

ÖZET

YIĞIN MALZEME PARTİKÜLLERİNİN BİR TEMSİLİ VE TAHRİBATSIZ NUMUNESİNİN ALINMASINA YÖNELİK CİHAZ VE BU CİHAZI KULLANARAK NUMUNE ALMA YÖNTEMİ

5

Bu tarif edilen cihaz, buluşa uygun cihaz ile, yığıl malzeme partiküllerin bir numunesinin alınmasına yönelik cihaz ve de yığıl malzeme partiküllerinin alınmasına yönelik bir yöntem ile ilgilidir.

İSTEMLER

1. Yıgıl malzemedeki en az bir mikotoksin kontaminasyonunun tespitine yönelik bir yöntem olup, aşağıdaki adımlardan içermektedir:
 - (a) yıgıl malzemeden 0.1 mm ila 1.0 mm arasında bir partikül boyutuna sahip partiküllerden bir numunenin alınması;
 - (b) alınan numunelerin analiz edilmesi;
 - (c) mikotoksin kontaminasyonunun konsantrasyonunu belirleyerek en az bir mikotoksin kontaminasyonunun tespit edilmesi, ve
 - (d) adım (c)'de belirlenen numunedeki konsantrasyonunun, yıgıl malzemenin toplam numunesinin konsantrasyonu ile ilişkilendirilmesiyle, yıgıl malzemenin gerçek mikotoksin kontaminasyonunun sonuçlandırılması.
2. Ekstrakte edilen numunelerin partikül boyutu 0,1 mm ila 0,7 mm aralığında, ilave olarak tercihen 0,2 mm ila 0,5 mm aralığında bir boyuta sahip olduğu, İstem 1'e göre yöntem.
3. Analizin, kromatografik, spektroskopik veya immünolojik yöntemlerin iletilmesine yönelik bir analiz cihazı ile gerçekleştirildiği, İstem 1 veya 2' ye göre yöntem.
4. Analizin, Yüksek Performanslı Kromatografisi (HPLC), Ultra-Yüksek Performanslı Kromatografi (UPLC), Fourier-Dönüşümleri-IT-Spektroskopisi (FTIR), Nükleer manyetik rezonans spektroskopisi (nükleer manyetik rezonans, NMR), Gerçek zamanlı doğrudan analiz (DART) ya da Enzime bağlı immüno sorbent deneyi (ELISA) ile gerçekleştirildiği, İstem 1 ila 3'ten herhangi birine göre yöntem.
5. Mikotoksinlerin, okratoksinler, aflatoksinler, ergot alkaloidler, fusarium toksinler, özellikle de tercihen deoksinivalenol ve zearalenon, alternaria toksinleri ve sitrin grubundan seçildiği, İstemler 1 ila 4'ten herhangi birine göre yöntem.
6. Yıgıl malzemedeki mikotoksin kontaminasyonunun, partikül numunesinde belirlenmiş olan konsantrasyondan kontrol verileri sayesinde korelasyon yapılarak tespit edildiği, İstemler 1 ila 5'e göre yöntem.

TARİFNAME

YIĞIN MALZEMENİN PARTİKÜLLERİNİN BİR TEMSİLİ VE TAHRİBATSIZ NUMUNESİNİN ALINMASINA YÖNELİK CİHAZ VE BU CİHAZI KULLANARAK NUMUNE ALMA YÖNTEMİ

Mevcut buluş, en az bir mikotoksin kontaminasyonunun yığıl malzemede tespit edilen bir yöntem ile ilgili olmaktadır, ayrıca yığıl malzeme partiküllerinin bir numunesinin alınması için bir yöntem ve bu tarif edilen cihaz vasıtasıyla alınan yöntemi ve cihazın kullanıldığını açıklamaktadır

Mikotoksinler küf mantarından oluşan ikincil metabolizma ürünlerdir. Mikotoksinler bile az miktarda zehirlidir. Bu noktada Mikotoksinler gıdalarda ve yemlerde ciddi anlamda sağlık riski teşkil etmektedir. Mikotoksinin etkileri, memeli hayvanlarda çok farklı olabilmektedir. Bunların, diğerleri arasında, memeli hayvanlarda kanserojen, nörotoksik ya da bağışıklığı baskılayan bir etki geliştirebildiği bilinmektedir. Bununla beraber Mikotoksinler üzerinde alerjik tepkimeler de tanınmaktadır. Şimdiye kadar farklı mantar türleri tarafından üretilen çok fazla sayıda mikotoksinler bilinmektedir. Bilinen Mikotoksinler diğerleri arasında Aflatoksinler, ergo alkaloidleri, Okratoksin A (OTA), Deoksinivalenol (DON) gibi Fusarium toksini ve Zearalenon (ZEA) ve Sitrin gibi Penisilin toksinleridir. Örneğin ZEA ve DON tahıllarda anamikotoksinleri oluşturmaktadır. Fındık baskın bir şekilde Aflatoksin içerirken OTA, yeşil kahve çekirdeğindeki anamikotoksinlerdendir. Mikotoksinlerden çok şiddetli sağlık tehlikesi nedeniyle, bu alanda analiz metodları geliştirmek ve iyileştirmek adına geçmiş yıllarda yoğun çabalar gereğince gösterildi. Genel olarak, kütle spektrometrik ya da floresans saptama ile hem sıvı kromatografik yöntemleri hem de immunoanalizler olarak kullanılmaktadır (Sculmacher et al., 2008; Shephard, 2009; Maragos ve Busman, 2010). Mikotoksinlere ek olarak gıdalar da başka pis maddelerle veya yabancı maddelerle kirlenmiş olabilmektedir. İlgili örnekler; zehirli metaller veya arsenik, antimon veya çinko gibi metal bileşimleri, pestisitler, fungistler, insektisit veya herbisitler veya genetik olarak değiştirilmiş organizmalar gibi bitki koruma ürünleridir.

Bu unsura dayanarak, Mikotoksinin diğer pis maddelerin veya tehlikeli kalıntıların gıdalarda ve yemlerde son derece heterojen yayılmasına özellikle test edilen gıdalardan bir numune alınması ve hazırlanması büyük bir sorun teşkil etmektedir. 24 (2), (2008), 98 ila 104; Miraglia et al., Food Addit. Contam. Suppl 1, (2005), 31 ila 36). Halihazırda reçeteye göre gıda yasasına yazılan

prosedür EC 401/2006 " Methods of sampling and analysis for the official control of the levels of mycotoxins in foodstuffs" gevşek yığıl malzemenin hacim olarak adlandırılan birçok kilogramın homojenizasyonu göz önünde tutulmaktadır. Birçok kalı malzemeleri, analiz sürecini rahatsız ettiğinden ve gerektiğinde özellikle bir Mikotoksin miktar belirlemesini zorlaştırdığından veya engellediğinden, katı faz-ekstraksiyon veya afinite kromatografisi gibi oldukça pahalı ve kompleks saflaştırma prosedürlerine bağlanmaktadır. B Analyt Technocol Biomed Life Sci, 878 (2), (2010), 115- 32; Biselli ve Hummert, Food Addit. Contam. 22 (8), (2005), 752-60). Bu nedenle numune alın ve numune hazırlama anlamıyla yüksek zaman ve iş yoğunluğuyla ayrılmaktadır.

10

En basit numune alın için önceden birkaç mızrak uçları yapılmaktadır. EP 0 411 932 B1 de bir temsili tahıl ve undan bölüm örneği alın ve yönelik numune sondası açıklanmaktadır. EP 1 221 605 B1'de, bir toz numunesinin örneklenmesi için bir taşıyabilir yedek-şekilli mızrak ucu açıklanmaktadır.

15

US 6,324,927 B1 yabancı maddelerin örneklendirilmesi için, numunenin hava geçirmez bir bölme içinde gaz sensör taşıyıcı titreşimine maruz kaldığı toz parçacıkların serbest bırakılmasını yöneten bir metot ve cihaz açıklanmaktadır.

20

Stroka et al.; Toxicology Letters, 153 (2004), 99 ila 107 numunelendirme çeşitli gıda yığıl bir numune mızrağı yardımıyla yada DiscoveryCERT FQS™ numune sistemleriyle açıklanmaktadır. Numunenin toz içeriği farklı filtre malzemelerinde toplan ve High Performance Liquid Chromatography (HPLC)- aracılığıyla ve de Fourier- Transformations- IR- Spektroskopie (FTIR)- yöntemleriyle analize edilmektedir. Bununla birlikte, toz ve tüm numune kontaminasyonunun açık ve kesin bir ilişkisi belirlenmemektedir.

25

Şimdiye kadar bilinen yöntemlerin bir dezavantajı bu yöntemlerin, cam filtre filtreleri veya membranlar yoluyla örnek toplanması öngörülmüştür. Bununla birlikte, bu tip bir numune toplama, numunelerin sadece tek bir analiz şeklinde değerlendirilmesine izin verir. Toplanan numunenin analizinin yeni bir tetkiki veya tekrar bu yüzden mümkün değildir. Ayrıca, genel numuneye kıyasla alınan numunenin mikotoksinlerle veya diğer kontaminantlara ilişkin kazanılan numunelerin açık bir ilişkisi önceki tekniğe bakıldığında kanıklanmamaktadır. Bu bağlamda, şimdiye kadar mevcut olan yöntemlerle elde edilen bu numuneler temsili numuneleri betimlememektedir. Bundan dolayı mikotoksinler veya diğer kontaminasyonun açık bir göstergesi olmayan bir numunenin geçerliliğini önemli ölçüde azaltır. Ayrıca, önceden bilinen

35

yöntemlerin dezavantajlı olması bunların bazen teknik olarak çok masraflı olmasıdır. Bu, hata kaynaklarının beraberinde getirmektedir ve aynı zamanda bu tür cihazların edinimi ve hizmeti yüksek maliyetlere neden olur.

- 5 Önceki teknik yöntemlerinin yukarıda bahsedilen bu dezavantajlar göz önünde bulundurulduğunda, gıda ve yem yemliklerin sözde kitle olarak adlandırılan geliştirilmiş ve temsili örnekleme tarif edilmektedir. Ayrıca, ucuz ve daha az iş yoğunluğu olan, gerçekleştirilmesi kolay bir yöntem tarif edilmektedir. Mevcut buluş, bir mikotoksin kontaminasyonunu saptamak için güvenilir ve anlamlı bir yöntem sağlama, teknik sorununa
- 10 dayanmaktadır.

Bu teknik sorun, istemlerde tanımlanan konu ile çözülür.

- Bu buluşun bir birinci konusu, aşağıdaki aşamaları içeren en az bir My-otokotoksin
- 15 kontaminasyonunu toplu malzeme içinde tespit etmek için bir yöntem ile ilgilidir: (a) dökme malzemeden 0.1 mm ve 1.0 mm'lik bir parça büyüklüğüne sahip olan parçacıkların bir örneğini almak; (b) çıkarılmış parçacıkların analiz edilmesi; ve (c) mikotoksin kontaminasyonunun konsantrasyonunu belirleyerek bir mikotoksin kontaminasyonunun saptanması ve (d) Adım (c)'de belirlenen konsantrasyonu, yem malzemenin toplanan
- 20 numunesi ile ilişkilendirerek, yem malzemenin gerçek mikotoksin kontaminasyonunun sonuçlanması.

- Buluşa göre, "Kontaminasyon", özellikle gıda maddelerinin kirletici olduğu anlamına gelir. Bu tür kirleticiler Arsen, Antimon veya Çinko, bitki koruma ürünleri gibi Mikotoksin, toksit metal veya
- 25 metal bileşimlerini kapsar ve pestisit, fungusit, insektisit veya herbisitle veya genetik olarak değiştirilmiş organizmalardır.

- Mikotoksinler özellikle Okratoksinleri, Aflatoksinleri, ergot alkaloidleri, özellikle Deoksinivalenol (DON) ve Zearalenone (ZEA), Alternaria toksinleri ve sitrinin gibi fusarium
- 30 toksinlerini kapsamaktadır.

- Buluşa göre, en az bir mikotoksin konsantrasyonunun saptanması için mevcut buluşa ait yöntemdeki mikotoksinler, tercihen, özellikle Deoksinivalenol ve Zearalenone, alternaria toksinleri ve sitrinin gibi, Okratoksinler, Aflatoksinler, ergot alkaloidler, Fusarium toksinleri
- 35 içeren gruptan seçilmektedir.

Buluşun tercih edilen bir düzenlemede alınan numunelerin partikül boyutunun 0,1 mm ila 0,7 mm aralığında, devamla tercih edilen 0,2 mm ila 0,5 mm aralığında içerdiği ön görülmektedir.

En çok tercih edilen bir yapılandırılarda, High Performance Liquid Chromatography(HPLC) ile analiz-grafisi, Ultra-High-Performance Chromatography (UPLC), Fourier-Transformations-IR-Spektroskopie (FTIR), Nükleer manyetik rezonans spektroskopisi(nuclear magnetic resonance, NMR), Direct Analysis in Real Time (DART) ya da Enzy-me-linked immunosorbent assay (ELISA) gerçekleştirilmektedir.

10 Ayrıkça, bir ayırma birimi (100) ile ve bir emme ünitesi (110), numuneyi ayırma ünitesinden emme ünitesine geçen bir hava akımı biriminden almak için, tam anlamıyla bir kanal (20) yukarıya doğru hizalanmış ağ (25), bir süzgeç (35) ile düzenlenmiş bir sonda (30) bir kanaldan(20) aşağıya ve dikey olan, kanaldan (20) düzenlenen santrifüj ayırma (40) bir santrifüj ayırma (40) altına takılan kap (45) santrifüj ayırma (40) öncülük eden bir kanal 15 (50), aşağıya yönünde bir filtreyi (55) geçtiği, aşağıya doğru filtreden (55) temizlenen kanal (60), filtreden (55) emme ünitesine (110) kadar geçen, bir vana (65) ile ve bir kanaldan(60) kollara ayrılan bir kanal (70) bir kanaldan (70) bitişinde düzenlenen manometre (75), emme ünitesinin (110) bir hava üfleyicisi olduğu, kanal (20) içinde hava akımının hızı tercihen 30 ila 70m/s aralığında gerçekleştiği partiküllere yönelik bir yığın malzemeden alınan 20 bir numune alma cihazı açılmaktadır

Mevcut buluş ile bağlantılı olarak "yığın malzeme" ifadesi ile yığılanabilir bir biçimde olan bir karışımın tanecikli veya topak bir haldeki ürünü ifade edilmektedir. Buluşa göre, "yığın malzeme" ifadesi ile özellikle gıda ve yem yığın malzemeleri, tahıl grubundan hububat gibi, 25 buğday gibi, örneğin buğday, mısır, çavdar veya arpa, ya da un, tuz, şeker, fındık veya kahve gibi ürünler anlaşılmaktadır

Uzamsal alanda emme ünitesi ve burada üretilen hava akımının uzunluğuna göre büyük bir mesafe içerdiği , "yukarıya" ifadesi ile bir yönelim anlaşılmakta olduğu açılmaktadır "Aşağıya 30 akım" ifadesi ile, uzamsal ilişki içindeki emme ünitesine ve buna göre üretilen hava akımının kısa bir mesafeye göre içerdiği bir yönelim bilinmektedir.

"Dikey" ifadesi ile büyük Ölçüde 90 derecelik bir açıyla bir yönelim anlaşılmaktadır Ayrıkça "dikey" ifadesinin, 90°'lik bir açıda, örneğin 45 ° ila 135 ° arasında bir sapma açısı sağlayan bir 35 yönelim öngörüldüğü anlaşılmaktadır Dikey bir yönlendirme, bu tür bir yönlendirme olduğu

anlaşılmaktadır. Kanal (20) santrifüj ayırıcısına (40) olan ilişkisine göre hizalandığı, hava akışının partiküllerle santrifüj ayırıcısına (40) çarptığı, partikülün teğetsel olarak yerleştirilmesi ve böylece santrifüj ayırıcısında dairesel bir yola ulaştığı göz önünde bulundurulmaktadır.

- 5 Bir "Kanal" ifadesi ile, özellikle boru türünde bir bağlantı borusu, bir hortum veya bir iletken anlaşılmaktadır.

- Kontaminasyonlar, mikotoksin gibi, genellikle çok homojen olmayan yığın malzemelerinde dağılmaktadır. Kontaminasyon, özellikle mikotoksinler, yığın malzemede dengesiz ve düzensiz bir şekilde dağılımı anlamına gelmektedir. Bu nedenle, herhangi bir numuneyi alarak, Kontaminasyonun doğru bir şekilde tespit edilebileceği, numunenin gerçek anlamda sadece az miktar yüklendiğinden kontamine olma olasılığı yüksektir. Ancak, bu durum, tüm yığın malzemesinin tek bir numunede tespit edilenden önemli ölçüde daha fazla kirlendiği için belirli koşullar altında gerçek durumu yansıtamayabilir. Dolayısıyla, kontaminasyonun, her biri farklı seviyelerde kontaminasyon gösteren bireysel numuneleri yansıtan homojen olmayan dağılımdan kaçınılması gerekmektedir. Bununla birlikte, gerçek bir kontaminasyon tamamıyla yığın halindeki malzemesinin sonuçlanabilmesi için, tek bir numunenin kendi başına anlamlı ve temsili olmadığının varsayılabilir.

- 20 Bu bağlamda, tüm yığın malzemenin kontaminasyonunu belirlemek için, partikül numunesine dayanan daha küçük bir numunenin alınmasıyla yönelik bir yöntemle göre koşullar oluşmaktadır.

- Şaşırtıcı tutum ise buluşa göre algılama yöntemi en az bir numune parçasının 0,1 mm büyüklüğünde 1,0'a kadar güvenilir ve anlamlı bir kanıt ile bir kontaminasyonu etkinleştirmektedir. Numune parçacıklarının bir kontaminasyon içerdiği ve konsantrasyonu, genel numunenin kontaminasyonundan farklı olduğu gösterilebilmektedir. Bu şartla konsantrasyon, numune parçacıklarının kontaminasyonu örneği gibi anlamı bakımından genel numune düşüşünden daha büyük olabilmektedir. Alınan numune partikülleri 0,1 mm ila 1,0 aralığında temsili bir numune partikülü oluşturması ve bu kavrama genel numunenin kontaminasyon içerdiği açıkça gösterilebilir. Partikül numunesinin yabancı madde konsantrasyonu, kütle numunesi ile ilişkilendirilerek, parçacık numunesinin gerçek kontaminasyon üzerine olan etkisi doğrulanabilmektedir.

- 35 Mevcut buluş "güvenilir kanıt" ya da "anlamlı kanıt" ifadesi ile, göz önünde bulundurulan bir

önemli kütlede belirlenen bir gıda kontaminasyonu anlaşılacaktır, böylece statistik temellere göre güvenli sonuçlara ulaşmaktadır

Burada bahsedilen belirli bir partikül büyüklüğüne sahip numune cihazı kazanılabildiğini, 5
şu şekilde, Kontaminasyona yönelik Mikotoksin üzerinden analizlere göre belirli bir Mikotoksinkonsantrasyon, yüksek bir kütlede toplam numune Mikotoksinkonsantrasyonun araştırılan yığın malzemesi ile birlikte ilişkilendirilmektedir. Bu avantajı temsili numune alımı, santrifüj ayırma vasıtasıyla, Siklon olarak da adlandırılır, numune kazancı ile mümkün kılınmaktadır. Bu bağlamda sunulan buluş kapsamında "temsili" numune sıfatıyla 10
anlaşılır, belirli numune karakteristiği, Mikotoksinler veya bitkisel veya mikrobiyal toksinler ile Kontaminasyonlar yansıtıldığı toplam numune ile belirli karakteristik bakımından yüksek bir kütleyle ilişkilendirilmektedir. Santrifüj ayırma ünitesi tarafından üretilen hava akışında bulunan parçacıkların çözülümünü gerçekleştirmektedir. Santrifüj ayırma, aşağı bölgeden küçülten konik bir şekli içerdiği açıklanmaktadır. Ayrıca, santrifüj ayırma içinde teğet 15
geçen hava akışı partikül karışımına monte edildiği açıklanmaktadır. Böylelikle hava akışında bulunan partikül dairesel bir yolda yönlendirilmektedir. Konik şekilli merkezkaç toz ayırma küçültme ile hava akışının dönme hızı artmaktadır, böylelikle oluşan santrifüj vasıtasıyla santrifüj ayırma konik duvarına kaydırılmaktadır. Böylece, belirli bir partikül boyutuna sahip olan bu tip partikül numunelerin incelenecek olan yığın malzemeden ayrıştırıldığı açıklanmaktadır

20
Santrifüj ayırma ile hava akışının ayarlanması istenen bir büyüklükteki partikülleri seçici olarak izole etmenin ve uzaklaştırmanın belirli bir emme ile mümkün olduğu devamında açıklanmaktadır. Burada yüksek mikotoksin yükü içeren açıklanmış bu cihaz vasıtasıyla belirli bir partikül boyutu ile izole edilebileceği gösterilebilmektedir. Mikotoksinler, hususi yığınlara 25
yerleşmektedirler. Daha küçük çaplı partiküller daha büyük çaplı partiküllere kıyasla daha büyük bir yüzey alanına/ hacim-orana sahiptir. Böylece, daha büyük bir hacim/ yüzey oranına sahip daha küçük bir boyuta sahip olan partiküller daha büyük boyuta nispeten daha küçük hacim/oranına sahip olan partiküller olarak Mikotoksinler ile daha yüksek bir derecede yüklenmektedirler. Burada açıklanan cihaz vasıtasıyla yığın malzemelerde yüksek bir kütle olan 30
kendi mikotoksin konsantrasyonunda toplam yükü Mikotoksinlerle temsil eden, bilhassa numuneler partikül boyutu alanında kazanabilmektedir. Dolayısıyla, burada tarif edilen cihaz, çok temsili numunelerin, belirli bir partikül boyuta ait numunelerin elde edilmesiyle izole edilebildiği avantajı bir şekilde ulaşılabilir; bu şekilde, mikotoksinlerin, yığın malzemelerde yükü, basit ve güvenilir bir şekilde tespit edilebilir.

Bir ayırma cihazı (100) olan temel olarak bir santrifüj ayırıcı (40), bir kap (45), bir kanal (50) bir filtre (55) bir vana (65) bir kanal (70) ve bir manometreyi (75) içeren bir cihaz burada açıklanmaktadır

- 5 Ayrıcı, sondanın (30) bir mobilizasyon ünitesinde (130) bir ağız (135) yerleştirildiği ve yığın malzeme numunesinin elde edildiği açıklanmaktadır

- Burada, mobilizasyon ünitesinin (130) bir tambur karıştırıcısı olduğu, tercihen bir devir sayı 10 ila 120 rpm aralığında, tercih edilen 15 ila 100 rpm aralığında, devamla tercih edilen 15 ila 80 rpm aralığında, devamla tercih edilen 15 ila 50 rpm aralığında, devamla tercih edilen 15 ila 30 rpm aralığında, özellikle tercihen 28 rpm içerdiği açıklanmaktadır. Bu tür devir sayıları tahribatsız bir şekilde numunenin yığın malzemeden alınması için açıklanmıştır. "Tahribatsız" ifadesi ile bozulmamış ve eksiksiz durumda olan bir numunenin özelliği anlaşılmaktadır
- 10

- 15 Mobilizasyon ünitesinin (130) bir vibratör ve titreşimli taşıyıcıya da bir fandan oluşturulan hava akımı ile açıklanmaktadır

Mobilizasyon ünitesi (130), bir motorlu demir veya çelikten oluşmaktadır. Ayrıcı, Metal, metal alaşımlar veya plastikler, polimerler açıklanmıştır

20

Mobilizasyon ünitesi (130) 20 ila 100 cm aralığında, devamında 30 ila 60 cm aralığında özellikle 50 cm bir çap içermektedir.

- Sondanın (30) 2cm ila 25 cm aralığında, devamında 4 cm ila 10 cm aralığında, özellikle 7 cm bir çap içerdiği açıklanmaktadır. Sonda çapının artmasıyla partikül mesafesinin artışıyla yetiştirildiği açıklanmaktadır. Bununla birlikte büyük çaplı bir sondanın kullanılması için, emilecek partiküllere başka bir mesafenin dahi durdurulabildiği gerçekleştirilmiştir. Bununla birlikte, hiç bir gereklilik olmaksızın, incelenecek olan yığın malzemeye yakın bir yere yerleştirmek için uzamsal bir esnek mesafe ile bir partikül numunesi alınabilmektedir. Sonda (30), polietilenden (PE) oluşmaktadır
- 25
- 30

Alternatif olarak devamla sentetik madde malzemeleri, polimerik, cam veya metal açıklanmaktadır

- 35 Süzgecin (35) sonda (30) içinde bir metal süzgeç olduğu açıklanmaktadır. Devamında, bu

yapay madde süzgecin (35) veya ince bir zar olduğu açıklanmaktadır. Bu süzgecin (35) 1mm ile 10 mm aralığında , devamı 2 mm ile 5 mm kadar bir ağ ve özellikle 3mm içerdği açıklanmaktadır.

- 5 Tercih edilen düzenlemede bu buluş, toplanan numunelerin partikel boyut fraksiyonu tercihen 0,1mm ile 1,0 mm aralığında, devamı tercihen 0,1 mm ile 0,7 mm aralığında, özellikle tercihen 0,2 mm ile 0,5 mm içerdği öngörmektedir. Buluşa göre toplanan numune partikülün boyutu 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 veya 1,0 mm olması tercih edilmektedir.

10

Ayrılma birimi (100) bir dölçünün 10 cm ile 100 cm aralığında, devamı tercihen 20 cm ile 60 cm aralığında, özellikle tercihen 40 cm içermesi gerektiği açıklanmaktadır.

15

Emme ünitesinin (110) bir hava fanı olduğu, kanalda (20) bulunan hava akışının tercihen 40 ile 60 m/s aralığında, özellikle 58 m/s üretildiği açıklanmaktadır. Ayrıca Emme ünitesinin (110) dölçölçüsü 10 cm ile 100 aralığında, devamı 20 cm ile 60 cm aralığında, özellikle 40 cm içerdği açıklanmaktadır.

20

Belirli bir partikül fraksiyonunun, belirli bir emme ünitesine sahip olan bir hava akışını ayarlayarak santrifüj ayarında elde edildiği açıklanmaktadır. Bu ayarlar küçültme vanası ile elde edilmektedir. Emme akışını ayarlanmasınanometre tarafından gerçekleştirilmektedir. Belirlenen basınç ile uygun bir hava akışı belirli bir emme ünitesi vasıtasıyla ayarlanabilmektedir.

25

Bu kanalın (20) sentetik maddeden oluştuğu açıklanmıştır. Diğer maddeler polimeren, cam ya da metal alaşımlardır. Bu kanalın (20) bir çap olarak 1 cm ile 5 cm aralığında, devamı tercihen 1,5 ile 3,5 cm aralığında, özellikle tercihen 2,5 cm içerdği açıklanmaktadır. Ayrıca kanalın (20) 0,1 m ile 5 m aralığında, devamı 0,1 m ile 3 m aralığında, özellikle 0,1 m ile 2m aralığında uzunluk içerdği açıklanmaktadır. Bu kanalın (20) aşağıdaki yönlendirilen bitiş kısmı partikül- /hava akışını karşılamak için santrifüj ayarında (40) içinde dairesel bir yol üzerinde teğetsel bir fan olacak şekilde tasarlandığı açıklanmaktadır.

30

Bu santrifüj ayarının (40) polietilenden oluştuğu açıklanmaktadır. Ayrıca, santrifüj (40) ayarın diğer sentetik maddelerden ya da polimeren, cam, metal veya metal alaşımlardan oluştuğu açıklanmaktadır. Açıklanan bu santrifüj (40) ayarın çapı 1 cm ile 25 cm, devamı 5 cm ile 10 cm

35

aralığında, özellikle 8 cm olduğunu içermektedir. Devam eden örnek, santrifüj ayırıcısı (40), 1 cm ila 50 cm aralığında, devamla 1 cm ila 30 cm aralığında, özellikle 20 cm bir yükseklik içermektedir.

- 5 Kabın (45) numunelerin de içinde toplanan bir depo olduğu, yani bir numune toplayıcı depo olarak açılanmaktadır. Bir örnekte, kabın (45) bir vida dişi üzerinden santrifüj ayırıcısı ile bağlanmaktadır. Diğer bağlantılar, bir bileme sırasında santrifüj ayırıcısına (40) veya kaba (45) aynen bir kışak olduğu ayrıca açıklanmaktadır. Kabın (45) polietilenden (PE) oluştuğu açıklanmaktadır. Ayrıca, bu kap (45) sentetik maddeden polimer veya camdan oluştuğu açıklanmaktadır. Bu kabın (45), 5ml ila 500 ml aralığında, devamla 100 ml ila 400 ml aralığında, özellikle 200 ml bir hacim içerdiği ayrıca açıklanmaktadır.

Diğer bir örnekte kap (45) içinde bir ekstre maddesi tebliğ ettiği açıklanmaktadır. Muhtemel ekstre maddeleri, asetonitril, metanol, veya su olmaktadır.

15

Ayrıca iki veya üç çeşit ekstre maddelerinin karışımı açıklanmaktadır. Bir diğer örnekte iki veya üç çeşit ekstre maddenin karışımı içinde birbiriyle çeşitli oranlarda mevcut olabileceği tarif edilmektedir.

- 20 Bir örnekte asetonitril/su ekstre maddesi olarak kullanılır. Bir örnek listesinde, karışım oranı hacim cinsinden asetonitril/su 80/20, veya hacim cinsinden asetonitril/su 60/40 veya hacim cinsinden asetonitril/su 50/50, veya hacim cinsinden asetonitril/su 40/60, ya da hacim cinsinden asetonitril/su 20/80'dir ve geri kalanı saf sudur.

- 25 Diğer bir örnekte ekstre maddesinin asetonitril/metanol/su olduğu açıklanmaktadır. Ayrıca asetonitril/metanol/suyun hacim cinsinden 40/40/20 oranında mevcut olduğu açıklanmaktadır.

Bu ekstrakte edilmiş maddenin, tespit edilecek olan toksin ya da malzemeye göre adapte edilebileceği açıklanmaktadır.

30

Bir diğer örnekte, doğrudan kaba (45) bir analiz cihazına bağlanmaktadır.

Ayrıca, buluşa göre tercihen, analiz cihazının kromatografik, spektroskopik veya immünolojik yöntemlerin uygulanması için uygun olduğunu öngörmektedir.

35

Buluşa göre tercihen, analiz cihazıyla Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi (HPLC), Ultra-Yüksek Performanslı Kromatografi (UPLC), Fourier- Dönüşümleri -IT-Spektroskopisi (FTIR), Nükleer manyetik rezonans spektroskopisi (nuclear magnetic resonance, NMR), Gerçek zamanda doğrudan analiz (DART) ya da Enzime bağlı immünosorbent deneyi (ELISA) uygulanması uygun olduğu öngörülmektedir.

Bir diğer örnekte, Kanal (50) yukarı akışın sonunda bulunduğu santrifüj ayırıcısı (40), daldırma borusu şeklinde, dikey, eşlik ettiği açılanmaktadır. Kanal (50) sentetik maddeden oluştuğu açılanmaktadır. Ayrıca kanal (50) 1 cm ile 5 cm aralığında, devam 2 cm ile 4 cm aralığında, özellikle 2,5 cm içeren bir çap olduğu açılanmaktadır.

Bir diğer örnekte filtrenin (55) cam elyaf filtresi olduğu açılanmaktadır. Filtrenin (55) bir filtre taşıyıcıda paslanmaz bir filtre üzerinde yer aldığı açılanmaktadır. Filtrenin (55) emme ünitesinin (110) kirlenmesini önlediği açılanmaktadır. Bir örnekte filtre taşıyıcısının 1 cm ile 20 cm aralığında, devamında 1 cm ile 15 cm aralığında, özellikle 8 cm bir çap içerdiği açılanmaktadır. Ayrıca filtrenin (55) 1 cm ile 20 cm aralığında, devamında 1 cm ile 15 cm aralığında, özellikle 8 cm bir yükseklik içerdiği açılanmaktadır.

Bir örnekte kanal (70) sentetik maddeden oluştuğu belirtilmektedir. Ayrıca, kanal (70) 1 cm ile 5 cm aralığında, devam 2 cm ile 4 cm aralığında, özellikle 2,5 cm aralığında bir çap içerdiği açılanmaktadır.

Bir örnekte Kanal (60) bir hortum olduğu açılanmaktadır. Bir örnekte kanal (60) bir lastik hortumdur.

Bir diğer örnekte vananın (65) indirgenen vana olduğu açılanmaktadır. Emme ünitesinden (110) çıkan hava akışının vana (65) üzerinden düzenlendiği açılanmaktadır.

Santrifüj ayırıcısının (40), kabı (45), kanal (50), filtrenin (55), kanal (70), manometrenin (75), aşağı akış yöneltilen kanal (20) bitiş kısmı, yan tarafta yukarı akış yöneltilen kanal (60) bitiş kısmı bir bölmeye (10) düzenlendiği, yukarı akış yöneltilen bir ağzı (15) ve aşağı akış yöneltilen bir ağzı (16) içeren, aşağı akış yöneltilen kanal (20) bitiş kısmının ağzı (15) vasıtasıyla ve yukarı akış yöneltilen kanal (60) ağzı (16) vasıtasıyla uygulandığı açılanmaktadır. Bölmenin (10) bir iletme özelliği ve cihazın stabilitesinin gerçekleştiği açılanmaktadır.

Ayrıca yığıl malzeme partiküllerinin bir numunesinin alınmasında yönelik bir yöntemde yukarıda belirtilmek üzere olan cihaz ile bir mikotoksin kontaminasyon kanıtlanmaktadır tam olarak adınlar şu şekildedir:

5

(a) yığıl malzemelerinin partikülleriyle sondanın (30) teması sağlanır

(b) emme ünitesinden (110), santrifüj ayırıcısı (40) üzerinden sonda (30) üzerine bir hava akışı oluşturarak partiküllerin emilmesi, ve

10 (c) santrifüj ayırıcısı (40) altına monte edilen kapta (45) partiküllerin toplanması ve çıkarılması burada toplanan numunenin parçacık boyutu fraksiyonu tercihen 0.1 mm ile 1.0 mm arasında bir boyuta sahiptir.

Numunelerin 0,1 mm ile 0,7 mm aralığında ve devamında tercihen 0,2 mm ile 0,5 mm aralığında bir boyut içerdiği açıklanmaktadır

15

Bu partiküllerin (a) adında yığıl partiküllerin hareketiyle dönmekte olduğu açıklanmaktadır

Tarif edilen cihaz ve yöntemin yanlış yığıl malzemenin içine doğrudan temasını gerçekleştirmemesini sağladığı açıklanmaktadır. Daha doğrusu temasın sadece yığıl malzemelerin partikülleri ile gerçekleştirilmesi öngörülmüştür. Bu nedenle buluşa ait cihaz ve buluş niteliğindeki yöntemlerle yığıl malzemelerin bir yükleme veya deşarj işleminde partiküllerin alınma seçeneği vardır. Sondanın, partiküller ile temasını, bir fan tarafından üretilen bir tamburlu mikser, vibratör, titreşimli kayış veya hava akışı gibi bir mobilizasyon birimi üzerinden dönme yoluyla elde edildiği açıklanmaktadır

25

Yığıl malzemelerin temsili bir numunesinin alınmasında yönelik cihazın kullanılması en az bir mikotoksin kontaminasyon kanıtı olması partikül boyut fraksiyonun toplanan numuneleri tercihen 0,1 mm ile 1,0 mm aralığında olması açıklanmaktadır

30

Devamı partikül boyut fraksiyonun toplanan numune boyutu 0,1 mm ile 0,7 mm aralığında, özellikle tercihen, 0,2 mm ile 0,5 mm aralığında olması tercih edilmektedir.

Bu kullanımı mikotoksinlerin kanıtına yönelik kullanımı sağladığı açıklanmaktadır

35

Tercihen mikotoksinler, okratoksinler, aflatoksinler, ergot alkaloidler, özellikle tercihen

deoksinivalenol ve zearalenon, alternaria toksinleri ve sitrinin gibi Fusarium toksinlerinden oluşan gruptan seçilir.

Bu buluş takip edilen örneklerle ve buna dahil olan şekillerle daha yakından açıklanmaktadır

5

Şekil 1 cihazın şematik bir yapılandırılmasını gösterir.

Şekil 2 buğdayda cihaz ve kontrol numuneleri ile elde edilen partikül numunelerinin deoksinivalenol (DON) konsantrasyonunun [$\mu\text{g/kg}$] korelasyonunu gösterir.

10

Şekil 3 buğdayda cihaz ve kontrol numuneleri ile elde edilen partikül numunelerinin zearalenon (ZON) konsantrasyonunun [$\mu\text{g/kg}$] korelasyonunu gösterir.

Şekil 4 mısırda cihaz ve kontrol numuneleri ile elde edilen partikül numunelerinin deoksinivalon (DON) konsantrasyonunun [$\mu\text{g/kg}$] korelasyonunu gösterir.

15

Şekil 5 mısırda cihaz ve kontrol numuneleri ile elde edilen partikül numunelerinin zearalenon (ZON) konsantrasyonunun [$\mu\text{g/kg}$] korelasyonunu gösterir.

Şekil 6 kahvede cihaz ve kontrol numuneleri ile elde edilen partikül numunelerinin oktaroksin A (OTA) konsantrasyonunun [$\mu\text{g/kg}$] korelasyonunu gösterir.

20

Örnek 1 : Bir cihaza göre yığılmalzeme partiküllerinin bir temsili ve tahribatsız numunelerin alınması

25

Yaklaşık 5 kg'lık gevşek grana ürünlerinden oluşan tahıl, yeşil kahve veya fındıklar tamburlu mikserle yerleştirilir. Tamburlu mikser 28 rpm devriyle çalıştırılır. Yığılmalzeme partikülleri bu sayede çözünür ve ortam havasına bürünür. Cihazın sondası (30), şekil 1 de gösterilen, mobilizasyon birimine (130) aşağı (135) kısmına yerleştirilmektedir. Hava üfleyiciden (110) başlayarak, sonda (30) aşağı yöünde geçen boruda (20) 58.2 m / s'lik bir hız üreten, bir hava akışı üretilir. Partiküller, santrifüj ayırıcısının (40) altında düzenlenmiş numune toplama kabına (45) santrifüj ayırıcısı (40) vasıtasıyla boru (20) vasıtasıyla sondadan (30) emilir ve yönlendirilir. Cihazın spesifik tasarımı, özellikle santrifüj ayırıcısı (40) sayesinde, özellikle 0,2 mm ila 0,5 mm aralığında bir boyutu olan partiküllerin toplanmasını sağlamıştır.

30

35

Örnek 2: Gıda kaynaklı mikotoksinler için analiz yöntemleri

2.1 Buluşa göre partikül numunesinin elde edilmesi

- 5 Yaklaşık 5 kg'lık gıda kaynaklı (buğday, malt, mısır, yeşil kahve, fındık veya buna benzer diğer ürünleri) partiküller, cihaz ile Örnek 1'de tarif edilen yöntemle göre elde edilir.

2.2 Buluşa göre toplanan partikül numunelerinin mikotoksin konsantrasyonuna yönelik numune hazırlığı

10

0,25 - 0,5 g partikül numunesine, 10 ml bir asetonitril/su karışımı (hacim cinsinden 80:20) eklenmektedir. Dâhili standartlar olarak 200 µl bir zearalenon- çözünürü c = 5 µg/ml konsantrasyonu ile ve de 200 µl bir fusarenonX- çözünürü c = 20 µg/ml konsantrasyonu ile doping edilir. Bu ekstrakte edilmiş madde ultrasonik banyoda en yüksek güç altında 5 dakika ve de 20 dakika mekanik çalkalayıcıda çalkalanmaktadır

15

Bu ekstrakt, cam elyaf bir filtre içerisinde filtrelanmaktadır. Ekstraktın bir alikotu azot akımında 60°C buharlaştırılır ve HPLC-Eluentten tekrar geri alınır ve 1:5 HPLC-Eluent ile seyreltilmiştir.

20

2.3 Kontrol numunelerin homojenizasyonunun geleneksel analizi

2.3.1 Kuru öğütülmüş numuneler (örneğin buğday, tahıllar gibi)

- 25 Geriye kalan yaklaşık 5 kg oranındaki diğer gıda ürünü, 2.1'de buluşa göre tarif edilen partikül numunelerinin elde edilmesinden sonra, tamburlu karıştırıcıdan alınır ve doğrudan ince toz olarak öğütülür. (tane boyutu < 1 mm).

Bu numuneler cihazdan elde edilen partikül numunelerinin kontrolünü temsil etmektedir.

30

2.3.2 Islak olarak öğütülmüş numuneler (örneğin yeşil kahve çekirdekleri, yemiş veya benzeri; ancak buğdaylar kullanılmamıştır çünkü içlerinde bulunan gluten nedeniyle ıslak öğütme için uygun değildir, aksi halde bunlardan büyük hamur topakları oluşacaktır).

- 35 Geriye kalan yaklaşık 5 kg oranındaki diğer gıda ürünleri, 2.1'de açıklanan buluşun partikül

numuneleri tamburlu karıştırıcıdan alınmıştır ve Resmi Araştırma Prosedürü § 64 LFBG L 00.00-111/1, mod. Gıda incelemesi - Resmi numunenin Hükümleri gereği numune hazırlama prosedürü, Gıda içindeki mikotoksin düzeyinin belirlenmesi için çapraz kontrol ve test örneğine göre Bölüm 1: - Islak homojenizasyon sürecinin homojenleştirilmesi'ne göre homojenleştirilmiştir. Bu örnekler, cihaz tarafından elde edilen partikül örneklerine yönelik kontrolleri temsil eder.

2.4 Mikotoksin konsantrasyonunun belirlenmesi için kontrol numunenin hazırlanması

- 2.3.1 veya 2.3.2'ye göre homojenleştirilmiş 10 g kontrol numunesi 40 ml asetonitril/su karışımı (hacim cinsinden 80:20) ile karıştırılmıştır ve 30 dakika 175 rpm'de çalkalanmıştır. Ekstrakt cam elyaf bir filtre içerisinden filtrelendir. 1 ml'lik filtrelenen ekstrakt 2ml su ile seyreltilmiştir, el ile çalkalanmıştır ve HPLC-MS / MS ile ölçülmüştür.

- 2.5 Buluşa göre alınan partikül numunelerin ekstrakt ölçümü ve kontrol numunesi

Ekstraktların ölçümü, üçlü-dörtlü kütle spektrometresine bağlanmakta olan HPLC aracılığıyla yapılmaktadır. Sabit fazda bir RP-18-fazı içermektedir. Elüent A ve B ile ikili bir gradyan kullanılmaktadır. Akış oranı 0.8 ml/dakika'yı bulmaktadır.

Gradyan Programı

Eluent A: Su/Metanol (hacim cinsinden 95+), amonyumkarbonat: 1 mmol/L, formik asit 0,0025% Eluent B: Metanol

Zaman(dk)	Eluent A %	Eluent B %
0,00	80	20
6,9	20	80
7,0	20	80
8,0	0	100
10,0	0	100
10,1	80	20
14,0	80	20

Bu buluş, HPLC-MS'nin özel bir biçimi olarak üçlü-dörtlü kütle spektrometresi aracılığıyla hem pozitif (okratoksin A, aflatoksin B1, T-2, HT-2) hem de negatif (Deoxynivalenol, zearalenon)

modda gerçekleştirilmektedir.

Örnek 3: Buğdayda mikotoksin deoksinivalenol (DON) ve zearalenon (ZON) analizi

- 5 Buluşa göre partikül numunelerin elde edilmesi Örnek 1'e göre gerçekleşmektedir. Buluşa göre olan partikül numunelerinde ve geleneksel olarak elde edilen kontrol numunelerinde DON veya ZON konsantrasyonunun ölçümü ve belirlenmesi, Örnek 2'ye göre gerçekleştirilmektedir. Buluşa göre olan partikül numunelerinde ve kontrol numunelerinde DON veya ZON konsantrasyonunun mikotoksin olarak belirlenen sonuçlar aşağıdaki Tablo
- 10 1'de gösterilmektedir:

Tablo 1:

Numune-No.	Deoxynivalenol (DON)		Zearalenon (ZON)	
	Partikül numunesi	Kontrol numunesi	Partikül numunesi	Kontrol numunesi
	$\mu\text{g/kg}$		$\mu\text{g/kg}$	
Buğday				
673517	826,7	100	326,7	24
673518	1500	290	1040	23
673519	580	100	414	13
673521	2100	330	732	20
673522	1500	200	412	10
674444	950	120	144,3	10
676177	770	140	64,9	14
675915	460	62	17,4	0,3
676398	1100	190	1180	13
677547	4700	650	4220	110
678064	17000	1400	2710	94
682371	470	54	79	1
687390	260	13	19,8	1
687480	4500	410	2030	48
689724	310	15	16,9	0,1
718344	842	200	270	13

- 15 Konsantrasyon belirleme sonuçları Şekil 2 ve 3'te gösterilmektedir. Şaşırtıcı bir şekilde, kaşifler, cihaz tarafından elde edilen partikül numunelerinde mikotoksinlerin tespitinin, tüm

materyallerden elde edilen kontrol numunelerinin sonuçları ile büyük oranda ilişkili olduğunu beyan etmektedirler. Şekil 2, buluşa göre olan partikül numunelerinde ve kontrol numunelerinde DON konsantrasyonunun $R^2 = 0.9525$ bir korelasyonu olduğunu göstermektedir. Eksiksiz bir korelasyonun $R^2 = 1$ değerinde olduğu varsayıldığında, $R^2 = 0.9525$ değeri çok yüksek bir korelasyonu temsil eder. Bu bağlamda, buluşa uygun partikül numunesi, toplam numunede DON konsantrasyonunun mikotoksin olarak güvenilir bir ölçüde çoğalmasında sağlayan çok temsili bir numuneyi temsil etmektedir. Şekil 3'de, buluşa uygun olan partikül numunelerinin buğday içinde ZON konsantrasyonunun korelasyonunu, kontrol numuneleri $R^2 = 0.9194$ ile göstermektedir. Bu nedenle, buluşa uygun elde edilen numune, kontrol numunesindeki mikotoksin ZON'un ölçülen konsantrasyonu açısından yüksek oranda önemlidir.

Örnek 4: Mısırda mikotoksin deoksinivalenol (DON) ve zearalenon (ZON) analizi

Buluşa uygun partikül numunelerinin elde edilmesi, Örnek 1'e göre gerçekleştirilmektedir. Buluşa uygun olan partikül numunelerinde ve geleneksel olarak elde edilen kontrol numunelerinde DON veya ZON konsantrasyonunun ölçülmesi ve belirlenmesi, Örnek 2'ye göre gerçekleştirilmektedir. Buluşa göre olan partikül numunelerinde ve geleneksel olarak elde edilen kontrol numunelerinde DON veya ZON konsantrasyonları ölçüm sonuçları aşağıdaki Tablo 2'de gösterilmektedir:

Tablo 2

Parametre	DON		ZON	
Partikül-No.	Partikül numunesi	Kontrol numunesi	Partikül numunesi	Kontrol numunesi
	$\mu\text{g/kg}$		$\mu\text{g/kg}$	
Mısır				
684007	110	10	9,73	0,4
688723	440	14	78,2	2,5
688726	410	21	44,4	0,4
Mısır Lab	2000	260	272	27
689723	5100	450	730	32
691361	840	61	60,9	1,2
692053	150	25	9,1	2,9
692054	210	35	5,4	3,1
692055	605	42	22,1	3,1

Yığın gıda maddeleri olarak midede DON veya ZON konsantrasyonları buluşa uygun elde edilen partikül numuneleri ile midede-yığın malzemesinden doğrudan yer kontrol numunesinde elde edilenler arasında yüksek bir korelasyon bulunduğunu aşağıdaki şekilde mucitler gösterebilmektedir. Şekil 4, buluşa göre olan partikül numunelerinde ve kontrol numunelerinde DON konsantrasyonunun $R^2 = 0.9525$ olan bir korelasyonunu göstermektedir. Böylece, cihaz tarafından elde edilen numune, mikotoksin DON ile midedeki bu tür yükü güvenilir bir şekilde ve kolayca tespit etmek son derece anlamlı ve dolayısıyla temsildir. Aynı şekilde, ZON ile konsantrasyonun ölçümü için de geçerli olmaktadır. Şekil 5, $R^2 = 0.8264$ 'ten daha fazla olan bir korelasyonunu göstermektedir. Bu nedenle, bu diğer mikotoksin ZON'un, cihaz tarafından güvenilir ve temsili bir numunenin elde edilebileceği tespit edilmektedir. Yığın malzemenin tam homojenizasyonla elde edilmesi gerektiği zaman alıcı ve teknik problemleri numunelerle karşılaştırılmasında böylece buluşa uygun elde edilen hacimli malzeme partiküllerinden elde edilen numuneler, güvenli ve teknik olarak uygulanması kolay bir alternatif olmaktadır ve bu da önemli bir zaman ve maliyet tasarrufu sağlar ve aynı zamanda mikotoksin konsantrasyonu açısından benzer sonuçlar elde edilmektedir..

Örnek 5: Kahvede mikotoksin okratotoksin A (OTA) analizi

Buluşa uygun partikül numunelerinin elde edilmesi, Örnek 1'e göre gerçekleştirilmektedir. Buluşa uygun partikül numunelerinde ve geleneksel olarak elde edilen kontrol numunelerinde okratoksin A (OTA) konsantrasyonunun ölçümü ve belirlenmesi, Örnek 2'ye göre gerçekleştirilmektedir. Buluşa uygun olan partikül numunelerinde ve geleneksel olarak elde edilen kontrol numunelerinde okratoksin A (OTA) konsantrasyonları için ölçüm sonuçları aşağıdaki Tablo 3'te gösterilmektedir:

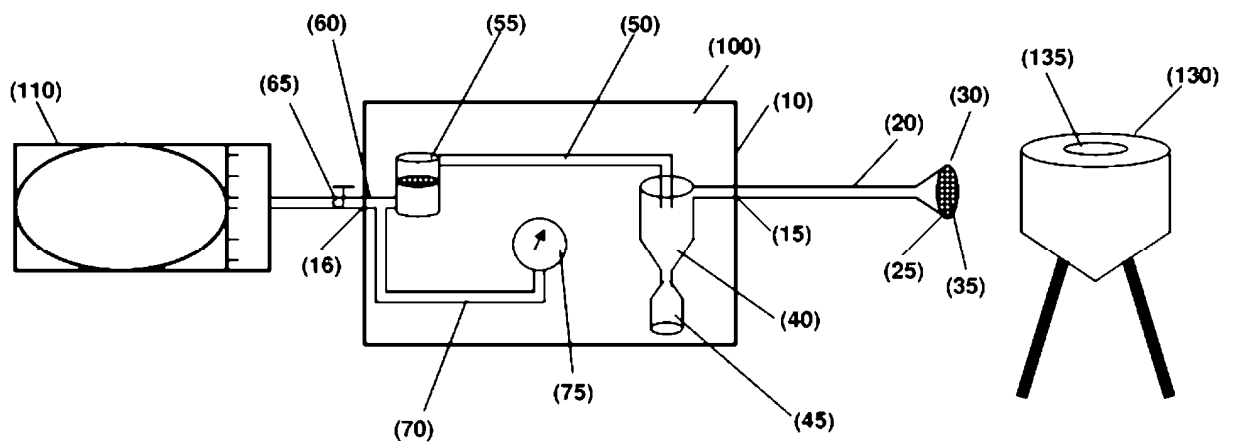
Tablo 3

	Okratoksin	Okratoksin A
Numune-No.	Partikül numunesi	Kontrol numunesi
Kahve		
683699	40,1	1,2
683700	50,5	2,0
684131	20,4	1,7
684132	25,7	0,5
684970	24,4	0,8
685794	22,3	0,7

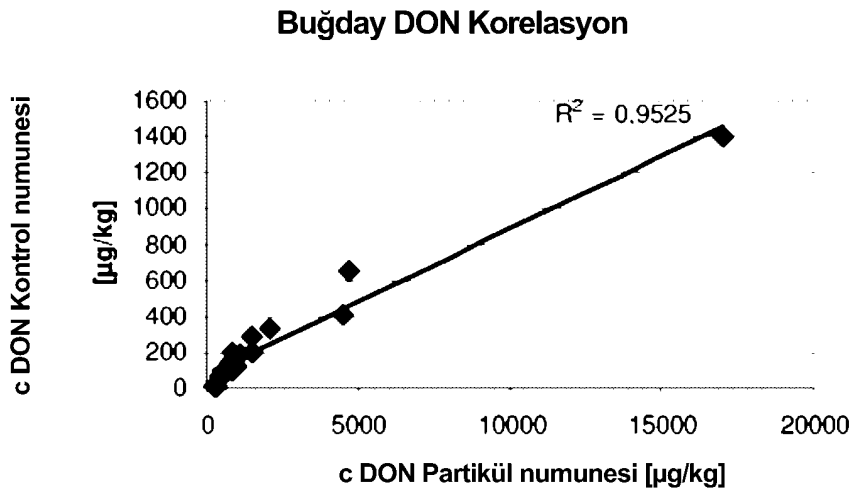
685795	15,1	0,2
685796	10,8	0,6
686195	16,1	1,0
kahve_Lab	26,1	0,0
686652	63,5	2,0
686653	20,6	0,3
687580	65,5	4,0
687951	11,6	1,0
687952	47,6	1,9
687953	39,3	1,8
687954	51,5	1,8
688832	65,7	5,3
689831	75,7	3,2
688425	20,4	1,1
690546	50,9	2,3
690547	37,4	0,0
690969	54,1	1,1
690970	36,3	1,9
694987	17,8	0,0
694988	32,0	0,0
694525	12,3	0,0
701399	23,37	0,70
706186	28,39	0,00
706187	58,88	2,40
706495	36,53	0,60
706496	43,26	0,70
707928	17,15	0,00
708735	16,56	2,00
709169	30,87	1,00
709710	19,10	1,30
710087	25,83	0,50
711828	35,83	0,80
712250	22,37	0,50
712249	35,82	0,30
712639	38,35	0,70

Tablo 3'teki ölçülen değerler, kontrol numuneleri ile buluşa uygun partikül numunelerindeki okratoksin A (OTA) arasında bir korelasyonu göstermektedir. Bu korelasyon şekil 6'da gösterilmektedir. Bu korelasyon $R^2 = 0,5082$ bulundurmaktadır. Bu değer nispeten düşük

olarak sınıflandırılmaktadır. Bunun nedeni incelenen kahve yemi malzemesinin daha düşük toplam yükü olmasıdan kaynaklanmaktadır. Bununla birlikte, verilere dayanarak, < 50 µg/kg olan buluşa uygun partikül numunesinin bir OTA yükünün, < 5 µg/kg'lık OTA'lı toplam numunenin toplam yükünü ifade ettiği sonucuna varılabilir.

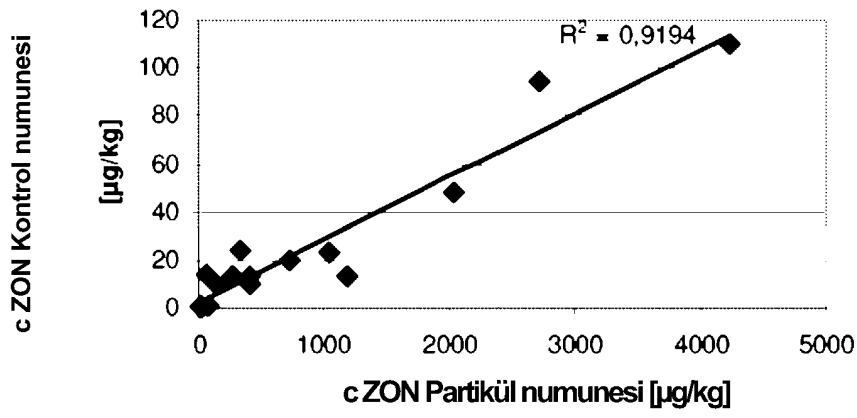


ŞEKİL 1

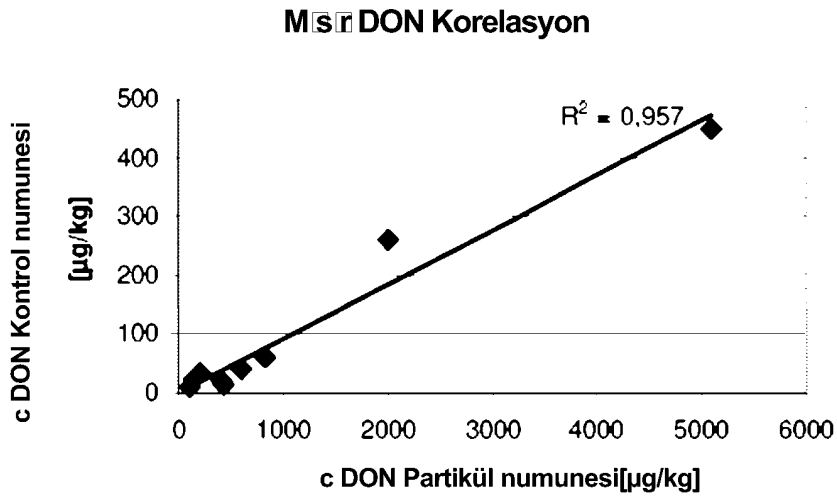


ŞEKİL 2

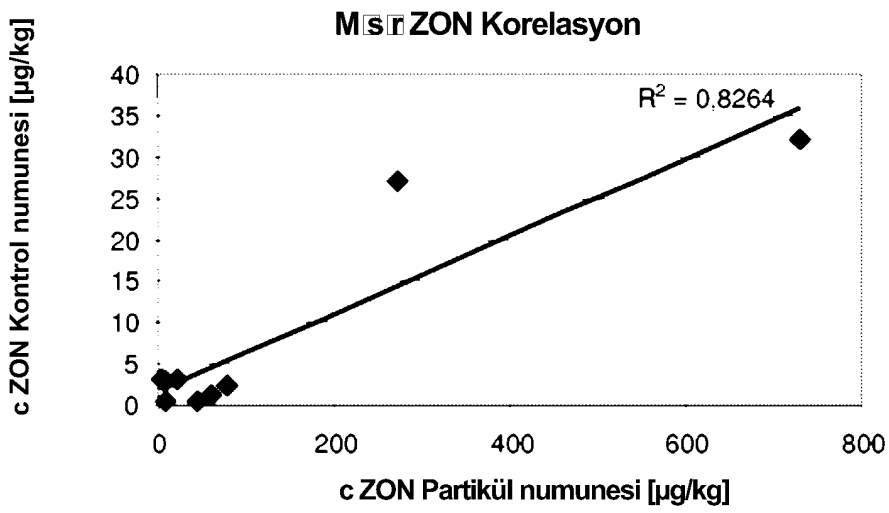
Buğday ZON Korelasyon



ŞEKİL 3

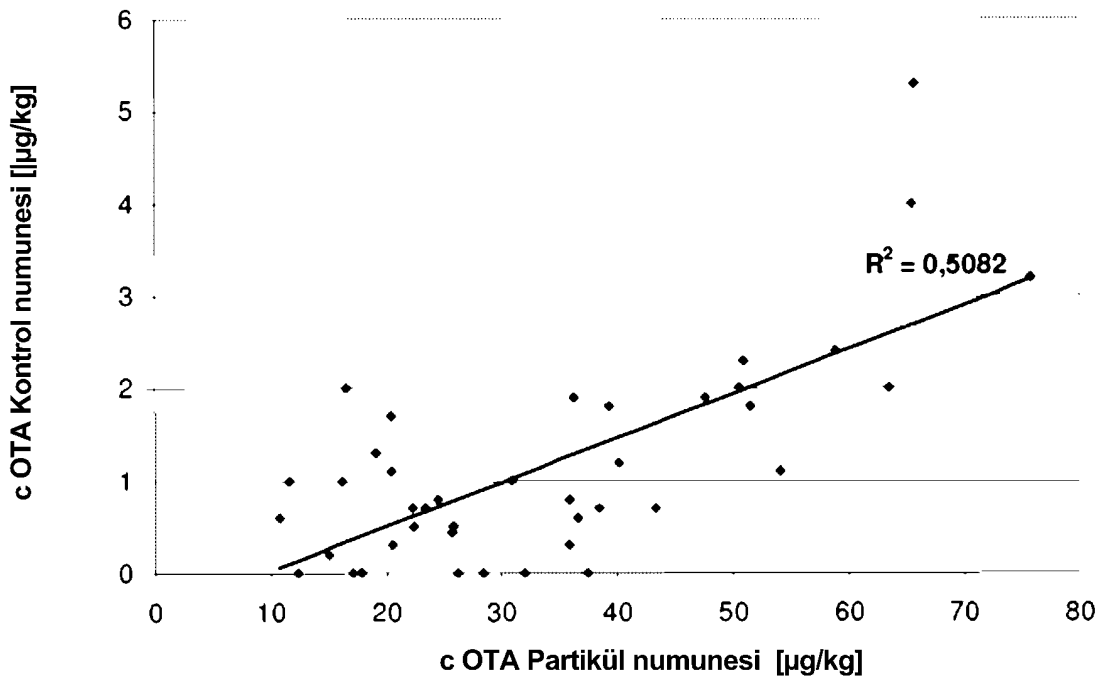


ŞEKİL 4



ŞEKİL 5

Kahve OTA Korelasyon



ŞEKİL 6