

Određivanje sadržaja aktivne materije u koncentrovanim suspenzijama na osnovu korelacije rezultata sa sadržajem suvog ostatka

Slavica Gašić¹ i Zlatko Orešković²

¹*Institut za pesticide i zaštitu životne sredine, Beograd, Srbija*

²*„Galenika-fitofarmacija”, a.d., Beograd, Srbija
(slavica.gasic@yahoo.com)*

REZIME

U radu je ispitivana mogućnost određivanja sadržaja aktivne materije u koncentrovanim suspenzijama na osnovu korelacija izvedenih sa sadržajem suvih ostataka. Ispitivanja su izvedena sa ciljem da se proverí mogućnost određivanja sadržaja aktivnih materija na bazi određenog sadržaja suvog ostatka. U razmatranje je uzeto pet različitih preparata formulisanih kao koncentrovane suspenzije: Atrazin SC, Prometrin SC, Galofungin 500 SC, Dakoflo i Dakoflo 720. Na osnovu dobijenih rezultata zaključeno je da je moguće uspostavljanje korelacije koja daje mogućnost uspostavljanja kalibracionih pravih i može da posluži kao pouzdan pokazatelj sadržaja aktivne materije tokom procesne kontrole jer omogućava veoma brzo dobijanje rezultata.

Ključne reči: Koncentrovane suspenzije; sadržaj aktivne materije; suvi ostatak

UVOD

Koncentrati za suspenzije (SC) predstavljaju stabilne suspenzije finih čestica aktivne materije suspendovanih, najčešće, u vodi. Na ovaj način moguće je formulisanje čvrstih aktivnih materija koje nisu rastvorljive u vodi i koje ne pokazuju sklonost ka hidrolizi, a imaju tačku topljenja iznad 50°C, kako bi proces mlog mlevenja mogao bezbedno da se obavi i da se obezbedi stabilnost preparata tokom skladištenja (Mollet i Grubenmann, 2001). Kako je gustina suspendovanih čestica obično veća od relativne gustine medijuma (vo-

de), ovaj sistem pokazuje tendenciju ka raslojavanju, što rezultira taloženjem. Istaložene čestice teže formiranju kompaktnog sloja na dnu kontejnera koji se vrlo teško redisperguje (Scher, 1984). Zbog toga, proizvod mora da bude tako formulisan da se fine čestice aktivne materije ne ukрупnjavaju tokom vremena, te da u proizvodu ne dođe do formiranja taloga, bar ne onog koji nije redisperzibilan. Da bi se ispunili navedeni zahtevi najvažnije je da se izvrši pravilan izbor površinski aktivnih materija (okvašivača, sredstava za dispergovanje, sredstva za zgušnjavanje, i sl.) (Tadros, 2005).

Koncentrovane suspenzije su se pojavile kao zamena za kvašljiva prašiva (WP), sa ciljem da se prevaziđu loše osobine ovog tipa formulacija. Naime, problem otprašivanja, do kojeg neminovno dolazi prilikom primene prašiva, ima negativan uticaj i na korisnika i na životnu sredinu. Može se reći da je trend u svetu razvoj formulacija na bazi vode kad god je to moguće (Seaman, 1990). Na ovaj način formulisani proizvodi pokazuju prednosti kao što su jednostavno rukovanje i razmeravanje, bezbednost za korisnika i životnu sredinu, ekonomičnost, i sl. Zbog toga je ovaj tip formulacija postao veoma popularan i zastupljen je u proizvodnom procesu različitih proizvođača (Knowles, 2005). U toku procesa proizvodnje vrši se kontrola različitih karakteristika preparata, pri čemu je najznačajnije određivanje sadržaja aktivne materije. Zbog toga je u ovom radu ispitivana mogućnost da se u toku procesa proizvodnje određivanje sadržaja aktivne materije vrši na osnovu korelacije rezultata koja je uspostavljena između sadržaja suvog ostatka i sadržaja aktivne materije.

MATERIJAL I METODE

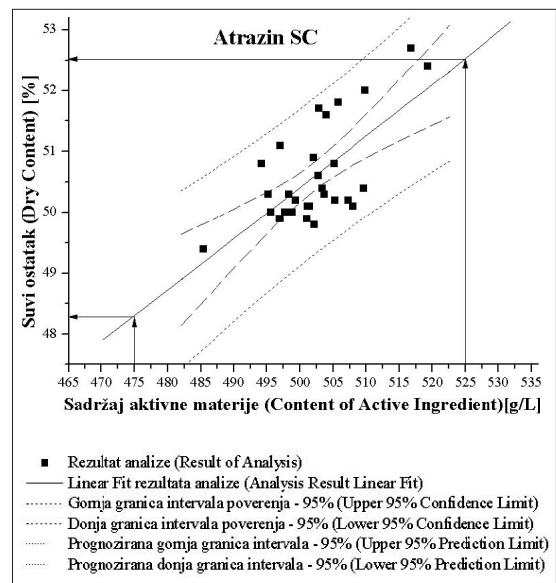
Ispitivanja su obuhvatila više proizvoda proizvođača „Galenika-Fitofarmacija”, a.d., Beograd, koji su formulisani kao koncentrovane su spenzije: Atrazin SC (atrazin 500 g/L), Prometrin SC (prometrin 500 g/L), Dakoflo (hlortalonil 500 g/L), Dakoflo 720 (hlortalonil 720 g/L), Galofungin 500 SC (karbendazim 500 g/L). Određivanje sadržaja aktivnih materija u navedenim preparatima rađeno je po metodama: CIPAC (1980, 1998) i AOAC (2000).

Paralelno sa ovim određivanjima vršeno je određivanje i sadržaja suvog ostatka u svim ispitivanim uzorcima. Određivanje je vršeno na vlagomeru XM 60 (Precisa Instruments AG, Switzerland) uz primenu standardnog temperaturnog programa, na temperaturi od 105°C. Određivanje je vršeno tako što je uzimano 2 g ($\pm 10\%$) preparata koji je pipetom nanet na čist aluminijumski tas, rastanjen po celoj površini i meren do konstantne težine. Očitavanjem na vlagomeru dobija se sadržaj vlage u uzorku, u procentima. Rađeno je u dva ponavljanja i izračunavana je srednja vrednost za sadržaj vlage. Tako dobijena srednja vrednost za sadržaj vlage oduzimana je od 100 da bi se dobila srednja vrednost za sadržaj suvog ostatka. Prosečno vreme potrebno za određivanje jednog uzorka nije prelazilo 10 minuta. Greška metode iznosi $\pm 0,06\%$.

Metoda koja je primenjena u ovom radu primenjuje se za određivanje sadržaja vlage u različitim uzorcima,

uključujući i disperzije. Osnovna ideja njene primene prvo je proširena na izračunavanje sadržaja suvog ostatka, a zatim na pokušaj uspostavljanja korelacije između tako određenih sadržaja i sadržaja aktivnih materija, određenih odgovarajućim instrumentalnim metodama.

Dobijeni rezultati za sadržaj aktivnih materija koji su dobijeni metodama gasne, odnosno tačne hromatografije, stavljeni su u korelaciju sa dobijenim vrednostima za procentualne sadržaje suvih ostataka. Za obradu rezultata korišćen je program za PC računare Origin verzija 7.5, primenom metode linearnog fitovanja utvrde-



Slika 1. Funkcionalna zavisnost sadržaja suvog ostatka i sadržaja aktivne materije za preparat Atrazin SC

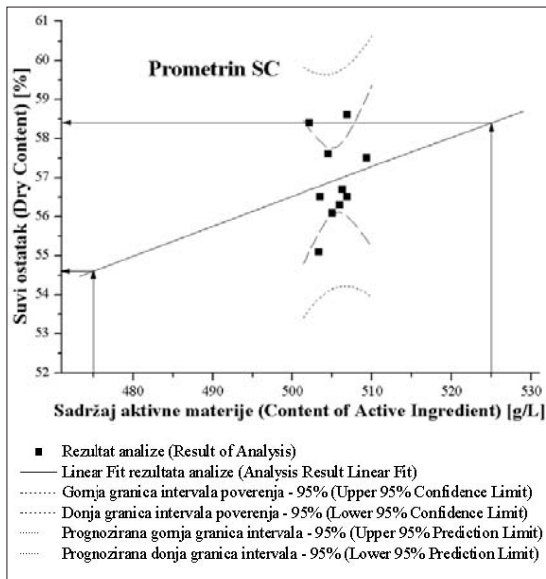
Figure 1. Relation between dry content and content of active ingredient for formulation Atrazin SC

ne su linearne zavisnosti i određeni intervali poverenja, kao i prognozirani intervali (95%).

REZULTATI I DISKUSIJA

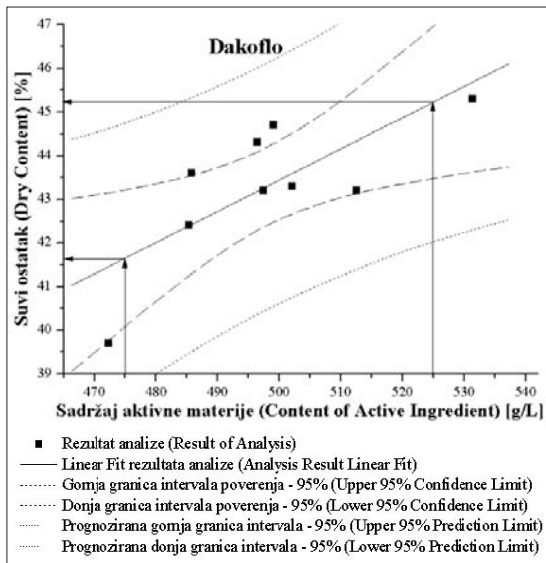
Dobijeni rezultati prikazani su na slikama 1-5.

Kao što se iz prikazanih rezultata vidi uspostavljene su linearne relacije između sadržaja suvih ostataka i sadržaja aktivnih materija u svakom ispitivanom slučaju. Da bi uspostavljena relacija bila pouzdanija, poželjno je da broj određivanja bude što veći, kao u slučaju atrazina gde je zavisnost uspostavljena na bazi 30 određivanja, dok je za ostale slučajeve korišćen manji broj odre-

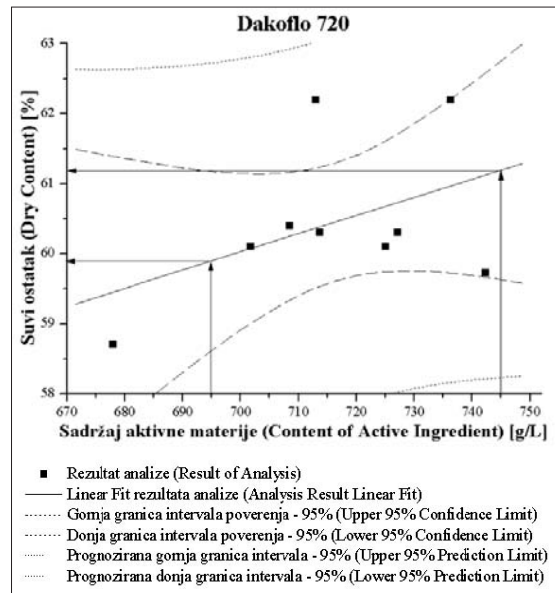


Slika 2. Funkcionalna zavisnost sadržaja suvog ostatka i sadržaja aktivne materije za preparat Prometrin SC
Figure 2. Relation between dry content and content of active ingredient for formulation Prometrin SC

divanja (devet). Kako je u svim ispitivanim preparatima, osim u preparatu Dakoflo 720, sadržaj aktivnih materija iznosio 500 g/L uz tolerantno odstupanje ± 25 g/L, moguće je određivanje graničnog sadržaja suvog ostatka za maksimalno, odnosno minimalno prihvatljiv sa-

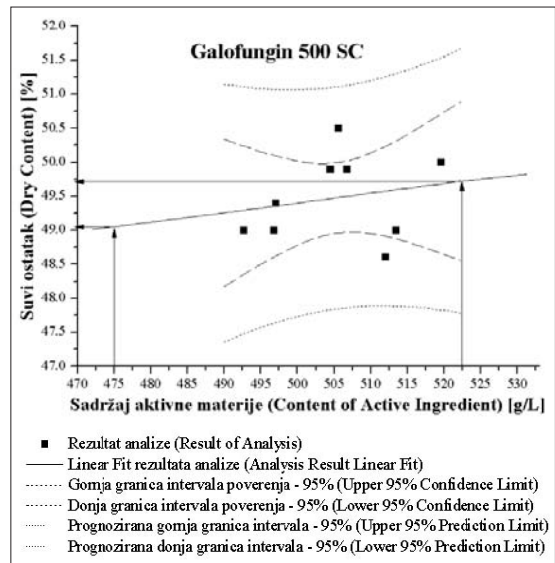


Slika 3. Funkcionalna zavisnost sadržaja suvog ostatka i sadržaja aktivne materije za preparat Dakoflo
Figure 3. Relation between dry content and content of active ingredient for formulation Dakoflo



Slika 4. Funkcionalna zavisnost sadržaja suvog ostatka i sadržaja aktivne materije za preparat Dakoflo 720
Figure 4. Relation between dry content and content of active ingredient for formulation Dakoflo 720

držaj aktivne materije. Tako, na primer, u slučaju atrazina vrednosti aktivne materije od 475 g/L, odgovara vrednost suvog ostatka u iznosu od 48,30%, dok vrednosti aktivne materije od 525 g/L odgovara vrednost sa-



Slika 5. Funkcionalna zavisnost sadržaja suvog ostatka i sadržaja aktivne materije za preparat Galofungin 500 SC
Figure 5. Relation between dry content and content of active ingredient for formulation Galofungin 500 SC

držaja suvog ostatka od 52,53%. Ovo znači da u slučaju već uspostavljenih korelacija samo određivanjem vrednosti sadržaja suvog ostatka može da se proceni da li se sadržaj aktivne materije nalazi u prihvatljivim granicama, a ta informacija može da se dobije u veoma kratkom vremenskom intervalu. Dakle, ukoliko se želi brza informacija u toku procesa proizvodnje o sadržaju aktivne materije u preparatu, ova metoda može da bude od velike pomoći.

Na kraju, na osnovu dobijenih rezultata može da se zaključi da određivanje vrednosti sadržaja suvog ostatka u koncentrovanim suspenzijama, uz prethodno uspostavljene kalibracione prave, može da bude veoma korisno tokom procesne kontrole preparata. Ispostavilo se, tako, da je moguća primena metode originalno razvijene za određivanje sadržaja vlage u uzorcima i za jednu sasvim novu i veoma korisnu namenu.

LITERATURA

AOAC: Official Method of Analysis of AOAC International, 17th Edition (W. Horwitz, ed.), AOAC International, Gaithersburg, Maryland, USA, 2000.

CIPAC: CIPAC Handbook-Volume 1A: Analysis of Technical and Formulated Pesticides. (R. de B. Ashworth, J. Henriet, J.F. Lovett & A. Martijn, eds.), Collaborative Analytical Council Limited, Harpenden, Herts, AL5 2 HG, England, 1980, pp. 1106; 1328.

CIPAC: CIPAC Handbook-Volume H: Analysis of Technical and Formulated Pesticides. (W. Dobrat & A. Martin, eds.), Collaborative Analytical Council Limited, Harpenden, Herts, Als 2 HG, England, 1998, pp. 62.

Knowles, A.: New developments in crop protection product formulation. T&F Informa UK Ltd, 2005, pp. 55-60.

Mollet, H. and Grubenmann, A.: Formulation Technology. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany, 2001, pp. 392-397.

Scher, H.B.: Advances in Pesticide Formulation Technology. ACS Symposium Series. 254, American Chemical Society, Washington, D.C., USA, 1984, pp. 1-7.

Seaman, D.: Trends in the Formulation of Pesticides: An Overview. Pest. Sci., 29: 437-449, 1990.

Tadros, T.F.: Applied Surfactants. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany, 2005, pp. 537.

Determination of Active Ingredient Content Based on Correlation with Dry Content in Suspension Concentrates

SUMMARY

The possibility of determining contents of active ingredients based on their correlation with dry content in suspension concentrates was investigated. Five suspension concentrate products were tested: Atrazin SC, Prometrin SC, Galofungin 500 SC, Dakoflo and Dakoflo 720. The data obtained in this investigation showed that correlation between active ingredient contents and dry contents may provide calibration lines on the basis of which unknown contents of active ingredients could be determined. The procedure could especially prove useful in process control.

Keywords: Suspension concentrates; Active ingredient content; Dry content