

İNSEKTİSİT FORMÜLASYONLARINDAKİ KLORLU HİDROKARBONLARIN ÇABUK TEŞHİS METODLARI (*)

Çeviren: H. Nahit TEOMAN

Giriş :

1. Bu çalışma polychlorinated hydrocarbon ihtiva eden insektisitlerin ticari formülasyonlarının analiz problemlerini çözmeye yardım gayesile takdim edilmektedir. Bu kabil insektisitlerden bazılarının uygun spesifik miktarı tahlil metodları olmaması dolayısıyla mecburen total chlorine metoduna gidilmektedir. Bu durum muvacehesinde esas maddenin mevcudiyeti ve diğerlerinin mevcut olmaması hususunun garantiye alınması gerekmektedir. Bu tahlillerde muhtemel hataları bertaraf etmek maksadiyle geniş tatbikatı olan polychloro insektisitlere kolaylıkla tatbiki mümkün basit kalitatif ve «tecrübe tübü» metodlarının bulunması ve ortaya konmasını intaç etmiştir. Bu metotlar karışımlara tatbik edilebileceği gibi routine işler için de kâfi miktarda basit ve spesifik olmalıdırlar.

Her ne kadar tecrübelerde ilk plânda tozlar nazarı itibare alınmışsa da bu tecrübeler doğrudan doğruya mayi ilâçlara da tatbik edilebilir. Şu şarttaki mayinin miktarı gayet cüzi bir hacimle tahdit edilebilmiş olsun. Zira mayilerin ihtiva ettikleri esas maddeler umumiyetle kuvvetli asitlerle carbonize olduklarından fazla miktarları renkleri gizliyebilir. Bu itibarla sadece yüzdesi az polychloro insektisit ihtiva eden mayileri kontrol için partition chromatography ile insektisitleri izole etmek lüzumlu olabilir.

Bu tecrübeler geniş ölçüde kullanılan pestisitleri ihtiva eden ticari mamüllerin büyük bir kısmına muvaffakiyetle tatbik edilebilir. Ayrıca diğer pestisitlerle karıştırılmış polychloro insektisitlerde bu test metodlarını kullanmak suretiyle her birini müsbet olarak teşhis mümkündür.

Çok kullanılan klorlandırılmış organik pestisitlerden 9 u için seçilmiş olan tecrübi metodlar Tablo 1 de gösterilmiş ve detay bilgiler aşağıdaki kısımlarda verilmiştir.

(*) CSMA Chemical Analysis Test Methods, Soap and Che. Specialties Blue Book Catalog page 241, 1962 den çevrilmiştir.

Çalışma tarzı:

2. Metod I. Chlordane

Chlordane, ethylene glycol ve IN ethanolic KOH ile reaksiyonu sonucu meydana gelen şarap kırmızısı bir renkle teşhis edilir. Bu test Ard (1) metodun çok az farklı bir şeklidir. Farklı olan hususda tozların bir n-hexane extract'i üzerinde tecrübenin yapılması yolu ile tahlil edilmeleridir. Ethylene glykol teknik heptachlor'un reaksiyonu bozmasını önlemektedir. Zira

Davidow (2) metodu öncekine nazaran daha hassastır. Fakat teknik chlordane'dan istihsal edilen benzer rengi vermektedir.

Davidow (2) metodu öncekine nazaran daha hassastır. Fakat teknik chlordane'in bir component'i olan heptachlor da aynı testi vermektedir. Bu itibarla teknik heptachlor preparasyonlarındaki teknik chlordane tayinlerinde Davidow metodunu kullanmak doğru olmayacaktır.

3. Metod II. Methoxychlor.

Bu metod «Methoxychlor için Qualitative Test» başlığı altında Grasselli Chemicals Department, E. I. du Pont de Nemours and Co., Wilmington, Delaware tarafından neşredilmiş bulunmakta ve Fairing ve Warrigton (3) num gıda maddelerindeki bakiyelerin colorimetric tayin metoduna istinat etmektedir. Methoxychlor ethanolic KOH'le rehydrochlorination'a tabi tutulmakta ve netice 1,1-dichloro-2,2-bis (p-methoxyphenyl) ethylene'in % 95 H₂SO₄ ile reaksiyonu sonucu kırmızı bir renk meydana getirmektedir. Tecrübe methoxychlor'un 1 mikrogramdan daha az miktarları için hassas (sensitive) olup diğer polychloro insektisitlerin mevcudiyeti halinde de reaksiyonu bozmadan tatbik edilebilir.

4. Metod III. Toxaphene.

Johnson (4) toxaphene'in (teknik chlorinated camphene % 67-69 klor ihtiva eder) pyridine ve methanolic KOH ile reaksiyonu esasına dayanan ve kırmızı bir renk husule getiren bir test metodu yayınlamıştır. Her ne kadar çok kullanılan diğer polychloro insektisitler bu teste mani değilse de imalatı daha yeni olan aynı zamanda chlorinated camphene ihtiva eden Strobane da aynı rengi vermektedir.

5. Metod IV (A). DDD (Dichlorodiphenyl-Dichloroethane).

Dehydrochlorination'u müteakip H₂SO₄ ve HNO₃ karışımı ile kırmızı renkte bir mahsul vermesiyle tesbit edilir.

REAKTİFLER

(a) Ethanolic NaOH. - 0.5N.

(b) H₂SO₄-HNO₃ karışımı. - 50 ml konsantre H₂SO₄ de 1 damla konsantre HNO₃ damlatılır. Ağız cam kapakla sıkıca kapatılan bir şişede muhafaza edilir.

ANALİZ GİDİŞİ

Numune n-hexane ile ekstrakte edilir ve 0.1-1.0 mg DDD ihtiva edecek kısmı bir pyrex tecrübe tüpüne konur. Aşağı yukarı kuruyuncaya kadar

TABLO : 1. — Polychlorinated İnspektisilerin kalitatif tecrübelerine ait

Tablo (*)

İnspektisit	Metod	Solvent	Miyarlar	Neticeler (renk)	Müdahale
Ohlordane	I	n-Hexane	Ethylene glycol-pyridine	Şarap kırmızısı	Yok
Methoxychlor	II	Ether	% 85 H ₂ SO ₄	Kırmızı	Yok
Toxaphene	III	n-Hexane	Pyridinemethanolic KOH	Kırmızı	Strobane
DDD	IV (A)	n-Hexane	H ₂ SO ₄ -HNO ₃	Kırmızı	Methoxychlor
	IV (B)	n-Hexane	H ₂ SO ₄ -acetic anhydride	Portakal	Yok
DDT	V	CCl ₄	H ₂ SO ₄ -HNO ₃	Yeşil	Yok
Heptachlor	VI (A)	Benzene	Pyridine-Aniline	Yeşil	Yok
	VI (B)	Benzene	Methanolic KOH	Mor	Yok
Aldrin	VII (A)	Xylene	Fuming H ₂ SO ₄	Kırmızı	Dieldrin, endrin
	VII (B)	Benzene-xylene	Fuming H ₂ SO ₄	Kırmızı	Yok
Dieldrin	VII (A)	Xylene	Fuming H ₂ SO ₄	Kırmızı	Yok
	VII (D)	Benzene	Ethanolic NaOH-Sulfur	Pembe	Endrin
Endrin	VII (A)	Xylene	Fuming H ₂ SO ₄	Kırmızı	Aldrin dieldrin
	VII (C)	n-Hexane	Conc. H ₂ SO ₄ ve HNO ₃	Kırmızı ve yeşil	Yok
	VII (D)	Benzene	Ethanolic NaOH-sulfur	Pembe	Dieldrin

(*) Asitlerin karıştığı bütün tecrübelerde cam kapaklı tecrübe tüplerinin kullanılması tavsiye edilir.

uçurular ve 3 damla 0.5N ethanolic NaOH ilâve edilir. Test tüpü bir su banyosu üzerine yerleştirilerek kuruyuncaya kadar uçurmaya devam edilir (Not 1). Soğutulur, 2 ml $H_2SO_4-HNO_3$ karışımından konarak çalkalanır. Eğer DDD mevcutsa takriben 1 dakika kadar devamlı parlak kırmızı bir renk meydana gelir.

M Ü N A K A Ş A

DDD nin verdiği renge benzer renk veren diğer polychloro insektisitler bu testi bozacağı için bu test methoxychloro kadar sınırlandırılmıştır. Bununla beraber gerek renk stabilitesinin uzunluğu gerekse rutubete olan dayanıklılığı ile methoxychlor'un rengini tesbit mümkündür. DDD nin rengi takriben 1 dakika sonra solduğu halde methoxychlor'ununki 10 dakika ve daha fazla müddet bir değişiklik göstermeden dayanır. Ayrıca methoxychlor'un verdiği renk içine 4-5 damla su damlatılmasile değişmediği halde DDD sadece 2-3 damla su ilâvesile rengini tamamen kaybetmektedir.

Bu metod takriben 3-5 mikrogram DDD ye kadar hassas olup HNO_3 konsantrasyonunun arttırılmasile daha az miktarlar tayin edilebilir. Bununla beraber HNO_3 konsantrasyonu fazla ve bünyede çok DDT mevcutsa zayıf pembe renk verir.

6. Metod IV (B). DDD (Methoxychlor'un mevcudiyeti halinde).

Her ne kadar IV (A) metodu kadar hassas değılseye bu testle 1 mg DDD yi hemen kolaylıkla tesbit etmek mümkündür. Diğer polychloro insektisitler kadar methoxychlor'un mevcudiyeti halinde de tatbik edilebilir.

REAKTİFLER

- (a) Ethanolic NaOH. - 0.5N.
- (b) Acetic anhydride. - Saf.

ANALİZ GİDİŞİ

Numune benzen ile ekstrakte edilir. 1-10 mg DDD ihtiva eden bir kısmı bir pyrex tecrübe tüpüne alınır. 2-3 damla 0.5N ethanolic NaOH damlatılır. Bir su banyosunda ısıtılıp tüp içine hafif hafif hava akımında vererek kuruyuncaya kadar uçurular (Not 2). Soğutulur, 4 damla acetic anhydride damlatılır ve 2 ml konsantre H_2SO_4 ilâve edilir. Eğer DDD mevcutsa portakal rengi meydana gelecektir (Not 3).

7. Metod V. DDT (Dichlorodiphenyltrichloroethane).

DDD de olduğu gibi DDT de evvelâ dehydrochlorination'a tâbi tutular ve sonra bir H_2SO_4 ve HNO_3 karışımı ile reaksiyonu sonucu karakteristik yeşil renk meydana getirir.

REAKTİFLER

- (a) Ethanolic NaOH. - 0.5N.
- (b) Carbon tetrachloride. - Analitik saflıkta.
- (c) $H_2SO_4-HNO_3$ karışımı. - 30 ml konsantre H_2SO_4 e 1 ml konsantre HNO_3 ilâve edilir. İyice ağzı kapanabilen bir cam şişede muhafaza edilir.

ANALİZ GİDİŞİ

Numune n-hexane ile ekstrakte edilip 0.2-2.0 mg DDT ihtiva eden bir kısmı bir pyrex test tübüne konur. 3 damla 0.5N ethanolic NaOH ilâve edilerek kuruyuncaya kadar uçurulmak üzere bir su banyosuna konur (Not 4). Soğutulur ve 4-5 damla carbon tetrachloride ilâve edilerek çözülür. 2 ml $H_2SO_4-HNO_3$ karışımı ilâve edilerek iyice karıştırılır. Eğer DDT mevcutsa takriben 5 saniyelik bir çalkalamayı müteakip bir dakika kadar devam eden yeşil bir renk meydana gelir.

M Ü N A K A Ş A

DDT miktarı fazla olduğu takdirde asit karışımı ilâve edilir edilmez derhal kırmızı bir renk meydana gelir. Bu renk muvakkat olup hemen hemen derhal yeşil renge döner. Yeşil renk evvelemirde DDT nin p,p'- isomer'ine aittir. O,p'- isomer uçuk sarımsı yeşil bir renk verir, devamlı çalkalama ile pembe hale gelir.

Polychloro insektisitlerden reaksiyonu bozan yalnız DDD ve methoxychlor'dur ki her ikisinde kırmızı renk meydana getirirler. Bunların bu teste mani olması mümkün değildir. Methoxychlor'un 3 mg veya daha az miktarları DDT rengi tarafından gizlenirken DDD rengi asit ilâvesini müteakip takriben 5 saniye zarfında kaybolur. Fazla miktarda methoxychlor mevcut olduğu zaman, methoxychlor'un kırmızı ve DDT nin yeşil renkleri kaybolduktan sonra, DDT pembe-kahverengi renk belirmesiyle tanınabilir. DDT gayet az miktarda varsa bu rengin görülmesi mümkün olmayabilir. Zira bu renk DDT nin o,p'- isomer'ine ait olup Haller ve arkadaşlarına (5) göre bu isomer teknik DDT nin ancak % 19 unu teşkil eder.

Bu test 50 mikrograma kadar az DDT yi kolaylıkla meydana çıkarır ve testten önce bir buz banyosunda asit karışımının soğutulmasıyla daha az miktarların tesbiti de mümkün olur. Asitin soğutulması tecrübe hassasiyetini arttırması yanında rengin solmasında geciktirir.

8. Metod VI (A). Heptachlor.

Bu test heptachlor için spesifik olup uygun haller altında 0.3 mg. kadar az olan miktarları sarıhatle teşhis eder.

REAKTİFLER

- (a) Aniline. - İki defa destile edilmiş
- (b) Pyridine. - Analitik saflıkta
- (c) Methanolic KOH. - 0.1 N

ANALİZ GİDİŞİ

Numune benzene ile extract edilir ve 1-5 mg heptachlor ihtiva eden bir kısım (0.5 ml den fazla değil) bir pyrex tecrübe tüpüne konur. 5 damla aniline ve 2 damla 0.1N methanolic KOH ilâve edilir ve tüp 15 saniye için sıcak bir su banyosuna yerleştirilir. Buradan alınarak 1 ml pyridine ilâve edilir. Çalkalanır, tekrar 10 saniye için tecrübe tüpü sıcak su banyosuna yerleştirilir. Çalkalanır ve beklemeğe terk edilir. Eğer heptachlor mevcutsa ko-

yu yeşil bir renk 1-3 dakika zarfında pyridine'in ilâvesini müteakip meydana gelir.

M Ü N A K A Ş A

Tecrübe şartlarının kritik olması sebebiyle muvaffakiyetle tatbik edilmesi için talimat dikkatli takip ve tatbik edilmelidir.

Her ne kadar diğer polychloro insektisitlerden hiç biri bu tecrübeye mani aynı rengi vermemekte ise de bunların çok fazla miktarlarının alcoholic alkali ile dehydrochlorination'u heptachlor renginin teşekkülüne mani olacaktır. Bunların çok az miktarları mevcutsa bazen pyridine ilâvesinden sonra 2-3 damla KOH'ın konması rengin inkişafını mümkün kılar. Fazla miktarların ve ayrıca kükürt'ün mevcudiyeti halinde Metod VI (B) nin kullanılması tavsiyeye şayandır.

9. Metod VI (B). Heptachlor.

Oldukça basit isede bu test herhangi bir insektisit veya bütün diğer klorlandırılmış insektisitler içindeki heptachlor'un 1 mg.ını çabucak tayinine yarar.

REAKTİFLER

(a) Methanolic KOH. - 0.1N.

ANALİZ GİDİŞİ

Numune benzene ile extract edilir ve bir kısmı (0.5 ml. den fazla değil) bir pyrex tecrübe tüpüne alınır. 1 ml 0.1N methanolic KOH ilâve edilir, karıştırılır ve 50 saniye için sıcak ve su banyosuna yerleştirilir. 1 ml benzene ilâve edilir ve iyice karıştırılır. Eğer heptachlor varsa pembeden mora dönen bir renk meydana gelir.

Kükürt'ün mevcudiyeti veya rotenone, pyrethrum, ferbam gibi organik materyallerin mevcudiyeti halinde numune n-hexane ile extract edilir. Takriben 1 mg heptachlor ihtiva eden miktarı bir test tübe konur. 4-5 damla 0.5N ethanolic NaOH ilâve edilir ve sıcak bir su banyosunda kuruyuncaya kadar uçurulur. Soğutulur, takriben 1 ml n-hexane ile extract ve ufak bir pamuktan süzülerek ikinci bir tecrübe tübüne alınır. Hexane uçurulur, takriben 0.5 ml benzene'de çözülür ve 1 ml 0.1N methanolic KOH ilâve edilir. 50 saniye sıcak bir su banyosunda ısıtılır, 1 ml benzene ilâve edilir ve iyice karıştırılır. Eğer heptachlor varsa pembeden mora dönen bir renk meydana gelir.

10. Metod VII (A). Aldrin, Dieldrin, (*) ve Endrin.

Bu materyallerin hepsi xylene'de fuming H_2SO_4 ile kırmızı renk meydana getirirler ve fakat değişik reaksiyon sür'atleriyle teşhis edilirler. Diğer polychloro insektisitlerin hiç biri tecrübeyi bozmaz.

Bu metod yalnız dieldrinin teşhisi için hususiyle tavsiye edilir. Aldrin için Metod VII (B) daha sarıhtır. Endrin içinde Metod VII (C) şayanı tavsiyedir.

(*) Metod VII (A). Yalnız dieldrin tecrübesinde konsantre H_2SO_4 fuming

REAKTİFLER

(a) Xylene. - Analitik saflıkta.

(b) Fuming H_2SO_4 karışımı. - Bir kısım % 30 fuming H_2SO_4 ile dört kısım kesif H_2SO_4 karıştırılır. İyice kapanabilen cam kapaklı bir şişede muhafaza edilir.

ANALİZ GİDİŞİ

Numune xylene (Not 5) ile extract edilir ve her bir ml takriben 10 mg. tecrübeye tâbi toksik madde ihtiva edecek şekilde hacim ayarlanır. İyice karıştırılır ve 0.1 ml kuru bir test tüpüne (tercihan cam kapaklı) konur. 2 ml H_2SO_4 karışımı ilâve edilerek 30 saniye kuvvetle çalkalanır. Aşağıdaki hususlar nazarı itibare alınarak neticeye varılır.

(1) Dieldrin. - Eğer vasatta dieldrin mevcutsa H_2SO_4 ilâvesiyle derhal koyu kırmızı bir renk meydana gelir. Hassasiyet = 0.5 mg.

H_2SO_4 karışımı yerine kaim olabilir.

(2) Aldrin. — Eğer vasatta aldrin varsa tecrübe tüpünün takriben 10 saniye çalkalanmasını müteakip pembe renk çalkalamanın devamı ile tedrici olarak koyu kırmızı renge döner. Hassasiyet = 0.2 mg.

(3) Endrin. — Endrin takriben 15 saniye çalkalamayı müteakip kırmızı bir rengin yavaş yavaş meydana gelmesiyle tanınır. Bu renk dieldrin veya aldrinden biraz daha az koyudur. Hassasiyet = 0.05 mg.

11. Metod VII (B). Aldrin (Dieldrin ve endrin'in mevcudiyeti halinde).

Bu metod dieldrin veya endrinden birinin mevcudiyeti halinde kullanılır.

REAKTİFLER

(a) Xylene. - Analitik saflıkta.

(b) Fuming H_2SO_4 karışımı. — Bir kısım %30 fuming H_2SO_4 dört kısım konsantre H_2SO_4 ile karıştırılır ve iyice kapanabilen cam kapaklı bir şişede muhafaza edilir.

ANALİZ ŞEKİLLERİ

Numune benzene ile extract edilir ve bundan 2 veya 3 damla cam kapaklı bir tecrübe tüpüne aktarılır. 2 ml H_2SO_4 karışımından ilâve edilir ve yavaş yavaş 30 saniye çalkalanır. Eğer vasatta 2 mg. kadar aldrin mevcutsa pembeden kırmızıya giden bir renk meydana gelir. (Not 6, 7, 8).

12. Metod VII (C). Endrin (Dieldrin ve aldrin'in mevcudiyeti halinde).

Endrin her ne kadar aldrin veya dieldrinin mevcudiyeti halinde Metod VII (A) ile tayin edilemezse de diğer her hangi bir polychloro insektisiti bozmadan spesifik olarak n-hexane içinde konsantre H_2SO_4 ile reaksiyonu suretiyle teşhis edilebilir.

ANALİZ GİDİŞİ

Numune n-hexane ile extract edilir ve bir kısmı (1-5 mg. endrin ihtiva edip 0.3 ml.den fazla olmayacak şekilde) pyrex test tüpe alınır. 2 ml. kon-

santre H_2SO_4 ilâve edilir ve iyice çalkalanır. Eğer vasatta dieldrin mevcut-
sa tam bu halde kısa devam eden mat pembe bir renk meydana gelir. Endrin
sarı bir renk verir ve aldrin renksiz kalır. Tecrübe tüpü içinde kaynar
su olan bir behere yerleştirilir ve 30-40 saniye ısıtılır. Tüp buradan alınarak
oda suhünetine kadar soğutulur. Eğer endrin veya chlordan'e den her han-
gi biri bünyede mevcutsa pembeden kırmızıya dönen bir renk meydana ge-
lir. (Aldrin ve dieldrin'in her ikisi de sarımsı kahverengi çözeltiler verirler.)
1 damla 1/1 oranında H_2SO_4 ve HNO_3 karışımından ilâve edilir ve çalka-
lanır. Endrinin mevcudiyeti mavi-yeşil bir rengin teşekkülü ile anlaşılır.
(Not 9).

M Ü N A K A Ş A

Bu tecrübe 0.2 mg. endrini kolaylıkla meydana çıkarır. H_2SO_4 hacminin
düşürülmesiyle daha düşük miktarlarda farkedilir.

Her ne kadar kırmızı renk tamamen sabit değilsede 20-30 dakika görünüşünde bir değişiklik meydana gelmeden kalır. Bu sebepten teknik endrinin kaba olarak miktarı tayini numunenin neticedeki kırmızı rengini aynı şekilde hazırlanmış bir standart seri ile mukayese ederek kabildir (Tablo 2). Bu tayin aldrin ve dieldrin kadar chlordan'e dende arı numunelere mahsus olup tatbikatı için reaksiyon son derece dikkatle kontrol edilerek aşağıdaki şekilde yapılması lazımlıdır.

Beher ml n-hexane 10 mg. teknik endrin ihtiva edecek şekilde standart bir solüsyon hazırlanır. Bir büret veya taksimatlı bir pipet kullanarak birbirinin aynı 5 tecrübe tüpünden ilk dördüne tamamı tamamına 0.10, 0.15, 0.20 ve 0.25 ml. konur. Teşhis edilecek madde numunesi extract edilir ve 5 nci tecrübe tüpüne takriben 2 mg teknik endrin ihtiva edecek şekilde hesaplanarak 0.1 ml den 0.25 ml ye kadar (0.1-0.25 ml arasında) transfer edilir. Her bir tecrübe tüpündeki hexane'in hacmi 0.25 ml ye iblağ edilir ve her defasında biri muameleye tâbi tutularak 2 ml konsantre H_2SO_4 ilâve edilir ve 10 saniye çalkalanır. Derhal tecrübe tüpü kaynar bir su banyosu içine yerleştirilir ve tam 30 saniye bu halde bırakılır. Tecrübe tüpü su banyosundan alınır ve oda sıcaklığında 90 saniye bekletildikten sonra 2-3 dakika kadar bir buz banyosuna konur. Bütün test tüplerinin bu muamelesinden sonra bilinmeyen numunedeki teknik endrinin tahmini miktarı verdiği renk şiddetinin ışıkta standartlarla mukayesesi vasıtasile tayin edilir.

TABLO : 2 — Bilinen konsantrasyonları ile mukayese ederek teknik endrinin tesbiti

Mevcut endrin (%)	Tahlili yapan A	Tahlili yapan B (%)	Tahlili yapan C
2	2	2	2
4	4	4	4
6	6	6	6
10	10	10	10

13. Metod VII (D). Dieldrin ve Endrin.

Her ikisi arasında fark meydana getirmiyorsada bu tecrübe dieldrin ve endrine hassastır. Tecrübe bunların kükürt ve ethanolic NaOH ile reaksiyonuna istinat etmektedir.

REAKTİFLER

- (a) Elemental kükürt.
(b) Ethanolic NaOH. - 0.5N.

ANALİZ GİDİŞİ

Numune benzene ile extract edilir ve 5-20 mg ihtiva eden bir kısmı soğutucuya takılabilecek şekilde ağız traşlı 300 ml lik bir erlenmayere alınır. Benzene, erlenmayere hafif devamlı bir hava akımı sevkederek bir su banyosunda ısıtılıp uçurulur. Pipetle 20 ml 0.5N ethanolic NaOH ilâve edilir ve bakiye eriyinceye kadar çalkalanır. 30 mg kükürt konarak erlenmayer bir reflux condenser'e takılır. Solusyon bir elektrik ocağı üzerinde hemen hemen kaynama noktasına kadar ısıtılır ve 15 dakika bu halde tutulur. Bîlâhare elektrik ocağından alınarak 20-30 dakika zaman zaman çalkalanarak oda hararetinde bırakılır. Eğer dieldrin veya endrin vasatta mevcutsa pembeden portakal kırmızısına kadar giden bir renk meydana gelir. (Not 10, 11)

14. HÜLÂSA

Çok kullanılan polychloro insektisitlerin yalnız veya toz karışımlarda teşhis ve meydana çıkarılmaları için çabuk kalitatif metodlar izah edilmiştir. Basitlik ve doğrulukları dolayısıyla bu tecrübeler kolaylıkla routine kullanmalara adapte edilebilirler.

Not 1 : Eğer bünyede mevcut kükürt veya organik madde asitle karbonlaşırsa bu noktada soğutulur ve takriben 1 ml hexanele ekstrakte edilir. Extract küçük bir pamuktan ikinci bir tecrübe tüpüne süzülür. Hexane uçurulur ve renk teşekkülü için muamele yürütülür.

Not 2 : Eğer bünyede mevcut kükürt veya organik materyaller asitle karbonlaşırsa bu durumda soğutulur ve takriben 1 ml hexane'la extract edilir ve extract küçük bir pamuktan ikinci bir tecrübe tüpüne süzülür. Hexane uçurulur ve acetic anhyride ilâvesiyle muameleye devam edilir.

Not 3 : Bu muameleye tâbi olan DDT açık portakal rengi meydana getirir. Mannafih eseri miktarda HNO₃ ilâvesiyle DDD kırmızı renk meydana getirirken DDT uçuk yeşil bir renk meydana getirmesiyle tanınır.

Not 4 : Eğer bünyede mevcut kükürt veya organik materyaller asitle karbonlaşırsa bu durumda soğutulur ve takriben 1 ml hexane'la extract edilir ve extract küçük bir pamuktan ikinci bir tecrübe tüpüne süzülür. Hexane uçurulur. Carbon tetrachloride ilâvesiyle muamele yürütülür.

Not 5 : Asitle karbonlaşan rotenone ve pyrethrum gibi organik materyallerin uygun netice alma bakımından bu tecrübeden önce bertaraf edilmesi zaruridir. Umumiyetle bu husus numunenin xylene'den ziyade n-hexane ile ekstraksiyonu ve extract'a bir parça aktif carbon ilâvesiyle mümkündür. Filtre-cel'le örtülmüş ufak bir parça pamuktan süzülür, hexane uçurulur, bakiyedeki renk teşekkülü için muamele yürütülür. Eğer aktif carbon reaksiyonu bozacak maddeleri ortadan kaldırımağa yetmezse hexane extractı silisik asit üzerinden n-hexane ve nitromethane'ı solvent olarak kullanarak kısmi chromatography'e tabi tutmak lüzumlu olabilir. D ve C Red No. 18

İndikatör boyasıyla aldrin hemen kırmızı renkli bandın başlangıcında akan solventin toplanmasıyla elde edilir. Dieldrin ve endrin her ikisinde hemen boyanın arkasını takip eder. Bilâhare mobil solvent'in uçurulmasıyla tecrübeler bakiyeler üzerinde ikmâl edilir.

Not 6 : VII (A) için olan nota (Not 5) bak.

Not 7 : Dieldrin başlangıçta portakal renginde ise de çalkalamağa devam edildiğinde tedrici olarak sarı bir renge döner.

Not 8 : Orijinal numuneyi teste tabi tutarken xylene konmadan ikinci bir tecrübeyi de yapmak şayana tavsiyedir. Her ikisini mukayese suretiyle aldrin rengi daha vazıh olarak tesbit edilir.

Not 9 : VII (A) için olan nota (Not 5) bak.

Not 10 : Fazla miktarda chlordane ve heptachlor'un istisnai durumu ile diğer polychloro insektisitler aynı şekilde muameleye tabi tutulduklarında renksiz solüsyonlar meydana getirdikleri halde bunlar kahverengi renk meydana getirirler.

Not 11 : Aldrin muhtemel olarak per asitlerle oksidasyonu sonucu dieldrin'e (6) çevrilir ve bu metodla teşhis edilebilir.

SUMMARY

Application of the Chlorinated Hydrocarbon Insecticides is taking a great part in the pest control of Turkey.

Both of the imported and formulated compounds of this chemicals in Turkey are continuously under physical and chemical control.

Since the total Chlorine Method is used for the analyzes of these compounds, in order to avoid the possible mistakes and to guarantee the main chemical, it is found advisable to translate into Turkish the portion of CSMA Chemical Analysis Test Methods under the heading of «Qualitative Tests for Rapid Identification of Chlorinated Hydrocarbons in Insecticides Formulations» of the Soap & Chemical Specialties Blue Book Catalog page 241, published in 1962.

REFERANSLAR

ARD, J. S., Anal. Chem., **20**, 858 (1948).

DAVIDOW, B., Soap and Chem. Specialties, **33**, 886 (1950)

FAIRING, J. D., and WARRINGTON, H. P., Jr., Advances in Chemistry Series, No. **1**, 260 (1950)

JOHNSON, D. P., Soap and Chem Specialties, **38**, 153 (1955)

HALLER, H. L., et al., J. Am. Chem. Soc., **67**, 1591 (1945).

LIDOV, R. E., BLUESTONE, H., and SOLOWAY, S. B., Advances in Chemistry Series, No. **1**, 175 (1950).