

INFRA - RED SPEKTROFOTOMETRE İLE LASSO E. C. İSİMLİ YABANCIOT ÖLDÜRÜCÜ İLAÇTA AKTİF MADDE TAYİNİ

Jülide DÜVENÇİ¹

G İ R İ Ő

İçinde 480 g/1 2 - chloro - 2,6 - diethyl - N (Methoxy - methyl) acetanilide bulunduđu bildirilen Lasso E. C. isimli mor renkli emülsiyonun analizi için firmasınca verilen metottan netice alınamadığı için genel olarak fonksiyonel grup analizlerini izah eden Mitchell et al. (1953)'a ait kitaptan faydalanılarak tatbik edilen titrasyon metodunun spesifik olmayıp ilâçta bulunan safsızlıkların neticeyi yükseltebilmesi ve çalışmasının uzun müddet alması sebebiyle Infra Red Spektrofotometrik metod üzerinde çalışılmıştır. İlacın ve aktif maddesinin kloroform çözeltilerinin spekturumları Kendall (1966) dan istifade edilerek yapılan çalışmalarla seçilen 1800 - 1600 cm^{-1} sahasında alınmıştır. Takriben 1673 cm^{-1} de maksimum gösteren karakteristik pik kullanılmak suretiyle muhtelif konsantrasyonlarla çalışılarak hesap yapılmıştır. İlaç bulunan safsızlıklar sebebiyle ilk çalışmalar neticesinde titrasyon metodu ile alınan neticelere uyan yüksek değerler elde edildiği için ilaç ve saf madde su ile yıkandıktan sonra spektrumları alınmıştır. Bu yazıda neticeleri tekrarlanabilir olan çalışmalar izah edilmiş ve son seri çalışmaya ait rakamlar verilmiştir.

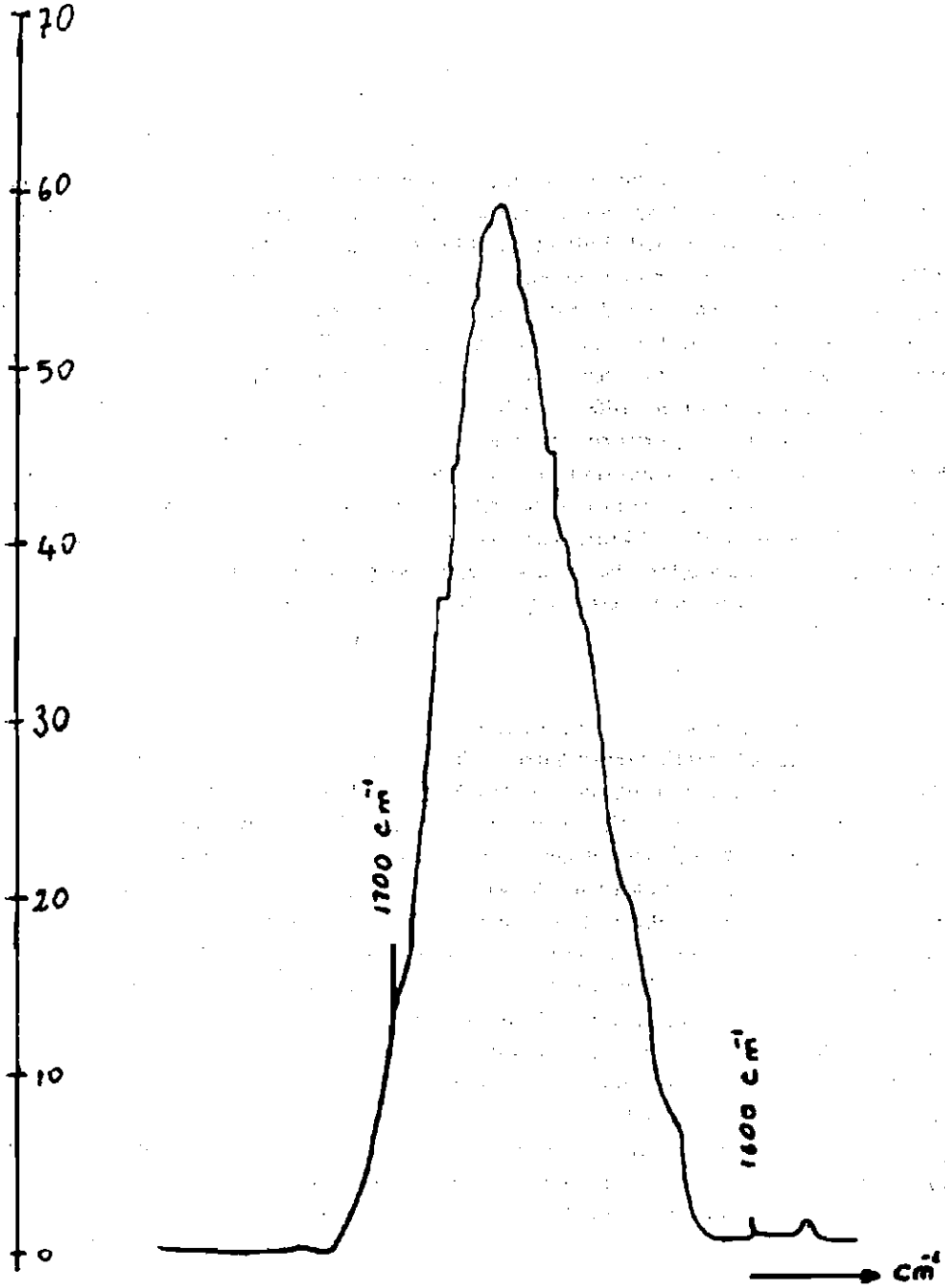
M A T E R Y A L V E M E T O D

1 — Aktif madde ile standard eğrinin çizilmesinde

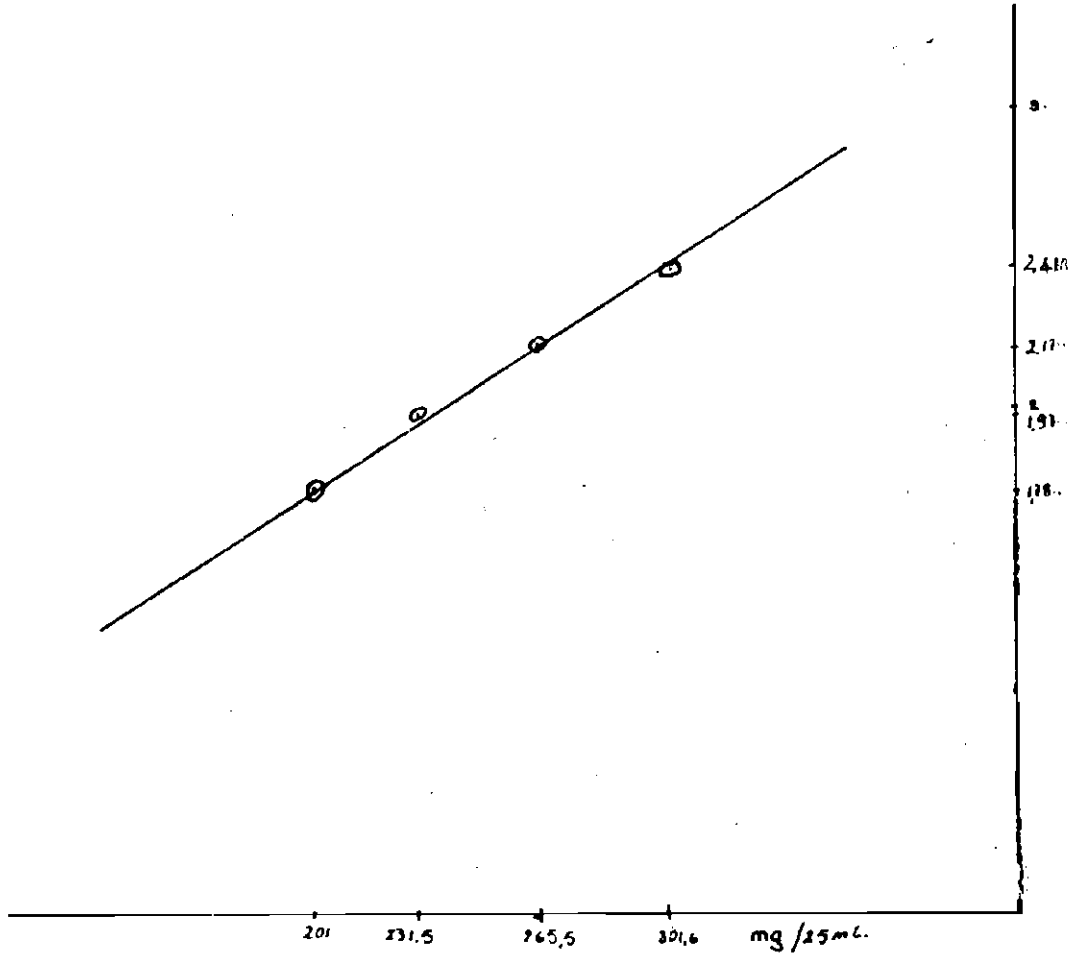
Kalsiyum klorürlü desikatörde bekletilmiş % 99,9 safiyette 2 - chloro - 2,6 - diethyl - N (metoxy - methyl) acetanilide maddesinden 0,2 - 0,3 gr arasında 0,1 mg hassasiyetle 4 tartım 25 ml su ihtiva eden 100 ml lik ayırma hunilerine konmuş, üzerlerine 25 ml kloroform ilâve edilerek dikkatle çalkalanıp fazların ayrılması için 1,5 saat bekletilerek kloroform fazı 250 ml lik erlene alınmıştır. Aynı ameliye 4 defa daha tekrarlanmıştır. Son beşinci ekstraksiyon fazı bir gece bekletildikten sonra ayrılarak erlenlerdeki kloroformlar çeker ocak içinde su banyosu üzerinde takriben 5 - 8 ml kalıncaya kadar traşlı sıçrama tutucusu kullanılarak destile edilmiştir. Eriende kalan kloroformlar 25 ml lik balon jöjelere ufak bir pamuk yumağı üzerine 2 gr susuz sodyum sulfat konmuş hunilerden süzülmiş ve kloroformla yıkayarak markaya tamamlanmıştır. Bu çözeltilerin her birinin, spektrumu 0,2 mm lik NaCl plâkalı hücre ile ışık yolu değiştirilebilen hücrenin kloroformla düz bir hat verecek şekilde denkleştirilme şartlarında kloroform referansına karşı 1800 - 1600 cm^{-1} arasında ikişer defa alınmıştır. Slit 1000 cm^{-1} de 31 μ ve hız bir devir için 22,5 dakika tesbit edil-

1 Ziraf Mücadele İlaç ve Aletleri Enstitüsü Kimya Analiz Laboratuvarı Şefi — ANKARA

miştir. Spektrumlarda takriben 1673 cm^{-1} de maksimum gösteren piklerden baseline metoduna göre hesaplanan absorptans, $\log P_0/P$ ortalamalarının sayıları alınarak logaritmik kâğıda standard eğri çizilmiştir. (Düvenci ve Ersoy 1970). Şekil 1/a da aktif maddenin pik örneği, Şekil 2 de aktif madde ile çizilen standard eğri gösterilmiştir.



Şekil: 1.a. Aktif maddenin pik örneği.

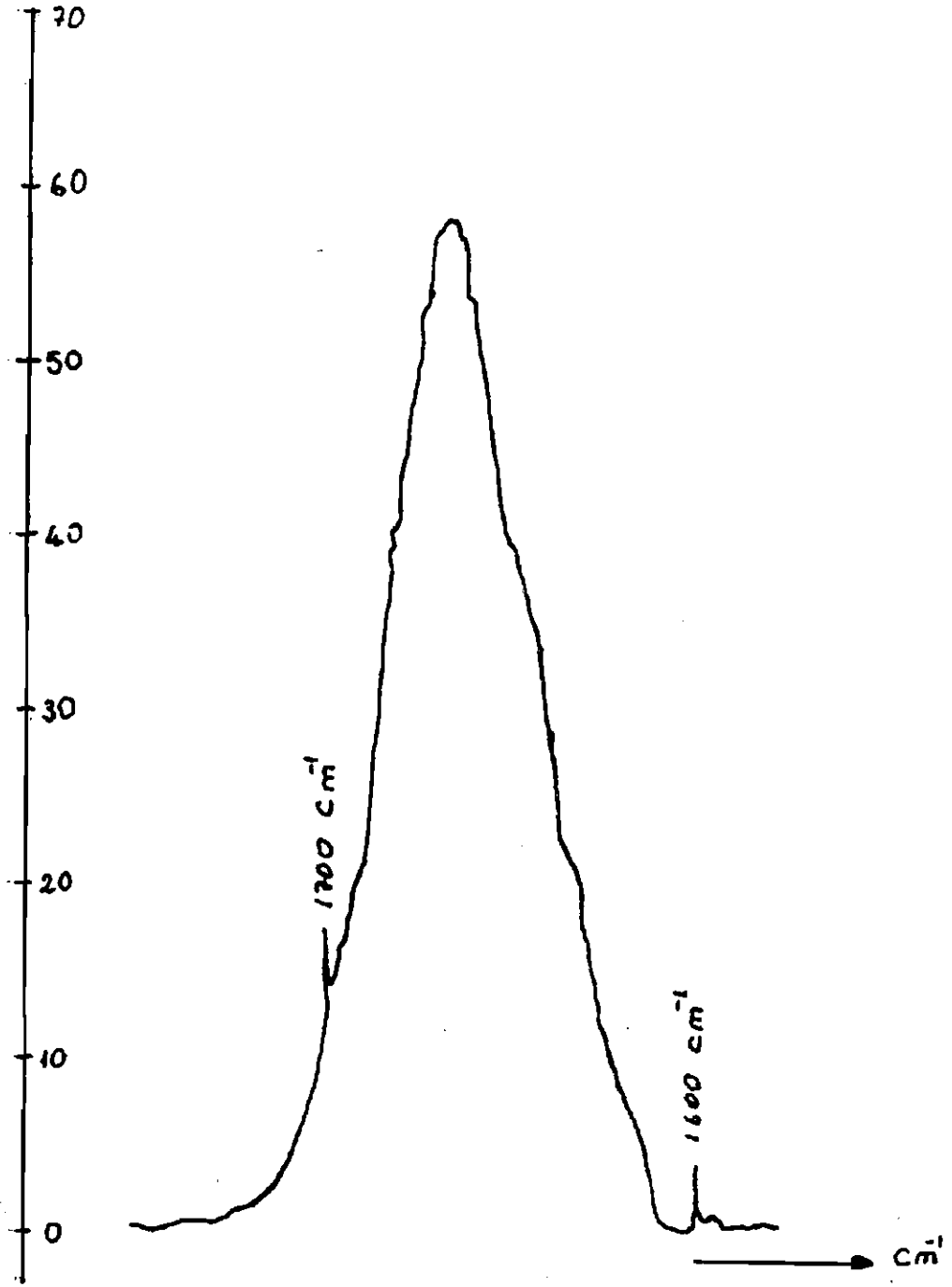


Şekil: 2. Lasso e.c. isimli ilacın aktifmadde tayininde uygulanan standard eğri

2 — Numunenin analizi

Tartı kabına konan numuneden takriben standartların tartımlarına tekabül eden miktarlarda yine 0,1 mg hassasiyetle tartımlar alınmış ve standard eğrinin çizilmesinde olduğu gibi çalışılarak aynı şartlarda spektrumları tespit edilmiştir. Spektrumlardan hesaplanan absorbans sayılarının tekabül ettiği mg aktif madde miktarları standard eğriden okunmuştur. Bu konsantrasyonlardan, ilaçtan alınan tartımlarla aktif madde yüzdesi hesaplanmıştır.

Şekil 1/b de numunenin pik örneği gösterilmiştir.



Şekil: 1.6 Numunenin pik örneği.

S O N U Ç L A R

Alınan tartımlar, spektrumlarından okunan değerler, hesaplanan absorban- lar ve ortalamaları ile bunların sayıları Cetvel 1 ve 2 de gösterilmiştir. Cet- vel 1 de gösterilen standard madde için absorban sayılarıyla bunlara tekabül eden tartımlar logaritmik kâğıda işaretlenerek çizilen standard eğriden numu- ne tartımlarına tekabül eden absorban sayıları için okunan mg lar Cetvel 2 de verilmiştir. Bu aktif madde miktarları 100 ile çarpılıp ait olduğu tartım deęer- lerine bölünerek, ağırlık olarak yüzde aktif madde miktarları bulunmuştur. Bu deęerler de preparatın yoğunluk ve aktif maddenin safiyet deęerleri ile çarpı- lıp yakın deęerlerin ortalaması alınarak saf aktif madde, hacimde ağırlık (W/V) olarak hesaplanmıştır. Bulunan neticeler aşağıda gösterilmiştir.

C E T V E L 1

Standard eğrinin çizilmesi için alınan aktif madde miktarları ve Baseline metoduna göre hesaplamalar

Standard aktif madde mg/25 ml	Alınan İçişer Spektrumdan okunan		Absorbans (log Po/P) Ortalamaları	Absorbans Sayıları
	Deęerler (Po/P)	Absorbanslar (log Po/P)		
201	99,9/55,9	0,25216	0,25189	1,78
	99,6/55,8	0,25163		
231,5	99,9/50,8	0,29371	0,29585	1,97
	99,7/50,2	0,29800		
265,5	99,4/45,4	0,34033	0,33726	2,17
	99,3/46	0,33419		
301,6	99,7/41	0,38592	0,38263	2,41
	99,4/41,5	0,37934		

47,34; 45,72; 50,70; 48,71 W/V %

Ortalama deęer 47,59 W/V % olarak bulunur.

47,59 - 45,72 = 1,87

Ortalama deęerden maksimum sapmanın %:

1,87 x 100 / 47,59 = 3,99 olduğu görülür.

M Ü N A K A Ş A V E K A N A A T

Lasso E. C. isimli ilâcın aktif maddesinin tayininde tatbik edilen spesifik ol- mayan hidroliz ve asitle titrasyon metodundan alınan yüksek neticelerin (% 52 - 54 W/V) Infra - Red Spektrofotometrik metod çalışmalarının başlangıcında, ilâcın doğrudan doğruya spektrumunu alınarak yapılan hesaplamalarda bulunan neticelerle yakın olduğu görülmüş ve ilâç su ile yıkama işlemine tabi tutulmuş- tur. Bu işlem sırasında olabilecek kayıplardan gelecek hatayı bertaraf etmek için aktif madde de aynı işleme tabi tutularak çalışılmıştır. Çalışmalarda sulu fazı 4 defa 25 ml kloroformla ekstraksiyon yapılanlarda düşük neticeler (% 43 - 45 W/V), standard madde olarak teknik (% 99 safiyette) aktif madde kullanı-

C E T V E L 2

Lasso E.C. isimli ilâcın aktif madde miktarı tayininde alınan tartım ve
Baseline metoduna göre hesaplanan değerler

Numune mg/25 ml	Alınan ikiser Spektrumdan okunan Değerler (Po/P)	Absorbanslar (Io Po/P)	Absorbans (Io Po/P) ortalamaları	Absorbans Sayıları	Standard eğriden okunan mg/25 ml
474,5	99/54,4	0,26004	0,25639	1,80	205
	99,5/55,6	0,25275			
532	99,4/51,5	0,28558	0,28516	1,92	222
	99,4/51,6	0,28474			
622,4	99/41,9	0,37343	0,37356	2,36	288
	99,3/42	0,37370			
710,8	98,1/38,5	0,40621	0,40707	2,55	316
	99/38,7	0,40793			

lanarak çalışıldığında ise birbirinden farklı neticeler (% 36 - 55 W/V) alındığından ve aktif maddelerin görünüşü rutubet almış durumda olduğundan saf madde (% 99,9) bir hafta kalsiyum kloritli desikatörde tutulduktan sonra, su fazı 5 defa 25 ml kloroformla ekstraksiyon yapılarak çalışılmış ve tekrarlanabilir neticeler alınmıştır. Aynı şartlarda son bir seri çalışmaya ait hesaplamalarla elde edilen dört neticeden üçü genel olarak kabul edilen % 5 tolerans limitleri içinde verilen % 48 W/V rakamına yakındır; yalnız bir değer (% 50,7) bu limiti aşmaktadır.

Metodun bu ilaç için kalite kontrol analizlerinde tatbik edilebileceği kanaatine varılmıştır.

Ö Z E T

Tekrarlanabilir sonuç alınmayan titrasyon metodu yerine Infra - Red Spektrofotometre ile 2 - chloro - 2,6 diethyl - N - (Methoxy - methyl) acetanilide ihtiva eden koyu menekşe renkli Lasso E. C. isimli ilacın analizi için yeni bir metod geliştirilmiştir.

Bu metodda numunenin muhtelif konsantrasyonlarda kloroform çözeltileri su ile galkalanarak Na_2SO_4 üzerinde kurutulduktan sonra 1673 cm^{-1} deki absorpsiyonu Infra - Red Spektrofotometre ile ölçülerek aktif madde ile aynı şartlarda çalışılarak hazırlanmış olan standard eğriden istifade edilmek suretiyle aktif madde yüzdesi hesap edilmiştir.

S U M M A R Y

INFRA - RED SPEKTROFOTOMETRIC DETERMINATION OF 2 - CHLORO - 2,6 - DIETHYL - N (METHOXY - METHYL) ACETANILIDE WHICH IS THE ACTIVE INGREDIENT OF WEED KILLER LASSO E. C.

As we couldn't obtain reproducibile results by titration methods for Lasso E.C., which is a dark violet colored preparation, we have described an Infra - Red Spectrophotometric method for the analysis of this formulation.

Principle of the procedure is :

The sample and its active ingredient is dried on anhydrous Na_2SO_4 , after have been partitioned between water and chlorform, then absorption at wave number 1673 cm^{-1} is measured by an Infra - Red Spectrophotometer and percentage of active ingredient is calculated by a standard curve which is prepared with pure active material at the same conditions.

L İ T E R A T Ü R

- DÜVENCİ, J. ve B. ERSOY, 1970. Toz ve suda ıslanabilir heptachlor preparatlarında Infra - Red Spektrofotometri ile aktif madde tayini, 1970. Bitki Koruma Bült. 10, 235 - 241.
- KENDALL, D. N., 1966. Applied infra red spectroscopy, Reinhold Publishing Corporation, Chapman and Hall, Ltd. London.
- MITCHELL, J. Jr., I. M. KOLTHOFF, E. S. PROSKAUER, A. WEISBERGER, 1953. Organic Analysis. Interscience publishers, Newyork, 3, 189 - 190.