

ANALIZA NISKOPROCENTOWYCH AEROZOLI PESTYCYDÓW

Alina Dąbrowska, Irena Missala, Danuta Wasiak-Wiśniewska
Instytut Przemysłu Organicznego w Warszawie

W ostatnim okresie coraz częściej wprowadza się aerozolowe formy preparatów insektobójczych mające zastosowanie głównie w pomieszczeniach domowych, ogródkach działkowych i w weterynarii. Są to na ogół preparaty niskoprocentowe, często zawierające kilka substancji aktywnych w rozpuszczalnikach organicznych, oraz freon. Analiza niskoprocentowych preparatów aerozolowych, szczególnie kilkuskładnikowych, nastęrcza wiele trudności zarówno w samym sposobie oznaczania, jak i przy pobieraniu próbek.

W naszym Instytucie analizowano następujące preparaty aerozolowe, zawierające substancje aktywne o stężeniach od 0,05 do 0,5%: Iposep i Ipowet (s.a. bromfenwinfos), Propotox M (s.a. p,p'-metoksychlor, propoksur), Kołatkozol extra (s.a. - p,p'-metoksychlor + endosulfan, propoksur, γ -HCH). Jako metodę analityczną przyjęto chromatografię gazową stosowaną uprzednio do oznaczania substancji aktywnych w preparatach zawiesinowych, pylistych i koncentratkach emulsyjnych [6-8], bądź w pozostałościach śladowych [1, 2, 9]. W dostępnej literaturze opisano kilka metod pobierania próbek do badania z pojemników aerozolowych [3-5, 10]. Stosowano sposób podany w BN-75/6053-26 modyfikując warunki uwalniania próbek od nadmiaru freonu.

MATERIAŁ I METODY

A p a r a t u r a: chromatograf gazowy GCHF - 18,3, detektor jonizacyjno-płomieniowy; kolumny chromatograficzne ze stali nierdzewnej długości 1 m i średnicy wewnętrznej 3-4 mm; główka roz-

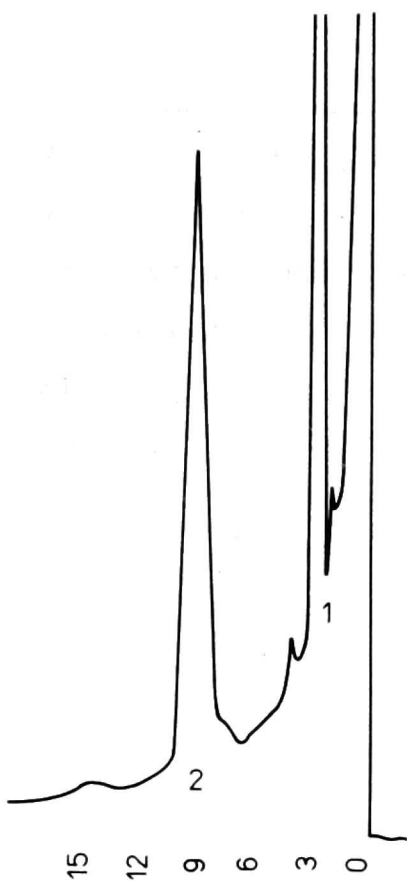
pryskowa z rurką z tworzywa sztucznego długości 12 cm, średnicy wewnętrznej 1 mm i średnicy zewnętrznej 2 mm, odczynniki aceton cz.d.a.; bromfenwinfos - wzorzec o znanej zawartości izomeru Z; endosulfan - produkt handlowy firmy Hoechst, wzorce pozostałych substancji aktywnych o zawartości minimum 99% rozprowadzane przez Wzormat Warszawa.

P o b i e r a n i e p r ó b e k z pojemników aerozolowych za pomocą główki rozpryskowej zaopatrzonej w rurkę z tworzywa sztucznego. Różnica mas pojemnika przed i po pobraniu próbki stanowiła jej odważkę. Próbki uwalniano od nadmiaru freonu przez pozostawienie w temperaturze pokojowej na okres 6 godzin, albo przez ogrzewanie otwartej kolbki na łaźni wodnej o temperaturze 40-50°C w ciągu 30 minut, albo przez ogrzewanie na wrzącej łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną w ciągu 2 minut.

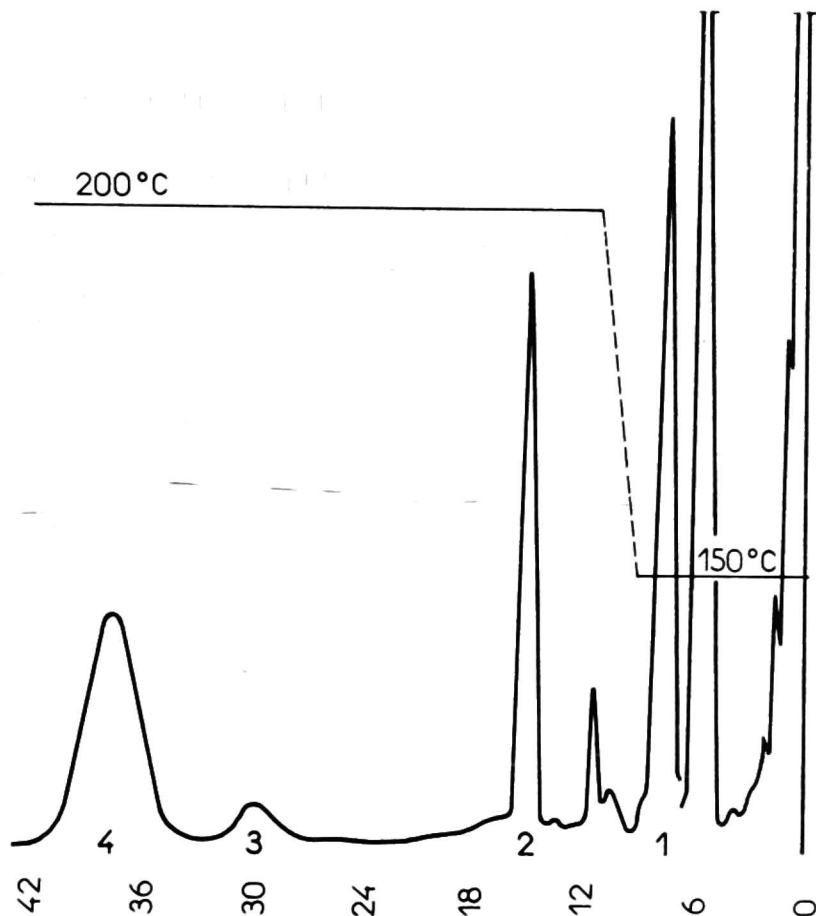
W a r u n k i c h r o m a t o g r a f i c z n e. Stosowano gaz nośny azot o przepływie 100 cm³/min. Wypełnienie kolumn: I - 3% OV-17 na Chromosorbie G, 60-80 mesh, II - 5% DC 200 na Chromosorbie G 80-100 mesh. Preparaty Iposep i Ipowet analizowano w kolumnie I w stałej temperaturze 210°C przy użyciu wzorca zewnętrznego. Propotox M i Kołatkozol extra analizowano w kolumnie II stosując dla Propotoxu M temperaturę początkową 150°C w ciągu 9 min., a następnie wzrost temperatury do 200°C (30°/min), dla Kołatkozolu extra temperaturę początkową 165°C w ciągu 18 minut i wzrost temperatury do 200°C (30°/min). Do oznaczeń ilościowych przyjęto metodę wzorca wewnętrznego. Substancję wzorcową stanowiła aldryna.

OMÓWIENIE WYNIKÓW I WNIOSKI

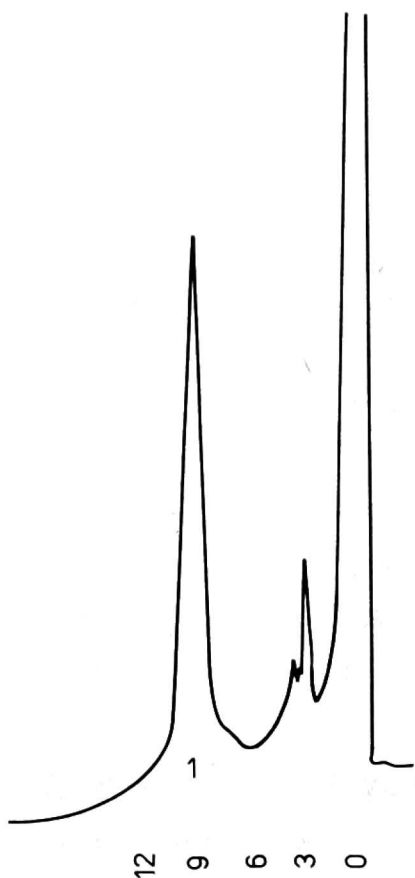
Chromatogramy badanych preparatów aerozolowych przedstawiono na rysunkach 1-4. W przyjętych warunkach dla preparatów Ipowet i Iposep otrzymano dobry rozdział substancji aktywnej bromfenwinfosu od rozpuszczalników i synergetyka występującego w Iposepie w ilości 2,5%. Zastosowanie programu temperatury przy analizie preparatów Propotox M i Kołatkozol extra pozwoliło na rozdział poszczególnych substancji aktywnych i rozpuszczalników. Stwierdzono, że tylko wysoko wrzące składniki mieszaniny rozpuszczalników (Farbosol) posiadały zbliżone czasy retencji do γ -HCH, który stanowił jeden ze



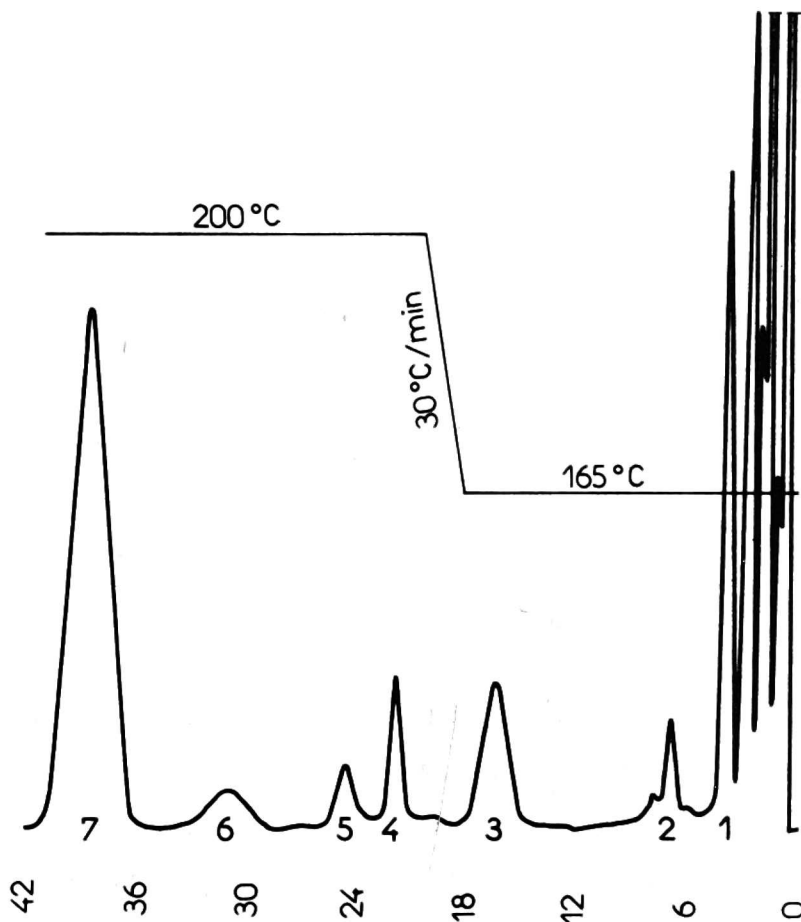
Rys.1. Chromatogram preparatu Iposep; 1 - synergetyk S421, 2 - bromfenwinfos



Rys.2. Chromatogram preparatu Propotox M; 1 - propoksur, 2 - aldryna, 3 - o,p'-metoksychlor, 4 - p,p'-metoksychlor

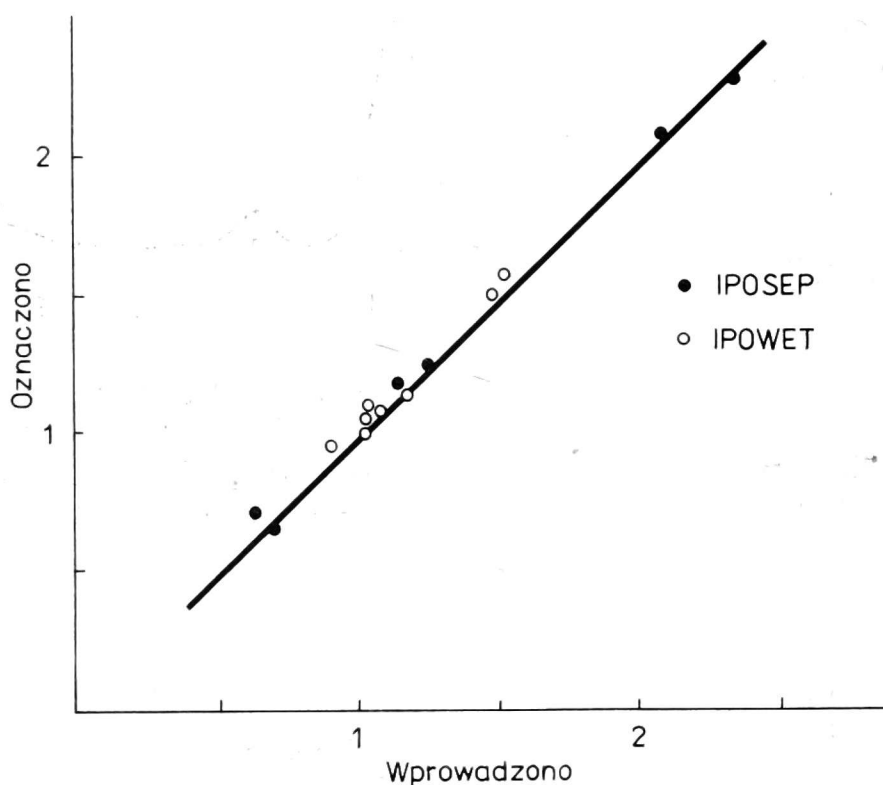


Rys.3. Chromatogram preparatu Ipowet; 1 - bromfenwinfos



Rys.4. Chromatogram preparatu Kolatkozol extra; 1 - propoksur, 2 - γ HCH, 3 - aldryna, 4 - α -endosulfan, 5 - β -endosulfan, 6 - c,p'-metoksychlor, 7 - p,p'-metoksychlor

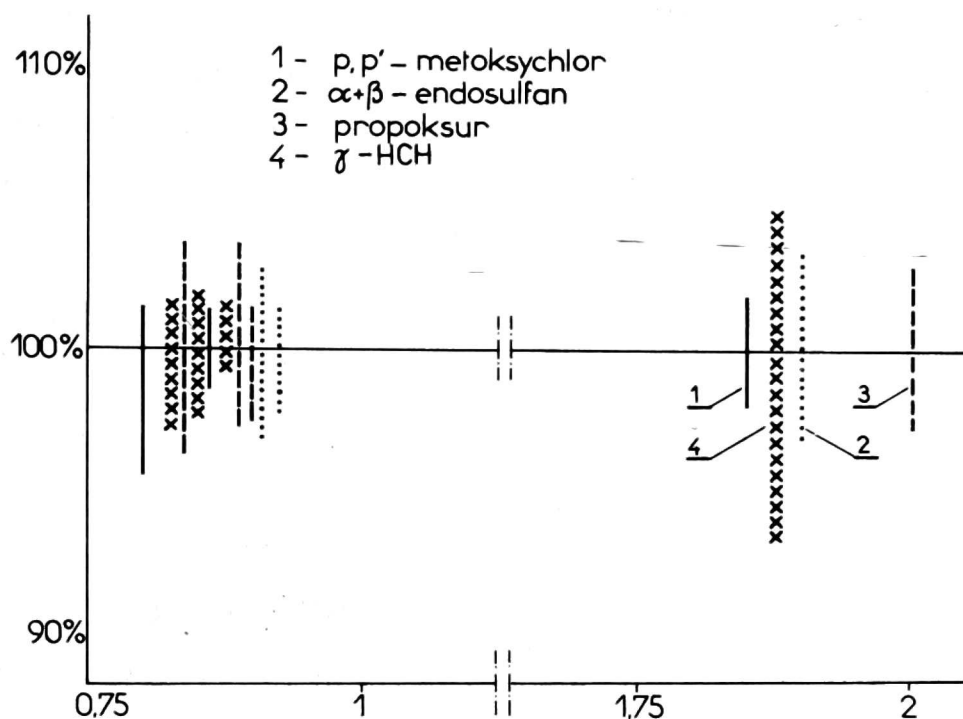
składników aktywnych Kołatkozolu extra. W opracowanych warunkach chromatograficznych obecność Farbasolu wpływała ujemnie na dolną granicę oznaczalności γ -HCH zwiększając znacznie błąd przy określaniu jego zawartości. Wytypowane metody wzorca zewnętrznego i wewnętrznego pozwoliły na właściwą ocenę zawartości substancji aktywnych w omawianych preparatach. Dokładność opracowanych metod została sprawdzona na mieszaninach wzorcowych.



Rys.5. Krzywa zależności stosunku zawartości bromfeninfosu wprowadzonej i oznaczonej do nominalnej w mieszaninach wzorcowych

Rysunek 5 przedstawia graficzną zależność między ilością substancji wprowadzonej i oznaczonej w preparatach Iposep i Ipowet. W przebadanym zakresie stężeń (tab. 1) stwierdzono liniową zależność wskazującą na wystarczającą dokładność opracowanej metody. Rozrzuty charakteryzujące dokładność metody dla preparatów: Propotox M i Kołatkozol extra w przebadanym zakresie stężeń (tab. 1) przedstawiono na rysunku 6.

Pomimo dość dużych rozrzutów wyników sięgających do $\pm 6\%$ względnych, wartości te nie miały istotnego znaczenia ze względu na niewielką zawartość substancji aktywnych. Odzyski dla poszczególnych składników mieszanin wzorców gwarantują oznaczanie właściwego składu ilościowego analizowanych preparatów.



Rys. 6. Maksymalne wartości błędów oznaczania substancji aktywnych dla mieszanin wzorcowych Propotoxu M i Kołatkozolu extra

T a b e l a 1

Względne odchylenia standardowe dla zawartości substancji aktywnych

Preparat	Substancja aktywna	Nominalne stężenie w % s.a.	Badany zakres stężeń w % s.a.	Odchylenie standardowe
Iposep	bromfenwinfos	0,5	0,3-1,2	0,03
Ipowet	bromfenwinfos	0,1	0,09-0,15	0,06
Propotox M	p,p'-metoksychlor	0,3	0,15-0,5	0,04
	propoksur	0,2	0,1-0,3	0,01
Kołatkozol extra	p,p'-metoksychlor	0,3	0,15-0,5	0,08
	α+β-endosulfan	0,1	0,06-0,15	0,07
	propoksur	0,05	0,03-0,07	0,02
	γ-HCH	0,05	0,03-0,07	0,03

W tabeli 1 przedstawiono otrzymane wyniki względnego odchylenia standardowego w przebadanych zakresach stężeń przy założonej zawartości nominalnej substancji aktywnych w omawianych preparatach. Uzyskane wartości odchylen standardowych wskazują na możliwość zastosowania opracowanych metod do analizy niskoprocentowych preparatów aerozolowych.

LITERATURA

1. Drygas M., Kotarski A.: Chem. Anal., 1973, 18, 1227.
2. Drygas M.: Chem. Anal., 1977, 22, 517.
3. Kawano Y., Bevenue A.: J. Chromatogr., 1972, 72, 51.
4. Kawano Y.: J. Ass. Off. Anal. Chem., 1979, 62 (3), 473.
5. Law M.W., Warren R. Bontoyan, Looker J.B.: J. Ass. Off. Anal. Chem., 1976, 59, 4, 745.
6. Missala I.: Opracowanie metody oznaczania substancji aktywnych: propoksuru i lindanu w preparacie zawiesinowym Propotox L. Załącznik nr 3. Przepis technologiczny otrzymywania Propotoxu L. IPO, Warszawa 1976.
7. Missala I.: Preparat Propotox EM. Oznaczanie zawartości substancji aktywnych: propoksuru, p,p'-metoksychloru oraz endosulfanu w koncentracie emulsyjnym. IPO, Warszawa 1979.
8. Wasiak-Wiśniewska D.: Pr. IPO, 1973, 5, 113.
9. Wasiak-Wiśniewska D., Missala I., Drygas M., Kotarski A.: Pr. IPO, 1974, 6, 137.
10. Zoocydy. Aerosol do szklarni. BN-75/6053-26.

A. Домбровска, И. Миссалья, Д. Васяк-Висньевска

АНАЛИЗ НИЗКОПРОЦЕНТНЫХ АЭРОЗОЛЬНЫХ ПЕСТИЦИДОВ

Р е з ю м е

Представлено результаты хроматографического анализа аэрозольных инсектицидов Ипосеп и Иповет содержащих бромфенвинфос, Пропо-

токс М содержащий метоксихлор+пропоксур, колаткозол Экстра содержащий метоксихлор+эндосульфан+пропоксур+линдан.

A. Dąbrowska, I. Missala, D. Wasiak-Wiśniewska

ANALYSIS OF LOW-CONCENTRATED PESTICIDE AEROSOLS

S u m m a r y

Results of gas chromatography analysis are presented of four aerosol insecticides Iposep and Ipowet containing bromfenwinphos, Propotox M containing metoxychlor + propoksur and Kołatkozol Extra containing metoxychlor + endosulfan + propoksur + lindane.