

NOTA IMPORTANTE:

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

ININ/ Oficina Nacional de Normalización

NORMA CUBANA

NC

559: 2007

**PLAGUICIDAS — AMETRINA — DETERMINACIÓN DE
INGREDIENTE ACTIVO**

Pesticides—Ametryn—Determination of active ingredient

ICS: 65.100

1. Edición Noviembre 2007
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana. Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: nc@ncnorma.cu; Sitio Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el NC/ CTN 97 de Sanidad vegetal, integrado por las siguientes instituciones:
 - Instituto de Investigaciones de Sanidad Vegetal (INISAV)
 - Centro Nacional de Sanidad Vegetal (CNSV)
 - Instituto de Investigaciones Fundamentales en Agricultura Tropical (INIFAT)
 - Centro de Ingeniería e Investigaciones Químicas (CIIQ)
 - Centro Nacional de Sanidad Agropecuaria (CENSA)
 - Laboratorio Provincial de Sanidad Vegetal (LAPROSAV) en La Habana
 - Instituto de Investigaciones en Fruticultura Tropical (IIFT)
 - Instituto Nacional de Higiene y Epidemiología (INHEM)

- Se elaboró tomando en cuenta todos los elementos aplicables del documento siguiente:
 - CIPAC Handbook H; Analysis of Technical and Formulated Pesticides. England, 1998, pp. 22.

- Sustituye a la NC 29-09:1985 Plaguicidas. Ametrina. Determinación de ingrediente activo.

© NC, 2007

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba.

PLAGUICIDAS—AMETRINA—DETERMINACIÓN DE INGREDIENTE ACTIVO

ADVERTENCIA – Las personas que utilicen la norma deben estar familiarizadas con las prácticas normales de laboratorios. Esta norma no tiene como propósito la atención a todos los problemas de seguridad, en caso de que existiese alguno, asociado con su uso. Es total responsabilidad del usuario el establecimiento de una apropiada seguridad y prácticas de salud y garantizar la conformidad con las condiciones de cualquier reglamento nacional.

1 Objeto

Esta Norma Cubana especifica los métodos de análisis químicos para determinar el contenido de ametrina presente en formulaciones de polvos humedecibles, suspensiones concentradas y granulados dispersables.

2 Referencias normativas

Los siguientes documentos de referencia son indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias fechadas, sólo es aplicable la edición citada. Para las referencias no fechadas, se aplica la última edición del documento de referencia (incluyendo cualquier enmienda).

NC 70- 13: 1984 Agricultura. Sanidad vegetal. Términos, definiciones y símbolos.

3 Términos y definiciones

A los fines de este documento, se aplican los términos y definiciones establecidos en NC 70-13.

4 Determinación volumétrica (Método de rutina)

4.1 Principios

El método se basa en la extracción de la ametrina del resto de los componentes del formulado con éter etílico y su posterior valoración con solución de ácido perclórico en ácido acético glacial, utilizando como indicador solución de alfa-naftolbenceina en benceno.

4.2 Reactivos y materiales

4.2.1 Ácido acético glacial p.a.

4.2.2 Solución de ácido perclórico en ácido acético glacial 0.1N o de normalidad conocida

4.2.3 Éter etílico p.a. (libre de peróxidos)

4.2.4 Solución indicadora al 0.1 % de alfa-naftolbenceina en benceno.

4.2.5 Solución reguladora de p-nitrofenol. Pesar 0,1 g (m1) de p-nitrofenol con un error máximo de $\pm 0,1$ mg, transferir a un matraz de 100 M^a y enrasar con isopropanol. De esta segunda solución medir con pipeta, 5 mL en un tercer matraz de 100 mL agregar 10 mL de solución de hidróxido de potasio 0,1 mol/L y enrasar con agua.

4.3 Aparatos

4.3.1 Baño de agua con control térmico regulable

4.3.2 Agitador magnético.

- 4.3.3 Bureta de 50 mL.
- 4.3.4 Frasco cónico de 200 mL de boca ancha
- 4.3.5 Equipo de filtración al vacío
- 4.3.6 Embudo con placa filtrante de porosidad 3
- 4.3.7 Cilindro graduado de 50 mL.
- 4.3.8 Papel de filtro
- 4.3.9 Balanza analítica LSP 20 g vD 0,1 mg

4.4 Procedimiento

4.4.1 Porción de ensayo

Pesar 0.7 g de la muestra en un frasco cónico de 200 mL y añadir unos 50 mL de éter etílico y hervir por unos segundos y filtrar al vacío a través de un embudo de placa filtrante cubierto de papel de filtro.

Repetir dos veces esta operación con porciones de 50 y 25 mL respectivamente de éter etílico usando siempre el residuo y finalmente lavar el frasco cónico y el embudo filtrante con 20 mL de éter etílico.

4.4.2 Determinación

Disolver el residuo en 40 mL de ácido acético glacial y añadir de 4 a 5 gotas de solución de alfa-naftolbenceína y valorar con solución de ácido perclórico en acético, bajo agitación, hasta cambio de color y reportar el volumen (b) gastado en la valoración.

4.5 Cálculos

Hacer todos los análisis de ametrina por duplicados y calcular el promedio de los resultados.

Calcular el contenido de ametrina (A) según la fórmula siguiente:

$$A = \frac{b * N * 22.73}{p} \left[\% \frac{m}{m} \right]$$

donde:

- b volumen de solución de ácido perclórico gastado en la valoración, (mL)
- N normalidad de la solución de ácido perclórico utilizada.
- p masa de la porción de ensayo, (g).
- 22,73 factor para el cálculo

4.4.4 Aproximación de los resultados

Dar los resultados aproximados hasta la centésima.

4.4.5 Precisión de la determinación

Las variaciones permisibles se establecen en la siguiente tabla:

Contenido de ametrina, en por ciento	Variación permisible, expresada en por ciento	
	Repetibilidad	Reproducibilidad
80	± 1,00	± 1,02

5 Determinación Gas Cromatográfica con columna semicapilar (Método de referencia)

5.1 Principio

El método se basa en la separación de la ametrina del resto de los componentes de la formulación por cromatografía gas-liquida por columna semicapilar usando un detector de ionización por llamas con el método del patrón interno.

5.2 Reactivos y materiales

5.2.1 Columna semicapilar DB-5 15 metros 0,53 mm 1 um

5.2.2 Patrón analítico de ametrina puro

5.2.3 Dibutilftalato como patrón interno

5.2.4 Acetona

5.3 Aparatos

5.3.1 Microjeringuilla de 10 microlitros.

5.3.2 Cilindro graduado de 10 ml

5.3.3 Cromatógrafo gaseoso equipado con detector FID y aditamentos.

5.3.4 Balanza analítica.

5.4 Condiciones cromatográficas

5.4.1 Temperatura de la columna 180°C

5.4.2 Temperatura del inyector: 260°C.

5.4.3 Temperatura del detector: 260°C

5.4.4 Flujo del nitrógeno: 10ml/min.

5.4.5 Flujo del hidrogeno: 60ml/min.

5.4.6 Flujo del aire: 500ml/min.

5.5 Procedimiento

5.5.1 Preparación de la solución patrón interno

Preparar una solución de dibutil fatalato en acetona a una concentración de 2,5 mg/mL

5.5.2 Preparación de la solución del patrón de ametrina

Pesar 20 mg del patrón de ametrina en un cilindro graduado de 10ml, disolver y enrasar con la solución del patrón interno.

5.5.3 Preparación de la porción de ensayo

En un cilindro graduado de 10 mL pesar una cantidad de muestra homogenizada equivalente a 20mg de ametrina puro con una precisión de 0,1 mg. Luego agitar y enrasar con la solución del patrón interno hasta la marca.

5.5.4 Análisis de la porción de ensayo

Inyectar 2 microlitros de la solución del patrón de ametrina y 2 uL de la porción de ensayo, esta última por duplicado.

5.6 Cálculos

Hacer todos los análisis de ametrina por duplicados y calcular el promedio de los resultados

5.6.1 Método para el cálculo

Determinar el contenido de ametrina expresado en P/V según la fórmula siguiente:

$$\% \text{ P/V de ametrina} = \frac{R_m}{R_p} * \frac{M_p}{M_m} * P * D$$

$$R_p = \frac{\text{Altura o área del pico del patrón de la ametrina}}{\text{Altura ó área del pico del patrón interno en la solución patrón}}$$

$$R_m = \frac{\text{Altura o área del pico del correspondiente a la ametrina de la porción de ensayo}}{\text{Altura ó área del pico del correspondiente al patrón interno en la porción de ensayo}}$$

M_p = Peso del patrón de ametrina expresado en miligramos

M_m = Peso de la muestra en mg

P = Pureza del patrón de ametrina en %

D = Densidad de la muestra g/ml

5.6.2 Aproximación de los resultados

Reportar los resultados aproximados hasta el segundo lugar decimal

5.6.3 Precisión

La variación permisible es de un coeficiente de variación del 1,07 %

Bibliografía

- [1] NC 21- 02: 1967 Soluciones reactivo de concentración aproximada para uso general.
- [2] NC 21- 10: 1967 Productos químicos - Clasificación por calidades y definiciones.
- [3] NC 21- 03: 1968 Soluciones reactivo de concentración exacta para uso general.
- [4] Manual of Chemical Methods for Pesticides and Devices. U.S. Environmental Protection Agency Third Update August 1982.
- [5] NC 29- 05: 1985 Plaguicidas. Método de muestreo.
- [6] Código internacional de conducta para la distribución y utilización de plaguicidas, versión enmendada, FAO, roma, Italia 1990
- [7] The Pesticide Manual. Twelfth Edition, England, 2000, Editor C.D.S. Tomlin, British Crop Protection Council. pp 27-28.
- [8] NC ISO 78-2:2004. Química - Disposiciones para las normas - parte 2: Métodos de análisis químico.
- [9] NC- ISO 3696: 2004 Agua para uso en análisis de laboratorio - Especificaciones y método de ensayo.
- [10] Manual sobre elaboración y empleo de las especificaciones de la FAO y de la OMS para plaguicidas, estudio FAO producción y protección vegetal 173. Ed. FAO y OMS. 2004, 256p.
- [11] NC 1: 2005 Reglas para la estructura, redacción y edición de las normas cubanas y otros documentos normativos relacionados.
- [12] Dierksmeier G.: Métodos cromatograficos, Primera edición, Editorial Científico-Técnica. La Habana, 2005, pp. 219 -225.