

Sıvı tohum ilaçlarının tohumluğa üniform dağılımının tespitinde Cipac analiz yönteminin uygulanabilirliğinin araştırılması

Faruk DOĞAN¹ **Murat KAHYAOĞLU¹**
Cenk YÜCEL¹

SUMMARY

Investigation of applicability of Cipac analysis method on determination of uniform liquid seed pesticides

This study was taken for being able to use the method on liquid seed formulations, to detect the uniformity distribution on the seeds with the international validity methods as a criterion for quality control and on the possibility of using this method on the routine analysis.

Five pesticides which contain imidacloprid and tebuconazole active ingredients with FS formulations were evaluated according to CIPAC MT 175 between 2008 and 2009 in APPCRE. This study was carried out in pesticides chemical and physical analysis laboratory and international mentioned method was used in laboratory conditions.

It has been decided that this CIPAC method can be used as a criteria for quality control in liquid formulation analysis.

Key words: Seed, liquid seed pesticides, CIPAC MT 175, adherence capability, uniform distribution

ÖZET

Bu çalışma, sıvı tohum ilaçlarının tohumluğa üniform olarak dağılımının kalite kontrol verisi olarak uluslararası geçerliliği olan bir metotla yapılmasının ve uygulanabilirliğinin sağlanması amacı ile yürütülmüştür.

Sıvı tohum ilacı olarak kullanılan FS formülasyonlu imidacloprid ve tebuconazole aktif maddeli toplam 5 ilaç, CIPAC MT 175 (Dobrat and Martijn 1995) metoduna göre Ankara Ziraî Mücadele Merkez Araştırma Enstitüsü'nde 2008-2009 yıllarında çalışılmıştır.

¹ Ziraî Mücadele Merkez Araştırma Enstitüsü, ANKARA
Sorumlu Yazar (Corresponding author) e-mail: dogan56@hotmail.com
Yazının Yayın Kuruluna Geliş Tarihi (Received): 09.07.2010

Denenen CIPAC MT 175 metodunun kalite kontrol kriteri olarak sıvı tohum ilaçlarının analizlerinde kullanılabileceği kanaatine varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Tohumluk, sıvı tohum ilacı, CIPAC MT 175, yapışma kabiliyeti, uniform dağılım.

GİRİŞ

Hastalık, zararlı ve yabancı ot mücadelesinde kimyasal mücadelenin önemli bir yer tuttuğu ve hatta toprak altı zararlılarına, toprak patojenlerine karşı mücadelede tohum ilaçlamasının da kimyasal mücadelede önemli bir yer tuttuğu bilinmektedir. Tohumluğa ilaç uygulama işlemi pahalı bir uygulama olduğundan tohumluğa zarar vermeden minimum miktardaki kimyasal ile maksimum koruma sağlanmak istenmektedir. Formülasyonda özellikle aktif maddenin tohumluğa kuvvetle yapışması, uygulama sonrasında tohumluktan ayrılmaması ve uniform dağılımı gerekmektedir. Tohum ilaçlama ekipmanları formülasyonların doğru şekilde yani kayıp olmadan uygulayıcıya tehlike veya çevre kirliliği oluşturmadan uygulanmasına imkan verir. Bu amaca yönelik Rotastat tipindeki uygulama ekipmanlarının 1970'li yıllardan beri kullanıldığı bilinmektedir (Jeffs 1986). Ülkemizde de sıvı tohum ilaçları ruhsatlandırılmaktadır. Toz tohum (DS) ve ıslanabilir toz formülasyon (WP) ilaçların uygulama esnasındaki ve sonrasındaki olumsuz etkilerinden dolayı bu ilaç tipleri yerine sıvı formdaki ilaçların kullanılması istenmektedir. Sıvı tohum ilacı olarak, FS (akıcı konsantre), LS (solüsyon konsantre), CS (kapsül süspansiyon), ES (emülsiyon konsantre) gibi formülasyonlara sahip ilaçlar kullanılmaktadır (Yücer 2008).

MATERYAL VE METOT

Projenin materyalini, tohumluk buğday, rotary atomizör (laboratuvar tipi ilaçlama aleti), sıvı tohum ilacı, spektrofotometre, laboratuvar cam malzemeleri ve çeşitli kimyasallar oluşturmaktadır.

Bu çalışmada, imidacloprid ve tebuconazole aktif maddeli tohum ilaçları buğday tohumluğuna rotary atomizör cihazı ile uygulanmıştır. Bunun için öncelikle; bir kg buğday tohumu tartılmış, ilaçla muamele edilmeden önce tohumlar 30 saniye rotary'de karıştırılmıştır. Daha sonra uygulama dozlarında sıvı tohum ilacı ve 1,5 ml su ilave edilerek tohumluğa uygulanmış ve iyice ilaçlanması sağlanmıştır. Bu işlem üç kez yapılarak ilaçlama aletinin haznesinin ilaca doyması ve yüzeyinde ilaç kalmaması sağlanmıştır. Bu esnada tohumların ilaçtan dolayı birbirine yapışmasını önlemek amacıyla hava pompası yardımıyla ortama hava verilmiştir. Elde edilen ilaçlı tohumlar kağıt torbalarda 24 saat saklanmış ve ilacın kuruması sağlanmıştır. Bu arada 1000 adet ilaçsız tohumluk buğday örneklerinin ağırlıkları tartılıp not edilmiştir (CIPAC MT 175).

İlaçlı tohumlardan rastgele 100 adet buğday tohumu seçilmiştir. Daha sonra toluen + metanol + H₂SO₄ (90+10+1 damla) karışımı hazırlanmıştır. Her bir tohum 5 ml'lik viallere alınarak üzerlerine hazırlanan karışımdan ilave edilmiştir. Manyetik (ultrasonik) karıştırıcıda 10 dakika karıştırılarak, tohum üzerindeki boyanın yıkanarak sıvının içerisine geçmesi sağlanmıştır.

Daha sonra spektrofotometre hücrelerine alınan numuneler UV visible özellikli spektrofotometre ile 502 nm dalga boyunda analize tabi tutulmuştur. Okuma sonuçları kaydedilmiştir. Aritmetik ortalama extinction (kaplamalı) standart sapma ve varyasyon katsayıları tespit edilmiştir.

% kaplama oranı (Extinction) = (Okunan absorbans x 100)/Aritmetik ortalama

CV(Varyasyon Katsayısı)=(STD) x 100)/Aritmetik ortalama

SONUÇLAR

Bu çalışmada iki ayrı aktif maddeye ait 5 adet FS formülasyon tipinde ilaç temin edilmiş olup, materyal ve metotta belirtilen CIPAC MT 175'e göre işlemlere tabi tutulmuştur. İki adet tebuconazole aktifli maddeli ve 3 adet imidacloprid aktif maddeli ilaç örneği çalışmalara esas olarak alınmış olup ticari ve firma isimleri gizlilik gereği kodlanarak verilmiştir.

IH01, IM02 ve IB03 kod nolu ilaçlar 600 g/l imidacloprid içeren FS formülasyon tipinde ilaçları, TA01 ve TB02 kod nolu ilaçlar 60 g/l tebuconazole içeren FS formülasyon tipindeki ilaçları temsil etmektedir.

İmidacloprid aktif maddeli ilaçlara ait çalışma sonuçları

Tohumlukların, rotary atomizör ile homojen olarak ilaçlanması yapılarak UV visible spektrofotometre ile okuma sonrası, % değişim değerleri ve histogramları aşağıda verilmiştir.

Çizelge 1. Imidacloprid aktif maddeli IH01 FS formundaki ilaç ile muamele edilmiş 100 tohum örneğinin % de kaplama (Extinction)

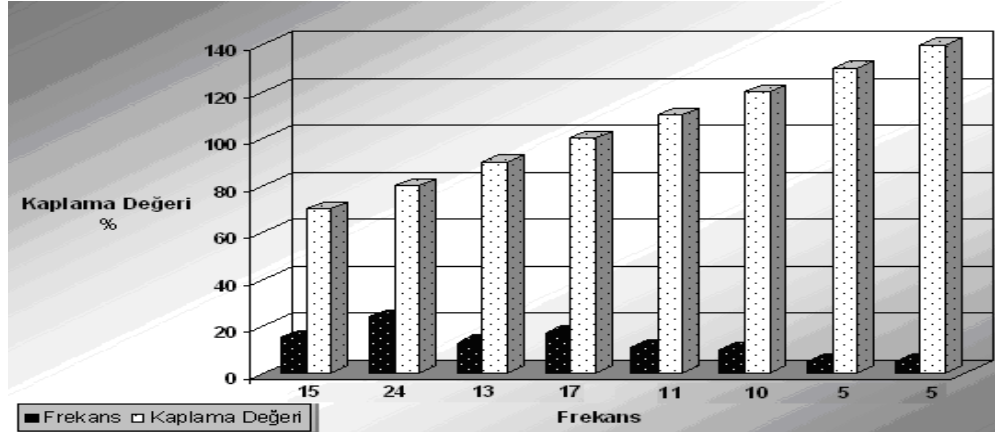
%72	%80	%87	%97	%106	%126
%72	%80	%87	%97	%109	%127
%73	%80	%89	%100	%110	%127
%73	%82	%89	%100	%110	%127
%73	%82	%89	%100	%111	%128
%73	%82	%90	%100	%111	%131
%75	%82	%90	%100	%111	%134
%75	%83	%90	%101	%116	%134
%75	%83	%90	%103	%116	%134
%75	%83	%92	%103	%116	%138
%76	%83	%92	%103	%116	%140
%79	%83	%92	%104	%117	%140
%79	%84	%95	%106	%117	%143
%79	%84	%95	%106	%121	%143
%79	%84	%95	%106	%121	%145
%80	%86	%96	%106	%124	
%80	%87	%96	%106	%125	

Ölçüm şartları: Bir buğday + 5ml Çözücü Toluen:Metanol: H2SO4 (90:10:1)

502 nm de UV Spektrofotometrede okuma yapılmıştır.

Ortalama Absorbans: 0.0707 1000 tane buğday ağırlığı= 29.20 gram

Standart Sapma =0.014 %CV = 19.80



Şekil 1. IH01 kodlu ilaca ait histogram

Çizelge 2. Imidacloprid aktif maddeli IM02 FS formundaki ilaç ile muamele edilmiş 100 tohum örneğinin % de kaplama değerleri (Extinction)

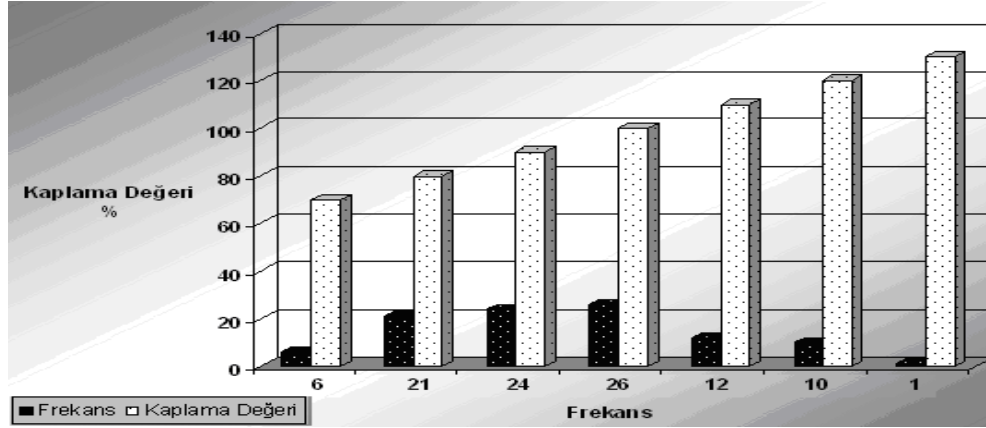
%77	%85	%94	%100	%105	%116
%78	%86	%94	%100	%106	%117
%78	%86	%94	%100	%106	%118
%78	%86	%94	%100	%106	%119
%78	%86	%95	%101	%107	%120
%79	%87	%96	%101	%107	%120
%80	%87	%96	%101	%107	%120
%80	%87	%97	%102	%108	%120
%80	%88	%97	%103	%109	%121
%82	%89	%97	%103	%110	%124
%82	%90	%98	%103	%111	%124
%83	%91	%98	%103	%111	%124
%83	%91	%98	%103	%113	%127
%83	%91	%99	%103	%113	%127
%84	%92	%99	%104	%114	%131
%84	%92	%99	%104	%115	
%84	%93	%99	%104	%116	

Ölçüm şartları: Bir buğday + 5ml Çözücü Toluen: Metanol:H2SO4 (90:10:1)

502 nm de UV Spektrofotometre

Ortalama Absorbans : 0,248 1000 tane buğday ağırlığı= 32,44 gram

Standart Sapma =0,033 CV=13,30



Şekil 2. IM02 ye ait histogram.

Çizelge 3. Imidacloprid aktif maddeli IB03 FS formundaki ilaç ile muamele edilmiş 100 tohum örneğinin % de kaplama değerleri (Extinction)

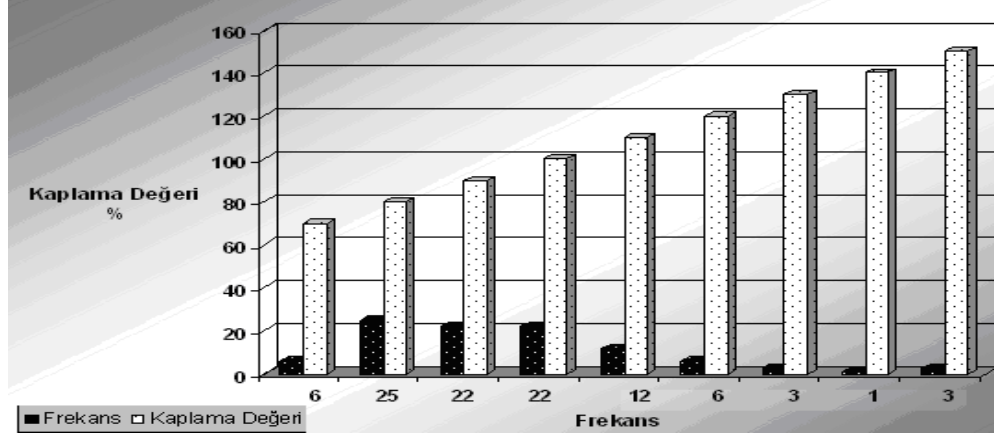
%72	%83	%92	%98	%107	%116
%74	%85	%92	%98	%108	%118
%75	%85	%92	%100	%108	%120
%77	%86	%92	%101	%108	%121
%74	%86	%92	%101	%108	%121
%79	%87	%93	%103	%108	%122
%81	%87	%93	%103	%108	%129
%82	%87	%94	%104	%111	%129
%82	%88	%94	%104	%111	%131
%82	%88	%94	%105	%111	%131
%82	%88	%94	%105	%112	%132
%82	%88	%94	%105	%113	%140
%83	%88	%94	%105	%113	%150
%83	%88	%94	%105	%113	%150
%83	%88	%96	%105	%113	%152
%83	%90	%96	%107	%113	
%83	%90	%96	%107	%113	
%83	%90	%97	%107	%115	

Ölçümleri şartları: Bir buğday + 5ml Çözücü Toluen:Metanol:H2SO4 (90:10:1)

502 nm de UV Spektrofotometre

Ortalama Absorbans : 0,074 1000 tane buğday ağırlığı= 32,83 gr

Standart Sapma=0,012 CV=16,20



Şekil 3. IB03 kodlu ilaca ait histogram.

Tebuconazole aktif maddeli ilaclara ait çalışma sonuçları

Tohumlukların, rotary atomizör ile homojen olarak ilaçlanması yapılarak UV visible spektrofotometre ile okuma sonrası, % değişim değerleri ve histogramları aşağıda verilmiştir.

Çizelge 4. Tebuconazole aktif maddeli TA01 FS formundaki ilaç ile muamele edilmiş 100 tohum örneğinin % de kaplama değerleri (Extinction)

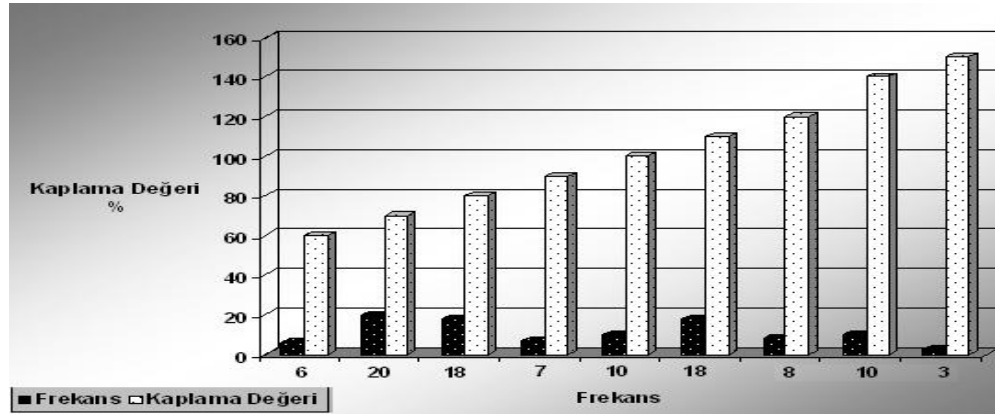
%65	%76	%82	%100	%112	%129
%65	%76	%82	%100	%112	%129
%65	%76	%82	%100	%117	%141
%65	%76	%82	%100	%117	%141
%65	%76	%82	%106	%117	%141
%65	%76	%88	%106	%117	%141
%70	%76	%88	%106	%117	%147
%70	%76	%88	%106	%117	%147
%70	%76	%88	%106	%117	%147
%70	%82	%88	%106	%117	%147
%70	%82	%94	%112	%117	%147
%70	%82	%94	%112	%123	%147
%70	%82	%94	%112	%123	%153
%70	%82	%94	%112	%123	%153
%76	%82	%94	%112	%129	%159
%76	%82	%94	%112	%129	
%76	%82	%94	%112	%129	

Ölçümleri şartları: Bir buğday + 5ml Çözücü Toluene: Metanol:H₂SO₄ (90:10:1)

502 nm de UV Spektrofotometrede okumalar yapılmıştır.

Ortalama Absorbans : 0,017 1000 tane buğday ağırlığı= 30,19 gr

Standart Sapma =0,0044 CV=25,88



Şekil 4. TA01 kod nolu ilaca ait Histogram.

Çizelge 5- Tebuconazole aktif maddeli TB02 FS formundaki ilaç ile muamele edilmiş 100 tohum örneğinin % de kaplama değerleri (Extinction).

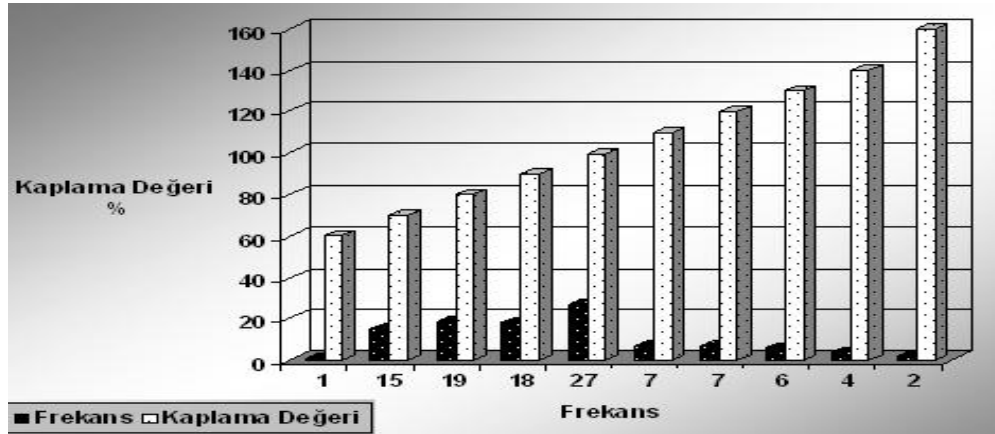
%68	%82	%88	%97	%106	%115
%71	%82	%91	%97	%106	%115
%71	%82	%91	%100	%106	%120
%73	%82	%91	%100	%109	%120
%73	%85	%94	%100	%109	%120
%73	%85	%94	%100	%109	%120
%73	%85	%94	%100	%109	%123
%73	%85	%94	%100	%109	%126
%76	%85	%94	%100	%109	%132
%76	%85	%94	%103	%109	%132
%76	%88	%94	%103	%109	%135
%76	%88	%94	%103	%109	%138
%76	%88	%97	%103	%112	%144
%79	%88	%97	%103	%112	%147
%79	%88	%97	%103	%112	%167
%79	%88	%97	%103	%115	
%82	%88	%97	%106	%115	

Ölçümleri şartları: Bir buğday + 5ml Çözücü Toluen: Metanol:H₂SO₄ (90:10:1)

502 nm de UV Spektrofotometrede okumalar yapılmıştır.

Ortalama Absorbans : 0,034 1000 tane buğday ağırlığı = 36,28 gr

Standart Sapma = 0,0062 %CV=18,23



Şekil 5. TB02 kod nolu ilaca ait histogram.

TARTIŞMA VE KANI

Elde edilen tüm veriler incelendiğinde bir kalite kontrol verisi olan FS formülasyonda uniform dağılımın ilaçlara ait önemli bir kalite kontrol kriteri olduğu ve daha sonra yapılacak çalışmalarda veri olarak kullanılabileceği düşünülmektedir.

Bununla beraber; imidacloprid aktif maddeli ilaçlar için,

- a) IH01 ilacının tohumların %90 ını (%70-%120)
- b) IM02 ilacının tohumların tamamına yakın kısmının,
- c) IB03 ilacının tohumların %90 ını (%70-%120) ilaçladığı görülmektedir.

Tebuconazole aktif maddeli ilaçlar için,

- a) TA01 ilacının tohumların %80 ini (%70- %110)
- b) TB02 ilacının tohumların %90 ını (%70 ve %120) ilaçladığı tablo ve histogramların incelenmesinden anlaşılmaktadır.

Ayrıca;

IH01 ilacı için %CV=19,80
IM02 ilacı için %CV=13,30
IB03 ilacı için %CV=16,20
olarak hesaplanmıştır.

TA01 İlacı için %CV=25,88
TB02 İlacı İçin %CV=18,33

Öztürk ve ark. (1966), tohumluğa yapışma kabiliyeti ve sürekliliği konusunda yaptıkları çalışmada en düşük yapışma kabiliyeti değerinin en az %70 olması gerektiğini vurgulamışlardır.

İngiltere Tarım Bakanlığı CV değişim değerinin toleransının \pm % 25 ve boyama kabiliyetinin en az % 70 olması gerektiğini belirtmiştir (Anonymous 2002).

Bayer firmasına ait Landwirtschaftszentrum Monnheim'daki laboratuarda 2003 yılında buğday ve arpada 100 örnek üzerinde yapılan çalışmalarda arpa için yapışma kabiliyeti, %61 ile % 215 arası, buğday için ise %70 ile %133 arasında bulunan sonuçların uygun olarak değerlendirilebileceği belirtilmiştir (Anonymous 2002, 2003).

Aynı aktif maddeli ilaçların farklı absorbans değerleri vermesinin sebebi ilaçların formülasyonlarında kullanılan dolgu ve boya maddelerinin farklılığından kaynaklanmaktadır. Bununla beraber aynı ilaç için farklı zamanlarda aynı performansı göstermesi beklenmelidir. Bir kalite kontrol kıstası olarak eğer formülasyonda herhangi bir girdinin değişmemesi halinde elde edilen bu sonuçlar ileriki yıllarda aynı kalacaktır. Alınan bu proje ile bir kalite kontrol verisi olan sıvı tohum ilacının tohumluğa homojen dağılımı testlerinin Enstitümüz laboratuvarlarında da yapılabileceği ve ilgili ilaçlara uygulanabileceği kanaatine varılmıştır.

LİTERATÜR

- Anonymous 2002. Adherence and distribution to seeds data requirements Handbook Annex Point IIIA 2. 10 01/05/02 PSD.
- Anonymous 2003. Landwirtschaftszentrum Monheim laboratory notes, 5 p.
- Dobrat W., Martijn A. 1995. Physico-Chemical methods for technical and formulated pesticides. Collaborative International Analytical Council Ltd. CIPAC Handbook Vol.F, 438-440.
- Jeffs K.A. 1986. Seed treatment application of pesticides to seed. BBC Publication 2nd edition.
- Öztürk S., Şimşir N., Arıkan E. ve Arıburnu G. 1966. Tohum ilaçlarının yapışma kabiliyetleri üzerine araştırmalar Bitki Koruma Bülteni, 11, 17-23.
- Yücer M.M. 2008. Tarım İlaçları. Hasat Yayınları Ltd. Şti.355 s.