

Pestisid Stabilite Analizleri*

Oğuzhan YAVUZ Yavuz Kürşad DAŞ Dilek GÜVENÇ Enes ATMACA Abdurrahman AKSOY
Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Veteriner Fakültesi, Farmakoloji-Toksikoloji AD, 55139, Kurupelit, Samsun

Makale Geliş ve Kabul Tarihi: 23.10.2007-01.11.2007, Sorumlu Araştırmacı: e-mail:oguzhany@omu.edu.tr

Özet: Pestisidlerin hedef canlılarda etkili, hedef olmayan canlılar ile çevre için güvenli olarak kullanılabilmesi için yüksek standartlarda ve belirli farmakolojik ve toksikolojik ilkeler doğrultusunda üretilmeleri gerekmektedir. Aynı zamanda pestisid formülasyonlarının etkin ve güvenli olabilmeleri için başlangıçtaki fiziksel ve kimyasal özelliklerini zamana bağlı olarak belirli bir süre kaybetmemeleri gerekir. Bu nedenlerle, çevre şartlarına (düşük ve yüksek sıcaklık, nem, ışık vb.) bağlı olarak pestisid etkin madde ve formülasyonlarının fiziksel ve kimyasal özelliklerinin ne derece değiştiğinin tespiti amacıyla stabilite testleri yapılmaktadır. Bu derlemede, halk sağlığı alanında kullanılan pestisid stabilite testlerinin tanımı ve önemi, uluslararası kuruluşlarca önerilen stabilite test metodları, stabilite testleri sırasında uyulması gereken kurallar, halk sağlığı pestisidlerinin stabilite testleri açısından Türkiye'deki mevcut durum değerlendirilmiş, ayrıca bir model olması açısından ülkemizdeki belli başlı yetkili resmi laboratuvarlardan Ondokuz Mayıs Üniversitesi Veteriner Fakültesi Farmakoloji-Toksikoloji Anabilim Dalı Araştırma ve Pestisid Stabilite Test Laboratuvarı'nın faaliyetleri hakkında bilgi verilmiştir.

Anahtar kelimeler: Pestisid, stabilite, analiz.

Pesticide Stability Analysis

Summary: Pesticides have to manufacturing in high standards and certain pharmacological and toxicological principles to effectiveness for target organisms and safety for non-target organisms and environment. Furthermore, pesticide formulations must keep their physical and chemical features during certain time period for efficacy and safety. Because of these, stability tests are performed for determination of the changes on the pesticide active ingredients and formulations depend on environmental conditions (low and high temperature, humidity, light, etc.). In this review, definition and importance of public health pesticide stability tests, stability test methods recommended by international organizations, the present condition of pesticide stability tests in Turkey were evaluated. Also, information was given about Research and Pesticide Stability Test Laboratory of Department of Pharmacology Toxicology, Faculty of Veterinary Medicine, Ondokuz Mayıs University which is one of the authorized official laboratory in Turkey, as a model.

Key words: Pesticide, stability, analysis.

GİRİŞ

Pestisidler, zirai mücadele, veteriner hekimliği, halk sağlığının korunması ve gıdaların uzun süre güvenli bir şekilde saklanması gibi birçok alanda çok yaygın bir şekilde kullanılan kimyasal maddelerdir. Günümüzde, halk sağlığı alanında pestisid kullanılmadan zararlılarla mücadele hemen hemen imkansız gibidir ve Malaria, Chagas, Onchocerciasis ve Leishmaniasis gibi birçok vektörel hastalık pestisidler sayesinde global düzeyde kontrol altına alınabilmiştir (1,17). Ancak, pestisid formülasyonları oldukça aktif zehirli kimyasal maddeler içerdiklerinden ve doğrudan insan ve evcil hayvanların bulunduğu ortamlara uygulandıktan sonra, usulüne uygun şekilde kullanılsalar dahi birçok olumsuz etkilere yol açabilmektedirler. Pestisidlerin önemli istenmeyen etkileri arasında akut ve kronik zehirlilik, karsinojenik, mutajenik, teratojenik etki ile çevre ve besin kirliliği bulunmaktadır (6,18,20).

Pestisidlerin hedef canlılarda etkili ve hedef olmayan canlılar ile çevre için güvenli olarak kullanılabilmesi için yüksek standartlarda ve belirli farmakolojik ve toksikolojik ilkeler doğrultusunda üretilmeleri ve başlangıçtaki bu fiziksel ve kimyasal özelliklerini zamana bağlı olarak belirli bir süre kaybetmemeleri gerekir (15,19). Bu nedenle, pestisidlerin spesifikasyonlarında meydana gelebilecek değişikliklerin zamana bağlı olarak izlenmesi önem taşımaktadır (3,11,16,19).

Stabilite testlerinin tanımı ve önemi

Pestisid formülasyonlarında bulunan etkin maddelerin düşük kaliteli olmaları veya çevre şartları nedeniyle zamana bağlı olarak bozulma veya etkinlik kaybına uğramaları nedeniyle, hedef zararlılarda direnç olguları ve hedef olmayan canlılarda yukarıda sayılan istenmeyen etkiler ortaya çıkabilmektedir.

*Bu derlemenin bir bölümü İkinci Ulusal Veteriner Farmakoloji ve Toksikoloji Kongresi'nde (6-8 Eylül 2007, Samsun) poster bildirisi olarak sunulmuştur.

Ayrıca zararlılarla mücadele programlarında başarısızlıklar söz konusu olmakta, bu tür ürünlerin başlıca tüketicisi konumunda olan belediyeler ve sağlık kuruluşları ile halk kesimleri zarara uğramaktadır (1,15).

İşte bu nedenlerle, çevre şartlarına (düşük ve yüksek sıcaklık, nem, ışık vb.) bağlı olarak pestisid aktif madde ve formülasyonlarının fiziksel ve kimyasal özelliklerinin zamanla ne derece değiştiğinin tespiti amacıyla yapılan testlere *stabilite testleri* adı verilir (3,9,11,15). Günümüzde Dünya Sağlık Örgütü (WHO), Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım Örgütü (FAO), Amerika Birleşik Devletleri Çevre Koruma Ajansı (EPA), Uluslararası Pestisid Analitik İşbirliği Konseyi (CIPAC) gibi uluslararası kuruluşlar, stabilite testlerinin pestisidlerin piyasa sunulmadan veya kullanılmaya başlamadan önce mutlaka yapılmasını tavsiye etmektedirler (7,10,19). Gelişmiş ülkelerde olduğu gibi ülkemizde de halk sağlığı alanında kullanılan pestisidlerin kalite ve güvenlik değerlendirilmesi aşamasında kısa ve uzun süreli stabilite testlerinin yaptırılması zorunludur (12,14).

Pestisid formülasyonları, farklı koşullar altında saklandığında fiziksel ve kimyasal özelliklerini kaybedebilmekte, hatta çok daha zehirli, yanıcı ve patlayıcı özellikte yeni bileşikler oluşabilmektedir. Bu nedenle stabilite testlerinin amacı, bir pestisid aktif madde veya formülasyonunun zamana bağlı olarak, sıcaklık, nem, ışık gibi çevresel faktörlerin etkisi altında kalitesinin ne derecede değiştiğine dair bilgi elde etmektir. Elde edilen bilgi, bu çevresel faktörlerin ürünün kalitesi, güvenliği ve performansı (etkinliği) üzerine etkisi hakkında gösterge olarak kabul edilmektedir. Burada asıl amaç, ürünün (aktif madde veya piyasaya sunulmaya hazır formülasyon) orijinal ambalajında saklandığında fiziksel özelliklerini ve aktif madde içeriğini ne kadar koruyabildiğini tespit etmektir (7,15,16).

Bütün bunlar göz önüne alındığında piyasaya yeni sunulacak pestisid aktif madde ve formülasyonlarının kısa ve uzun süreli (gerçek zamanlı) stabilite testlerinin yapılması ve otoritelerce değerlendirilmesi halk sağlığının korunması açısından hayati önem taşımaktadır (1,7,15).

Stabilite Test Metotları

Uluslararası kuruluşlarca önerilen ve ulusal otoritelerce kabul edilen stabilite test metotları arasında az da olsa farklılıklar bulunsa da bu bölümde stabilite testlerinin hemen her otorite tarafından kabul edilen özellikleri incelenmiştir. Stabilite testleri genel olarak, *hızlandırılmış stabilite testleri*, *uzun süreli stabilite testleri*, *soğuk stabilite testleri* ve *ürün ile ambalaj arasındaki etkileşim testleri* olarak dört başlık altında gruplandırılırlar (4,5,12,15).

1. Hızlandırılmış Stabilite Testleri

Hızlandırılmış stabilite testleri, ürünün yüksek sıcaklıktaki dayanıklılığını belirlemek için kullanılan

testlerdir. Numune, ağzı iyice sıkıştırılmış cam şişeye veya orijinal ambalajına en yakın uygun bir kaba konulduktan sonra belirli süre yüksek sıcaklıktaki bir ortamda muhafaza edilir. Burada amaç, yüksek sıcaklığın etkisiyle normal koşullarda şekillenebilecek uzun dönemdeki bozulma olayını taklit etmektir. Böylece depolama sonrası ürünün performansı hakkında bilgi edinilmiş olunur (4,7,15).

Bu test süresince numune genellikle 54 °C'de 14 gün süreyle muhafaza edilir. Yüksek sıcaklıkta önemli derecede aktif madde kaybına uğrayan, stabil olmayan veya yanma ve patlama riski olan aerosol gibi formülasyonlar için ise 50 °C'de 4 hafta, 45 °C'de 6 hafta, 40 °C'de 8 hafta, 35 °C'de 12 hafta, 30 °C'de 18 hafta gibi alternatif saklama koşulları mevcuttur (15). Bu testler ürünün özelliğine göre 6 aya kadar uzayabilen sürelerde yapılabilir (7).

Numuneler aynı parti ürünlerin arasından seçilerek saklama öncesi (başlangıç analizi) ve sonrasında fiziksel ve kimyasal teste tabi tutulurlar. Analizlerden elde edilen veriler, kinetik ve istatistiksel olarak değerlendirilerek, aktif madde ve formülasyonun normal depolama koşullarında son kullanma süresi (miadı) hesaplanacak şekilde tablo ve grafik hale getirilir. Altı aya kadar uzayacak testlerde analizlerin başlangıç, 3 ve 6. aylarda yapılması gerekir (12).

Hızlandırılmış stabilite testlerinden sağlanan veriler ürünün stabilitesi hakkında oldukça yararlı göstergeler sağlar. Ancak ürün hızlandırılmış testler sonunda fiziksel ve kimyasal özelliklerini çok iyi bir şekilde korusa dahi saha koşullarında aynı performansı göstermeyebilir. Bu nedenle hızlandırılmış stabilite testleri, ruhsat otoriteleri tarafından sadece geçici ruhsat verilmesinde kabul edilmekte ve kalıcı ruhsat için uzun süreli stabilite testlerinin mutlaka yapılması gerekmektedir (7,12,15).

2. Uzun Süreli Stabilite Testleri

Uzun süreli stabilite testleri, gerçek saklama koşulları altında en az iki yıl süreyle yapılan ve ürünün raf ömrünü ortaya koyan testlerdir. Bu testler genellikle 20, 25 ve 30 °C sıcaklıklarda yapılır. Seçilecek sıcaklıklar, depo, mutfak ortamı gibi gerçek saklama ortamlarındaki en düşük ve en yüksek sıcaklıkları yansıtmalıdır (15).

Ürünlerin, başlangıç analizinden sonra 3, 6, 9, 12, 18 ve 24. aylarda stabilite analizleri yapılmalıdır. Bunun yanında numunenin her analizde renk, görünüm, yoğunluk, pH gibi parametreleri içeren fiziksel muayenesi yapılır. Kısa süreli testlerde olduğu gibi uzun süreli testlerde de analizlerden elde edilen veriler kinetik ve istatistiksel olarak değerlendirilerek aktif madde ve formülasyonun normal depolama koşullarında son kullanma süresi hesaplanmak üzere tablo ve grafik haline getirilir. Uzun süreli stabilite testleri uygun bulunan pestisid aktif madde ve formülasyonlara ulusal yetkili otoriteler tarafından kalıcı ruhsat verilmektedir (7,12,14,15).

Bu testler oldukça uzun bir süre devam ettiğinden ürünlerin aktif madde içeriklerinde belirli limitler dahilinde sapmalara izin verilmektedir. Bu bağlamda, FAO ve WHO tarafından formülasyonların üretici firma tarafından beyan edilen aktif madde içeriklerindeki farklılıklar için tolerans limitleri belirlenmiştir (10,15). Analiz edilen aktif madde miktarları için belirlenmiş bu tolerans limitleri tablo 1' de görülmektedir.

Tablo 1. Analiz edilen pestisid aktif madde miktarları için kabul edilen tolerans limitleri (10,15).

Formülasyonun aktif madde içeriği (%)	Kabul edilen tolerans limiti (%)
< 2.5	± 15
2.5 - 10	± 10
11 - 25	± 6
26 - 50	± 5
> 50	± 2.5

3. Soğuk Stabilite Testleri

Soğuk stabilite testleri, formülasyonların özelliklerinin aşırı soğuktan ne derecede etkilendiğini belirlemek için yapılır. Eğer numune soğuk koşullarda saklanacaksa veya soğuk iklim kuşağındaki bölgelerde kullanılacaksa kristalize olabileceği veya tabaka yapabileceği göz önünde tutularak 0 °C veya daha düşük sıcaklıkta soğuk stabilite testinin yapılması gerekmektedir (5,15).

Soğuk stabilite testleri, genellikle -10 °C'de 4 hafta boyunca yapılır ve başlangıçta ve bu süre sonunda ürün oda sıcaklığına getirildikten sonra aktif madde içeriğiyle birlikte renk, görünüm, çalkalamayla karışma durumu, pH, süspansiyon ürünler için tanecik büyüklüğündeki değişim vb. fiziksel muayeneleri yapılır. Elde edilen veriler diğer testlerde olduğu gibi kinetik ve istatistiksel olarak değerlendirilir ve aktif madde ve formülasyonun normal depolama koşullarında son kullanma süresi hesaplanır (12).

4. Ürün İle Ambalaj Arasındaki Etkileşim Testleri

Pestisidler, ürünün bozulmasına ve ağırlık kaybına izin vermeyen temiz ve kuru, basınç, sıcaklık ve nem gibi çeşitli atmosferik etmenlerle ters etkileşime girmeyecek ve hem aktif maddenin hem de formülasyonun kalitesini en az iki yıl süreyle koruyacak özellikte ambalajlarda saklanmalıdır. Saklama kaplarının iç ve dış yüzeyi paslanmaya direnç yönünden test edilmiş materyallerle kaplı olmalıdır. Bu tür materyaller kullanıldığı takdirde ambalajlardan kaynaklanacak ve aktif madde içeriği veya formülasyonla etkileşime girecek kimyasal bileşiklerin şekillenme ihtimali de azalmış olur (9). Bu nedenle stabilite testleri sırasında ambalajın paslanıp paslanmadığı, çevresel şartlardan etkilenip etkilenmediği ve içindeki ürünle tepkimeye girip girmediği test edilmelidir (9,15).

Yapılan testler sonunda, ürün koroziv özellikte ise ve depolama esnasında metallerle temasta bulunmuşsa, şekillenebilecek olan metal veya metal iyonları göz önünde bulundurularak gerekli bilginin verilmesi ve etiket ya da prospektüste yer alması gerekir. Eğer ürün önemsenmeyecek ölçüde koroziv ise ve ürünün özellikleri kabul edilebilir sınırlar içindeyse (pH aşırı ölçüde değişmemişse veya kimyasal yapısı herhangi bir teste gerek olmadığını yansıtıyorsa) ambalaj açısından bir bilginin verilmesine gerek yoktur (9).

Stabilite Testleri Sırasında Uyulması Gereken Kurallar

Stabilite testlerinin yapılması sırasında testlerin güvenilirliği ve formülasyonların gerçek dayanıklılıklarının ortaya konması için bazı kurallara uyulması gerekmektedir. Bu kurallar şu şekilde özetlenebilir (3,7,9,12,14,15):

- Seçilecek saklama ortamları, mümkün olduğunca gerçek depolama koşullarına yakın olmalıdır.
- Analiz sonuçlarının güvenilirliği ve formülasyonların gerçek bozulma miktarlarının doğru tespit edilebilmesi için örnekler orijinal ambalajlarında veya orijinal ambalaja benzer küçük ambalajlarda saklanmalı ve ambalaja ilgili testler de yapılmalıdır.
- Testlerin başlangıcında ve test boyunca belli aralıklarla aynı şarjdan alınmış olan mümkün olan en fazla sayıda örnek (ideal olarak 10 adet) fiziksel ve kimyasal yönden analiz edilmelidir.
- Stabilite testlerinde uygulanan yöntemler bozulma ürünlerini etkilememelidir.
- Stabilite araştırmalarında kullanılan yöntem ve uygulamanın ne şekilde yapıldığı açık ve detaylı olarak tanımlanmalıdır.
- Stabilite araştırmaları sırasında aktif maddenin parçalanması sonrasında oluşan zararlı ve toksik ürünlere ait bilgi verilmeli ve bu ürünlerin azami tolerans sınırlarına hangi süre içinde eriştiği belirtilmelidir.
- Pestisid içeren preparatların son kullanma süresi, imal edildiği tarihten başlamak üzere içlerindeki aktif maddelerden herhangi birinin aktivitesinin % 10 kayba uğradığı an olarak kabul edilir.
- Günümüzde pestisidlerin kimyasal analizlerinde genellikle kromatografik yöntemler kullanılmaktadır. Kromatografik yöntemlerle aktif madde analizleri için yüksek safiyette sertifikalı analitik standartların tercih edilmesi zorunludur.
- Analizlerde, formülasyona özel olabilecek kriterler mutlaka incelenmelidir. Örneğin; itici gaz içeren preparatlar için püskürtülen tanecik büyüklüğü, krem, emülsiyon, merhem ve jel tipindeki preparatlar için homojenite ve vizkozite gibi.
- Analizlerden elde edilen sonuçlar, kinetik ve istatistiksel olarak değerlendirilerek aktif madde ve formülasyonun normal depolama koşullarında son kullanma süresi (miadı) hesaplanacak şekilde tablo ve grafik hale getirilmelidir.
- Kısa süreli stabilite testleri, ürünün çevresel faktörlere dayanıklılığı hakkında bilgi vermekle birlikte, saha şartlarında her zaman geçerli olmamaktadır. Bu nedenle, kısa süreli testler sadece geçici bir onay için kullanılmalı, ürünün gerçek raf ömrünün belirlenebilmesi için uzun süreli stabilite testleri yapılmalıdır.

Halk Sağlığı Pestisidlerinin Stabilite Testleri Açısından Türkiye'deki Mevcut Durum

Ülkemizde halk sağlığını korumak amacıyla kullanılan pestisidler açısından ruhsatlandırmaya ve denetlemeye yetkili otorite Sağlık Bakanlığı Temel Sağlık

Pestisid Stabilite Analizleri

Hizmetleri Genel Müdürlüğü'dür. Sağlık Bakanlığı tarafından pestisidlerle ilgili tüm işlemler, 1593 sayılı Umumi Hıfzısıhha Kanunu, Gıda Maddelerinin ve Umumi Sağlığı İlgilendiren Eşya ve Levazımın Hususi Vasıflarını Gösteren Tüzük (Gıda Maddeleri Tüzüğü) ve bunlara dayanılarak 1983 tarihli bir genelgeyle duyurulan Halk Sağlığını Korumak Amacıyla Kullanılacak Pestisid ve Pestisid Benzeri Maddelerin Ruhsatlandırılması İçin Başvuru Formu'na göre yürütülmektedir (12).

Söz konusu yasal mevzuat uyarınca ülkemizde halk sağlığını korumak amacı ile kullanılacak pestisid ve pestisid benzeri maddelerin yapılacak olan stabilite testleri Sağlık Bakanlığı'nın öngördüğü kurallar ve düzenlemeler doğrultusunda ilgili referans laboratuvarlarca gerçekleştirilmektedir.

Bir ürünün Türkiye'de kesin ruhsat alabilmesi için en az iki yıllık uzun süreli stabilite testlerinin yaptırılması gerekmektedir. Ancak başlangıçta ürünün uzun süreli stabilite testleri yaptırılmıyorsa kısa süreli stabilite testleri ile geçici ruhsat verilmektedir. Kesin ruhsat verilmesinde uzun süreli stabilite testleri esas olduğundan, geçici ruhsat izni alındığı tarihten itibaren üretim ile birlikte uzun süreli stabilite testlerine başlanması şarttır. Ruhsat sahibi firma tarafından testlerin bitimini takiben bir ay içinde test sonuçlarının Bakanlığa gönderilmesi gerekmektedir ve sonuçlar uygun bulunduğu takdirde geçici ruhsat kesin ruhsata dönüştürülür. Test sonuçları uygun bulunmadığı takdirde geçici ruhsat iptal edilir. Ayrıca Bakanlık gerektiğinde herhangi bir aşamada o zamana kadarki neticeleri içeren uzun süreli stabilite test sonuçlarını isteyebilmekte ve bildirilen test sonuçları formülasyonun o zamana kadarki süre içinde dahi stabil olmadığını gösteriyorsa verilen geçici ruhsat iptal edilmektedir. Bunun yanında taahhüt edilen süre içinde yapılacak piyasa kontrollerinde ürünün fiziksel, kimyasal ve biyolojik özelliklerinde geçici ruhsata esas formülasyonuna göre normal tolerans sınırları dışında değişiklik olduğu saptandığında da formülasyon için verilen geçici ruhsat iptal edilmekte ve bu formülasyona bir daha geçici ruhsat verilmemektedir (12,14).

Halk Sağlığını Korumak Amacıyla Kullanılacak Pestisid ve Pestisid Benzeri Maddelerin Ruhsatlandırılması İçin Başvuru Formu'na göre hızlandırılmış stabilite testleri 40-80 °C arasında en az dört ayrı sıcaklıkta uygulanır ve bu stabilite araştırmaları en fazla 3 ay süre ile veya aktif maddenin % 10'undan fazla miktarının parçalandığı ana kadar sürdürülür. Hızlandırılmış stabilite analizlerinden elde edilen veriler kinetik ve istatistiksel olarak değerlendirilerek aktif maddenin 21 °C'de son kullanma süresi hesaplanacak şekilde tablo, grafik ve verilerle birlikte verilir. Stabilite araştırmaları sırasında

azami 3 aylık süre içinde eşit aralıklarla en az dört ayrı zaman diliminde ölçüm yapılır ve her ölçümde 10 ayrı örnek kullanılır. Bu 10 ayrı örnekte yapılan tek tek miktar tayinleri ile istatistiksel sapma sınırları tespit edilir. Genel olarak ülkemizdeki kısa süreli stabilite testleri 54 °C'de 14 gün olarak yapılmaktadır (12,14).

Uzun süreli stabilite testleri ise pestisid formülasyonunun yapısına ve preparat tipine bağlı olarak +4/±1 °C'de 2 yıl, +21/±1 °C %55 bağıl nemde 2 yıl ve +31/±1 °C % 70 bağıl nemde 4 ay için preparatın son kullanma süresi tespit edilir. Tesbit edilen veriler tablo ve grafik halinde testin bitimini takiben 1 ay içinde Bakanlığa gönderilmelidir. Uzun süreli stabilite testlerinde preparatın son kullanma tarihine kadar olan süre içinde 3, 6, 9, 12, 18 ve 24. ayların bitiminde miktar tayini ve fiziksel muayene yapılır (12,14).

Hali hazırdaki Türk Mevzuatı, Avrupa Birliği'nin pestisid ve pestisid benzeri maddeleri kapsayan "Biyosidal Ürünler" mevzuatına tam olarak uyumlu değildir (2). Avrupa Birliği'nin biyosidal ürünlerle ilgili ana mevzuatını 16 Şubat 1998 tarihli "Biyosidal Ürünlerin Piyasaya Çıkarılmasına İlişkin 98/8/EC sayılı Avrupa Birliği Parlamentosu ve Konseyi Direktifi" oluşturmaktadır (8). Ayrıca bu direktife dayanılarak çıkartılmış iki adet komisyon yönetmeliği (2032/2013 ve 1849/2006) bulunmaktadır. Henüz yayımlanmamakla birlikte Sağlık Bakanlığı tarafından pestisid ve pestisid benzeri maddelerle ilgili Avrupa Birliği mevzuatına uyum çalışması devam etmektedir ve bu doğrultuda hazırlanmış olan bir yönetmelik taslağı internet ortamında görüşe açılmıştır (2).

Ondokuz Mayıs Üniversitesi Veteriner Fakültesi Araştırma ve Pestisid Stabilite Laboratuvarı

Ülkemizde stabilite testleri genellikle firma laboratuvarları tarafından yapılmakta veya yurtdışında yapılan testler kullanılmaktadır. Bu testlerin güvenilirliği zaman zaman tartışmalı olabilmekte, bu nedenle stabilite testlerinin bilimsel ilkelere uyularak resmi ve güvenilir kurumlarda yapılması büyük önem taşımaktadır.

Ondokuz Mayıs Üniversitesi Veteriner Fakültesi Farmakoloji-Toksikoloji Anabilim Dalı Araştırma ve Pestisid Stabilite Laboratuvarında 2005 yılından itibaren pestisid ve pestisid benzeri maddelerin kısa ve uzun süreli stabilite testlerini yapılmaya başlanmış ve o tarihten itibaren toplam 27 adet halk sağlığı pestisid formülasyonu analiz edilmiştir. Bu formülasyonların 24 adedini yerli, 3 adedini ithal ürünler oluşturmaktadır. Analizi yapılan formülasyonların içerdiği aktif maddeler tablo 2'de verilmektedir. Tabloda görüldüğü gibi toplam 13 farklı pestisid aktif maddesi analiz edilmiş ve bu aktif maddelerin büyük çoğunluğunu sentetik piretroid pestisidler oluşturmuştur. Sağlık Bakanlığı tarafından son yıllarda ruhsatlanan ürünlere bakıldığında benzer şekilde sentetik piretroidlerin formülasyonlarda geniş ölçüde yer aldığı dikkati çekmektedir (13).

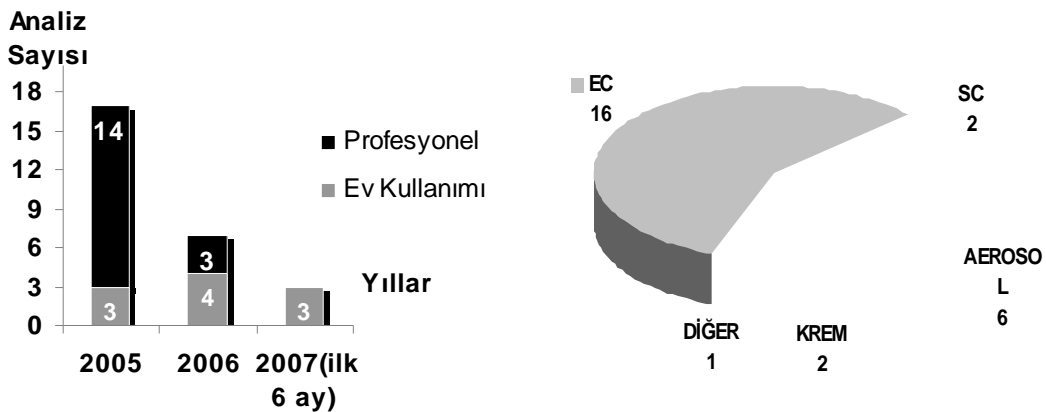
Tablo 2. Analiz edilen pestisid aktif maddeleri.

Pestisid aktif maddesi	Yıllar		
	2005	2006	2007 (ilk 6 ay)
Sipermetrin	4	1	0
Alfasipermetrin	3	0	0
Permetrin	3	2	1
Deltametrin	1	0	0
Siflutrin	1	0	0
Sifenotrin	1	0	0
d-Fenotrin	0	1	1
Esbiotrin	1	0	0
Tetrametrin	9	3	2
Piperonil butoksit (PBO)	8	3	0
DEET (N,N-diethyl-m toluamide)	0	4	0
Temefos	3	0	0
Sitronella (Citronella oil)	0	0	1

Bilindiği gibi halk sağlığı alanında kullanılan pestisid vb. maddelerin belediyeler ve sağlık kuruluşları gibi profesyonellerce kullanım ve ev kullanımı olarak iki tür kullanım şekli bulunmaktadır (20). Analiz edilen aktif maddeleri içeren formülasyonların yıllara göre yapılan analiz sayısı ve kullanım şekilleri grafik 1-A'da verilmektedir. Grafikten de anlaşıldığı üzere toplam formülasyon

sayısına bakıldığında ürünlerin çoğunluğunun belediyeler ve sağlık kuruluşları tarafından profesyonellerce kullanılmaya özgü olduğu anlaşılmaktadır. Analiz edilen ürünlerin, formülasyon tipleri ise grafik 1-B'de görülmektedir. Formülasyonların büyük çoğunluğunu emülsiyon konsantre preparatlar oluşturmakta, bunu evlerde kullanılmaya özgü itici gaz içeren aerosol preparatlar izlemektedir.

Grafik 1. Ondokuz Mayıs Üniversitesi Veteriner Fakültesi Farmakoloji-Toksikoloji Anabilimdalı Araştırma ve Pestisit Stabilitate Laboratuvarı'nda yapılan A- Pestisit stabilite analiz sayıları ve formülasyonların kullanım şekilleri, B-Formülasyon tipleri



Yapılan çalışmalar ve stabilite analizleri ile Ondokuz Mayıs Üniversitesi Veteriner Fakültesi Farmakoloji-Toksikoloji Anabilimdalı Araştırma ve Pestisit Stabilitate Laboratuvarı Sağlık Bakanlığı'nın pestisid stabilite analizleri için uygun gördüğü

laboratuvar olmasının yanı sıra hem sektör için önemli bir hizmet üretimi hem de laboratuvar koşullarının daha iyi hale getirilmesi için önemli bir kaynak sağlaması bakımından önemli görülmektedir.

SONUÇ

Pestisid stabilite analizleri, pestisid formülasyonlarının kalitesinin ve uzun ve kısa vadede çevre şartlarına dayanıklılığının belirlenmesi açısından büyük önem taşımaktadır. Bu sayede pestisidlerin düşük kaliteli olmaları ve başlangıçtaki fiziksel ve kimyasal özelliklerini kaybetmeleri sonucu oluşabilecek zararlılarda direnç ve hedef dışındaki canlılar olan sıcak kanlılarda birçok istenmeyen etki

önlenebilmektedir. Bu nedenle piyasaya çıkacak her ürünün kısa ve uzun süreli stabilite testlerinin bilimsel temellere dayanan metotlarla güvenilir laboratuvarlarda yapılması gerekmektedir. Bu amaçlarla faaliyet gösteren Ondokuz Mayıs Üniversitesi Veteriner Fakültesi Araştırma ve Pestisid Stabilite Laboratuvarının, üniversite-özel sektör işbirliği, sektör için hizmet üretimi, resmi otoritelerden onaylı laboratuvar olması ve katma değer oluşturması açısından iyi bir örnek olduğu düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

- 1. Aksoy A, Yavuz O, Güvenc D, Das Y K (2007):** Effects of The High Temperature on The Physical and Chemical Properties of Some Public Health Insecticide Formulations. Asian Journal of Chemistry, 19 (7): 5681-5687.
- 2. Annon (2004):** T.C. Sağlık Bakanlığı Eşleştirme Projesi TR/2004/IB/EN/03 Biyosidal Ürünlerle İlgili Direktifin Uyumlaştırılması ve Uygulanması (http://www.biyosidal.saglik.gov.tr erişim tarihi: 09.10.2007).
- 3. Capizzi J (2003):** Shelf Life of Pesticides (http://pmep.cce.cornell.edu/facts/slides-self/facts/gen-peapp-shelf-life.html, erişim tarihi 02.06.2003).
- 4. CIPAC (2006a):** Content Handbook J, MT 46.3 Accelerated Storage Procedure (http://www.cipac.org/cumindex/Hanbook_J/mt46_3.htm, erişim tarihi: 05.05.2006)
- 5. CIPAC (2006b):** Content Handbook J, MT 39 Stability of Liquid Formulations at 0 °C (http://www.cipac.org/cumindex/Hanbook_J/mt39_3.htm, erişim tarihi: 05.05.2006).
- 6. Ecobichon D J (1996):** Toxic Effects of Pesticides (in Casarett&Doull's Toxicology: The Basic Science of Poisons, Fifth Edition. CD Klaassen (Editör), 643-689, The McGraw-Hill Co. Inc., USA.
- 7. EPA (1996):** Product Properties Test Guidelines, OPPTS 830.6317 Storage Stability, United States Environmental Protection Agency. USA.
- 8. European Commission (1998):** Directive 98/8/EC of the European Parliament and of The Council of 16 February 1998 Concerning The Placing of Biocidal Products on The Market, OJ L 123, p. 1-63.
- 9. FAO (1985):** Guidelines for The Packaging And Storage Of Pesticides, Food and Agriculture Organization of The United Nations. Rome.

- 10. FAO (1994):** Provisional Guidelines on Tender Procedures for the Procurement of Pesticides, Food and Agriculture Organization of the United Nations. Rome.
- 11. Fishel F (2003):** Pesticide Storage (http://muextension.missouri.edu/xplor/agguides/pests/ipm1013.htm, erişim tarihi: 02.06.2003).
- 12. Güler Ç, Çobanoğlu Z (1997):** Pestisitler. Sağlık Bakanlığı, Çevre Sağlığı Temel Kaynak Dizisi No:52. Ankara.
- 13. Halk Sağlığı Alanında Kullanılan İzinli Pestisit Listeleri (2007):** Sağlık Bakanlığı Temel Sağlık Hizmetleri Genel Müdürlüğü (http://www.biyosidal.saglik.gov.tr/izinliler.htm, erişim tarihi: 09.10.2007).
- 14. Halk Sağlığını ve Huzurunu Korumak Amacı ile Kullanılacak İnsektisit, Rodentisit ve Mollussusitlerin Ruhsatlandırılması İçin Başvuru Formu (1983):** Sağlık Bakanlığı Temel Sağlık Hizmetleri Genel Müdürlüğü. Ankara.
- 15. HSE (2004):** Guidance on The Storage Stability Data Requirements For Non-Agricultural Pesticide Products, Health and Safety Executive. England.
- 16. Miller F, Nixon P (2003):** Pesticide Shelf Life (http://uiuc.edu/pesticides/psl.htm, erişim tarihi: 18.04.2003).
- 17. WHO (1988):** Technical Report Series 767: Urban Vector and Pest Control, World Health Organization. Geneva.
- 18. WHO (1982):** Interim Document 9: Toxicology of Pesticides, World Health Organization, Regional Office for Europe. Copenhagen.
- 19. WHO (1984):** Technical Report Series 699: Chemistry and Specifications of Pesticides, World Health Organization. Geneva.
- 20. Yavuz O (2001):** Kemiriciler-Vektör ve Haşerelerden Korunma, Sağlık Meslek Liseleri Çevre Sağlığı Bölümü Ders Kitabı, Çare Tek Bilim Eğitim Ltd. Şti. Ankara.