

# BİTKİ KORUMA BÜLTENİ

Cilt : 15

Aralık - 1975

No.: 4

## SÜNE (*EURYGASTER INTEGRICEPS* PUT.) MÜCADELESİNDE KULLANILAN İLÂÇLARIN BUĞDAYIN SAMAN, KAVUZ VE TANELERİNDE KALAN BAKİYELERİNİN ARAŞTIRILMASI

Ayten GÜVENER<sup>1</sup>

Güler ÖNAL<sup>2</sup>

### GİRİŞ

1970 — 1973 yılları arasında yapılan bu çalışmada, Süne (*Eurygaster integriceps* Put.)'ye karşı kullanılan veya biyolojik etkenliği denenmiş DDT, Fenthion, Bromophos, Dichrothophos, Methidathion, Parathion + DDT, Fenitrothion bileşimli ilâçların buğdayların saman, kavuz ve tanelerinde kalan bakiyeleri tespit edilerek en az bakiye bırakan ilâçlar ortaya çıkarılmıştır. Bu ilâçları tayin edebilecek metotlar araştırılmış, lüzumu halinde metotlarda değişiklik yapılarak saman, kavuz ve buğdaylara uygulanabilir hale getirilmiştir.

Böylece, son yıllarda DDT toleranslarının çok düşük seviyelere indirilmesi dolayısıyla, DDT yerine kullanılacak insektisitlerin seçimine yardımcı olacak değerler elde edilmiştir.

### MATERYAL VE METOD

#### A. Materyal

##### 1. İlâçlar

1970, 1971 ve 1973 yıllarında denemeleri ve bakiye analizleri yapılan ilâçlar Cetvel 1'de verilmiştir.

1 Ziraî Mücadele İlâç ve Aletleri Enstitüsü Bakiye Analiz Laboratuvarı Şefi — ANKARA

2 Ziraî Mücadele İlâç ve Aletleri Enstitüsü Bakiye Analiz Laboratuvarı Başasistanı — ANKARA

## CETVEL 1

Süne'ye karşı denenen ve bakiye analizleri yapılan ilaçlar

İ l l â ç l a r ı n		
Ticarî adı ve formülasyon şekli		Aktif madde adı ve oranı (%)
Nexion Em.	(ULV)	Bromophos, 35
Bidrin E.C		Dichrothophos, 24
Accothion Em.	(ULV)	Fenitrothion, 95
Lebaycid Em.	(ULV)	Fenthion, 50
DDT % 25 Em.		DDT, 25
DDT % 10 Toz		DDT, 10
Novathion	ULV	Fenitrothion, 97
Metafen Em.		DDT, 30 + Parathion, 12
Folithion Em.		Fenitrothion, 50
Carbicron	(ULV)	Dichrothophos, 50
Supracid Em.		Methidathion, 40

## 2. Numuneler

(a) 1970 yılında Diyarbakır Bölge Ziraî Mücadele Araştırma Enstitüsünce Süne'ye karşı denenen ve biyolojik etkenlik bakımından ümit verici görülen ilaçlarla ilaçlı buğdayların sap ve başağı birlikte alınmıştır.

(b) 1971 yılında DDT toz ve DDT emülsiyon ile yapılan geniş tatbikat ilaçlamalarından sonra sap ve başağı ile birlikte buğday numuneleri alınmıştır. Muhtelif ilaçlama aletleriyle ve bu iki formülasyonla ilaçlı numunelerdeki DDT bakiye miktarları tespit edilmiştir.

(c) 1972 yılında hem DDT ve hem de bileşimleri Cetvel 1'de bildirilen insektisitlerle ilaçlanmış tarlalardan numuneler alınmıştır. Ayrıca köylü ambarlarında üç ay kadar bekletilmiş ve DDT ile ilaçlı olması muhtemel olan saman numuneleri üzerinde çalışılmış ve köylünün hayvan yemi olarak kullanacağı samanlarda ne miktar DDT bakiyesi bulunacağı tespit edilmek istenmiştir.

(d) 1973 yılında hem DDT toz ve emülsiyon hem de diğer insektisitlerle ilaçlı sahalardan alınan numunelerin sap, kavuz ve buğdayı ayrı ayrı analize tabi tutulmuştur.

## B. Metod

## 1. Saman ve buğdayda Bromophos tayini için kullanılan metod

Cela Landwirtschaftliche Chemicalien firması tarafından verilen metottan istifade edilmiştir (Anonymus 1966).

a) *Metodun esası*

Aktif madde, samandan petrol eterle ekstrakte edilir. Ekstrakt florosil kolonundan geçirilerek temizlenir. Sonra alkali ile sabunlaştırılır ve 2,5 — dichloro — 4 — bromophe — nol'e dönüştürülür. Bu maddenin 4—aminoantipyrin ile verdiği renk şiddeti spektrofotometrede ölçülür.

b) *Reaktifler*

- n—Hexan
- Benzen
- Etil alkol
- Kloroform

— Fosfat tampon çözeltisi: 0,7 m  $K_2HPO_4$  çözeltisinden 70 ml alınır. 0,7 m  $KH_2PO_4$  çözeltisinin 30 ml'si ile karıştırılır ve 200 ml etil alkol ilâve edilip karışım, su ile 1 lt'ye tamamlanır. Tampon çözeltinin pH'sı  $7,6 \pm 1$  olmalıdır. Bu değer, pH metre ile ölçülerek kontrol edilir.

— Aminoantipyrin (1—phenyl—2,3—dimethyl—4— aminopyrazolon—5) reaktifi: 0,1 gr 4—aminoantipyrin 10 ml suda çözülür. Çözelti koyu renkli bir şişede saklanır ve haftada bir taze olarak hazırlanır.

— Potasyum ferrisiyanür çözeltisi: 0,14 gr potasyum ferri siyanür 10 ml suda çözülür. Reaktif renkli bir şişede saklanmalı ve haftada bir yeniden hazırlanmalıdır.

— Sodyum metilat çözeltisi: 2,3 gr taze kesilmiş Sodyum, metanolde çözülür. Bundan 1 ml alıp, hexanla 100 ml'ye seyreltilir.

— Bromophos 10 gamma/ml'de hexanda hazırlanır.

c) *Standart eğrinin çizilmesi*

0, 20, 40, 60, 80 ve 100 gammalık Bromophos miktarları tüplere konur. Herbirine 0,1 ml Sodyum metilat çözeltisi ilâve edilir. Sonra, solvent kaynıyan su banyosunda uçurulur. Son damlalar vakum buharlaştırıcısında uçurulmalıdır.

Bakiye 1 ml % 50'lik etil alkolde çözülür. Kaynıyan su banyosunda 10 da. tutulur. Soğuduktan sonra 10 ml fosfat tampon çözeltisi ilâve edilir ve 1 da. karıştırılır. 0,25 ml potasyum ferri siyanür çözeltisi katılır, karıştırılır. Karanlıkta 3 da. bekletilir. 10 ml kloroform koyup 10 da. da elde çalkalayarak karıştırılır ve ayırma hunisine alınır. Kloroform fazı, susuz sodyum sülfat üzerinden süzerek 1 cm'lik hücrelere konur. Optik dansite 480 m $\mu$  da 0,1 slitte, kloroforma karşı spektrofotometrede okunur.

d) *Numunelerin hazırlanması*

50 gr öğütülmüş buğday veya 25 gr saman tartılır, 250 ml petrol eterle (40—60° C'lik) ekstrakte edilir. Süzülür ve posa 250 ml petrol eterle yıkanır. Süzün-tüler birleştirilir. Petrol eter vakumda 3—5 ml kalıncaya kadar uçurulur.

e) *Metodun uygulanması*

15 gr florosil 600°C'de 2 saat aktive edilir, 2 cm çapındaki cam kolona konur. Kolon petrol eterle nemlendirilir. Numune kolona, petrol eterle aktarılır ve kolondan, 150 ml petrol eter—benzen (1:1) karışımı ile elue edilir. Eluat birkaç ml kalıncaya kadar vakumda buharlaştırılır. Sonra ölçülü hacme tamamlayarak, renk reaksiyonu tatbik etmek üzere hazırlanır. Renk reaksiyonu için standart eğri çiziminde bildirildiği şekilde muamele edilir. Spektrofometrede okunan optik dansite standart eğri ile karşılaştırılarak konsantrasyon bulunur.

2. *Saman ve buğdayda Fenitrothion tayini için kullanılan metod*

a) *Numunenin ekstraksiyonu*

50 gr saman veya öğütülmüş buğday alınır, 300 ml hexanla karıştırılır ve birkaç saat belettikten sonra süzülür. Posa ve kap 200 ml hexanla yıkanır. Birleştirilen hexan süzüntüsü, 200 ml kalıncaya kadar vakumda 30°C'de buharlaştırılır. Sonra Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kolonundan geçirilir ve metod tatbik edilir (Horler 1966).

b) *Alüminyum oksit kolonunun hazırlanması*

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> aktif asidik, aktiflik derecesi 1 olandan 10 gr tartılır ve 0.4 ml su konup aktive edilir. 2 cm çaplı kolona doldurulur. Üzerine 5 gr susuz sodyum sülfat konur. Kolon hexanla nemlendirilir. Yukarıda bildirilen 200 ml'lik ekstrakt, kolondan yavaş yavaş geçirilir. Toplanan hexan eluatı atılır. Kolonda kalan aktif madde 50 ml benzenle elue edilir ve benzen eluatı 30°C'yi geçmeyen su banyosunda ve vakum buharlaştırıcısında uçurulur. Bakiye, erlen kenarları da yıkanarak, 10 ml etanolde çözülür.

Bunu takiben 10 ml su ve 2 ml 5 N—HCl ve 0.3 gr çinko tozu konur. Ayarlı ısıtıcı üzerinde ve geri soğutucu altında, kaynama başladıktan sonra 20 da. ısıtılır. Bu süre sonunda erlenin soğuması beklenir. Sonra, soğutucu damlalık kullanılarak, 10 ml saf su ile erlen içine yıkanır. Soğutucu alınır ve erlen muhteviyatı 50 ml'lik ağzı cam kapaklı mezürlere, beyaz bant süzgeç kâğıdından süzülür. Süzüntüye 1 ml % 0.25'lik sodyum nitrit çözeltisi konup karıştırılır, 10 da. bekletilir. Bunu takiben 1 ml % 2.5'lik amonyum sülfamat sulu çözeltisi (taze hazırlanmış) koyup karıştırılır. Tekrar 10 da. bekletilir. Kapak ve cidarın amonyumsülfamat ile iyice teması sağlanmalıdır. Sonra 2 ml % 1'lik N—(1—Naphtyl—ethylenediamine dihydrochlorid) çözeltisi (taze hazırlanmış) ilâve edilip karıştırılır ve hacim su ile 50 ml'ye tamamlanır. 30 da. rengin develope olması için beklenir ve renk dansitesi 1 cm'lik hücrelerde suya karşı 560 mμ da 0.05 slitte, spektrofometrede okunur.

3. *Saman ve buğdayda Fenthion tayini için kullanılan metod*

Freshe et al. (1962) tarafından başka mahsuller için verilen metodun uygun

kısımından istifade edilmiştir.

a) Numunenin hazırlanması

50 gr saman veya öğütülmüş buğday nümunesi tartılır, 200 ml kloroformla yıkanarak aynı kaptan toplanır.

b) Metodun uygulanması

Temizleme ve yaş yakma ameliyelerine tabi tutularak mikrofosfor tayininden sonra fenthion miktarları bulunur.<sup>1</sup>

4. Saman ve buğdayda Dichrothophos tayinleri için kullanılan metod

Murphy et al. (1965) tarafından verilen metottan faydalanılmıştır.

a) Metodun esası

Dichrothophos alkali ile hidrolize edilerek dimetilamine dönüştürülür. Dimetilamin destile edilerek asitli ortamda tutulur. Sonra dimetilamin'in karbon sülfürle verdiği ürünün, amonyaklı bakır tuzu çözeltisi ile muamelesinde meydana gelen bakır dimetil ditiyokarbamat'ın renk dansitesi spektrofotometrik olarak çözülür.

b) Reaktifler

—Karbon sülfür çözeltisi: Reaktif saflıkta olan karbon sülfürün benzendeki % 5'lik çözeltisi

— Amonyaklı bakır sülfat çözeltisi 50 gr amonyum asetat ve 0.5 gr bakır sülfat 75 ml suda çözülür. Buna 50 ml suda çözülmüş 25 gr sodyum hidroksit çözeltisi katılır ve 50 ml de amonyak konur. Suyu 250 ml'ye tamamlayıp buz dolabında saklanır.

— Metilen klorür

— Benzen

— Etil alkol (% 95'lik)

— 12 N sülfürik asit

— 0.02 N hidroklorik asit

— 10 N sodyum hidroksit

c) Cihazlar

— Çalkalama makinesi

— Mikrodestilasyon cihazı

1 GÜVENER, A., F. AHMET ve Y. İZ, 1970. Mandarin ve Portakallarda Malathion ve Lebayoid bakiyelerinin araştırılması. 109. 313 No.lı Proje Nihai Raporu. Ziraat Mücadele İlâç ve Aletleri Enstitüsü, Ankara.

- Kum banyosu
- Elektrikli ayarlı ısıtıcı
- Spektrofotometre

d) Numunelerin hazırlanması

50 gr öğütülmüş saman veya öğütülmüş buğday numunesi tartılır. 200 ml benzenle, çalkalama makinesinde 30 da. çalkalanır. Adi süzgeç kâğıdından süzülür. Posa ve kap 50 ml benzenle yıkanır. 500 ml'lik ağzı traşlı balona alınan ekstrakt vakumda kuruluğa kadar uçurulur. Bakiye 15 ml metilen klorürde çözülür. İçine bir kaynama boncuğu atılır ve balona spiral soğutucu takılarak ve soğutucudan su geçirilmeyerek, kum banyosunda metilen klorürün buharlaşması sağlanır. Buna kolon üst boşluğundan 5 ml % 95'lik etil alkol ve 4 ml 12 N sülfürik asit konur. Kaynayan su banyosunda 90 da. geri soğutucu altında tutulur. Sonra 15 ml su ile kolon yıkanır. Balon destilasyon cihazına takılır, 8 ml destilat alınmaya kadar elektrikli ısıtıcı üzerinde ısıtılır. Nihayette balon derhal buzlu su ile soğutulur. Alınan destilat atılır.

e) Hidroliz ve renk reaksiyonu

Destilasyon balonuna bağlı tevzi borusu, içinde 5 ml 0.02 N hidroklorik asit bulunan toplama tüpü içine, boru ucu tüpteki sıvı yüzeyin hemen altına gelecek şekilde yerleştirilir. Bundan sonra 15 ml 10 N'lik sodyum hidroksit çözeltisi, cihaza bağlı kolondan balona alınır. Kolon 3—4 ml su ile yıkanır. 3 ml destilat toplanmaya kadar ısı tatbik edilir. Toplama tüpü muhteviyatı iki defa 3'er ml'lik porsiyonlarla karbon sülfürlü benzen reaktifi ile ekstrakte edilir. Üst fazlar ince uçlu bir damlalıkla dikkatle uzaklaştırılarak atılır. Tekrar 5 ml karbon sülfürlü benzen reaktifi ve 2 ml amonyaklı bakır sülfat reaktifi ilâve edilir. Kapak kapatılır ve tam 3 da. şiddetle çalkalanır. Dichrothophos mevcudiyetinde koyu sarı renk libakirdimethyl—dithiocarbamate ihtiva eden üst faz 1 cm'lik hücrelere alınır. Renk dansitesi spektrofotometrede 434 mp da 0.1 slitle benzene karşı okunur. Okuma derhal yapılmalıdır.

f) Dichrothophos standart eğrisinin çizilmesi

Literatürde, standart eğrinin 25 — 250 gamma arasında doğrusal olduğu ve 0.100 değerindeki optik dansiteye 28 gammalık miktarın tekabül ettiği kaydedildiğinden, bu husus dikkate alınarak çalışılır.

5. Saman ve buğdayda DDT tayini için kullanılan metod

a) Numunenin ekstraksiyonu

25 gr numune alınır, 250 ml asetonitril (methyl cyanid) ile 30 da. geri soğutucu altında tutulur. Oda sıcaklığına soğutulur. Soğutucu 15—20 ml asetonitrille damlalık kullanılarak yıkanır. Ağzı traşlı bir erlene kırma süzgeç kâğıdından

süzülür ve posa ile kap 3 defa 25'er asetonitril ile yıkanır. Aynı süzgeçten süzülerek süzüntüler aynı erlende toplanır asetonitril vakumda 30—33°C'de uçurulur. Solvent bitirken hemen vakum kaldırılmalıdır, aksi halde DDT kaybı olabilir.

Bakiye derhal 5 ml petrol eterde çözülür (40—60°C'lik) ve kolondan geçirilecek hale getirilir. Ağız kapalı tutulur.

*b) Kolonun hazırlanması ve kolonda temizleme*

60—100 mesh'lik Florosil 650°C'de 2 saat aktive edilir. Bu sıcak materyalden 13 gr yani 10 cm yükseklik verecek miktar kolona aktarılır. Üzerine 1—1.5 cm (4 gr) yükseklik verecek kadar susuz sodyum sülfat konur. Florosil soğur soğumaz petrol eterle nemlendirilir ve 20—25 ml petrol eter akması beklenir. Kolon böylece numunenin geçirilmesi için hazırlanmış olur. Numune, petrol eterle (40 — 60°C'lik) nemlendirilmiş kolona aktarılır. Dakikada 5 ml eluat alınacak şekilde musluk ayarlanır. Elusyona, içinde % 7 eter ihtiva eden petrol eterden 125 ml kullanarak devam edilir. Ağız traşlı erlende toplanan petrol eter eluatı vakumda, 30°C'yi geçmiyen sıcaklıkta uçurulur ve hemen kuruyacağı anda vakum kaldırılarak alınır.

En sonda derhal 2 ml veya münasip olacak ölçülü bir miktar hexanda çözülür. Ağız sıkı cam kapaklı tüpte buz dolabında saklanır. Böylece hazırlanmış olan numunede kâğıt kromatografisi ile tayin yapılır (Güvener ve Günay 1968).

*6. Saman ve buğdayda Methidathion tayini için kullanılan metod*

Methidathion tayinlerinde Eberle et al. (1968) tarafından verilen metottan istifade edilmiştir.

*a) Numunenin ekstraksiyonu*

50 gr numune alınır. Florosil kolonu ve Asetonitril — Petrol eter arasında dağılım şekli tatbik edilerek kısmen yabancı maddelerden temizlenir. Daha sonra ince tabaka kromatografisi ile daha hassas bir temizlemeye tabi tutulur. Methidathion ihtiva eden bölge plaktan kazınarak alınır ve metanolde çözülür. Absorban madde süzülerek ayrılır ve metanolla ölçülü hacme getirilmiş olan numune çözeltisi gaz kromatografik yolla değerlendirilir. Metotta bildirilen kolon yerine, laboratuvarımızda mevcut SE 30 kolon'u ve Flame ionization detector'ü kullanılmıştır. Yapılan ön denemelerle, mevcut şartlardan istifade ederek gazkromatografik yolla değerlendirme yapılabileceği önceden saptanmıştır. 0.1 gamma Methidathion ölçülebilir peak vermiştir.

*7. Saman ve buğdayda Parathion tayini için kullanılan metod*

50 gr numune tartılır, ekstraksiyon benzenle yapılır ve Güvener ve Günay (1968) tarafından diğer mahsullerde Parathion tayini için çalışılan kolorimetrik metot tatbik edilir.

## SONUÇLAR

(a) Cetvel 2'deki sonuçlardan görüleceği üzere 1970 yılında yapılan çalışmalar, organik fosforlu insektisitlerin DDT'ye nazaran daha az bakiye bıraktığını ortaya koymuştur.

(b) Cetvel 3'de bildirilen analiz sonuçları, 1971 yılı ürününe aittir. DDT % 10 toz ile ve sedyeli körük kullanarak 2.5 kg preparat/dk dozda ilaçlama yapıldıktan sonra hasat zamanı alınan altı numunenin saman kısmında ortalama 0.8 — 2.7 ppm miktarlarında DDT bakiyesi bulunmuştur.

DDT % 10 toz ile 2.5 kg preparat/da dozda uçakla yapılan ilaçlamadan sonra hasat zamanı alınan yedi numunenin saman kısmında ortalama 2.0—9.0 ppm DDT ve DDT % 25 Em. ile uçaktan yapılan ilaçlamadan sonra hasat zamanı alınan beş numunenin saman kısmında 61—24 ppm, altıncı numunede ise 96 ppm DDT tespit edilmiştir.

(c) 1972 yılında saman ve buğday numunelerinin analiz sonuçları Cetvel 4'te verilmiştir. Cetvelden görüldüğü üzere, DDT bakiyesi, anız numunesinde 95 ppm, diğer saman numunesinde ortalama 48 ppm'dir. Buğdaylarda ise kullanılan metodun hassasiyet sınırları içinde DDT bakiyesi bulunmamıştır.

DDT + Parathion ihtiva eden Metafen ile ilaçlı numunenin saman kısmında, DDT bakiyesi ortalama 70 ppm, Parathion bakiyesi 0.25 ppm'dir.

Folithion % 50 ve Novathion ULV ile ilaçlı buğdayların samanlarda sırasıyla 0.25 ppm ve 0.49 ppm Fenitrothion bakiyeleri tespit edilmiştir.

Carbiron % 10 ve Carbiron % 50 ile ilaçlı numunelerin samanlarında sırasıyla 0.32 ppm ve 0.27 ppm Dichrothophos bakiyesi bulunmuştur.

Supracid ile ilaçlı numunenin samanında ise 19 ppm Methidathion bakiyesi tespit edilmiştir.

(d) 1972 yılında, ayrıca depolamadan üç ay sonra köylü ambarlarından alınan saman numunelerinde DDT bakiyeleri aranmış, 18 ppm'e kadar çıkan DDT tespit edilmiştir (Cetvel 5).

(e) 1973 yılında ise hem DDT toz ve emülsiyon ile hem de Novathion, Carbiron ve Supracid ile ilaçlı sahalardan sap ve başağı ile buğday numuneleri alınmış, bunların sapları, kavuzları ve buğdayları ayrı ayrı analize tabi tutulmuştur; sonuçlar Cetvel 6'da verilmiştir. En az bakiye bırakan insektisitler Fenitrothion ve Dichrothophos bileşimliler olmuştur. Supracid yüksek bakiye bırakmış ve buğdaya da intikal etmiştir.

% 10 DDT toz ile ilaçlı buğdayların samanlarında 1.3—2.6 ppm, kavuzlarında 1.5—4.4 ppm DDT tesbit edilmiştir.

% 25 DDT emülsiyon ile ilaçlı buğdayın samanında ortalama 14 ppm, kavuzunda 25 ppm DDT bulunmuştur. DDT buğdaya intikal etmemiştir.



## CETVEL 2

1970 Yılında Diyarbakır Enstitüsünce Süne'ye karşı denenen ilaçların saplı başaklarda ve buğdaylarda tespit edilen bakiyeleri

İ l l â c ı n		İ l â ç b a k i y e l e r i ( o r t a l a m a p p m )			
Adı	D o z u (gr aktif madde/da)	İ l â ç l a m a tarihi	N ü m u n e a l m a tarihi	Saplı başakta	Samanda
Nexion ULV	70	15/5/1970	5/6/1970	2.17	3.62
Accothion ULV Concandre	76	17/5/1970	5/6/1970	1.50	2.50
Lebaycid ULV	100	17/5/1970	5/6/1970	2.65	4.41
DDT % 25 Em.	250	30/4/1970	16/6/1970	14.5	24.1
Bidrin % 24 E.C.	30	19/5/1970	16/6/1970	1.15	1.91

CETVEL 3

1971 yılında Süne'ye karşı ilâçlanmış buğdayların samanlarında tespit edilen DDT bakiyeleri

İ l l â c ı u						
Adı	Dozu (l.reparat/da)	İlâçlama Şekli	Nümunenin Alındığı yer	İlâçlama tarihi	Nümunne alma tarihi	DDT bakiyeleri (ortalama ppm)
DDT % 10 toz	2,5 kg	Sedyeli körükle	Siverek, Budikhan	26/5/1971	21/6, 1971	0.9
»	»	»	»	»	»	1.8
»	»	»	»	»	»	0.8
»	»	»	»	»	»	0.8
»	»	»	»	»	»	0.8
»	»	»	»	»	»	2.7
»	»	Uçaktan	Ambar	25/5/1971	18/6/1971	2.0
»	»	»	»	28/5/1971	25/6/1971	8.0
»	»	»	»	»	»	5.5
»	»	»	»	»	»	6.0
»	»	»	Diyarbakır, Merkez	26/5/1971	»	9.0
»	»	»	»	26/5/1971	»	4.5
»	»	»	»	26/5/1971	»	6.7
DDT % 25 Em.	1000 cc	»	Karabaş	24/5/1971	18/6/1971	96.0
»	»	»	Ergani, Tilhum	25/5/1971	17/6/1971	6.1
»	»	»	Ergani, Zengetil	10/5/1971	»	11.0
»	»	»	Zır. Araştırma Kıtırabil	18/5/1971	18/6/1971	24.0
»	»	»	»	»	»	18.0
»	»	»	»	»	»	22.0
Şahit numuneler	—	—	—	—	—	Reaksiyon vermedi

## CETVEL 4

1972 yılında Süne mücadelesi yapılan yerlerden alınan numunelerde tespit edilen ilaç bakiyeleri

İ l a c ı n							İnsektisit bakiyeleri (ortalama ppm)	
A d ı	Dozu (gr aktif madde/da)	İlaçlama Şekli	Numunenin aindığı yer	İlaçlama tarihi	Numune alma tarihi	Hasat ve nu- mune alma şekli	Samanda	Buğdayda
DDT % 25 Em.	250	Uçaktan	Diyarbakır	3-5/6/972	6/7/972	Biçer döğerle hasat edilmiş tarlada kalan saplar (anız)	95 ppm DTT	Nümunesi gelmedi
DDT % 25 Em.	250	»	Diyarbakır, Kuşburnu, Evren	3-5/6/972	7/7/972	Biçer döğerle hasat edilen saplı ve kavuzlu buğdaylar	43 ppm DTT	Yok
Metafen	600 cc	»	Diyarbakır, Mermer, Arpa deresi	21/5/972	1/7/972	Orakla hasat edilen saplı ve kavuzlu buğdaylar	79 ppm DTT 0 25 ppm Parathion	»
Folithion % 50	90	»	Diyarbakır, Arpa deresi	»	»	» »	0.49 ppm Fenitrot- hion	»

## CETVEL 4 (Devamı)

1972 yılında Süne mücadelesi yapılan yerlerden alınan numunelerde tespit edilen ilaç bakiyeleri

İ l l a c ı n							İnsektisit bakiyeleri (ortalama ppm)	
A d ı	Dozu (gr aktif madde/da)	İlaçlama Şekli	Numunenin alındığı yer	İlaçlama tarihi	Numune alma tarihi	Hasat ve nu- mune alma şekli	Samanda	Buğdayda
Novathion ULV % 97	100	Uçaktan	Diyarbakır, Mermer, Arpa deresi	21/5/1972	1/7/1972	Orakla hasat edilen saplı ve kavuzlu arpa	0.40 ppm Fenitrot- hion	Yok
Carbicron % 100	24	Atomizörle	Diyarbakır, Çınar, Dipi- ni köyü	23/6/1972	6/7/1972	» »	0.32 ppm Dichrot- hophos	»
Carbicron % 50	80	Uçaktan	Diyarbakır, Mermer Arpa deresi	21/5/1972	1/7/1972	» »	0.27 ppm Dichrot- hophos	»
Supracid 40	100	Atomizörle	Diyarbakır, Dipini köyü	23/6/1972	6/7/1972	» »	19.7 ppm Methidat- hion	»

## CETVEL 5

1972 Yılında Süne mücadelesi yapılan Diyanbakır Bölgesinin köylü ambarlarından alınan saman numunelerinde tespit edilen DDT bakiyeleri

Nümunen No.	İlaçlama ve hasat şekli	Numunenin alındığı yer	DDT bakiyeleri (ortalama ppm)
1	% 25 DDT Em. ile uçaktan ilâçlanmış, biçer döğerle hasat edilmiş	Mermer, Arpa deresi	9.0
2	% 25 DDT Em. ile uçaktan ilâçlanmış, biçer döğerle hasat edilmiş	»	0.7
3	% 25 DDT Em. ile uçaktan ilâçlanmış, orakla biçilmiş, döğenle saman ve buğday ayrılmış	Söğütlü	10.0
4	% 25 DDT Em. ile uçaktan ilâçlanmış, biçer döğerle hasat edilmiş	»	6.0
5	% 25 DDT Em. ile uçaktan ilâçlanmış, biçer döğerle hasat edilmiş	»	18.0
6	% 25 DDT Em. ile uçaktan ilâçlanmış, orakla hasat edilmiş	Katin	2.8
7	% 25 DDT Em. ile uçaktan ilâçlanmış, orakla hasat edilmiş	Mermer	2.2
8	% 25 DDT Em. ile uçaktan ilâçlanmış, orakla hasat edilmiş	»	1.35
9	% 25 DDT Em. ile uçaktan ilâçlanmış, orakla hasat edilmiş	»	Yok
10	% 25 DDT Em. ile uçaktan ilâçlanmış, orakla hasat edilmiş		0.9

Cetvel 5'deki sonuçlardan görüleceği üzere, hasattan üç ay sonra köylü ambarlarından alınan samanlarda 18 ppm'e kadar çıkan DDT bakiyeleri tespit edilmiştir. 10 nümunenin ortalaması ile 6.1 ppm olmaktadır.

CETVEL 6

1973 Yılında Süne'ye karşı uçak ile denenen ilaçların saman, kavuz ve buğdaylardatespit edilen bakiyeler

İ l â c ı n		Nümunenin alın- dığı yer	İlaçlama tarihi	Nümunne alma tarihi	İnsektisit bakiyeleri (ortalama ppm)		
A d ı	D o z u (gr aktif madde/da)				Samanda	Kavuzda	Buğdayda
DDT % 10 toz	250	Ditüni	19/5/1973	15/6/1973	1.5	1.5	Yok
»	250	Çınar	18/5/1973	15/6/1973	1.3	4.4	»
DDT % 25 Em.	187.5	Kağıtlı	19/5/1973	14/6/1973	14.0	25.0	»
Novathion ULV	97	Alabal	18/5/1973	14/6/1973	Eser	0.28	»
»	97	»	18/5/1973	14/6/1973	Eser	0.68	»
»	97	»	18/5/1973	14/6/1973	Eser	Eser	»
Carbicon % 100	24	Sadi	9/6/1973	14/6/1973	0.45	0.84	»
Carbicon % 50	24	»	25/5/1973	10/6/1973	0.84	1.40	»
Supracid	250	»	25/5/1973	10/6/1973	35.1	9.7	3.3

## MÜNAKAŞA ve KANAAT

(a) Süne mücadelesinde kullanılan veya biyolojik etkenlik yönünden denenilen ilaçlardan samanlarda en çok bakiye bırakan DDT'nin emülsiyon formülasyonu olmuştur. Etkili maddesi Methidathion olan Supracid bunu takip etmiştir.

(b) En düşük bakiyeler, Fenitrothion ve Dichrothophos bileşimli ilaçlarla ilaçlı saman numunelerinde bulunmuştur.

(c) DDT bakiye miktarlarında, kullanılan formülasyon tipi ve ilaçlama aletleri de etkenlik göstermiştir. Şöyle ki:

Cetvel 3'ten görüleceği üzere, sedyeli köriikle yerden, DDT % 10 toz ile, 2.5 kg prep./da dozda yapılan Süne mücadelesinden sonra alınan altı buğday numunesinin samanında tespit edilmiş olan miktarların ortalaması 1.47 ppm; DDT % 10 toz ile aynı dozda fakat uçakla yapılan mücadeleden sonra alınan 7 numunedeki miktarların ortalaması 5.96 ppm; DDT % 25 Em. ile uçaktan yapılan mücadeleden sonra alınan 5 numunedeki miktarların ortalaması 16.22 ppm'dir. Üzerinde 96 ppm DDT bulunan bir numune hesaba dahil edilmemiştir. Bu numunenin alındığı kısma ayarlı dozdan fazla ilaç düşmüş olabileceği kabul edilmiştir.

Yukarda verilen değerler DDT'nin toz formülasyonlarının, emülsiyon formülasyonlarına nazaran çok daha düşük miktarlarda bakiyeler bıraktığını göstermiştir. 1972 ve 1973 yılları numunelerinde de aynı durum ortaya çıkmıştır.

Ayrıca toz formülasyonlar, yerden ilaçlama şeklinde, havadan ilaçlamaya nazaran 1/4 miktarında daha düşük seviyede DDT bakiyesi bırakmıştır.

(d) DDT bakiyeleri buğdaya intikal etmemiştir (Cetvel 6).

(e) Bir anız numunesinde 95 ppm gibi çok yüksek miktarda DDT bulunmuştur.

(f) Köylü ambarlarında en az üç ay beklemiş samanlarda da DDT bakiyeleri eseri seviyelere düşmemiştir (Cetvel 5).

FAO/WHO listelerinde (Anonymus 1971) ve Alman listelerinde DDT toleransı 0.1 ppm'dir, USDA listelerinde ise birçok ürünler için 1—7 ppm'lik DDT toleransı mevcuttur.

Hayvan yağlarında veya süt ve yumurtalarda bulunabilecek DDT miktarları da toleranslara bağlandığından konu üzerinde önemle durulmalı, tatbikata dikkatle yön verilmelidir.

DDT kullanımından vazgeçildiği takdirde Fenitrothion ve Dichrothophos bileşimli insektisitlerin tatbikata intikali düşünülebilir. Bromophos yalnız bir nu-

munede tespit edildiği için tam bir hükme varılamamıştır.

Fenitrothion toleransları, Alman tolerans listesinde, sebze ve meyveler için 0.5 ppm; FAO/WHO listesinde, bazı meyvelerde 0.5 ppm, domateste 0.2 ppm'dir. Halen hububatta toleransı bildirilmemiştir.

Bromophos için Alman tolerans listesinde bazı sebze ve meyvelerde 1.5 ppm, Codex Alimentarius listesinde hububatta (Anonymus 1975) 0.2 ppm'lik muvakkat tolerans bildirilmiştir.

Organik fosfatlı insektisitlerle ilaçlı saman numunelerinin bazılarında bakiye miktarları da toleransları aşmış, bazılarında toleranslar civarında bulunmuştur.

### ÖZET

1970 — 1973 yılları arasında yapılan bu çalışma ile, Süne mücadelesinde kullanılan DDT toz ve emülsiyon formülasyonlarının yer aletleri ve uçakla tatbikinden sonra saman ve buğdayda kalan bakiyeleri tetkik edilmiştir.

Ayrıca, biyolojik etkenliği bakımından ümitvar görülen Fenthion, Bromophos, Dichrothophos, Fenitrothion ve Methidathion, Parathion bileşimli ilaçların da saman ve buğdaylarda ne miktar bakiye bırakacağı araştırılmıştır. En düşük bakiyeleri Fenitrothion ve Dichrothophos bileşimli ilaçlar vermiştir.

DDT'nin emülsiyon formülasyonları çok yüksek, toz formülasyonları daha düşük bakiyeler bırakmıştır. DDT tatbikatlarına son verildiği taktirde ilaç bakiyeleri yönünden tatbikata intikal edebilecek en uygun ilaçların Fenitrothion ve Dichrothophos bileşimli ilaçlar olabileceği kanaatine varılmıştır.

### TEŞEKKÜR

Numuneleri gönderen Diyarbakır Bölge Ziraat Mücadele Araştırma Enstitüsüne teşekkürlerimizi bildiririz.

### SUMMARY

INVESTIGATION OF SOME INSECTICIDE RESIDUES IN HAY AND WHEAT AFTER TREATMENT AGAINST SUNN PEST (*Eurygaster integriceps* Put.)

DDT, Fenthion, Bromophos, Dichrothophos, Fenitrothion, Parathion and Methidathion residues were investigated in hay and wheat after treatment with this insecticides against Sunn pest in the years 1970—1973.

The highest residues were leaved by DDT emulsion. Supracid (Methidathion) followed that. The insecticides containing Fenitrothion or Dichrothophos leaved less residues in hay samples.

Used formulation and treatment technic made supression on the residue



levels of DDT in hay. If the treatment were made from airplane, the residue levels were higher than in the treatment from ground.

The dust formulation of DDT leaved less residues than emulsion. The hay samples remained in the field after harvest had 95 ppm DDT.

During three months storage of hay in the warehouses of village, DDT residues have not decreased to the trace levels.

DDT residues were not detected in wheat samples by used methods. DDT founded in hay samples are important from the point of view of usage them as animal feeds. Therefore it was pointed out the necessity of investigation DDT residues in fat, milk and eggs. If the usage of DDT were ended against Sunn pest, it is advisable to use Fenitrothion or Dichrothophos formulations.

### LİTERATÜR

ANONYMUS, 1966. Determination Bromophos in Cherries. Cela Landwirtschaftliche Chemicalien Gesellschaft.

———, 1971. Pesticide residues in food. Report of the Joint FAO/WHO Meeting. FAO Agricultural Studies No 88.

———, 1975. Report of the eight session of the Codex Committee on Pesticide Residues. Alinorm 76/24.

EBERLE, D., R.DELLEY, G. SZE'KELY and A. GEISER, 1968. GS 13005 Determination of residues in fruits vegetables and olive oil. Analytical Method, Geigy, ROS No 2498.

GÜVENER, A. ve Y. GÜNAY, 1968. Ziraî Mücadele İlaçlarının mahsuller üzerinde kalan eseri miktarlarının sağlık noktai nazarından önemi ve kontrolü TOAG/36, 10—14.

FRESHE, H., H. NIESSEN and H. TIETZ, 1962. Method of determining residues of the insecticide Lebaycid in plant material. Pflanzenschutz — Nachrichten, Bayer, 15 (3), 148—159.

HORLER, D.F., 1966. Determination of Fenitrothion on stored barley. J. Stored Prod. Res. 1, 287—290.

MURPHY, R.T., L.K. GASTON and F.A. GUNTHER 1965. Colorimetric analytical method for Bidrin residues in Alfalfa, Clery, Lemon Peel, Lettuce, Orange peel, Patatoes, strink Beans and Tomatoes. J. agric, Fd. Chem. 13 (3), 242—244.