



MANUAL DE METODOS ANALITICOS DE FORMULACIONES DE PLAGUICIDAS

México, D.F. 1988

DIRECCION GENERAL DE SANIDAD Y PROTECCION AGROPECUARIA
Y FORESTAL (SARH)
DIRECCION DE SANIDAD VEGETAL

DEPARTAMENTO DE ESTUDIOS Y ANALISIS DE PLAGUICIDAS
SUBPROGRAMA DE SANIDAD VEGETAL (IICA)

PROGRAMA V: SALUD ANIMAL Y SANIDAD VEGETAL

BV 000002

111-A1 02

08-03

00000683

SERIE DE PUBLICACIONES
MISCELANEAS

ISSN-0534-5391
A1/OC-88-06

Diciembre 1988
San José, Costa Rica

"La responsabilidad por las opiniones emitidas en esta
publicación corresponde exclusivamente a sus autores".

Mucho se ha escrito y se ha combatido (unos en favor y otros en contra) acerca de la aplicación de los plaguicidas formulados en área agrícola, por causa del mal uso y de la mala calidad de algunos de estos agroquímicos.

Por lo que el agricultor ha tenido que soportar pérdidas en el cultivo, cosecha, almacenamiento, transporte y comercialización de sus productos debido a parásitos, enfermedades y competencia de malas hierbas. Las plantas atacadas por las plagas y enfermedades pueden sufrir debilitamiento, daños parciales y hasta la muerte y como resultado la reducción de los rendimientos, baja calidad y mal aspecto de los productos con lo cual pierden la buena aceptación en el mercado.

Existen varios recursos para el combate de las plagas y así aumentar el rendimiento de los cultivos, uno de ellos y de gran importancia, es el control químico, que constituye el medio más drástico y efectivo, pero con la orientación debida de los fabricantes y de las autoridades en la correcta aplicación de los plaguicidas formulados se pueden obtener resultados satisfactorios. Los productos agroquímicos están diseñados para combatir diversas plagas que atacan a los cultivos. La erradicación total de las plagas, enfermedades y malezas es imposible, por lo que estamos obligados a convivir con ellas cuidando que sus poblaciones y sus efectos adversos se mantengan en un nivel mínimo.

Por lo antes expuesto se considera como uno de los principales objetivos de los laboratorios de formulaciones de plaguicidas dependientes de la SARH, regular y actualizar los métodos de control analítico, para cumplir con los programas de verificación de la calidad de los productos agroquímicos de las compañías formuladoras que solicitan su registro o renovación del mismo, además de los programas de inspección y muestreo, con lo cual se lleva un control más estricto en beneficio del agricultor.

Un producto bien formulado debe reunir tres condiciones principales:

- 1.- En el envase: Ingrediente activo garantizado, homogeneidad, estabilidad en el almacenamiento.
- 2.- En el momento de su aplicación: Presentar buenas propiedades de suspensibilidad, tamaño de partícula, humectabilidad, estabilidad y poder de emulsión.

3.- Cuando se ha aplicado: Adherencia y distribución de partículas en los diferentes tipos de hojas de los vegetales, resistencia a las condiciones climatológicas y los resultados esperados.

El presente instructivo tiene por objeto recopilar, actualizar y - adaptar la metodología analítica y los procedimientos de muestreo para un mejor y más eficiente control físico-químico de los insecticidas agroquímicos formulados.

INDICE GENERAL

INTRODUCCION Y OBJETIVOS

Diversas presentaciones de Agroquímicos formulados y abreviaturas

Método de muestreo

Análisis físicos:

- 1) Aspecto general
- 2) Pruebas de humectabilidad
- 3) Homogeneidad
- 4) Densidad aparente y Densidad compactada
- 5) Ensayo de tamiz
- 6) Suspensibilidad
- 7) Concentrados emulsionables
- 8) Acidez o Alcalinidad libre
- 9) Estabilidad a baja temperatura
- 10) Ensayo de almacenamiento acelerado
- 11) Determinación del porcentaje de volatilización y sólidos totales
- 12) Determinación del porcentaje de cenizas
- 13) Determinación de humedad por el método de Dean-Stark
- 14) Determinación del pH en dispersiones acuosas

Preparación de estándares de aguas duras

Análisis químicos:

- Determinación de Acefate (C.G.L. - D.I.F.)
- Determinación de Atrazina (I.R. y C.G.L. - D.I.F.)
- Determinación de Azufre (Iodometría)
- Determinación de Bentazon (C.G.L. - D. I. F.)
- Determinación de Butaclor (C.G.L. - D.I.F.)
- Determinación de Captafol (I.R.)
- Determinación de Captan (I.R. y C.G.L. - D.I.F.)
- Determinación de Carbofuran (C.G.L. - D.I.F.)
- Determinación de Cloro Total método de Stepanov
- Determinación de Clorpirifos (C.G.L. - D.I.F.)
- Determinación de Compuestos Cúpricos (yodometría)

DIVERSAS PRESENTACIONES DE INGREDIENTE ACTIVO
COADYUVANTES Y AGROQUIMICOS FORMULADOS

* (abreviaturas)

Material Técnico	MT
Concentrado Técnico	CT
Concentrado Emulsionable	CE
Emulsionable	E
Suspensión Acuosa	SA
Suspensión concentrada	SC
Suspensión en cápsulas	S Cáp.
Concentrado soluble	CS
Polvo soluble en agua	PSA
Líquido miscible en agua	LMA
Granulado soluble en agua	GSA
Tabletas de liberación controlada	TLC
Fibras de liberación controlada	FLC
Polvo humectable	PH
Granulado dispersable en agua	GDA
Polvo dispersable en aceite	PDA
Polvo para espolvoreo	PPE
Granulado	G
Aceite para cubrimientos	APC
Adherentes	A
Tensoactivos	T
Acarreadores	A
Diluyentes	D
Polvo para tratamiento de semillas en seco	PTS
Suspensión concentrada para tratamiento de semillas por vía húmeda	SCTS
Solución desinfectante de semillas	SDS
Polvo en suspensión para desinfección de semillas por vía húmeda	PSDS
Pildoras y tabletas para fumigación	PTF
Gas para fumigación en envase a presión	GFP
Cebo preparado	CP
Cebo granulado	CG
Cebo en bloques	CB

Determinación de Deltametrina (C.G.L. - D.C.E.)
Determinación de Diazinón (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Dimetoato (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Dicrotofos (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Dinoseb (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Disulfoton (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Ditiocarbámicos (Por desprendimiento del
disulfuro de carbono)
Determinación de Diurón (I.R.)
Determinación de Endosulfan (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Estreptomicina (U.V.)
Determinación de Fenvalerate (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Fosforo Total (volumetría)
Determinación de Fosforo de Aluminio (Por evolución de la
fosfina)
Determinación de Foxim (I.R.)
Determinación de Herbicidas Hormonales 2,4-D (Acido-Base)
Determinación de Lindano (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Linurón (I.R. y C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Malatión (Colorimétrico y C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Metalaxil (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Metamidofos (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Metidatión (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Metribuzina (I.R. y C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Mevinfos (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Naled (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Napropamida (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Nitrógeno Total método de Kjeldahl
Determinación de Oxitetraciclina (colorimetría)
Determinación de Oxadixil (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Paraquat (U.V.)
Determinación de Paratión Etílico (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Paratión Metílico (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Penconazole (C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Propanil (C.G.L. - D.I.F. - U.V.)
Determinación de Quintoceno (U.V. y C.G.L. - D.I.F.)
Determinación de Terbutrina (C.G.L. - D.I.F.)

Determinación de Thiram (U.V. - I.R.)

Determinación de Triadimefon (C.G.L. - D.I.F.)

Determinación de Trifluralina (C.G.L. - D.I.F.)

Determinación de Trimetacarb (C.G.L. - D.I.F.)

Determinación de Warfarina (U.V.)

Sinonimias

Referencias Bibliográficas

METODO DE MUESTREO PARA PLAGUICIDAS FORMULADOS LIQUIDOS
EN POLVO Y EN GRANULOS *(6)

1 GENERALIDADES Y DEFINICIONES

1.1 Generalidades

i.1.1 Objeto

El objeto del instructivo es unificar los criterios a seguir en los procedimientos de muestreo para plaguicidas y definir los términos propios del muestreo así como algunos otros de carácter complementario.

1.1.2 Alcance

Este instructivo abarca el muestreo de productos plaguicidas técnicos y formulados que se presentan en forma de líquidos, polvos y gránulos.

1.2 Definiciones

1.2.1 Términos de muestreo propiamente dicho

1.2.1.1 Unidad de producto

Para los efectos de este instructivo si el producto se presenta como sólido, es el kg, si es líquido, es el litro ó el kg.

1.2.1.2 Espécimen

Es cada una de las porciones de producto extraídas para formar la muestra representativa. Todos los especímenes de determinado muestreo deben tener la misma cantidad de producto y ésta, en ningún caso, será menor que la unidad de producto.

Cada espécimen se tomará de una unidad de producto o de un conjunto de unidades de producto. En el método de muestreo de cada producto vendrá especificado el número de especímenes a tomar y la forma en que se seleccionarán las unidades de producto de las cuales se crearán los especímenes.

1.2.1.3 Muestra representativa

Es el conjunto de especímenes, mezclados de tal manera que formen una muestra homogénea.

1.2.1.4 Muestra representativa reducida

La muestra representativa (1.2.1.3) se reduce, por partimientos sucesivos hasta aproximadamente 1 kg. Cada una de las porciones de 250 g de la muestra anterior, debidamente homogenizada, constituye una muestra representativa reducida. En el caso de los polvos y gránulos se obtiene por cuarteo.

1.2.1.5 Muestra para análisis

Es la porción extraída de la muestra representativa reducida (1.2.1.4) suficiente para llevar a cabo un método de prueba.

1.2.2. Términos de la transacción comercial.

1.2.2.1 Pedido

Es la cantidad total de producto o de productos motivo de una transacción comercial.

1.2.2.2 Partida

Es una de las partes de un pedido y está constituida por una cantidad de producto de un mismo tipo o subtipo y grado de calidad.

1.2.2.3 Remesa

En la cantidad total de producto o productos entregados de una sola vez. Puede ser parte de un pedido, de una partida o de un conjunto de pedidos.

1.2.2.4 Lote

Cuando el producto natural, fabricado o manufacturado es susceptible de variaciones en su calidad, tenga un tiempo límite para su empleo o se requiera una fácil identificación, es conveniente el uso del término lote que es la cantidad total de producto extraído, fabricado o manufacturado bajo las mismas condiciones y dentro de un determinado período de tiempo. El concepto de lote es independiente del de partida y remesa; una partida puede ser parte de un lote o bien puede estar constituida por va-

rios lotes.

1.2.2.5 Unidad de envase

Es la forma física del envase en que se presenta el producto: frascos, botellas, garrafones, latas, paquetes, cajas, cuñetes, sacos y tambores etc.

No se consideran unidades de envase a los recipientes que se usan para almacenar o transportar líquidos o productos a granel tales como tanques de almacenamiento, camiones, pipas, carros tanques, carros de ferrocarril, góndolas, barcazas y barcos etc.

2 APARATOS Y EQUIPO

Los aparatos o equipos empleados en el muestreo pueden ser de cualquier diseño y material con tal de que con ellos sea posible tomar los especímenes y reducir la muestra en la forma indicada en los procedimientos de muestreo correspondientes. En líneas generales deben cumplir con los requisitos siguientes: que no se corroan en el medio del producto en que se van a usar, estar limpios, secos y en buen estado. En ninguna forma deben poder contaminar la muestra. (ver observación 4.1.1).

2.1 Para tomar los especímenes

2.1.1 Para líquidos en reposo y en movimiento

2.1.1.1 Recipientes apropiados

2.1.1.2 Sonda apropiada para líquidos

2.1.1.3 Pipetas

2.1.1.4 Equipos especiales, manuales, semiautomáticos y/o automáticos.

2.1.2 Para polvos y gránulos envasados o a granel

2.1.2.1 Recipientes apropiados

2.1.2.2 Sondas apropiadas para sólidos

2.1.2.3 Copas para productos en bandas transportadoras

2.1.2.4 Palas

2.1.2.5 Equipos especiales, manuales, semiautomáticos y/o automáticos

2.2 Para preparar las muestras representativas y las muestras representativas reducidas.

- 2.2.1 Recipientes apropiados
- 2.2.2 Reductor de muestras con accesorios
- 2.2.3 Equipos reductores de tamaño de partículas: quebrador, molino, pulverizados, mortero, etc. según sea el caso
- 2.2.4 Tamices con mallas de abertura apropiada
- 2.2.5 Pala
- 2.2.6 Tela de hule o ahulada
- 2.2.7 Espátula

3 PROCEDIMIENTO

3.1 Generalidades

Se distinguen 3 etapas fundamentales: Forma de especímenes y preparación de la muestra representativa, reducción de la muestra representativa hasta llegar a las muestras representativas reducidas y preparación de la muestra para análisis.

En el caso en que la cantidad total de producto sea del orden de 1 kg se suprime el primer paso; si es del orden de 250 g se suprimen los dos primeros pasos.

3.2 Recomendaciones previas

3.2.1 Sobre seguridad

Según sean las características o propiedades de cada producto en particular, se usará el equipo de seguridad conveniente y se observarán las medidas y procedimientos de seguridad más apropiados.

3.2.2 Sobre el lugar y momento de la toma de especímenes

Con el propósito de evitar dificultades insuperables en el muestreo de productos a granel en cantidades superiores a 50 toneladas métricas, y para disminuir costos y poder obtener una muestra verdaderamente representativa, deberá efectuarse el muestreo

en el lugar y momento adecuado, previo acuerdo entre comprador y vendedor que será de preferencia en el momento de la carga o descarga del producto.

3.2.3 Sobre la uniformidad y segregación

En todos los casos, especialmente en el caso de polvos y gránulos, es conveniente tomar una muestra previa, al azar a fin de tener una idea del grado de uniformidad del producto y determinar si hay segregación. Si la heterogeneidad o segregación no rebasan los límites establecidos en la norma de calidad se procederá al muestreo tomando las precauciones lógicas del caso.

3.2.4 Sobre medidas de carácter particular

3.2.4.1 En el caso de productos líquidos que se muestreen a temperatura diferente de la ambiente, cabe dejarse el muestreador sumergido durante el tiempo necesario para que alcance la misma temperatura que el producto. Si el líquido está en movimiento los ductos y accesorios del sistema de muestreo deberán estar debidamente aislados o disponer de un sistema adecuado de calentamiento o refrigeración.

3.2.4.2 Al muestrear líquidos en movimiento, si se hace en forma continua, el ajuste del sistema se hará al comenzar la transferencia y no deberá cambiarse durante el período de toma de muestra; si se hace a intervalos regulares, se deberá drenar el sistema, cada vez, durante el tiempo que asegure la ausencia de contaminación.

3.2.4.3 Según sean las características o propiedades de cada producto en particular, deberán tomarse una serie de medidas específicas las cuales vendrán implícitos en la norma de calidad correspondiente o que lógicamente se desprenderán de las características propias del producto.

3.2.5 Sobre el personal

La condición indispensable para lograr un buen muestreo que las personas encargadas de ello conozcan el procedimiento, estén lo suficientemente entrenadas y sean responsables en su trabajo.

3.3 Toma de los especímenes y preparación de la muestra representativa.

3.3.1 En líquidos, polvos y gránulos envasados

Se consideran como productos envasados aquellos que están contenidos en recipientes de hasta 200 kg o litros de capacidad. El número de especímenes que hay que tomar está determinado por la cantidad de unidades de producto (kg ó l) y viene indicado en la Tabla 1. Cada espécimen se tomará de una unidad de envase distinta y estas se seleccionarán al azar. Los muestreadores serán del tipo y tamaño más adecuado al producto y al tipo y forma de los envases. Antes de la toma de un espécimen se homogenizará, lo mejor posible, el contenido del envase.

3.3.1.1 Cuando el número de especímenes indicado en la Tabla para determinada cantidad de unidades de producto sea superior al número de envases, se dividirá el número de especímenes a tomar por el número de envases el que se presenta el producto y el número resultante, redondeado al número entero más próximo, será el número de especímenes que se tomarán de cada envase. Si el producto es líquido, se homogenizará el contenido de cada uno de los envases y se tomará un solo espécimen de cada uno de ellos.

3.3.1.2 Cuando el contenido de cada unidad de envase sea menor que la unidad de producto, se tomará el número de especímenes indicado en la Tabla 1 como número de kg ó l, se seleccionarán al azar el número de envases necesarios para reunir esta cantidad de producto y la mezcla uniforme del contenido de los envases seleccionados constituirá la muestra representativa.

3.3.2 En polvos y gránulos a granel

Se consideran como productos a granel aquellos que se presentan en forma distinta a la señalada en 3.3.1 para productos envazados. El número de especímenes que hay que tomar está determinado por la cantidad de unidades de producto (kg ó l) y viene indicado en la Tabla I. Para determinar el lugar de la toma de cada espécimen es necesario considerar dos casos.

3.3.2.1 El producto está en reposo

En este caso, si la cantidad total de producto es mayor de 50 toneladas métricas, hay que observar las recomendaciones dadas en 3.2.2 y, en el caso en que no existe mas alternativa que la de muestrear en el lugar y momento adecuado, se procederá de la manera más conveniente según las circunstancias. Si la cantidad total de producto es de aproximadamente 50 toneladas métricas o menor, se procederá en la siguiente forma:

Se distribuirá el producto de tal manera que presente una profundidad de aproximadamente el largo de la sonda muestreadora y una superficie lo más uniforme posible se trazarán, imaginariamente o prácticamente., las líneas necesarias para dividir la superficie total de productos en tantas partes de igual área como el número de especímenes indicados en la Tabla I. De cada una de estas areas se sacará un espécimen vertical con la sonda o bien, si no se desea usar este aparato, se tomarán especímenes de igual peso y representativos de cada volumen delimitado por las areas marcadas, mediante cualquier otro tipo de aparato o equipo.

3.3.2.2 El producto está en movimiento

Se entiende que un producto sólido está en movimiento cuando durante la fase final del proceso de fabricación o durante las operaciones de carga y descarga, el producto se maneja mediante bandas transportadoras, palas mecánicas, carretillas, palas manuales, etc. El número de especímenes que hay que tomar está determinado por la cantidad de unidades de productos (kg ó l) y viene

indicado en la Tabla I. La toma de espécimen se hará en la siguiente forma: Se dividirá la cantidad total de producto entre el número de especímenes a tomar (indicando en la Tabla I) y, cada vez que la cantidad resultante de la anterior división pase por el punto de muestreo se tomará un espécimen.

3.3.3 En líquidos no envasados

Se consideran líquidos no envasados aquellos que se presentan en forma distinta a la señalada en 3.3.1. para productos envasados se deben considerar dos casos:

3.3.3.1 Líquidos en reposo

Si el recipiente es de sección horizontal constante, se dividirá la altura de líquido en tres porciones y se tomarán 3 especímenes de la parte media del tercio superior, 4 de la parte media del tercio central y 3 de la parte media del tercio inferior.

Si el recipiente es cilíndrico horizontal, el número de especímenes que se deben tomar en cada tercio y la altura precisión de muestreo vienen dados en la Tabla II.

En cualquiera de los casos, los especímenes se toman introduciendo un frasco muestreador cerrado hasta la altura de muestreo deseada, se acciona el sistema de apertura, se deja llenar, se saca y se vierte su contenido en el recipiente de la muestra representativa.

Si se tiene la plena seguridad de que el líquido está perfectamente homogenizado, se puede tomar un solo espécimen en cada recipiente mediante una sonda para líquidos o bien introduciendo un frasco muestreador cerrado hasta el fondo, accionar el mecanismo de apertura y sacarlo a una velocidad tal que quede lleno en sus tres cuartas partes.

Si se tiene un recipiente con varios compartimientos y se quiere obtener una muestra representativa de todos ellos, se debe muestrear cada compartimiento como se indica en 3.3.3.1 y mezclar cantidades proporcionales al volumen que existe en cada compartimiento para obtener la muestra representativa.

3.3.3.2 Líquidos en movimiento

Se entiende que un líquido está en movimiento cuando durante la parte final del proceso de fabricación o durante las operaciones de carga y descarga, el producto viaja por tuberías o ductos. El número de especímenes que hay que tomar está determinado por la cantidad de unidades de producto (kg ó l) y viene indicado en la Tabla 1.

La toma de especímenes se hará de la siguiente forma, se dividirá la cantidad total de producto entre el número de especímenes a tomar y cada vez que la cantidad resultante de la anterior división pase frente al punto de muestreo se tomará un espécimen.

Otro procedimiento que puede usarse para obtener la muestra representativa es tomar en forma continua y uniforme, una parte del flujo durante todo el tiempo que dure el paso del líquido frente al punto de muestreo. Si hay variaciones de flujo en la línea principal, tendrá que variarse proporcionalmente el flujo para la muestra y, en este caso, solo un dispositivo automático puede asegurar una toma de muestra correcta.

3.3.4 Preparación de la muestra representativa

Se prepara mezclando todos los especímenes de forma tal que la mezcla resultante sea lo más uniforme posible. En el caso de sólidos que presenten aglomeraciones o trozos, la cantidad de producto resultante de la mezcla de los especímenes debe triturarse para que pese toda a través de una malla de 325 micras de abertura (ver observación 4.1.3.).

3.4 Preparación de las muestras representativas reducidas

En el caso de líquidos se homogeniza la muestra representativa y se toman 4 porciones de aproximadamente, 250 ml cada una.

En el caso de polvos y gránulos se obtiene reduciendo, por partimientos sucesivos o cuarteo, la muestra representativa hasta llegar a 4 porciones de aproximadamente, 250 g cada una.

El partimiento y, a veces, el cuarteo se hacen con equipos especiales. El procedimiento de cuarteo manual consiste en formar con el producto un cono truncado y dividirlo en cuatro porciones iguales; se desechan los cuartos opuestos y los dos restantes se mezclan para repetir la operación hasta llegar a una cantidad de, aproximadamente, 1 kg. La cantidad de producto resultante se muele y se pasa en su totalidad por una malla de 325 micras de abertura (ver observación 4.1.3), se mezcla perfectamente, se forma un cono truncado y éste se divide en 4 porciones de producto iguales.

Las cuatro porciones obtenidas, sean líquidos o sólidos, se envasan en recipientes apropiados que se cierran herméticamente y se sellan. Se destinarán en la forma siguiente: 2 para el vendedor, 1 para el comprador y 1 para caso de tercera.

3.5 Preparación de las muestras para análisis

Las muestras para análisis se toman de las muestras reducidas representativas después de que estas hayan sido perfectamente homogenizadas. En el caso de productos sólidos que sean difíciles de homogenizar, las muestras para análisis se tomarán mediante cuarteos de la muestra reducida representativa.

En los casos en que los métodos de prueba contengan indicaciones específicas para este paso, éstas se seguirán cuidadosamente.

4 APENDICE

4.1 Observaciones

4.1.1 Los aparatos y equipo son de las más diversas formas y materiales por lo que no es conveniente describir cada uno de ellos.

4.1.2 Cuando la cantidad total de unidades de producto (kg ó l) sea mayor de 1,000.000 se tomará un número de especímenes igual a la raíz cúbica del número total de unidades de producto.

4.1.3 El tamiz con malla No. 325 micras de abertura corresponde a un tamaño de partícula de 44 micras. El tamiz con malla No. 200 micras de abertura corresponde a un tamaño de partícula de 74 micras, y el tamiz No. 40 corresponde a un tamaño de partícula de 420 micras.

4.1.4 En la elaboración del presente instructivo se siguió un criterio estadístico, pero en los casos en que la aplicación de este criterio no es práctico se decidió seguir criterios diferentes que fueron lógicos y realizables. Es indudable que se pueden presentar situaciones no previstas en este instructivo y entonces se deberá proceder, previo acuerdo entre comprador y vendedor de la manera más conveniente y práctica, siguiendo criterios lógicos y honestos para el buen resultado del muestreo.

T A B L A I

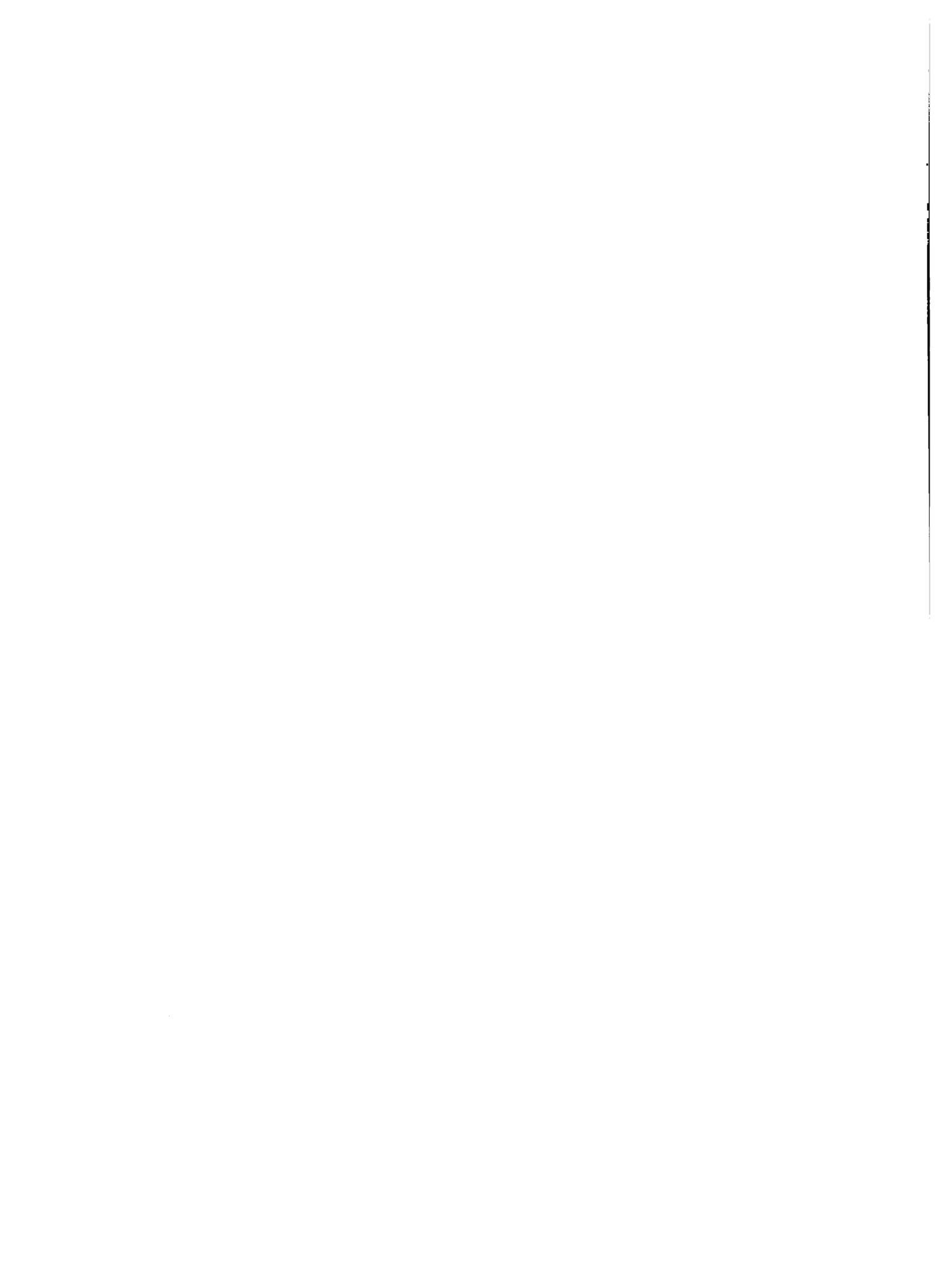
NUMERO DE ESPECIMENES QUE HAY QUE TOMAR SEGUN EL CUADRO DE UNIDADES DE PRODUCTO. PARA POLVOS Y GRANULOS, ENVASADOS Y A GRANEL Y PARA LIQUIDOS ENVASADOS Y EN MOVIMIENTO.

NUMERO DE UNIDADES DE PRODUCTO	NUMERO DE ESPECIMENES A TOMAR
1	1
2	2
3	3
4-64	4
65-125	5
126-216	6
217-343	7
344-512	8
513-729	9
730-1000	10
1001-1331	11
1331-1728	12
1729-2197	13
2198-2744	14
2745-3375	15
3376-4096	16
4097-4913	17
4914-5832	18
5833-6859	19
6860-8000	20
8001-15625	25
15626-27000	30
27001-42875	35
42876-84000	40
84001-91125	45
91126-125000	50
125001-216000	60
216001-512000	80
512001-1000000 (ver inciso 4.1.2)	100

T A B L A II

INSTRUCCIONES DE MUESTREO EN TANQUES CILINDRICOS
HORIZONTALES

ALTURA DEL LIQUIDO % DEL DIAME- TRO	ALTURA DE MUESTREO % DEL DIAMETRO ARRIBA DEL FONDO			NUMERO DE ESPECIMENES A TOMAR PARA FORMAR LA MUESTRA REPRESENTATIVA		
	Sup.	Media	Inf.	Sup.	Media	Inf.
100	80	50	20	3	4	3
90	75	50	20	3	4	3
80	70	50	20	2	5	3
70	-	50	20	-	6	4
60	-	50	20	-	5	5
50	-	40	20	-	4	6
40	-	-	20	-	-	1
30	-	-	15	-	-	1
20	-	-	10	-	-	1
10	-	-	5	-	-	1



ANALISIS FISICOS

* (4,6,8,9)

Por medio de estos análisis se verificará el comportamiento de los productos formulados así como de los inertes que los constituyen entre los cuales se encuentran los siguientes: color, adherencia, estabilidad en el manejo, pH, suspensibilidad, densidad aparente, aspecto general etc.

A continuación se indican los análisis principales y los productos que deberán reunir estas características.

1. Aspecto General. (Todas las presentaciones)

Esta determinación se hace mediante una inspección ocular vigilando que el producto tenga una buena apariencia, que el color sea uniforme, no deberá contener materias extrañas visibles o agregados duros.

2. Pruebas de Humectabilidad (P.H.)

Este método describe el procedimiento para determinar el tiempo en que se moja totalmente un polvo humectable. Una cantidad de polvo es vertido en agua normalizada en un vaso de precipitados de altura y volumen especificados, y se determina el tiempo en que el polvo queda completamente mojado.

Materiales: Probeta graduada de 250 ml.

Vaso de precipitados de 250 ml.

Sistema de vacío

Trampa de succión

Agua tipo "D"

Procedimiento.- Se pesan 5 g. de polvo, se adicionan a un vaso de precipitados de 250 ml. que contenga 100 ml. de agua tipo "D" de 342 ppm de dureza como Ca CO_3 .

Valoración.- Se mide el tiempo a partir de que el polvo se pone en contacto con el agua hasta que la muestra quede húmeda totalmente.

Resultados.- El tiempo transcurrido en segundos. Será el tiempo de humectabilidad y se reporta como tal. Deberá quedar completamente mojado en menos de 60 seg.

3. Homogeneidad (P.SA, PH, PDA, PPF, A, PTS, D)

Materiales: Espátula
Papel filtro
Guantes desechables

Procedimiento.- Se pesan aproximadamente 10 g. de polvo y se vierten sobre una superficie limpia y lisa (mesa de trabajo), con la espátula se ejerce presión, se desliza sobre la muestra y se verifica que el polvo compactado sea homogéneo, esto es que no contenga grietas o diferencias de color, etc.

Resultados.- Se evalúa como satisfactorio o se reporta la anomalía que se haya encontrado.

4. Densidad aparente y Densidad compactada (PSA, PH, PDA, PPE, A, PTS, D)

Definición.- La densidad aparente y la densidad compactada de un polvo se determina en un recipiente apropiado para medir volumen, cuando una cantidad especificada de polvo es sometida a vibraciones mecánicas, o golpeando contra una superficie bajo condiciones establecidas.

Materiales: Probeta de 100 ml. con tapón esmerilado
Espátula
Balanza granataria

El polvo es colocado dentro de una probeta de vidrio graduado de una longitud dada, vaciar la muestra y medir el volumen sin compactar -- (Densidad aparente), después se golpea la misma probeta dejandola caer en posición vertical en una superficie plana dentro de un rango de 2-5 cm de altura de la base al extremo inferior de la probeta, la operación se deberá repetir por lo menos 50 veces y es medido el volumen final del polvo (Densidad compactada).

Procedimiento.- Se pesan 50 g. de muestra y se vierten en una probeta de 100 ml. Para determinar densidad aparente se mide el volumen que ocupa el polvo sin compactar, y para valorar la densidad compactada se golpea la misma probeta sobre la superficie de la mesa de trabajo y se mide el volumen cuando ya no varíe el mismo.

Valoración.- Se miden los volúmenes ocupados por los 50 g. y se reportan en g/cm^3 .

Resultados.- Se reportan los volúmenes encontrados en g/cm^3 .

5. Ensayo de Tamiz (SC, PSA, GSA, PH, GDA, PDA, PPE, G, A, PTS, SCTS, PSDS, SCap, SA).

El ensayo de tamiz consiste en la separación de un polvo en fracciones de diferentes rangos de tamaño de partículas por medio de un tamiz especificado o serie de tamices dependiendo de la formulación.

El tamizado se realiza a) En seco por un proceso de agitación mecánica - o manual. b) En húmedo por lavado del material (bajo el chorro de agua de la llave) y tratarlo con un agente humectante si es necesario.

El método a usar en el ensayo se proporcionará en las especificaciones - para el material que va a ser tratado y se darán las condiciones si se aplica el método en húmedo o en seco.

Materiales.-

1. Malla de 400 mu
1. Malla de 325 mu
1. Malla de 200 mu
1. Malla de 60 mu
1. Malla de 40 mu
1. Balanza granataria

Procedimiento.-

La malla de 400 se utiliza para emulsiones líquidas y suspensiones acuosas, malla 325 para polvos humectables, malla 200 en polvos para espolvoreo y las mallas 60 y 40 para granulados.

Se pesan 20 g. de muestra y se coloca la malla correspondiente, bajo el chorro de agua de la llave y se agrega de 5 a 10 ml. de detergente líquido solo cuando el producto presente cierta dificultad al pasar por la malla se retira del chorro de agua hasta que ya no pase libremente la formulación a través de la malla.

Cálculos y resultados. Una vez tamizado el polvo a través de la malla, se pasa cuantitativamente el polvo restante a un papel filtro del -- No. 42 previamente pesado y se coloca en una estufa a 100°C hasta peso constante, y determinar de la siguiente forma el porcentaje de finura:

CALCULOS:

$$\% \text{ finura} = 100 - \frac{(\text{peso del papel c/m} - \text{Peso del papel s/m})}{\text{Peso de la muestra}} \times 100$$

Resultados:

Deberán de pasar entre un límite de 95-98% por las mallas especificadas para cada producto o deberá cumplir con el % de finura garantizado por el fabricante.

6. Suspensibilidad (SC,SCap, PSA,GSA,GDA,PH,SA)

La suspensibilidad es definida como la cantidad de ingrediente activo suspendido en un medio acuoso después de un tiempo establecido de reposo en una probeta de altura específica expresada como un porcentaje de ingrediente activo en suspensión.

Una suspensión de un polvo dispersable de concentración conocida en agua normalizada tipo D preparada en una probeta de volumen conocido, en un baño de agua a una temperatura constante que deberá permanecer alejada de todo tipo de vibraciones o movimientos mecánicos por el tiempo especificado las 9/10 partes de la parte superior son succionadas y el contenido del ingrediente activo o sea la 1/10 partes en el fondo es analizado, así el contenido de las 9/10 partes restantes en suspensión puede ser calculado. El método es recomendado para suspensiones conteniendo arriba del 1% de ingrediente activo pero no es necesariamente aplicable para suspensiones de alta concentración.

Materiales:

1. Balanza analítica
1. Probeta de 250 ml.
1. Baño a temperatura constante \pm 30°C
1. Termómetro

Agua de dureza conocida tipo "D"

Sistema de vacío

Procedimiento.-

Se pesan 0.625 g. del producto formulado y se adicionan a un vaso de precipitados de 250 ml. que contengan 50 ml. de agua tipo "D" y se agita con movimientos circulares por 2 minutos, se vierte cuantitativamente a una probeta de 250 ml. usando agua tipo "D" llevar a volumen, tapar el extremo superior de la probeta y dar 30 vueltas de campana, colocar la probeta en el baño maría de 30°C durante 30 minutos. Desechar la parte superior por medio de succión (9/10 partes del volumen total).

Cálculos y resultados.-

Para obtener el porciento de suspensibilidad, se determina el ingrediente activo de la 1/10 parte remanente en la probeta y se calcula con la siguiente fórmula (esta fórmula es aplicable para formulaciones que tengan buenas propiedades de suspensión).

$$\text{Suspensibilidad} + \frac{10}{9} \times 100 \frac{(C-Q)}{C} = 111 \frac{(C-Q)}{C} \%$$

Donde:

C = Cantidad de ingrediente activo en la muestra tomada
que se obtiene con la siguiente operación $C = \frac{ab}{100}$

a = Porciento de ingrediente activo en la muestra analizada antes o después de la prueba de almacenamiento acelerado.

b = Peso de la muestra tomada para los 250 ml. de suspensión (0.625 g)

Q = Cantidad de ingrediente activo analizado en los 25 ml. remanentes de la probeta.

Resultados:

El % de suspensibilidad deberá ser el garantizado por el fabricante.

7. Estabilidad de la Emulsión (CE, E).

Este método es aplicable para productos emulsionables con los cuales se hace una dilución en agua normalizada de dureza tipo "D" para formar una emulsión.

Procedimiento del método:

Se mezcla un volumen de concentrado emulsionable (5 ml) con agua normalizada para llevar a un volumen final de 100 ml. de emulsión acuosa. La estabilidad se determina en un baño maría a temperatura constante, el resultado es en terminos de la cantidad de acéite libre o línea crema, los cuales se forman mientras la emulsión se deja reposar sin vibraciones o movimientos mecánicos que modifiquen la estabilidad esperada en lapsos de tiempo de un total de 24.5 horas en los que se analiza visualmente.

Material.-

1. Probeta graduada de 100 ml. con tapón esmerilado
 1. Baño a temperatura constante $\pm 30^{\circ}\text{C}$
 1. Pipeta de 5 ml.
 1. Termómetro
- Agua normalizada tipo "D"

Procedimiento.-

Medir 5 ml. de muestra y vertir en la probeta que contenga 95 ml. de agua de dureza tipo "D" 342 ppm como CaCO_3 observar la difusión en el medio, dar 10 vueltas de campana y dejar en baño de agua a 30°C tomar la lectura en ml. en el fondo o en la parte superior de la emulsión o si hay separación de aceite se registra el volumen por separado a los 30 minutos, a las 2 horas y a las 24 horas, después de las 24 horas se hace la reemulsión con 10 vueltas de campana y media hora después o a las 24.5 horas se tomará una nueva lectura, observando las propiedades de reemulsificación.

Cálculos y resultados:

Se valora la prueba observando la difusión del producto en el medio acuoso, la estabilidad de la emulsión de acuerdo al sedimento presente a la media hora no deberá de tener más de 2 ml. de línea crema, después

9. Estabilidad a baja temperatura (MT, CE, LS, CT, CS).

El volumen de una muestra líquida en un tubo graduado de centrifuga --- se somete a temperatura de 0°C por una hora, se anota el volumen de material extraño, sólido o aceitoso.

El almacenaje se continua por 7 días, si hay algún material extraño es - separado por centrifugación y anotado el volumen encontrado.

Materiales:

1. Tubo de centrifuga graduado de 10 ml.
1. Congelador a temperatura de 0°C
1. Termómetro con escala de 0-100°C

Procedimiento:

Se mide 10 ml. del material y se almacena a 0°C durante 7 días.

Cálculos y resultados:

El volumen de sólido o líquido que se separe no deberá ser mayor de 0.3 por ciento.

10. Prueba de almacenamiento acelerado (CE, SA, SO, STS, CT, E, SC, CA, SCTS, PSDS).

El objeto de esta prueba es el de acelerar el envejecimiento de una -- muestra por calentamiento en el laboratorio. No se han encontrado eviden cias que indiquen el porque de un producto que se haya degradado por este ensayo, tenga una vida de anaquel satisfactoria (de por lo menos 2 - años).

Esta prueba nos provee de una guía del comportamiento de productos que - estan en almacenamiento en lugares con climas de altas temperaturas (como son zonas tropicales o climas muy calidos). Sin embargo el producto pue- de pasar la prueba y no tener resultados satisfactorios en el campo.

Material:

1. Estufa con control de temperatura de 0 a 100°C
1. Termómetro con escala entre 0 a 100°C
1. Probeta de 100 ml. con tapón esmerilado

Procedimiento:

Se toman 100 ml. del producto en una probeta, se almacenan en la estufa a 50 + 20°C durante 14 días.

Cálculos y resultados:

Los productos sometidos a esta prueba deberán seguir ajustándose a todas las pruebas de las cláusulas anteriores y para considerarlos aceptables, no deberán modificar sus propiedades físicas y su contenido de ingrediente activo.

Los factores para establecer las condiciones de temperatura y tiempos -- para la prueba de almacenamiento acelerado los puede establecer cada fabricante o formulador previo acuerdo con esta institución. Si estas no son proporcionadas se tomarán las especificaciones señaladas anteriormente.

11.- Determinación del porcentaje de volatilización y sólidos totales (S,A,SC,SCap, PDA,SCTS, PSDS).

Material:

Estufa

Mufla

Balanza analítica

Cápsulas de porcelana

Desecador

Procedimiento:

Pesar 10 g. de muestra en la cápsula puesta a peso constante y colocarla en la estufa a 100°C por un tiempo de 2 horas. Después colocarla en un desecador para poner a peso constante y pesarse.

Cálculos y resultados:

$$\% \text{ Sólidos totales} = \frac{g \times 100}{W}$$

En donde: g= Peso de sólidos totales en gramos

W= Peso de la muestra en gramos

% Volatilización = 100- % de sólidos totales

12.- Determinación del porcentaje de cenizas (SA,PDA,SCap, SCTS,PSDS)

Colocar la cápsula de porcelana conteniendo los sólidos totales en una mufla y mantenerla a 450°C por espacio de 2 horas. Después colocar en un desecador para enfriarse y pesarse.

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{g \times 100}{W}$$

En donde: g= Peso de cenizas en gramos

W= Peso de muestra en gramos

13.- Determinación de humedad por el método de Dean-Stark (SA,APC,T,SCTS, SDS,PSDS,LMA)

Alcance del método:

El agua en la muestra es determinada formando una mezcla azeotrópica binaria con tolueno y llevada a destilación.

Reactivos:

Xilol o Tolueno anhidros

Aparatos:

Aparato Dean & Stark

Balanza analítica

Matraz de bola o erlenmeyer de 250 ml 24/40

Probeta de 100 ml. con subdivisión de un mililitro

Condensador de 50 cm. de largo 24/40

Procedimiento:

Se pesan 10 g. de muestra y se coloca en el matraz bola o erlenmeyer, se le adicionan 100 ml. de tolueno o xilol. Se coloca el aparato de Dean-Stark al sistema del condensador, se procede a calentar por espacio de una hora o hasta estar seguros que se ha arrastrado toda la humedad, se lee el volumen de agua directamente en el tubo graduado de la trampa.

$$\% \text{ Humedad} = \frac{v \cdot p \cdot x \cdot 100}{W}$$

v = ml. leídos en el aparato Dean-Stark

w = Peso de muestra

p = Densidad del agua a la temperatura ambiente

14.- Determinación del pH de dispersiones acuosas (SA,SO,LM,A,E,SC, APC,T,SCTS,SDS,PSDS).

Material:

Probeta de 100 ml.

Potenciómetro

Procedimiento:

- a) Pese un gramo de muestra original, transfierase a la probeta con aproximadamente 50 ml. de agua, afora a 100 ml. agite vigorosamente por un minuto y lea en el potenciómetro.
- b) Prepare una suspensión equivalente a la suspensión de aplicación en el campo (Vease las recomendaciones de preparación para aplicación del producto que se trate) y determine su pH.

PREPARACION DE ESTANDARES DE AGUAS

DURAS* (4)

SOLUCION PATRON

Solución I Solución de Ca 0.04 M.

Pesar cuidadosamente CaCO_3 (4.0 g) y transferir a un erlen meyer de 500 ml. con un mínimo de agua destilada. Colocar un pequeño embudo de filtración en la boca del frasco y añadir lentamente HCL 1N (82.0 ml. medidos con una bureta) agitar el contenido. Cuando se ha disuelto todo el CaCO_3 diluir aproximadamente a 400 ml. con agua destilada y hervir para eliminar el exceso de CO_2 . Enfriar la solución, añadir rojo de metilo (2 gotas) y neutralizar hasta un color naranja intermedio con NH_4OH 1N, añadir gota a gota. Transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1 litro y aforar con agua destilada. Cuando 1 ml. de esta solución se diluye en 1000 ml. produce una solución que tiene una dureza de 4 ppm expresada como CaCO_3 (nota 1).

Solución II: Solución de Mg 0.04M.

Pesar cuidadosamente MgO 1.613 g. y transferir a un erlen meyer de 500 ml. con un mínimo de agua destilada, colocar un pequeño embudo de filtración en la boca del frasco y añadir lentamente HCL 1N (82 ml. medidos con una bureta). Si es necesario calentar ligeramente para disolver el óxido de calcio, transferir a un vaso de precipitados de 1000 ml. y diluir aproximadamente a 400 ml. con agua destilada y llevar a ebullición (5-10 minutos) para eliminar el dióxido de carbono.

Enfriar y agregar una solución indicadora de rojo de metilo -- (2 gotas) y neutralizar a un color anaranjado intermedio por adición de una solución de $\text{NH}_4 \text{OH}$ 1N, transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1 litro y llevar a volumen con agua destilada almacenar en recipiente de polietileno.

Cuando 1 ml. de esta solución se diluye a 1000 ml. produce una solución que contiene una dureza de 4 ppm expresada como CaCO_3 (Nota 1).

Soluciones de trabajo.-

Agua estándar "A"

Dureza: 20 ppm pH: 5.0 - 6.0 $\text{Ca}^{++} = 1:1$

Pipetear solución I (2.5 ml) y solución II (2.5 ml) en un vaso de precipitados de 1000 ml. y diluir aproximadamente a 800 ml. con agua desionizada. Usando un Zeromatic pH Meter, ajustar pH a 5.0-6.0 -- (Nota 3) añadiendo gota a gota una solución de NaOH o de HCL 0.1N. Transferir la solución cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1000 ml. y aforar con agua desionizada (Nota 2).

Agua estándar "C"

Dureza: 500 ppm pH: 7.0 - 8.0 $\text{Ca}^{++} = 4:1$

Pipetear solución I (100 ml) y solución II (25 ml) en un vaso de precipitados de 1000 ml. y diluir aproximadamente a 800 ml. con agua desionizada. Usando un Zeromatic pH Meter, ajustar pH a 7.0-8.0 añadiendo gota a gota una solución de NaOH 0.1N, transferir la solución cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1000 ml. y aforar con agua desionizada.

Agua estándar "D"

Dureza: 342 ppm pH: 6.0 - 7.0 $\text{C}_a^{++} \text{M}_g^{++} = 4:1$

Tomar con una bureta solución I (68.5 ml) y solución II (17.0 ml) y vertirlos a un vaso de precipitados de 1000 ml. diluir aproximadamente a 800 ml. con agua desionizada. Usando un Zeromatic pH Meter, ajustar pH a 6.0 7.0 añadiendo gota a gota una solución de NaOH 0.1N, - transferir cuantitativamente la solución a un matraz volumétrico de 1000 ml. y aforar con agua desionizada.

Nota I.-

Todas las soluciones de trabajo deben ser almacenadas en recipientes de polietileno y deberán de ser recientemente preparadas antes de su uso, ya que los cationes Ca^{++} y M_g^{++} se pierden en soluciones almacenadas.

Nota 2.-

Es recomendable que se usen aguas desionizadas en la preparación de todas las soluciones de trabajo, ya que el agua puede tener un pH -- menor de 5.0, necesitando adición excesiva de NaOH para el ajuste de pH.

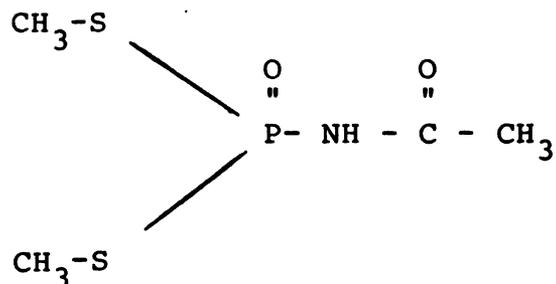
Nota 3.-

Después de su ajuste, el pH deberá encontrarse cerca de la mitad del rango establecido para permitir cualquier ligero cambio de pH en la solución almacenada.

A C E F A T E

Por: cromatografía de gases *(1,9)

Acefate es el nombre común del O,S-Dimetil fosforoamidotioato.
Otros nombres: Orthene, Ortran, es un insecticida registrado con la siguiente estructura química.



Fórmula molecular: $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_3\text{SPN}$

Peso molecular: 182.9

Estado físico y color: Sólido blanco

Punto de fusión: Material técnico 72-80°C

Solubilidad: A temperatura ambiente es soluble 65% en agua menos del 5% soluble en solventes aromáticos, más del 10% soluble en acetona y etanol, soluble en cloruro de metileno.

Equipo y Condiciones:

Columna - OV-225 3% sobre cromosorb W malla 80/100

Detector de Ionización de flama

Temperatura del detector - 255°C

Temperatura de columna - 180°C

Temperatura del inyector - 225°C

Reactivos:

1. Cloruro de metileno grado reactivo analítico
2. Estándar de acephate de pureza conocida

Preparación del Estándar:

Pesar 0.10 g. de estándar en un matraz aforado de 25 ml., disolver con cloruro de metileno y agitar hasta disolver totalmente, aforar y proceder a inyectar.

Preparación de la muestra:

Pesar aproximadamente el equivalente a 0.10 g. de acephate en un matraz aforado de 25 ml. agregar cloruro de metileno y agitar para lograr extraer el ingrediente activo aproximadamente durante 15-30 minutos, aforar el matraz y proceder a inyectar de 3-5 uls. de estándar y muestra de 2 a 3 veces en forma consecutiva hasta obtener una respuesta constante en la altura de los picos y cuantificar por medición de áreas o altura.

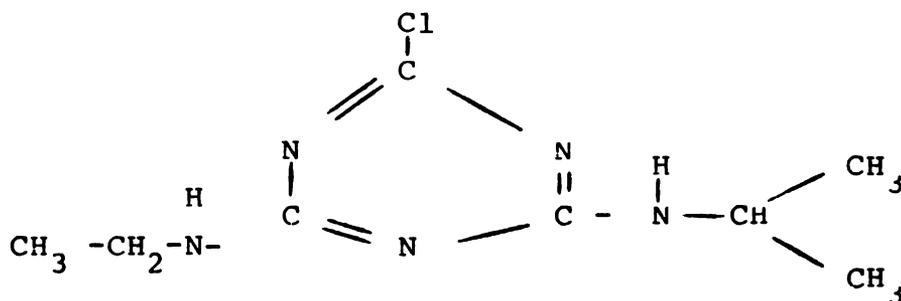
CALCULOS:

$$\% \text{ Acephate} = \frac{\text{Area de la muestra}}{\text{Area del estándar}} \times \frac{\text{Peso del estándar}}{\text{Peso de la muestra}} \times \% \text{ Pureza estándar}$$

DETERMINACION DE ATRAZINA *(1)

Por: Cromatografía Gas-Líquido

Atrazina es el nombre común de 2-cloro-4-etil amino-6-isopropil amino-5-triazina, registrado como herbicida selectivo con la siguiente estructura química.



Fórmula molecular: C₈ H₁₄ Cl N₅

Peso Molecular: 215.7

Punto de fusión: 173 - 175°C

Estado físico y color: Sólido cristalino de color blanco

Solubilidad: 33 ppm en agua a 27°C, 360 ppm en n-pentano 1200 ppm en éter dietílico soluble en cloroformo.

Estabilidad: Estable en condiciones neutras ó ligeramente ácidas o básicas, se hidroliza en medio alcalino o ácidos minerales a altas temperaturas.

Otros nombres: Atrex, Atranex, Gesaprim, Primatol A, Crizosina, --- Azinotox.

Reactivos:

- 1.- Estándar analítico de atrazina de pureza conocida.
- 2.- Estándar de alaclor de pureza conocida opcional como estándar interno a concentración final de 2 mg. de alaclor por ml.
- 3.- Cloroformo grado reactivo analítico.

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama.
- 2.- Columna de vidrio de 1.8 m. de longitud por 2 mm. de D.I. empacada con fase líquida de SE-30 al 5% sobre cromosorb W HP m. 100/120 (o columna equivalente).
- 3.- Jeringa de precisión de 10 ul.
- 4.- Agitador mecánico
- 5.- Material de vidrio de laboratorio

Condiciones de Operación:

Temperaturas:

Columna	-	160°C
Inyector	-	200°C
Detector	-	250°C

Los demás parámetros de operación como atenuación, rapidez o velocidad de la carta deberán ser ajustados por el operador hasta obtener una óptima reproducibilidad.

Procedimiento:

Pesar 0.05 g. de estándar de atrazina en un matraz volumétrico de 50 ml. disolver en cloroformo y llevar a volumen con el mismo solvente, si se cuenta con estándar interno agregarlo por pipeteo en el matraz volumétrico del estándar.

Preparación de la muestra: Pesar una porción de la muestra equivalente a la del estándar, en un matraz volumétrico de 50 ml. agregar 15 ml. de cloroformo reactivo analítico y para materiales sólidos agitar mecánicamente por 30 min. o en forma manual por una hora, filtrar y recibir en otro matraz volumétrico de 50 ml. y llevar a volumen con cloroformo.

Determinación:

Inyectar de 3-5 ul. de estándar y muestra si es necesario ajustar las condiciones del aparato para una completa separación, en un tiempo de retención razonable y altura de los picos de 60-70% de la escala total de la carta.

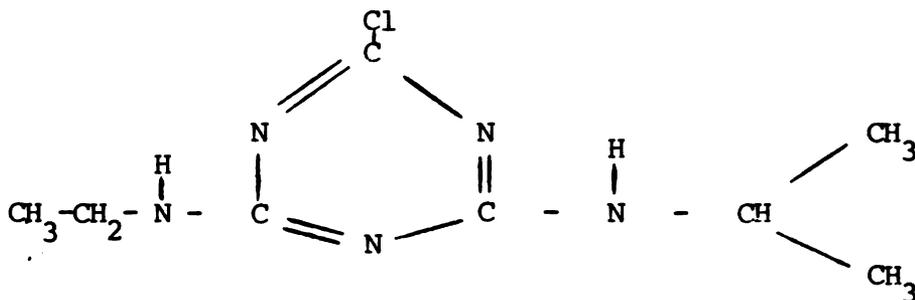
Cálculos: Calcular la concentración por altura o áreas de los picos de estándar y muestra.

$$\% \text{ Atrazina} = \frac{\text{altura pico muestra}}{\text{altura pico estandar.}} \times \frac{\text{conc.muestra}}{\text{conc.estandar}} \times \% \text{ pureza del estandar.}$$



DETERMINACION DE ATRAZINA *(1)

Por: Espectroscopía de Infrarrojo



Nombre Químico: -2-Cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-1,3,5-triazina.

Uso.- Herbicida selectivo

Fórmula condensada.- C₈ H₁₄ Cl N₅

Peso molecular.- 215.7

Punto de fusión.- 173 a 175°C

Propiedades físicas.- Cristales solidos blancos.

Solubilidad: Ligeramente soluble en agua

Soluble en n-pentano, éter dietílico, metanol y acetato de etilo.

Muy soluble en cloroformo 52,000 ppm

Estabilidad.-Estable en medio neutro o ligeramente ácido o básico. Se hidroliza por alcalis o minerales ácidos a altas temperaturas.

Otros nombres.- Atrex, Atramex, Gesaprim, Primatol A.

Formulaciones.- Polvos humectables y suspensiones

Reactivos:

1. Estandar de atrazina de pureza conocida.
2. Cloruro de metileno
3. Sulfato de sodio anhidro

Instrumental y equipo:

1. Espectrofotómetro de Infrarrojo y celdas de NaCl o KBr 0.1 mm
2. Agitador mecánico
3. Centrífuga o aparato de filtración

Procedimiento.-

Preparación del estandar:

Pesar 0.05 g. de Atrazina estándar y aforar con 20 ml del cloruro de metileno, des-

pués disolver con el agitador mecánico.

Adicionar una pequeña cantidad de sulfato de sodio anhidro.

Preparación de la muestra:

Pesar de la muestra un equivalente a 0.125 g. de Atrazina.

Agregue 50 ml. de cloruro de metileno y 1 a 2 g. de sulfato de sodio anhidro. Coloque el matraz aforado en el agitador mecánico por una hora.

Filtre si es necesario teniendo precaución de que no se evapore.

Determinación:

Llenar una celda con cloruro de metileno como referencia y la otra con la muestra ya preparada.

Determine la absorbancia del estándar y la muestra usando el pico a 1585 cm^{-1} (6.31 u) cuya base está a 1675 cm^{-1} (5.97 u).

CALCULOS:

Usando los cálculos de absorbancia y concentración del estándar y de la muestra - calcular el porcentaje de Atrazina de la muestra siguiente:

$$\% \frac{(\text{abs.muestra}) (\text{conc.estándar mg/ml}) (\% \text{ pureza estándar})}{(\text{abs.estándar}) (\text{conc.muestra en mg/ml})} = \% \text{ de Atrazina}$$

DETERMINACION DE AZUFRE LIBRE
EN FORMULACIONES. * (4)

Método volumétrico.-

El azufre se registra como fungicida y acaricida.

Peso atómico = 32.6

Formula - S

Punto de fusión 115°C, punto de ebullición 444°C.

Estado físico y color.- Sólido amarillo, funde a 115°C en un líquido amarillo y viscoso hasta cerca de 160°C, existe en dos formas alotropicas: rombica con punto de fusión de 110°C y monoclinica con punto de fusión de 119°C.

Solubilidad.- Practicamente insoluble en agua, ligeramente soluble en etanol y éter, la forma cristalina es soluble en disulfuro de carbono, mientras la forma amorfa no lo es.

Estabilidad compatible con los otros pesticidas, excepto con aceites de petróleo; lentamente hidrolizado con el agua.

Otros nombres.- Brinston, Flor de azufre (azufre sublimado) azufre de piso (azufre de roca), precipitado de agua.

Valoración de Azufre.-

Procedimiento.- Pesar cuidadosamente muestra suficiente conteniendo -- alrededor de 0.25 g. de azufre, se transfiere a un matraz erlen-meyer de 500 ml. humedeciendo perfectamente la muestra con 25 ml. de etanol y se le añade agua destilada (30-40 ml. bien medida) y 5 g. de sulfito de sodio, se pone a reflujo durante una hora, la muestra por el calentamiento disuelve lentamente el azufre, se agita constantemente para evitar que se proyecte, se deja enfriar y se pasa cuantitativamente a un matraz aforado de 250 ml, se afora con agua destilada mezclandose perfectamente, si es necesario filtrar, se toma una alícuota de 100 ml. se pasa a un matraz erlenmeyer de 500 ml, se le añaden 12.5 ml. de --- formaldehído al 35%, se deja reposar durante 5 minutos, añadirle en seguida 10 ml. de ácido acético al 25%, titular inmediatamente con Iodo 0.1N, usando como indicador almidón.

$$\text{Contenido de Azufre \%} = \frac{0.802 \times T}{W}$$

Donde:

T = ml. I_2 gastados

W = Peso de la muestra

1 ml. 0.1N de Iodo = 0.0032 g. de azufre

Fórmula para corregir el equivalente del azufre.

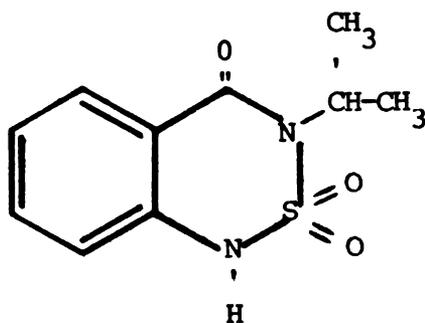
$$\begin{array}{l} 0.1N \quad I_2 \quad \text{—————} \quad 0.802 \text{ (factor)} \\ X N, I_2 \quad \text{—————} \quad X \quad = \quad \text{Factor corregido} \end{array}$$

DETERMINACION DE:

B E N T A Z O N *(9)

Por: Cromatografía Gas-Líquido (D.I.F.)

Bentazon es el nombre común del 3-(1-metil etil)-1H-2,1,3 benzotiadiazin-4(3H)-ona-2,2-dioxido, es un herbicida registrado con la siguiente estructura química.



Fórmula molecular: $C_{10} H_{14} N_2 O_3 S$

Peso molecular: 242

Propiedades químicas: Sólido ligeramente café.

Punto de fusión: 138°C

Reactivos:

1. Acetona grado reactivo analítico
2. Estándar analítico de Bentazon de pureza conocida

Equipo:

1. Cromatógrafo gas-líquido equipado con detector de ionización de flama.
2. Columna de vidrio de 1.5 mts. de longitud y 0.2 mm de D.I. empacada con soporte D C. 200 5% sobre varaport mallas 100/120.

Condiciones de Operación:

Temperatura de la columna	200°C
Temperatura del inyector	225°C
Temperatura del detector	230°C

Las demás condiciones como flujos de gas, atenuación, velocidad - de la carta etc. serán ajustados por el operador de acuerdo al equipo con que se cuente en el laboratorio.

Procedimiento:

Pesar 0.05 g. de estándar analítico en un matraz volumétrico de 50 ml. disolver acetona para productos líquidos y llevar a volumen con el mismo solvente.

Productos sólidos. Pesar el equivalente al estándar analítico en un matraz de 100 ml. agregar 25 ml. de acetona, extraer con agitador mecánico por 0.5 hrs. filtrar en papel filtro en un matraz volumétrico de 50 ml. y llevar a volumen con acetona.

Determinación:

Inyectar de 3 a 5 μ l. de estándar analítico y muestra de 2 a 3 veces en forma consecutiva hasta obtener una respuesta constante de la altura de los picos y cuantificar por medición del área o las alturas.

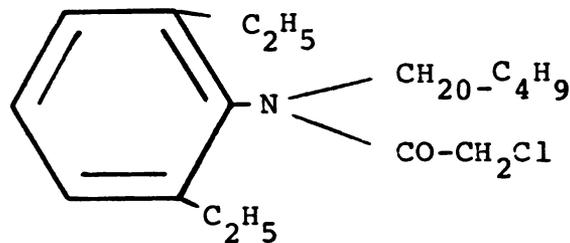
Cálculos:

$$\% \text{ Basagran} = \frac{\text{Altura muestra}}{\text{Altura estándar}} \times \frac{\text{Conc. estándar}}{\text{Conc. muestra}} \times \% \text{ pureza del estándar}$$

B U T A C L O R * (9)

Por: Cromatografía Gas-Líquido

Butaclor es el nombre común de 2-cloro-2',6'-dietil-N-(butoximetil) acetanilida, otros nombres butanex, butanox, lambast, machete, es un herbicida selectivo preemergente registrado con la siguiente estructura química:



Formula molecular: C₁₇ H₂₆ O₂ N Cl

Peso molecular: 311.5

Estado físico: Líquido color ámbar a purpura oscuro

Solubilidad: 23 ppm a 24°C en agua, soluble en alcohol acetona y hexano

Punto de ebullición: 156°C

Reactivos:

- 1.- Estándar analítico de butaclor de pureza conocida
- 2.- Acetona grado reactivo analítico

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama
- 2.- Columna de vidrio silanizada de 1.8 m. de long. x 2 m m. de D.I. empacada con fase líquida OV 17 4% + QF 1 4% sobre cromosorb WHP mallas 100/120
- 3.- Jeringa de 10 uls.
- 4.- Material de vidrio de laboratorio

Condiciones de operación:

Temperaturas

Columna - 215°C
Inyector - 225°C
Detector - 250°C

Los demás parámetros de operación deberán ser ajustados por el operador de acuerdo al equipo con que se cuente en el laboratorio.

Procedimiento:

Preparación del estándar; pesar 0.05 g de estándar analítico en un matraz volumetrico de 50 mls disolver en acetona de 10-15 ml y llevar a volumen con isoctano concentración final de 1.0×10^{-6} g/ul.

Preparación de la muestra; para productos formulados líquidos pesar una cantidad equivalente al ingrediente activo del estándar en matraz volumetrico de 50 mls. disolver en acetona de 10-15 ml y llevar a volumen con isoctano.

Determinación:

Inyectar de 3 a 5 uls de estándar y muestra de 2 a 3 veces en forma consecutiva hasta obtener una respuesta constante de la altura de los picos y cuantificarlos por altura ó área:

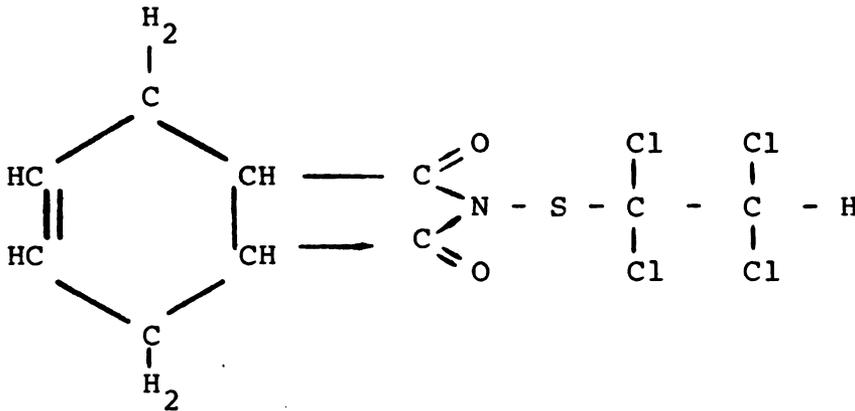
Calculos:

$$\% \text{ Butaclor} = \frac{\text{Altura de la muestra} \times \text{conc. estándar}}{\text{Altura del estándar} \times \text{conc. muestra}} \times \% \text{ pureza del est.}$$

DETERMINACION DE CAPTAFOL *(1)

Por: Espectroscopía de Infrarrojo

Captafol es el nombre común de Cis-N-(1,1,2,2-Tetracloro etil tio)-4-ciclohexano-1,2-dicarboximide, un fungicida registrado que tiene la siguiente estructura química:



Fórmula molecular: C₁₀ H₉ Cl₄ NO₂ S

Peso molecular: 349.1

Punto de fusión: 160 a 161°C

Estado físico: Sólido cristalino blanco; el material técnico es un polvo café claro con un olor característico.

Solubilidad: Practicamente insoluble en agua, ligeramente soluble en la mayor parte de los solventes orgánicos.

Estabilidad: Estable excepto bajo condiciones fuertemente alcalinas, se descompone ligeramente en su punto de fusión.

Otros nombres: Difolatan 50, Solazan 50 PH.

Reactivos:

1. Estándar de Captafol de pureza conocida
2. Cloroformo grado espectro.
3. Sulfato de sodio anhidro.

Equipo:

1. Espectrofotómetro infrarrojo con celdas de NaCl de 0.5 mm de espesor.
2. Agitador mecánico.
3. Centrífuga o aparato de filtración.
4. Material de vidrio de laboratorio.

Procedimiento:

Preparación del estándar: Pesar 0.04 g. de estándar de captafol en un matraz volumétrico de 10 ml, se disuelve y se afora con cloroformo. Añadir una pequeña cantidad de sulfato de sodio anhidro para eliminar la humedad que pudiera tener la muestra. (Concentración final 4 mg/ml). Preparación de la muestra: Pesar una porción de muestra equivalente a 0.4 g. de Captafol en un matraz afora de 50 ml. y afora, agregar unas pocas de perlas de vidrio para ayudar a la agitación y suficiente sulfato de sodio anhidro para absorber toda el agua. Tape el matraz y ponga a agitar vigorosamente en un agitador mecánico durante una hora. Deje reposar, filtre o centrifúge si es necesario hasta obtener una solución clara del cloroformo, tomando precaución para prevenir la evaporación. (Concentración final 8 mg. de Captafol/ml.)

Determinación:

Con cloroformo en la celda de referencia y ajustando óptimamente el aparato de infrarrojo, la lectura del estándar y la muestra se realiza de los 2000 cm^{-1} a 1639 cm^{-1} (5.0 M - 6.5 M).

Determine la absorbancia del estándar y la muestra usando el pico de 1727 cm^{-1} (5.79 M) y la línea base de 1818 a 1639 cm^{-1} (5.5 M a 6.1 M).

Cálculos:

De las absorbancias anteriores y usando las concentraciones del estándar y muestra, calcule el porcentaje de Captafol como sigue:

$$\text{Captafol \%} = \frac{\text{Abs.muestra}}{\text{Abs.estándar}} \times \frac{\text{Conc.muestra en mg/ml}}{\text{Conc. Std. en mg/ml}} \times \% \text{ Pureza}$$

DETERMINACION DE CAPTAN POR
CROMATOGRAFIA GAS - LIQUIDO*(9)

1

El método cromatográfico para la determinación de Captan es aplicable a polvos, polvos humectables y fluoables.

REACTIVOS:

1. Estandar analítico de Captan de pureza conocida
2. Acetona, grado espectro

EQUIPO:

1. Cromatógrafo de gases equipado con un detector de ionización de flama.
2. Columnas de vidrio de 4 pies de longitud y 2 mm. de D.I. empacadas con OV- 17 al 1.5 % + QF-1 al 1.5 % sobre Chromo - sorb W HP 80/100 mallas.
3. Jeringa de precisión de 10 ul.
4. Material de vidrio de laboratorio

CONDICIONES DE OPERACION DEL FID:

Temperatura de la columna	:	160 °C
Temperatura del inyector	:	210 °C
Temperatura del detector	:	220 °C
Gas acarreador	:	Nitrógeno

PROCEDIMIENTO :

1. Preparación del estandar

Pesar \pm 0.05 g. del estandar de Captan en un matraz volumétrico de 50 ml. ; aforar a volúmen con acetona y agitar hasta disolución completa.

2. Preparación de la muestra

Pesar una porción de muestra equivalente a 0.05 g. de ingrediente activo en un matraz volumétrico de 50 ml.; aforar a volúmen con acetona, agitar para extraer.

3. Determinación

Inyectar un volúmen de 3 - 5 ul. del estandar y de la solución problema. Si es necesario ajustar los parámetros para obtener una respuesta óptima y buena reproducibilidad.

CALCULOS

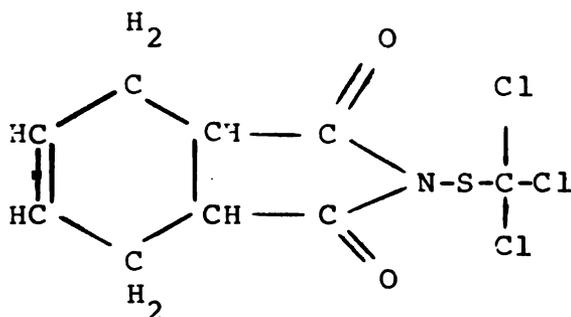
Medir las alturas o áreas de los picos tanto del estandar como de la solución problema y calcular el porcentaje de Captan de la siguiente forma:

$$\% = \frac{\text{Altura del Problema}}{\text{Altura del Estándar}} \times \frac{\text{Conc. del estándar}}{\text{Conc, del problema}} \times \text{Pureza}$$

DETERMINACION DE CAPTAN POR

ESPECTROSCOPIA INFRARROJA * (1)

Captan es el nombre común de cis-N-(Triclorometil)tio-4-ciclohexen 1-2-dicarboximida; un fungicida registrado con la siguiente estructura química:



Fórmula Molecular: C₉H₈Cl₃NO₂S

Peso Molecular: 300.6

Punto de Fusión: 178°C

Estado Físico y Color: Sólido cristalino blanco; El material técnico es un sólido amorfo amarillento de una pureza de 93-95% y punto de fusión de 160-170°C

Solubilidad: Menos de 0.5 ppm en agua; a 25°C la solubilidad P/P es 7% en Xyleno; 5% en Cloroformo; 3% en Acetona; 10% en Isopropanol.

Estabilidad: Estable excepto bajo condiciones alcalinas no corrosivo pero los productos de descomposición son corrosivos.

Reactivos:

- 1.- Estándar Captan de pureza conocida
- 2.- Cloroformo, grado espectro
- 3.- Sulfato de Sodio, anhidro, granular

Equipo:

- 1.- Espectrofotómetro Infrarrojo de doble haz
- 2.- Celdas selladas de NaCl ó KBr de 0.1 mm
- 3.- Jeringa de Tuberculina
- 4.- Material de vidrio de laboratorio

Procedimiento:

Preparación del estándar; pesar 0.1 g de estándar analítico de Captan en un matraz aforado de 25 ml, agregar con pipeta el Cloroformo hasta el aforo, agitar hasta disolver; agregar una pequeña cantidad de sulfato de sodio, para eliminar la humedad. (conc. final 10 mg/ml).

Preparación de la muestra; pesar una porción de muestra equivalente a 0.1 g de Captan en un matraz de 25 ml con tapón, aforar con cloroformo y agregar 1-2 g de sulfato de sodio anhidro. Tapar y agitar, si es necesario centrifugar y filtrar.

Determinación:

Llenar la celda de referencia con cloroformo, usando el IR en particular a las condiciones óptimas, correr muestra y estándar de 1885 cm^{-1} a 1665 cm^{-1} (5.3 micras a 6.0 micras).

Determinar la absorbancia de estándar y muestra usando el pico a --- 1735 cm^{-1} (5.76 micras) y el punto base a 1885 cm^{-1} (5.39 micras).

Cálculos:

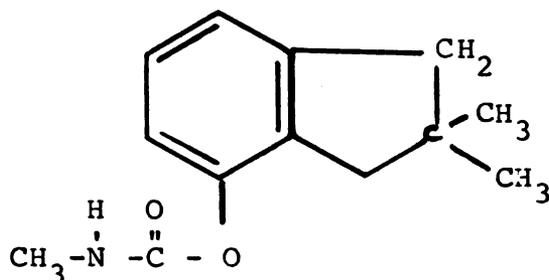
Dadas las absorbancias y usando las concentraciones del estándar y muestra calcular el porcentaje de Captan como sigue:

$$\% \text{ Captan} = \frac{\text{Abs. muestra}_x}{\text{Abs. estándar}} \times \frac{\text{conc. estándar en mg/ml}}{\text{conc. muestra en mg/ml}} \times \text{pureza del estándar}$$

DETERMINACION DE CARBOFURAN*(9)

Por: Cromatografía gas-líquido

Carbofuran es el nombre común aceptado de 2,3-Dihidro-2,2-dimetil-7-benzofuranil metil carbamato compuesto carbámico, de amplio espectro insecticida nematocida y mitocida, con la siguiente estructura química:



Formula molecular: C₁₂H₁₅NO₃

Peso molecular: 221.3

Punto de fusión: 150-152°C

Estado físico, color y olor: inoloro, color blanco, solido cristalino.

Solubilidad: Solubilidad a 25°C 700 ppm en agua, 15% en acetona, 14% en acetonitrilo, 4% en benceno, 9% en ciclohexeno, 27% en dimetil formamida.

Estabilidad: Estable a pH neutro ó condiciones ácidos, inestable en medio alcalino.

Reactivos:

1. Acetona grado reactivo analítico
2. Estandar analítico de carbofuran de pureza conocida
3. Agitador mecánico

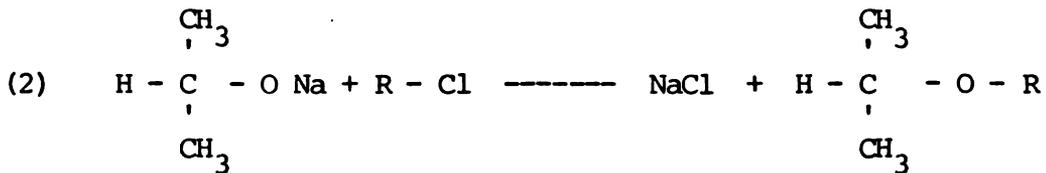
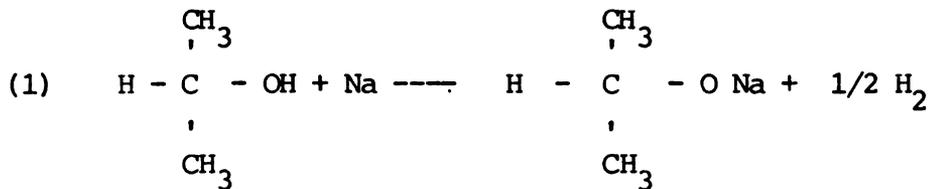
Equipo:

1. Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama (FID)

DETERMINACION DE CLORO TOTAL
METODO DE STEPANOV *(2,4)

Principio del método:

El análisis está basado en el poder de reducción del sodio sobre hidrocarburos halogenados. El sodio y el alcohol isopropílico conducen a la reacción de un haluro de sodio y éter volátil, el producto de la reacción formada es el isopropóxido de sodio o isopropilato de sodio (1) y desprendimiento de hidrógeno sin riesgo de inflamación, debido a que el rango de la reacción es lento a baja temperatura, enseguida ocurre la reacción final conocida como síntesis de Williamson en la cual se forma cloruro de sodio y el isopropilato que se une al radical del insecticida clorado (2) y valoración final con solución de tiocianato de potasio.



Alcance del método:

El halógeno que se encuentra con más frecuencia en los hidrocarburos halogenados es el cloro y la mayoría de los métodos analíticos desarrollados para insecticidas clorados están diseñados para el análisis de cloro total. Este tipo de análisis está limitado a situaciones especiales como en el caso de mezclas difíciles de analizar por métodos convencionales, caso concreto del Toxafeno y como recurso inmediato cuando se carece de estándar analítico.

Material:

Matraz erlen meyer de 500 ml.

Refrigerante de reflujo

Parrilla de calentamiento

Buretas de 25 ml.

Reactivos:

Alcohol isopropílico

Sodio metálico

Peróxido de hidrógeno al 20%

Fenolftaleina

Nitrato de plata 0.1 N

Sulfocianuro de potasio 0.1N

Nitrato férrico

Acido nítrico

P r o c e d i m i e n t o:

Pesar 0.2 g. de muestra, pasarla a un matraz erlen meyer de 500 ml. se le adicionan 150 ml. de alcohol isopropílico + 3 g. de sodio metálico, se pone a reflujo durante 3 1/2 hrs. para romper la molécula, una vez terminada la reacción se le adiciona por arriba del refrigerante una mezcla de alcohol-isopropílico-agua (1:1) para precipitar todo el sodio que no reaccionó en forma de hidróxido (NaOH), de la misma forma agregar agua destilada para disolver todo el hidróxido de sodio formado hasta obtener una solución clara, despues se le agregan unas gotas de agua oxigenada para oxidar el azufre en caso de que este presente. Retirar el matraz del refrigerante y eliminar todo el alcohol isopropílico calentando hasta evaporación, la cual se manifiesta al aparecer unas gotas de agua condensada en la boca del matraz (tener cuidado en este paso, ya que en la parte inferior acuosa se encuentra el insecticida). Se enfria, se lavan las paredes con -- agua destilada y se agregan unas gotas de indicador de fenolftaleina,

se neutraliza con una mezcla de ácido nítrico-agua(1:1) se calienta un poco y se le agregan 25 ml. de solución 0.1N de $A_g NO_3$, se enfría al abrigo de la luz para precipitar todo el cloro en forma de $A_g Cl$, una vez frío se titula con sulfocianuro de potasio (KSCN) -- usando como indicado nitrato férrico, hasta vire de color salmón - que indica el punto final.

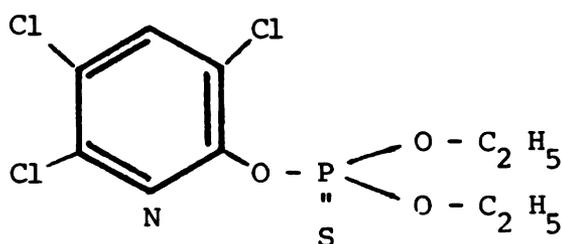
CALCULOS:

$$\% Cl_2 = \frac{(ml. A_g NO_3 \times Na_g NO_3 - ml. KSCN \times NKSCN) \text{ mg. } Cl_2 \times 100}{\text{Peso de la muestra}}$$

Determinación de Clorpirifos * (9)

Por : Cromatografía Gas - Líquido

Clorpirifos es el nombre común de 0,0-Dietil 0-(3,5,6-tricloro-2-piridil)-fosforotioato, un insecticida registrado que tiene la siguiente estructura química:



Fórmula molecular: $C_9 H_{11} O_3 Cl_3 N P S$

Peso molecular: 350.44

Punto de fusión: 41.5 a 43.5°C

Estado físico: Cristales blancos granulares

Otros nombres: Dursban, Lorsban, Pyrinex, Pirifos 480

Reactivos:

- 1.- Estándar de clorpirifos de pureza conocida
- 2.- Acetona grado espectro

Equipo y Condiciones:

- 1.- Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama (FID)
- 2.- Columna de vidrio de 1.5 mts. de longitud por 2.0 mm de diámetro interior - fase estacionaria DC 200 (2.5%) sobre cromosorb W mallas 100/120.
- 3.- Jeringa de 5 a 10 ul
- 4.- Material de vidrio de laboratorio

Temperatura del detector	-	230°C
Temperatura del inyector	-	225°C
Temperatura de la columna	-	190°C
Velocidad de la carta	-	0.25 cm/min

Procedimiento:

Preparación del estándar: Pesar 0.05 g. de estándar de clorpirifos en un matraz aforado de 50 ml. disolver y aforar con acetona (Conc. final 1×10^{-6} g/ul).

Preparación de la muestra: Pesar una cantidad equivalente a la del estándar de ingrediente activo en un matraz de 50 ml. disolver y aforar con acetona, si es necesario, filtrar antes de inyectar.

Determinación:

Inyectar de 3 - 5 ul de estándar, dos o tres veces consecutivamente hasta obtener una respuesta constante de la altura de los picos que deberán alcanzar del 60 al 70% de la escala total de la carta. Tratar a la muestra de la misma forma.

Cálculos:

$$\% \text{ Clorpirifos: } \frac{\text{Altura muestra}}{\text{Altura Std.}} \times \frac{\text{Conc. Std.}}{\text{Conc.muestra}} \times \text{Pureza}$$

Determinación de Compuestos Cúpricos por
Yodometría *(9,10,11)

Los compuestos cúpricos presentes en las formulaciones son usados como fungicidas, empleados en el tratamiento de semillas y otros cultivos y pueden ser:

1.- Oxidos de cobre

- a) Oxido cuproso (Cu_2O)
- b) Oxido cúprico (CuO)

Estado físico y color: El óxido cúprico es un polvo amorfo cuyo color varia de amarillo a rojo. El óxido cúprico es de color negro.

Solubilidad: Son prácticamente insolubles en agua y solventes orgánicos pero es soluble en ácidos minerales diluidos y en soluciones acuosas de amonio.

2.- Hidróxido de cobre .- $\text{Cu}(\text{OH})_2$ solo y mezclado con los demás, compuestos cúpricos tienen la ventaja de ser de fácil aplicación y son muy utilizados en la actualidad.

3.- Oxiclорuro y Sulfato de cobre: Es una mezcla de cloruros y sulfatos de cobre usualmente formulados en combinaciones con otros insecticidas.

Fórmula molecular: $3 \text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot \text{CuCl}_2$
 $3 \text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot \text{CuSO}_4$

4.- Sulfato de cobre pentahidratado:

Fórmula molecular: $\text{Cu}_2 \text{SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Estado físico y color: Cristales de diferentes tamaños de color verde.

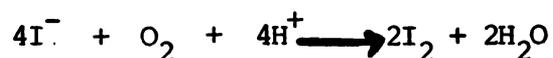
Toxicidad: LD_{50} aguda oral-470 mg/kg puede ser corrosiva a los ojos membranas mucosas; piel; tracto gastro intestinal.

Método Analítico.- La reacción que se lleva a cabo entre el cobre (II) presente en las formulaciones de plaguicidas y el yoduro es la siguiente:



Se reduce el cobre (II) a cobre (I) y este precipita como yoduro de cobre (I), de apariencia blanca o cremosa. El yodo que se libera se titula con tiosulfatos de sodio.

El yoduro de cobre (CuI) tiende a adsorber yodo, lo que disminuye la velocidad de reacción de éste con el tiosulfato de sodio en la titulación. Debido a esto, al llegar al punto final y desaparecer el color azul del almidón, éste puede volver a presentarse después de unos instantes. Es necesario agregar unas gotas adicionales de tiosulfato de sodio para que desaparezca esta "postcoloración". Este problema se elimina agregando tiocianato de potasio antes de llegar al punto final. El yoduro de cobre (CuI) se transforma en tiocianato de cobre ($\text{Cu}_2\text{S}_2\text{O}_3$), que es menos soluble y no adsorbe yodo. Sin embargo, existe otro tipo de postcoloración, debido a que la reacción entre el Cu^{2+} y el yoduro se realiza en medio ácido, en estas condiciones, el yoduro se oxida por acción del oxígeno del aire de la siguiente manera:

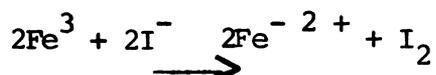


El equilibrio se desplaza hacia la derecha conforme aumente la acidez de la solución. Por esto, hay que ajustar apropiadamente la acidez del medio.

Esta "postcoloración" debido a la oxidación aparece más o menos después de 30 seg. de que el indicador ha virado.

El ión cobre y especialmente el ión nitrito canalizan la reacción entre el oxígeno y el yodo. El ión nitrito (HNO_2), y puede inactivarse empleando urea.

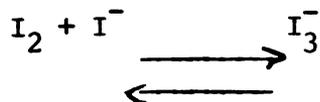
Debido a que los minerales de cobre suelen contener hierro, que en las condiciones del método reacciona con el yoduro en la siguiente forma.



Por lo que se obtendría un porcentaje alto de cobre, se elimina el hierro "enmascarandolo" adicionado ión fluoruro o fosfato para formar complejos con el hierro (III) suficientemente estables para evitar que reaccione con el yodo.

PREPARACION DE LA SOLUCION 0.1N DE YODO

El yodo es medianamente soluble en agua a 20 °C, pero es soluble en una solución que contenga yoduro de potasio, porque se forma el ión triyoduro.



El ión triyoduro disminuye la presión de vapor del yodo, con lo que se reducen las perdidas por volatización. De todas maneras hay que conservar las soluciones en un recipiente bien tapado y en lugar fresco y oscuro.

El yodo reacciona con el agua y puede hacer variar la normalidad de la solución.



Esta reacción es catalizada por la luz.

También el yoduro presente en la solución puede oxidarse a yodo por el oxígeno del aire:



La luz del sol, diversos iones, como el cobre (II) y nitrito, catalizan esta reacción como se dijo antes. Por todo esto, es necesario revalorar con frecuencia la normalidad de las soluciones de yodo, aún cuando estas reacciones son lentas a temperatura ambiente y medios neutros.

Las soluciones valoradas de yodo no deben estar en contacto con corcho o hule.

PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA SOLUCION 0.1N DE YODO.

- 1.- Si pesa una cantidad de reactivo analítico que contenga 12.69 gr. de yodo puro, con una balanza granataria, en un vaso de precipitado de 250 ml, se añaden 40 gr. de KI y 100 ml. de agua. Se agita hasta que todo el yodo se disuelva y se pasa la solución a un matraz volumétrico de 1000 ml. Se afora con agua hasta la marca, y se mezcla perfectamente la solución para homogenizarla. Se guarda la solución en un frasco con tapón esmerilado y en un lugar aislado de la luz directa.

Esta solución debe ser valorada con una sustancia tipo (patrón primaria) como puede ser el As_2O_3 que se puede obtener con alto grado de pureza y cuyo peso equivalente es igual a 49.4608.

VALORACION DE LAS SOLUCIONES DE YODO CON ARSENICO (III).

El yodo y el arsénico reaccionan rápidamente a un PH de 4-9



PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ARSENICO (III) a 0.1N'

- 1.- Ponga a secar el As_2O_3 durante 1 hr. en la estufa a 110 °C.
- 2.- Pese una cantidad de reactivo analítico que contenga 0.946 gr. de As_2O_3 puro y transfírase cuantitativamente a un matraz aforado de 100 ml.
- 3.- Añada 0.2 gr. de hidróxido de sodio y agua destilada, disolviendo por completo con un ligero calentamiento.

- 4.- Agregue 1-2 gotas de solución de naranjado de métilo al 0.05% y neutralícese con H_2SO_4 o clorhídrico diluido, hasta que el color del indicador vire al rojo.
- 5.- Enfriese la solución y diluyase a la marca con agua destilada y mezclese perfectamente.
- 6.- Calcule la normalidad a partir del peso exacto de As_2O_3 utilizado.

PROCEDIMIENTO PARA LA VALORACION DE LA SOLUCION DE YODO CON SOLUCION DE As_2O_3

- 1.- Transfiérase 25 ml de la solución valorada de As_2O_3 a un matraz erlenmeyer de 250 ml, diluyase con 50 ml de agua destilada y agregue 5 ml de solución de almidón como indicador y de 0.1 a 0.2 gr. de bicarbonato de sodio.
- 2.- Titule con la solución de yodo hasta que se obtenga un color azul, que persista durante 30 seg.
- 3.- Repita la operación con alícuota más de 25 ml de la solución As_2O_3 valorada.
- 4.- Calcule la normalidad promedio de la solución de yodo aplicando la siguiente fórmula:

$$(NV) As_2O_3 = (NV) \text{ yodo}$$

SOLUCION VALORADA DE TIOSULFATO DE SODIO.

Las soluciones de tiosulfato de sodio se emplean unicamente para titulación de yodo. La semireacción es la siguiente.



El producto de esta reacción es el ión tetracionato. Observarse que los iones tiosulfato liberan dos electrones, por lo que unicamente participa un electrón por cada ión tiosulfato.

La reacción del yodo y el tiosulfato de sodio se lleva a cabo en la siguiente forma:



Esta reacción realiza en medio ácido, neutro o ligeramente alcalino.

En medio fuertemente alcalino, la oxidación se verifica así.



En este caso un ión tiosulfato equivale a cuatro moléculas de I_2 . Además el tiosulfato de sodio se descompone de la siguiente forma.



Esta reacción es muy lenta en comparación a la que sucede con el yodo, por lo que este puede titularse sin que aparezca una descomposición significativa del tiosulfato de sodio, aún en soluciones fuertemente ácidas. Pero por otro lado, esta reacción de descomposición es digna de tomarse en cuenta en lo que respecta a la estabilidad de la solución de tiosulfato de sodio.

Si presenta cierto grado de descomposición debido a la absorción de dióxido de carbono del aire, formándose el sulfito ácido de sodio (NaHSO_3) y este reacciona con el yodo de acuerdo a la siguiente reacción.



Observe que la proporción en que reaccionan $\text{HSO}_3^- / \text{I}_2$ es 1:1 y que la relación $\text{S}_2\text{O}_3^{-2} / \text{I}_2$ en la reacción tiosulfato yodo es 2:1. Esto significa, que una solución de tiosulfato sodio recientemente preparada mostrará un aumento del poder reductor. En un tiempo razonable el ión HSO_3^- se oxida por el oxígeno del aire de la siguiente forma:

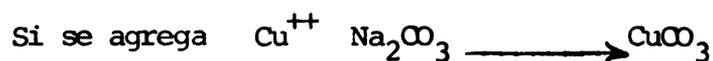
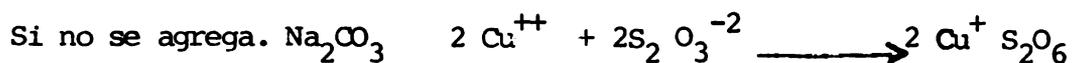


El ión sulfato (SO_4^{-2}) es inactivo en los procesos redox, por lo que disminuye el poder reductor de la solución de tiosulfato de sodio.

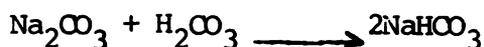
Por todo lo anterior, es necesario añejar por un tiempo las soluciones de tiosulfato antes de valorarlas. Se recomienda agregar carbonato de sodio para evitar la descomposición. También los microorganismos pueden digerir tiosulfato de sodio, disminuyendo su poder reductor. Si se sospecha que una solución está contaminada, debe descartarse y descontaminar el recipiente con mezcla crómica.

PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE TIOSULFATO DE SODIO 0.1N

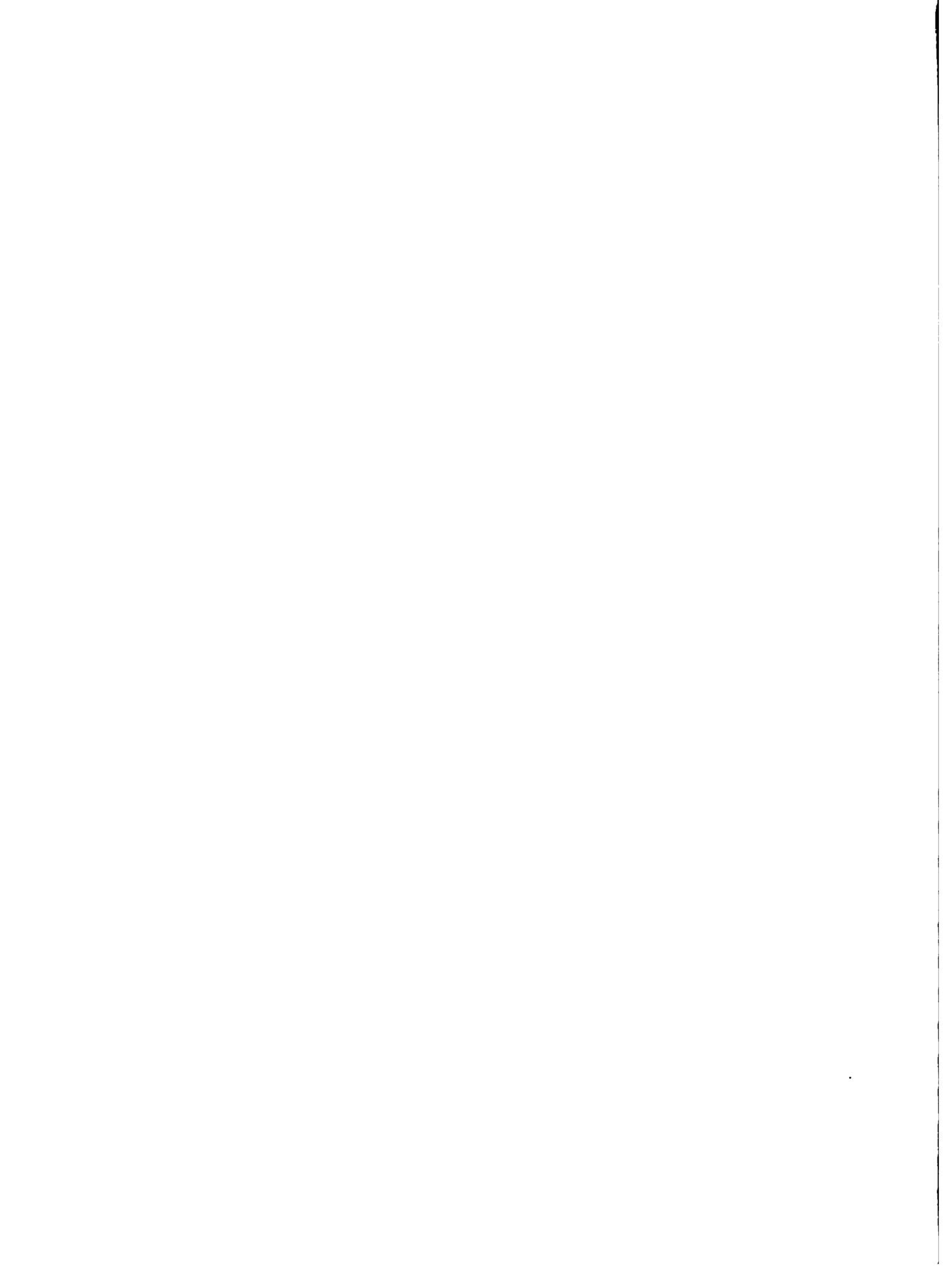
- 1.- Hierva 1 litro de agua destilada.
- 2.- Se pesan 24.82 gr. de tiosulfato de sodio pentahidratado se añade a un matraz aforado de 1000 ml se agrega 0.1 gr. de Na_2CO_3 se disuelve con agua destilada y se afora hasta la marca. El Na_2CO_3 sirve para neutralizar las huellas de Cu^{++} que pudiera existir.



Así como neutralizar la acidez provocada por la absorción de CO_2 del ambiente.

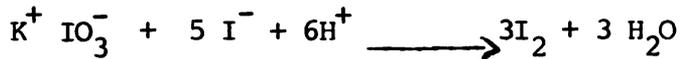


- 3.- Valorar la solución de tiosulfato 24 hrs. después de preparada para que se estabilice, es recomendable revalorar la solución cada 3 semanas.
- 4.- Conservese la solución en un frasco perfectamente tapado.



VALORACION DE LAS SOLUCIONES DE TIOSULFATO DE SODIO 0.1N

Se puede valorar la solución de tiosulfato de sodio con solución de yodo perfectamente valorada, o bien usando un patrón primario como K_2CrO_4 , $K_2Cr_2O_7$, KIO_3 , (peg=64.70, 49.03, 35.67) especialmente se emplea KIO_3 por su estabilidad y facilidad para purificarse, pero tiene la desventaja de tener un peso equivalente relativamente bajo.



En la reacción el ión yodato forma 3 moléculas de yodo, mientras que en la reducción de una molécula de yodo con $Na_2S_2O_3$ participan dos electrones. De tal manera, que el peso equivalente del KIO_3 , es igual a su peso molecular entre 6.

PROCEDIMIENTO PARA LA VALORACION DE LA SOLUCION DE TIOSULFATO DE SODIO CON YODATO DE POTASIO.

- 1.- Hierva 100 ml de agua destilada.
- 2.- Seque el KIO_3 durante 1 hora en la estufa a 110 °C.
- 3.- Pese una cantidad de reactivo analítico que contenga 0.3567 gr. de KIO_3 puro y transfierase cuantitativamente a un matraz aforado, de 100 ml.
- 4.- Preparar una solución aparte con 5 gr. de yoduro de potasio en 40 ml de agua destilada.
- 5.- Disuélvase el yodato de potasio con la solución anterior de yoduro de potasio, agregue gota a gota 5 ml. de H_2SO_4 concentrado.
- 6.- Valore con esta solución de KIO_3 la solución de tiosulfato de sodio. Titule hasta que el color café amarillento del yodo cambie a un amarillo pálido, agregue 2 ml de solución de almidón y continúe la titulación hasta que desaparezca el color azul del complejo almidón-yodo.

- 7.- Repita la operación con 2 alícuotas más de la solución de KIO_3 .
- 8.- Calcule la normalidad promedio de la solución de tiosulfato de sodio.

$$N \text{ de } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{(N \times V) \text{ KIO}_3}{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}}$$

INDICADOR DE ALMIDON

El yodo puede emplearse como auto-indicador cuando no se encuentran otras sustancias coloridas en solución. Se usa el almidón como indicador en los análisis yodométricos. El almidón "soluble" forma un complejo de color azul con el yodo, este color azul desaparece al calentar y reaparece al enfriarse. El almidón debe añadirse cuando ha reaccionado la mayor parte del yodo para que el color azul desaparezca en el punto final de la titulación.

Las soluciones de almidón desarrollan microorganismos; esto se evita agregando pentanol o yoduro de mercurio (II).

PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE LA SOLUCION DE ALMIDON

- 1.- En un mortero de porcelana, pulverice 0.5 gr. de almidón "soluble" y añada una gota de agua destilada para obtener una pasta no muy viscos.
- 2.- Se diluye la pasta en 100 ml de agua hirviente, se mantiene la ebullición por unos minutos, se filtra la solución, en caso de que presente sedimentos.
- 3.- Añada 5 mg. de yoduro de mercurio o cloruro mercúrico.

DETERMINACION DE COBRE EN FORMULACIONES

Pesar la cantidad necesaria de muestra que contenga 0.2 gr. de Cu^0 y transfierase a un matraz erlenmeyer con 50 ml. de agua destilada. Agregue 5 ml de HCl concentrado y 10 ml de HNO_3 concentrado.

Poner a ebullición durante 30 min. dejar enfriar y neutralizar con una solución al 50% de hidróxido de amonio hasta aparición de un color azul intenso. Añada una solución de CH_3COOH al 30% hasta desaparición del color azul y agregue un ligero exceso. Adicione 1.5 gr. de bifluoruro de amonio (NH_4HF_2) y 1 gr. de urea si es necesario, enfrie el matraz y agregue de 5 a 10 gr. de KI.

Titule con la solución valorada de tiosulfato de sodio hasta la aparición de una coloración amarillenta, agregue 2 ml de solución indicadora de almidón y añada 1 gr. de KSCN sólido, agite para disolverlo y termine la titulación al punto del indicador de almidón.

CALCULOS:

$$\% \text{ Cobre como elemento} = \frac{\text{Meq Cobre} \times (\text{N} \times \text{V}) \text{ Ma}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{Peso de muestra}}$$

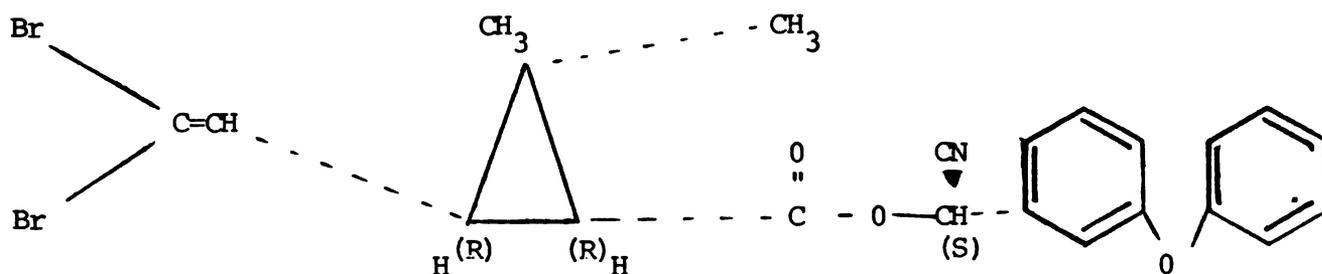
$$\% \text{ Oxidocloruro de cobre} = \% \text{ Cobre como elemento} \times \frac{421.09}{254.184}$$

$$\% \text{ Sulfato tribásico de cobre mono-hidratado} = \% \text{ cobre como elemento} \times \frac{470.184}{254.184}$$

DETERMINACION DE DELTAMETRINA * (9)

Por: Cromatografía Gas-Líquido (C.E.)

Deltametrin es el nombre común del (S)-alfa-ciano-m-fenoxi-benzil (1R, 3R)-3(2,2-dibromo vinyl)-2,2 dimetilciclopropano-carboxilato, y es un insecticida piretroide agrícola, que tiene la siguiente estructura molecular:



Fórmula molecular: $C_{21} H_{19} O_3 Br_2 CN$

Peso molecular: 505.2

Punto de fusión: 98 - 101°C

Estado físico: Polvo sin olor, cristalino, prácticamente blanco.

Solubilidad: Soluble en acetona, etanol, dioxano o la mayoría de los solventes aromáticos, prácticamente insoluble en agua - (0.002 ppm).

Estabilidad: Muy buena.

Otros nombres: Decis, Butoflin, Butox, NRDC, RU22974, Deltametrina.

Reactivos:

- 1.- Estándar de deltametrina de pureza conocida.
- 2.- Acetona grado reactivo analítico.

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo de gases con detector de captura de electrones (c.e.)
- 2.- Microjeringa de 10 ul.
- 3.- Material de vidrio
- 4.- Columna de vidrio de 1.8 m. x 0.2 m.m. DI empacada con SE30 4% y QF₁ 6% sobre cromosorb W H p 80/100 mallas

Condiciones del Cromatógrafo:

Temperatura Columna	-	240°C
Temperatura Detector	-	300°C
Temperatura Inyector	-	230°C
Atenuación	-	1000
Velocidad de la carta	-	1.0 pulg/cm

Procedimiento:

Preparación del estándar:

- 1.- En un matraz volumétrico de 100 ml se pesa 0.05 g. de estándar de deltametrina y se disuelve en acetona.
- 2.- Se hace una dilución de 10 ml. en 100 ml. en un matraz volumétrico de 100 ml. y se afora con acetona, para que quede una concentración final de 5×10^{-8} g/ul.

Preparación de la muestra:

- 1.- En un matraz volumétrico de 100 ml. se pesa el equivalente de muestra, con respecto al estándar y se disuelve en acetona.
- 2.- Se hace la dilución de 10 ml. en un matraz volumétrico de 100 ml. y se afora con acetona, para que quede una concentración final de 1×10^{-8} g/ul.
- 3.- Se inyectan de 3 a 5 ul de muestra y estándar, ajustando los parámetros como atenuación, flujo de nitrógeno, velocidad de la carta de acuerdo al equipo con que se cuente en el laboratorio hasta obtener una respuesta óptima.

CALCULOS:

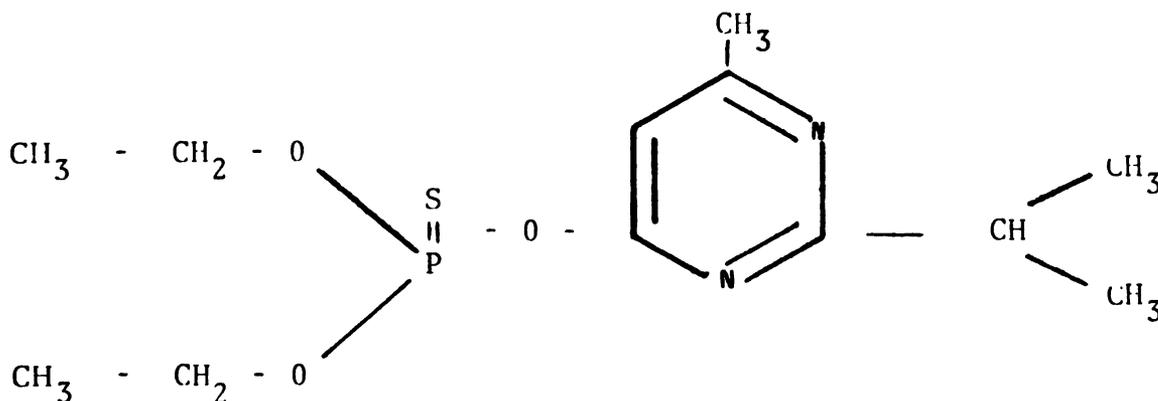
El cálculo del porcentaje de ingrediente activo se saca con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de Decis} = \frac{\text{altura muestra}}{\text{altura std.}} \times \frac{\text{conc. std.}}{\text{conc.muestra}} \times \text{Pureza std.}$$

DETERMINACION DE DIAZINON * (1,9)

Por: Cromatografía Gas-Líquido

Diazinón es el nombre común del 0,0-Dietil-0-(2-isopropil-4-metil-6-pirimidinil) fosforotioato, insecticida, acaricida y nematocida no sistémico con la siguiente estructura química:



Fórmula Molecular: C₁₂ H₂₁ N₂ O₃ PS

Peso molecular: 304.3

Punto de ebullición: 83-84°C bajo 0.002 mm H_g

Estado físico y color: líquido incoloro; el producto técnico (aproxim. 95% de pureza) varía de color ámbar a café -- obscuro.

Solubilidad: 0.004% (40 ppm) en agua; miscible con los solventes aromáticos y alifáticos, alcoholes y cetonas.

Estabilidad: Se descompone a 120°C; susceptible a oxidación: estable en medio alcalino, pero ligeramente hidrolizable en agua y ácidos diluidos, compatible con la mayoría de los plaguicidas, pero no se debe mezclar con fungicidas derivados del cobre, la presencia de trazas de agua promueve la hidrólisis en almacenamiento al tetraetil monotiofosfato altamente venenoso.

Reactivos:

- 1.- Acetona grado espectro
- 2.- Isoctano grado espectro
- 3.- Estándar de Diazinón de pureza conocida

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama (FID)
- 2.- Columna de vidrio silanizada de 1.8 m de long x 2 mm de D.I. empacada con fase líquida de QF1 al 1.5% + OV 17 al 1.5% ú OV101 al 2.5% sobre chromosorb WHP y QF1 al 10% sobre Cromosorb P. 100 /120 mallas
- 3.- Microjeringa de 5 ó 10 ul
- 4.- Material de vidrio de laboratorio

<u>Condiciones de operación:</u>	QF1-OV17	OV 101	QF1
Temperatura de la columna	- 200°C	180°C	170°C
Temperatura del detector	- 240°C	225°C	220°C
Temperatura del inyector	- 255°C	250°C	255°C

Los demás parámetros de operación deberán ser ajustados por el operador de acuerdo al cromatógrafo con que se cuente en el laboratorio.

Procedimiento:

Preparación del estándar: Pesar 0.05 g. de estandar analítico de diazinón en un matraz aforado de 50 ml disolver con acetona con 5-10 ml y atorar con el mismo disolvente.

Preparación de la muestra:

Para concentrados emulsionables pesar una cantidad equivalente al ingrediente activo del estándar, disolver en acetona con 5-10 ml y aforar a volumen con el mismo disolvente.

Para polvos y granulados pesar una cantidad equivalente al ingrediente activo del estandar pasar a un matraz volumétrico de 100 ml, agregar 20 ml de acetona y extraer por 1 hora filtrar en matraz volumétrico de 50 ml y aforar con mismo disolvente.

Determinación:

Inyectar de 3-5 uls de estandar de 2-3 veces en forma consecutiva hasta obtener una respuesta constante de los picos que deberán alcanzar del 60-70% de la escala total de la carta. Tratar a la muestra de la misma forma.

CALCULOS:

$$\% \text{ de Diazinón} = \frac{\text{Altura o área del pico de la muestra}}{\text{Altura o área del pico del estándar}} \times \frac{\text{Peso estándar}}{\text{peso muestra}} \times \% \text{ pureza est.}$$

Condiciones de Operación:

Columna	-	150°C
Inyector	-	200°C
Detector	-	250°C

Los demás parámetros de operación como atenuación, velocidad de la carta, flujos de gases deberán ser ajustados hasta obtener la respuesta máxima.

Procedimiento:

Preparación del estándar.- Pesar 0.050 g. de dimetoato estándar en un matraz volumétrico de 50 ml disolver con 10 ml. de acetona y aforar con etanol concentración final 1×10^{-6} g/ul.

Preparación de la muestra:

Pesar una porción equivalente a la del estándar analítico en un matraz volumétrico de 50 ml. disolver en acetona 10 ml. y llevar a volumen con etanol.

Determinación:

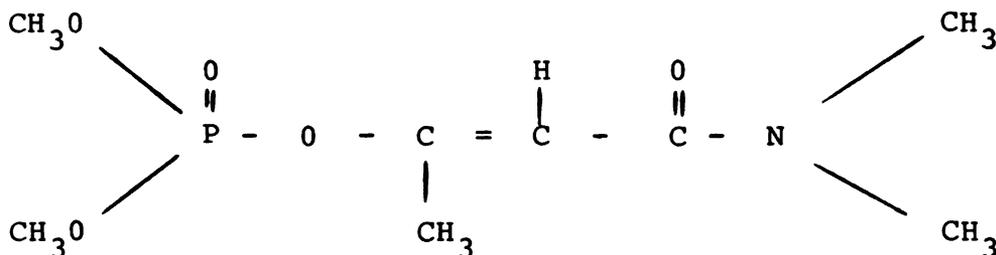
Inyectar de 2 a 3 uls. de estándar y muestra de 2 a 3 veces en forma consecutiva hasta obtener una respuesta repetitiva y con una altura de la carta del 60-70% de la escala total, cuantificar por área o altura de los picos.

Cálculos:

$$\% \text{ Dimetoato} = \frac{\text{Altura muestra}}{\text{Altura est.}} \times \frac{\text{Conc. est.}}{\text{Conc. muestra}} \times \% \text{ pureza estándar}$$

DETERMINACION DE DICROTOFOS POR
CROMATOGRAFIA GAS-LIQUIDO. * (9)

Dicrotophos es el nombre común de Dimetil-cis-2-dimetil-carbamoil-1-metil vinil fosfato; un insecticida sistémico y de contacto registrado y con la siguiente estructura química:



Fórmula molecular	-	C ₈ H ₁₆ PO ₅ N
Peso molecular	-	237
Punto de fusión	-	175°F
Gravedad específica	-	1.2 a 60/60°F
Solubilidad	-	miscible en agua, soluble en acetona, alcohol, isobutanol.
Otros nombres	-	Bidrin, Carbicron, Ektafos

Reactivos:

- 1.- Estándar analítico de Dicrotophos de pureza conocida.
- 2.- Acetona G.E.
- 3.- Iso-octano G.E.

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo gas-líquido con detector de Ionización de flama (FID).
- 2.- Columna de vidrio de 1.8 mt. x 2 mm D.I. empacada con SE-30 al 4% y OV-210 al 6% sobre cromosorb WHP 80/100 mallas
- 3.- Jeringa de 5-10 microlitros
- 4.- Material de vidrio de laboratorio

Condiciones de operación para el FID

Temperatura de la columna	-	200°C
Temperatura del inyector	-	230°C
Temperatura del detector	-	250°C
Velocidad de flujo del N ₂	-	45 ml/min
Velocidad de flujo del H ₂	-	30 ml/min
Velocidad de flujo del aire	-	300 ml/min
Presión del N ₂	-	4 psig

Los parámetros de operación como velocidad de la carta, atenuación, sensibilidad deberán ser ajustados por el operador para obtener una respuesta óptima.

Procedimiento.-

Preparación del estándar.- Pesar \pm 0.05 g. del std. de Dicrotophos en un matraz aforado de 50 ml. disolver con agitación en acetona y aforar; si es necesaria una 2a dilución efectuarla.

Preparación de la muestra.- Pesar una porción de la muestra debidamente homogenizada equivalente a 0.05 g de I.A. de dicrotophos; disolver en acetona agitando para extraer y aforar a 50 ml.

Determinación.- Inyectar de 3-5 Uls. de estándar y muestra por duplicado, si es necesario ajustar los parámetros del aparato a obtener una reproducibilidad y altura de los picos aceptable.

CALCULOS:

$$\% \text{ de Dicrotophos} = \frac{\text{Altura o área del pico de la muestra}}{\text{Altura o área del pico del estándar}} \times \frac{\text{Peso estándar}}{\text{Peso muestra}} \times \% \text{ pureza estándar}$$

DETERMINACION DE DNBP (Dinoseb) * (9)

Por: Cromatografía Gas-Líquido

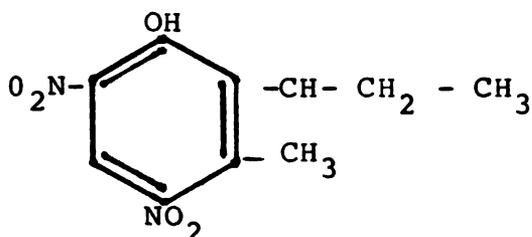
(Detector ionización de flama)

Nombre común: Premerge o DNOSBP (Dinoseb)

Nombre químico: 4,6-Dinitro-O-sec-butilfenol

Acción: herbicida

Estructura química:



Fórmula molecular: $C_{10} H_{12} O_5 N_2$

Peso molecular: 240 g/mol

Punto de fusión: 36 a 44°C

Descripción física: Líquido de color ámbar

Reactivos:

- 1.- Metanol (alcohol metílico) grado reactivo analítico
- 2.- Trifloruro de boro (catalizador)
- 3.- Dinoseb estándar de pureza conocida

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama
- 2.- Columna de vidrio: Long. 1.8 mts. y 2mm diámetro int. empacada con QFI al 10% sobre cromosorb malla 80/100 WHP (ó columna equivalente).
- 3.- Jeringas de precisión de 5 ó 10 Uls.
- 4.- Material de vidrio de laboratorio

Condiciones de Operación:

Temperatura de columna: 190°C
Temperatura del inyector: 215°C
Gas acarreador: Nitrógeno

Los parámetros de operación como atenuación y velocidad de carta deberán ser ajustados por el analista, hasta obtener la respuesta óptima y reproducible.

Procedimiento:

Metilación:

- 1.- Pesar \pm 0.05 g de Dinoseb estándar en un matraz elermeyer de 250 ml.
- 2.- Pesar el equivalente de \pm 0.05 g de muestra (Premerge) en un matraz erlermeyer de 250 ml.
- 3.- Adicionar a ambos matraces 10 ml. de metanol
- 4.- Adicionar a cada uno 1 ml de BF_3 (como catalizador)
- 5.- Reflujar durante 1/2 hora
- 6.- Pasar cuantitativamente el resultado de la metilación en matraces volumétricos de 50 ml, haciendo lavados con metanol (previamente dejar enfriar).
- 7.- Identificar tanto estándar como problema por medio de etiquetas.
- 8.- Aforar a 50 ml con metanol absoluto
- 9.- Agitar mecánicamente por 20 min. o manualmente por 0.5 horas
- 10.- La concentración final es de 1×10^{-6} g/ml.

Determinación:

Inyectar 2-4 μl de estándar, si es necesario ajustar los parámetros del instrumento y volumen inyectando para dar una completa separación dentro de un tiempo razonable y altura de los picos entre 60 ó 70% de la escala total. Proceder con la determinación, haciendo por lo menos 3 inyecciones de cada uno estándar y muestra ó hasta encontrar repetibilidad en las alturas de los picos.

Cálculos:

1.- Medir la altura de los picos o áreas de la muestra y del estándar

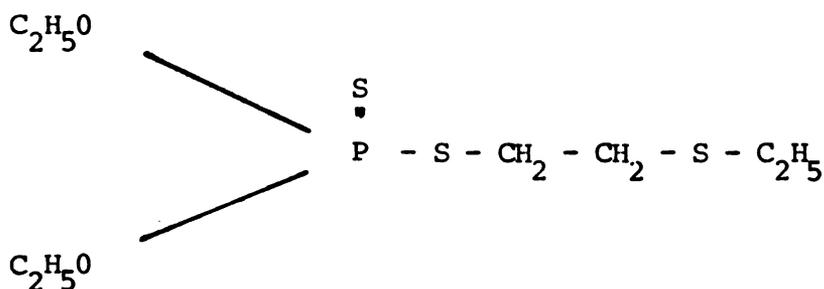
$$\% \text{ Concentración} = \frac{\text{Altura ó área de la muestra}}{\text{Altura ó área del std.}} \times \frac{\text{Conc. std.}}{\text{Conc. muestra}} \times \text{pureza etd.}$$

DETERMINACION DE:
DISULFOTON * (1,9)

Por: Cromatografía de Gases

Disulfoton es el nombre común del 0,0-Dietil S-(2-(etiltio)etil) fosforoditioato.

Otros nombres: Di-syston, Solvirex, Ditiodemeton, Ditiostox, es un insecticida y acaricida sistémico registrado, con la siguiente estructura química.



Fórmula molecular: $\text{C}_8 \text{H}_{19} \text{O}_2 \text{S}_3 \text{P}$

Peso molecular: 274.2

Estado físico y color: líquido de color ámbar

Densidad: 1.144

Punto de ebullición: 62°C a 0.01 mm de H_g

Solubilidad: Soluble en acetona y en la mayoría de los solventes orgánicos soluble en agua 25 ppm.

Estabilidad: Se hidroliza en condiciones alcalinas estable en condiciones de almacenamiento normal.

Condiciones de temperatura:

Inyector	-	200 °C
Detector	-	280 °C
Columna	-	160 °C

Reactivos y equipo:

Estándar de disulfoton de pureza conocida.

Acetona grado R.A.

Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama

Columna de vidrio silanizada de 1.8 mts. de long. x 2 mm de D.I.

empacada con OV 225 3% sobre cromosorb WHP 100/120 mallas.

Procedimiento:

Pesar 0.05 g. aproximadamente de estándar de Disulfoton en un matraz volumétrico de 25 ml. agregar acetona y agitar hasta disolver totalmente y llevar a volumen con acetona.

Para productos formulados pesar aproximadamente el equivalente a 0.05 g. de ingrediente activo de Disulfoton en un matraz de 25 ml. (Para productos granulados agitar en forma mecánica por 30 minutos en acetona o en forma manual por una hora).

Los parámetros de operación como atenuación y velocidad de la carta - deberán ser ajustados por el operador hasta obtener una respuesta --- óptima de reproducibilidad de la altura de los picos entre 60-70% de la altura total de la carta.

Cálculos:

$$\% \text{ Disyston} = \frac{\text{Area muestra}}{\text{Area estándar}} \times \frac{\text{Conc. estándar}}{\text{Conc.muestra}} \times \% \text{ pureza del estándar}$$

DETERMINACION DE COMPUESTOS DITIOCARBAMICOS POR
DESPRENDIMIENTO DE DISULFURO DE CARBONO*(6,7,9)

FUNDAMENTO:

Los ditiocarbamatos se descomponen por calentamiento en medio ácido. El disulfuro de carbono desprendido pasa a través de una solución de acetato de plomo, $Pb(OAc)_2$ contenida en trampas, para remover H_2S y SO_2 que vienen como impurezas de la muestra. El disulfuro de carbono libre reacciona con una solución de potasa metanólica, y el xantato formado se titula con solución de yodo valorado.

REACTIVOS

- 1.- Solución de potasa metanólica 2N disolver 112 gr. de KOH en 500 ml de metanol anhidro, filtre a través de algodón y añada otros 500 ml de metanol anhidro.
- 2.- Solución valorada de yodo 0.1 N
- 3.- Solución al 20% de H_2SO_4
- 4.- Solución de acetato de plomo al 10%
- 5.- Solución de ácido acético al 20%

PROCEDIMIENTO

Añada 20 ml de solución de $Pb(OAc)_2$ al 10% en cada trampa de acetato de plomo y 50 ml de potasa metanólica 2N en el absorbedor de CS_2 (El absorbedor debe estar completamente seco y a 20 °C). Cuando el equipo de desprendimiento se encuentre instalado, pese una cantidad de muestra que contenga 0.1 a 0.3 gr. de ditiocarbamato y transfírela cuantitativa mente al matraz de reacción e inmediatamente tapelo.

Conecte el sistema de vacío, agregue cuidadosamente 50 ml de H_2SO_4 al 20% por medio de un embudo de separación. Regule el burbujeo del vacío a 3 burbujas por seg. Algunas formulaciones reaccionan violentamente y requieren especial cuidado al momento de agregar la solución de H_2SO_4 y durante el tiempo que dura la operación de desprendimiento para evitar proyecciones y accidentes.

Conecte el sistema de calentamiento y manténgala ebullición por 1.5 hr.

Desconecte cuidadosamente el absorbedor de potasa metanólica y vacíe el contenido en un matraz erlenmeyer de 1000 ml usando 250 ml de agua con el fin de transferir cuantitativamente el CS_2 absorbido.

Añada 3 gotas de fenolftaleína y neutralice con solución de ácido acético al 30% hasta que el color desaparezca.

Inmediatamente titule con solución de yodo 0.1N, cerca del punto final, agregue 5 ml de solución indicadora de almidón y siga titulando hasta aparición del color azul del complejo yodo-almidón. La titulación debe realizarse en menos de un minuto porque la descomposición del Xantato/monotiocarbamato es extremadamente rápida en condiciones ácidas.

Determine el blanco (generalmente va de 0.1 a 0.2 ml de yodo 0.1N) diluyendo 50 ml de potasa metanólica con 250 ml de H_2O , neutralice con ácido acético al 30% y titule en la misma forma.

Calculos

$$\% \text{ Ditiocarbamato} = \frac{\text{meq Ditiocarbamato} \times N \text{ Yodo} (V \text{ Muestra} - V \text{ blanco yodo}) \times 100}{\text{Peso muestra}}$$

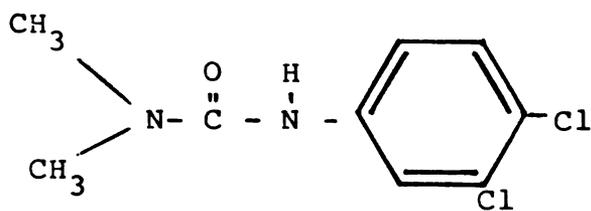
$$\text{meq. Zineb, Maneb, Ziram, Naban, } \frac{PM}{2}$$

$$\text{Ferbam} = \frac{PM}{3}$$

DETERMINACION DE DIURON *(1)

Por: Espectroscopia de Infrarrojo

Diurón es el nombre común del 3 (3,4-Dicloro fenil)-1,1-dimetilurea, un herbicida registrado que tiene la siguiente estructura química.



Fórmula molecular:- $C_9H_{10}Cl_2N_2O$

Peso molecular: 233.1

Punto de fusión: 158° 159°C

Estado físico: cristales de color blanco

Solubilidad: soluble en hidrocarburos; en agua 42 ppm a 25°C

Otros nombres: Karmex, Di-on, Diurex, Vonduron, Diclorfenidim

Reactivos:

- 1.- Estándar analítico de Diurón de pureza conocida
- 2.- Cloroformo, grado espectro
- 3.- Sulfato de sodio anhidro granular

Equipo:

- 1.- Espectrofotómetro infrarrojo con celdas de Na Cl de 0.5 m m. de espesor.
- 2.- Agitador mecánico
- 3.- Centrifuga ó aparato de filtración
- 4.- Material de vidrio común de laboratorio.

Procedimiento:

Preparación del estándar; pesar aproximadamente 0.06 g de estándar analítico de Diurón en un matraz aforado de 10 ml, se disuelve y afora con cloroformo, si es necesario colocarlo en el agitador mecánico hasta que se disuelva. Agregar de 1-2g de sulfato de sodio anhidro para eliminar la humedad que pudiera tener la muestra.

Preparación de la muestra; Pesar una cantidad de muestra equivalente a 0.3 g de ingrediente activo en un matraz aforado de 50 ml, aforar con cloroformo. Agregar 1-2 g. de sulfato de sodio anhidro.

Determinación:

Llenar la celda de referencia con cloroformo y ajustando el espectro fotómetro a las condiciones óptimas, correr muestra y Standard de 1399 cm^{-1} a 1316 cm^{-1} (7.15 micras a 7.6 micras) determinando la máxima absorbancia a 1353 cm^{-1} (7.39 micras).

Cálculos:

Dadas las absorbancias y usando las concentraciones del Standard y muest. calcular el porcentaje de Diurón como sigue:

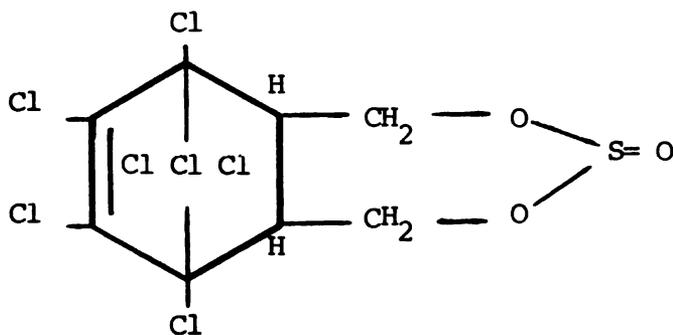
$$\% \text{ Diurón} = \frac{\text{Abs. muestra}}{\text{Abs. estd.}} \times \frac{\text{conc. estd.}}{\text{conc. muestra}} \times \text{pureza del estándar}$$

DETERMINACION DE:

E N D O S U L F A N * (1,9)

Por: Cromatografía Gas-Líquido (D.I.F.)

Endosulfan es el nombre común aceptado del Hexacloro, hexahidro - 2,4,3-benzodioxatiepín-3-óxido, es un insecticida, acaricida registrado con la siguiente estructura química.



Fórmula molecular: $C_9H_6Cl_6O_3S$

Peso molecular: 406.9

Estado físico, color y olor: El endosulfan es incoloro, e inodoro, sólido cristalino, mezcla de 2 isómeros con puntos de fusión de isómero I-106°C e isómero II 212°C el producto técnico - es un sólido cristalino color café con - punto de fusión de 70-100°C, con un radio de 4:1 de los 2 isómeros. Ambos isómeros tienen actividad insecticida.

Solubilidad: Practicamente insoluble en agua, soluble en la mayoría de los solventes orgánicos.

Estabilidad: Generalmente estable en condiciones ideales. Se descompone por catalización con -- hierro, lentamente hidrolizable en agua, - sensible a los ácidos y a las bases no com patible con los plaguicidas alcalinos.

Otros nombres: Foleytan, Gabionex 35, Thiodan, Thiosulfan, Toxidian, Yori, Thionex, Acaricida Bajío.

Reactivos:

1. Endosulfan estándar analítico de pureza conocida.
2. Aldrin estándar de pureza conocida como estándar interno si se cuenta con él.
3. Acetona grado reactivo analítico (o cloroformo en sustitución)

Equipo:

1. Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama
2. Columna de vidrio silanizada de 1.5 mts. de longitud y 0.2 mm de D.I. empacada con SE 30 al 10% o Q.F.I. al 4% + OV 17 al 4% sobre gas chrom malla 100/120.
3. Jeringa de precisión de 10 uls.
4. Equipo de vidrio de laboratorio

Condiciones de operación:

	fase SE 30 10%	fase QF1 - OV17
Temp. columna	230°C	190°C
Temperatura Inyector	260°C	225°C
Temperatura Detector	260°C	260°C

Los demás parámetros de operación tales como atenuación, velocidad de la carta, flujos de los gases deberán ser ajustados hasta obtener la respuesta máxima de reproducibilidad.

Procedimiento:

Preparación del estándar.- Pesar 0.050 g. de endosulfan estándar en un matraz volumétrico de 50 ml. disolver en acetona y aforar con el mismo solvente concentración final 1×10^{-6} g/ul.

Preparación de la muestra:

Pesar una porción equivalente a la del estándar analítico en un matraz volumétrico de 50 ml. disolver en el solvente y llevar a volumen.

Determinación:

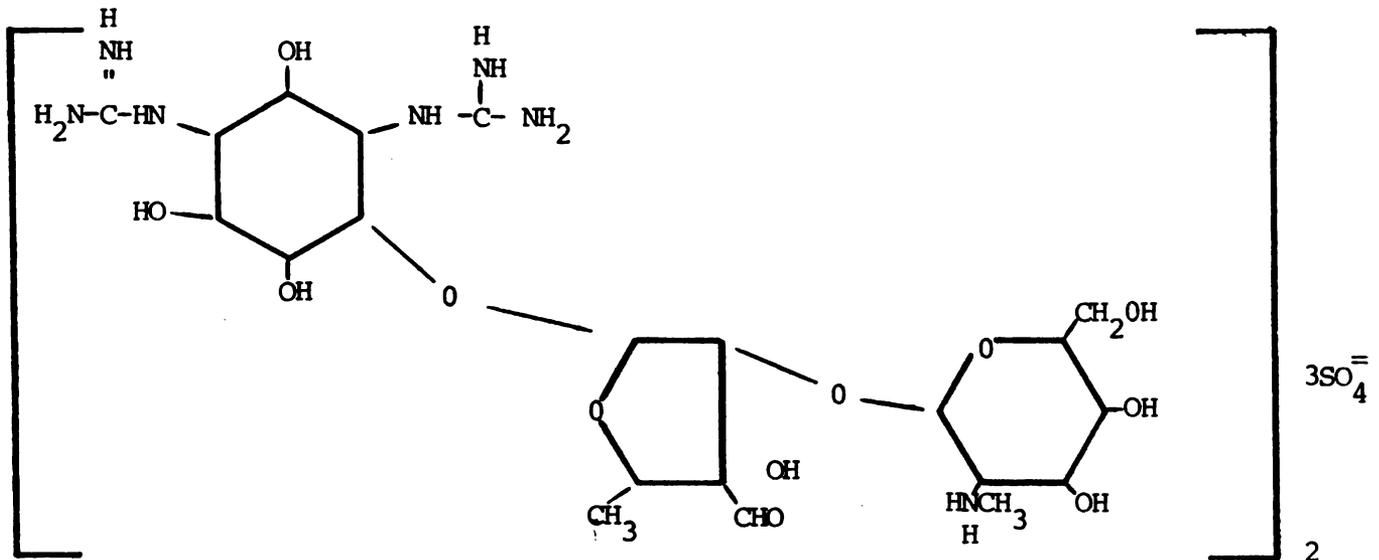
Inyectar de 4-5 μ ls. de estándar y muestra por 2-3 veces en forma consecutiva hasta que den una separación razonable de los dos picos y una altura de la carta del 60-70% de la escala total. Cuantificar los 2 isómeros del producto ya que los dos son compuestos activos.

Cálculos:

$$\% \text{ Endosulfan} = \frac{\text{Altura de muestra}}{\text{Altura del estándar}} \times \frac{\text{Conc. estándar}}{\text{Conc. muestra}} \times \% \text{ Pureza estándar}$$

DETERMINACION DE SULFATO O NITRATO *(9)
DE ESTREPTOMICINA POR ESPECTROSCOPIA UV

La estreptomicina es un bactericida registrado como sulfato o nitrato es usado para el control de un número de patógenos muy importantes. El sulfato de estreptomicina tiene la siguiente estructura química:



Principio del método:

Los compuestos de la estreptomicina son sometidos a una hidrólisis alcalina para formar maltol el cual es determinado por UV a 324 nm en solución acuosa alcalina. Alternativamente, la solución alcalina de maltol puede ser neutralizada con ácido, tratado con cloruro férrico el cual produce un color púrpura y se determina en la región visible a 530 nm.

Reactivos:

1. Estándar de sulfato de estreptomicina de pureza conocida.
2. Solución de hidróxido de sodio, 1N
3. Acido clorhídrico 1.2N
4. Acido clorhídrico 0.1N
5. Solución de cloruro férrico al 10%
6. Solución de cloruro férrico al 0.25%

Preparar esta solución cada que se efectue el análisis pipeteando 2.5 ml de la solución de cloruro férrico al 10% y 10 ml de ácido clorhídrico 0.1N en un matraz volumétrico de 100 ml y aforar con agua.

Equipo:

1. Espectrofotómetro ultravioleta- visible de doble haz con celdas de silica de 1 cm.
2. Material de vidrio usual en el laboratorio
3. Baño maría
4. Baño de hielo

Procedimiento:

Preparación del estándar: Pesar 80 mg de sulfato de estreptomicina en un matraz volumétrico de 100 ml diluir y aforar con agua destilada. Esta solución deberá guardarse en el refrigerador y renovarse cada 2 semanas.

Preparación de la muestra: Pesar una porción de muestra equivalente a -- 80 mg de sulfato de estreptomicina, llevar a un matraz aforado de 250 ml disolver y aforar con agua destilada.

Determinación:

Pipetear 10 ml de solución estándar en un matraz aforado de 25 ml, 10 ml de la solución muestra a un segundo matraz de 25 ml y 10 ml de agua -- (como blanco) a un tercer matraz de 25 ml, agregar 2 ml de solución de -- hidróxido de sodio 1N a cada matraz y calentar a baño maría por 10 min. Enfriar en un baño de hielo por 3 min. a temperatura ambiente.

Para una determinación en la región ultravioleta aforar los matraces, -- mezclando bien, tomar una alícuota de 10 ml de cada uno y llevarlos a -- matraces aforados de 50 ml y diluir con agua. Correr estándar y muestra -- de 360 nm a 260 nm usando la solución blanco como referencia. Medir el -- pico analítico a 324 nm.

Para una determinación colorimétrica, se desarrolla un color purpura como sigue: a cada uno de los tres matraces de 25 ml agregar 2 ml de ácido -- clorhídrico para neutralizar el hidróxido de sodio, agregar 5 ml de solución cloruro férrico al 0.25%, aforar con agua y mezclar bien. Correr el estándar y la muestra de 650 nm a 450 nm usando el blanco como referencia.

Efectuar las lecturas a 530 nm

CALCULOS:

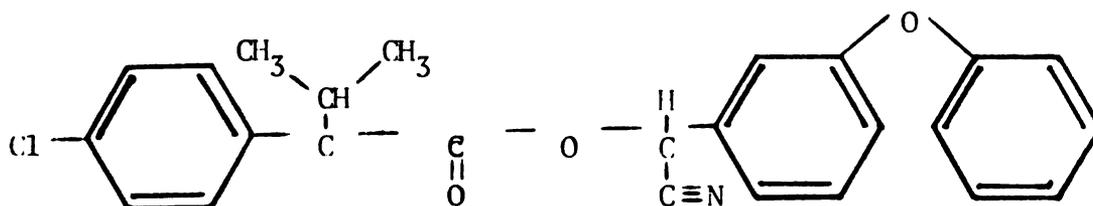
$$\% \text{ Sulfato de Estreptomina} = \frac{\text{Abs.muestra}}{\text{Abs. std.}} \times \frac{\text{Conc. std.}}{\text{Conc.muestra}} \times \text{Pureza}$$

$$\% \text{ Estreptomicina} = 1.253 \times \% \text{ Sulfato de estreptomicina}$$

DETERMINACION DE FENVALERATE *(9)

Por Cromatografía gas-líquido

FENVALERATO es el nombre común de ciano (3-fenoxi-fenil) metil-4-cloro-alfa (1-metil etil) bencen acetato Insecticida de amplio espectro registrado con la siguiente estructura química



Fórmula Molecular: $C_{25} H_{22} NO_3 Cl$

Peso Molecular: 419.5

Estado físico y color: El material técnico contiene un mínimo de 90% de fenvalerato. Es un líquido viscoso de color amarillo café.

Densidad: 1.26 g/cm^3 a 22°C

Análisis:

Material técnico y formulado: Se puede determinar el contenido total de isómeros de los productos técnico y formulado por cromatografía gas-líquido.

Reactivos:

1. Estándar analítico de Belmark de pureza conocida
2. Acetona grado reactivo analítico
3. Isooctano grado reactivo analítico

Equipo

1. Cromatógrafo gas-líquido con detector ionización de flama
2. Columna de vidrio silanizada empacada con fase líquida OV 101 3% sobre Cromosorb W 80-100 mallas.

3. Jeringa de 5 ó 10 ul.
4. Material de vidrio de laboratorio

Condiciones de operación

Temperaturas

Columna - - 245°C
Inyector - - 250°C
Detector - - 250°C

Los demás parametros de operación deberán ser ajustados por el operador de acuerdo al cromatógrafo con que se cuente en el laboratorio.

Procedimiento

Preparación del estándar:

Pesar 0.05 g de estándar analítico de fenvalerato en un matraz volumétrico de 50 ml disolver con acetona de 5 a 10 ml hasta que se disuelva y aforar a volumen con acetona.

Preparacion de la muestra:

Para concentrados emulsionables pesar una cantidad equivalente a la del ingrediente activo del estándar en matraz volumétrico de 50 ml, disolver con 5-10 ml de acetona y llevar a volumen con isooctano.

Para material sólido: pesar una cantidad equivalente al ingrediente activo del estándar, en un matraz de 100 ml, extraer con 20 ml de acetona por 1 hora, filtrar en un matraz volumétrico de 50 ml y llevar a volumen con isooctano.

Determinación:

Inyectar de 3-5 Uls de estándar y muestra de 2 a 3 veces en forma consecutiva hasta obtener una respuesta constante de la altura de los picos de los 2 isómeros del producto y cuantificarlos por altura ó área.

Calculos

$$\% \text{ Fenvalerato} = \frac{\text{Altura ó área de 2 isómeros muestra}_x \text{ peso est.}_x \text{ \% pureza}}{\text{Altura ó área de 2 isómeros estándar peso Muestra. estándar.}}$$

DETERMINACION DE FOSFORO TOTAL
(Volumetría) * (7,12)

Pincipio del método:

Algunos compuestos organofosforados son usados como plaguicidas por tener la propiedad de inhibir la colinesterasa y por consecuencia - pueden causar daños a quienes los comercializan, aplican o fabrican. Algunos de los principales plaguicidas son el Dimetoato, Paratión, - Forato y Dicrotofos los cuales contienen fosforo en su estructura molecular. El principio de este análisis se basa en la propiedad que tiene el fosforo a ser precipitado como ácido fosfórico y luego convertido a fosfomolibdato de amonio y posteriormente disuelto en solución valorada de hidróxido de sodio y finalmente titulado por retroceso en solución de ácido sulfúrico valorado.

Alcances del método:

Los compuestos orgánicos con un contenido de fosforo y con la condición de no ser volátiles en solución de ácido nítrico o en mezclas de oxidantes drásticos y además de no formar derivados volátiles podrán ser analizados por este método.

Este método esta limitado a situaciones especiales como por ejemplo para analizar mezclas o combinaciones difíciles de separar o por carecer de estándar analítico.

Material:

Matraz Kjeldahl de 800 ml.

Parrilla de calentamiento

Vaso de precipitados de 1000 ml.

Agitador de vidrio

Papel filtro whatman

Matraz erlenmeyer de 500 y 1000 ml.

Buretas de 25 ml.

Campana de extracción

Reactivos:

Acido sulfúrico grado R.A.

Acido clorhídrico grado R.A.

Acido nítrico grado R.A.

Hidróxido de sodio grado R.A.

Solución de molibdato de amonio: Disolver 100 g. de ácido molibdico grado R.A. en una solución de hidróxido de amonio (144 ml. de NH_4OH grado R.A. + 271 ml. de agua destilada) dejar reposar un día y desechar el sedimento, guardar en frasco ámbar con tapón de plástico.

Solución de nitrato de amonio: Disolver 100 g. de nitrato de amonio grado R.A. libre de fósforo con agua destilada y llevar a un litro.

Fenolftaleina grado R.A.

Agua destilada.

Procedimiento:

Se pesan de 0.1 g. a 0.2 g. de muestra según la garantía del producto. Se pasan a un matraz kjeldhal de 800 ml. y se adicionan de 5 ml. de H_2SO_4 grado R.A. y de 5 ml. de HNO_3 grado R.A. lo cual equivale a -- 10 ml. de mezcla sulfonítrica 1:1. Calentar con agitación en parrilla bajo campana de extracción hasta la aparición de humos blancos. Transferir cuantitativamente del matraz a un vaso de precipitados de 1000 ml. lavando el matraz con la minima cantidad de agua.

Adicionar fenolftaleina más 50 ml. de solución de nitrato de amonio - al 10% en agua destilada, después agregar hidróxido de amonio grado reactivo hasta coloración rojiza, neutralizar con HNO_3 al 30% hasta - quedar incoloro. Calentar de 60-70°C y agregar de 30-50 ml. de una -- solución de molibdato de amonio agitando para ayudar a la precipita-- ción (color amarillo), filtrar el precipitado en papel whatman No.42 y lavar con solución de nitrato de amonio (150-200 ml) y despues lavar con agua destilada el papel filtro, recibir el filtrado en un matraz - erlenmeyer de 1000 ml. y se elimina este filtrado. Pasar el papel con - precipitado a un matraz erlenmeyer de 1000 ml. y deshacer dicho papel con ayuda de una varilla o agitador de vidrio, agregar aproximadamente 200 ml. de agua destilada y unas gotas de fenolftaleina.

Agregar NaOH 0.1N hasta que persista el color rojo midiendo el volumen y titular con HCL 0.1N hasta quedar incoloro.

CALCULOS:

$$\% \text{ FOSFORO} = \frac{(\text{ml. de NaOH X N}) - (\text{ml. HCL X N}) \times 0.00135 \times 100}{\text{Peso de la muestra}}$$

DETERMINACION DE FOSFURO DE ALUMINIO

Por evolución de la fosfina *(4,5)

Nombre común: Fosfuro de Aluminio o otros nombres Phostomn, Delicia, Celfos, Fumitoxin y Quickphos

Es un insecticida fumigante muy eficaz registrado con la siguiente formula molecular: ALP

Peso molecular: 57.95

Reactivos:

1. Acido Sulfúrico al 10%
2. Cloruro mercúrico 1.5%
3. Ioduro de Potasio (2 g. de KI en 50 ml de agua destilada)
4. Iodo-0.1 N
5. Tiosulfato de Sodio 0.1 N
6. Almidon en solución al 1%

Equipo:

1. Bomba de vacfo
2. Torres de digestion
3. Perlas de vidrio
4. Matraz de 3 bocas esmeriladas de 1 lt

Procedimiento:

Pesar 0.03 g. de muestra y colocarla en el matraz de 3 bocas, conectar el matraz con el refrigerante, colocar un embudo de separación con 50 mls de H_2SO_4 10% en la otra boca, y un capilar con un tapon de hule en la boca restante, una vez conectado el sistema se inicia la reacción con la parrilla de calentamiento, se agrega el ácido sulfúrico por goteo constante y se cierra la llave del embudo, se abre

el vacío y se controla con el capilar de vidrio a manera que forment 3 burbujas por segundos en la parte inferior del capilar, calentar durante 1 hora para que se lleve acabo la reacción, pasar el contenido de la torre a un matraz erlenmeyer de 1 litro y lavar la torre con 200 ml de agua destilada y finalmente lavarla con 50 ml de solución de Ioduro de potasio (2 g de KI-en 50 ml de H₂O).

Después agregar 50 ml de I₂ 0.1 N y titular con solución de tiosulfato de sodio 0.1 N hasta color amarillo tenue, agregar solución de almidon como indicador y se continua titulando hasta que vira de color azul a blanco que es el punto final.

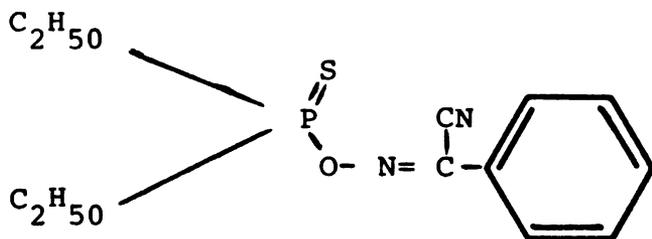
Cálculos:

$$\% \text{ de AIP} = \frac{(\text{mls } I_2 \times \text{Norm. } I_2 - \text{mls } Na_2 S_2 O_3 \times \text{Norm. } Na_2 S_2 O_3)}{\text{Peso de la muestra}}$$

DETERMINACION DE FOXIM

Por: Espectroscopía Infrarroja *(1,9)

Foxim es el nombre común del alfa-(((dietoxifosfinotioil)oxi)imino) bencen acetonitrilo, es un insecticida registrado con la siguiente estructura química:



Fórmula molecular: C₁₂H₁₅O₃N₂PS

Peso molecular: 297.9

Estado físico: Líquido de color ámbar fácilmente soluble en alcohol y acetona, soluble en éter de petróleo, solubilidad en agua 0.2 mg/1000 g.

Reactivos:

1. Bisulfuro de carbono G.E.
2. Estándar analítico de pureza conocida

Equipo:

1. Espectrofotómetro I.R. de doble haz
2. Celdas de cloruro de sodio de espesor de 0.1 mm.

Procedimiento:

Pesar 0.15 g. de estándar analítico y disolver en bisulfuro de carbono en un matraz volumétrico de 25 mls. y llevar a volumen con el mismo soluvente.

Preparación de la muestra.-

Pesar el equivalente del estándar analítico en un matraz de 25 ml. disolver con agitación si es necesario y llevar a volumen con bisulfuro de carbono. Pasar sobre sulfato de sodio anhidro en un embudo de filtración, llenar las celdas con estándar y muestra respectivamente. Correr el espectro y buscar la señal característica entre la región de 1020 a 870 cm^{-1} y se determina la señal característica en la banda de absorción a 940 cm^{-1} .

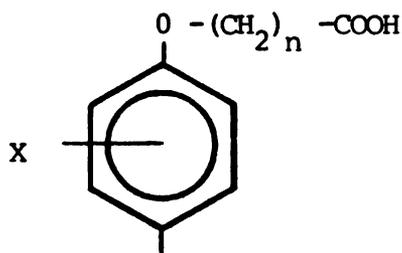
Cálculos:

$$\% \text{ de Volaton} = \frac{\text{Abs.muestra}}{\text{Abs. estándar}} \times \frac{\text{Conc.estándar}}{\text{Conc.muestra}} \times \% \text{ de pureza del estándar}$$

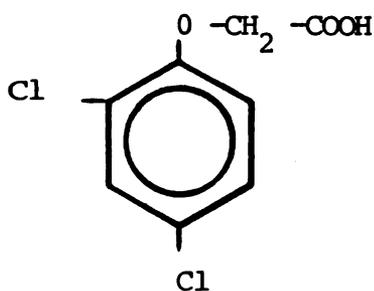
DETERMINACION DE:
HERBICIDAS HORMONALES* (5)

(ACIDO 2,4- DICLOROFENOXIACETICO)

El descubrimiento en 1942 de las propiedades herbicidas del 2,4-D -
inició el período de mayor desarrollo de los herbicidas con los de-
rivados del ácido fenoxiacético que tiene la siguiente estructura -
general:

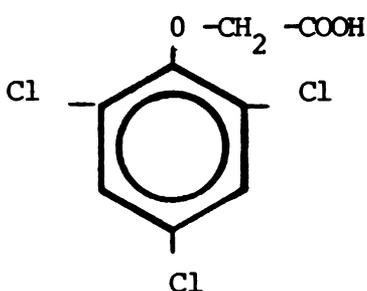


Los compuestos más importantes de este grupo son:



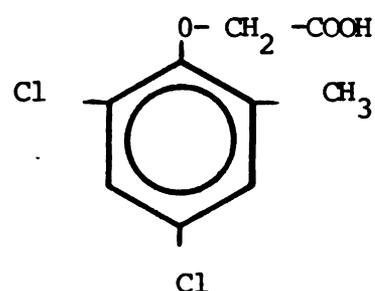
2,4 - D

ácido 2,4-Diclorofenoxi-
acético



2,4,5 - T

Acido 2,4,5-Tricloro-
fenoxiacético



MCPA

Acido 2-metil-4 cloro
fenoxiacético

El gran éxito de estos nuevos productos se debio principalmente a dos de sus propiedades. La fuerte actividad herbicida que permite utilizarlos en dosis muy pequeñas y económicas y su gran selectividad.

Las características fundamentales de su acción herbicida son las siguientes:

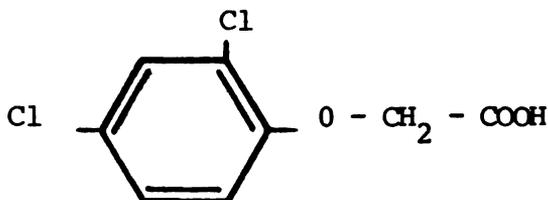
- 1) Actuan por contacto y por traslocación destruyendo hierbas anuales y perenes.
- 2) Actuan selectivamente contra muchas hierbas de hoja ancha por lo que tienen gran aplicación en cultivos, cereales y gramíneas en general.
- 3) Aplicados al suelo son absorbidos por las raíces de las plántulas jóvenes originando su destrucción.
- 4) Su toxicidad para el hombre y los animales es baja y permiten la destrucción de las malas hierbas a -- costos muy bajos. Como el 2,4-D y análogos circulan por el interior de las plantas.

No es necesario que el tratamiento las recubra totalmente bastaran unas gotas en una rama para originar la destrucción total. Pueden aplicarse con pulverizaciones de bajo volumen requiriendose cantidades del orden de 10 litros/hectárea para lograr una destrucción satisfactoria de las malas hierbas en los cultivos de cereales.

PROPIEDADES FISICAS

2,4-D

FORMULA DESARROLLADA



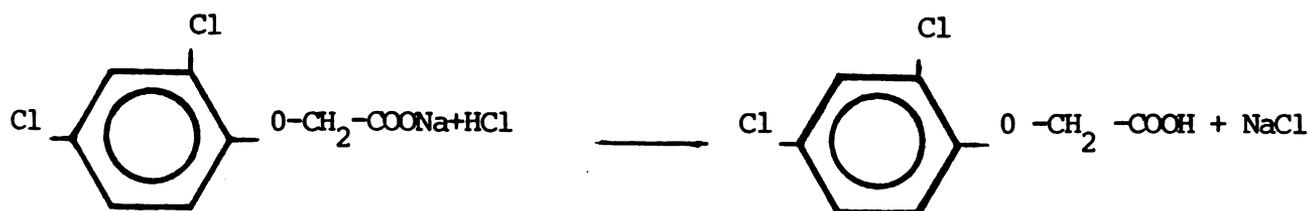
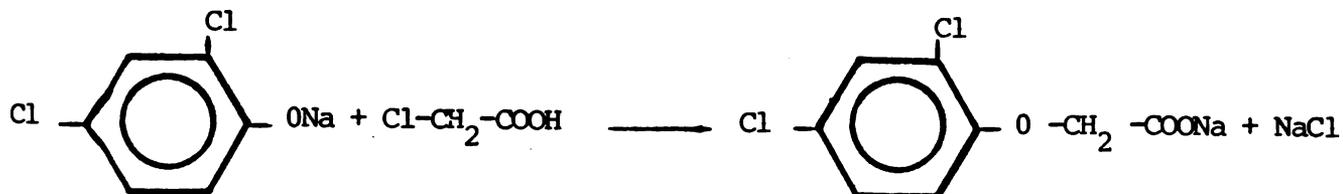
Es un polvo blanco con un ligero olor a fenol PF de 138°C insoluble en agua y soluble en alcohol.

Toxicidad: La DL_{50} oral aguda para las ratas es de 375-660 mg/kg - según los trabajos antiguos, datos recientes dan aproximadamente -- 1.200 mg/kg para rata 800 mg/kg para el conejo y 100 mg/kg para el perro. Estas dosis no estan confirmadas por otros investigadores.

PREPARACION INDUSTRIAL

2,4-D

El ácido 2,4-D se obtiene industrialmente por reacción del monoclora acetato sódico y el 2,4-Diclorofenolato sódico y precipitación del ácido fenoxiacético con ácido clorhídrico:



METODO DE ANALISIS
(Acido 2,4-D)
A partir de un ester

(Saponificación)

Se pesan 0.8 - 1.0 g. de muestra, se agregan 100 ml. de alcohol etílico de 1-2 g. de sosa en escamas en un matraz erlen meyer de 500 ml se pone a reflujo durante 1 1/2 - 2 horas.

Terminado el tiempo de reflujo se enfria, se le adicionan 50 ml de agua destilada a través del refrigerante del aparato de reflujo acto seguido se desconecta el matraz erlenmeyer, se lleva a una parrilla eléctrica - en campana para evaporar totalmente el alcohol etílico.

Una vez evaporado el alcohol etílico se deja enfriar el matraz y se procede al análisis como una amina.

(Hidrólisis)

El contenido del matraz se transfiere a un embudo de separación de 500 ml cuantitativamente con ayuda de 40 ml de agua destilada (cantidad mínima) se adicionan 50 ml. de ácido sulfúrico al 50% con lo que tenemos la -- precipitación del ácido 2,4-D).

Extracción.- Se le adicionan 70 ml de éter etílico al embudo de separación que contiene precipitado el ácido 2,4-D se agita durante 15 segundos, se deja reposar 5 minutos , la capa eterea queda arriba conteniendo la parte principal del ácido 2,4-D disuelto se separa la capa acuosa -- (de abajo) y se transfiere a otro matraz erlenmeyer de 250 ml. se le hace una segunda adición de 70 ml. de éter etílico se agita 15 segundos se deja reposar durante 5 minutos se separa la capa acuosa de abajo a un matraz erlenmeyer de 500 ml. y la capa etérea (de arriba) se junta con la solución principal que se encuentra en el embudo de separación de 500 ml la capa acuosa que se decantó al matraz erlenmeyer de 500 ml. se transfiere al embudo de separación de 250 ml y se hace una tercera y última extracción de 70 ml de éter etílico, se agita 15 segundos, reposa 5 minutos, se separa la capa acuosa y la capa etérea se junta con las extracciones etéreas 1a y 2a en el embudo de separación de 500 ml.

Lavados de la solución etérea.

En la fase etérea se encuentra disuelto el ácido 2,4-D se le hacen 5 lavados de 30 ml de agua destilada cada uno hasta neutralidad aproximadamente, (ver nota) cada agua de lavado se recibe en un vaso de precipitados de 250 ml. conteniendo 3 gotas de naranja de metilo como indicador para checar el vire a la neutralidad.

Nota importante.- Procurar en los lavados no llegara la neutralidad (pH=7) ya que en este punto hay pérdida de producto - arrastrado por el agua de lavados.

Una vez lavado el extracto etéreo, se transfiere a un matraz erlenmeyer de 500 ml cuantitativamente, lavando el embudo de separación con ± 30 ml de éter etílico y juntar este lavado con la solución principal, se le adicionan 20 ml. de agua destilada y se procede a evaporar todo el éter etílico en baño maría, una vez evaporado todo el éter se enfria, se le adicionan 100 ml. de alcohol etílico y se procede a titular con solución de sosa 0.1N usando como indicador fenolftaleína.

FORMULA PARA CALCULOS

$$\frac{(\text{ ml NaOH gastados}) (N\text{-NaOH}) (\text{mleq. 2,4-D})}{\text{Peso de la muestra}}$$

$$\text{PM ácido 2,4-D} = 221$$

$$\text{mleq. 2,4-D} = \frac{\text{PM 2,4-D}}{1000} \times 100 = \frac{221}{1000} \times 100 = 22.1$$

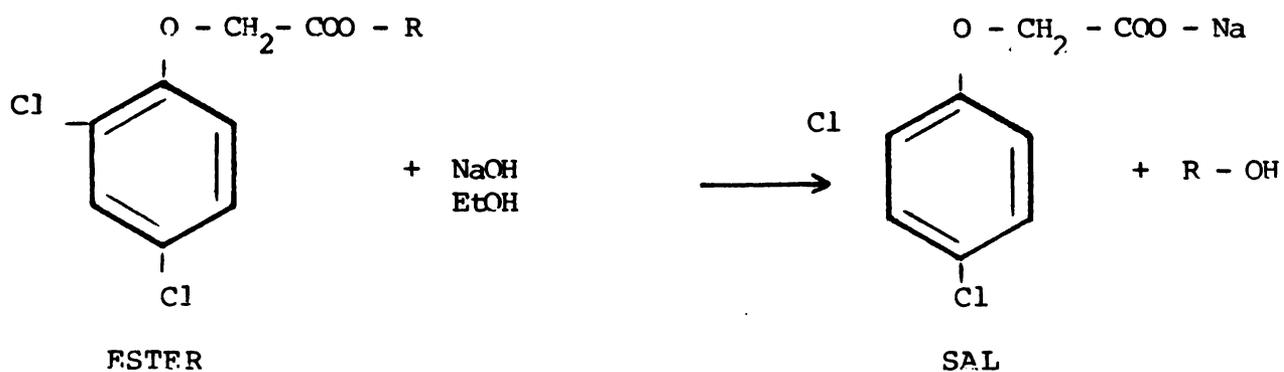
$$\text{mleq. 2,4-D} = 22.1$$

Nota: Si la muestra es miscible en agua se trata de una amina.

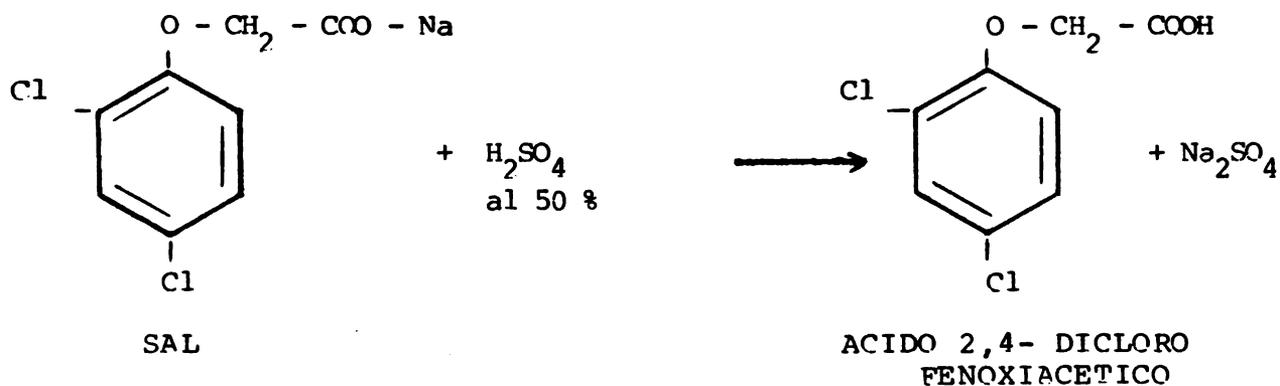
Si la muestra no es miscible en agua se trata de un ester (emulsiona).

REACCIONES QUE SE LLEVAN ACABO EN EL METODO
DE ANALISIS DE HERBICIDAS HORMONALES.

1. Saponificación



2.- Hidrólisis



MATERIAL

Matraz erlenmeyer de 500 ml.

Refrigerante de reflujo

Parrilla eléctrica

Embudo de separación de 500 ml

Embudo de separación de 250 ml

Soporte

Anillo

Probeta de 100 ml

Embudo de talle corto de 6 1/2 cm de diámetro

Vaso de precipitado de 250 ml.

Bureta de 25 ml

Vaso de precipitado de 40 ml.

REACTIVOS

Hidróxido de sodio en escamas

Acido sulfúrico al 50%

Naranja de metilo

Fenolftaleina

Solución de sosa 0.1N

Alcohol etílico

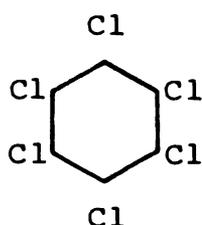
Eter etílico

Agua destilada

DETERMINACION DE LINDANO

Por: Cromatografía Gas-Líquida *(1,9)

Lindano es el nombre común del isómero gama del 1,2,3,4,5,6-hexa-clorociclohexano. El producto técnico es una mezcla de 5 ó más isómeros (65-70% de alfa, 5-6% de beta, 13% de gama, 6% de delta) es un insecticida de contacto, cuya fórmula desarrollada es:



Fórmula molecular: $C_6 H_6 Cl_6$

Peso molecular: 290.8

Estado físico: Polvo blanco, cristalino, de volatilidad media, esencialmente libre de olor.

Punto de fusión: 112-113°C

Solubilidad: La solubilidad 10 ppm en agua varia con la temperatura, ligeramente soluble en aceites minerales. Soluble en acetona e hidrocarburos aromáticos.

Otros nombre: Agronexit, Exagama, Forlin, Lin-O-Mulsión, Lindalo, Lindaterra, Lin-O-Sol, Gamaphex, etc.

Estabilidad: Estable al medio ambiente, luz, calor y dióxido de carbono no lo atacan ácidos fuertes, es dehidrocloreado en medio alcalino.

Reactivos:

- 1.- Estándar analítico de Lindano, de pureza conocida
- 2.- Acetona, grado espectro

Equipo:

Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama (FID).
Columna de vidrio de 1.5 m x 0.2 mm DI empacada con 4% de OV-17 +
4% QF-1 sobre cromosorb GHP malla 100/120.

Jeringa de 5-10 ul

Material de vidrio necesario

Condiciones de Operación para el FID:

Temperaturas

Temp. de la columna	-	170 °C
Temp. del inyector	-	260 °C
Temp. del detector	-	250 °C
Gas acarreador	-	nitrógeno

Los parámetros de operación tales como velocidad de la carta, atenuación, sensibilidad, deberán ser ajustados por el operador para obtener una respuesta óptima.

Procedimiento:

Preparación del estándar; pesar \pm 0.05 gr. de estándar de Lindano en un matraz aforado de 50 ml; disolver con acetona, agitando y aforar.

Preparación de la muestra; pesar de la muestra un equivalente a 0.05 gr de I.A. de Lindano, disolver con acetona y aforar a 50 ml.

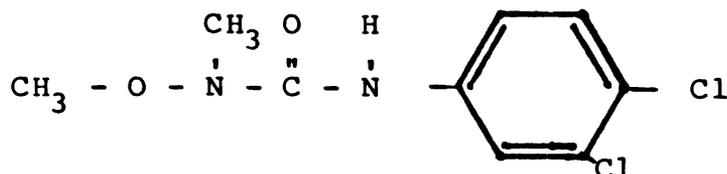
Determinación:

Inyectar 5 ul de estándar y muestra por duplicado, o más si es necesario, hasta que los picos tengan semejanza, los parámetros del aparato y el volumen inyectado variarán, dependiendo de las condiciones del cromatógrafo, siendo ajustados por el operador de acuerdo a sus necesidades.

$$\% \text{ Lindano} = \frac{\text{Altura muestra}_x \text{ Conc. estándar}_x \text{ pureza estándar}}{\text{Altura estándar conc. muestra}}$$

DETERMINACION DE LINURON

Por: Espectroscopia de infrarrojo *(1,9)



Nombre Químico.- 3-(3,4 diclorofenil 1)-1-metoxi-1-metilurea uso-herbicida.

Fórmula molecular.- $\text{C}_9 \text{H}_{10} \text{Cl}_2 \text{N}_2 \text{O}_2$

Peso molecular.- 249.1

Punto de fusión.- 93 a 94°C

Propiedades físicas.- Cristales sólidos color blanco

Solubilidad.- En agua 75 ppm. a 25°C ligeramente soluble en hidrocarburos alifáticos moderadamente soluble en etanol y solventes aromaticos comunes.

Soluble en acetona

Otros nombre: Lorox, Afalon y Sarclex

Reactivos:

- 1.- Linurón estándar de pureza conocida
- 2.- Cloroformo grado pesticida o grado espectro
- 3.- Sulfato de sodio anhidro granular

Equipo:

- 1.- Espectrofotómetro de infrarrojo y celdas 0.2 mm. de Na Cl ó K Br
- 2.- Agitador mecánico
- 3.- Aparato de filtración o Centrífuga
- 4.- Material usual de laboratorio

Procedimiento:

Preparación de estándar; pesar 0.20 g. de linurón estándar en un matraz pequeño y aforar a 10 ml. con cloroformo con ayuda de una pipeta. Colocar el matraz en el agitador mecánico hasta que se disuelva completamente.

Agregar una pequeña cantidad de sulfato de sodio anhidro.

Preparación de la muestra; Pesar una cantidad de muestra equivalente a 0.20 g de linurón, en un matraz y aforar con 50ml de cloroformo con ayuda de una pipeta.

Agregar 1 a 2 gr. de sulfato de sodio anhidro. Colocar el matraz en el agitador mecánico durante una hora. Centrífugar o filtrar si es necesario tape bien el matraz para prevenir la evaporación.

Determinación:

Llenar la celda de referencia con cloroformo y la otra con muestra ya preparada.

Determinar la absorbancia del estándar y la muestra usando el pico a 1290 cm^{-1} (7.75)u y punto base a 1258 cm^{-1} (7.95 u).

Cálculos:

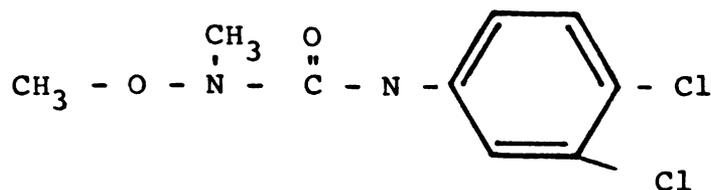
De las absorbancias obtenidas para el estándar y la muestra así como de sus concentraciones, calcular el porcentaje de Linurón de la siguiente manera.

$$\% = \frac{(\text{abs. muestra}) (\text{conc. std.}) (\% \text{ pureza})}{(\text{abs. std.}) (\text{conc. muestra})}$$

DETERMINACION DE LINURON

Por: Cromatografía Gas-Líquido^{*}(1,9)

Linurón es el nombre común del 3-(3,4-diclorofenil 1)-1- metoxi-1- metilurea es un herbicida postemergente con la siguiente estructura química.



Fórmula molecular: $C_9 H_{10} Cl_2 N_2 O_2$

Peso molecular: 249.1

Punto de fusión: 93 a 94°C

Estado físico; color y olor: inoloro, blanco, sólido cristalino

Solubilidad: 75 ppm en agua a 25°C; ligeramente soluble en hidrocarburos alifáticos, moderadamente soluble en etanol y solventes aromáticos comunes, soluble en acetona.

Estabilidad: Estable en su punto de fusión y en solución; lentamente degradado en medio ácido y alcalino.

Otros nombres: Lorox, Afalon, Scarlex, HOE 2810

Reactivos:

- 1.- Estándar de linurón de pureza conocida
- 2.- Acetona grado reactivo analítico

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama (FID)
- 2.- Columna de vidrio silanizada de 1.5 mts. de long. y 2.0 m m de D.I. empacada con fase líquida OV 17-1.5% + QF 1 al 1.5% sobre cromosorb WHP 100 a 120 mallas.

3.- Jeringa de 5 ó 10 uls.

4.- Material de vidrio de laboratorio

Condiciones de operación:

Temperaturas

Columna - 180°C

Inyector - 250°C

Detector - 275°C

Los demás parámetros de operación se deberán ajustar por el operador de acuerdo al equipo con que se cuente en el laboratorio.

Procedimiento:

Preparación del estándar; pesar 0.05 g. de linurón estándar analítico disolver en acetona de 10-20 ml en un matraz de 50 ml y llevar a volumen con acetona.

Preparación de la muestra:

Para formulaciones líquidos pesar una cantidad equivalente a la del ingrediente activo disolver en 10-15 ml en un matraz de 50 ml y aforar con isooctano.

Determinación:

Inyectar de 3-5 uls de 2 a 3 veces en forma consecutiva del estándar y la muestra hasta obtener una respuesta de 60-70 % de la escala total de la carta:

Cálculos:

% de LINURON =
$$\frac{\text{Altura o área del pico de la muestra}_x \times \text{peso del estándar}_x}{\text{Altura o área del pico del estándar}_x \times \text{peso de la muestra}_x} \times 100$$

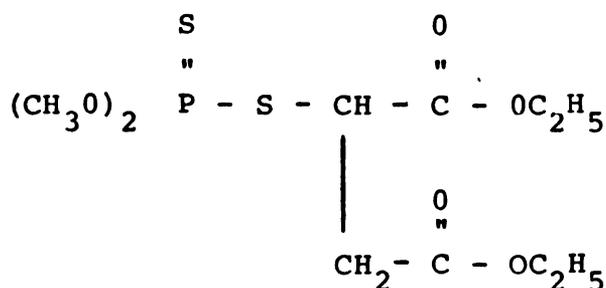
DETERMINACION DE MALATION EN FORMULACIONES

Método Colorimétrico. * (2,9)

Este método se aplica a productos formulados como material técnico; concentrados emulsionables, polvos humectables y polvos para espolvoreo.

El método se adaptó para eliminar la curva estándar y efectuar el análisis por comparación directa contra un estándar analítico de pureza conocida.

Malatión nombre común del (0,0-dimetil ditiofosfato de dietil mercapto succinato) su acción es insecticida con la siguiente estructura química:



Estabilidad: Se hidroliza rápidamente a pH arriba de 7.0 y abajo de 5.0 estable en soluciones acuosas de buffer a pH 5.26, corroe al hierro.

Fórmula molecular: $\text{C}_{10} \text{H}_{19} \text{O}_6 \text{PS}_2$

Peso molecular: 330.4

Descripción física: Líquido de color ámbar a incoloro el grado técnico tiene olor parecido al ajo.

Principio del método: El malatión se descompone en medio alcalino en etanol a 0,0-dimetil ditiofosfato sódico, fumarato sódico y etanol. El 0,0-dimetil ditiofosfato es así convertido al complejo cúprico el cual es soluble en ciclohexano con la formulación de un intenso color amarillo. La intensidad del color es proporcional a la concentración del ácido 0,0-dimetil ditiofosfórico y es medido colorimétricamente a 420 mμ la absorción máxima. La concentración del insecticida se encuentra corriendo simultáneamente un estándar preparado de pureza conocida.

Reactivos:

- 1.- Malatión estándar de pureza conocida
- 2.- Acetonitrilo grado reactivo
- 3.- Etanol anhidro grado reactivo
- 4.- Ciclohexano grado reactivo
- 5.- Hidróxido de sodio anhidro-aproximadamente 0.5N solución acuosa
- 6.- Reactivo férrico-disolver 0.2 g de $\text{FeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ con 8 ml de -- ,
HCl conc. en agua y diluir a 1 litro.
- 7.- Solución sulfato de cobre. Solución acuosa al 1% de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Preparación del estándar: Disolver aproximadamente 0.06 g de estándar de malatión en etanol anhidro en un matraz volumétrico de 50 ml y llevar a volumen con etanol anhidro (solución A). Transferir 5 ml de la (solución A) a un matraz volumétrico de 100 ml agregar 2.5 ml de acetonitrilo y diluir a volumen con etanol anhidro llamar a esta solución B (concentración final 60 Mg/ml)

Preparación de la muestra:

Para malatión grado técnico y concentrados emulsionables, pesar por diferencia de peso en un matraz volumétrico de 50 ml una muestra - equivalente a 0.060 g de malatión disolver con 20 ml de etanol -- anhidro y aforar con acetonitrilo llamar a esto solución A.

Para polvos y polvos humectables: pesar un matraz volumétrico de 100 ml equivalente a 0.060 g de malatión agregar 15 ml de etanol, - extraer por 30 min. en agitador mecánico filtrar por papel whattman No. 41 recibir en un matraz volumétrico de 50 ml y llevar a volumen soluc. B, tomar una alícuota de 5 ml de la solución de la muestra a tratar y llevar a 100 ml. soluc. B' (concentración final 60 ug/ml).

Análisis: tratar las soluciones muestra y estándar simultaneamente. Transferir una alícuota de 25 ml (solución B del estándar y solución B' de la muestra) en embudo de separación de 250 ml por separado, agregar 2 ml de solución acuosa 0.5N de NaOH mezclar bien por agitación moderada y dejar reposar por 2 min. agregar 100 ml de reactivo férrico mezclar por agitación moderada y dejar reposar por -- 5 min. por pipeteo agregar en orden 50 ml de ciclohexano y después 20 ml de reactivo de cobre. Agitar por 1 min. y dejar separar las - fases, drenar la fase amarilla y leer entre un lapso de 15 minutos a 420 Mu en un espectrofotómetro o colorímetro con filtro 420 Mu -

usando ciclohexano como referencia.

CALCULOS:

$$\frac{\text{Absorbancia (muestra)}}{\text{Absorbancia (estándar)}} \times \frac{\text{Peso del estándar}}{\text{Peso muestra}} \times \text{Pureza del estándar} = \text{\% malatión}$$

Equipo:

- 1).- Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama (FID).
- 2).- Columna de vidrio silanizada de 1.8 m de longitud por 2 mm de D.I. empacada con OV17 4% + QF1 4% sobre Gas chrom. 100/120 mallas
- 3).- Jeringa de precisión de 10 uls.
- 4).- Equipo de vidrio de laboratorio.

Condiciones de operación:

Temperaturas.-

Columna	-	170°C
Inyector	-	225°C
Detector	-	250°C

Los demás parámetros como atenuación, flujos de gases, velocidad de la carta y los demás parámetros serán ajustados por el operador de acuerdo al equipo con que cuente en el laboratorio para obtener una respuesta óptima y reproducibilidad.

Procedimiento:

Preparación del estándar.- Pesar 0.05 g de estándar de malatión en un matraz volumétrico de 50 ml, disolver con 10 ml de etanol y llevar a volumen con iso-octano se obtiene una concentración final de 1.0×10^{-6} .

Preparación de la muestra.- Pesar una cantidad equivalente a la del estándar analítico en un matraz volumétrico de 50 ml disolver en 10 ml de alcohol etílico y llevar a volumen con acetona (para muestras líquidas).

Para productos sólidos pesar la cantidad equivalente a la del estándar analítico, pasar a un matraz volumétrico de 100 ml agregar 30 ml de Etanol y agitar por 1 hora manualmente y por 0.5 horas en forma mecánica. Filtrar cuantitativamente y recibir el filtrado en un matraz volumétrico de 50 ml y llevar a volumen con acetona.

Determinación:

Inyectar de 3-5 uls de estándar y muestra hasta obtener una altura de los picos entre 60-70% de la altura total de la carta, y una reproducibilidad constante. Ajustar a atenuación o la cantidad inyectada para obtener una señal conveniente.

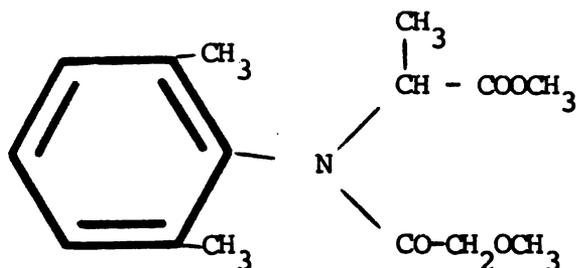
CALCULOS:

$$\% \text{ Malatión} = \frac{\text{Altura de muestra}}{\text{Altura del est.}} \times \frac{\text{conc.est.}}{\text{conc.muestra}} \times \% \text{ pureza del est.}$$

DETERMINACION DE METALAXIL

Por: Cromatografía de gases *(9)

Metalaxil es el nombre común del Ester metílico de-N-(2,6-dimetil - fenil)-N-(metoxiacetil)-alanina, es un fungicida registrado que tiene la siguiente estructura química:



Fórmula molecular: C₁₅ H₂₁ NO₄

Peso molecular: 279.34

Propiedades químicas: Solubilidad a 20°C en agua 7100 ppm 65% en metanol y 55% en benceno.

Otros nombres: Apron 25 SD, CGA 48988, Ridomil, Cesamil.

Reactivos:

- 1.- Estándar analítico de pureza conocida
- 2.- Acetona grado espectro

Equipo y Condiciones:

- 1.- Cromatógrafo de gases con detector de ionización de flama.
 - 2.- Columna de vidrio de 1.8 m. de longitud por 2.0 mm de D.I. empacada con silicon OV-101 al 4% sobre gas chrom Q, 80/100mallas.
 - 3.- Jeringa de 5 a 10 uls.
 - 1.- Material de vidrio de laboratorio
- | | |
|---------------------------|-------|
| Temperatura de la columna | 205°C |
| Temperatura del inyector | 230°C |
| Temperatura del detector | 270°C |

Procedimiento:

Preparación del estándar.-Pesar 0.1 g. de estándar de Metalaxil de pureza conocida en un matraz volumétrico de 100 ml. disolver con acetona y aforar.

Preparación de la muestra.- Pesar la cantidad equivalente a 0.1 g. de ingrediente activo de Metalaxil en un matraz volumétrico de 100 ml. disolver por agitación mecánica o manual, dejarlo sedimentar o filtrar si es producto sólido y llevar a volumen con acetona.

Determinación:

Inyectar de 3 a 5 μ l. de estándar y muestra dos o tres veces consecutivamente hasta obtener una respuesta constante de la altura de los picos que deberán alcanzar del 60 al 70% de la escala total de la carta. Utilizar la altura o área de los picos para calcular la concentración.

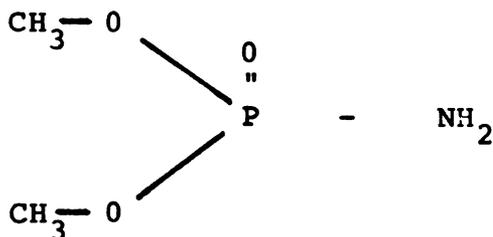
Cálculos:

$$\% \text{ Metalaxil} = \frac{\text{alt.muestra}}{\text{alt.estándar}} \times \frac{\text{Conc.estándar}}{\text{Conc.muestra}} \times \% \text{ Pureza}$$

DETERMINACION DE METAMIDOFOS

Por: Cromatografía Gas-Líquido* (1, 2 y 9)

Metamidofos es el nombre común del O,S-Dimetil Fosforoamidotioato es un insecticida-acaricida de contacto residual y sistémico, con la siguiente estructura química.



Fórmula molecular: C₂ H₈ O₃ NP

Peso molecular: 124.97

Estado físico: cristales incoloros

Punto de fusión: 46.1°C

Presión de vapor: 3 x 10⁻⁴ ámbars a 30°C

Solubilidad: Rápidamente soluble en agua o etanol menos de 1% en - Keroseno, menos de 10% en benceno o xileno a temperatura ambiente soluble en alcoholes, hidrocarburos alifáticos clorados, ligeramente soluble en éter.

Otros nombres: Filitox, Tamaron, Estrella, monitor, MTD ortho, -- tamanox.

Reactivos:

- 1.- Estándar analítico de metamidofos de pureza conocida
- 2.- Etanol grado reactivo analítico

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo de gases con detector de ionización de flama
- 2.- Columna de vidrio de 1.5 mts. de long. x 2 mm D.I. empacada con XE-60 3% sobre cromosorb G malla 70-80, ó OV 17 4% sobre gas - crom Q malla 80/100, ó QF 1 4% + OV 17 4% sobre cromosorb WHP. 100/120 mallas.

- 3.- Jeringa de precisión de 10 uls.
- 4.- Material de vidrio de laboratorio

Condiciones de operación:

			Temperaturas			
Fase XE 60 3%			Fase OV 225 3%		Fase QF1 4% + OV 17 4%	
Columna	-	145°C	-	160°C	-	145°C
Inyector	-	200°C	-	180°C	-	210°C
Detector	-	250°C	-	200°C	-	250°C

Los demás parámetros de operación deberán ser ajustados por el operador de acuerdo al equipo con que se cuente en el laboratorio.

Procedimiento:

Preparación del estándar; pesar 0.05 g de estándar analítico de metamidofos en un matraz volumétrico de 50 mls disolver en etanol con 5 a 10 mls. y llevar a volumen con el mismo disolvente.

Preparación de la muestra; para productos formulados líquidos pesar una cantidad equivalente a la del ingrediente activo del estándar analítico, en un matraz volumétrico de 50 ml disolver en 50-10 ml de etanol y llevar a volumen con el mismo disolvente.

Determinación:

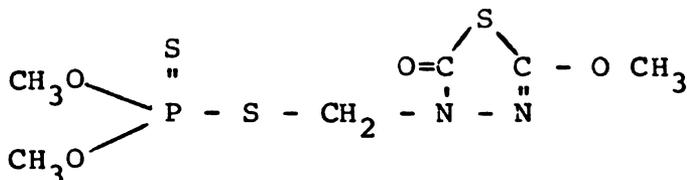
Para equilibrar la columna inyectar 3 ó 5uls. de estándar y muestra de 2 a 3 veces en forma consecutiva hasta obtener una respuesta constante de la altura de los picos que deberán alcanzar del 60 al 70% de la escala total de la carta.

Calculos: Calcular el % de Metamidofos tomando en cuenta el área ó la altura de los picos

$$\% \text{ Metamidofos} = \frac{\text{Altura del pico muestra}_x \text{ conc. estándar}_x}{\text{Altura del pico estándar conc. muestra}} \times \% \text{ pureza est.}$$

DETERMINACION DE METIDATION
(Supracid) por cromatografía* (9)
Gas-Líquido

Methidati3n es el nombre com3n del 0,0, dimetil fosforoditioate, S-ester con 4/mercaptometil)-2-metoxi-1,3,4 tiadiazolin-5-ona un insecticida-acaricida registrado, que tiene la siguiente estructura qu3mica.



F3rmula molecular: $\text{C}_6 \text{H}_{11} \text{N}_2 \text{S}_3 \text{PO}_4$

Peso molecular: 302

Punto de fusi3n: 39°- 40°C

Estado f3sico: cristales incoloros

Solubilidad: En agua es 240 ppm a 20°C, altamente soluble en acetona, benzeno y metanol

Otros nombres - Ultracide, Somonil

Reactivos:

- 1.- Est3ndar anal3tico de pureza conocida
- 2.- Acetona G.E.
- 3.- Iso-Octano, G.E.

Equipo:

- 1.- Cromat3grafo de gases con detector de ionizaci3n de flama
- 2.- Columna de vidrio de 1.8 mts. 2 mm D.I., empacada con 1.95% QF-1 + 1.54% OV-17 sobre cromosorb WHP - 80/100 mallas
- 3.- Jeringa de precisi3n de 5-10 ul
- 4.- Material de vidrio de laboratorio

Condiciones de Operación:

Temperaturas

Temperatura de la columna	-	185°C
Temperatura del detector	-	230°C
Temperatura del inyector	-	220°C
Gas acarreador	-	Nitrógeno
Presión del gas acarreador	-	4 psig
Flujo del hidrógeno	-	30 ml/min
Flujo del aire	-	300 ml/min

Procedimiento:

- 1.- Std. Se pesa + 0.05 g de standar de methidation en un matraz aforado de 50 ml se le disuelve con acetona G.E. y se afora. Si es necesario una 2a dilución se hace en iso-octano.
- 2.- Muestra.- Se pesa una cantidad de muestra problema proporcional para contener 0.06 g de I.A. en 50 ml, se extrae con acetona y si es necesario de otra dilución se hace en iso-octano.
- 3.- Se inyectan de 3-5 μ ls. de muestra y estándar por duplicado y se ajustan los parámetros tales como velocidad de la carta, atenuación, volumen inyectado para obtener una buena reproducibilidad y tamaño de los picos que vayan de $\frac{1}{3}$ - $\frac{2}{3}$ de la carta.
- 4.- Se mide la altura o área de los picos de muestra y estándar.

Cálculos:

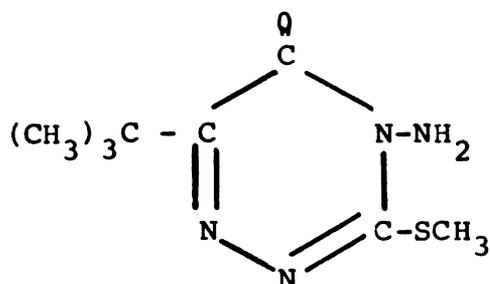
$$\% = \frac{\text{Altura muestra} \times \text{Conc. estándar} \times \text{pureza}}{\text{Altura estándar} \times \text{Conc. muestra}}$$

DETERMINACION DE METRIBUZINA

Por: Cromatografía Gas-Líquido *(1,9)

METRIBUZIN es el nombre común de 4-Amino-6-(1,1-dimetil etil)-3-(metil tio)1,2,4- triazin 5(4H)-ona.

Otros nombres: Lexone, Bay 94337, Sencor, Sencoral es un herbicida agrícola registrado con la siguiente estructura química:



Fórmula molecular: C₇ H₁₄ O N₄ S

Peso molecular: 202

Punto de fusión: 125 - 126.5°C

Estado físico y color: Sólido cristalino blanco

Solubilidad: Soluble en metanol, etanol, acetato de glicol éter,
Solubilidad en agua de 1200 ppm.

Reactivos:

- 1.- Acetonitrilo grado reactivo analítico
- 2.- Estándar de metribuzin de pureza conocida

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama (FID)
- 2.- Columna de vidrio silanizada de 1.8 mts. de longitud x 2 m m de D.I. empacada con fase líquida de QF 1 4% + OV 17 4% sobre cromosorb W H P 100/120 mallas
- 3.- Jeringa precisión de 5 ó 10 uls.
- 4.- Material de vidrio de laboratorio

Condiciones de operación:

Temperaturas

Columna: 190°C
Inyector: 225°C
Detector: 240°C

Ajustar los demás parámetros de operación de acuerdo al equipo con que se cuente en el laboratorio.

Procedimiento:

Preparación del estándar; pesar 0.05 g de estándar analítico en un matraz volumétrico de 50 mls disolver con acetonitrilo y llevar a volumen con el mismo solvente para obtener una concentración de 1.0×10^{-6} g/uls.

Preparación de la muestra; pesar una cantidad equivalente a la del ingrediente activo del producto formulado, en un matraz volumétrico de 50 ml. disolver en acetonitrilo y llevar a volumen con el mismo solvente.

Determinación:

Inyector de 3 a 5 uls de estándar y muestra de 2-3 veces en forma consecutiva hasta obtener una respuesta constante de la altura de los picos.

Cálculos:

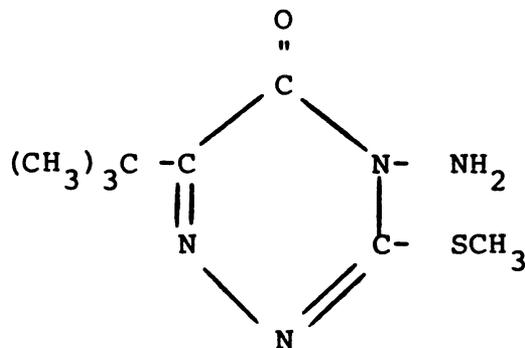
$$\% \text{ Metribuzin} = \frac{\text{Altura ó área de la muestra}}{\text{Altura ó área del estándar}} \times \frac{\text{concentración estándar}}{\text{concentración muestra}} \times \frac{\% \text{ pureza del estándar}}{100}$$

DETERMINACION DE METRIBUZINA

Por: Espectroscopía I.R. *(1,9)

Metribuzina es el nombre común del 4-amino 6-(1,1-dimetil etil)-3-(metiltio)-1,2,4-triazin-5(4H)-ona.

Otros nombres: Sencor, Lexone, Sencoral, Sencorex, es un herbicida registrado con la siguiente estructura química.



Fórmula molecular: C₈H₁₄N₄SO

Peso molecular: 214

Estado físico color y olor: Sólido cristalino blanco

Punto de fusión: 125 - 126.5°C

Solubilidad: Soluble en cloruro de metileno, metano, etanol y acetato de glicol éter, soluble en agua 1200 ppm.

Condiciones y Programa del aparato:

Tiempo de recorrido: 12

Expansión abscisa: 1

Celdas de cloruro de sodio.

Región de registro: 1050 - 900 cm⁻¹

Reactivos:

1. Cloruro de metileno grado espectro.
2. Estándar analítico de metribuzina de pureza conocida.

Procedimiento:

Preparación del estándar:

Pesar 0.3 g. de estándar aproximadamente en un matraz aforado de 25 ml. agitar hasta que la solubilización sea total y enseguida aforar con cloruro de metileno grado espectro, registrese el espectro usando el pico máximo de absorción a 967 cm^{-1} .

Preparación de la solución problema:

Pesar aproximadamente 0.4 g. de la muestra en un matraz aforado de 25 ml. agitar hasta solubilización total (15 minutos aproximadamente) una vez que se le agrego cloruro de metileno grado espectro.

A continuación se pasa por papel filtro No.42 a otro matraz de 25 ml. y se afora con nuestro solvente. Se corre el espectro tomando la lectura de la región $1050 - 900\text{ cm}^{-1}$ usando el pico cuya máxima absorción es a 967 cm^{-1} .

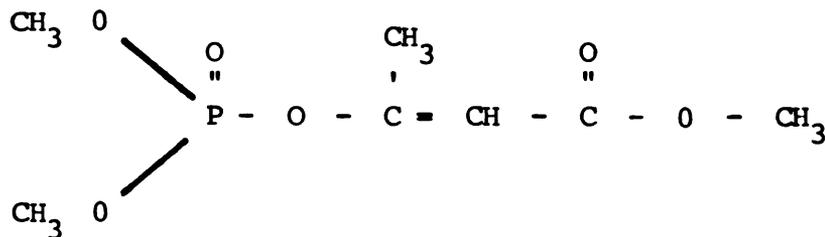
Cálculos:

$$\% \text{ Sencor} = \frac{\text{Abs.muestra}}{\text{Abs. std.}} \times \frac{\text{Conc. std.}}{\text{Conc.muestra}} \times \% \text{ Pureza del estándar}$$

DETERMINACION DE MEVINFOS

Por: Cromatografía Gas-Líquido* (9)

Mevinfos es el nombre común del isómero alfa del 2-carbometoxi-1-metilvinil dimetil fosfato; un insecticida acaricida sistémico y de contacto registrado y con la siguiente estructura química:



Fórmula molecular: C₄ H₁₃ PO₆

Peso molecular: 224

Estado físico: Líquido amarillo pálido

Punto de ebullición: 99- 103°C (0.03 mm H_g)

Solubilidad: miscible en agua y muy soluble en solventes orgánicos

Otros Nombres: Phosdrin, Phosfene y Duraphos

Reactivos:

- 1.- Estándar analítico de Mevinfos de pureza conocida
- 2.- Acetona grado espectro

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama (FID)
- 2.- Columna de vidrio de 1.5 mts. de long. x 2 mm de D.I. empacada con OV225 2.5% sobre cromosorb WHP-80 / 100 mallas.
- 3.- Jeringa 5-10 ml
- 4.- Material de vidrio de laboratorio

Condiciones de Operación para el FID

Temp. de la columna	-	140 °C
Temp. del inyector	-	170 °C
Temp. del detector	-	250 °C
Gas acarreador	-	nitrógeno

Los parámetros de operación tales como velocidad de la carta, atenuación, sensibilidad deberán ser ajustados por el operador para obtener una respuesta óptima.

Procedimiento:

Preparación del estándar: pesar \pm 0.05 g del estándar de mevinfos isómero E e isómero Z en un matraz aforado de 50 ml. disolver con acetona agitando y aforar con el mismo solvente.

Preparación de la muestra:

Pesar una porción de muestra equivalente a 0.05 g de I.A. de mevinfos; disolver con acetona y agitar para extraer y aforar a 50 ml.

Determinación:

Inyectar 3-5 ml de estándar y muestra por duplicado, si es necesario ajustar los parámetros del aparato y el volumen inyectado para obtener reproducibilidad y la altura de los picos de los isómeros sean aceptables.

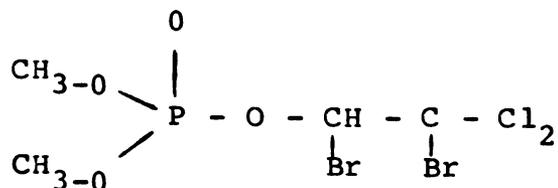
$$\% \text{ Mevinfos} = \frac{\text{Altura de isómeros de muestra}}{\text{Altura de isómeros del estándar}} \times \frac{\text{Conc. de estándar}}{\text{Conc. de la muestra}} \times \text{pureza estándar}$$

DETERMINACION DE NALED

Por cromatografía gas-líquido * (9)

Este método se usa para analizar NALED en material técnico, formulaciones líquidas y sólidas.

NALED está registrado con el siguiente nombre químico: 1,2-Dibromo-2,2-dicloroetil dimetil fosfato. Es un insecticida acaricida no sistémico con cierta acción fumigante, registrado con la siguiente estructura química:



Fórmula molecular: $\text{C}_4 \text{H}_7 \text{O}_4 \text{P Br}_2 \text{Cl}_2$

Peso molecular: 380.77

Punto de fusión: 27°C

Solubilidad: Prácticamente insoluble en agua ligeramente soluble en solventes alifáticos, fácilmente soluble en solventes aromáticos.

Otros nombres: Dibrom, Lucanal, Difabrom y Bromex.

Reactivos

1. Estandar analítico de pureza conocida
2. Cloruro de metileno grado reactivo

Equipo:

1. Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama (FID).
2. Columna de vidrio silanizada de 1.8 m de longitud x 2 m.m. de D.I. empacada con fase líquida OU-225 al 2% sobre cromosorb W ó SE 30 al 5% sobre gas crom 100/120 mallas.

3. Microjeringa de 10 uls
4. Material de vidrio de laboratorio

Condiciones de Operación:

Temperaturas:

Columna: 150°C
Inyector: 170°C
Detector: 250°C

Los demás parámetros deberán ser ajustados por el operador de acuerdo al equipo con que se cuente en el laboratorio.

Procedimiento:

Preparación del estándar: Pesar 0.05 g de estándar analítico de Naled en un matraz aforado de 50 ml, disolver con cloruro de metileno y llevar a volumen con el mismo solvente.

Para concentrados emulsionables: pesar una cantidad equivalente a la del ingrediente activo de estándar en matraz volumétrico de 50 ml, disolver con el solvente usado y llevar a volumen.

Determinación:

Inyectar de 3-5 uls de estándar y muestra de 2-3 veces en forma consecutiva hasta obtener respuesta constante de los picos que deberán alcanzar del 60-70% de la escala total de la carta.

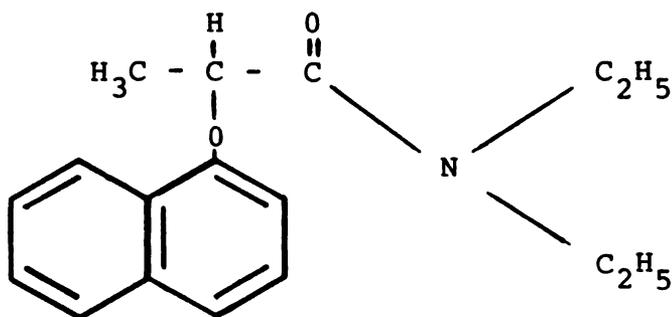
Cálculos:

% NALED:
$$\frac{\text{Altura ó área del pico de la muestra}_x \text{ Peso estándar}_x \text{ \% pu-}}{\text{Altura ó área del pico del estándar} \text{ reza estándar} \text{ Peso muestra}}$$

DETERMINACION DE NAPROPAMIDA

Por. Cromatografía Gas-Líquido* (9)

Napropamida es el nombre común de 2-(alfa-naftoxi)- N,N-dietil propio namida, es un herbicida selectivo con la siguiente estructura química:



El Devrinol técnico: Es sólido cristalino de color ámbar o café, con punto de fusión de 75°C.

Determinación: Por medio del cromatógrafo gas-líquido con detector - de ionización de flama y columna de vidrio empacada con la fase SE-30 12% sobre gas chrom Q y el Devrinol es comparado con el área del pico de adipate como estándar interno también se puede usar la columna SE-30 4% + QF1 6%, sobre cromosorb 10 HP 80/100 mallas.

Reactivos:

- 1.- Stándar de Devrinol de pureza conocida
- 2.- Bisulfuro de carbono grado reactivo analítico

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo de gas-líquido con detector de ionización de flama o (N-P) .
- 2.- Columna de vidrio de 1.8 m de long. por 2 mm de D.I.
- 3.- Columna empacada con SE-30% (FID) o SE-304% + QF1 6% (N-P) cromosorb WHP 80/100 mallas.

Condiciones de operación:

Temperatura de la columna	-	225°C
Temperatura del detector	-	240°C
Temperatura del inyector	-	225°C
Vel. flujo N ₂	-	45 ml/min.
Vel. flujo H ₂	-	30 ml/min.
Vel. flujo aire	-	300 ml/min.

Preparación del estándar:

Pesar 0.05 g del estándar analítico de Devrinol en un matraz volumétrico de 50 ml disolver con agitación con disulfuro de carbono y llevar a volumen con el mismo solvente.

Preparación de la muestra.- Pesar una cantidad del producto formulado equivalente a la del estándar si es líquido disolver en disulfuro de carbono y llevar a volumen, si es polvo extraer con el solvente - indicado por agitación, filtrar y recibir en un matraz aforado de -- 50 ml y llevar a volumen.

Para obtener una concentración de 1×10^{-6}

Determinación:

Inyectar de 3-5 μ l. de estándar y muestra por duplicado hasta obtener la altura de los picos de un 60-70% de la altura total de la carta y reproducibilidad de los picos.

CALCULOS:

$$\% \text{ de Devrinol} = \frac{\text{Altura del pico muestra}}{\text{Altura del pico estándar}} \times \frac{\text{Peso del estándar}}{\text{Peso de muestra}} \times \% \text{ pureza std.}$$

DETERMINACION DE NITROGENO TOTAL

Por el método de Kjeldahl *(7,12)

Principio del método:

La determinación de nitrógeno en compuestos orgánicos que contengan nitrógeno y fosforo son analizados por este método cuantitativo. Las amidas y las imidas derivadas de los ácidos fosforoso y fosfórico , cuando el compuesto orgánico es tratado por calentamiento con un volumen de ácido sulfúrico al 50%, se lleva acabo la conversión del nitrógeno liberado del ión amonio. La solución ácida se diluye y se alcaliniza con hidróxido de sodio asi el amonio formado se destila en la forma usual y se disuelve en una solución de ácido clorhídrico valorado y titulado por retroceso con solución valorada de hidróxido de sodio.

Alcance del método:

Los plaguicidas que contienen nitrógeno en su estructura molecular -- podrán ser analizados utilizando este método, limitado a situaciones particulares y en caso de no contar con estándar analítico, se podrá usar en el análisis de agroquímicos que contengan aminoácidos y otros compuestos nitrogenados de importancia en la formulación.

Reactivos:

Sulfato de cobre grado R.A.
Granalla de zinc grado R.A.
Sulfato de sodio grado R.A.
Tiosulfato de sodio grado R.A.
Acido clorhídrico grado R.A.
Acido sulfúrico grado R.A.
Rojo de metilo grado R.A.
Hidróxido de sodio grado R.A.
Fenolftaleina grado R.A.
Agua destilada

Material:

Matraz kjeldahl de 800 ml.

Parrilla de calentamiento

Refrigerante

Matraz erlen meyer de 500 ml.

Aparato digestión para determinar nitrógeno total.

Procedimiento:

Pesar aproximadamente 0.15 g. de muestra para productos con garantía menor o igual a 50% de ingrediente activo. Para muestras con garantía mayor de 50% de ingrediente activo se deberá pesar 0.10 g. aproximadamente.

Una vez pesada la muestra se coloca en un matraz kjeldahl de 800 ml. y se agregan en cantidad aproximada los siguientes reactivos; 5 g. de sulfato de cobre, 12-14 g. de sulfato de sodio anhidro, 5 g. de tiosulfato de sodio, se le adicionan 25 ml. de ácido sulfúrico concentrado y se coloca en una parrilla para que se efectue la digestión durante 2 horas aproximadamente hasta destruir toda la materia orgánica, retirar el matraz de la parrilla y agregarle lentamente agua destilada por las paredes internas del matraz hasta enfriarlo, agregar unas gotas de fenolftaleína y eliminar el exceso de ácido con solución de hidróxido de sodio concentrado (60%) hasta obtener una coloración café oscuro, sin agitar agregar un poco de agua destilada y de 0.1-0.5 g. de granilla de zinc metálico y colocar el matraz en el destilador hasta obtener la parte de la solución que titularemos la cual se recibe en un matraz erlen meyer de 500 ml. conteniendo 25 ml. de HCL 0.1N, 100 ml. de agua destilada y unas gotas de rojo de metilo como indicador. Cuando en la ebullición se torna violenta es señal de que nuestra solución problema ha pasado totalmente al matraz erlen meyer. Retirar el matraz de destilación y titular la solución con NaOH 0.1N.

CALCULOS:

$$\% N = \frac{(\text{ml. H}_2\text{SO}_4) (N \text{ H}_2\text{SO}_4) - (\text{ml. N}_a\text{OH}) (N \text{ N}_a\text{OH}) \times 0.014 \times 100}{\text{Peso de la muestra}}$$

Peso de la muestra

DETERMINACION DE OXITETRACICLINA

Por el método colorimétrico del Cloruro Férrico.*(9)

Principio.- Los iones férricos forman un complejo coloreado café con la oxitetraciclina en una solución acuosa a un pH de 2.

Aplicación:

- 1). En oxitetraciclina base y sus sales
- 2). En formulaciones conteniendo oxitetraciclina o sus sales.

Reactivos:

- 1). Acido clorhídrico, 1N
- 2). Acido clorhídrico, 0.1N
- 3). Solución stock de cloruro férrico.- Pesar 5.0 g. de $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ en un matraz volumétrico de 50 ml. agregar 10 ml. de HCl, 1N y aforar con agua.
- 4). Cloruro férrico reactivo.- Pipetear 5 ml. de sol. stock de cloruro férrico en un matraz aforado de 1000 ml, agregar 10 ml. de -- HCl - 1N y aforar con agua; el pH deberá estar entre 2.0 - 2.1
- 5). Estándar de Oxitetraciclina.

Preparación del estándar.-Pesar cuidadosamente 80 mg. de estándar y llevarlo a un matraz volumétrico de 100 ml. agregar 5 ml. de HCl - 1N, agitar para disolver y aforar con agua.

Preparación de la muestra.- Pesar 3.5 g. de muestra pasandolo a un matraz aforado de 100 ml. agregar 10 ml. de HCl - 1N; agitar y aforar con con agua.

Procedimiento.-

Pipetear una alícuota de 5 ml. de muestra y estándar en vasos de precipitados, agregar a cada uno 5 ml. de HCl - 0.01N. En un tercer vaso -- agregar 10 ml de HCl - 0.01N para usar como blanco. A cada vaso agregar 10 ml. del reactivo de cloruro férrico y permitir que se desarrolle el color por 15 minutos.

Medir la absorbancia de muestra y estándar a una longitud de onda de - 490 nm, usando como blanco el reactivo preparado.

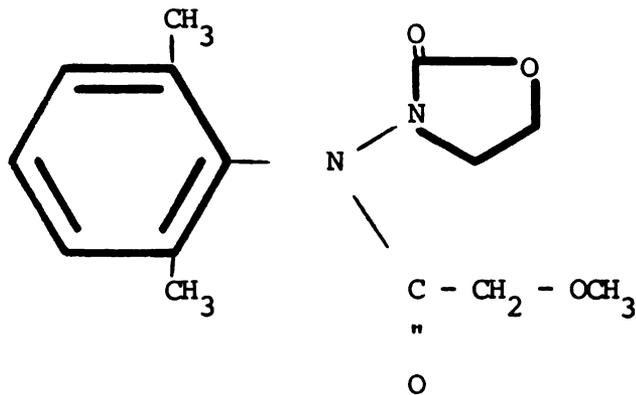
Cálculos:

$$\% \text{ Oxitetraciclina} = \frac{\text{Abs. muestra}}{\text{Abs. std.}} \times \frac{\text{Conc. std.}}{\text{Conc. muestra}} \times \text{Pureza del std.}$$

DETERMINACION DE OXADIXIL

Por: Cromatografía de gases *(9)

Oxadixil es el nombre común de 2-metoxi-N-(2-oxo-1,3-oxazolidin-3 il) acet-2', 6'-xilidide, fungicida sistémico, que tiene la siguiente estructura química:



Fórmula molecular: C₁₄ H₁₈ O₄ N₂

Peso molecular: 278

Punto de fusión: 104 - 105°C

Estado físico: sólido cristalino incoloro

Otros nombres: Sandofan, Ricoil

Reactivos:

- 1.- Estándar de pureza conocida de Oxadixil.
- 2.- Acetona grado espectro

Equipo y condiciones:

- 1.- Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama (FID).
- 2.- Columna de vidrio de 1.5 mts. de longitud por 2.0 mm de diámetro interior fase estacionaria SE 30 - 5% sobre gas chrom 100/120 mallas.
- 3.- Jeringa de 5 a 10 uls.
- 4.- Material de vidrio de laboratorio.

Condiciones del cromatógrafo:

Temperatura de la columna	185°C
Temperatura del inyector	207°C
Temperatura del detector	230°C

Procedimiento:

Preparación del estándar: Pesar 0.05 g. de estándar analítico en un matraz volumétrico de 50 ml. disolverlo con acetona y llevar a volumen.

Preparación de la muestra: Material técnico, pese aproximadamente el equivalente al estándar de Oxadixil en un matraz volumétrico de 50 ml. disuelva con acetona y afore. Productos formulados (polvos humectables y granulados) pese el equivalente al estándar de ingrediente activo de Oxadixil en un matraz volumétrico de 50 ml. agregue 20 ml. de acetona y extraer en agitador mecánico por 30 minutos o por agitación manual por una hora, filtrar y llevar a volumen con el mismo -- solvente.

Determinación:

Inyectar de 3 a 5 ul. dos o tres veces consecutivamente de estándar analítico y muestra hasta obtener una respuesta constante de la altura de los picos que deberán alcanzar del 60 al 70% de la escala total de la carta.

Cálculos:

$$\% \text{ Oxadixil} = \frac{\text{Altura muestra}}{\text{Altura estándar}} \times \frac{\text{Conc. estándar}}{\text{Conc. muestra}} \times \text{Pureza}$$

DETERMINACION DE PARAQUAT

Por: Espectroscopía Ultravioleta *(1,9)

Paraquat es el nombre común de Sal dicloruro de paraquat (1,1'-dimetil-4,4'-del ion bipyridilio) es un herbicida de contacto y -deseccante registrado, el cual tiene la siguiente estructura química.



Fórmula molecular: C₁₂H₁₄N₂Cl₂

Peso molecular: 257

Solubilidad: La sal dicloruro es libremente soluble en agua, insoluble en alcohol e hidrocarburos, muy estable, excepto en condiciones alcalinas, rápidamente absorbida y desactivada por partículas del suelo, se descompone a 300°C.

Estado físico y color: Sólido cristalino incoloro.

Otros nombres: Agro-Sano Quatex, Agroquat, Gramoxone, Transquat.

Reactivos:

- 1). Estándar de paraquat de pureza conocida.
- 2). Agua destilada

Equipo:

Un espectrofotómetro Ultravioleta de doble haz con celdas de cuarzo de 1 cm.

Procedimiento:

Se pesa aproximadamente 0.2 g. de estándar y muestra y se llevan a matraces aforados de 250 ml, se disuelve y afora con agua destilada.

Se hace una segunda dilución de cada uno, tomando una alícuota de 1 ml. de estándar y muestra y llevandolos a matraces de 25 ml, aforando con agua.

Se mide la máxima absorbancia de estándar y muestra entre una longitud de onda de 256-249 nm, usando agua destilada como blanco.

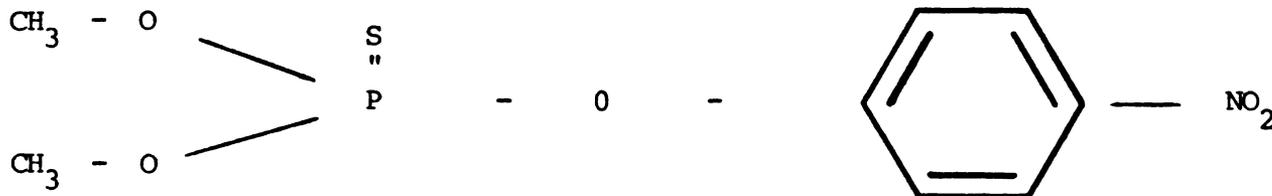
Cálculos:

$$\% \text{ Paraquat} = \frac{\text{Abs.muestra}}{\text{Abs. std.}} \times \frac{\text{Conc. std.}}{\text{Conc.muestra}} \times \text{Pureza del std.}$$

DETERMINACION DE PARATION METILICO

Por: Cromatografía Gas-Líquido *(1,2,9)

Paratión metílico es el nombre común del 0,0-dimetil 0,p-nitrofenil fosforotioato, es un insecticida de contacto, con amplio espectro de aplicación, registrado con la siguiente estructura química:



Fórmula molecular: C₈ H₁₀ NO₅ P S

Peso molecular: 263.2

Punto de fusión: 35 - 36°C

Estado físico y color: Sólido cristalino blanco, el producto técnico, tiene un ligero color ámbar en estado líquido de aproximadamente 80% de pureza, cristaliza a 29°C aproximadamente.

Solubilidad: Soluble de 55 a 60 ppm en agua a 25°C ligeramente soluble en éter de petróleo y aceites minerales, soluble en la mayoría de los solventes orgánicos.

Estabilidad: Se hidroliza en medio alcalino; compatible con la mayoría de plaguicidas alcalinos, se isomeriza por calentamiento, es un buen agente metilante.

Reactivos:

- 1.- Estándar de Paratión metílico de pureza conocida.
- 2.- Acetona grado espectro
- 3.- Isooctano grado espectro

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama.
- 2.- Columna de vidrio de 1.8 m. de longitud x 2 mm D.I. empacada con fase líquida de QF 1 al 4% - OV 17 al 4% sobre Chromosorb WHP 100/120 mallas.
- 3.- Jeringa de 5 ó 10 ul.
- 4.- Material de vidrio de laboratorio.

Condiciones de operación:

Temperatura de la columna	-	180°C
Temperatura del inyector	-	225°C
Temperatura del detector	-	240°C

Los demás parámetros de operación deberán ser ajustados por el operador de acuerdo al cromatógrafo con que cuente en el laboratorio, para obtener la respuesta óptima reacondicionar la columna por lo menos 2 hrs. antes y 25°C más alto de lo especificado.

Procedimiento:

Preparación del estándar, pesar 0.05 g. de estándar analítico de paratió metílico en matraz aforado de 50 ml. disolver y aforar con acetona.

Preparación de la muestra:

Para concentrados emulsionables pesar una cantidad equivalente a la del estándar de ingrediente activo en un matraz de 100 ml. disolver con 20 ml. de acetona y aforar con el mismo solvente.

Para polvos pesar una cantidad equivalente a la del estándar, colocar la muestra en un matraz de 100 ml. extraer con 20 ml. de acetona por agitación mecánica o manual durante media hora y aforar con acetona no filtrar y dejar sedimentar el polvo antes de inyectar.

Determinación:

Inyectar 3-5 μ l. de estándar de 2-3 veces en forma consecutiva hasta obtener una respuesta constante de la altura de los picos que deberán alcanzar del 60 al 70% de la escala total de la carta. Tratar a la muestra de la misma forma.

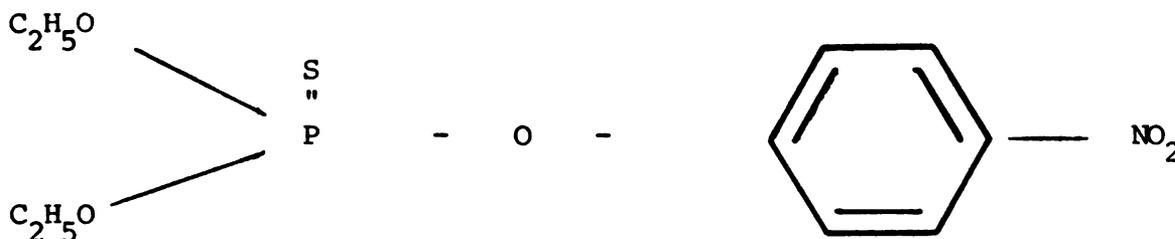
CALCULOS:

$$\% \text{ Paratió Metílico} = \frac{\text{Altura ó Area del pico de la muestra} \times \text{Peso estándar}}{\text{Altura ó Area del pico del estándar} \times \text{Peso muestra}} \times \% \text{ est.}$$

DETERMINACION DE PARATION ETILICO

Por: Cromatografía Gas-Líquido *(1,2,9)

Paratión Etílico es el nombre común de 0,0-Dietil 0,p-nitrofenil fosforotioato, es un insecticida de contacto con un amplio rango de aplicación, registrado con la siguiente estructura química:



Fórmula molecular: C₁₀ H₁₄ NO₅ PS

Peso molecular: 291.3

Punto de fusión: 6.0°C

Punto de ebullición: 157 a 162°C a 6 mm de H_g

Estado físico, color y olor: líquido amarillo tenue; el producto técnico tiene color café olor parecido al ajo.

Solubilidad: 24 ppm en agua a 25°C ligeramente soluble en aceites de petróleo y -- miscible en la mayoría de los solventes orgánicos.

Estabilidad: Rápidamente hidrolizable en medio alcalino (1% a pH de 5.0 a 6.0, en - 62 días a 25°C), isomerización por calor.

Reactivos:

- 1.- Estándar analítico de paratión etílico de pureza conocida.
- 2.- Acetona grado espectro
- 3.- Isooctano grado espectro

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo de gas-líquido con detector de Ionización de flama.
- 2.- Columna de vidrio silanizada empacada con fase líquida QF-1 al 4% - OV 17 al 4% sobre chromosorb WHP 100/120 mallas.
- 3.- Jeringa de 5 ó 10 ul.
- 4.- Material de vidrio de laboratorio

Condiciones de operación:

Temperatura de la columna	-	220°C
Temperatura del inyector	-	225°C
Temperatura del detector	-	240°C

Los demás parámetros de operación deberán ser ajustados por el operador de acuerdo al cromatógrafo con que cuente en el laboratorio, para obtener una respuesta óptima reacondicionar la columna por lo menos 2 horas antes, 25°C más alto de lo especificado.

Procedimiento:

Preparación del estándar:

Pesar \pm 0.05 g. de estándar de paratión etílico en un matraz aforado de 50 ml. disolver con acetona de 5 - 10 ml. y aforar con acetona.

Preparación de la muestra:

Para material técnico y concentrados emulsionables pesar en un matraz volumétrico de 50 ml. una cantidad equivalente a la del estándar analítico, disolver en acetona con 10-15 ml. una vez disuelto llevar a volumen con acetona.

Determinación:

Inyectar de 3-5 μ l. de estándar de 2-3 veces en forma consecutiva hasta obtener una respuesta constante de la altura de los picos que deberán alcanzar del 60-70% de la escala total de la carta. Tratar a la muestra de la misma forma.

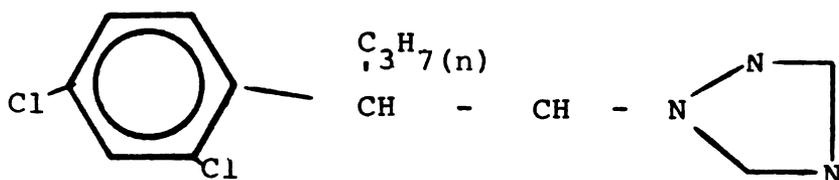
CALCULOS:

$$\% \text{ Paratión Etílico: } \frac{\text{Altura pico } \text{ó} \text{ Area de la muestra}}{\text{Altura pico } \text{ó} \text{ Area del estándar}} \times \frac{\text{Peso estándar}}{\text{Peso muestra}} \times \% \text{ std.}$$

DETERMINACION DE PENCONAZOLE

Por: Cromatografía Gas-Líquido *(9)
(Detector C.E.)

Penconazole es el nombre común del: 1-(2-(2,4-diclorofenil)-n-pentil)-1,2,4-triazol, su acción es fungicida sistémico, con la siguiente estructura química:



Fórmula Molecular: $C_{13} H_{15} Cl_2 N_3$

Peso molecular: 284.19

Descripción física: Líquido de color amarillo claro

Reactivos:

- 1.- Penconazole estándar de pureza conocida.
- 2.- Diclorometano (cloruro de metileno) grado reactivo analítico

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo gas-líquido con detector captura de electrones.
- 2.- Columna de vidrio: Long. 1.8 m y 2 mm diámetro interno empacada con OV210 al 10% sobre gas Chrom. malla 80/100 WHP (o columna equivalente).
- 3.- Jeringa de precisión de 5 ó 10 ul.
- 4.- Material de vidrio de laboratorio.

Condiciones de Operación:

Temperatura 190°C
Temperatura de detector 270°C
Temperatura del inyector 220°C
Gas acarreador nitrógeno

Los parámetros de operación como atenuación y velocidad de carta -- deberán ser ajustados por el analista, hasta obtener la respuesta -- óptima y reproducibilidad.

Procedimiento:

Preparación del estándar:

Pesar 0.05 g. de Penconazole estándar en un matraz volumétrico de -- 50 ml agregar cloruro de metileno, disolver al estándar y aforar (concentración final 1×10^{-6} g/ul).

Preparación de la muestra:

Para concentrados emulsificables.-Pesar una porción de muestra equivalente a 0.05 g de penconazole estándar, añadir cloruro de metileno, disolver por agitación y aforar a volumen. Para materiales granulados y - polvos agregar 20 ml. de solvente y agitar mecánicamente por 30 min. o manualmente por 1 hora (intermitente).

Determinación:

Inyectar 2-4 ml de estándar, si es necesario ajustar los parámetros del instrumento y volumen inyectado para dar una completa separación dentro de un tiempo razonable, y altura de los picos entre 1/2 ó 3/4 de la escala total, proceder con la determinación, haciendo por lo menos 3 inyecciones de cada uno estándar y muestra o hasta encontrar repetibilidad de las alturas de los picos.

Cálculos:

$$\% \text{ de concentración} = \frac{\text{Peso de la muestra}}{\text{Peso del estándar}} \times \frac{\text{Altura o área estándar}}{\text{Altura o área muestra}} \times \text{pureza estándar}$$

DETERMINACION DE PROPANIL POR
CROMATOGRAFIA GAS-LIQUIDO *(1,9)

REACTIVOS

- 1.- Stándar analítico de propanil de pureza conocida.
- 2.- Acetona G.E.

EQUIPO

- 1.- Cromatógrafo de gases con detector de ionización de flama (FID).
- 2.- Columna de vidrio de 1.8 mts. x 2 mm DI, empacada con 1.5% QF-1 + 1.5% OV-17 sobre cromosorb WHP 80/100 mallas
- 3.- Jeringa de precisión de 5-10 ul
- 4.- Material de vidrio de laboratorio.

Condiciones de operación para el FID:

Temperatura de la columna 180°C

Temperatura del detector 230°C

Temperatura del inyector 230°C

presión del gas acarreador 50 psi

Procedimiento

- 1.- Std. Se pesa ± 0.05 g de standard de propanil, se disuelve con acetona, se agita y se afora a 50 ml.
- 2.- Muestra. Se pesa una porción de muestra proporcional para obtener ± 0.05 g de I.A. de propanil en un matraz aforado de 50 ml se le agrega acetona, agitando para extraer y se afora.
- 3.- Se inyecta de 3-5 ul de std y muestra por duplicado, ajustando los parámetros de operación para obtener una óptima respuesta.

Cálculos

Medir las alturas o áreas de los picos del standar y muestra.

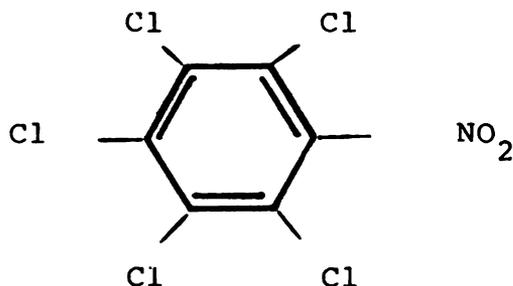
Calcular el % de I.A. según:

$$\% = \frac{\text{altura muestra}}{\text{altura std.}} \times \frac{\text{conc. std.}}{\text{conc. muestra}} \times \text{pureza}$$

DETERMINACION DE QUINTOCENO (PCNB)

Por: Cromatografía Gas-Líquido *(1,9)

Quintoceno (PCNB) es el nombre común del pentacloronitrobenceno; un fungicida del suelo registrado que tiene la siguiente estructura química:



Fórmula molecular: $C_6 Cl_5 NO_2$

Peso molecular: 295.5

Punto de fusión: 142°- 146°C

Estado físico: Sólido cristalino de ligeramente amarillo a incoloro.

Presión de vapor: 1.61, 5.0, 11.3 x 10⁵ mm de H_g a 10°, 20° y 25°C - respectivamente.

Solubilidad: a 20°C a su solubilidad en agua es de 0.44 mg/l casi insoluble en alcohol, soluble en hidrocarburos clorados y aromáticos.

Densidad a 20°C - 1.718

Estabilidad: el PCNB es térmicamente estable en medio ácido o alcalino hidroliza a nitrito y pentaclorofenol.

Otros nombres: PCNB, Terraclor, Tritisan, Avicol.

Reactivos:

- 1.- Estándar analítico de PCNB
- 2.- Acetnoa, G.E.

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo de gases con detector de ionización de flama (FID)
- 2.- Columna de vidrio de 4' x 2 mm ID empacada con 4% OV-17 + 4% QF-1 sobre cromosorb WHP - 80/100 mallas
- 3.- Jeringa de precisión de 5-10 ul
- 4.- Material de vidrio de laboratorio.

Condiciones de operación:

Temperatura de la columna	170°C
Temperatura del detector	220°C
Temperatura del inyector	220°C
Gas acarreador	nitrógeno
Presión del gas acarreador	60 psi

Los parámetros de operación tales como atenuación y velocidad de la - carta deberá ajustarlos el operador para obtener una óptima respuesta.

Procedimiento :

Preparación del estándar:

Pesar 0.1 g. de estándar de PCNB en un matraz aforado de 100 ml disolver agitando y aforar con acetona.

Preparación de la muestra:

Pesar una porción de la muestra equivalente a 0.1 g de PCNB agregar - acetona y agitar para extraer. Para granulados agitar mecánicamente - durante 30 minutos.

Determinación:

Inyectar 3-5 ul. del estándar y de muestra, ajustando los parámetros a obtener una respuesta óptima.

Cálculos:

Medir la altura o área de los picos de std. y muestra.

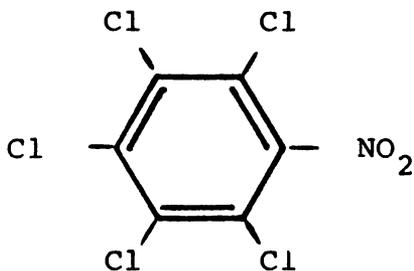
Determinar el % de PCNB como sigue:

$$\% \text{ Quintozeno} = \frac{\text{Altura de la muestra}}{\text{Altura del std.}} \times \frac{\text{Conc.std.}}{\text{Conc.problema}} \times \text{Pureza}$$

DETERMINACION DE QUINTOZENO

Por: Ultravioleta. *(1,9)

Quintozeno (PCNB) es el nombre común del pentacloronitrobenzeno; un fungicida del suelo registrado que tiene la siguiente estructura química:



Fórmula molecular: $C_6 Cl_5 NO_2$

Peso molecular: 295.5

Punto de fusión: 142°- 146°C

Estado físico: Sólido cristalino de ligeramente amarillo a incoloro.

Presión de vapor: 1.61, 5.0, 11.3 x 10⁵ mm de H_g a 10°, 20° y 25°C - respectivamente.

Solubilidad: a 20°C su solubilidad en agua es de 0.44 mg/l casi insoluble en alcohol, soluble en hidrocarburos clorados y aromáticos.

Densidad a 20°C - 1.718

Estabilidad: El PCNB es térmicamente estable en medio ácido o alcalino hidroliza a nitrito y pentaclorofenol.

Otros nombres: PCNB, Terraclor, Tritisan, Avicol.

Recomendaciones del método:

Para formulaciones comerciales con mezcla de varios plaguicidas formulados, este método no es aplicable.

Reactivos:

- 1.- Estándar de PCNB de 99% pureza
- 2.- Hexano G.E.

Equipo:

- 1.- Espectrofotómetro ultravioleta - visible
- 2.- Celdas de cuarzo de 1 cm de espesor
- 3.- Papel filtro No.42
- 4.- Material de vidrio de laboratorio

Condiciones de operación:

- 1.- Absorbancia máxima 301 milimicras
- 2.- Abertura del Slit 0.2 mm
- 3.- Veloc. de la longitud de onda 25 milimicras/min.
- 4.- Velocidad de la carta 3 1/3 cm/min.
- 5.- Sensibilidad del método 2×10^{-5} g/ml

Procedimiento:

Preparación del estándar.-

- 1.- En un matraz volumétrico de 100 ml se pesan 10 mg de estándar de PCNB se agrega 50 ml de hexano, se agita durante 5 min. y se afora.
- 2.- Se toman alícuotas de 5, 10, 15, 20 y 25 ml en matraz volumétricos de 100 ml respectivamente y se afora con hexano.
- 3.- Se leen las máximas absorbancias de las alícuotas y se traza una curva de calibración, absorbancia contra concentración.

Preparación de la muestra.-

1.- Polvos:

En un matraz volumétrico de 100 ml se pesan aprox. 100 mg. de muestra se le agrega hexano, se agita durante 15 min. en agitador magnético, se afora y se filtra. Se toma una alícuota de 10 ml de filtrado y se afora a 100 ml. Se lee la máxima absorbancia de la alícuota.

2.- Líquidos:

En un matraz volumétrico de 100 ml se pesan aprox. 10 mg de muestra se afora con hexano, agitando y se toma una alícuota para obtener una absorbancia de ± 0.6 .

Se lee la máxima absorbancia de la alícuota.

CALCULOS:

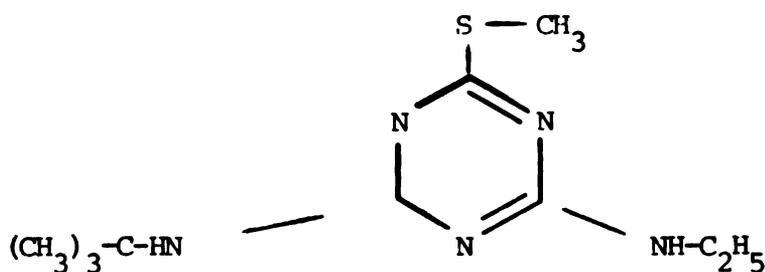
La absorbancia obtenida se lee en la curva de calibración para ver su equivalente en mg de ingrediente activo.

$$\% \text{ Quintozeno} = \frac{\text{Abs.muestra}}{\text{Abs.estándar}} \times \frac{\text{conc.estándar}}{\text{conc.muestra}} \times \% \text{ de pureza del estándar}$$

DETERMINACION DE TERBUTRINA

Por: Cromatografía Gas-Líquido *(9)

Terbutrina es el nombre común de 2-terbutil amino-4-etil amino-6-metil tio-S-triazina es un herbicida selectivo registrado con la siguiente estructura química.



Fórmula molecular: C₁₀ H₁₉ N₅ S₁

Peso molecular: 241

Punto de fusión: 104-105°C

Estado físico: Polvo blanco

Solubilidad: 25 ppm en agua a 20°C fácilmente soluble en solventes orgánicos.

Otros nombres: Igran, Prebane, Short-stop, Terbutrex.

Reactivos:

1. Estándar analítico de terbutrina de pureza conocida.
2. Estándar de alaclor de pureza conocida opcional como estándar interno a concentración final de 2 mg de alaclor por ml.
3. Cloroforno grado reactivo analítico.

Equipo:

1. Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama.
2. Columna de vidrio de 1.8 m. de diámetro x 2 mm de D.I. empacada con fase líquida de SE-30 al 5% sobre cromosorb W HP (o columna equivalente) 100/120 mallas.
3. Jeringa de precisión de 10 uls.
4. Agitador mecánico.
5. Material de vidrio de laboratorio.

Condiciones de operación:

Temperaturas.-

Columna - 160°C
Inyector - 200°C
Detector - 250°C

Los demás parámetros de operación como atenuación, rapidez o velocidad de la carta deberán ser ajustados por el operador hasta obtener una óptima reproducibilidad.

Procedimiento:

Pesar 0.05 g. de estándar de terbutrina en un matraz volumétrico de 50 ml. disolver en cloroformo y llevar a volumen con el mismo solvente, si se cuenta con estándar in terno agregarlo por pipeteo en el matraz volumétrico del estándar.

Preparación de la muestra: Pesar una porción de la muestra equivalente a la del están dar, en un matraz volumétrico de 50 ml. agregar 15.0 ml. de cloroformo reactivo -- analítico y para materiales sólidos agitar mecánicamente por 30 min. o en forma ma-- nual por una hora, filtrar y recibir en otro matraz volumétrico de 50 ml. y llevar - a volumen con cloroformo.

Determinación:

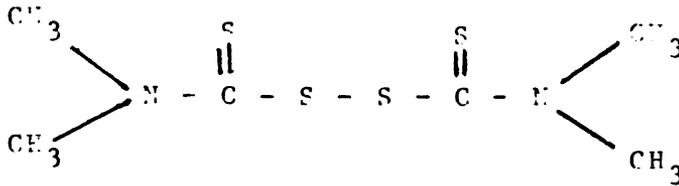
Inyectar de 3-5 uls. de estándar y muestra si es necesario ajustar las condiciones del aparato para una completa separación, en un tiempo de retención razonable y altura de los picos de 60-70% de la escala total de la carta.

CALCULOS.- Calcular la concentración por altura o áreas de los picos de estándar y muestra.

$$\text{Terbutrina} = \frac{\text{altura pico muestra}}{\text{altura pico estandar}} \times \frac{\text{conc.muestra}}{\text{conc.estándar}} \times \% \text{ Pureza del estándar}$$

DETERMINACION DE THIRAM POR ESPECTROFOTOMETRO
INFRAROJO, EN MEZCLA CON METOXICLORO.*(1,9)

Thiram es le nombre común oficial para el tetrametil tiurom disulfuro, un fungicida registrado con la siguiente estructura química:



Fórmula molecular: $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}_4$

Peso molecular: 240.44

Punto de fusión: 155 - 156°C

Estado físico y color: cristales incoloros

Solubilidad.- 30 ppm en agua, ligeramente soluble en etanol, éter, disulfuro de carbono, soluble en acetona, cloroformo.

Estabilidad.- estable en almacenamiento, en forma de polvo fino dá una mezcla explosiva con aire.

Otros nombres.- Arasan (Dupont), normerson(Planta Protección LTD), Pomarsol (I.G. farb), Fernasan, thylate, Spotrete, Thimer, Mercuram, Voncide, - Hexathir, Fermide.

Reactivos.-

- 1.- Standar de Thiram de pureza conocida.
- 2.- Cloroformo, grado espectro ó pesticida.
- 3.- Sulfato de sodio anhidro granulado.

Equipo.-

- 1.- Espectrofotómetro infrarojo de doble haz.
- 2.- Celdas de 0.2 mm de NaCl ó KBr.
- 3.- Agitador mecánico.
- 4.- Material de vidrio el usual en el laboratorio.

Procedimiento.-

Pesar 0.065 g. de standard de Thiram en un matraz aforado de 100 ml. agitar hasta disolver, adicionar una pequeña cantidad de sulfato de sodio anhidro para eliminar la humedad. (Concentración final 6.5 mg. Thiram/ml).

Preparación de la muestra.-

Para polvos, granulados y polvos humectables, pesar una porción de -- muestra equivalente a .325 g. de Thiram en un matraz aforado, adicionar 50 ml. y 1-2 g. de sulfato de sodio anhidro. Cierre y agite durante una hora, despues deje reposar, centrífuge ó filtre si es necesario, tomando precaución para prevenir la evaporación (concentración final 6.5 - mg/Thiram/ml).

Para formulaciones de muy baja concentración se requiere pesar mayor - cantidad de muestra, use mas solvente y evapore una alícuota a un volumen pequeño para dar una concentración de 6.5 mg. Thiram/ml.

Para suspensiones en agua un procedimiento tentativo es como sigue: Pesar una porción de muestra equivalente a 0.325 g. de Thiram en un matraz aforado, adicionar 50 ml. de cloroformo por pipeta y 1-2 g. de -- sulfato de sodio anhidro para absorber el agua y clorificar la solución. (Concentración final de 6.5 mg de Thiram/ml).

Para la mezcla de Thiram con metoxicloro se utiliza una columna cromatográfica para efectuar la separación: dicha columna se prepara con - 10 g. de fluoricil y 2 g. de carbon activado y 1.2 g. de sulfato de sodio anhidro. Se hace pesar la muestra disuelta en cloroformo por la -- columna y al eluente se le hace la determinación en el espectrofotómetro infrarojo.

Determinación.-

Con cloroformo en la celda de referencia y leyendo a las condiciones - óptimas correr muestra y standard a 1430 cm^{-1} a 1300 cm^{-1} (7 M a 7.7 M). Determinar la absorbancia del standard y de la muestra usando el pico - a 1380 cm^{-1} (7.25 M).

Cálculos.-

Obteniendo las absorbancias y usando las concentraciones del estándar y las muestras, calcular el porcentaje de Thiram como sigue:

$$\% \frac{(\text{Abs. muestra})(\text{conc. std. mg/ml})(\% \text{ pureza std})}{(\text{Abs. std})(\text{conc. muestra mg/ml})}$$

$$\text{Abs} = \log \frac{I}{I_0}$$

Una concentración de 1 mg. de Thiram/ml cloroformo dá una absorbancia de aprox. 0.046 en celda de .2 mm.

EQUIPO:

- 1.- Espectrofotómetro ultravioleta
- 2.- Celdas de cuarzo de un centímetro de espesor
- 3.- Papel filtro Whatman No. 42
- 4.- Columna cromatográfica de 50 cm con llave de teflón
- 5.- Material de vidrio de laboratorio

Condiciones de operación:

- 1.- Absorbancia máxima 238 milimicras
- 2.- Abertura del Slit 2 mm.
- 3.- Velocidad de longitud de onda 50 milimicras/min.
- 4.- Velocidad de la carta 3.5 cm/min.
- 5.- Sensibilidad 9 nanogramos.

PROCEDIMIENTO:

Preparación del Estándar :

- 1.- Se pesan \pm 10 mgs de Std. en un matraz volumétrico de 100 ml, se agregan aproximadamente 50 ml de cloroformo, se agita durante 5 min. y se afora.
- 2.- Se toman alícuotas de 1,2,3,4, y 5 ml en matraces volumétricos de 100 ml, respectivamente y se afora con cloroformo.
- 3.- Se leen las máximas absorbancias respectivamente de las alícuotas
- 4.- Se traza una curva de calibración: Absorbancia Vs. Concentración en nanogramos de estándar de Thiram.

Preparación de la muestra:

- 1.- En un matraz se pesan aprox. 0.1 g de muestra, se le añaden 50 ml. de cloroformo y se agita 5 min.
- 2.- Se prepara una columna cromatográfica con 25 gr de florisil y 2 cms. de sulfato de sodio anhidro, se vierte la muestra preparada en el paso anterior, se añaden 100 ml de Cloroformo G.E. a través de la columna y se recolecta en un matraz volumétrico y se lleva a una dilución de \pm 10 nanogramos en peso de la muestra.

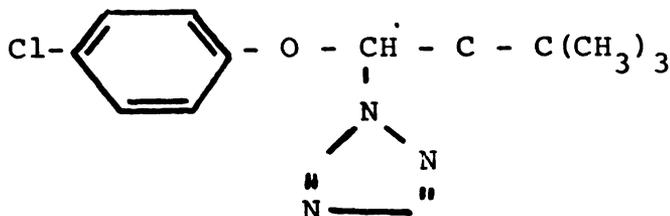
3.- Se lee la máxima absorbancia de la muestra problema y se lleva a la curva de calibración donde se obtiene la concentración equivalente en mg de ingrediente activo.

CALCULOS:

$$\% \text{ de Thiram} = \frac{\text{Abs. muestra} \times \text{conc. estándar}}{\text{Abs. estándar} \times \text{conc. muestra}} \times \% \text{ de pureza del estándar}$$

DETERMINACION DE TRIADIMEFON POR
CROMATOGRAFIA GAS - LIQUIDO* (9)

Triadimefon es el nombre común del 1(4-clorofenoxi)-3-(3-dimetil-1-(1H-1,2,4 triazol 1-il)-2-butanona; un fungicida - sistémico registrado con la siguiente estructura química.



Fórmula molecular	:	C ₁₂ H ₁₄ ClN ₃ O ₅
Peso molecular	:	267.5
Punto de fusión	:	72 - 78 °C
Estado físico y color	:	Cristales de color blanco a ámbar.
Solubilidad	:	Soluble en agua a 20 °C en 70 ppm; moderada solubilidad en varios solventes orgánicos.
Otros nombres	:	Triadimefon, Amiral, Bay MEB-6447

REACTIVOS :

1. Estándar de Bayletón de pureza conocida
2. Acetona, grado espectro

EQUIPO :

1. Cromatógrafo de gases con detector de ionización de flama (FID)
2. Columna de vidrio de 4' + 2 mm. I.D. empacada con una mezcla de OV-17 al 1.5 % + QF-1 al 1.5 % sobre Chromo sorb W HP 80/100 mallas.
3. Jeringa de precisión de 5 - 10 ul.
4. Material de vidrio de laboratorio

CONDICIONES DE OPERACION DEL FID :

Temperatura de la columna	:	170 °C
Temperatura del inyector	:	220 °C
Temperatura del detector	:	220 °C
Gas acarreador	:	Nitrógeno

Los parámetros de operación como atenuación, velocidad de la carta, etc., deberán ser ajustados por el operador para obtener una respuesta óptima.

PROCEDIMIENTO :

1. Preparación del estándar

Pesar 0.05 g. del estándar de Bayletón en un matraz volumétrico de 50 ml. Agregar acetona y agitar hasta disolución completa, aforar a volumen

2. Preparación de la muestra

Pesar una porción de muestra equivalente a 0.05 g. de Bayletón en un matraz aforado de 50 ml.; aforar con acetona y agitar para extraer el ingrediente activo.

3. Determinación

Inyectar 3-5 ul. del estándar y ajustar los parámetros de operación para obtener un pico con altura y tiempo de retención razonable, realizar un mínimo de dos inyecciones del estándar y de la solución problema.

CALCULOS:

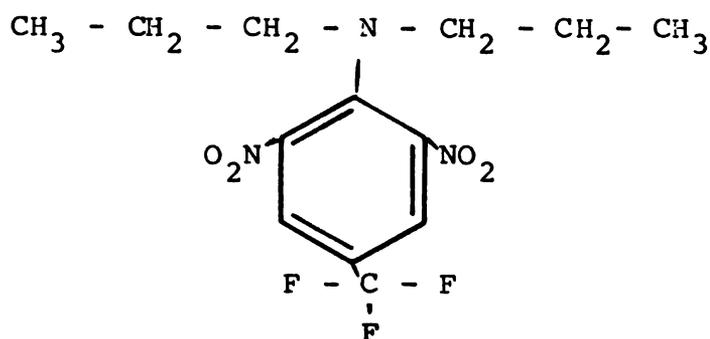
Medir el área o la altura de los picos tanto del estándar como de la solución problema y determinar el porcentaje de Triadi - mefon como sigue:

$$\% = \frac{\text{Altura o área del problema}}{\text{Altura o área del estándar}} \cdot x \frac{\text{Conc. del std.} \cdot \text{Pureza}}{\text{Conc. del problema}}$$

DETERMINACION DE TRIFLURALINA

Por: Cromatografía Gas-Líquido *(1,9)

Trifluralina es el nombre común de: alfa alfa, alfa-trifluoro-2,6-dinitro-N,N-dipropil-p-toluidina. otros nombres; Digermin, Elanco-lan, trifluralina, Ipersan, Sinfluoran, Carpidor, Treflan, Triflu-rex y Treficon. Es un herbicida selectivo preemergente registrado con la siguiente estructura química:



Fórmula molecular: $\text{C}_{13} \text{H}_{16} \text{F}_3 \text{N}_3 \text{O}_4$

Peso molecular: 335.3

Punto de fusión: 43.5 a 49.0°C el producto técnico tiene por lo menos 95% de pureza

Estado físico, color y olor: Sólido cristalino color naranja, sin olor apreciable

Solubilidad: Menos de 1ppm en agua a 27°C, 7% en etanol, 40% en acetona, 58% en Xileno, soluble en otros solventes orgánicos.

Estabilidad: Estable pero susceptible a descomposición fotoquímica

Reactivos:

- 1.- Estándar de trifluralina de pureza conocida
- 2.- Acetona grado reactivo analítico

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama (FID)
- 2.- Columna de vidrio silanizada de 1.8 mts. de long. y 2.0 mm. de D.I. empacada con QF 1 10% sobre cromosorb W malla 100/120.
- 3.- Microjeringas de precisión de 10 uls.
- 4.- Agitador mecánico
- 5.- Material de vidrio de laboratorio

Condiciones de operación:

Temperaturas

Columna	-	180°C
Inyector	-	210°C
Detector	-	250°C

Los demás parámetros de operación como flujo de gases, atenuación, velocidad de la carta etc. deberán de ajustarse de acuerdo al equipo con que se cuente en el laboratorio.

Procedimiento:

Preparación del estándar; pesar 0.05 g de estándar analítico en un matraz volumetrico de 50 ml, disolver con acetona y llevar a volumen con acetona.

Preparación de la muestra; pesar una porción equivalente a la del ingrediente activo del estándar en un matraz volumetrico de 50 ml disolver con acetona y llevar a volumen, para materiales granulados o polvos pesar el equivalente al ingrediente activo del estándar en un matraz de 100 ml. agregar 20 ml de acetona y extraer por 30 minutos en agitador mecánico, o agitar intermitentemente por 1 hora filtrar en matraz volumétrico de 50 ml y llevar a volumen.

Determinación:

Inyectar de 3-5 uls de estándar y muestra de 2 a 3 veces en forma consecutiva hasta obtener una respuesta constante de la altura de los picos y cuantificar por área ó altura.

Calculos:

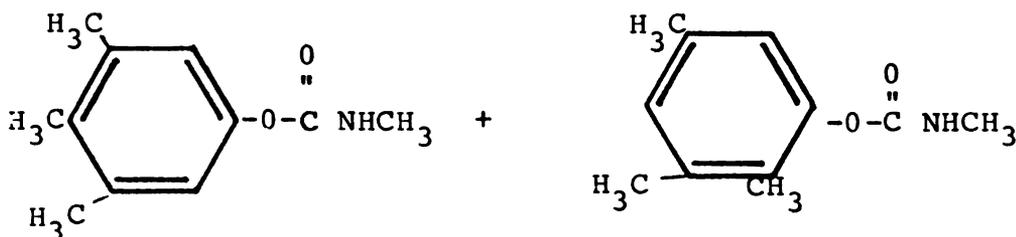
% Trifluralina: $\frac{\text{Altura del pico muestra} \times \text{conc. estándar}}{\text{Altura del pico estandar} \times \text{conc. muestra}}$ pureza del est.

DETERMINACION DE TRIMETACARB

Por: Cromatografía Gas-Líquido *(9)

Trimetacarb es el nombre común de una mezcla de los isómeros 3,4,5- y 2,3,5 del trimetil fenil carbamato.

Otros nombres: Broot, terravin, londrin, es un insecticida molusquicida. Registrado con la siguiente estructura química:



Formula molecular: $C_{11}H_{15}O_2N_1$

Peso molecular: 203 de cada isómero

Estado físico, color y olor: de café claro a café oscuro, sólido cristalino a 25°C

Puntos de fusión: 105-114°C

Presión de vapor: 5.0×10^{-5} Hg a 23°C

Solubilidad: 58 ppm en agua a 23°C, poco soluble en solventes orgánicos.

Reactivos:

- 1.- Estándar analítico de los 2 isómeros de pureza conocida
- 2.- Acetonitrilo grado reactivo analítico

Equipo:

- 1.- Cromatógrafo gas-líquido con detector de ionización de flama (FID)
- 2.- Columna de vidrio silanizada de 1.8 m. de long x 2 m m. de D.I. empacada con fase líquida de OV 17 4% + QF 1 4% sobre cromosorb WHP 100/120 mallas.
- 3.- Jeringa de 10 uls.
- 4.- Material de vidrio de laboratorio

5.- Agitador mecánico

Condiciones de operación:

Temperaturas:

Columna - 160°C
Detector - 240°C
Inyector - 225°C

Procedimiento:

Preparación del estándar; pesar 0.05 g de cada isómero por separado en un matraz volumétrico de 50 ml. disolver en acetonitrilo y llevar a volumen con el mismo solvente concentración final de 1.0×10^{-6} g/ul

Preparación de la muestra; pesar una cantidad del producto formulado que sea equivalente al ingrediente activo del estándar analítico en un matraz volumétrico de 100 ml, agregar 20 ml de acetonitrilo y extraer con agitador mecánico por 1 hora, filtrar y recibir en un matraz volumétrico de 50 ml y llevar a volumen con acetonitrilo.

Determinación:

Inyectar de 3 a 5 uls de estándar y muestra de 2 a 3 veces en forma consecutiva hasta obtener una respuesta constante de la altura de los picos.

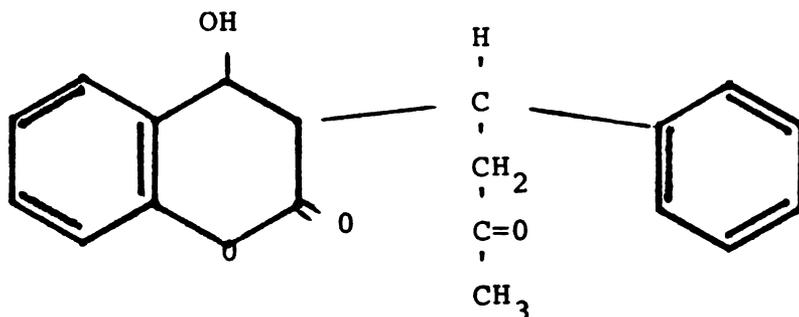
Cálculos:

Para cada isómero:
% Trimetacarb = $\frac{\text{Altura ó área del pico muestra}_x \text{ conc. estándar}_x}{\text{Altura ó área del pico est. conc. muestr.}} \times \%$ estándar.

DETERMINACION DE WARFARINA

Por: Espectroscopía Ultravioleta*(1,7,9)

Warfarina es el nombre común del 3-(alfa acetoniil bencil) 4-hidroxycoumarina es un rodenticida (anticoagulante) registrado con la siguiente estructura molecular.



Fórmula molecular: $C_{19} H_{16} O_4$

Peso molecular: 308.3

Punto de fusión: 159° - 165°C

Estado físico y color.- Polvo blanco esencialmente sin olor.

Solubilidad.- Moderadamente soluble en alcoholes, esencialmente insoluble en agua, soluble en éter, acetona y dioxano, las sales de sodio son solubles en agua.

Otros nombres: Ratfarina, Ratfin, Ratfin 25.

Reactivos:

- 1.- Estándar de Warfarina de pureza conocida.
- 2.- Eter etílico grado espectro.
- 3.- Solución de pirofosfato de sodio.

Equipo:

- 1.- Espectrofotómetro ultravioleta de doble haz con celdas de silica de 1 cm.
- 2.- Material de vidrio usual en el laboratorio.

Procedimiento:

Preparación del estándar.- Pesar 0.050 g. de Warfarina estándar de pureza conocida en un matraz volumétrico de 50 ml. disolver con éter y aforar a volumen, hacer una segunda dilución de 5 ml. en un matraz volumétrico de 50 ml. y llevar a volumen con solución de pirofosfato de sodio al 1%, hacer otra dilución de 5 ml. en un matraz de 50 ml. y llevar a volumen con solución de pirofosfato de sodio 1% (concentración final 10u g/ml).

Para material técnico.- Seguir el mismo procedimiento en la preparación del estándar analítico.

Preparación de la muestra.- Para productos formulados pesar una porción de la muestra equivalente a la del estándar analítico en un matraz de 100 ml. agregar 20 ml. de éter etílico y extraer, en agitador mecánico por 0.5 hrs. o en forma manual por una hora, filtrar y recibir en un tubo de centrifuga, centrifugar por 10 minutos, transferir la fase superior a un matraz volumétrico de 50 ml. y llevar a volumen con éter, hacer una segunda dilución de 5 ml. - en un matraz de 50 ml. y llevar a volumen con solución de pirofosfato de sodio, hacer una tercera dilución de 5 ml. en un matraz volumétrico de 50 ml. y llevar a volumen con solución de pirofosfato de sodio al 1%. Correr el espectro y leer a la máxima absorbancia de 308 nm usando como blanco pirofosfato de sodio al 1%.

Cálculos:

$$\% \text{ Warfarina} = \frac{\text{Abs. muestra}}{\text{Abs. estándar}} \times \frac{\text{Conc. estándar}}{\text{Conc. muestra}} \times \% \text{ de pureza del estándar}$$

Cálculos de las concentraciones:

$$\frac{\text{Pesada}}{\text{ml. Aforo}} \times \text{1a. dilución} \times \text{2a. dilución}$$

$$\frac{0.05 \text{ g.}}{50 \text{ ml.}} \times \frac{5 \text{ ml.}}{50 \text{ ml.}} \times \frac{5 \text{ ml.}}{50 \text{ ml.}} = 0.00001 \text{ g/ml} = 10 \text{ Microgramos/ml.}$$

S I N O N I M I A S

NOMBRE COMUN

NOMBRE COMERCIAL

Acefate	Orthene
Atrazina	Gesaprim, Agroter, Aterbutox, Atranex, Azinotox, Gesapax, Gesaprim, Link, Maizatrin, Primigram.
Azufre	Azufre Agrícola, Electric, Diazufrol, - Sagasul, Sufrei.
Bentazon	Basagran, Mecoprop, Basagran Ultra.
Butaclor	Butanex, Butanox, Machete.
Captafol	Difolatan, Solazan.
Captan	Agrofun, Flutan, Intercaptan, Kpto, -- Merpan, Orthocide, Vitavax, Vitizan.
Carbofuran	Furadan, Convoy, Curater, Transfuran.
Clorpirifos	Dursban, Lorsban, Pirifos, Pyrinex.
Compuestos Cúpricos	Cupravit, Hidrocob, Lacaside, Cupramin, Cuprocob, Coopertril, Sulcobre, Sultricob, Biocron, Coboxazul, Cupertron, - Fungisan, Zetra.
Deltametrina	Decis, Decametrina.
Diazinón	Basudin, Diafos, Diazol, Draximed.
Dimetoato	Agrogor, Agrodin, Fulthiona, Perfection Pulgor, Rogor, Rotor, Toxato.
Dicrotofos	Carbicron, Bidrin, Crombicar.
Disulfoton	Solvirex, Disyston.
Ditiocarbámicos	Maneb: Brestan, Cupravit, Delsene, -- Kimeb, Kocifol, Manzin, Zetraneb. Zineb: Kimeb, Kocifol, Manzin, Zetra. Marcozeb: Cesamil, Dithane, Manex-Zn, Manzate 200, Pidomil.
Diuron	Karmex, Diurex.
Endosulfan	Thiodan, Foleytan, Thionex, Thiosulfan.
Estreptomycin	Agri-Mycin, Cupromycin, Ultramicina.
Fenvalerato	Belmark, Agromark, Belmep, Crisafen, -- F-240 Lacamark, Aric-Mark.
Fosfuro de Aluminio	Cobra F.A., Delicia Pellets.
Foxim	Volatón
Herbicidas Hormonales	Derivados del ácido 2,4-D: Agroester, Dacamine, Herbipol, Agroamina, Ametrex, DMA-6, Dacamine, Estamine, Hierbamina, Masamina, Qurom, Tacsamina, Tor-- don, Transamina.

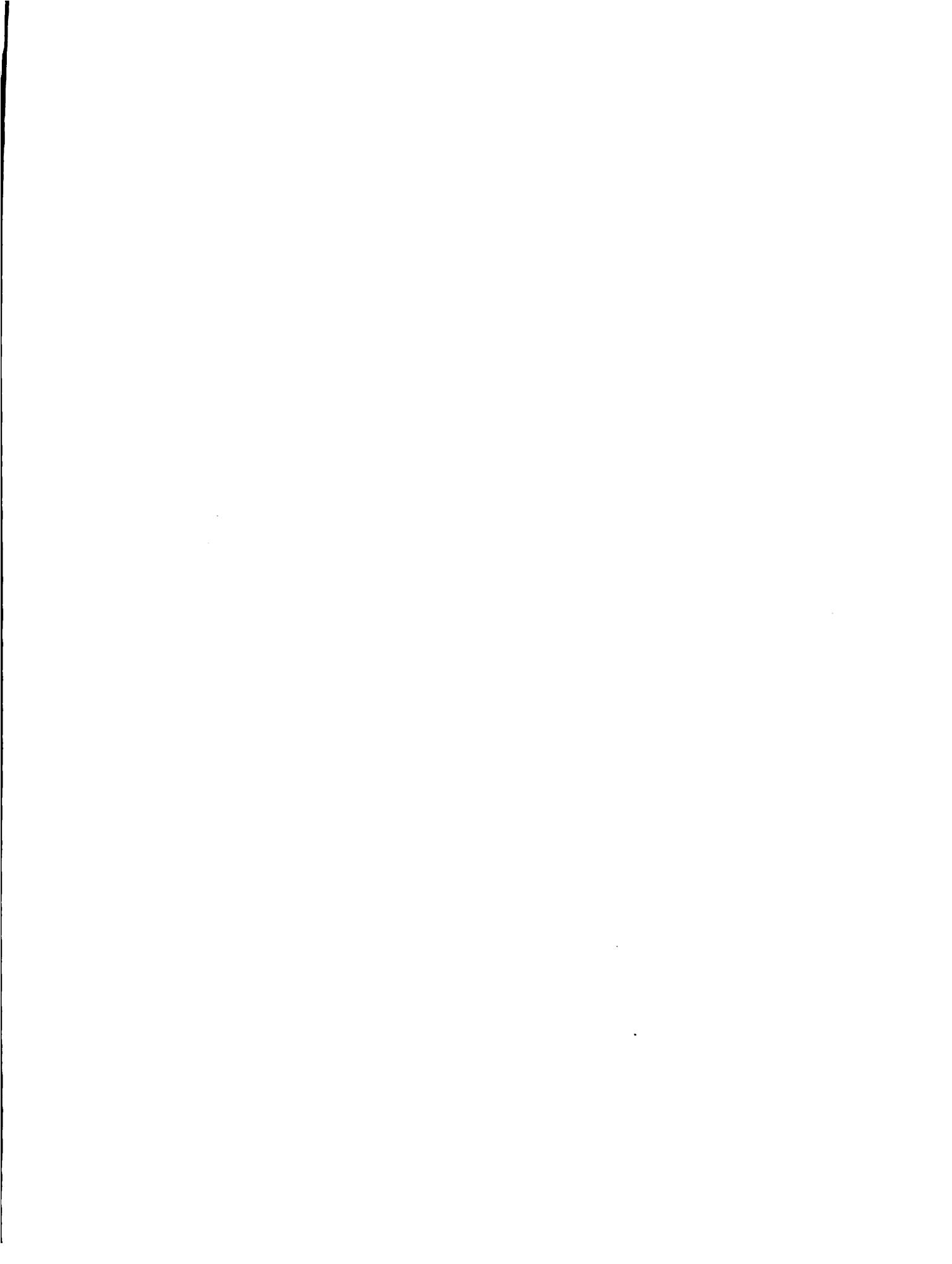
NOMBRE COMUNNOMBRE COMERCIAL

Lindano	Cerelin, Gorgojil.
Linurón	Afalon, Linorox, Linurex, Lorox.
Malatión	Lucathion, Cythion, Malathion.
Metamidofos	Tamaron, Metafos, Monitor.
Metidation	Supracid, Lucamet.
Metribuzina	Sencor, Lexone, Sencoral, Sencorex.
Mevinfos	Phosdrin, Ariefos, Fostion, Fostin.
Naled	Lucanal, Bromhuil, Selexone.
Napropamida	Devrinol.
Oxitetraciclina	Ultramicin, Agrimicin, Cuprimicin, Terramicina Agrícola.
Paraquat	Paraquat 200, Gramoxone, Agroquat, - Agrosano Cuatex.
Paratión Etílico	Parathion Etílico, Agroetil, Copartil, Difation, E-605, Paret 610, Transetil.
Paratión Metílico	Parathion Metílico, Agrometil, Aric-Parametil, Agropar, Ariethion, Copartil, Diapar, - Diavin, Flash, Foley, Folidol.
Penconazole	Topas
Propanil	Stam, Arrosolo, Cestam, Fitoarroz, Herbax, Oryzan, Stam, Surcopur.
Quintoceno	PCNB, Leguzan, Terrazan, Trigran-F.
Terbutrina	Terbutrex, Aterbutox, Gesaprim Combi, - Agroter, Aterbutox, Atrater, Igran, - Di-Neral, Dyrene.
Thiram	Tiram, Arasan, Fermide, Fernasan, Tersan, Thirasan.
Triadimefon	Bayleton, Amiral
Trifluralina	Triflurex, Herban, Herbiflur, Otilan, -- Tretox, Triflurex, Herbax.
Trimetacarb	Landrin, Terravin.
Warfarina	Ratfarina, Ratfin.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. WARREN R. BONTOYAN AND JACK B. LOCKER
Environmental Protection Agency. Manual of Chemical Methods
for Pesticides and Devices.
2. GUNTER ZWEIG ED. ACADEMIC PRESS 1964
Analytical Methods for Pesticides, plant Growth Regulator
3. Editebex Hubert Martin Blackwell Scientific Publications
Insecticide and Fungicide Handbook fourth edition
4. Ride B. Ashworth J. Heriart. J.F. Lovett
CIPAC Handbook Analysis of technical and formulated
Pesticides Vol. I y II 1980
5. E. PRIMO YUFERA
Química Agrícola Vol. II
J. AOAC - 1973 Vol. 56, No. 3
6. Normas Oficiales Mexicanas Dirección General de Normas
7. AOAC Methods of Analysis 1985
8. Especificaciones de la FAO para productos destinados a la
protección de las plantas
Editado por la Organización de las Naciones Unidas para la
Agricultura y la Alimentación
9. Metodología Analítica proporcionada por los fabricantes
para obtener registro SARH

10. H.A. FLASCHKA
Química Analítica Cuantitativa Vol. II Edit. CECSA
11. MARIO GUTIERREZ C.
Manual de Análisis Cuantitativo
IPN ESIQUIE
- 12.- Analytical Chemistry of Phosphorus Compounds Edit. M.Halmann
Editorial: Wiley-Interscience





INSTITUTO INTERAMERICANO DE COOPERACIÓN PARA LA AGRICULTURA

Apdo. 55-2200 Coronado, Costa Rica – Tel.: 29-0222 – Cable: IICASANJOSE – Telex: 2144 IICA,
Correo Electrónico EIES: 1332 IICA DG – FACSIMIL (506)294741 IICA COSTA RICA