

## **İlaç Tutunma Analizleri için Pestisitlerin Yerine Kullanılan Sentetik Renk Maddelerinin Geri Kazanımı**

**Bahadır SAYINCI<sup>1</sup>, Ruçhan ÇÖMLEK<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Atatürk Üniversitesi, Ziraat Fakültesi, Tarım Makinaları ve Teknolojileri Mühendisliği Bölümü, Erzurum

<sup>2</sup>Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tarım Makinaları Anabilim Dalı, Erzurum  
bsayinci@atauni.edu.tr

Geliş Tarihi (Received): 25.05.2015      Kabul Tarihi (Accepted): 11.06.2015

**Özet:** Bu araştırmada, pestisit uygulama ekipmanlarıyla çalışmada hedef yüzeylerde tutunma analizleri için püskürtme sıvısı olarak pestisitlerin yerine kullanılan beş farklı suda çözülebilir toz formda sentetik renk maddesinin (Tartrazine, Sunset yellow FCF, Allura red AC, Carmoisine ve Brilliant blue FCF) uygunlukları test edilmiştir. Denemelerde örnek alma yüzeyi olarak 25 mm çapında filtre kağıdı kullanılmıştır. Araştırmada filtre kağıtlarının çözücünün absorpsiyonuna etkisi, 24 saatlik kuruma periyodundan sonra renk maddelerinde bozulma düzeyi (%), filtre kağıtlarında tutunan renk maddesinin geri kazanım oranı (%) ve geri kazanımda çözücünün (saf su ve %33'lük metil alkol) ve karıştırma süresi (15, 30 ve 60 dakika) faktörlerinin etkisi incelenmiştir. Kantitatif analizler spektrofotometrik esaslara göre yapılmıştır. Araştırmada, örnekleme yüzeyi olarak kullanılan filtre kağıtlarının çözücünün absorpsiyonunu anlamlı düzeyde arttırdığı saptanmıştır. 24 saatlik kuruma periyodundan sonra spektrofotometrede yapılan ölçümlerde renk maddeleri tarafından absorblanan ışın miktarındaki değişim kuruma öncesine göre oldukça düşük seviyelerde kalmıştır. Bu değişim saf suyla yıkanan örneklerde -%0.850 ve %0.893 aralığında, %33'lük metil alkolle yıkanan örneklerde -%1.190 ve %1.067 aralığında belirlenmiştir. Saf suyla yapılan yıkamada filtre kağıdında tutunan renk maddeleri için en yüksek geri kazanım ilk 15 dakikalık yıkama süresinde Tartrazine ile ve 30 dakikalık yıkama süresinin sonunda Brilliant blue FCF ile elde edilmiştir. %33'lük metil alkolle yıkamada en yüksek geri kazanım Tartrazine ve Sunset yellow FCF ile sağlanmıştır. Saf su ve %33'lük metil alkolle yıkanan filtre kağıdı örneklerinde en düşük geri kazanım sırasıyla %73.9 ve %77.5 ile Allura red AC'de bulunmuştur. Genel olarak %33'lük metil alkol ile yıkanan Tartrazine, Sunset yellow FCF, Allura red AC ve Carmoisine maddelerinin geri kazanımlarının saf suya göre daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

**Anahtar kelimeler:** Püskürtme, filtre kağıdı, kantitatif analiz, renk maddesinde bozulma

### **Recovery of Synthetic Tracer Dye Materials Used Instead of Pesticides for Spray Deposit Analysis**

**Abstract:** In this study, five different synthetic tracer dyes powdered (Tartrazine, Sunset yellow FCF, Allura red AC, Carmoisine ve Brilliant blue FCF) mixed into spray liquid instead of pesticides were tested in terms of the availability in spray deposit analysis of pesticide application equipment. In the trials, filter papers of 25 mm diameter were used as sampling material. In the study, the effect of solvent on the absorbance variation of the filter papers, degradation rate (%) of tracer dyes after the drying period of 24 hours, the recovery rate (%) of tracer dye materials deposited on the filter papers, the effects of the factors which were the solvent types (distilled water and methylene of 33%) and the mixture times (15, 30 and 60 min) on the recovery of the tracer dyes were investigated. The quantitative analysis were conducted based on spectrophotometric mains. In the study, it was indicated that the filter papers used as sampling material dramatically improved the absorbance of the solvent. After the drying period of 24 hours, the variation of beam intensity

absorbed into the spectrophotometer by the tracer dye materials were the lowest levels as compared to the pre-drying. The variation ranged between -%0.850 and %0.893 for the filter paper samples washed with distilled water and, -%1.190 and %1.067 for the samples washed with methylene of 33%. The highest recovery rate for the tracer dyes deposited on the filter papers was obtained with Tartrazine for the washing time of 15 minutes with the distilled water, and Brilliant blue FCF for the washing timed of 30 minutes with the distilled water. Tartrazine and Sunset yellow FCF had the highest recovery rate for the samples washed with the methylene of 33%. The recovery of Allura red FCF was the lowest with the rate of 73.9% for the distilled water and 77.5% for methylene of 33%. In general, the recovery of Tartrazine, Sunset yellow FCF, Allura red AC and Carmoisine washed with methylene of 33% were found higher than those washed with the distilled water.

**Key words:** Spraying, filter paper, quantitative analysis, dye degradation

## GİRİŞ

Pestisit uygulama teknolojilerinde hacimsel dağılım, damlanın taşınma etkinliği ve damla penetrasyonu gibi özellikler ilaç uygulama performansı açısından önemli göstergelerdir. Bu amaçla ilaçlama ekipmanlarını test etmeye yönelik pek çok kantitatif yöntem geliştirilmiştir (Sayıncı ve Bastaban, 2009). Hedef yüzeyde pestisit kalıntı miktarını belirlemek için sıvı veya gaz kromatografisi (Smith et al., 2000; Zhu et al., 2004) ve atomik absorpsiyon spektrofotometresi (Scudeler and Raetano, 2006) gibi cihazlar kullanılmaktadır. Ancak analiz prosedürlerinden dolayı doğrudan pestisitler ile yürütülen araştırmalar zaman açısından pratik olmamakta ve ekonomik açıdan da önemli bir maliyet getirmektedir (Pergher, 2001).

Kantitatif ölçümlerde örnekleme materyallerinin uygunluğunu test etmek, yöntemin güvenilirliği açısından önemlidir (Sayıncı ve Bastaban, 2009). Araştırmalarda hedefe taşınan sıvı hacmini ya da yüzeyde tutunan madde miktarını tayin etmek için örneklemede yaprak örneği gibi doğal bitki materyallerinin kendisi (Parnell et al., 1999; MacIntyre-Allen et al., 2007) kullanılabilirdiği gibi yapay örnekleme yüzeyleri (Zhu et al., 2004) de kullanılabilir. Yapay örneklemede filtre kağıtlarının daha yaygın olarak kullanıldığı görülmektedir (Salyani, 1993; Bozdoğan and Bayat, 2005; Foque and Nuytens, 2010). Örnekleme bölgelerine yerleştirilen filtre kağıtları püskürtmeden sonra toplanarak çözücüye bırakılmakta ve belirli bir süre karıştırılarak kantitatif olarak yüzeyde tutunan madde miktarı ölçülmektedir.

Pestisit uygulama ekipmanlarının performansını belirlemek için pestisitlerin yerine kullanılan renk

maddeleri operatör güvenliğinin sağlanması, analiz prosedürlerinin kolaylığı, araştırmanın ekonomik olarak yürütülmesi ve güvenilir ölçüm sonuçlarının elde edilmesi açısından büyük avantajlar sağlamaktadır. Ancak bu konuda yürütülen bazı araştırmalar bazı renk maddelerinin tarla koşullarında solar radyasyon nedeniyle bozulmaya maruz kaldığını, hatta laboratuvar koşullarında bile değişime uğradığını göstermektedir. Örneğin Hall et al. (1992), sekiz farklı floresans maddenin laboratuvar (22 °C, 0-100 dk) ve depolama koşullarındaki (-10 °C soğutucuda, 41-45 gün) değişimini araştırmışlardır. Laboratuvar koşullarında işığa maruz kalan Uvitex EC'nin floresans düzeyinin %82, karanlık ortamda %16 oranında azaldığı saptanmış ve sürüklenme ölçümleri için elverişsiz olduğu bildirilmiştir. Soğutucuda muhafaza edilen örneklerin floresans değişimi en düşük Brilliant Sulphaflavine'de (%0-%7), en yüksek Tinopal CBS-X'de (%17-%55) bulunmuştur. Salyani (1993), 5-120 dakika arasında güneş ışığına maruz bırakılan Basonyl Red 485, Eosine OJ ve Tinopal CBS-X'in solar radyasyon nedeniyle bozulduğunu tespit etmiştir.

Bu araştırmanın amacı, ilaç tutunma analizlerinde pestisitlerin yerine kullanılacak beş farklı renk maddesinin (Tartrazine, Sunset yellow FCF, Allura red AC, Carmoisine ve Brilliant blue FCF) uygunluklarını test etmek, örnekleme yüzeyi olarak kullanılan filtre kağıtlarının çözücünün absorbans değişimine olan etkisini incelemek, renk maddelerindeki kurumunun bozulmaya olan etkisini araştırmak, renk maddelerinin geri kazanımında çözücünün ve yıkama süresinin etkisi belirlemektir.

**MATERYAL ve YÖNTEM****Renk maddeleri**

Araştırmada gıda sanayinde renklendirici olarak kullanılan 5 farklı suda çözülebilir toz formdaki sentetik gıda boyasının (Tartrazine, Sunset yellow FCF, Allura red AC, Carmoisine ve Brilliant blue FCF) pestisitlerin yerine yüzey tutunma etkinliği analizleri için kullanılabilirlikleri test edilmiş ve özellikleri Çizelge 1'de verilmiştir.

**Standart seri ve kalibrasyon eşitlikleri**

Araştırmada saf su ve %33'lük metil alkol olmak üzere iki çözücü kullanılmıştır. Kantitatif analizler için her bir renk maddesinin maksimum absorbansta sağladığı dalga boylarını saptamak için UV/VIS spektrofotometresi (T60 U Model, PG Instruments Ltd., UK) kullanılmış ve 400-700 nm aralığında tarama yapılmıştır. 6.0 µg ml<sup>-1</sup> (ppm)'lik sabit konsantrasyonda hazırlanan karışımların dalga boyları, her iki çözücü için ayrı ayrı belirlenmiştir. Tarama sonucunda belirlenen dalga boyları Çizelge 2'de verilmiştir.

Kantitatif analizler için kalibrasyon eğrisi metodu

kullanılmıştır (Yetim, 2002). Standart seriyi hazırlamak için sabit konsantrasyonda stok çözelti hazırlanmıştır. Eşitlik (1) kullanılarak her bir renk maddesi stok çözeltisinden 0.25-12.0 µg ml<sup>-1</sup> arasında bilinen konsantrasyonlarda 13 örnekten oluşan standart seri elde edilmiştir. Standart seriler saf su ve %33'lük metil alkol için ayrı ayrı hazırlanmıştır.

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2 \quad (1)$$

$C_1$  : stok çözeltinin konsantrasyonu, µg ml<sup>-1</sup>

$V_1$  : stok çözeltiden alınan miktar, ml

$C_2$  : hazırlanacak çözeltinin konsantrasyonu, µg ml<sup>-1</sup>

$V_2$  : hazırlanan çözeltinin toplam hacmi, ml

Ölçümlerde UV/VIS spektrofotometresi (T60 U Model, PG Instruments Ltd., UK) kullanılarak standart serideki her bir karışımın absorbanı belirlenmiştir. İki farklı çözücü kullanılarak her bir renk maddesi için absorban ve konsantrasyon arasındaki ilişki, doğrusal regresyon eşitlikleri ( $y = ax + b$ ) ile ifade edilmiş ve denklemin uygunluğu belirleme katsayısı ( $R^2$ ) ile gösterilmiştir (Çizelge 2).

**Çizelge 1. Çalışmada kullanılan renk maddeleri ve diğer isimleri (Özdemir and Akkan, 1999; Asuka Kimya, 2015; Sigma-Aldrich, 2015)**

Özellikler	Tartrazine	Sunset yellow FCF	Allura red AC	Carmoisine	Brilliant blue FCF
E.E.C. numarası*	E102	E110	E129	E122	E133
Renk indeks numarası	19140	15985	16035	14720	42090
FD&C numarası	FD&C Yellow 5	FD&C Yellow 6	FD&C Red 40	FD&C Red 10	FD&C Blue No.1
Asidik boyar madde ismi	Acid yellow 23	Orange yellow 5	Allura red	Acid red 14	Acid blue 9
Renk indeks referans no.	Food Yellow 4	Food Yellow 3	Food Red 17	Food Red 3	Food Blue 2

\*: E.E.C. (European Economic Community) numarası: E100-E199 arası numerik sınıflandırmada renk maddeleri yer almaktadır.

**Çizelge 2. İki farklı çözücüde karıştırılan renk maddelerinin maksimum absorbansta belirlenen dalga boyları ve absorban ve konsantrasyon arasındaki doğrusal eşitlikler**

Çözücü	Renk maddeleri	Dalga boyu (λ, nm)	Doğrusal eşitlikler ( $y = ax + b$ )*	Belirleme katsayısı ( $R^2$ )
Saf su	Tartrazine	427.0	$y = 23,423x + 0,2092$	0.9987
	Sunset yellow FCF	481.0	$y = 22,027x + 0,0796$	0.9987
	Allura red AC	506.0	$y = 22,880x - 0,0166$	0.9993
	Carmoisine	514.0	$y = 22,110x - 0,0158$	0.9993
	Brilliant blue FCF	628.0	$y = 8,7725x - 0,0797$	0.9973
%33'lük metil alkol	Tartrazine	423.6	$y = 24,735x + 0,2215$	0.9970
	Sunset yellow FCF	483.4	$y = 22,773x - 0,1306$	0.9944
	Allura red AC	507.2	$y = 22,671x - 0,0688$	0.9989
	Carmoisine	518.2	$y = 22,427x + 0,2429$	0.9956
	Brilliant blue FCF	629.2	$y = 7,9350x - 0,0932$	0.9976

\*:  $y$  karışımın konsantrasyonu (µg ml<sup>-1</sup>);  $x$  spektrofotometrede okunan absorban (abs);  $a$ : doğrunun eğimi;  $b$ : sabit

### **Filtre kağıtlarının çözücünün absorbansını değiştirmedeki etkisi**

Bu aşamada, örnekleme yüzeyi olarak kullanılan filtre kağıtlarının tek başına çözücünün absorbansını değiştirmedeki etkisi incelenmiştir. Denemelerde 25 mm çapında kesilmiş filtre kağıtları (Schleicher&Schüll, Rundfilter, 5893 Blauband, Ref. No: 300210) kullanılmıştır. Ölçümler 5 tekerrürlü yürütülmüştür. Her tekerrür için 100 ml hacmindeki plastik beherlere 4'er adet filtre kağıdı konulmuştur. Bir dispenser kullanarak beherlere 25 ml çözücü bırakılmış ve 15, 30 ve 60 dakikalık (dk) süreler için üç ayrı grup halinde  $140 \text{ dk}^{-1}$  sabit devirde doğrusal yönde hareket eden otomatik bir çalkalayıcıda (Digital Reciprocating Shaker, SHR-2D, DAIHAN Scientific Co., Ltd., KR) karıştırılmıştır. Bu işlem saf su ve %33'lük metil alkol çözücülerini için ayrı ayrı yapılmıştır. Karıştırma esnasında taşmayı ve çözücünün buharlaşmasını engellemek için beherlerin ağzı sıkıca kapatılmıştır.

Karıştırma işleminden sonra çözeltilerin absorbansı UV/VIS spektrofotometresiyle (T60 U Model, PG Instruments Ltd., UK) belirlenmiştir. Ölçümlerde kör olarak çözücünün kendisi kullanılmıştır. Elde edilen absorbans değerleri tam şansa bağlı deneme planına göre varyans analizine tabi tutulmuştur. İstatistiksel analizlerde SPSS 20.0 paket programı kullanılmış ve varyans analizinde her bir çözücü için dalga boyu ve karıştırma zamanı faktörlerinin filtre kağıtlarının çözücünün absorbansına olan etkileri incelenmiştir. Önemli bulunan ortalamalar arasındaki farklar %95 önem seviyesinde Duncan çoklu karşılaştırma testi ile belirlenmiştir.

### **Laboratuvar koşullarında renk maddelerinin kurumaya bağlı bozulma düzeyi**

Laboratuvar koşullarında yürütülen bu denemede renk maddelerinin kuruduktan sonra çözücünün absorbansını değiştirmedeki etkisi incelenmiştir. Bu amaçla 250, 500 ve 1000  $\mu\text{g ml}^{-1}$  konsantrasyonlarda hazırlanan stok çözeltilerin her birinden 400  $\mu\text{l}$  çekilerek 100 ml hacmindeki plastik beherlere bırakılmıştır. Bu işlem her bir stok çözelti için 10 kez tekrarlanmıştır. Tekerrür amacıyla kullanılan 10 adet örneğin yarısı kendi halinde 24 saat kurumaya bırakılmıştır. Diğer yarısına beklemeden toplam hacmi 25 ml olacak şekilde çözücü bırakılmış ve spektrofotometrede konsantrasyonu belirlenmiştir. 24 saat sonra kuruyan örnekler için beherlere 25 ml çözücü bırakılmış ve renk maddesinin çözücüye karışması sağlanmıştır. Kuruma periyodundan sonraki

konsantrasyon ölçümleri yine spektrofotometrede yapılmıştır. Bu işlemler saf su ve %33'lük metil alkol için ayrı ayrı tekrarlanmıştır.

Hazırlanan tüm karışımlarda hedef konsantrasyon 2.0, 4.0 ve 8.0  $\mu\text{g ml}^{-1}$  (ppm)'dir. Hedef konsantrasyon ile kuruma periyodundan önce ( $C_s$ ,  $\mu\text{g ml}^{-1}$ ) ve sonra ( $C_d$ ,  $\mu\text{g ml}^{-1}$ ) ölçülen konsantrasyonlar arasında doğrusal eşitlikler elde edilmiştir. Her iki doğrunun eğimleri birbirlerine oranlanarak kurumanın konsantrasyon değişimine olan etkisi yüzde ( $C$ , %) olarak hesaplanmıştır.

### **Renk maddelerinin geri kazanımı**

İlaç tutunma analizlerinde kullanılan örnekleme materyallerinde aranan özellik, yüzeyde tutunan maddenin yıkandıktan sonra tamamen çözücüye karışmasıdır. Yüzeyden yıkanan maddenin tamamen çözücüye karışması, geri kazanımın yüksek olduğunu göstermektedir. Yürütülen bu denemede geri kazanım 25 mm çapında kesilmiş filtre kağıtlarıyla (Schleicher&Schüll, Rundfilter, 5893 Blauband, Ref. No: 300210) belirlenmiştir. Bir strafor üzerine bir toplu iğneyle 5x4 matris düzeninde yerleştirilen filtre kağıtları, askıda kalacak şekilde konumlandırılmış ve strafor yüzeyiyle olan teması kesilmiştir. Beş sıralı bu matris düzeninde her sıra tekerrürü göstermektedir. Her tekerrürde bulunan 4 adet filtre kağıdının her birine bir otomatik pipet ile 50  $\mu\text{l}$  hacminde renk maddesi çözeltilisinden bırakılmış ve laboratuvarında 24 saat bekletilmiştir. Kuruma periyodundan sonra 4 adet filtre kağıdı aynı anda 100 ml'lik plastik beherle konularak 25 ml hacmindeki çözücüyle yıkanmıştır. Yıkamadan sonra karışımların absorbansı UV/VIS spektrofotometresinde okunarak her birinin absorbansı ( $A_w$ ) belirlenmiştir. Bu prosedür 5 farklı renk maddesi (Tartrazine, Sunset yellow FCF, Allura red AC, Carmoisine ve Brilliant blue FCF), 3 farklı konsantrasyon (250, 500 ve 1000  $\mu\text{g ml}^{-1}$ ), 2 farklı çözücü (saf su ve %33'lük metil alkol) ve 3 farklı yıkama süresi (15, 30 ve 60 dk) için 5 kez tekrarlanmıştır.

Filtre kağıtlarından yıkanarak elde edilen çözeltilerin konsantrasyonu ( $C_w$ ,  $\mu\text{g ml}^{-1}$ ) Eşitlik (2) kullanılarak hesaplanmıştır. Bu eşitlikte filtre kağıtlarından yıkanarak elde edilen renk maddesi çözeltilisinin absorbans değerinden ( $abs_w$ ) filtre kağıtlarının absorbansdaki artışa olan ( $abs_f$ ) etkisi elemine edilmektedir. Bu fark, Çizelge 2'deki standart seriden elde edilen regresyon eşitliğinde yerine yazıldığında  $C_w$  ( $\mu\text{g ml}^{-1}$ ) değeri hesaplanabilmektedir.

$$C_w = (abs_w - abs_f) \cdot a + b \quad (2)$$

$a$ : standart seriden elde edilen doğrusal regresyon eşitliğine göre doğrunun eğimi

$b$ : standart seriden elde edilen doğrusal regresyon eşitliğinde  $b$  sabiti

Geri kazanım oranını ( $GK$ , %) hesaplamak için Eşitlik (3) kullanılmıştır. Geri kazanım, 24 saat kuruduktan sonra yıkanarak ölçülen renk maddesi konsantrasyonunun ( $C_d$ ,  $\mu\text{g ml}^{-1}$ ), filtre kağıdından yıkanarak elde edilen çözeltinin konsantrasyonuna ( $C_w$ ,  $\mu\text{g ml}^{-1}$ ) oranı olarak hesaplanmıştır. Kullanılan bu eşitlikle renk maddelerinde kuruma nedeniyle oluşan kayıplar dikkate alınmıştır.

$$GK = \frac{C_d}{C_w} \times 100 \quad (3)$$

Geri kazanım değerleri, tam şansa bağlı deneme planına göre varyans analizine (ANOVA) tabi tutulmuştur. Varyans analizinde karıştırma süresinin ve renk maddelerinin geri kazanıma olan etkisi incelenmiştir. Ortalamalar arasındaki farklar %95 önem düzeyinde Duncan çoklu karşılaştırma testiyle belirlenmiştir. İstatistik analizler SPSS paket programı kullanılarak yapılmıştır.

Denemelerin yürütüldüğü laboratuvar ortamında ortalama sıcaklık ve bağıl nem sırasıyla 20.0 °C ve

%25.0 olarak ölçülmüş ve minimum-maksimum değerler sırasıyla 18.2-31.6 °C ve %16-%33 aralığında değişmiştir.

## ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

### Filtre kağıtlarının çözücünün absorbensini değiştirmedeki etkisi

Filtre kağıtları saf suyla yıkandığında çözücünün absorbensini ortalama 0.001-0.030, %33'lük metil alkolle yıkandığında ortalama 0.002-0.014 aralığında artmıştır (Çizelge 3). Saf suyla yıkanan örneklerde absorbens değişimi 427.0 ve 481.0 nm dalga boylarında yıkama süresine bağlı olarak çok önemli düzeyde ( $P < 0.001$ ) farklı bulunmuştur. Ortalama absorbens değerleri 15 ve 30 dakikalık yıkama süresi boyunca değişmez iken, 60 dakika süreyle yıkanan örnekler çözücünün absorbensini anlamlı düzeyde arttırmıştır. Yüksek dalga boylarında saf suyla yıkamada, absorbensdeki artış düşük dalga boylarına göre minimal düzeyde kalmıştır.

Saf suyla yıkanan örneklerin absorbens değişimindeki etki, %33'lük metil alkol için farklı bulunmuştur. 423.6 ve 629.2 nm dalga boylarında %33'lük metil alkolle yıkanan örneklerin absorbens değişimindeki etki, karıştırma zamanına bağlı olarak orantılı şekilde değişmemiştir. Diğer dalga boylarında yapılan ölçümlerde ortalama absorbens değeri 60 dakikalık sürede anlamlı düzeyde artmıştır.

**Çizelge 3. Karıştırma süresine bağlı olarak filtre kağıtlarının çözücünün absorbensini değiştirmedeki etkisi (ortalama±standart sapma)**

Çözücü	Dalga boyu ( $\lambda$ , nm)	Karıştırma süresi (dk, dakika)			$P$ (önem seviyesi)			
		15 dk	30 dk	60 dk				
Saf su	427.0	0.003±0.002	abB§	0.005±0.003	aB	0.013±0.004	bA	0.000**
	481.0	0.007±0.004	aB	0.010±0.002	aB	0.030±0.002	aA	0.000**
	506.0	0.008±0.005	aA	0.007±0.001	aA	0.009±0.002	bcA	0.551ns
	514.0	0.007±0.003	aA	0.006±0.005	aA	0.007±0.002	cA	0.900ns
	628.0	0.002±0.002	bA	0.001±0.001	bA	0.003±0.002	dA	0.224ns
	$P$ (önem seviyesi)	0.013*		0.002**		0.000**		
%33'lük metil alkol	423.6	0.011±0.005	aA	0.013±0.004	aA	0.009±0.005	aA	0.314ns
	483.4	0.003±0.001	dB	0.008±0.003	bAB	0.013±0.006	aA	0.009**
	507.2	0.006±0.002	cAB	0.005±0.002	bA	0.008±0.002	aB	0.049*
	518.2	0.007±0.003	cB	0.002±0.001	cA	0.014±0.002	aC	0.000**
	629.2	0.007±0.001	bA	0.008±0.006	bA	0.011±0.003	aA	0.309ns
	$P$ (önem seviyesi)	0.001**		0.000**		0.100 ns		

\*\* : çok önemli ( $P < 0.01$ ), \* : önemli ( $P < 0.05$ ), ns : önemli değil

§ : Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre her bir çözücü ve karıştırma süresi için aynı sütunda farklı küçük harfle (a-d) gösterilen ortalamalar arasında farklar %5 önem seviyesinde farklıdır. Duncan çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre her bir dalga boyu için aynı satırda farklı büyük harfle (A-C) gösterilen ortalamalar arasında farklar %5 önem seviyesinde farklıdır.

**Çizelge 4. Laboratuvar koşullarında filtre kağıdı kullanmadan 24 saatlik kuruma periyodundan sonra saf su ve %33'lük metil alkolle yıkanan renk maddelerinin konsantrasyon değişimi (%)**

Çözücü	Renk maddeleri	Hedef konsantrasyon ( $C_t$ , $\mu\text{g ml}^{-1}$ )	$C_t$ derişikteki karışımın konsantrasyonu ( $C_g$ , $\mu\text{g ml}^{-1}$ )	24 saatlik kuruma periyodundan sonra hazırlanan karışımın konsantrasyonu ( $C_a$ , $\mu\text{g ml}^{-1}$ )	**Konsantrasyon değişimi ( $C$ , %)
Saf su	Tartrazine	2.0	2.064±0.071*	2.082±0.070*	0.893
		4.0	4.027±0.087	4.062±0.088	
		8.0	7.901±0.031	7.971±0.033	
	Sunset yellow FCF	2.0	2.144±0.029	2.152±0.029	0.335
		4.0	4.053±0.136	4.067±0.136	
		8.0	7.840±0.175	7.867±0.175	
	Allura red AC	2.0	1.832±0.063	1.831±0.063	-0.092
		4.0	3.653±0.050	3.651±0.050	
		8.0	7.420±0.098	7.414±0.098	
	Carmoisine	2.0	2.023±0.118	2.022±0.118	-0.072
		4.0	4.061±0.190	4.059±0.190	
		8.0	7.718±0.101	7.713±0.100	
	Brilliant blue FCF	2.0	2.350±0.130	2.330±0.130	-0.850
		4.0	4.368±0.144	4.328±0.144	
		8.0	8.986±0.232	8.909±0.232	
%33'lük metil alkol	Tartrazine	2.0	2.210±0.220	2.228±0.219	0.947
		4.0	4.040±0.051	4.076±0.050	
		8.0	7.790±0.170	7.861±0.172	
	Sunset yellow FCF	2.0	1.956±0.047	1.944±0.047	-0.607
		4.0	3.805±0.111	3.781±0.111	
		8.0	7.530±0.204	7.484±0.203	
	Allura red AC	2.0	1.913±0.067	1.906±0.067	-0.316
		4.0	4.003±0.044	3.991±0.044	
		8.0	8.025±0.245	7.999±0.246	
	Carmoisine	2.0	2.338±0.063	2.359±0.062	1.067
		4.0	3.932±0.124	3.977±0.123	
		8.0	8.204±0.140	8.289±0.139	
	Brilliant blue FCF	2.0	2.052±0.030	2.028±0.030	-1.190
		4.0	4.024±0.082	3.976±0.083	
		8.0	8.094±0.124	7.998±0.123	

\*: ortalama±standart sapma (tekrür sayısı= 5)

\*\* : Pozitif işaretli ortalamalar konsantrasyonun arttığını, negatif işaretli ortalamalar azaldığını göstermektedir.

**Çizelge 5. Filtre kağıdından yıkanan renk maddelerinin geri kazanımı (%)**

Renk maddeleri	Saf su			P (önem seviyesi)
	15 dk	30 dk	60 dk	
Tartrazine	94.6±4.4 aA <sup>§</sup>	91.6±4.6 aA	88.2±4.0 bB	0.001**
Sunset yellow FCF	88.8±5.1 bA	82.7±10.2 bA	75.1±12.6 cB	0.002**
Allura red AC	73.9±9.0 cA	73.3±10.1 cA	79.7±7.5 cA	0.109ns
Carmoisine	76.3±8.8 cB	83.1±8.4 bA	88.4±5.9 bA	0.001**
Brilliant blue FCF	89.9±5.6 abB	94.7±6.3 aA	95.9±3.7 aA	0.009**
P(önem seviyesi)	0.000**	0.000**	0.000**	
%33'lük metil alkol				
	15 dk	30 dk	60 dk	
Tartrazine	100.8±4.6 aB	97.4±6.1 bB	105.5±5.7 aA	0.001**
Sunset yellow FCF	96.6±6.3 aB	105.8±4.2 aA	103.4±8.2 aA	0.001**
Allura red AC	77.5±9.6 cB	94.7±3.1 bcA	95.4±5.1 bA	0.000**
Carmoisine	86.6±8.2 bA	94.8±6.8 bcB	91.8±8.1 bAB	0.020*
Brilliant blue FCF	83.4±5.7 bB	90.7±7.8 cA	93.6±3.8 bA	0.000**
P(önem seviyesi)	0.000**	0.000**	0.000**	

\*: önemli ( $P<0.05$ ); \*\*: çok önemli ( $P<0.01$ ); ns: önemsiz

§: Duncan çoklu karşılaştırma testine göre her bir karıştırma zamanı için aynı sütunda farklı küçük harfle (a-d) gösterilen ortalamalar arasındaki farklar %5 önem seviyesinde farklıdır. Duncan çoklu karşılaştırma testine göre her bir renk maddesi için aynı satırda farklı büyük harfle (A-B) gösterilen ortalamalar arasındaki farklar %5 önem seviyesinde farklıdır.

### Renk maddelerinin kurumaya bağlı bozulma düzeyi

Tarla veya laboratuvar denemelerinde püskürtme sıvısı olarak kullanılan karışımlar bilinen bir konsantrasyonda hazırlanmaktadır. Ancak, püskürtme gerçekleşikten sonra hedef yüzeyde kuruyan renk maddesinin yıkamadan sonra konsantrasyonunda meydana gelen bir değişim ilaçlama ekipmanına atfedilebilmektedir. Renk maddelerindeki kimyasal bozulma, maddenin rengini de değiştirebileceğinden fotometrik sistemlerde rengin absorbladığı ışın miktarını da etkilemektedir.

Bu araştırmada laboratuvar koşullarında kuruyan renk maddelerinin çözücünün absorbensini değiştirmedeki etkisi saf su için  $-0.850$  ve  $0.893$  aralığında; %33'lük metil alkol için  $-1.19$  ve  $1.067$  aralığında belirlenmiştir (Çizelge 4). Bu verilere göre laboratuvar koşullarında kuruyan renk maddelerinin çözücünün absorbensini değiştirmedeki etkisi oldukça minimal düzeyde kalmıştır. Ancak açık hava koşullarında renk maddelerindeki bozulma düzeylerinin mevcut ortam koşullarına göre belirlenerek elde edilen verilerin normalize edilmesi gerekebilir. Nitekim, denemelerin yapıldığı tarla koşullarında renk maddelerinin açıkta kalma sürelerine bağlı olarak maruz kaldığı solar radyasyon miktarının, maddenin bozulmasında etkili olduğu bilinmektedir (Salyani, 1993; Zhu et al., 2004).

### Renk maddelerinin geri kazanımı

Filtre kağıtlarından yıkanan renk maddelerinin geri kazanım oranları Çizelge 5'te verilmiştir. Filtre kağıtları saf suyla yıkandığında en yüksek geri kazanım Tartrazine ve Brilliant blue FCF ile sağlanmıştır. Saf suyla yıkamada Tartrazine için ilk 15 dakikalık yıkama süresinde yüzeyde tutunan maddenin %94.6'lık kısmının geri kazanıldığı belirlenmiştir. Saf suyla yıkamada Brilliant blue FCF için 30 dakikalık yıkama süresinin sonunda %94.7 oranında en yüksek geri kazanımın elde edildiği saptanmıştır. Saf suyla 60 dakikalık yıkama süresinin renk maddesinin geri kazanımını önemli düzeyde artırmadığı gözlenmektedir. Nitekim Çizelge 3'teki bulgulara göre saf suyla 60 dakika boyunca yıkanan filtre kağıtları çözücünün absorbensini çok önemli düzeyde arttırdığından yıkama süresinin uzatılmaması gerekmektedir.

Saf suyla yıkamada renk maddeleri arasında en düşük geri kazanım Allura red AC'de bulunmuştur. Aynı şekilde ilk 15 dakikalık yıkama süresinde %33'lük metil alkol ile yıkanan Allura red AC'nin yine en düşük

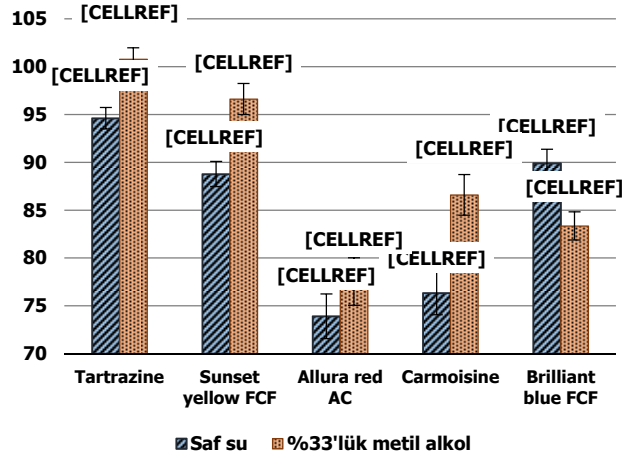
geri kazanıma sahip olduğu belirlenmiştir. Ancak %33'lük metil alkol ile 30 dakika yıkanan Allura red AC'nin geri kazanımının %94.7 ile önemli düzeyde arttığı dikkat çekmektedir. %33'lük metil alkol ile yıkamada en yüksek geri kazanım Tartrazine ve Sunset yellow FCF'de bulunmuştur. Çoklu karşılaştırma testi sonuçlarına göre Tartrazine için ilk 15 dakika, Sunset yellow FCF için 30 dakikalık yıkama sürelerinin yeterli olduğu sonucuna varılmıştır.

Genel olarak Şekil 1'de gösterilen karşılaştırma sonuçlarına göre %33'lük metil alkol ile yıkanan Tartrazine, Sunset yellow FCF, Allura red AC ve Carmoisine maddelerinin geri kazanımlarının saf suya göre daha yüksek olduğu söylenebilir. Ancak %33'lük metil alkolle yıkanan Brilliant blue FCF'nin geri kazanımı 30 dakikalık yıkama süresinden sonra saf suyla aynı bulunmuştur.

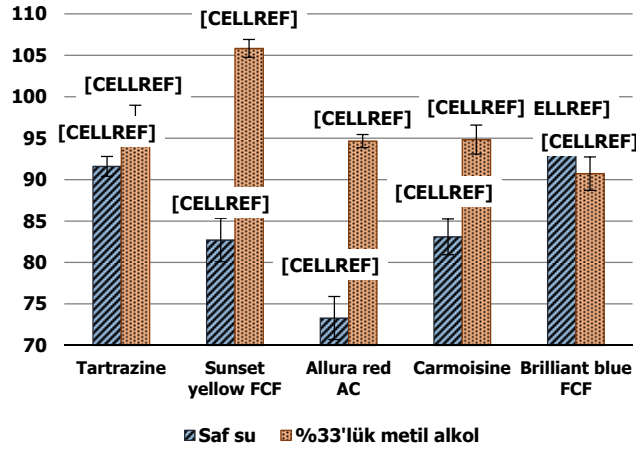
### SONUÇ ve ÖNERİLER

Araştırma sonuçları ve öneriler altta özetlenmiştir.

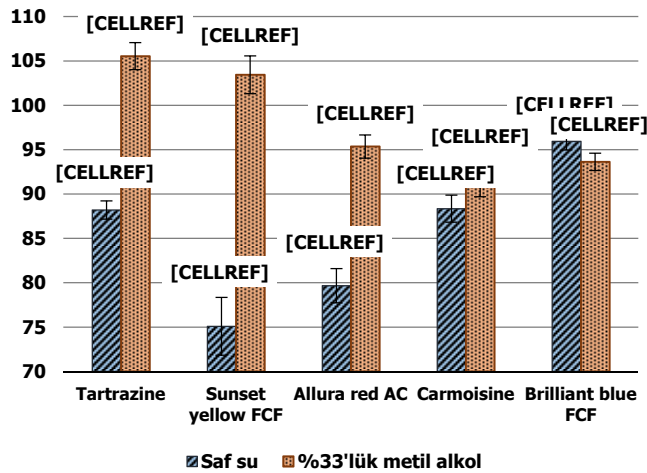
- Saf su ve %33'lük metil alkolle yıkanan filtre kağıtları çözücünün absorbensini arttırmıştır.
- 15 ve 30 dakikalık karıştırma sürelerinde yıkanan filtre kağıtlarının çözücünün absorbensini değiştirmedeki etkisi benzerdir.
- Laboratuvar koşullarında kuruyan renk maddelerinde değişim minimal düzeydedir.
- Saf suyla yıkamada en yüksek geri kazanım %94.6 ile Tartrazine'de ve %94.7 ile Brilliant blue FCF'de bulunmuştur. Saf suyla en uygun yıkama süresi Tartrazine için 15 dakika, Brilliant blue FCF için 30 dakika belirlenmiştir.
- Saf suyla yıkamada en düşük geri kazanım Allura red AC ile elde edilmiştir. %33'lük metil alkol ile 30 dakika süreyle yıkandığında geri kazanım %94.7 bulunmuştur.
- %33'lük metil alkol ile yıkamada en yüksek geri kazanım ilk 15 dakikalık yıkama süresinde Tartrazine ve 30 dakikalık yıkama süresinde Sunset yellow FCF'de elde edilmiştir.
- Genel olarak %33'lük metil alkol ile yıkanan Tartrazine, Sunset yellow FCF, Allura red AC ve Carmoisine maddelerinin geri kazanımları saf suya göre daha yüksektir.
- %33'lük metil alkolle 30 dakika süreyle yıkanan Brilliant blue FCF'nin geri kazanımı saf suyla aynıdır.
- Renk maddelerindeki bozulmanın solar radyasyona maruz kalma durumunda da belirlenmesi gerekmektedir.



(a)



(b)



(c)

Şekil 1. Renk maddelerinin geri kazanımında çözücünün etkisi (a) 15 dakika yıkanan filtre kağıtlarında geri kazanım (b) 30 dakika yıkanan filtre kağıtlarında maddenin geri kazanımı, (c) 60 dakika yıkanan filtre kağıtlarında maddenin geri kazanımı (Varyans analizi (ANOVA) sonuçlarına göre farklı harfle gösterilen çözücüler %99 önem düzeyinde farklıdır)



**LİTERATÜR LİSTESİ**

- Asuka Kimya, (2015). Renklendiriciler. <http://www.asukakimya.com.tr> (Erişim: Ocak 15, 2015).
- Bozdogan, N. Y., A. Bayat, 2005. Spray deposition and drift potential of an air-assisted atomizer (Turbofan® Sprayhead) in spraying cotton plants. Proceedings of the 9<sup>th</sup> International Congress on Mechanization and Energy in Agriculture & 27<sup>th</sup> International Conference of CIGR Section IV: The Efficient Use of Electricity Renewable Sources in Agriculture, Sep., İzmir, 27-29.
- Foque D., D. Nuyttens, 2010. Effect of nozzle type and configuration on spray deposition in ivy pot plants. Aspects of Applied Biology, International Advances in Pesticide Application, 99: 41-47.
- Hall, F. R., L. M. Kirchner, R. A. Downer, 1992. Some practical limitations of fluorescent tracers used to measure off-target pesticide deposition. *Pesticide Formulations and Application System*: 12<sup>th</sup> Volume, ASTM STP 1146. Bala N. Divisetty, David, G. Chasin and Paul D. Berger, Eds., American Society for Testing and Materials, Philadelphia.
- MacIntyre-Allen, J. K., J. H. Tolman, C. D. Scott-Dupree, C. R. Harris, 2007. Confirmation by fluorescent tracer of coverage of onion leaves for control of onion thrips using selected nozzles, surfactants and spray volumes. *Crop Protection*, 26: 1625-1633.
- Özdemir, Y., A. A. Akkan, (1999). Determination of Patent Blue V and Carmoisine in Gelatine Desserts by Derivative Spectrophotometry. *Turkish Journal of Chemistry*, 23: 221-229.
- Parnell, M. A., W. J. King, K. A. Jones, U. Ketunuti, D. Wetchakit, 1999. A comparison of motorised knapsack mistblower, medium volume application, and spinning disk, very low volume application, of Helicoverpa armigera nuclear polyhedrosis virus on cotton in Thailand. *Crop Protection*, 18: 259-265.
- Pergher, G., 2001. Recovery rate of tracer dyes used for spray deposit assessment. *Transactions of the ASAE*, 44 (4): 787-794.
- Salyani, M., 1993. Degradation of fluorescent tracer dyes in spray applications. *Pesticide Formulation and Application System*: 13<sup>th</sup> Volume, ASTM STP 1183, P. D. Berger, B. N. Divisetty, and F. R. Hall, Eds., American Society for Testing and Materials, Philadelphia.
- Sayinci, B., S. Bastaban, 2009. İlaç uygulama performansının değerlendirilmesinde kalitatif ve kantitatif analiz yöntemlerinin incelenmesi. *Anadolu Tarım Bilimleri Dergisi*, 24(2): 133-140.
- Scudeler, F., C. G. Raetano, 2006. Spray deposition and losses in potato as a function of air-assistance and sprayer boom angle. *Scientia Agricola (Piracicaba, Braz.)*, 63 (6), November/December, 515-521.
- Sigma-Aldrich, (2015). Product Specification. <http://www.sigmaaldrich.com> (Erişim: Ocak 15, 2015).
- Smith, D. B., S. D. Askew, W. H. Morris, D. R. Shaw, M. Boyette, 2000. Droplet size and leaf morphology effects on pesticide spray deposition. *Transactions of the ASAE*, 43(2): 255-259.
- Yetim, H., 2002. Enstrümantal Gıda Analizleri. Bölüm: 5, s.49-78, *Absorbsiyon Spektroskopisi (UV/VIS)*, Atatürk Üniversitesi Ziraat Fakültesi Ders Yayınları No: 224, Erzurum.
- Zhu, H., J. W. Dorner, D. L. Rowland, R. C. Derksen, H. E. Ozkan, 2004. Spray penetration into peanut canopies with hydraulic nozzle tips. *Biosystems Engineering*, 87(3): 275-273.