmeliği'ne göre içme sularında ve Türk Gıda Kodeksi Tuz Tebliğine izin verilen ağır metal maksimum limitleri Çizelge 2.8'de verilmiştir (Anonim, 2013a ve Anonim, 2013b).

Çizelge 2.8 Türk Gıda Kodeksi İnsani Tüketim Amaçlı Sular Hakkında Yönetmeliği ve Türk Gıda Kodeksi Tuz Tebliği üst limitleri (Anonim, 2013a; Anonim, 2013b)

Ağır Metaller	Su için Üst Limit (µg/L)	Tuz için Üst Limit (mg/kg)
Arsenik (As)	10	0.5
Bor (B)	1000	-
Kadmiyum (Cd)	5	0.5
Bakır (Cu)	2000	2

Krom (Cr)	5000	-
Civa (Hg)	1	0.1
Kurşun (Pb)	-	2

Yağcı ve ark., (2018); yaptıkları çalışmada örneklerin yetiştiği bağ toprağı, salamura yapımında kullanılan su, taze ve salamura edilmiş yapraklarda ağır metal (Cu, Zn, Cd, Pb ve Ni) içeriğini incelemişlerdir (Çizelge 2.9). Çalışma sonucunda Narince asma yapraklarında omcadan salamura aşamasına kadar üretim ortamlarından alınan örnklerde (toprak, su, işleme tekniğı vb.) insan sağlığı açısından risk teşkil edecek düzeyde ağır metal miktarlarının bulunmadığını belirtmişlerdir.

Çizelge 2.9 Tokat Yöresin Asma Yaprakları, Yetiştığı Toprak ve Salamurada Kullanılan Suyun Ağır Metal İçerikleri (Yağcı ve ark., 2018).

Ağır Metaller (ppm)	Toprak	Su	Asma Yapağı
Bakır (Cu)	0.615-5.785	0.0173	11.97
Çinko (Zn)	0.045-0.320	0.0022	12.93
Kadmiyum (Cd)	0.003-0.023	0.001	0.052
Kurşun (Pb)	0.054-0.208	0.026	0.522
Nikel (Ni)	0.014-0.551	0.0563	0.45

3. YAPILAN ÇALIŞMALAR

Önceki dönemlerde bağcılıkta yaşanan zorluklar ve verimin düşük olması sebebi ile insanlar asmanın yaprağından da faydalanmayı düşünerek salamura yaprak üretimine başlamışlardır. Günümüzde ise artık bu ciddi bir ekonomik kazanç haline gelmiştir. Salamura yaprak üzerine yapılan ilk çalışma 1967 yılında yapılmıştır (İç ve Denli, 1997). 1995 ve 1996 yılları arasında Sultani üzüm çeşidi asma yaprağı kullanılarak yapılan bir çalışmada farklı konsantrasyonlarda laktik asit ilavesi ile fermentasyona bırakılan

yapraklarda yüksek tuz konsantrasyonunda laktik asit bakterilerinin gelişemediği ya da düşük aktivite gösterdiği ve istenilen aromanın oluşmadığını gözlemlemişlerdir. %5 gibi nispeten daha düşük tuz konsantrasyonlarında ise laktik asit bakterilerinin aktivite gösterdiği ve fermentasyonun istenilen seyirde gittiği belirlenmiştir (İç ve Denli, 1997). Göktürk ve ark., (1997) tarafından yapılan bir çalışmada Narince ve birkaç farklı üzüm çeşidinin asma yapraklarından konserve yöntemi ile üretim yapılmıştır. Fermentasyon sonucunda konserve için en uygun tuz konsantrasyonunun %3.5 olduğu ve Narince üzüm çeşidi yapraklarının en beğenilen asma yaprağı olduğu ifade edilmiştir. Salamura asma yaprakları üzerine yapılan bazı çalışmalarda pH değeri 2.9-3.5 aralığında, titrasyon asitliği miktarı ise % 0.90-1.70 aralığında belirlenmiştir. İndirgen şeker miktarının asmanın çeşidine göre %0.03 ile %0.49 aralığında değiştiği saptanmıştır. Ham selüloz miktarı ise %10.2-15.6 aralığında tespit edilmiştir (Başoğlu ve ark. 2004; Ünver ve ark., 2005; Gülcü ve Demirci, 2011).

Erbaa Narince Bağ Yaprağı coğrafi işaret tescil belgesinde fermentasyonu tamamlanmış salamura asma yapraklarında pH değerlerinin 2.97–3.62 aralığında olduğu belirtilmiştir. Aynı belgede salamura asma yaprağında 0.77-4.56 g/100g aralığında karbonhidrat, 3.31-4.81 g/100g aralığında protein, 9.45-11.68 g/100g aralığında diyet lifi, 0.78-1.59 g/100g aralığında yağ, 0.42-41.79 mg/100g aralığında C vitamini, 3.76-15.38 mg/100g aralığında E vitamini, 0.01–0.02 mg/100g aralığında B1 vitamini, 0.13–0.37 mg/100g aralığında B6 vitamini olduğu belirtilmiştir (Anonim, 2017).

Sarıkaya ve ark., (2006) tarafından yapılan piyasadan temin edilen 16 farklı salamura siyah zeytin örneklerinde fizikokimyasal ve mikrobiyolojik analizler sonucunda pH, tuz miktarı (%) ve laktik asit miktarını (mol/L) sırasıyla 3.12 - 5.15; 5.3 - 17; 0.27 - 1.36 aralığında belirtmişlerdir. Salamura zeytin örneklerinde laktik asit bakteri koloni sayısı 8.1×10^1 - 9.1×10^5 kob/mL; toplam aerobik mezofilik bakteri koloni sayısı 4.3×10^1 - 5.1×10^5 kob/mL; maya-küf koloni sayısı 3.3×10^1 - 1.6×10^1 kob/mL aralığında gözlemlemişlerdir. Koliform bakteri sayısını ise pH değeri 3.26 olan örnekte 2.9×10^1 kob/mL olarak saptamışlardır.

Fırat ve Çetin, (2014) tarafından Tokat, Manisa ve Erzincan yöresinde üretilen endüstriyel ve ev tipi salamura asma yaprakların mikroflorasını belirlemek amacıyla yapılan çalışmada 48 adet örnek incelenmiş ve ürünlerdeki tuz konsantrasyonuna ve pH değerlerine bağlı olarak hepsinde farklı sayılarda LAB tespit edilmiştir. Endüstriyel

olarak üretilen asma yapraklarında ev tipi üretimlere göre bakteriyel yükün daha düşük olduğu tespit edilmiş bu durumun endüstriyel olarak üretilen salamura asma yapraklarına pastörizasyon işlemi uygulaması veya antimikrobiyal ajanların ilavesi olabileceğini akıllara getirmiştir.

Bayraklı ve Dengiz (2019) yılında Tokat yöresi tarım arazilerinin topraklarında ağır metal varlığını araştırmak adına incelemeler gerçekleştirmiştir. Bu yöreden alınan 280 çeşit farklı toprak örneğinde nikel konsantrasyonunun yüksek, krom konsantrasyonunda maksimum limit değerinden fazla olduğu tespit edilmiştir. Bazı topraklarda bakır, kadmiyum ve kurşun konsantrasyonlarının yüksek bulunmasının tarım ilaçlarından ve tarım alanının trafiğe yakın olmasından kaynaklandığı belirtilmiştir.

4. MATERYAL ve YÖNTEM

4.1. Materyal

4.1.1. Bitkisel materyal

Araştırmada, 2020 yılında Tokat yöresinde yetiştirilen Narince üzüm çeşidine ait yaprakların fermente edilmesiyle geleneksel ve farklı işletmelerde ticari yöntemlerle üretilmiş 15 salamura asma yaprak örneği kullanılmıştır. Endüstriyel olarak üretilmiş salamura yaprak örnekleri E kodu ile geleneksel olarak üretilen örnekler ise G kodu ile ifade edilmiştir. Temin edilen salamura asma yaprakları analizleri yapılmaya kadar buzdolabında 4-8 °C’ de muhafaza edilmiştir. Örneklerin analizleri Gaziosmanpaşa Üniversitesi Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Gıda Mühendisliği Bölümü laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir.

4.1.2. Kimyasal materyal

Bakteriyolojik pepton (Laboratorios Conda, İspanya), Plate Count Agar (PCA), MRS Agar, Violet Red Bile Agar (VRB), Potato Dextrose (PDA) (Lab M Lancashire, İngiltere), Etanol, metanol, galik asit Sigma-Aldrich (Almanya), 2,2'-azino-bis (3-etilbenzotiyazolin-6-sülfonik asit) diamonyum tuzu (ABTS), 2,2 difenil-1-pikrilhidrazil (DPPH), (±)-6-Hidroksi-2,5,7,8-tetrametilkroman-2-karboksilik asit (Troloks) SigmaAldrich (Almanya), Folin–Ciocalteu reaktifi, sodyum karbonat (Na_2CO_3), gümüş nitrat (AgNO_3), potasyum kromat (K_2CrO_4), fenolfitalein, sodyum hidroksit (NaOH), Acetonitril (%1 asetik asitli) Merck (Darmstadt, Almanya), Nitrik Asit (HNO_3), Hidrojen Peroksit (H_2O_2) MERCK (Canada) kimyasalları kullanılmıştır.

4.1.3. Kullanılan alet ve ekipmanlar

Salamura asma yaprakları ile yapmış olduğumuz araştırmada hassas terazi (Radwag, AS 220 R2, Polonya), saf su cihazı (Merck, Millipore, Almanya), pH metre (WTW marka (330/Set-1), renk ölçer (Minolta CR300), öğütücü (Premier, Prg 259, Türkiye), sertlik cihazı Minolta (Japonya), vorteks (Velp Scientifica, İtalya), ısıtıcılı manyetik karıştırıcı (Biosan, MSH 300, Letonya), UV-VIS Spektrofotometre (PG Instrument, T80+, İngiltere), Kjeldahl Yakma Ünitesi (Behrotest, Almanya), kullanılmıştır.

4.2. Yöntem

4.2.1. Tüylülük - dilimlilik - sertlik

Pazar satış kriterleri göz önünde bulundurularak salamura asma yapraklarının ön ve arka yüzlerindeki yünsü ve dik tüylerin yoğunluğu incelenerek karşılaştırma yapılmıştır.

Dilimlikte ise yaprakların alt ve üst ceplerle sap cebinin dilimleri incelenmiş ve karşılaştırma yapılmıştır.

Yaprağın yaşına ve asmanın çeşidine bağlı olarak sert dokulu ve selüloz içeriği fazla olan yapraklar salamura asma yapraklarında tercih edilmeyen bir yapıdır. Salamura asma yapraklarda sertlik analizi, tekstür analiz cihazına bağlanan baskı plakası altında kuvvet esasına göre yapılmış ve örneklerin üç farklı noktadan sıkıştırılması ile gerçekleştirilmiştir. Baskı plakasının test hızı 500 mm/dk ve kuvveti 0.025 N olarak ayarlanmıştır (Arslan, 2012).

4.2.2. Renk tayini

Salamura asma yapraklarının renk tayini, objektif ölçüm yöntemi kullanılarak Minolta CR300 renk ölçer cihazı ile L*, a*, b* değerlerinin Hunter prensibine göre ölçülmesiyle gerçekleştirilmiştir (Cemeroğlu, 2004).

Cihazda okunan;

L* değeri: (0) siyahlığı, (50) griliği, (100) beyazlığı,

a* değeri: (+) kırmızılığı, (-) yeşilliği,

b* değeri: (+) sarılığı, (-) maviliği ifade etmektedir

4.2.3. pH tayini

Salamura asma yapraklarında pH tayini için 10 g yaprak numuneleri homojenize edildikten sonra üzerine 40 mL saf su ilave edilip ve karıştırılmıştır. Hazırlanan numune 30 dk bekletildikten sonra pH metre ile ölçüm gerçekleştirilmiştir (Mutluer, 2007).

4.2.4. Toplam asitlik tayini

Titrasyon asitliği tayini için 25 g salamura asma yaprağı homojenize edilerek erlen içerisine alınıp saf su ile 250 mL'e tamamlanmış ve 1 saat bekletilmiştir. Sulandırılmış örnek filtre kağıdı kullanılarak süzölmüş ve bu süzöntüden 10 mL alınarak içerisine 2-3 damla fenolftalein eklenerek 0.1 N NaOH ile titre edilmiştir. Harcanan NaOH miktarı belirlenerek toplam asitlik laktik asit cinsinden g/100 mL olarak hesaplanmıştır (Mutluer, 2007).

4.2.5. Tuz tayini

Salamura asma yapraklarının tuz miktarı Morh yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Homojenize edilen örneklerden 5 g tartılarak ve 250 mL'lik balon jojeye alınıp üzeri saf su ile tamamlanmıştır. Hazırlanan örnek filtre kağıdı ile süzölmüş ve filtrattan 25 mL alınmıştır. Örnekte 0.1 N NaOH ile nötrleştirme yapılmıştır ve nötr örneğe 1 mL %5'lik potasyum kromat çözeltisi eklenerek 0.1 N gümüş nitrat ile kiremit kırmızısı renge kadar titre edilmiştir ve sarf edilen gümüş nitrat miktarı üzerinden çözeltideki tuz miktarı (%) belirlenmiştir. (Cemeroğlu, 2004).

4.2.6. Toplam fenolik bileşik tayini

Salamura asma yapraklarında toplam fenolik bileşik tayini Folin-Ciocalteu yöntemi kullanılarak spektrofotometrik olarak gerçekleştirilmiştir. Endüstri ve geleneksel yöntemlerle üretilen salamura asma yapraklarındaki fenolik bileşikler 3 farklı çözücü kullanılarak (etanol, metanol ve saf su) ekstrakte edilmiş ve örneklerin toplam fenolik bileşik miktarı çözücü türüne göre ayrı ayrı belirlenmiştir. Oda sıcaklığında kurutulan numuneler öğütölerek toz haline getirilmiştir. Bundan 20 g tartılarak üzerine 400 mL %80'lik etanol, %70'lik metanol, saf su ilave edilmiş ve 4 saat 200 rpm'de santrifüjlenmiştir. Santrifüj edilen örnekten 0.5 mL alınarak üzerine 2.5 mL Folin-Ciocalteu reaktifi ve 7.5 mL sodyum karbonat ilave edilerek oda sıcaklığında 2 saat bekletilmiştir. Süre sonunda 765 nm dalga boyunda şahit çözeltiye karşı okuma yapılmıştır. Standart olarak kullanılan gallik asidin farklı derişimleri (0, 50, 100, 150, 250, 350, 500 mg/L) kalibrasyon eğrisi oluşturulmuş ve bu eğri kullanılarak toplam fenolik madde miktarı mg GAE/g olarak hesaplanmıştır (Akalin, 2011).

4.2.7. Katyon radikali giderme aktivitesi (ABTS+)

ABTS'nin oksidasyonu ile üretilen ABTS+ radikal çözeltisi üzerine, antioksidan içeren bir örneğin eklenmesi sonucu radikalın indirgenmesi temeline dayanmaktadır. 734 nm'de 0.700 ± 2 absorbans değeri elde edilecek şekilde 1 mL stok çözelti 54 mL etil alkol ile seyreltilerek çalışma çözeltisi hazırlanmıştır. Saf su, %80'lik etanol ve %70'lik metanol ile hazırlanan ekstraktlardan 40 µL alınarak üzerine 4 mL ABTS ilave edilerek oda sıcaklığında, karanlık ortamda 6 dk bekletilmiştir. Süre sonunda spektrofotometre ile 734 nm'de absorbans değerleri okunmuştur. ABTS değerleri hazırlanan kalibrasyon eğrisine göre mg TE/g olarak hesaplanmıştır. Kalibrasyon eğrisi için standart olarak kullanılan

troloksun farklı derişimleri kullanılmıştır (0, 30, 60, 120, 240, 360, 480, 500 mg/L) (Akalın, 2011; Yıldırım ve ark., 2019).

4.2.8. Serbest radikal giderme aktivitesi (DPPH●)

Salamura asma yapraklarında antioksidan aktivite tayini DPPH (2,2-difenil-1-pikrilhidrazil) yöntemine göre yapılmıştır. Analiz için önce 0.03943 g DPPH radikali tartılmış balon jode metanolle 100 mL'ye tamamlanmıştır. Hazırlanan çözelti 4-6°C' de 1 saat bekletilmiştir. %80'lik etanol, %70'lik metanol, saf su ile hazırlanan ekstraktlardan 100 µL tüp içerisine alınmış ve üzerine 3.9 mL hazırlanan DPPH çözeltisinden eklenerek vorteksle karıştırılıp 30 dk karanlıkta bekletilmiştir. Süre sonunda örneklerin absorbans değerleri 517 nm'de spektrofotometrede ölçülmüştür. Kullanılan troloksun farklı derişimleri ile (0, 15, 30, 60, 120, 240, 250 mg/L) kalibrasyon eğrisi elde edilmiş ve sonuçlar bu eğriye göre mg TE/g olarak hesaplanmıştır (Akalın, 2011; Yıldırım ve ark., 2019).

4.2.9. Mikrobiyolojik analizler

Salamura asma yaprağı örneklerinden dilisyon hazırlamak amacı için steril stomacher torbalarına steril ortamda bunzen beki alevi yanında 10 g örnek tartılarak üzerine 90 mL %0.1 peptonlu su ilave edilmiş ve Stomacher cihazında 2 dk homojenizasyon gerçekleştirilmiştir. 10^{-1} olan bu dilisyonndan 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} , 10^{-5} , 10^{-6} , 10^{-7} ve 10^{-8} 'e kadar dilisyon hazırlanmış, standart yayma yöntemi ile ekim gerçekleştirilmiştir (Yıldız, 2003).

Laktik Asit Bakterileri (MRS)

Laktik asit bakterilerinin belirlenmesi için MRS Agar besiyerine hazırlanan 10^{-1} ile 10^{-8} arası tüm dilisyonlardan ekim yapıldıktan sonra petriler 30-32 °C'de 3 gün inkübasyona bırakılmıştır. Petrilerde gelişen kolonilerden 15-300 arasında olanlar sayılarak sonuçlar kob/g olarak verilmiştir (Yıldız, 2003).

Toplam Aerobik Mezofilik Mikroorganizma (TAMB)

Toplam aerobik mezofilik mikroorganizma sayımı için Plate Count Agar (PCA) besiyerine hazırlanan 10^{-1} ile 10^{-8} arası tüm dilisyonlardan ekim yapıldıktan sonra petriler 30-32°C'de 48 saat inkübasyona bırakılmıştır. Petrilerde gelişen kolonilerden 15-300 arasında olanlar sayılarak sonuçlar kob/g olarak verilmiştir (Yıldız, 2003).

Koliform Bakteriler (VRB)

Koliform bakteri sayımı için Violet Red Bile Agar besiyerine hazırlanan 10^{-1} ile 10^{-8} arası tüm dilisyonlardan ekim yapıldıktan sonra petriler 37°C 'de 24 saat inkübasyona bırakılmıştır. Petrilerde gelişen kolonilerden 15-300 arasında olanlar sayılarak sonuçlar kob/g olarak verilmiştir (Yıldız, 2003).

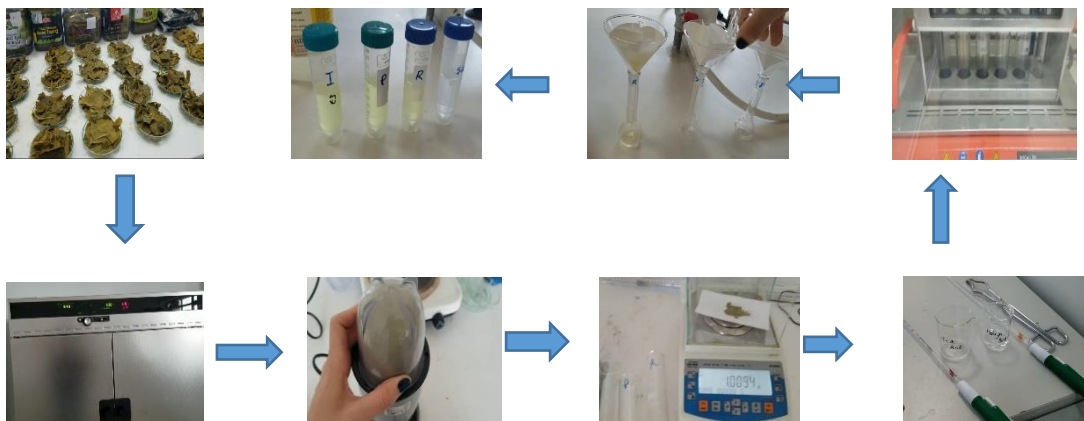
Toplam Maya ve Küf (PDA)

Toplam maya ve küf sayımı için Potato Dextrose Agar (PDA) besiyerine hazırlanan 10^{-1} ile 10^{-8} arası tüm dilisyonlardan ekim yapıldıktan sonra petriler 25°C 'de 5 gün inkübasyona bırakılmıştır. Petrilerde gelişen kolonilerden 15-300 arasında olanlar sayılarak sonuçlar kob/g olarak verilmiştir (Yıldız, 2003).

4.2.10. Ağır metal analizi

Yapraklar Zn, Ni, Cd, Cr, Mn, Cu, Ca, Pb içerikleri bakımından incelenmiştir. Salamura asma yaprakları öncelikle Mars-mikrodalga kapalı sistemine göre yaş yakma işlemine tabi tutulup ardından ICP-MS cihazı ile okuma yapılmıştır. Bu amaçla salamuradan alınan asma yaprakları 2 gün gölgede bekletildikten sonra 48 saat boyunca 70°C 'de etüvde kurutulmuş ardından öğütülmüştür. Toz haline gelen örneklerden 1 g alınarak üzerine 1 ml H_2O_2 (%35) ve 3 ml HNO_3 (%65) eklenmiştir. Hazırlanan çözeltiler yakma ünitesine yerleştirilerek Kjeldahl yakma ünitesinde 60°C ' de 30 dk yakma işlemi yapılmıştır. Daha sonra numuneler oda sıcaklığına geldiğinde bidistile su ile 20 mL' ye tamamlanıp mavi bant filtre kağıdı ile süzme işlemi yapılmıştır (Kara, 2020).

Şekil 4.1 Ağır Metal Analizi Yaş Yakma Yöntemi



Hazırlanmış olan örneklerin mineral madde miktarlarının tayininde İndüktif Eşleşmiş Plazma Optik Emisyon Spektrometresi (ICP-OES, Inductively Coupled Plasma with Optical Emission Spectrometer) cihazı kullanılarak aşağıdaki analiz koşulları uygulanmıştır. Örneklerin mineral madde miktarları standart grafikler yardımıyla

hesaplanmış ve mg/kg olarak belirtilmiştir. RF Güç :1150 W, Nebulizer gaz akışı : 0.50 L/dk, Soğutucu gaz akışı : 12 L/dk, Auxiliary gaz akışı : 0.5 L/dk, Pompa hızı: 50 rpm

Dalga boyları (nm)

Cr: 205.560

Cu: 324.754

Mn: 257.610

Ni: 221.647

Pb: 220.353

Zn 213.856

4.2.11. İstatiksel analizler

Yapılan araştırma sonuçlarının istatiksel olarak değerlendirilmesi SPPS (versiyon 21) istatistik programı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

5. BULGULAR ve TARTIŞMA

5.1. Tüylülük, Dilimlilik ve Sertlik Değerleri

Narince salamura asma yapraklarının tüylülük, dilimlilik gözlemleri ve sertlik tayini sonuçları Çizelge 5.1’de verilmiştir.

Çizelge 5.1 Narince Salamura Asma Yapraklarının Tüylülük, Dilimlilik ve Sertlik Değerleri

Örnek Adı	Tüylülük	Dilimlilik	Sertlik (N)
E1	Az	Az	0.073±0.01
E2	Az	Orta	0.073±0.01
E3	Çok	Çok	0.043±0.01
E4	Orta	Çok	0.151±0.01
E5	Orta	Orta	0.177±0.00
E6	Az	Az	0.151±0.02
E7	Orta	Çok	0.134±0.00
E8	Orta	Çok	0.111±0.02
E9	Az	Az	0.140±0.01
E10	Az	Orta	0.090±0.01
E11	Çok	Çok	0.073±0.01
E12	Orta	Çok	0.131±0.00
G1	Orta	Az	0.086±0.02
G2	Az	Orta	0.088±0.01
G3	Orta	Orta	0.053±0.01
Ortalama			0.105

*Sonuçlar $\text{ort} \pm \text{sdt}$ sapma olarak verilmiştir.

Narince salamura asma yapraklarında sertlik değerleri 0.043 ile 0.177 aralığında tespit edilmiştir. Tüylülük ve dilimlilik incelendiğinde üzüm çeşidi aynı olsa bile farklılıklar gözlenmiştir. Endüstriyel ve geleneksel üretim şeklinin tüylülük, dilimlilik ve sertliğe herhangi bir etkisinin olmadığı gözlenmiştir. Farklı yörelerdeki Yapıncak, Narince, Trakya İlkeren ve Trakya Çekirdeksiz çeşitlerinin salamura asma yapraklarında tüylülük Narince, Trakya İlkeren ve Tekirdağ Çekirdeksiz çeşitlerinde Yapıncak çeşidine göre daha

az olduđu, dilimliliğin ise Trakya İlkeren, Tekirdağ Çekirdeksiz çeşitlerinde Narince ve Yapıncağa göre daha az olduđu tespit edilmiştir (Gülcü ve Demirci, 2011).

5.2. Renk Değeri

Narince salamura asma yapraklarının renk tayini sonuçları Çizelge 5.2’de verilmiştir

Çizelge 5.2 Salamura Asma Yaprakların Renk Değerleri

Örnek Adı	L	a	b
E1	37.13±1.28 ^{ab}	-3.87±0.78 ^{ef}	43.62±2.89 ^{abc}
E2	37.73±1.88 ^{ab}	-2.77±0.52 ^{cde}	44.34±5.73 ^{ab}
E3	27.89±0.50 ^c	1.11±1.12 ^a	25.70±1.27 ^e
E4	40.66±1.38 ^{bc}	-3.59±0.80 ^{def}	37.81±1.91 ^{bcd}
E5	38.66±1.40 ^{ab}	-3.25±0.95 ^{def}	37.07±5.80 ^{cd}
E6	38.35±0.72 ^{ab}	-2.65±0.73 ^{cd}	34.57±4.21 ^d
E7	43.17±3.76 ^a	-3.10±0.49 ^{cde}	41.06±2.17 ^{bcd}
E8	42.62±1.11 ^a	-3.44±0.17 ^{def}	39.79±3.96 ^{bcd}
E9	42.49±0.78 ^a	-3.41±0.49 ^{def}	44.91±3.33 ^a
E10	41.96±0.69 ^a	-3.99±0.73 ^f	42.31±7.10 ^{abc}
E11	31.14±1.28 ^{bc}	-1.28±0.56 ^b	27.30±5.24 ^e
E12	38.93±1.23 ^{ab}	-2.11±0.95 ^{bc}	37.85±2.49 ^{bcd}
G1	39.08±1.83 ^{ab}	-3.46±0.29 ^{def}	39.95±6.30 ^{bcd}
G2	42.73±1.81 ^a	-3.70±0.28 ^{def}	44.39±2.73 ^{ab}
G3	38.28±1.49 ^{ab}	-1.63±0.17 ^b	34.63±2.55 ^d
Ortalama	38.72	- 2.74	38.35

*Sonuçlar ort±std sapma olarak verilmiştir.

*Aynı sütundaki küçük harfler yaprak çeşitleri arasındaki istatistiksel farkı göstermektedir (P<0.05).

Renk tayininde L değeri parlaklığı, a (-) yeşil ve a (+) kırmızı koordinatı, b (-) mavi ve b (+) sarı koordinatı ifade etmektedir (Çelik ve Çakmakçı, 2020). Yapılan analizler sonucunda Narince salamura asma yapraklarında L değeri 27.89-43.17 aralığında; a değeri -3.99 ile 1.11 aralığında; b değeri 25.70-44.91 aralığında tespit edilmiştir. L (parlaklık) değeri en yüksek E7 örneğinde iken en düşük E3 örneğinde tespit edilmiştir. a (yeşil) değeri en yüksek E3 örneğinde, en düşük E10 örneğinde tespit edilmiştir. b (sarı) değeri en yüksek E9 örneğinde, en düşük E3 örneğinde tespit edilmiştir. Asma yapraklarında fermentasyon sırasında da renk değişimi gözlenmekte, asma yapraklarının

rengi yeşilden sarıya değişmektedir. En önemli görevi bitkide fotosentez esnasında güneş enerjisinin kimyasal enerjiye dönüşümünü sağlayan klorofilin birçok türevi bulunmaktadır. En önemli türevleri klorofil a ve klorofil b güneş ışınlarını farklı dalga boylarında absorblamakta ve iki klorofil birbirini tamamlamaktadır. 500-600 nm arasındaki spektral bölgede ışık çok az absorblanır ve çoğu yansıtılır bu sebeple bitkiler yeşil renkli görünür. Gıdalara uygulanan ısı, ışık ve asit gibi işlemler klorofil pigmentlerini yıkıma uğratmakta ve gıdalarda renk değişimlerine sebep olmaktadır. Salamura yaprak üretiminde laktik asit fermantasyonu sonucu oluşan laktik asit ortamda artmakta ve klorofil, asidin etkisi sonucu yıkıma uğrayarak feofitin ve feoforbidlere dönüşmektedir. Bunun sonucunda yaprakların parlak yeşil rengi, mat yeşil ve sarı renge dönüşmektedir (Ergün, 2003; Zorlu, 2021).

Gülcü ve Demirci, (2011) yapmış oldukları çalışmada Yapıncak, Narince, Trakya İlkeren, Tekirdağ Çekirdeksiz çeşitlerinden üretilen salamura asma yapraklarında renk tayini sonucu L değerini 28.84-38.48 aralığında, a değerini 2.69'le -1.44 aralığında, b değerini 16.23-21.73 aralığında tespit etmişlerdir.

5.3. pH Değerleri, Toplam Asitlik ve Tuz Miktarları

Narince salamura asma yapraklarının pH değerleri toplam asitlik ve tuz miktarları Çizelge 5.3'te verilmiştir. Salamura asma yapraklarının pH değerleri 3.22 ile 5.19 aralığında tespit edilmiştir. Ortalama pH değeri ise 3.74'tür. Geleneksel yöntemlerle (G1, G2, G3) üretilen salamura asma yapraklarının endüstriyel olarak üretilenlere göre daha düşük pH değerlerine sahip olduğu saptanmıştır. Salamura asma yapraklarının toplam asitlik değerleri %0.11 ile %1.94 aralığında tespit edilmiştir. Ortalama toplam asitlik değeri %0.65'tir. Geleneksel yöntemlerle (G1, G2, G3) üretilen salamura asma yapraklarının endüstriyel yöntemlerle üretilenlere göre daha yüksek toplam asitlik değerlerine (>%1) sahip olduğu tespit edilmiştir.

Çizelge 5.3 Salamura Asma Yapraklarının pH, Toplam Asitlik ve Tuz Değerleri

Örnek Adı	pH	Toplam Asitlik (%)	Tuz (g/100g)
E1	3.71±0.01 ^d	0.27±0.03 ^k	5.79±0.08 ^k
E2	3.40±0.01 ^k	0.77±0.03 ^d	9.42±0.08 ^f
E3	3.69±0.01 ^e	0.54±0.05 ^f	15.74±0.08 ^b
E4	3.76±0.01 ^c	0.38±0.03 ⁱ	6.84±0.08 ⁱ
E5	3.69±0.01 ^e	0.38±0.03 ⁱ	12.64±0.17 ^c
E6	5.19±0.01 ^a	0.20±0.03 ^l	2.98±0.25 ^l
E7	3.61±0.01 ^h	0.50±0.00 ^{fh}	10.76±0.17 ^e
E8	4.70±0.01 ^b	0.11±0.00 ^m	11.99±0.08 ^d
E9	3.67±0.01 ^f	0.40±0.00 ⁱ	9.13±0.33 ^d
E10	3.67±0.01 ^f	0.47±0.05 ^h	6.49±0.45 ^f
E11	3.71±0.01 ^d	0.56±0.03 ^f	9.36±0.17 ⁱ
E12	3.56±0.01 ⁱ	0.65±0.05 ^e	7.37±0.17 ^f
G1	3.22±0.01 ⁿ	1.94±0.05 ^a	11.93±0.33 ^h
G2	3.38±0.01 ^l	1.12±0.00 ^c	12.23±0.08 ^d
G3	3.26±0.01 ^m	1.48±0.00 ^b	17.84±0.25 ^a
Ortalama	3.74	0.65	10.03

*Sonuçlar ort±sdt sapma olarak, toplam asitlik laktik asit cinsinden verilmiştir.

*Aynı sütundaki küçük harfler yaprak çeşitleri arasındaki istatistiksel farkı göstermektedir (P<0.05).

Salamura asma yapraklarının tuz miktarı %2.98 ile %17.84 aralığında olup ortalama değeri %10.03 olarak tespit edilmiştir.

Salamura asma yapraklarında fermentasyon sürecinde ortamdaki laktik asit bakterileri şekeri parçalayarak laktik asit, CO₂, etanol gibi ürünlere dönüştürmesi sonucunda ürünün toplam asitlik miktarında artma ve pH değerinde azalma meydana gelmektedir (İç ve Denli, 1997; Gülcü ve Demirci, 2011).

Fırat ve Çetin, (2014) salamura asma yapraklar üzerine yapmış oldukları çalışmada Manisa, Tokat, Erzincan başta olmak üzere çeşitli yörelerden almış oldukları 48 adet salamura asma yaprağının ortalama pH değerini 3.36, ortalama toplam asitlik değerini laktik asit cinsinden %1.31 ve ortalama tuz değerini ise %12.62 olarak tespit etmişlerdir.

5.4. Toplam Fenolik Bileşik Miktarı

Narince salamura asma yapraklarının toplam fenolik bileşik miktarları Çizelge 5.4'te verilmiştir.

Çizelge 5.4 Salamura Asma Yapraklarının Toplam Fenolik Madde Miktarı (mg GAE/g)

Örnek Adı	%70 metil alkol	%80 etil alkol	Saf su
E1	5.28±0.16 _A ^{ef}	5.73±1.08 _A ^{h1}	1.48±0.11 _B ^h
E2	5.96±0.01 _B ^{cd}	6.78±0.07 _A ^f	2.18±0.33 _C ^{cde}
E3	4.80±0.61 _A ^{fh}	6.51±0.18 _A ^{fh}	2.74±0.01 _A ^c
E4	4.42±0.54 _A ^h	5.37±0.14 _A ¹	1.75±0.14 _B ^{ef}
E5	4.76±0.29 _B ^{fh}	6.35±0.07 _A ^{fh}	2.42±0.42 _C ^{cd}
E6	4.32±0.35 _B ^h	5.79±0.11 _A ^{h1}	1.97±0.07 _C ^{def}
E7	5.35±0.07 _A ^b	5.13±0.20 _A ^{de}	1.76±0.34 _B ^b
E8	6.59±0.39 _A ^b	6.39±0.79 _A ^b	1.35±0.07 _B ^a
E9	6.43±0.18 _B ^{cde}	8.94±0.01 _A ^c	3.68±0.40 _C ^b
E10	6.77±0.85 _A ^c	6.88±0.18 _A ^{ef}	1.48±0.19 _B ^{fh}
E11	8.80±0.09 _B ^{def}	11.48±0.34 _A ¹	5.32±0.14 _C ^{efh}
E12	8.57±0.75 _A ^{cd}	7.73±0.21 _A ^{fh}	4.26±0.22 _B ^{fh}
G1	6.56±1.19 _A ^{cd}	7.86±0.22 _A ^d	1.33±0.32 _B ^h
G2	8.38±0.60 _B ^b	11.90±0.28 _A ^a	3.88±0.35 _C ^b
G3	10.07±0.45 _B ^a	14.14±0.48 _A ^b	4.08±0.32 _C ^b

*Aynı sütunda bulunan küçük harfler örnekler arasındaki farkı, aynı satırdaki büyük harfler çözücüler arasındaki farkı göstermektedir (P<0.05).

Saf su kullanılarak elde edilen ekstraktlarda değerler 1.33 ile 5.32 mg GAE/g aralığında tespit edilmiştir. Saf su ekstraktlarının toplam fenolik bileşik miktarı diğer çözücülere göre daha düşük olarak belirlenmiştir. Metil alkol ve etil alkol kullanılan ekstraktlarda ise değerler birbirine yakın olarak bulunmuştur. Toplam fenolik madde miktarı metil alkol ekstraktlarında 4.32 ile 10.07 mg GAE/g, etil alkol ekstraktlarında 5.13 ile 14.14 mg GAE/g aralığında belirlenmiştir. En yüksek fenolik madde miktarı G3 örneğinde tespit edilmiştir. Endüstriyel ve geleneksel yöntemlerle üretilen salamura asma yapraklarında üretim farklılığının asma yaprağındaki fenolik madde miktarını etkilemediği tespit edilmiştir.

E3 örneklerinin etil alkol, metil alkol ekstraktlarının toplam fenolik madde miktarları arasındaki fark istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur ($P>0.05$). E1, E4, E7, E8, E10, E12 ve G1 örneklerinin etil alkol ve metil alkol ekstraktlarının toplam fenolik madde miktarları arasındaki fark istatistiksel olarak önemsiz ($P>0.05$), bu örneklerin su ekstraktları ile arasındaki fark ise istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($P<0.05$).

Çözücü olarak metil alkolün kullanıldığı E7 ve E8; E2, E9, E10, E12 ve G1; E2, E9, E11, E12 ve G1; E1, E9 ve E11; E1, E3, E5 ve E11; E3, E4, E5 ve E6 örneklerinin toplam fenolik madde miktarları arasındaki farklar istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur ($P>0.05$).

Çözücü olarak etil alkolün kullanıldığı E8 ve G3; E7 ve G1; E2, E3, E5 ve E10; E1, E3, E5, E6 ve E12 örneklerinin toplam fenolik madde miktarları arasındaki farklar istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur ($P>0.05$).

Çözücü olarak saf suyun kullanıldığı E7, E9, G2 ve G3; E2, E3 ve E5; E2, E5 ve E6; E2, E4, E6 ve E11; E4, E6, E10, E11, ve E12; E1, E10, E11, E12 ve G1 örneklerinin toplam fenolik madde miktarları arasındaki farklar istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur ($P>0.05$).

5.5. Katyon Radikali Giderme Aktivitesi (ABTS●+)

Narince salamura asma yapraklarının antioksidan aktivitesi Çizelge 5.5' te verilmiştir. Çözücü olarak saf su, metil alkol ve etil alkolün kullanıldığı salamura asma yaprak ekstraktlarında katyon giderme aktivitesi en düşük saf su ekstraktlarında tespit edilmiştir. Saf su ekstraktlarında tespit edilen katyon radikali giderme aktivitesi değerleri 0.26 mg TE/g ile 3.41 mg TE/g aralığında belirlenmiştir. Metil alkol ve etil alkol ekstraktlarının katyon radikali giderme aktiviteleri ise sırasıyla 2.88 mg TE/g ile 17.98 mg TE/g; 1.73 mg TE/g ile 16.29 mg TE/g aralığında tespit edilmiştir.

E7 örneği ekstraktlarının katyon radikali giderme aktiviteleri arasındaki fark istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur ($P>0.05$). E4, E8, E9, E12, G1 ve G3 örneklerinin metil alkol ve etil alkol ekstraktlarının katyon radikali giderme aktiviteleri arasındaki fark önemsiz ($P>0.05$), bu örneklerin su ekstraktları ile arasındaki fark ise istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($P<0.05$).

Çizelge 5. 5 Salamura Asma Yapraklarının Katyon Radikali Giderme Aktivitesi (mg TE/g)

Örnek Adı	%70 metil alkol	%80 etil alkol	Saf su
E1	11.35±0.09 _A ^c	8.54±0.80 _B ^{bcd}	1.32±0.04 _C ^{def}
E2	9.98±0.71 _A ^{cd}	6.54±0.27 _B ^{cde}	1.85±0.27 _C ^{cd}
E3	3.64±0.31 _B ^{ik}	8.38±0.13 _A ^{bcd}	0.88±0.57 _C ^{ef}
E4	5.10±0.97 _A ^{hi}	8.44±1.72 _A ^{bcd}	0.16±0.18 _B ^f
E5	6.01±0.13 _B ^{fi}	16.29±0.53 _A ^a	0.32±0.13 _C ^f
E6	2.88±1.37 _B ^k	6.04±0.44 _A ^{de}	0.26±0.13 _B ^f
E7	5.98±1.86 _A ^{def}	4.19±1.19 _A ^{bcd}	1.82±0.57 _A ^a
E9	7.94±1.55 _A ^{def}	6.32±1.10 _A ^{cde}	0.32±0.40 _B ^f
E10	9.01±0.31 _A ^{de}	1.73±1.77 _B ^f	0.51±0.04 _B ^f
E11	11.69±0.22 _A ^{fh₁}	7.10±1.50 _B ^e	2.48±0.18 _C ^{cd}
E12	7.88±0.75 _A ^{fh}	6.48±0.80 _A ^{bcd}	3.41±0.62 _B ^f
G1	7.01±1.55 _A ^{efh}	9.60±0.53 _A ^b	1.26±0.13 _B ^{de}
G2	14.94±0.93 _A ^b	8.82±0.13 _B ^{cd}	1.76±0.04 _B ^{cd}
G3	17.98±0.88 _A ^a	16.23±0.44 _A ^a	2.73±0.09 _B ^b

*Aynı sütunda bulunan küçük harfler örnekler arasındaki farkı, aynı satırdaki büyük harfler çözücüler arasındaki farkı göstermektedir (P<0.05).

Çözücü olarak metil alkolün kullanıldığı E1, E2 ve E8; E2, E7, E9 ve E10; E7, E9, E10 ve G1; E5, E7, E9, E11, E12 ve G1; E4, E11, E12 ve G1; E3, E4, E5 ve E11; E3 ve E6 örneklerindeki katyon radikali giderme aktiviteleri arasındaki farklar istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur

Çözücü olarak etil alkolün kullanıldığı E5 ve G3; E1, E3, E4, E7, E8 ve G1; E1, E2, E3, E4, E7, E8, E9, E12 ve G2; E1, E2, E3, E4, E6, E7, E8, E9, E12 ve G2; E2, E6 ve E11 örneklerindeki katyon radikali giderme aktiviteleri arasındaki farklar istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur (P>0.05).

Çözücü olarak saf suyun kullanıldığı E8 ve G3; E2, E8, E11 ve G2; E1, E2, E11, G1 ve G2; E1, E3 ve G1; E1, E3, E4, E5, E6, E9, E10 ve E12 örneklerinin katyon radikali giderme aktivitesi arasındaki farklar istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur (P>0.05).

5.6. Serbest Radikali Giderme Aktivitesi (DPPH●)

Narince salamura asma yapraklarında serbest radikal giderme aktivitesi Çizelge 5.6’da verilmiştir.

Çizelge 5.6 Salamura Asma Yapraklarının Serbest Radikali Giderme Aktivitesi (mg TE/g)

Örnek Adı	%70 metil alkol	%80 etil alkol	Saf Su
E1	12.36±0.06 ^{A^{bc}}	10.60±0.12 ^{A^{fh}}	10.40±1.34 ^{A^{cd}}
E2	11.54±0.12 ^{A^d}	10.51±0.08 ^{B^{fh}}	9.10±0.04 ^{C^{fh}}
E3	10.32±0.12 ^{A^e}	10.11±0.06 ^{A^h}	8.63±0.00 ^{B^h}
E4	11.50±0.10 ^{A^d}	10.71±0.08 ^{B^{fh}}	9.57±0.12 ^{C^{def}}
E5	11.57±0.20 ^{A^d}	11.14±0.49 ^{A^{def}}	9.65±0.35 ^{B^{def}}
E6	12.90±0.24 ^{A^{abc}}	12.29±0.47 ^{A^{abc}}	11.15±0.27 ^{B^{bc}}
E7	11.40±0.16 ^{A^d}	10.35±0.79 ^{A^{abc}}	8.83±0.06 ^{B^{cd}}
E8	13.13±0.08 ^{A^{ab}}	12.58±0.41 ^{A^a}	9.35±0.08 ^{B^a}
E9	12.58±0.41 ^{A^{abc}}	11.67±0.14 ^{B^{bcd}}	10.13±0.24 ^{C^{de}}
E10	12.63±0.47 ^{A^{abc}}	11.92±0.29 ^{A^{bcd}}	10.42±0.29 ^{B^{cd}}
E11	12.97±0.06 ^{A^d}	12.92±0.26 ^{A^{fh}}	12.44±0.29 ^{A^{fh}}
E12	11.67±0.14 ^{B^a}	12.32±0.04 ^{A^{ab}}	10.46±0.12 ^{C^{efh}}
G1	9.71±0.63 ^{A^f}	11.11±0.49 ^{A^{ef}}	9.25±0.06 ^{B^{efh}}
G2	12.60±0.24 ^{A^{abc}}	12.64±0.22 ^{A^{ab}}	11.64±0.14 ^{B^{ab}}
G3	12.32±0.12 ^{A^c}	11.75±0.06 ^{B^{bcd}}	10.43±0.16 ^{C^{cd}}

*Aynı sütunda bulunan küçük harfler örnekler arasındaki farkı, aynı satırdaki büyük harfler çözücüler arasındaki farkı göstermektedir (P<0.05) .

Serbest radikal giderme aktivitesi salamura asma yapraklarının saf su ekstraktlarında diğer çözücü ekstraktlarına yakın olarak tespit edilmiştir. Çözücü olarak saf suyun, metil alkolün ve etil alkolün kullanıldığı ekstraktların serbest radikal değerleri sırasıyla 8.63 mg TE/g ile 12.44 mg TE/g, 9.71 mg TE/g ile 13.13 mg TE/g, 10.11 mg TE/g ile 12.92 mg TE/g aralığında tespit edilmiştir. Saf su ve etil alkolün kullanıldığı çözücülerin ekstraktlarında en düşük serbest radikal giderme aktivitesi E3 numunesinde tespit edilmiştir.

E2, E4, E9, E12 ve G3 örnekleri serbest radikali giderme aktiviteleri arasındaki fark istatistiksel olarak önemli bulunurken ($P<0.05$); E1 ve E11 örnekleri arasındaki serbest radikali giderme aktivite farkı istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur ($P>0.05$). E3, E5, E6, E7, E8, E10, E11, G1 ve G2 örneklerinin metil alkol ve etil alkol ekstraktları arasındaki serbest radikali giderme aktiviteleri arasındaki fark istatistiksel olarak önemsiz bulunurken ($P>0.05$), saf su ekstraktlarının serbest radikal giderme aktiviteleri arasındaki fark istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($P<0.05$).

Çözücü olarak metil alkolün kullanıldığı E6, E8, E9, E10, E12 ve G2; E1, E6, E8, E9, E10 ve G2; E1, E6, E9, E10, G2 ve G3; E2, E4, E5, E7 ve E11 örneklerinin serbest radikali giderme aktivitesi arasındaki fark istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur ($P>0.05$).

Çözücü olarak etil alkolün kullanıldığı E6, E7, E8, E12 ve G2; E6, E7, E9, E10, E12, G2 ve G3; E6, E7, E9, E10 ve G3; E5, E9, E10 ve G3; E5 ve G1; E1, E2, E4, E5, E11 ve G1; E1, E2, E3, E4 ve E11 örneklerinin serbest radikali giderme aktivitesi arasındaki fark istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur ($P>0.05$).

Çözücü olarak saf suyun kullanıldığı E8 ve G2; E6 ve G2; E1, E6, E7, E10 ve G3; E1, E4, E5, E7, E9, E10 ve G3; E4, E5, E9, E12 ve G1; E2, E4, E5, E11, E12 ve G1; E2, E3, E11, E12 ve G1 örneklerinin serbest radikali giderme aktivitesi arasındaki fark istatistiksel olarak önemsiz bulunmuştur ($P>0.05$).

Çizelge 5.7' de toplam fenolik bileşik ile katyon radikali giderme aktivitesi (ABTS), toplam fenolik bileşik ile serbest radikal giderme aktivitesi (DPPH), katyon radikali giderme aktivitesi (ABTS) ile serbest radikali giderme aktivitesi (DPP) arasındaki korelasyon katsayıları verilmiştir. Tüm örnekler arasında pozitif korelasyon tespit edilmiştir.

Çizelge 5.7 Kolerasyon Katsayıları

Örnek Adı	Korelasyon Katsayısı		
	Toplam Fenolik Madde ile ABTS	Toplam Fenolik Madde ile DPPH	ABTS ile DPPH
E1	0.877	0.609	0.662
E2	0.820	0.821	0.998
E3	0.965	0.813	0.735
E4	0.927	0.777	0.617
E5	0.955	0.744	0.600
E6	0.968	0.674	0.538
E7	0.818	0.901	0.891
E8	0.965	0.994	0.938
E9	0.730	0.637	0.910
E10	0.590	0.880	0.800
E11	0.668	0.703	0.854
E12	0.927	0.826	0.883
G1	0.987	0.796	0.846
G2	0.755	0.929	0.839
G3	0.751	0.604	0.965

5.7. Mikrobiyolojik Analizler

Narince salamura asma yapraklarının mikrobiyolojik analiz sonuçları Çizelge 5.8’de verilmiştir.

Salamura asma yaprak örneklerinde koliform bakteri E1 örneğinde $5.6 \cdot 10^4$ kob/g ve E4 örneğinde $4.8 \cdot 10^3$ kob/g olarak tespit edilmiştir.

Toplam aerobik mezofilik canlı en fazla E8 örneğinde $1.54 \cdot 10^8$ kob/g olarak belirlenmiştir. E1 örneğinde $4.3 \cdot 10^5$ kob/g, E6 örneğinde $7.2 \cdot 10^4$ kob/g, E4 örneğinde $6.7 \cdot 10^4$ kob/g, E9 örneğinde $4.9 \cdot 10^4$ kob/g, E5 örneğinde $4.2 \cdot 10^4$ kob/g, E11 örneğinde $4.0 \cdot 10^4$ kob/g, ve E7 örneğinde $5.05 \cdot 10^3$ kob/g olarak tespit edilmiştir.

Çizelge 5.8 Salamura Asma Yapraklarının Mikrobiyolojik Analiz Sonuçları (kob/g)

Örnek Adı	Toplam Aerobik Mezofilik Canlı	Toplam Maya Küf Canlı	Laktik Asit Bakteri	Koliform Bakteri
E1	$4.3 \cdot 10^5$	$3.5 \cdot 10^5$	$5.5 \cdot 10^5$	$5.6 \cdot 10^4$
E2	-	-	-	-
E3	-	-	-	-
E4	$6.7 \cdot 10^4$	$7 \cdot 10^3$	$1.62 \cdot 10^4$	$4.8 \cdot 10^3$
E5	$4.2 \cdot 10^4$	$5.2 \cdot 10^3$	$4.3 \cdot 10^3$	-
E6	$7.2 \cdot 10^4$	$4.6 \cdot 10^4$	$1.7 \cdot 10^3$	-
E7	$5.05 \cdot 10^3$	$9.5 \cdot 10^2$	$7.1 \cdot 10^1$	-
E8	$1.54 \cdot 10^8$	$1.17 \cdot 10^8$	$1.8 \cdot 10^5$	-
E9	$4.9 \cdot 10^4$	$1.7 \cdot 10^4$	$1.3 \cdot 10^4$	-
E10	-	-	-	-
E11	$4.0 \cdot 10^4$	-	$1.72 \cdot 10^3$	-
E12	-	-	-	-
G1	-	-	-	-
G2	-	-	-	-
G3	-	-	-	-

Salamura asma yapraklarında toplam maya-küf sayısı en fazla E8 örneğinde $1.17 \cdot 10^8$ kob/g olarak belirlenmiştir. Maya-küf sayısı E1 örneğinde $3.5 \cdot 10^5$ kob/g, E6 örneğinde $4.6 \cdot 10^4$ kob/g, E9 örneğinde $1.7 \cdot 10^4$ kob/g, E4 örneğinde $7 \cdot 10^3$ kob/g, E5 örneğinde $5.2 \cdot 10^3$ kob/g ve E7 örneğinde ise $9.5 \cdot 10^2$ kob/g olarak tespit edilmiştir.

Salamura asma yapraklarının laktik asit bakteri sayısı en fazla E1 örneğinde $5.5 \cdot 10^5$ kob/g olarak saptanmıştır. LAB sayısı E8 örneğinde $1.8 \cdot 10^5$ kob/g, E4 örneğinde $1.62 \cdot 10^4$ kob/g, E9 örneğinde $1.3 \cdot 10^4$ kob/g, E5 örneğinde $4.3 \cdot 10^3$ kob/g, E11 örneğinde $1.72 \cdot 10^3$ kob/g, E6 örneğinde $1.7 \cdot 10^3$ kob/g ve E7 örneğinde $7.1 \cdot 10^1$ kob/g olarak tespit edilmiştir.

Salamura asma yapraklarının mikrobiyolojik analiz sonuçlarına bakıldığında E2, E3, E10, E12, G1, G2, G3 yapraklarında herhangi bir mikrobiyolojik gelişme olmadığı saptanmıştır. Laktik asit fermentasyonu ile üretilen ürünlerde belirli bir mikrofloranın

olması beklenir. Ürünlerde mikrobiyolojik gelişmenin olmamasının salamura asma yaprağı üretiminde yüksek tuz oranı kullanılmasından, koruyucu katkı maddeleri kullanılmasından veya haşlama işlemi yapılmasından kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Endüstriyel olarak üretilen salamura asma yapraklarının ambalaj içeriğinde koruyucu kullanıldığına dair herhangi bir ibareye rastlanmamıştır.

Fırat ve Çetin (2015); Manisa, Tokat, Erzincan, Bolu ve Adana yörelerine ait geleneksel ve endüstriyel yöntemlerle üretilmiş 48 çeşit salamura asma yaprağında toplam aerobik mezofilik bakteri, psikrotrofilik bakteri, maya-küf, LAB, *Staphylococcus aureus* ve *Enterobacteriaceae* bakteri sayımı gerçekleştirmişlerdir. Örneklerde en baskın canlı grubu mayalar olarak belirlenmiş, koloni sayısı en fazla 7.44 log kob/g olarak saptanmıştır. 16 çeşit salamura asma yaprağında Toplam aerobik mezofilik bakteri gelişimi gözlenmiş ortalama koloni sayısı 2.71 log kob/g olarak bulunmuştur. *Enterobacteriaceae* sayımlarında sadece 2 numunede gelişme görülmüş, psikrotrofilik bakterilerde ise sadece 1 numunede gelişme görülmüştür. LAB ve *Staphylococcus aureus* hiçbir numunede belirlenememiştir. Salamura asma yapraklarda tuz oranının fazla olmasından ve yaprağın kendinden kaynaklanan ve fermentasyon sırasında artan asitlikten dolayı mikrobiyal gelişmenin olmadığını vurgulamışlardır.

5.8. Ağır Metal İçeriği

Endüstriyel ve geleneksel üretim metotları ile üretilmiş olan Narince salamura asma yapraklarının Çinko (Zn), nikel (Ni), kadmiyum (Cd), krom (Cr), mangan (Mn), bakır (Cu), kalsiyum (Ca), kurşun (Pb) elementlerinin miktarı belirlenmiştir (Çizelge 5.9).

Yaprak örneklerinde Cd, Cr ve Ca elementleri tespit edilememiştir. E1, E3, E9, E12, G1 ve G2 örneklerinin Zn, Mn, Cu, Pb miktarları arasındaki fark istatistiksel olarak önemsiz ($P>0.05$), G3 örneğinin Zn, Mn, Cu, Pb miktarları arasındaki fark ise istatistiksel olarak önemli bulunmuştur ($P<0.05$). E2, E4, E5, E6, E9 ve E12 örneklerinde Mn ve Cu miktarları arasındaki fark istatistiksel olarak önemsiz tespit edilmiştir ($P>0.05$).

Zn elementi insan ve hayvan vücudunda solunum, protein ve karbonhidrat sentezi, enzim aktivasyonu gibi birçok metabolik işlevde önemli görev alan bir elementtir. Bu elementin fazla alınması vücutta toksik etki oluşturabildiği gibi eksik alınması da sağlık problemlerine yol açmaktadır. Sağlıklı bir insan vücuduna çeşitli besinler ile günde 15-

50 ppm Zn elementi alması gerekmektedir (Karçık, 2017). Zn gübreleme, cam sanayi, metal işletmeciliği gibi çeşitli birçok kaynaktan gelmektedir (Gördes Baş, 2020)

Çizelge 5.9 Salamura Asma Yapraklarının Ağır Metal İçeriği

Örnek Adı	Zn (ppm)	Ni (ppm)	Mn (ppm)	Cu (ppm)	Pb (ppm)
E1	4.09±0.61 ^f	-	14.53±0.0 ^{bc}	19.63±8.65 ^{abc}	1.23±0.33 ^a
E2	19.47±15.54 ^{ab}	-	24.14±0.03 ^a	23.30±9.72 ^{abc}	0.72±0.86 ^a
E3	14.21±2.55 ^{bcd}	-	11.06±1.37 ^{cd}	28.10±23.67 ^{abc}	1.55±0.02 ^a
E4	6.65±0.22 ^{ef}	-	8.86±8.17 ^{bcd}	15.62±5.94 ^{abc}	0.58±0.79 ^a
E5	17.30±0.47 ^{abc}	-	9.35±0.87 ^{bcd}	17.55±7.51 ^{abc}	1.16±0.84 ^a
E6	3.02±0.03 ^f	2.30±0.77	1.65±0.02 ^{bf}	11.63±1.95 ^{bc}	-
E7	7.96±3.88 ^{cde}	-	2.80±0.82 ^{ef}	30.83±2.51 ^{abc}	0.93±0.19 ^a
E8	17.75±1.63 ^{abc}	-	11.11±1.40 ^{cd}	37.48±10.18 ^{ab}	0.62±0.59 ^a
E9	15.91±0.24 ^{bcd}	-	8.24±2.92 ^{ced}	22.86±17.59 ^{abc}	1.51±0.72 ^a
E10	18.66±4.66 ^{abc}	-	7.78±0.32 ^{cde}	21.97±8.13 ^{abc}	1.23±0.23 ^{B^a}
E11	28.39±5.01 ^a	-	8.65±0.57 ^{cde}	19.18±9.36 ^{abc}	-
E12	21.59±0.85 ^{ab}	-	19.79±5.05 ^{ab}	14.22±0.01 ^{abc}	-
G1	18.12±4.02 ^{abcd}	-	9.30±0.30 ^{cde}	26.32±17.95 ^{abc}	-
G2	7.40±5.65 ^{def}	-	6.89±4.85 ^{def}	7.24±0.31 ^c	1.45±0.62 ^a
G3	18.20±1.14 ^{bcd}	-	13.75±0.63 ^{bcd}	38.60±2.43 ^a	1.39±1.19 ^a

*Aynı sütunda bulunan küçük harfler örnekler arasındaki farkı göstermektedir (P<0.05)

Narince salamura asma yapraklarında yapmış olduğumuz araştırmada Zn elementi en düşük E6 örneğinde 3.02 ppm ve en yüksek E11 örneğinde 28.39 ppm olarak tespit edilmiştir.

Ni elementi Narince salamura asma yapraklarından sadece E6 örneğinde 2.30 ppm düzeyinde tespit edilmiş diğer örneklerde tespit edilebilir düzeyin altında bulunmuştur. Günlük besinlerden Ni alım miktarının 150 µg' dan az olması tavsiye edilmektedir. Gıda üretiminde kullanılan alet ekipmanlar ve gıda maddelerine uygulanan bazı işlemler gıdalardaki Ni miktarını etkileyebilmektedir (Duman, 2005; Karçık, 2017).

Mn elementi vücudumuzda böbrekler, karaciğer, pankreas ve kemiklerde 10 ile 20 mg arasında bulunmaktadır. Günlük alım 2 mg ile 3 mg arası yeterlidir. Bağışıklık sistemi, hormon fonksiyonları gibi birçok yapıda görev almaktadır. Toprak kökenli bir element olmasından dolayı hayvansal gübreler, pestisit uygulamaları, metal işletmeciliği gibi çeşitli yollardan besinlere geçmektedir (Duman, 2005). Narince salamura asma yapraklarında Mn en düşük E6 örneğinde 1.65 ppm ve en yüksek E2 örneğinde 24.14 ppm olarak tespit edilmiştir.

Cu vücudumuz için önemli olan elementlerdendir. Kemik gelişimi, hemoglobin ve metalloenzimlerin oluşumu, sinir sisteminde bazı yaşamsal faaliyetlerde görev almaktadır. Günlük alım miktarı 2 mg ile 4 mg arasındadır ve bu miktar yeterlidir. Fazla alımı toksik olabilmektedir. Birçok tarım ilacı yoğun olarak Cu içermektedir ve topraklarda Cu birikimi oldukça fazladır (Karçık, 2017; Gördeş Baş, 2020). Narince salamura asma yapraklarında Cu en düşük G2 örneğinde 7.24 ppm ve en yüksek G3 örneğinde 38.60 ppm gibi geniş bir aralıkta tespit edilmiştir.

Pb canlı vücudunda hiçbir görevi olmayan ve birikiminde hemoglobin sentezini sağlayan enzimleri engelleyen ciddi hastalıklara yol açan toksik bir elementtir. Özellikle egzoz gazlarından oto yol yakınlarındaki tarım arazilerinde Pb kirliliği gözlenmektedir (Duman, 2005). Narince salamura asma yapraklarında Pb; E6, E11, E12 ve G1 örneklerinde saptanmamış, E4 örneğinde 0.58 ppm, E8 örneği 0.62 ppm, E2 örneği 0.72 ppm, E5 örneği 1.16 ppm, E1 ve E10 örneğinde 1.23 ppm, G3 örneği 1.39 ppm, G2 örneği 1.45 ppm, E9 örneği 1.51 ppm en yüksek ise E3 örneğinde 1.55 ppm olarak tespit edilmiştir. 2013 yılında Tokat yöresinde Narince üzüm bağlarında topraktan, asma yapraklarından, salamura yapılacak sudan ve üretilen salamura asma yapraklarından örnek alınarak ağır metal içeriği tespit etmişlerdir. Yapılan analiz sonucunda bağ topraklarında Zn 0.045 ppm ile 0.320 ppm aralığında, Cu 0.615 ppm ile 5.785 ppm aralığında, Cd 0.003 ppm ile 0.023 ppm aralığında, Pb 0.054 ppm ile 0.208 ppm aralığında ve Ni ise 0.014 ppm ile 0.551 ppm aralığında tespit etmişlerdir. Salamurada kullanılacak suda Zn 0.0022 ppm, Cu 0.0173 ppm, Cd 0.001 ppm, Pb 0.026 ppm ve Ni 0.0563 ppm düzeyinde tespit edilmiştir. Bağlardan 1 ile 2 hafta kırım yapılarak alınan yapraklar ile salamura yaprak arasında istatistiksel olarak ağır metal içeriklerinde fark gözlenmemiştir. Çalışmada sadece Cu miktarının fazla olduğunu tespit edilmiş ve bu durumun hastalıklara karşı kullanılan tarım ilaçlarından kaynaklandığı belirtilmiştir. Genel olarak taze ve salamura Narince asma

yapraklarında Zn 12.93 ppm, Cu 11.97 ppm, Cd 0.052 ppm, Pb 0.522 ppm ve Ni 0.45 ppm olarak tespit edilmiştir (Yağcı ve ark., 2018).

2017 yılında Tokat bölgesi tarım arazilerinden alınan çeşitli toprak örneklerinin ağır metal içerikleri üzerine yapılan bir çalışmada; Zn 3.73 ppm ile 76.69 ppm, 2.79 ppm ile 521.92 ppm, Cu 6.83 ppm ile 106.11 ppm, Cd 0.0 ppm ile 2.37 ppm, Cr 0.0 ppm ile 377.44 ppm, Pb 0.0 ppm ile 19.80 ppm, Co 0.0 ppm ile 27.55 ppm, Ni 2.79 ppm ile 521.92 ppm, Zn 3.73 ppm ile 76.69 ppm aralığında tespit edilmiştir. Tokat yöresi tarım arazilerinde Zile, Sulusaray, Artova ve Niksar bölgelerinde Ni elementi konsantrasyonu yüksek bulunmuş bu durumun yörede bulunan volkanik kayalardan kaynaklandığı belirtilmiştir. Niksar yöresinin örneklerinde Cu elementinin yüksek olmasının nedenini Cu içeren pestisitlerin toprakta yoğun olarak bulunması olarak açıklamışlardır. Sulusaray, Artova, Zile ve Reşadiye yöresi topraklarının bazı bölgelerinin ağır metal içeriği çok düşük olarak belirlenmiştir (Bayraklı ve Dengiz, 2019).

6. SONUÇ ve ÖNERİLER

Günümüzde endüstriyel ve konvaksiyonel tarım faaliyetlerinin giderek artması, hızla gelişen sanayi ve bunların doğrultusunda işletme denetimlerinin yeteri kadar yapılamaması çevre kirliliklerini de beraberinde getirmiştir. Tarımsal ürünlerin ve gıdaların kirlenmesi insan sağlığını tehdit ederek çeşitli hastalıklara sebep olmaktadır. Tokat ili ve ilçeleri Narince üzüm çeşidi ile Türkiye’de salamuralık asma yaprağı üretim ve pazarlama merkezlerinden birisidir. Coğrafi işaret tesciline sahip bir ürün olan Tokat Narince Salamura Asma Yaprağı günümüzde bu yörede üzümünden daha popüler bir ürün haline gelmiş ve önemli bir geçim kaynağı olmuştur. Salamura asma yaprağına ilgi her geçen gün artmasına rağmen bilinçsizce yapılan üretim yaygınlaşmaktadır. Ayrıca salamura asma yaprağı ile ilgili bir kalite standardının olmaması, üretim yerlerinin donanımının ve üretim tekniklerinin yeterli olmaması son üründe kalite kayıplarına yol açmaktadır.

Son dönemde yapılan salamura asma yaprağı ile ilgili çalışmalar daha çok pestisitler üzerine yoğunlaşmış ağır metal içerikleri incelenmemiştir. Bu çalışmada Tokat yöresinde endüstriyel ve geleneksel yollarla üretilmiş olan 15 çeşit salamura asma yaprağının kalite parametreleri ve insan sağlığını tehdit eden bazı ağır metallerin miktarı belirlenmiştir.

Çalışmada salamura asma yapraklarda dilimlilik ve tüylülük yaprak örneklerine göre değişmiş, sertlik yaprakların değişik kısımlarında farklılıklar göstermiştir. Geleneksel olarak üretilmiş örneklerin pH değeri endüstriyel örneklere oranla daha düşük, toplam asitlik değeri ise daha yüksek bulunmuştur. Salamura asma yapraklarda tuz miktarı %2.98 ile %17.84 gibi geniş bir aralıkta bulunmuş ve geleneksel yollarla üretilmiş olanlarda tuz miktarının %10’un üzerinde olduğu gözlenmiştir. Örneklerin içerdiği tuz miktarlarının en küçük ve en büyük değerleri arasındaki fark oldukça yüksektir. Bu durum standart olmayan bir üretimden ve salamura asma yaprağıyla ilgili herhangi bir yasal düzenleme olmamasından kaynaklanmaktadır. Yüksek miktarda tuz alımı insan sağlığını olumsuz etkilemektedir.

Salamura asma yapraklarının %70 metanol, %80 etanol ve saf su ekstraktlarının toplam fenolik madde miktarı ve antioksidan aktivite değerlerine bakıldığında saf su ekstraktlarının diğer ekstraktlardan daha düşük olduğu, etanol ve metanol ekstraktlarının ise birbirine yakın olduğu tespit edilmiştir.

Geleneksel olarak üretilmiş tüm salamura asma yapraklarında, endüstriyel yöntemlerle üretilmiş bazı salamura asma yapraklarında mikrobiyolojik gelişme gözlenmemiştir. Bu durumun yüksek tuz, yüksek asitlik, düşük pH veya ürünlerin haşlanması gibi faktörlerden kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca endüstriyel olarak üretilen yaprakların orijinal ambalajlarında içindekiler kısmında her ne kadar belirtilmemiş olsa da salamura yapraklara antimikrobiyal ajanların katılmış olma ihtimalini düşündürmektedir. Koliform bakteriler genellikle gıdalarda hijyen indikatörü olarak değerlendirilmekte, bir gıda örneğinde koliform bulunması diğer patojen mikroorganizmaların da bulunabilmesi riski taşıdığını göstermektedir. Salamura asma yapraklarda koliform bakteriler sadece 2 örnekte tespit edilmiştir. Bu durumun üretim yerlerinin ve personelin hijyen kurallarına uymamasından kaynakladığı düşünülmektedir. Salamura asma yapraklarında Cd, Cr, Ca miktarının tespit edilebilir düzeyin altında kaldığı gözlenmiş, Ni elemanı sadece 1 örnekte tespit edilebilir düzeyin üzerinde belirlenmiştir. Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliğine baktığımızda yapraklı sebzeler için izin verilen maksimum Pb değerinin 0.10 mg/kg yaş ağırlık ve Cd değerinin 0.20 mg/kg yaş ağırlık olduğunu görülmektedir. Bu tebliğde özellikle salamura asma yaprakları adı altında limit verilmemiştir. Fakat toksik olabilecek miktarları ile karşılaştırma yapıldığında Zn, Mn, Cu elementlerinin miktarlarının düşük olduğu belirlenmiştir. Canlılar için hiçbir şekilde faydası olmadığı gibi zararı olan Pb miktarı düşük de olsa saptanmıştır. Salamura asma yapraklarında Pb miktarı 1 ppm üzerinde çıkan örneklerin yapraklarının oto yol yakınlarındaki bağlardan toplandığı düşünülmektedir.

Bu denli değerli bir ürün olan ve ihracat payı yüksek olan salamura asma yaprağı için standart bir üretim metodu oluşturularak kalite standartları arttırılarak ülke ekonomisine önemli bir girdi sağlayacağı düşünülmektedir. Dolayısı ile ürün özelliklerini aydınlatıcı, ürüne özel fermentasyon metodunun geliştirilmesine yönelik çalışmalar oldukça önem arz etmektedir.

7. KAYNAKLAR

- Akalın, A.C. (2011). *Nar şaraplarında antioksidan fenolik bileşenlerin belirlenmesi*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Akinyele, I.O. ve Shokunbi, O.S. (2015). Comparative analysis of dry ashing and wet digestion methods for the determination of trace and heavy metals in food samples. *Food Chemistry*. 173, 682–684.
- Akgül, Y., Kaya, A. ve Özbek M. (2018). Geviş getiren hayvanlarda arsenik zehirlenmesi ve tedavisi. *Türkiye Klinikleri Dergisi*. 16-20.
- Akyol, E. (2018). *Bazı sebze ve baharatlarda ağır metal düzeyleri*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Ana Bilim Dalı, Denizli.
- Alibaş, İ., (2012). Asma yaprağının (*Vitis vinifera* L.) mikrodalga enerjisiyle kurutulması ve bazı kalite parametrelerinin belirlenmesi. *Tarım Bilimleri Dergisi – Journal of Agricultural Sciences*. 18, 43-53.
- Anonim, (1997). Codex Alimentarius Commission (CAC), Procedural Manual, 10th ed., Joint FAO/WHO Food Standards Programme, Rome.
- Anonim, (2011). Türk Gıda Kodeksi Bulaşanla Yönetmeliği. Gıda Tarı ve Hayvancılık Bakanlığı .Yayın No: 28157.
- Anonim, (2013a). Türk Gıda Kodeksi İnsani Tüketim Amaçlı Sular Hakkında Yönetmeliği. Gıda Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı. Yayın No: 28580.
- Anonim, (2013b). Türk Gıda Kodeksi Tuz Tebliği. Gıda Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı, Yayın No: 28737.
- Anonim, (2017). Erbaa Narince Üzüm Yapağı. Erbaa Ticaret ve Sanayi Odası. <http://tokat.gov.tr/kurumlar/tokat.gov.tr> [Ziyaret Tarihi: 24.01.2022].
- Anonim, (2019a) Kilis Üzüm Raporu. <https://www.ika.org.tr/assets/upload/dosyalar/kilis> [Ziyaret Tarihi: 24.01.2022]
- Anonim, (2019b). Tokat Narince Salamura Asma Yapağı. Tokat Ticaret Odası No:240-Menşe.
- Anonim, (2020a). Üzüm Değerlendirme Raporu. tarimorman.gov.tr. [Ziyaret Tarihi:24.01.2022].
- Anonim, (2020b). Toprak Mahsülleri Ofisi Genel Müdürlüğü. 83. Hesap Dönemi Faaliyet Raporu. <https://www.tmo.gov.tr/Upload/Document/maliisler/2020faaliyetraporu.pdf>. [Ziyaret Tarihi: 24.01.2022].
- Anonim, (2021a). Tarım Ürünleri Piyasaları Üzüm. Tarımsal Ekonomi ve Politika Geliştirme Enstitüsü. tarimorman.gov.tr. [Ziyaret Tarihi: 24.01.2022]
- Anonim, (2021b). Tokat Tarımsal Yatırım Rehberi. Tarım ve Orman Bakanlığı Strateji Geliştirme Başkanlığı Tarımsal Yatırımcı Danışma Ofisi. tarimorman.gov.tr. [Ziyaret Tarihi: 24.01.2022].
- Arslan, A., (2012). *Pişirme süresi ve meyve konsantrasyonunun lokumun fiziksel, kimyasal ve duyu kalitesi üzerine etkileri*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Tunceli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tunceli.
- Arslanbaş, E., (2010). *Türkiye’de organik ve geleneksel olarak üretilen bazı hayvansal ve bitkisel ürünlerdeki metal (kurşun, kadmiyum, bakır, çinko, demir) düzeylerinin karşılaştırılması*. Yayınlanmamış doktora tezi. Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Bakırcı, T.G., Çınar, E., ve Karakaya, S., (2019). Manisa ilinde toplanan asma yapraklarında pestisit kalıntıları. *Akademik Gıda*. 17 (1), 55-60.

- Bashimov, G. (2017). Türkiye’de üzüm üretim ve ihracat performansı. *Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*. 31(2), 57-68.
- Başoğlu, F., Şahin, İ., Korukluoğlu, M., Uylaşer, V. ve Akpınar, A. (2004). Salamura yaprak üretiminde fermentasyon şekil ve katkı maddelerinin kalite ve dayanıklılık etkisinin araştırılması ve uygun tekniğinin geliştirilmesi. *Turkish Journal of Agriculture and Forestry*, 20(1): 535-545.
- Bayraklı, B. ve Dengiz, O. (2019). Determination of heavy metal risk and their enrichment factor in intensive cultivated soils of Tokat Province. *Eurasian J Soil Socies*. 8 (3), 249 – 256.
- Bekar, T. (2017). Tokat merkezde yetiştirilen bazı şaraplık üzüm çeşitlerinin fenolojik gelişme evreleri. *Türkiye Teknoloji ve Uygulamalı Bilimler Dergisi*. 1(2), 73-78.
- Bekar, T., ve Cangı, R. (2017). Tokat’ta farklı ekolojik yetiştirilen ve narince üzüm çeşidinin fenolojik gelişme evreleri ve etkili sıcaklık toplamı isteklerinin Belirlenmesi. *Türkiye Ekolojik ve Uygulama Bilim Dergisi*. 1(2), 86-90.
- Bolat, İ. ve Kara, Ö. (2017). Bitki besin elementleri: kaynakları, işlevleri, eksik ve fazlalıkları. *Bartın Oran Fakültesi Dergisi*. 19(1), 218-228.
- Cangı, R. ve Yağcı, A. (2017). Bağdan sofraya yemeklik asma yaprağı üretimi. *Nevşehir Bilim ve Teknoloji Dergisi (Kapadokya Ulusal Bağcılık Çalıştayı Özel Sayısı)*. (6), 137-148.
- Cemeroğlu, B. (2004). Meyve ve sebze işleme teknolojisi 1. cilt. *Gıda Teknolojisi Derneği Yayınları*, Ankara.
- Çalkan Sağlam, Ö. ve Sağlam, H. (2018). İnsanlık tarihinde üzümün önemi. *Journal of Agriculture*. 2(1), 1-10.
- Çetin, B., Atik, A. ve Karasu, S. (2014). Kırıklareli’nde üretilen yoğurt ve ayranların fizikokimyasal ve mikrobiyolojik kalitesi. *Akademik Gıda Dergisi*. 12(2), 57-60.
- Çolakesetlili, B., Pekcan, T., Aydoğdu, E., Turan, S. ve Anaç, D. (2019). Kuzeybatı Anadolu’daki bazı zeytin (*Olea europaea* L.) bahçelerinin ağır metal ve doğal radyonüklit içerikleri. *Journal of Tekirdağ Agricultural Faculty*. 16(2), 260-269.
- Dalgıç, T. ve Akbulut, N. (1988). Salamura yapraklar üzerine bir araştırma. *Gıda Dergisi*. 3(3), 175-182.
- Demirhan Y. (2006). *Narince ve Sultani Çekirdek diz üzüm çeşitlerinden salamuralık asma yaprağı üretimine Gibberellik Asit ve Hümik Asit uygulamalarının etkileri*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Selçuk Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü Bahçe Bitkileri, Konya
- Duman, F. (2005). *Sapanca ve Abant Gölü su, sediment ve sucul bitki örneklerinde ağır metal konsantrasyonlarının karşılaştırılması olarak incelenmesi*. Yayınlanmamış doktora tezi Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara
- Ergün, E., 2003. Klorofil a ve Klorofil b’nin Türev Spektrofotometrik Yöntem ile Tayini. (Yüksek Lisans Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı. İstanbul.
- Fırat, M.Ç. ve Çetin, B. (2015). Geleneksel ve endüstriyel yöntemlerle üretilmiş salamura Asma yapraklarının mikrobiyolojik ve bazı kimyasal özellikleri. *Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Dergisi*. 45(1), 15-19.
- Gazioğlu Şensoy, R.İ., Ersayar, L. ve Doğan, A. (2017) Van ilinde satılmakta olan yaş ve kuru üzümler ile salamura asma yapraklarında pestisit kalıntı miktarlarının belirlenmesi. *Yüzyüncü Yıl Üniversitesi Tarih Bilgi Dergisi*. 27 (3), 36-446.

- Gazioğlu Şensoy, R.İ. ve Tutuş, A. (2017). Tarih boyunca Van ili ve çevresinde bağcılık kültürü. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi/ Journal of the Institute of Natural & Applied Sciences* 22 (1), 6-63.
- Göktürk, N., Artık, N., Yavaş, İ. ve Fidan, Y. (1997). Bazı üzüm çeşitleri ve asma anacı yapraklarının yaprak konservesi olarak değerlendirilme olanakları üzerine bir araştırma. *Gıda Dergisi*. 22(1), 15-23.
- Gördeş Baş, H. 2020. *Tüketime sunulan yoğurt ve ayranlarda ağır metal varlığının araştırılması*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Afyon Kocatepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Afyonkarahisar.
- Gülcü, M. (2012). Yemeklik asma yaprağı üretimi. *Tekirdağ Bağcılık Araştırma İstasyonu Müdürlüğü Çiftçi Broşürü*. 22(1)
- Gülcü, M., ve Demirci, A.Ş. (2011). Salamuraya işlenen bazı asma yapraklarının kalite özellikleri üzerine bir araştırma. *Tekirdağ Ziraat Fakültesi Dergisi*. 8(3), 16-21.
- Gülcü, M., ve Torçuk, A.İ. (2016). Yemeklik asma yaprağı üretimi ve pazarlamasında kalite parametreleri. *VII. Bahçe Ürünlerinde Muhafaza ve Pazarlama Sempozyumu*. 1(1), 75-79.
- İç, E. ve Denli, Y. (1997). Sultanı asma yapraklarından salamura yaprak üretimi. *Gıda Dergisi*. 22(2), 105-108.
- Kamber, U. ve Çelik, T.H. (2017). Some microbiological and chemical characteristics of gorgola cheese. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi*. 18(1), 87-92.
- Karaca Sanyürek, N., Tahmaz, H., Çakır, A. ve Söylemezoğlu G. (2018). Tunceli ilinde yetiştirilen bazı şaraplık üzüm çeşitlerinde antioksidan aktivitenin ve fenolik bileşiklerin belirlenmesi. *Türk Tarım ve Doğa Bilimleri Dergisi*. 5(4), 551-555.
- Kara, R. (2020). *Tüketime sunulan yoğurt ve ayranlarda ağır metal varlığının araştırılması*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Afyon Kocatepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Afyon.
- Kara, E.E. ve Kara, E. (2018). Toprakta ağır metal kirliliğinin insan sağlığına etkileri ve çözüm önerileri. *Türk Bilimsel Derlemeler Dergisi*. 11(1), 56-62.
- Karçık, H. (2017). *Çeşitli organik kuruyemişlerin ağır metal içeriklerine yönelik bir araştırma*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ.
- Katalinic, V., Mozina, S.S., Generalic, I., Skroza, D., Ljubenkovic, I. ve Klancnik, A. (2013). Phenolic profile, antioxidant capacity and antimicrobial activity of leaf extracts from six *Vitis vinifera* L. varieties. *International Journal of Food Properties*. 16(1), 45-60.
- Kılıçel, F., Tarakçı, Z., Sancak, H. ve Durmaz, H. (2004). Otlulorların mineral madde ve ağır metal içerikleri. *Yüzüncü Yıl Üniversitesi Ziraat Fakültesi Tarım Bilimleri Dergisi*. 14(1), 41-45.
- Mohajer, A., Baghani, A.N., Sadighara, P., Ghanati, K. Ve Nazmara, S. (2020). Determination and health risk assessment of heavy metals in imported rice bran oil in Iran. *Journal of Food Composition and Analysis*. 86, 3-7.
- Mutluer, U. (2007). *Uygulanan bazı farklı işlemlerin sünme peynirinin özellikleri üzerine etkisi*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana.
- Okcu, M., Tozlu, E., Kumlay, A.M. ve Pehlivan, M. (2009). Ağır metallerin bitkiler üzerine etkileri. *Alınları Dergi*. 17 (B), 14-26.

- Özbolat, G., ve Tuli, A. (2016). Ağır metal toksisitesinin insan sağlığına etkileri. *Arşiv Kaynak Tarama Dergisi*. 25(4), 502-521.
- Sarıkaya, R., Elçin, A.E., Mutluer, B., Selvi, M. ve Erkoç, F. (2006). Ankara piyasasından temin edilen sofralık siyah zeytin salamuralarının mikrobiyolojik analizi. *Gıda Dergisi*. 33(3), 117-122.
- Selçuk, Ü. (2011). *Tantuni' nin mikrobiyolojik kalitesi*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Yüzüncü Yıl Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Van.
- Seven, T., Can, B., Darende, B. N. ve Ocak, S. (2018). Hava ve toprakta ağır metal kirliliği. *Ulusal Çevre Bilimleri Araştırma Dergisi*. 1(2), 91-103.
- Sezgin, (2021). *Bağlarda yaprak alma sıklığının, bitki gelişimi, verim ve bazı tane özellikleri üzerine etkilerinin araştırılması*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Şırnak Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Bahçe Bitkileri Anabilim Dalı, Şırnak.
- Sivritepe, N. (2001). Doğada oksidatif stres: asma, üzüm ve şarapta antioksidantlar. *Anadolu Journal of American Academy of Religion*. 11(2), 108-135.
- Taş, E. (2019). Anadolu mitolojilerinde üzümün yeri ve önemi. *Academia*. (1), 1-12.
- Teyin, G. (2018). *Piştirme ekipmanlarından gıdalarda ağır metal geçişinin belirlenmesi*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Necmettin Erbakan Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü Gastronomi ve Sosyal Bilimler Anabilim Dalı, Konya.
- Uğuz, A. (2017). *Çay olarak ta tüketilen bazı bitkilerdeki ağır metal içeriğinin AAS ile tayini*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Karaman.
- Ünver A., Arslan D., Özcan M. ve Akın A. (2005). *Türkiye'de yetiştirilen bazı asma yapraklarının fizikokimyasal özellikleri ve salamura ürüne işlenmesi*. VI. Bağcılık Sempozyumu Bildiriler Kitabı. 2, 641-646.
- Yağcı, A., Bıyık, A. ve Erdem, H. (2018). *Omcadan salamuraya yaprakta ağır metal değişimi*. Türkiye 9. Bağcılık ve Teknolojileri Sempozyumu. 1, 43-48.
- Yazılan, S. (2010). *Dilovası organize sanayi bölgesi (Gebze-Kocaeli)' deki ağır metal kirliliğinin bitkiler üzerine etkisi*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Yerli, C., Çakmakçı, T., Şahin, Ü. ve Tüfekçi, Ş. (2020). Ağır metallerin toprak, bitki, su ve insan sağlığına etkileri. *Türk Doğa ve Fen Bilimleri Dergisi*. 13(9), 103-114.
- Yıldırım, M., Benzer, F., Çimen, M., Barış, D., Yıldırım, H., Karaca Sanyürek, N. ve Karakavuk, E. (2019). Ispartada yetiştirilen bazı elma çeşitlerinin meyve eti, kabuk ve çekirdek yuvasındaki antioksidan kapasitesinin belirlenmesi. *International Journal of - Science and Research*. 5(1), 31-36.
- Yıldız, N. ve, Dilli Y. (2018). *Bazı sofralık üzüm çeşitlerinin Manisa koşullarındaki fenolik özellikleri ile etkili sıcaklık toplamı (EST) isteklerinin belirlenmesi*. Türkiye 9. Bağcılık ve Teknolojileri Sempozyumu. (1), 409-416.
- Yıldız, D., (2006). *Narince ve sultani çekirdeksiz üzüm çeşitlerinden salamura asma yaprağı üretimine aibberellik asit ve hümkik asit uygulamalarının etkileri*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Selçuk Üniversitesi, Konya.
- Yıldız, F. (2003). *Ankara piyasasında satılan Urfa peynirlerinin mikrobiyolojik, kimyasal ve duysal niteliklerinin saptanması*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Yurtoğlu, N. (2019). Cumhuriyet Döneminde Türkiye'de üzüm yetiştiriciliği ve üzüm politikaları. *Çağdaş Türkiye Araştırma Dergisi*. 21(39), 715-758.

- Zengin, M., ve Yıldız, N. (2019). Kentsel mekanlarda kullanılan “*Elaeagnus angustifolia* L.” nin yaprak örneklerinde ağır metlâl birikimi. *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Tarım e-Doğa Dergisi*. 22(4), 517-525.
- Zorlu Ünlü, T. (2021). *Narince salamura asma yapraklarının bazı fizikokimyasal özelliklerinin ve pestisit kalıntı miktarlarının belirlenmesi*. Yayınlanmamış yüksek lisans tezi. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Lisans Üstü Eğitim Enstitüsü, Tokat.



8. EKLER

8.1. Çözeltiler

0.1 N NaOH çözeltisi: 1 L'lik balon jojeye 4 g NaOH tartılıp aktarılmıştır ve saf su ile balon oje çizgisine kadar tamamlanmıştır.

% 1'lik fenolftalein: 100 mL'lik balon jojeye 1 g fenolftalein tartılıp aktarılmıştır ve balon joje çizgisine kadar %95'lik etil alkol ile tamamlanmıştır.

0.1 N AgNO₃: 1 L'lik balon jojeye 16.99 g AgNO₃ tartılıp aktarılmıştır ve balon joje çizgisine kadar saf su ile tamamlanmıştır.

% 5'lik K₂CrO₄: 100 mL'lik balon jojeye 5 g K₂CrO₄ tartılıp aktarılmıştır ve balon joje çizgisine kadar saf su ile tamamlanmıştır.

% 20'lik Na₂CO₃: 20 g Na₂CO₃ tartılıp bir miktar saf su ile manyetik karıştırıcıda ısı kullanılarak karıştırılıp, çözündürülmüştür. Çözünme işleminden sonra 100 mL'lik balon jojeye alınıp saf su ile çizgisine kadar tamamlanmıştır.

%10'luk C₄H₆O₆: 100 mL'lik balon jojeye 10 g C₄H₆O₆ tartılıp aktarılmıştır ve balon joje çizgisine kadar saf su ile tamamlanmıştır.

Stok Gallik asit çözeltisi (500 mg/L): 100 mL'lik balon jojeye 0.05 g gallik asit tartılıp aktarılmıştır ve balon joje çizgisine kadar %96'lık etil alkol ile tamamlanmıştır.

7 mM ABTS: 0.0384 g ABTS tartılıp 10 mL saf suda çözündürülmüştür.

2.45 mM K₂S₂O₈: 0.0066 g K₂S₂O₈ tartılıp 10 mL saf suda çözündürülmüştür.

Stok ABTS çözeltisi: 7 mM ABTS ve 2.45 mM K₂S₂O₈ çözeltileri 1:1 oranında karıştırılıp oda sıcaklığında karanlıkta 12-16 saat bekletilmiştir.

ABTS çalışma çözeltisi: 1 mL stok çözelti 54 mL etil alkol ile seyreltilerek 734 nm'de 0.700 (±0.02) absorbans değeri verecek şekilde hazırlanmıştır.

Stok troloks çözeltisi (500 mg/L): 100 mL'lik balon jojeye 0.05 g troloks tartılıp aktarılmıştır ve balon joje çizgisine kadar %96'lık etil alkol ile tamamlanmıştır.

0.06 mM DPPH Çözeltisi: 1 L'lik balon jojeye 0.0236 g DPPH tartılıp aktarılmıştır ve balon joje çizgisine kadar %96'lık etil alkol ile tamamlanmıştır. Çözelti 4 °C'de karanlıkta 1 saat bekletilmiştir.

Stok troloks çözeltisi (250 mg/L): 100 mL'lik balon jojeye 0.025 g troloks tartılıp aktarılmıştır ve balon joje çizgisine kadar %96'lık etil alkol ile tamamlanmıştır.

Peptonlu Su (% 0.1): 1 g pepton 1 L'lik balon jojeye 1 g pepton tartılıp aktarılmıştır. Balon çizgisine kadar saf su ile tamamlanmıştır ve pH 7.0'e ayarlanmıştır.

Plate Count Agar (PCA): 1 L'lik balon jojeye 22.5 g PCA tartılıp aktarılmıştır ve balon joje çizgisine kadar saf su ile tamamlanmıştır. Manyetik karıştırıcı ile homojen hale getirilen çözelti otoklavda 121°C'de 15 dakika sterilize edilir ve steril petri kutularına 12.5'er mL dökülmüştür.

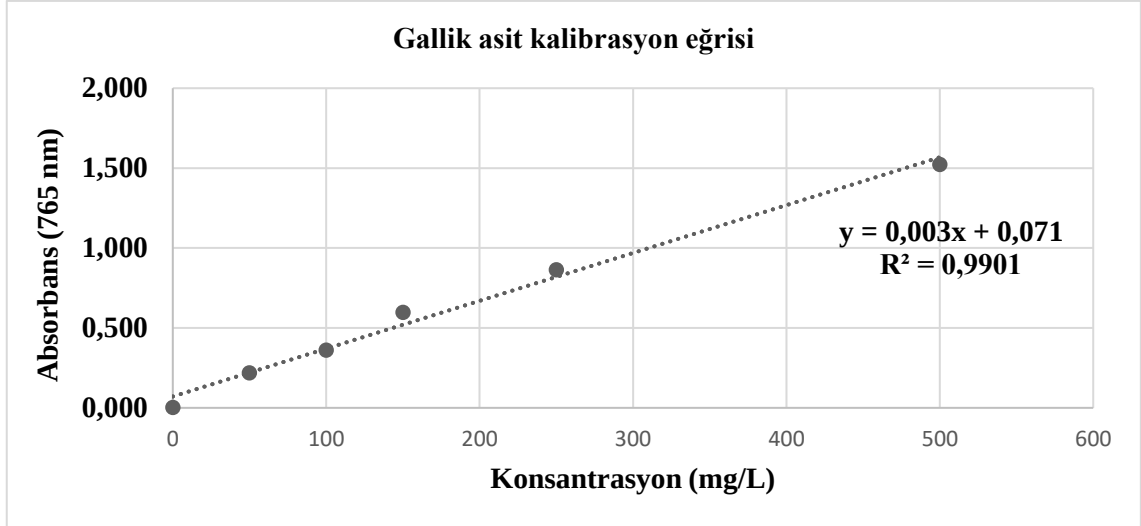
Potato Dextrose Agar (PDA): 1 L'lik balon jojeye 39 g PDA tartılıp aktarılmıştır ve balon joje çizgisine kadar saf su ile tamamlanmıştır. Manyetik karıştırıcı ile homojen hale getirilen çözelti otoklavda 121°C'da 15 dakika sterilize edilmiştir. Otoklav sonrasında 45'de %10'luk tartarik asit pH'ı 3.5 olacak şekilde eklenmiştir ve steril petri kutularına 12.5'er mL dökülmüştür.

MRS Agar (MRS): 1 L'lik balon jojeye 68.2 g MRS tartılıp aktarılmıştır ve balon joje çizgisine kadar saf su ile tamamlanmıştır. Manyetik karıştırıcı ile homojen hale getirilen çözelti otoklavda 121°C'da 15 dakika sterilize edilir ve steril petri kutularına 12.5'er mL dökülmüştür.

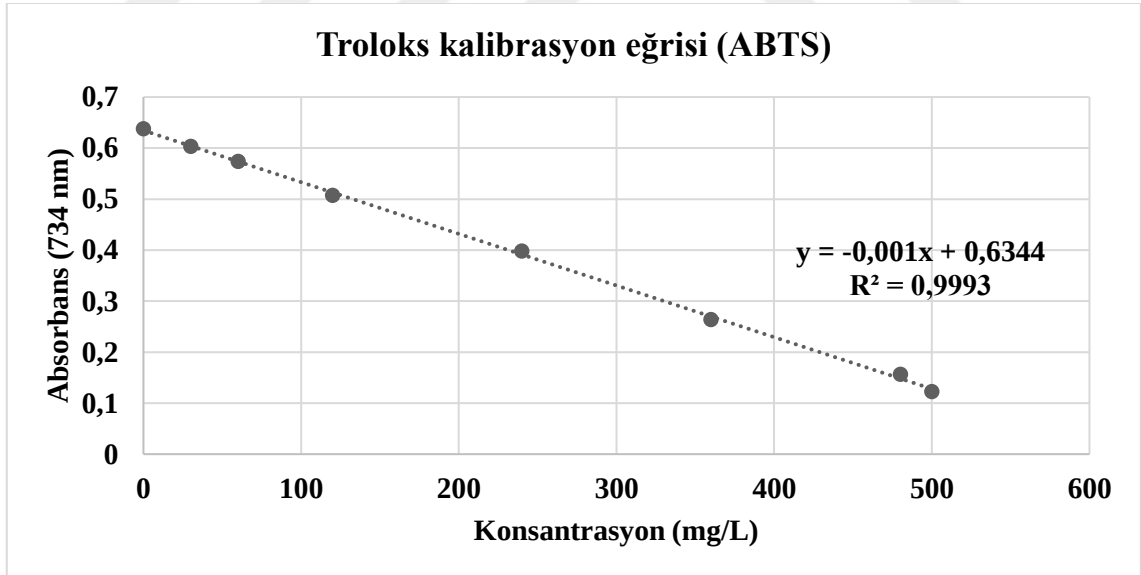
Violet Red Bile Agar (VRB): 1 L'lik balon jojeye 39.5 g VRB tartılıp aktarılmıştır ve balon joje çizgisine kadar saf su ile tamamlanmıştır. Manyetik karıştırıcıda kaynama başladıktan sonra alınıp hızla 45-50°C' a soğutulur ve steril Petri kutularına 12.5'er mL dökülmüştür.

8.2. Kalibrasyon Eğrileri

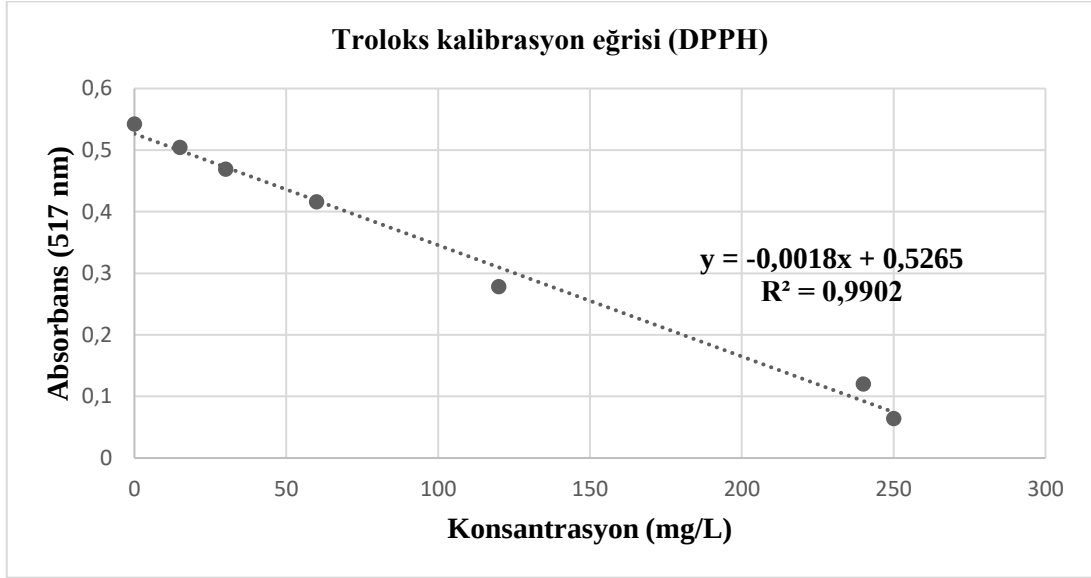
8.2.1. Gallik asit kalibrasyon eğrisi



8.2.2. Troluks kalibrasyon eğrisi (ABTS)



8.2.3. Troloks kalibrasyon eğrisi (DPPH)



9. ÖZGEÇMİŞ

