

# MARMARA BÖLGESİNDE ŞEFTALİ ZARARLILARINA KARŞI KULLANILAN İLAÇLARDAN GUSATHION'UN BAKIYE ANALİZLERİ

Cana OTACI<sup>1</sup>

Perihan TUĞLULAR<sup>2</sup>  
Gülen ERTUĞRUL<sup>3</sup>

Konay TURHAN<sup>3</sup>

## G İ R İ Ş

Bölgemizde şeftali ürünü iç pazar ve dış pazar yönünden çok önemli bir yer işgal eder. Bu bakımdan zararlılarıyla mücadelede de büyük önem verilmektedir. Enstitümüzce Doğu Meyve Güvesi (*L a s p e r e s i a m o l e s t a B u s k*). ve Şeftali Güvesi (*A n a r s i a l i n e a t e l l a Z e l l .*) ne karşı deneyler yapılmış ve birçok ilaç tatbikata intikal ettirilmiştir.

İlaçlı şeftalilerin yenilmesinden meydana geldiği söylenen zehirlenmeler, zaman zaman aktüel hale gelmektedir. Talimatına uygun hareket edildiği takdirde şimdiye kadar kabul edilmiş toleranslardan fazla bakiye kalıp kalmadığını araştırmak gayesiyle Enstitümüzce adı geçen zararlılara karşı iyi netice alınan ve tavsiye edilen ilaçlardan Gusathion'un laboratuvarımızda bakiye analizleri yapılmıştır. İlaçlamalar, bizzat Meyve Zararlıları laboratuvarımızca bu gaye için 1968 ve 1969 yıllarında tekrarlanmıştır.

Gusathion insektisid ve akarısit tesirli ve sistemik olmayan bir ilaçtır. Kontakt ve mide zehiri olarak tesir eder. Akut oral dozu LD<sub>50</sub> farede 8 mg/kg, sıçanda 15 - 20 mg/kg. dir. Maier - Bode (1964)'e göre, insan gıdalarında mütasade edilen doz 0.0025 mg/kg vücut ağırlığı gün olarak kabul edilmektedir.

Son ilaçlama ile hasat arasındaki zaman; İsviçre, İtalya Belçika, Hollanda, İngiltere, İsveç'te 21 gün, Fransa'da 15 gün, Almanya'da 14 gündür.

FDA toleransı meyvelerde 2 ppm, Batı Almanya'nın kabul ettiği tolerans ise 0.5 ppm'dir.

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

Şeftali bakiye analizleri Hale cinsi şeftalilerde yapılmıştır.

Kullanılan reaktifler

Kullanılan cihazlar

Aseton

Kıyma makinesi

Kloroform

Blendor

Hidroklorik

Kapaklı 50 ve 25 ml lik

Sodyumsulfat (Susuz)

Silindirler

Benzen

Beher glaslar

İzopropil Alkol (Susuz)

Vakum evaporatörü

Potasyum Hidroksit

Huniler

Sodyum Nitrit

Ayırma huniler.

Amonyum Sulfamat

Spektrofotometre

N - 1 - Naftil etilendiamin dihidroklorid

1. Bölge Ziraî Mücadele Araştırma Enstitüsü Bakiye ve İlaç Analiz Lâb. Şefi İSTANBUL
- 2, 3, 4, Bölge Ziraî Mücadele Araştırma Enstitüsü Bakiye ve ilâç Analiz Lâb. Asistanları - İSTANBUL.

Numuneler, 1968 yılında Bursa'nın yalnız Odunluk mevkiinden son ilaçlamadan 2 gün önce ve 3, 7, 10, 13 gün sonra, 1969 da ise gene Bursa'nın Odunluk ve Arabayatağı mevkiilerinden son ilaçlamadan iki gün evvel ve 1, 3, 7, 10 ve 13 gün sonra alınmıştır. Numune alınırken bir ağaçtan saat istikametinde dönlerek mümkün mertebe her dört yönünden birer şeftali, değilse asgari iki yönünden birer şeftali, diğer ağaçtan ise aksı istikamette dönlerek aynı şekilde alınıp delikli polietilen torbaya konulmuştur. Numuneler aynı gün laboratuvara getirilmiş ve deep-freeze'de saklanmıştır. Ertesi gün analizine başlanmıştır.

Gusathion aktif maddesi ihtiva eden ve şeftali ağaçlarının ilaçlanmasında kullanılan ilaçlar Cetvel 1 de gösterilmiştir.

## CETVEL 1

## Numunelerde Analizleri Yapılan İlaçlar

İ L A Ç L A R I N		KULLANMA DOZU
Ticari Adı ve Formülasyon Şekli	Aktif Madde Adı ve % si	100 lt suya Preparat
Methyl Gusathion W.P.	Azinphos Methyl % 25	200 gr.
Gusathion EM	Azinphos Methyl % 20	200 gr.
Gusathion A EM (1)	Azinphos Ethyl % 40	200 gr.

Denemeler 1968 yılında 9 ar ve 1969 yılında 8 er tekerrürlü olarak plânlanmıştır.

1968 yılında ilaçlamalar 2.6.1968, 15.7.1968 ve 30.7.1968'de, 1969 yılında ise 17.6.1969, 2.7.1969 ve 17.7.1969 tarihlerinde yapılmıştır.

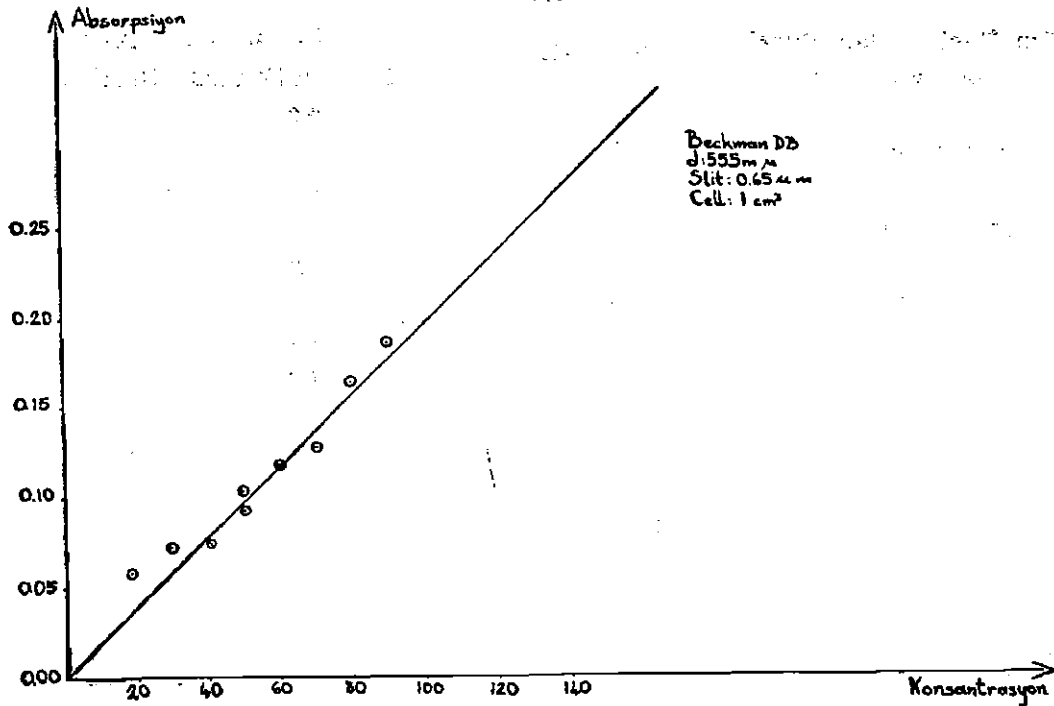
Numuneler önceleri 1/2 numune alma esasına göre ayrılıp çalınmışsa da sonradan hepsi kıyılarak bundan 200 gr numune alınmış ve modifiye edilmiş ve Meagher et al (1960) metodu olan aşağıdaki metod tatbik edilmiştir.

Kıyılmış 200 gr numuneye 200 ml aseton ilâve edilip blendorda hızlı olarak çevrilmiştir. Tekrar 200 ml aseton ilâve edilip 5 dakika yavaş olarak karıştırıldıktan sonra 200 ml su konularak bir behere alınmış ve kıvrımlı süzgeç kâğıdından süzülüdür. 3.3 ml konsantre Hidroklorik asit ilâve edilen süzüntüler 1 er lt lik ayırma hunilerine alınmış, dört defa 100 ml ve 3 defa da 50 şer ml lik kloroformla ekstrakte edilmiştir. Birleştirilen kloroformlar 200 ml suya ayırma hunisinde çalkalanmış ve ayrılan su fazı tekrar 3 defa 50, 50 ve 25 ml lik kloroformla çalkalanarak ilki ile birleştirilmiştir. Birleştirilen kloroformlara susuz sodyum sulfat konularak bir gece bekletilmiş ve süzülükten sonra vakum evaporatöründe destile edilmiştir. Bakiye 10 ml benzende gözülükten sonra Potasyum Hidroksidin absolut izopropil alkoldeki 0.5 N çözeltisinden 10 ml ilâve edilerek oda sıcaklığında 20 dakika bekletilmiştir. Sonra

8 ml 3 N Hidroklorik Asit ile asitlendirilip 15 ml su ile ve 50 ml Benzenle 250 ml lik ayırma hunisine aktarılıp kuvvetle çalkalanmıştır. Sulu faz 50 ml'lik kapaklı silindire alındıktan sonra Benzen fazı tekrar 15 ml su ile iyice yıkayıp su fazı silindire aktarılmıştır. Silindirdeki sulu faz tam 50 ml ye tamamlanmış ve bulanıklığın gitmesi için beyaz banttan süzülmüştür. Bu süzülmeden 20 şer ml alınıp, 2 tane kapaklı 25 ml lik silindirlere konmuş ve kolorimetrik reaksiyon bu silindirlere, aşağıdaki şekilde yapılmıştır; % 0.25 lik sulu sodyum nitrit çözeltisinden her iki silindire 1 er ml konmuş ve 10 dakika bekletilmiştir. Sonra gene her iki silindire 1 er ml % 2.5 luk sulu amonyum sülfamat çözeltisi konulup iyice çalkalanmış ve gene 10 dakika bekletildikten sonra bir tanesi «blank» olarak kullanılacağından diğerine N - (1 - naftil) etilendiamin dihidroklorid'in % 1 lik sulu çözeltisinden 2 ml konmuş, her ikisi de suyla 25 ml ye tamamlandıktan sonra iyice karıştırılmıştır. 90 dakika oda sıcaklığında menekşe rengin tam teşekkül etmesi beklenildikten sonra renk şiddeti Beckman DB Spektrofotometresinde 555  $\mu$ m da 1 ml lik hücrelerde, blank olarak hazırlanan çözeltiye karşı okunmuştur.

Şahitler 1968 de yalnız Odunluk'tan, 1969 da ise Odunluk ve Arabayatağın'dan alınmış, bilinen miktarda Gusathion ilâve edilerek «geri kazanma» denemeleri yapıldığında fark göstermediği anlaşılmıştır. % 96 - 98 arasında sonuç alınmıştır.

Grafik 1, Hale cinsi seftalilerde Gusathion için standart eğriyi göstermektedir.



## S O N U Ç L A R

1968 yılında Odunluk'tan son ilaçlamadan 2 gün evvel ve 3, 7, 10 ve 13 gün sonra alınan numunelerde yapılan analizler Cetvel 2 de, 1969 da Arabayatağından son ilaçlamadan 2 gün evvel ve son ilaçlamadan 1, 3, 7, 10 ve 13 gün sonra alınan numunelerde yapılan analizler Cetvel 3 de, 1969 da Odunluk'ta son ilaçlamadan 1, 3, 7, 10 ve 13 gün sonra alınan şeftalilerde yapılan analizler Cetvel 4 de gösterilmiştir.

Cetvellerin tetkikinde son ilaçlamadan 13 gün sonra, şeftalilerin 1968 de Odunluk'ta % 20 lik emülsiyonla ilaçlanmışlarında 0.44 ppm, % 25 lik W.P. ile ilaçlanmışlarında 0.46 ppm 1969 da Arabayatağında % 40 lik emülsiyonla ilaçlanmışlarda 0.48 ppm % 20 lik emülsiyonla ilaçlanmışlarda 0.26 ppm, % 25 lik W.P. ile ilaçlanmışlarda 0.75 ppm, % 20 emülsiyonla ilaçlanmışlarda 0.46 ppm ve % 25 W.P. ile ilaçlanmışlarda 1.15 ppm bakiye ihtiva ettikleri görülür.

1968 de Odunluk'ta ortalama bakiyelerden zamanla azalmalar Cetvel 5 de, 1969 da aynı azalmalar Odunluk mevkiindekilerde Cetvel 6 da, Arabayatağında ise Cetvel 7 de gösterilmiştir.

Bunların tetkikinde 1968 de Odunluk'takilerin muntazam bir düşme gösterdiği ve neticelerin birbirine çok yakın olduğu, 1969 da Arabayatağında kilerin muntazam bir düşme gösterdiği, Odunluk'takilerin ise % 40 lik emülsiyonda 10 ve 13 üncü günlerde artma, W.P. de ise 13 üncü günde bir artma gösterdiği anlaşılmaktadır.

Şahitlerin, yapılan geri kazanma denemelerinde metod sınırları içinde bir bakiye ihtiva etmedikleri tesbit edilmiştir.

## CETVEL 2

Odunluk Mevkiinden Alınan Şeftalilerde Bulunan Gusathion Bakiyeleri  
1968

Son İlaçlamadan Evvel ve Sonraki Günler	Tatbik Edilen İlaç	İhtiva Ettiği ppm	
		2 Tayin Sonucu	Ortalama
2 gün evvel	% 25 W.P.	0.35	0.37
		0.39	
3 gün sonra	% 20 E	0.66	0.68
		0.71	
3 gün sonra	% 25 W.P.	0.71	0.67
		0.64	
7 gün sonra	% 20 E	0.48	0.48
		0.48	
7 gün sonra	% 25 W.P.	0.66	0.68
		0.71	
10 gün sonra	% 20 E	0.52	0.46
		0.41	
13 gün sonra	% 20 E	0.62	0.61
		0.61	
13 gün sonra	% 25 W.P.	0.45	0.44
		0.43	

## ÇEVRE 3

Arabayatağı Mevkiinden Alınan Şeftalilerde Bulunan Gusathion Bakiyeleri 1969

Son İlaçlamadan Evvel ve Sonraki Günler	Tatbik Edilen İlaç	İhtiva Ettiği ppm	
		2 Tayin Sonucu	Ortalama
		0.76	
2 gün önce	% 40 A	0.87	0.81
		0.56	
2 gün önce	% 20 E	0.67	0.62
		0.95	
2 gün önce	% 25 W.P.	1.37	1.16
		1.73	
1 gün sonra	% 40 A	1.72	1.73
		1.99	
1 gün sonra	% 20 E	1.46	1.73
		1.21	
1 gün sonra	% 25 W.P.	1.34	1.28
		1.03	
3 gün sonra	% 40 A	1.09	1.06
		1.27	
3 gün sonra	% 20 E	1.37	1.32
		0.98	
3 gün sonra	% 25 W.P.	1.20	1.08
		0.97	
		1.17	
7 gün sonra	% 40 A	0.80	
		0.65	0.725
7 gün sonra	% 20 E	0.88	
		0.82	0.85
7 gün sonra	% 25 W. P.	0.65	
		0.73	0.69
10 gün sonra	% 40 A	0.34	
		0.56	0.45
10 gün sonra	% 20 E	0.47	
		0.44	0.455
10 gün sonra	% 25 W.P.	0.63	
		0.62	0.625
13 gün sonra	% 40 A	0.47	
		0.49	0.48
13 gün sonra	% 20 E	0.20	
		0.32	0.26
13 gün sonra	% 25 W. P.	0.58	
		0.47	0.525

## ÇEVRE 4

## Odunluk Mevkiinde Alınan Şeftalilerde Bulunan Gusathion Bakiyeleri 1969

İlaçlamadan Evvel ve Sonraki Günler	Tatbik Edilen İlaç	İhtiva Ettiği ppm	
		2 Tayin Sonucu	Ortalama
1 gün sonra	% 40 A	1.72	1.71
		1.69	
1 gün sonra	% 20 E	1.75	
1 gün sonra	% 25 W. P.	Çok fazla	
3 gün sonra	% 40 A	1.57	1.32
		1.07	
3 gün sonra	% 20 E	0.84	0.99
		1.14	
3 gün sonra	% 25 W. P.	1.50	1.56
		1.59	
7 gün sonra	% 40 A	0.44	0.43
		0.41	
7 gün sonra	% 20 E	0.62	0.55
		0.39	
7 gün sonra	% 25 W. P.	1.23	0.91
		0.77	
7 gün sonra	% 25 W. P.	0.34	0.91
		1.04	
10 gün sonra	% 40 A	0.65	0.60
		0.67	
10 gün sonra	% 20 E	0.48	0.495
		0.51	
10 gün sonra	% 25 W. P.	0.84	0.84
		1.08	
13 gün sonra	% 40 A	0.76	0.75
		0.74	
13 gün sonra	% 20 E	0.43	0.46
		0.49	
13 gün sonra	% 25 W. P.	1.24	1.15
		1.07	
		1.14	

## ÇETVEL 5

Gusathion Bakiyelerinin Zamanla Azalma Miktarları  
(1968 Odunluk Mevkii)

Son İlaçlamadan Sonraki Günler	İ L A Ç L A R	
	% 20 Em ppm	% 25 W. P. ppm
3	0.67	0.68
7	0.68	0.48
10	0.61	0.46
13	0.44	0.46

## ÇETVEL 6

Gusathion Bakiyelerinin Zamanla Azalma Miktarları  
(1969, Odunluk Mevkii)

Son İlaçlamadan Sonraki Günler	İ L A Ç L A R		
	% 40 A. EM ppm	% 20 EM ppm	% 25 W. P. ppm
1	1.70	1.75	1000
3	1.32	0.99	1.54
7	1.42	0.55	0.90
10	0.66	0.49	0.84
13	0.75	0.46	1.15

## CETVEL 7

## Gusathion Bakiyelerinin Zamanla Azalma Miktarları

(1969 Arabayatağı Mevkii)

Son İlaçlamadan Sonraki Günler	İ L A Ç L A R		
	% 40 A EM ppm	% 20 EM ppm	% 25 W. P. ppm.
1	1.72	1.72	1.27
3	1.10	1.32	1.08
7	0.72	0.85	0.69
10	0.45	0.45	0.62
13	0.48	0.26	0.52

## M Ü N A K A Ş A V E K A N A A T

Hale cinsi şeftalilerde Gusathion'la Doğu meyve güvesi ve Şeftali güvesine karşı yapılan mücadelede son ilaçlamadan 13 gün sonra, şeftaliler hasat edildiğinde ihtiva ettikleri bakiyelerin şimdiye kadar kabul edilmiş olan FDA toleransı 2 ppm den düşük oldukları tesbit edilmiştir.

Batı Almanya ise meyvelerde 0.5 ppm'e tolerans koymuştur. Buna göre Arabayatağı'ndakilerde tamamen, Odunluk'taki W.P.formülasyonu hariç diğer ilaçlar toleranslara uygun bakiye bırakmıştır (% 40 A ilacının 14 gün beklemekle ineyeceği düşünülerek).

Aşında, W.P. formülasyonu ile ilaçlılardan alınan bu neticenin, Cetvel 6'nın tetkikinde de anormal olduğu görülür. Zira son analizlerde 0.84 ppm den 1.15 ppm'e yükselmiştir. Aynı şekilde % 40 A emülsiyonla ilaçlılarda da 10 ve 13 üncü günlerde bir yükselme vardır. Bu, bilhassa bu bahçede mahsulün çok az olması dolayısıyla son numunelerin ağacın üst ve iç kısımda kalan şeftalilerden olması ile ve ilaçlamanın herhangi bir sebeple gayri mütecanis olması ile izah edilebilir. Nitekim W.P. formülasyonu ile ilaçlamadan sonra alınan ilk numunenin grafikte okunamayacak kadar fazla (1000 ppm'den fazla) bakiye ihtiva etmesi bu ihtimali kuvvetlendirmektedir. Onun için her iki denemenin de bu toleranslara uyduğunu kabul edebiliriz.

1969 yılında tesbit edilen 1, 3, 7, 10 günlük bakiye miktarları 1968 yılında aynı günlerdeki bakiye muhtevassından daha yüksekse de 13 üncü günde hemen hemen aynı seviyeye düşmektedir (0.46 - 0.44 ppm). 1968 de ilk numune almaya 31 Temmuz'da, 1969 da ise 18 Temmuz'da başlanmıştır. Yani zaman ve iklim bakımından çok fark olmasına rağmen terminal bakiye aynıdır.



1968, 1969 yıllarında islanabilir toz ve emülsiyon ilaçlar aynı dozlarda, % 02 ve 1969 da ilk kullanılan % 40 A emülsiyon % 01 dozda kullanılmıştır. Yani dozlar ve bakiyeler her iki yılda birbirleriyle uygunluk göstermektedir.

1969 da ikinci ilaçlamadan 13 gün sonra ve 3. den iki gün evvel alınan numunelerdeki bakiye nisbeti, son ilaçlamadan 13 gün sonrakinden fazladır. Halbuki 1968 de aksi tesbit edilmiştir. Bu sıcaklıkla ilgili olabilir. 1968 yılına nazaran hava çok daha sıcak geçmiştir.

Yağmurdan sonra bakiyelerde dikkati çekecek farklı bir azalma olmadığı 1968 yılında son ilaçlamadan 4 gün sonra, 1969 da 7 gün sonra olan yağışlardan sonraki bakiyelerde görülmektedir.

1968 ve 1969 yılında yapılan analizler birbirini teyid etmektedir ve toleransın altındadır.

Gusathion'un şeftalilerde bu şartlarda yeni verilen talimata uygun olarak tatbikinde sağlığa zararlı bir bakiye bırakmadığı ve mevcut bakiyelerin toleransın altında olduğu kanaatine varılmıştır.

#### Ö Z E T

Hale cinsi şeftaliler Gusathion aktif maddesi ihtiva eden 3 çeşit ilaçla 3 tatbikat halinde ilaçlanmış ve son ilaçlamadan 2 gün evvel ve 1, 3, 7, 10 ve 13 gün sonra numuneler alınarak bakiye analizleri yapılmıştır. Numuneler 1968 yılında Bursa'nın yalnız Odunluk, 1969 yılında ise Odunluk ve Arabayatağı mevkiinden alınmıştır. Methyl Gusathion W. P. % 25, Gusathion Em % 20, % 02 dozlarında, Gusathion % 40 ise % 01 dozda tatbik edilmiştir.

Modifie edilmiş Meagher et al (1960) metodu ile yapılan analizlerde son ilaçlamadan 13 gün sonra 1968 de Odunluk'ta % 20 Em O. 444 ppm % 25 W.P. 0.46 ppm, 1969 da Odunluk'ta % 20 Em 0.46 ppm; % 25 W.P. 1.15 ppm (Numunenin gayri mütecanis ilaçlandığı tahmin ediliyor) % 40 Em 0.75 ppm; Arabayatağında % 20 Em 0.26; ppm % 25 W.P. 0.52 ppm ve % 40 A Em 0.48 ppm Gusathion bakiyeleri ihtiva ettikleri tesbit edilmiştir.

Bu neticelerin meyvelerde FDA toleransı olan 2 ppm'in bir hayli altında Batı Almanya toleransı olan 0.5 ppm civarında olduğu görülür.

Bu şartlar altında Gusathion'un şeftalilerde sağlığa zararlı bir bakiye bırakmadığı kanaatine varılmıştır.

#### S U M M A R Y

#### THE RESUDUE ANALYSIS OF GUSATHION AGAINST PEACH PESTS IN MARMARA REGION

Three types of insecticides containing Gusathion as an active ingredient are applied on H a l e kind peaches in three applications; and samples are taken two days before the last application, 1, 3, 7, 10 and 13 days after it respectively and their residue analysis are done. In 1968 samples were taken only from Odunluk region of Bursa, in 1969 they were taken both from Odunluk and Arabayatağı regions. Methyl Gusathion W.P. 25 %, Em Gusathion A 40 % is applied in 01 % dosage.

After thirteen days, according to the analyses that are done by the modified Meagher at all (1960) metod : in 1968 in Odunluk % 20 Em 0.44 ppm % 25 W. P. 0.46 ppm; in 1969 in Odunluk % 20 Em 0.48 ppm; % 25 W. P. 1.5 ppm (we think that is the result of nonuniform application) % 40 A Em 0.75 ppm; in Arabayatağı % 20 Em 0.26 ppm; % 25 W. P. 0.52 ppm and % 40 A Em 0.48 ppm Gusathion residues are determined.

These results are below the FDA tolerance which is 2 ppm for fruits and it is around the West Gemmany tolerance which is 0.5 ppm.

Under these conditions we conclude that Gusathion residues on peaches are not harmful to human health.

L I T E R A T Ü R

MEAGHER, W. R., J. M., ADAMS, C. A. ANDERSON and D. Mac DOUGAL,

1960. Colorimetric determination of Gusathion residues in Crops Agr. Food Chem., 8, 282 - 286.