

19. Ivano CAMONI. — **Determinazione di insetticidi nelle vernici murali all'acqua.**

Riassunto. — Viene descritto un metodo per una rapida estrazione di principi attivi insetticidi da pitture murali all'acqua. Tale metodo consiste nel mescolare la vernice con gel di silice, quale supporto inerte, allo scopo di aumentare la superficie di contatto della vernice con il solvente e facilitare così l'estrazione del principio attivo. Successivamente si effettua una cromatografia su colonna con gel di silice.

Summary. — A method for the rapid extraction of insecticides from wall paints is described. This method involves the recovery of the active ingredient by mixing the paint with silica gel, as an inert support, to increase the contact-area of the paint with the solvent, and to make easy the extraction of the active ingredient. Then a silica gel column chromatography is carried out.

La recente introduzione sul mercato di pitture murali all'acqua aventi proprietà insetticide e battericide ⁽¹⁾, ha posto il problema della messa a punto di un metodo che permetta una agevole e completa estrazione dei principi attivi insetticidi impiegati e il successivo dosaggio di essi.

La necessità di questa nuova tecnica risulterà evidente se si considera che le resine filmogene della vernice, conglobando e rivestendo la maggior parte delle particelle di insetticida, ne variano le proprietà fisiche ⁽²⁾ e ne impediscono la normale estrazione. Pertanto i metodi classici di estrazione non danno in questi casi risultati soddisfacenti e riproducibili, anche prolungando l'estrazione in Soxhlet per molte ore.

Risultati non soddisfacenti sono stati ottenuti anche sospendendo la vernice in acqua ed estraendo successivamente il principio attivo.

D'altra parte, l'influenza delle resine è dimostrata anche dalla variazione della tensione di vapore dei principi attivi insetticidi il che, del resto, consente l'impiego di queste pitture murali, contenenti insetticidi anche a concentrazioni elevate, senza pericoli per la salute pubblica.

Infatti, prove eseguite dalla sezione chimica del Laboratorio Provinciale di Igiene e Profilassi di Torino, hanno dimostrato che in camere le cui pareti erano state ricoperte con una delle vernici sperimentate e di più larga diffusione, contenente lindano in quantità tale da ottenere una distribuzione di g 5/m² di tale insetticida, fu riscontrata, nell'aria confinata, una concentrazione di 0,09 mg/mc a 17°C dopo 48 ore dall'applicazione e mg 0,218/mc a 25°C dopo 120 ore.

In prove di confronto effettuate usando, invece, una dispersione acquosa di lindano, senza vernice, in quantità tale da ottenere una distribuzione sulla parete di $0,35 \text{ g/m}^2$ di lindano si ottenne, all'analisi, dopo i tempi e alle temperature sopra dette, rispettivamente una concentrazione di $0,59 \text{ mg/mc}$ e $\text{mg } 1,03/\text{mc}$.

Ciò riveste grande importanza se si considera che la concentrazione massima che costituisce un limite di sicura innocuità per l'uomo è di $0,500 \text{ mg/mc}$ ⁽³⁾.

Il metodo che è stato studiato e messo a punto, consiste nel fare adsorbire le vernici da un ingrediente solido inerte, che elimina l'inconveniente dovuto alla loro elevata viscosità permettendo così al solvente di venire a contatto con le singole particelle di insetticida e di solubilizzarle.

Dopo vari tentativi si è trovato che il gel di silice è il prodotto più adatto allo scopo e che lo stesso prodotto risponde bene per la fase successiva di cromatografia su colonna.

Nella parte sperimentale che segue vengono descritte dettagliatamente le modalità di esecuzione di detto metodo e nelle tabelle sono riportati i risultati ottenuti. Essi si riferiscono a prove effettuate, finora, su tre tipi di vernici diverse, contenenti lindano in percentuali differenti. Come solvente è stato usato l'acetone.

Il metodo consente un recupero in lindano, generalmente, superiore al 95%.

PARTE SPERIMENTALE

APPARECCHIATURA E REATTIVI.

Acetone RP.

Gel di silice per cromatografia, 200-300 mesh.

Colonna di vetro, diametro cm 3, lunghezza cm 50, provvista di rubinetto. Le dimensioni della colonna potranno essere opportunamente variate, qualora si abbia necessità di lavorare su quantità maggiori di vernice.

Pompa da vuoto ad acqua.

PROCEDIMENTO.

Si preleva una quantità di vernice tale da contenere ca. g 1 di insetticida e si mescola intimamente in un mortaio con gel di silice fino ad ottenere una miscela secca ed omogenea.

Si pone sul fondo della colonna un batuffolo di lana di vetro e, dopo

avere aggiunto ml 70 di solvente, si lasciano cadere lentamente dall'alto g 50 di gel di silice, scuotendo dolcemente le pareti con un tubo di gomma, per evitare la formazione di bolle d'aria.

Si trasferisce quindi la miscela vernice-gel di silice sulla colonna, servendosi di un imbuto a polvere, e si facilita l'assestamento procedendo come sopra descritto.

Il solvente percolato prima dell'introduzione della miscela della vernice viene scartato.

Si procede, quindi, all'eluizione sotto vuoto, ad una velocità tale da raccogliere ml 10-15 di eluato al minuto.

Si trasferisce l'eluato raccolto (230-240 ml) in un pallone tarato da ml 250, e si porta a volume con acetone.

Si esegue poi la determinazione del lindano con uno dei metodi previsti per tale insetticida, tra i quali i più comuni sono:

- a) metodo del cloro totale, secondo STEPANOW ⁽⁴⁾ (non specifico);
- b) metodo del cloro labile, secondo WICHMAN ⁽⁵⁾ (non specifico);
- c) separazione cromatografica con esano e nitrometano ⁽⁶⁾;
- d) determinazione spettrofotometrica I.R. ⁽⁷⁾.

I risultati riportati nella tabella che segue sono stati ottenuti col metodo del cloro totale, e rappresentano la media di almeno due determinazioni.

Determinazione di lindano nelle vernici murali

Campione N.	Lindano nella vernice %	Vernice prelevata g	Lindano ottenuto %	Recupero %
1	9	5	8,8	97,7
1	9	10	8,85	98,3
1	18	5	17,3	96,1
1	18	10	17,8	98,8
1	25	5	24,3	97,6
1	25	10	24,5	98,0
2	2	10	1,9	95,0
2	5	10	4,8	96,0
2	10	10	9,6	96,0
2	20	5	19,3	96,5
2	25	5	24,1	96,4
3	0,45	100	0,38	84,4
3	2,5	100	2,4	96,0
3	2,5	50	2,4	96,0
3	5	25	4,83	96,6
3	10	10	9,6	96,0

BIBLIOGRAFIA

- (1) *Chimica e Industria* - (35) 90 (1953).
 - (2) HORNSTEIN I. - *J. Agr. Food Chem.*, 4: 148 (1956).
 - (3) NEGHERBON W. - *Handbook of toxicology*, Vol. 3^o - Saunders Co. Philadelphia (1959).
 - (4) STEPANOW B. - *Assoc. offic. agr. Chemists Methods*, p. 81 (1950).
 - (5) WICHMAN H. J. - *J. Assoc. offic. agr. Chemists Methods*, 29: 188 (1946).
 - (6) *Assoc. offic. agr. Chemists Methods*, p. 84 (1950).
 - (7) *Assoc. offic. agr. Chemists Methods*, p. 86 (1950).
-