



Fatih Şenol

Kimya Mühendisi
Aplikasyon Uzmanı
Ant Teknik Cihazlar

HPLC ile Biyosidal Ürünlerde Aktif Madde Analizi

Zararlı bir organizma üzerinde kimyasal ya da biyolojik yollarla zararsız hale getirme, caydırma, kontrol edici etki gösterme gibi etkilere yol açan kimyasal maddelere biyosidal denir. Sağlık Bakanlığı'nın biyosidal ürün tanımı ise şöyledir: Bir veya birden fazla aktif madde içeren, kullanıma hazır hâlde satışa sunulmuş, kimyasal veya biyolojik açıdan herhangi bir zararlı organizma üzerinde kontrol edici etki gösteren veya hareketini kısıtlayan, uzaklaştıran, zararsız kılan, yok eden aktif maddelere biyosidal ürünler denir.

Biyosidal ürünler yaygın olarak tıp, tarım, ormancılık, sanayide kullanılır ancak evlerde kullanılan kirlenme önleyici ürünlerin, dezenfektanların, sıvı sabunların vb. ürünlerin günlük hayatımızdaki yeri düşünüldüğünde kontrol altında tutulmaları, denetlenmeleri gerektiği açıktır. Gözetim altında kullanılmamaları durumunda insan sağlığına alerjiler, kronik hastalıklar, astım krizleri gibi etkileri vardır.

Birçok biyosidal sentetik olmakla birlikte nadiren bakteri ve bitkilerden de türetilinebilirler. Bir biyosidal herbisit, fungusit, rodendisit, insektisit içeren bir pestisit de olabilir; bir antibiyotik, antifungal, antibakteriyel içeren antimikrobiyel de olabilir. Günlük hayatta temas ettiğimiz bu ürünlerin insana, çevreye, hedef zararlı organizmaya ve hedef organizma dışındaki diğer canlılara etkileri, varsa zararları, bertaraf yöntemleri depolama ve taşımacılık bilgileri gibi tüm yönleri ile bilinmesi ve kontrol altında tutulması Sağlık Bakanlığı ve ilgili diğer kurumların denetim ve kontrolünde sağlanmaktadır. Biyosidal kullanımında kilit nokta hedefe yönelik ürünün gerekli miktarda kullanılması ve kullanılan ürünün uygulanacağı çevreye etkilerinin göz önünde bulundurulmasıdır. Örneğin Kalay içerikli bazı kirlenme önleyici boyaların deniz eko sistemi üzerine ağır ve uzun süreli etkileri vardır. Bu ürünlerin gemi sanayisinde kullanımı birçok ülkede yasaklanmıştır.

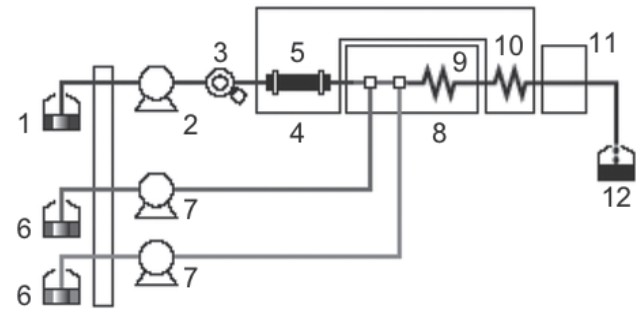
Biyosidal ürünlerin analizi T.C. Sağlık Bakanlığı Türkiye Halk Sağlığı Kurumu Çevre Sağlığı Daire Başkanlığı'nca yetkilendirilen laboratuvarlarda yapılmaktadır. Yapılan analizler

arasında kimyasal analizler, fiziksel analizler, mikrobiyolojik etkinlik testleri, stabilite testleri gibi testler mevcuttur.

Metod ve Materyaller:

Bu çalışmamızda Shimadzu HPLC sistemiyle Methomyl, Carbosulfan metaboliti olan Carbofuran ve Carbaryl içeren bir biyosidal üründe aktif madde analizi yapılmıştır. Bu maddelerin deniz ve göllere yakın yerlerde bilinçsiz kullanıldığında deniz ve göl canlılarına ağır etkileri tespit edilmiştir.

Metot kolondan çıkan aktiflerin sodyum hidroksit ile hidrolize edildikten sonra o-phthalaldehide ile reaksiyona girmeleri yoluyla kolon sonrası (post kolon) türevlendirme esasına dayanmaktadır. Floresans dedeksiyon kullanıldığı için oldukça düşük limitlere inilebilmektedir. UV dedeksiyona kıyasla matriks etkisinin de oldukça düşük olduğu söylenebilir. Metot aktif madde analizinin yanında bu aktif maddelerin sulara etkilerini ölçmekte de kullanılabilir. (LOD=1 ppb)



1 Mobil Faz, 2 Mobil Faz Pompası, 3 Enjektör, 4 Kolon Fırını, 5 Kolon, 6 Reaksiyon Reaktifi, 7 Reaksiyon Reaktifi Pompası, 8 Reaktör, 9 Reaksiyon Sarmalı, 10 Soğutma Sarmalı, 11 Floresans Dedektör, 12 Atık.

Tablo 1. Akış Diyagramı

Numune Hazırlama:

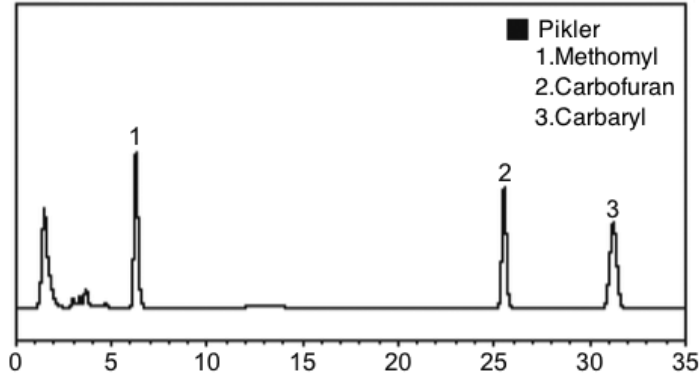
Biyosidal ürün kalibrasyon eğrisi aralığına uyacak şekilde mobil faz ile seyreltilir, enjeksiyonu yapılır.

Analitik Koşullar:

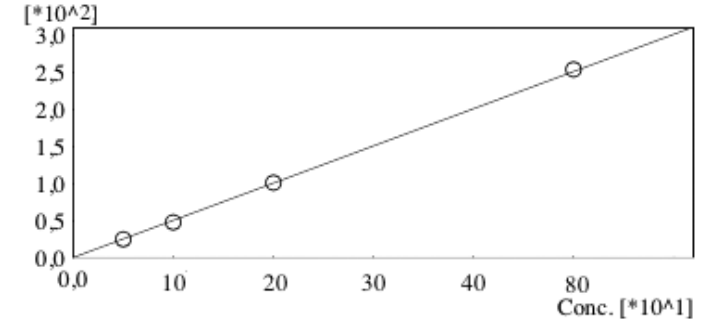
HPLC Sistemi	: Shimadzu Prominence HPLC-RF
Dedektör	: Shimadzu RF-20A Floresans Dedektör
Kolon	: Inertsil ODS-4 75 * 4.6 mm 3 um (Cat# 5020-04043)
Mobil Faz A	: Su
Mobil Faz B	: 2-Propanol
Akış Hızı	: 1 mL / dk (Gradient program)
Kolon Fırını Sıcaklığı	: 50°C
Dalga Boyu	: Ex. 339 nm, Em.455 nm
1. Reaksiyon Çözeltisi	: 0.05 mol/L Sodyum Hidroksit
1.Reaksiyon Çözeltisi Pompası	: 0.5 mL/dk
2.Reaksiyon Çözeltisi	: OPA çözeltisi
2.Reaksiyon Çözeltisi Pompası	: 0.5 mL/dk
Enjeksiyon Hacmi	: 10 uL
Gradient Program	: Zaman
	0
	6
	20
	32
	32.01
	B Mobil Fazı Konsantrasyonu
	2
	2
	15
	15
	2

Kromatogramlar:

Biyosidal Ürün Kromatogramı

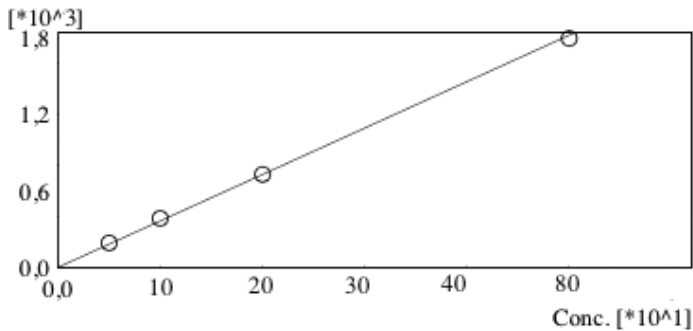


Carbofuran $r^2 = 0.9996$



Kalibrasyon Eğrileri:

Methomyl $r^2 = 0.9997$



Carbaryl $r^2 = 0.9992$

