



BİYOSİDAL ÜRÜNLERDE (TİP 18) ETKEN MADDE OLARAK KULLANILAN 1R-TRANS PHENOTHRIN ETKEN MADDESİNİN CHİRAL KOLONDA HPLC İZOMER TAYİNİ

Ayten DEREKAYA*, Şermin KAYA, Yıldırım CESARETLİ, Mustafa Kemal BAŞARALI
T.C. SAĞLIK BAKANLIĞI
Türkiye Halk Sağlığı Kurumu
Tüketici Güvenliği Laboratuvarları ve Biyolojik Ürünler Daire Başkanlığı, Ankara / TÜRKİYE
E-mail*: ayten.derekaya@saglik.gov.tr

3 ULUSLARARASI
BİYOSİDAL
KONGRESİ
MARITIM PINE BEACH RESORT OTEL / ANTALYA
22-25 KASIM 2016

ÖZET

Avrupa Birliği Direktifleri doğrultusunda, Türkiye Halk Sağlığı Kurumu (THSK) Tüketici Güvenliği Laboratuvarları ve Biyolojik Ürünler Daire Başkanlığı (TGLBÜDB) / Biyosidal Ürünler Kimyasal Analiz ve Stabilite Test Laboratuvarında Biyosidal ürün tipi 18 için "1R- trans phenothrin" etken maddesinin optik izomer oranı ilk olarak ülkemizde bu çalışma ile tanımlanmıştır.

ANAHTAR KELİMELEK

1R-trans phenothrin, CIPAC *356/TC/M/-, HPLC

AMAÇ

"1R-trans phenothrin" etken maddesinin HPLC cihazında CIPAC *356/TC/M/- yöntemi uygulanarak optik izomer oranının tanımlanması amaçlanmıştır⁽¹⁾.

GİRİŞ

Avrupa Birliği Biyositler inceleme programında Biyosidal ürün tipi 18 için kullanılan "1R-trans phenothrin" (Cas No:26046-85-5) aktif maddesinin daha önceden kullanımda olan d-phenothrin (Cas No:188023-86-1) aktif maddesinden 1R-trans izomer oranı farklılığına dayanılarak ayırımının yapılması ve "1R-trans phenothrin" aktif maddesinin 1R-trans izomer bileşen farkının belirlenmesi halk sağlığının korunması ve ürün güvenilirliği açısından önem arz etmektedir.

Avrupa Birliği tarafından desteklenmekte olan ve 2013/41/EU Komisyon Direktifi ile Avrupa Parlamentosu Konseyi 98/8/EC direktifinde, ürün tipi 18 için belirlenen "1R-trans phenothrin" tanımlama ve oranları 98/8/EC Biyosidal ürünler direktifi Ek-1' de kabul edildiği gibi aşağıda verilmiştir⁽²⁾.

1-R-trans phenothrin	1R-trans phenothrin IUPAC name: 3-phenoxybenzyl(1R,3R)-2,2-dimethyl-3-(2-methylprop-1-enyl)cyclopropanecarboxylate EC No: 247-431-2 CAS No: 26046-85-5	89 % w/w of 1R-trans phenothrin
Toplam izomerler: IUPAC name: (3-Phenoxyphenyl)methyl 2,2-dimethyl-3-(2-methylprop-1-enyl)cyclopropane-1-carboxylate EC No: 247-404-5 CAS No: 26002-80-2	95,5 % w/w toplam izomerler 3-phenoxybenzyl (1R, 3R)-2,2-dimethyl-3-(2-methylprop-1-enyl)cyclopropane carboxylate: 1R, trans 3-phenoxybenzyl (1R, 3S)-2,2-dimethyl-3-(2-methylprop-1-enyl)cyclopropane carboxylate: 1R, cis 3-phenoxybenzyl (1S, 3S)-2,2-dimethyl-3-(2-methylprop-1-enyl)cyclopropane carboxylate 1S, trans 3-phenoxybenzyl (1S, 3R)-2,2-dimethyl-3-(2-methylprop-1-enyl)cyclopropane carboxylate: 1S, cis.	

YÖNTEM

Türkiye Halk Sağlığı Kurumu, Tüketici Güvenliği Laboratuvarları ve Biyolojik Ürünler Daire Başkanlığı, Biyosidal Ürünler Kimyasal Analiz ve Stabilite Test Laboratuvarında "1R-trans phenothrin" izomer tespiti Likit Kromatografi (Agilent-HPLC) cihazında tanımlanarak, CIPAC *356/TC/M/- yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Test maddesinin analizinde aşağıdaki cihaz, ekipman, standart ve kimyasal ile çalışılmıştır^(1,3,4).

CIPAC KOD NUMARASI:

1R-trans phenothrin: Belirtilmemiş

D-phenothrin: 777

Phenothrin: 356

TANIMLAMA TESTLERİ :

Toplam izomer analizi:

356/TC/(M)/3, CIPAC Handbook L, p. 99, 2005

1R-trans phenothrin analizi :

356/TC/(M)/2.2 & 356/TC/(M)/3, CIPAC Handbook L, p. 97 & p. 99, 2005

KİMYASALLAR:

Referans Etken Madde: "1R- trans phenothrin" saf değeri %96.7

Çözücü: Hekzan, Merck HPLC saflıkta

Yıkama Çözeltisi: Ethanol, Merck HPLC saflıkta

CIHAZ ŞARTLARI:

Cihaz: Agilent HPLC1260 Infinity Quaternary LCVL/2015

Mobil Faz : %100 Hekzan

Kolon: İki adet seri Sumichiral QA-2000 4 mm 250 cm 5µ

Akış Hızı: 1.0 ml/min

Kolon Fırını Sıcaklığı: 25 °C

Enjeksiyon Hacmi: 20 µl

Dedektör / Dalga Boyu: DAD / 210 nm

Kolon Yıkama Çözeltisi: %95 Hexane / %5 Ethanol

ALIKONMA ZAMANLARI:

1R-cis isomer; 48 min

1S-cis isomer: 52 min

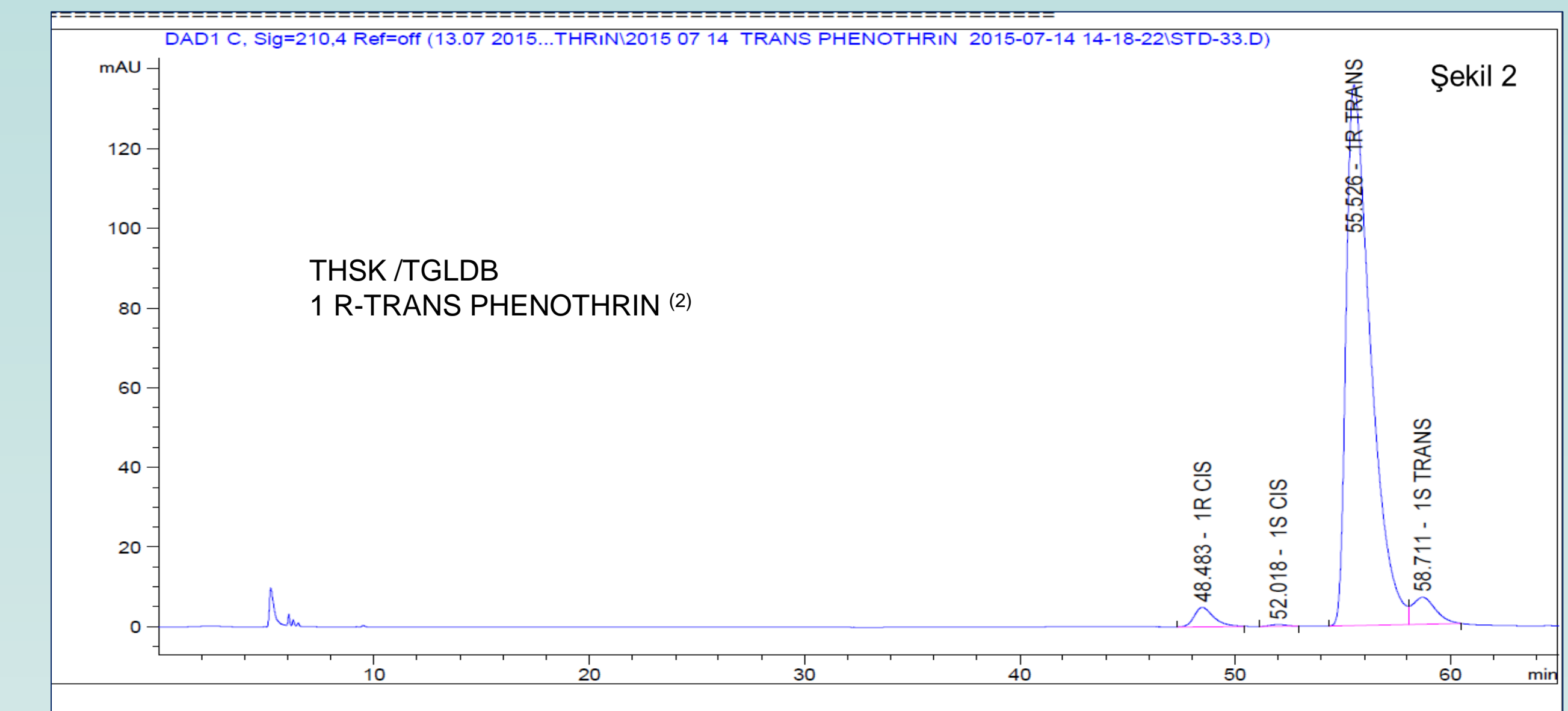
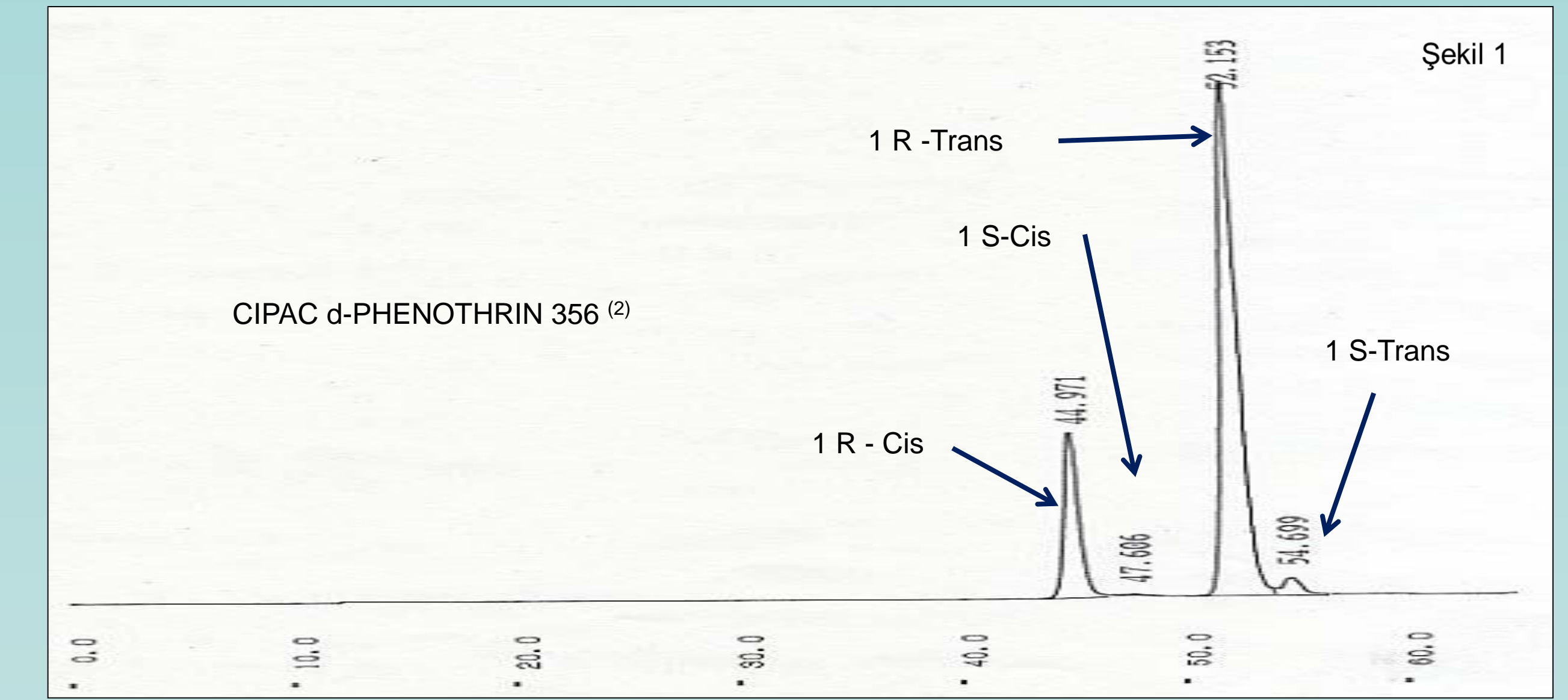
1R-trans isomer: 55 min

1S-trans isomer: 58 min

KALİBRASYON :

Bu analiz, optik izomer oranlarını karşılaştırmak amacıyla yapılmıştır. Çalışmalarda alıkonma zamanlarının uzun olması ve alıkonma zamanlarının kayması nedeni ile kalibrasyonlu çalışma uygulanabilir değildir.

BULGULAR



Dünya sağlık örgütü ve CIPAC tarafından önerilen ve daha önce kullanımda olan d phenothrin aktif maddesine ve THSK/TGLBÜDB Biyosidal Ürünler Kimyasal Analiz ve Stabilite Test Laboratuvarında çalışılan 1R-trans phenothrin maddesine ait kromatogramlar sırası ile şekil 1 ve şekil 2 de verilmiştir. Bu çalışma sonucunda 1R-trans izomer oranı zenginleştirilen ve yeniden tanımlanan 1R-trans phenothrin maddesinin 1R -trans oranı ≥ 89 olarak tespit edilmiştir⁽³⁾.

SONUÇ

THSK/TGLBÜDB Biyosidal Ürünler Kimyasal Analiz ve Stabilite Test Laboratuvarında, "1R-trans phenothrin" etken maddesinin izomer oranlarının tanımlanması yapılmış olup, ürün tipi 18 için ülkemizde ruhsatlandırılması planlanan ürünlerde kullanılması uygun bulunmuştur.

KAYNAKLAR

1. CIPAC d-Phenothrin Technical *356/TC/M/-
2. 2013/41/EU Direktifi (EK-1 Direktif 98/8/EC)
3. WHO Specifications and evaluations for public health pesticides 1R-trans phenothrin
4. WHO specification 356/TC (september 2015*)