

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

563: 2007

**PLAGUICIDAS — METIL PARATION — DETERMINACIÓN DE
INGREDIENTE ACTIVO**

**Pesticides—Parathion Methyl —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 de los documentos siguientes:
 - CIPAC Handbook E; Analysis of Technical and Formulated Pesticides. England, 1992, pp. 169-172..
 - AOAC Methods, 17th Ed., 2005. pp 977

- Sustituye a la NC 29-08: 1985. Plaguicidas. Metil Paration. 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— METIL PARATION — 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 especifica el método de análisis químico para determinar el contenido de metil paration presente en formulaciones de polvos humedecibles, concentrados emulsionables y polvos para espolvoreo usados como plaguicidas en la Agricultura.

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- ISO 3696: 2004 Agua para uso en análisis de laboratorio— Especificaciones y método de ensayo.

NC 21-02:1967 Soluciones. Reactivo de concentración aproximada para uso general.

NC 21-03:1968 Soluciones. Reactivo de concentración exacta para uso general.

NC 21-10:1967 Productos químicos. Clasificaciones por calidades y definiciones

NC 29-05:1984 Plaguicidas. Métodos de muestreo

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.

5 Determinación espectrofotométrica (Método de rutina)

5.1 Principio

El método se basa en la hidrólisis alcalina del metil paration con la consiguiente formación del p-nitrofenol el cual se determina espectrofotométricamente a 405 nm y se le resta el p-nitrofenol libre contenido en la muestra que se determina por la misma vía que el anterior, pero en solución reguladora de pH 10,3.

5.2 Reactivos y materiales.

5.2.1 Emplear productos químicos analíticos de calidad para análisis según NC 21- 10.

5.2.2 Preparar las soluciones según lo establecido en NC 21- 02 y NC 21- 03.

5.2.3 En la preparación de las soluciones y realización del análisis utilizar agua para análisis según NC- ISO 3696.

5.2.4 Isopropanol

5.2.5 p-nitrofenol

5.2.6 Solución de hidróxido de potasio o de sodio 0,1 mol/L

5.2.7 Solución reguladora de pH 10,3.

Añadir en un matraz de 100 mL, 2,8 mL de solución de ácido clorhídrico 0,1 mol/L, 43,75 mL de una solución de metil amina al 25 % mezclar y enrasar con agua, dejar la solución en reposo por 24 h. transcurrido ese tiempo pipetear 25, 4 mL, llevar a un matraz de 100 mL, enrasar con isopropanol, mezclar y dejar reposar por 1 h antes de comenzar a utilizarla,

5.2.8 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 mL, enrasar con isopropanol. De esta segunda solución medir con pipeta, 5 mL en un tercer matraz de 100 mL y agregar 10 mL de solución de hidróxido de potasio 0,1 mol/L y enrasar con agua.

5.3 Aparatos

5.3.1 Espectrofotómetro para trabajar en la región visible del espectro electromagnético o colorímetro fotoeléctrico con filtro violeta con transmisión máxima cercana a 405 nm.

5.3.2 Matraz de 100 mL y 250 mL.

5.3.3 Condensador de bolas

5.3.4 Cilindro graduado de 100 ml

5.3.5 Pipeta aforada de 5 y 10 mL (con aditamentos para el trabajo con sustancias peligrosas)

5.3.6 Probeta de 100 mL

5.3.7 Papel de filtración media

5.3.8 Balanza analítica LSP 20 g vD 0,1 mg

5.3.9 Balón de 250 mL

5.3.10 Zaranda

5.4 Medidas de protección

Evítese el contacto con la piel e inhalar las emanaciones del producto

5.5 Procedimiento

5.5.1 Realizar la toma de muestra para el análisis según lo establecido en NC 29- 05.

5.5.2 Realizar todas las pesadas con una aproximación de 0,1 mg

5.5.1 Porción de ensayo

5.5.2 Para concentrados emulsionables al 50 %

Pesar 0.25 g de muestra de ensayo con un error máximo de ± 0.1 mg (m2). Transferir a un matraz de un trazo de 250 mL, enrasar con isopropanol y mezclar.

5.5.3 Para polvos humedecibles al 18 %

Pesar 0.7 g de muestra de ensayo con un error máximo de ± 0.1 mg (m2), transferir a un matraz con boca esmerilada con isopropanol completándose hasta un volumen de 75 mL con el mismo solvente, agitar durante 15 min. En zaranda. Añadir 75 mL de isopropanol y repetir el proceso de agitación, enrasar con isopropanol y mezclar. Filtrar la solución a través de un papel de filtro a un frasco cónico.

5.5.4 Para polvos de espolvoreo de menos de 3 %

Pesar una muestra que contenga alrededor de 0.125 g de metil paratión con un error máximo de ± 0.1 mg (m2), Transferir a un matraz con boca esmerilada de 250 mL, lavándose con 50 mL de isopropanol, tapar, agitar durante 15 min. en la zaranda. Enrasar con isopropanol, mezclar y filtrar la solución a través de un papel de filtro a un frasco cónico.

5.5.5 Determinación

5.5.5.1 Preparación de la solución de ensayo para determinar el p-nitrofenol total

Transferir 5 mL de la porción de ensayo a un frasco cónico o matraz de 250 mL con boca esmerilada, añadir 20 mL de solución de hidróxido de potasio 0.1 mol/L y 7.5 mL de isopropanol.

Reflujar durante 3 min.

Una vez frío lavar el condensador con 70 mL de solución de hidróxido de potasio y posteriormente con unos 50 mL de agua. Transferir el contenido del recipiente a un matraz de un trazo de 250 mL realizándose esta operación con agua, enrasar y agitar.

5.5.5.2 Preparación de la solución de ensayo para determinar p-nitrofenol libre.

Transferir 10 mL de la porción de ensayo a un matraz de un trazo de 100 mL, añadir 40 mL de solución reguladora de pH (10.3) y enrasar con isopropanol.

La medición fotométrica de esta solución debe realizarse en un tiempo no mayor de 5 min. A partir del momento de añadir la solución reguladora.

5.5.5.3 Medición fotométrica

Realizar la medición de la absorbancia de la solución de ensayo del apartado 4.3.2 (A3) en primer lugar, luego de la solución de ensayo del apartado 4.3.1 (A2) y finalmente de la solución de referencia usando un espectrofotómetro o colorímetro fotoeléctrico contra el blanco.

5.5.5.4 Ensayo en blanco

Utilizar como ensayo en blanco agua, empleando cubetas de 1 cm. de paso de luz.

5.5.5.5 Cálculos

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

5.5.5.5.1 Método para los cálculos

Calcular el contenido de metil paratión (MEP) se según la fórmula siguiente:

$$MEP = \left(\frac{A2}{A1} \cdot 5 - \frac{A3}{A1} \right) \cdot \frac{m1}{m2} \cdot 24,2 \quad [\% m / m]$$

Donde:

m1: masa de la solución reguladora.

m2: masa de la porción de ensayo.

A1: absorbancia de la solución de referencia de p-nitrofenol.

A2: absorbancia de la solución de ensayo para determinar p-nitrofenol total.

A3: adsorbancia de la solución de ensayo para determinar p-nitrofenol libre.

5: factor de dilución.

24,5: factor matemático para el cálculo.

5.5.5.5.2 Aproximación de los resultados

Realizar todos los análisis por duplicados y calcular el promedio de los resultados. Los resultados se darán aproximados hasta el segundo lugar decimal

5.5.5.6 Precisión

Las variaciones permisibles en la determinación fotométrica de metil paration expresadas como repetibilidad y como reproducibilidad, se presentan en la tabla siguiente:

Contenido de metil paratión (%)	Variación permisible expresada como repetibilidad (%)	
	Repetibilidad	Reproducibilidad
50	0.66	0.79
18	0.56	0.68
Menos 3	0.24	0.33

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

6.1 Principio

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

6.2 Reactivos

6.2.1 Emplear productos químicos analíticos de calidad para análisis según NC 21- 10.

6.2.2 Preparar las soluciones según lo establecido en NC 21- 02 y NC 21- 03.

6.2.3 En la preparación de las soluciones y realización del análisis utilizar agua para análisis según NC- ISO 3696.

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

6.2.5 Patrón analítico de metil paration puro.

6.2.6 Benzoato de bencilo como patrón interno.

6.2.7 Acetona.

6.3 Aparatos

6.3.1 Microjeringuilla de 10 microlitros.

6.3.2 Cilindro graduado de 10 mL.

6.3.3 Cromatógrafo gaseoso equipado con detector FID y aditamentos.

6.3.4 Balanza Analítica.

6.4 Condiciones cromatográficas

6.4.1 Columna temperatura 180°C

6.4.2 Temperatura del inyector: 230°C.

6.4.3 Temperatura del detector: 270°C.

6.4.4 Flujo del nitrógeno: 10ml/min.

6.4.5 Flujo del hidrogeno: 60ml/min.

6.4.6 Flujo del aire: 500ml/min.

6.5 Procedimiento

4.1 Realizar la toma de muestra para el análisis según lo establecido en NC 29- 05.

6.5.1 Preparación de la solución patrón interno

Preparar una solución de benzoato de bencilo en acetona a una concentración de 2,5 mg/mL

6.5.2 Preparación de la solución del patrón de metil paration

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

6.5.3 Porción de ensayo

6.5.3.1 Para concentrados emulsionables al 50 %

En un cilindro graduado de 10 mL pesar 40 mg de muestra homogenizada con una precisión de $\pm 0,1$ mg. Luego agitar y enrasar con la solución del patrón interno hasta la marca.

6.5.3.2 Para polvos humedecibles al 18 %

En un matraz de 100 mL pesar 110 mg de muestra homogenizada con una precisión de $\pm 0,1$ mg añadir 50 mL de acetona y extraer por espacio de 15 min. en zaranda. Filtrar y lavar el sólido con 20 mL de acetona en dos ocasiones, combinar las fracciones y concentrar a sequedad en balón de 100 mL. Disolver el residuo con 10 mL de solución del patrón interno.

6.5.3.3 Para polvos de espolvoreo de menos de 3 %

En un matraz de 100 mL pesar 0,7g de muestra homogenizada con una precisión de $\pm 0,1$ mg, añadir 50 mL de acetona y extraer por espacio de 15 min. en zaranda. Filtrar y lavar el sólido con 20 mL de acetona en dos ocasiones, combinar las fracciones y concentrar a sequedad en balón de 100 mL. Disolver el residuo con 10 mL de solución del patrón interno.

6.5.4 Análisis de la porción de ensayo

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

6.5.4.1 Cálculos

4.5 Realizar todos los análisis por duplicados y calcular el promedio de los resultados.

6.5.4.1.1 Método para el cálculo

Determinar el contenido de metil paration expresado en P/V según la formula siguiente:

$$\% P / V \text{ de metil paration} = \frac{Rm}{Rp} \cdot \frac{Mp}{Mm} \cdot P \cdot D$$

Donde:

$$R_p = \frac{\text{Altura o \u00e1rea del pico del patr\u00f3n de metil parati\u00f3n}}{\text{Altura o \u00e1rea del pico del patr\u00f3n interno}}$$

$$R_m = \frac{\text{Altura o \u00e1rea del pico correspondiente al metil parati\u00f3n de la porci\u00f3n de ensayo}}{\text{Altura o \u00e1rea del pico correspondiente al patr\u00f3n interno en la porci\u00f3n de ensayo}}$$

M_p = Peso del patr\u00f3n de metil parati\u00f3n expresado en miligramos

M_m = Peso de la muestra en mg

P = Pureza del patr\u00f3n de metil parati\u00f3n en %

D = Densidad de la muestra g/mL

6.5.4.1.2 Aproximaci\u00f3n de los resultados

Dar los resultados aproximados hasta el segundo lugar decimal.

7.5.4.1.3 Precisi\u00f3n

La variaci\u00f3n permisible es de un coeficiente de variaci\u00f3n 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 70- 13: 1984 Agricultura. Sanidad vegetal. Términos, definiciones y símbolos
- [6] NC 29- 05: 1985 Plaguicidas. Método de muestreo
- [7] Código internacional de conducta para la distribución y utilización de plaguicidas, versión enmendada, FAO, roma, Italia 1990
- [8] Dierksmeier G.: Métodos cromatográficos, Primera edición, Editorial Científico-Técnica. La Habana, 2005, pp. 219 -225.
- [9] NC 1: 2005 Reglas para la estructura, redacción y edición de las normas cubanas y otros documentos normativos relacionados.
- [10] "The Pesticide Manual. Twelfth Edition, England, 2000, Editor C.D.S. Tomlin, British Crop Protection Council. Pp 27-28.
- [11] Manual sobre elaboración y empleo de las especificaciones de la FAO y de la OMS para plaguicidas .Primera edición. 173. Roma. 2004