

TOZ İLAÇ FORMÜLASYONLARINDA KULLANILAN DOLGU MADDELERİNDEN TALK VE KAOLENDE İNCELİK DERECESESİ İLE DİĞER BAZI ÖNEMLİ FİZİKSEL ÖZELLİKLER ARASINDAKİ İLİŞKİ

Aziz SAV¹

Gürsel ERDİLLER²

Ö Z E T

Bu çalışmada, toz ilaçlarda yaygın olarak kullanılan talk ve kaolende, incelik derecesinin, diğer fiziksel özellikler üzerindeki etkisi ortaya konmaya çalışılmıştır.

Araştırma sonuçlarından, inceliğin, fiziksel özellikler üzerinde büyük çapta etkili olduğu anlaşılmaktadır.

G İ R İ Ş

Genel olarak toz ilaçlarda aktif madde oranı % 1-10 arasında değişmektedir. Aktif madde dışında kalan % 90-99'luk kısım dolgu maddesidir. Bu nedenle, toz ilaçların fiziksel özelliklerini dolgu maddeleri belirlemektedir. Diğer bir deyişle, toz bir formülasyonda kullanılan dolgu maddesinin fiziksel özellikleri, o formülasyonun fiziksel özellikleridir.

Dolgu maddelerinin, aynı zamanda aktif maddenin stabilitesi açısından da önemi vardır. Ancak, formülasyon çalışmalarında, öncelikle dolgu maddelerinin fiziksel özellikler bakımından uygunluk göstermeleri gerekli görülmektedir. Dolayısıyla, bir formülasyon geliştirilirken kimyasal stabilite çalışmaları ikinci aşamayı teşkil etmektedir.

¹ Ziraat Mücadele Araştırma Enstitüsü - YENİMAHALLE/ANKARA

² A. Ü. Ziraat Fakültesi, Bitki Koruma Bölümü - ANKARA

Yazının Yayın ve Yönetim Kurulu'na geliş tarihi (Received) : 25.7.1988

Bu araştırmada, Ankara Zirai Mücadele Araştırma Enstitüsü Fiziksel Analiz Laboratuvarı'nda, ruhsat amacıyla gelmiş toz ilaçlarda aranılan fiziksel özellikler dikkate alınarak, belli kaynaklardan temin edilmiş talk ve kaolenin, üç ayrı incelik derecesindeki örneklerinde, litre ağırlığı, sıkıştırılmış ağırlık, sıkıştırılmış yoğunluk, akıcılık ve yapışma kabiliyeti gibi özellikleri tespit edilerek; incelik derecesinin söz konusu özellikler üzerine etkisi ortaya konulmaya çalışılmıştır.

Fischer (1951)'e göre, talk, kaolen, şist, kalsiyum karbonat ve bolus (montmorillonit grubundan), toz ilaçlarda dolgu maddesi olarak en çok kullanılan minerallerdir. Lesveaux et al. (1954)'e göre, tozuma özelliklerinin iyi olmasından dolayı talk ve kaolen, dolgu maddesi olarak toz ilaçlarda geniş çapta kullanılmaktadır. Perkov (1956), talk ve kaolende sıkıştırılmış ağırlıkların farklı olduğunu, kaolenin sıkıştırılmış ağırlığının talkinkinden daha düşük bulunduğunu belirtmektedir. Martens (1960)'a göre, yapışma kabiliyeti bakımından, talk kaolenden daha iyidir. Flanagan (1972)'a göre, toz ilaçlarda en fazla, mineral menşelli dolgu maddeleri kullanılmaktadır. Dolgu maddelerinin en önemli özellikleri zerre büyüklüğü, litre ağırlığı, sıkıştırılmış yoğunluk (bulk density), akıcılık, sorptive kapasite, spesifik gravite, tozuma kabiliyeti, yüzey asidite ve zerre şeklidir. Öztürk (1977), bir bölgeden alınan aynı cins dolgu maddelerinin, renkleri aynı olsa dahi, kimyasal ve fiziksel özelliklerinin değişik olabileceğini ve aynı yerden alınan dolgu maddesinin zaman zaman kimyasal ve fiziksel özelliklerinin tespit edilmesi gerektiğini belirtmektedir.

Belli alt ve üst sınırlar içinde kalan değişik incelik derecelerindeki talk ve kaolende, fiziksel özellikler arasındaki ilişkiyi araştıran bir bilgiye rastlanamamıştır. Ülkemiz'de ilk defa yapılan böyle bir çalışmanın benzerleri, esas olarak, gelişmiş ülkelerdeki ilaç firmalarının kendi laboratuvarlarınınca gerçekleştirilmekte olup, çeşitli nedenlerle bu çalışmalarını yayınlamamayı tercih etmektedirler.

MATERYAL VE METOT

Denemede kullanılan talk, Bayer Türk Kimya Sanayii Limited Şirketi'nden; kaolen ise, Maden Tetkik Arama Genel Müdürlüğü (MTA)'den sağlanmıştır.

Farklı incelikteki talk ve kaolen örneklerinin hazırlanması

149-74 μ , 74-44 μ ve 44 μ 'dan küçük zerrelili talk ve kaolen örneklerini elde etmek için 149 μ (U.S. Standard No: 100 Mesh)'luk, 74 μ (U.S. Standard No: 200 Mesh)'luk ve 44 μ (U.S. Standard No: 325)'luk elekler kullanılmıştır. Eleme işlemi, Anonymous (1967)'de önerilen Ro-Tap cihazında, en üstteki elekte 20 g materyal olduğu halde, 10 dakika süreyle yapılmıştır.

Litre ağırlığı, sıkıştırılmış ağırlık ve sıkıştırılmış yoğunluk (bulk density)

Üç incelik grubuna ayrılmış olan talk ve kaolende litre ağırlığı, sıkıştırılmış ağırlık ve sıkıştırılmış yoğunluk (bulk density) tayin edilirken, Ayhangil et al. (1959) tarafından geliştirilen ve Enstitümüz'de uygulanmakta olan yöntemden yararlanılmıştır.

Akıcılık

Akıcılık tayini, Ayhangil et al. (1959) tarafından geliştirilen ve Enstitümüz'de halen uygulanmakta olan yöntem ile yapılmıştır. Ancak söz konusu yöntem; kum yerine cam bilye alınması ve karıştırmanın elle değil makina ile yapılması şeklindeki iki değişiklikle uygulanmıştır.

Nem

Değişik inceliklerdeki talk ve kaolende nem tayini için Eaton ve Mc Kone (1960) tarafından önerilen yöntemden yararlanılmıştır.

Yapışma kabiliyeti

Talk ve kaolen örneklerinin bitkiye yapışma durumunu ortaya koymak üzere, Zeumer (1954) tarafından geliştirilmiş olan yöntem kullanılmıştır. Deneme, paslanmaz çelikten bir yüzey üzerinde gerçekleştirilmiştir.

S O N U Ç L A R

Üç farklı incelik derecesindeki talk ve kaolen örneklerinin fiziksel analiz sonuçları Çizelge 1'de gösterilmiştir.

ÇİZELGE 1. Değişik incelikteki talk ve kaolen örneklerinde fiziksel özellikler

Dolgu maddesi	Sıra no	İncelik derecesi (µ)	Litre ağırlığı (g/l)	Sıkıştırılmış ağırlık (g/l)	Sıkıştırılmış yoğunluk (%)	Akıcılık	Nem oranı (%)	Yapışma kabiliyeti (%)
Talk	1	149-74	900	1386	35	2	0,026	16.2
	2	74-44	845	1334	37	3	0,024	36.8
	3	44>	550	970	43	22	0,025	60.3
Kaolen	1	149-74	783	979	20	4	0,184	6.2
	2	74-44	533	889	40	27	0,19	19.5
	3	44>	400	706	43	30	0,184	42.3

149-74 μ 'luk incelikteki talk :

Ele alınan talk örnekleri içinde en iri zerrelili olan 1 no'lu örnekte litre ağırlığı 900 g, sıkıştırılmış ağırlık 1386 g, sıkıştırılmış yoğunluk % 35, akıcılık 2, nem oranı % 0.026 ve yapışma kabiliyeti % 16.2'dir.

74-44 μ 'luk incelikteki talk :

Orta incelikte olan bu 2 no'lu talk örneğinde litre ağırlığı 845 g, sıkıştırılmış ağırlık 1334 g, sıkıştırılmış yoğunluk % 37, akıcılık 3, nem oranı % 0.024 ve yapışma kabiliyeti % 36.8'dir.

44 μ 'dan küçük zerrelili talk :

Üzerinde çalışılan talk örnekleri içinde en küçük zerrelili olan 3 no'lu örnekte litre ağırlığı 550 g, sıkıştırılmış ağırlık 970 g, sıkıştırılmış yoğunluk % 43, akıcılık 22, nem oranı % 0.25 ve yapışma kabiliyeti % 60.3'dür.

149-74 μ 'luk incelikteki kaolen :

1 No'lu kaolen örneğinde litre ağırlığı 783 g, sıkıştırılmış ağırlık 979 g, sıkıştırılmış yoğunluk % 20, akıcılık 4, nem oranı % 0.184 ve yapışma kabiliyeti % 6.2'dir.

74-44 μ 'luk incelikteki kaolen :

Orta incelikteki 2 no'lu kaolen örneğinde litre ağırlığı 533 g, sıkıştırılmış ağırlık 889 g, sıkıştırılmış yoğunluk % 40, akıcılık 27, nem oranı % 0.19 ve yapışma kabiliyeti % 19.5'dir.

44 μ 'dan küçük zerrelili kaolen :

3 No'lu en ince kaolen örneğinde litre ağırlığı 400 g, sıkıştırılmış ağırlık 706 g, sıkıştırılmış yoğunluk % 43, akıcılık 30, nem oranı % 0.184 ve yapışma kabiliyeti % 42.3'dür.

TARTIŞMA VE KANI

Bu çalışmamızda, Bayer Türk Kimya Sanayii Limited Şirketi'nden temin edilen talk ile Maden Tetkik Arama Genel Müdürlüğü (MTA)'den sağlanan kaolen örnekleri kullanılarak, önemli bir fiziksel özellik olan incelik derecesinin diğer fiziksel özellikler üzerindeki etkisi ortaya konulmuştur.

Çizelge 1'deki sonuçların incelenmesinden, gerek talk gerekse kaolen örneklerinde, inceliğin, diğer fiziksel özellikleri önemli oranda etkilediği anlaşılmaktadır. Ancak, incelik derecesi değişikliğinden dolayı fiziksel özelliklerin etkilenme oranı, talk ve kaolende farklı olmuştur. Örneğin, talkta, incelik derecesi 149-74 μ (1 No'lu)'dan 74-44 μ (2 No'lu)a yükselirken, litre ağırlığı % 6.1 azalmış; kaolende ise, aynı incelik derecesi değişikliği, litre ağırlığında % 31.9'luk bir düşüş meydana getirmiştir. Yine, talkta, incelik derecesi 74-44 μ (2 No'lu)'dan, 44 μ 'dan küçük incelik derecesine yükselirken, yapışma kabiliyeti % 63.8 artmış; kaolende ise, aynı incelik derecesi değişikliği, yapışma kabiliyetinde % 53.9'luk bir artışa yol açmıştır. Benzer durumlar, sıkıştırılmış ağırlık, sıkıştırılmış yoğunluk ve akıcılık için de söz konusudur.

İnceliğin artışıyla litre ağırlığındaki azalış, küçük zerreler arasında daha fazla boşluğun oluştuğunu akla getirmektedir. Nitekim, örneklerde sıkıştırılmış yoğunluk değerlerine bakıldığında, partiküllerdeki küçülmeye paralel olarak sıkışma oranının arttığı görülmektedir. Partiküllerin küçülmesiyle akıcılıkta meydana gelen azalışı, partiküllerde toplam yüzey sahasının genişleyerek sürtünmenin yükselmiş olmasıyla; yapışma kabiliyetinin artışı ise, yine partiküllerin yüzey sahalarının genişlemesi yanında ağırlıklarının azalmasıyla açıklamak mümkündür.

Diğer taraftan aynı incelikteki talk ve kaolen örnekleri karşılaştırıldığında litre ağırlığı, sıkıştırılmış ağırlık, akıcılık ve yapışma kabiliyetinin talkta daha yüksek olduğu görülmektedir. Sıkıştırılmış yoğunluk bakımından durum farklıdır. Şöyle ki; 1 No'lu talkta sıkıştırılmış yoğunluk % 35 iken, 1 No'lu kaolende daha düşük, yani % 20'dir. Buna karşılık, 2 No'lu talkta sıkıştırılmış yoğunluk % 37 iken, 2 No'lu kaolende daha yüksek, yani % 40'dır. 3 No'lu talk ve kaolen örneklerinde sıkıştırılmış yoğunluk değeri aynı, yani % 43'dür. Bu sonuç, talk ve kaolenin sıkıştırılmış yoğunluk değerlerinin, bulunduk-

ları incelik derecesine bağlı olarak, birbirine göre düşük, veya yüksek veya eşit olabildiğini ortaya koymaktadır.

Yaptığımız çalışmalarda, talkta sıkıştırılmış ağırlığın kaolene göre yüksek bulunması, Perkov (1956) tarafından da doğrulanmaktadır. Yine, talkta yapışma kabiliyetinin kaolene göre fazlalığı da, Martens (1960) tarafından doğrulanmaktadır.

Meteorolojik şartlara bağlı olarak zaman zaman değişebilen nem oranı, kaolende, talktan yaklaşık 6.5 kat daha fazla bulunmaktadır. Kaolendeki nem fazlalığının, onun akıcılığı üzerinde olumsuz etkiye yol açtığı ve böylece, talka göre daha düşük bir akıcılık gösterdiği düşünülmektedir. Ancak, aynı nem fazlalığının, kaolenin yapışma kabiliyeti üzerinde beklenen etkiyi meydana getirmediği ve talka göre daha düşük olduğu gözlenmektedir. Bundan, yapışma kabiliyeti üzerinde, diğer faktörlerin (zerre şekli, elektrostatik şarj) daha etkili olabildiği sonucu akla gelmektedir.

Değişik incelik derecelerindeki talk ve kaolen örneklerinin fiziksel özellikleri üzerinde yapılan çalışmamızdan şu sonuçları çıkartmak mümkündür :

1. İncelik derecesi, diğer fiziksel özelliklere büyük çapta etkili olmuştur. Özellikle, inceliğin, litre ağırlığı, akıcılık ve yapışma kabiliyeti üzerine etkisi önemli görülmektedir.

2. Tarım Orman ve Köyişleri Bakanlığı'nca toz ilaçlarda litre ağırlığı için kabul edilen norm 500-700 g'dır. Buna göre, çalışmalarımızda ele alınan talkın 44 μ 'dan fazla inceliği; kaolenin ise 74-44 μ 'luk inceliği, uygun litre ağırlığına sahip bulunmaktadır.

3. Çalışmalarımızda ele alınan talk ve kaolen örnekleriyle elde edilen sonuçların, başka kaynaklardan temin edilmiş aynı cins dolgu maddeleri için de geçerli olacağını düşünmek hatalı olacaktır. Nitekim, Öztürk (1977), yerli dolgu maddeleri üzerinde yaptığı çalışmalarda, bir bölgeden alınan aynı cins dolgu maddelerinin, renkleri aynı olsa dahi, kimyasal ve fiziksel özellikler bakımından farklı olabileceklerini ve hatta, aynı yerden alınan dolgu maddesinin, zaman zaman kimyasal ve fiziksel özelliklerinin tespit edilmesi gerektiğini belirtmektedir. Bu bilgi ışığında, bitki koruma ilacı üreten firmaların, her yeni kaynaktan temin etmiş oldukları dolgu maddesinde, hatta, belli kaynaktan temin edip de, halen kullanmakta oldukları dolgu

maddelerinde dahi, periyodik olarak, ön çalışmalar yapmak suretiyle, uygun incelik derecesi seçimini yapmaları, kaliteli toz ilaç imalatının gerçekleştirilebilmesi açısından isabetli olacaktır.

S U M M A R Y

THE RELATIONS AMONG FINESSE AND OTHER IMPORTANT PHYSICAL PROPERTIES IN TALC AND KAOLINITE, USED IN DUST PESTICIDE FORMULATION AS DILUENT

In this study, we researched effectiveness of finesse on some physical properties in talc and kaolinite which are used widely in dust pesticides formulations as diluent.

The result of this study showed that finesse was effective significantly on litre weight, bulk density, flowability and sticking capability.

L İ T E R A T Ü R

- ANONYMOUS, 1967. Specifications for pesticides. World Health Organization, Geneva. 81-254.
- AYHANGİL, H., Ş. OKDEMİR ve S. ÖZTÜRK, 1959. Zirai mücadelede kullanılan ilaçların bazı fiziki vasıflarının tayini. Bitki Koruma Bülteni, 1 (2): 37-45.
- EATON, J.K. and C.E. MC KONE, 1960. Evaluation of fillers for the preparation of Aldrin, Dieldrin and Endrin dust concentrate, wettable powders and field strength dusts. Proceedings 4th International Congress of Crop Protection. Hamburg, 8th - 15th September 1957, ACO Druck GMBH. Braunschweig. 2: 1075-1081.
- FISCHER, W., 1951. Untersuchung von pflanzenschutzmitteln. zweite auflage. Methodenbuch Band VII. Neumann Verlag. Radebeul und Berlin.
- FLANAGAN, J., 1972. Principles of pesticide formulation industrial production and formulation of pesticides in developing countries. United Nations, New York, 1: 75-123.
- LESVEAUX, J.F., H. WEST and F.S. BLACK, 1954. Formulation of dry concentrates and dilute dusts. J. Agric. Fd. Chem. 2, 20: 1022-1024.
- MARTENS, P.H., 1960. Lecons élémentaires de phytopharmacie. gemblois.
- ÖZTÜRK, S., 1977. Toz zirai mücadele ilaçlarında kullanılan yerli dolgu maddelerinin Lindane'nin Stabilitésine ve *Tribalium confusum* Duv.a olan biyolojik aktivitesine etkisi üzerinde laboratuvar araştırmaları. Gıda Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı Zirai Mücadele ve Zirai Karantina Genel Müdürlüğü, Zirai Mücadele İlaç ve Aletleri Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü, Araştırma Eserleri Serisi, Teknik Bülten No: 6. Ankara. 58.
- PERKOV, W., 1953. Die insektizide. Dr. Alfred Hüthig Verlag-Heidelberg.
- ZEUMER, H., 1954. Die bestimmung der haftfestigkeit von stäubemitteln. Nachrichtenbl. Deutsch. Pflanzenschutzd. (Braunschweig) 6 (2): 17-23.