



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-Y-193-1981

**PLAGUICIDAS AGROPECUARIOS-PARATIONES.-
DETERMINACION DE PARANITROFENOL LIBRE METODO
COLORIMETRICO**

*AGRICULTURAL PESTICIDES-DETERMINATION OF FREE
PARANITROPHENOL- COLORIMETRIC METHOD*

DIRECCION GENERAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes Instituciones:

SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS.
DIRECCION GENERAL DE SANIDAD VEGETAL.

CIBA GEIGY MEXICANA, S.A. DE C.V.

BAYER DE MEXICO, S.A.

FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.

SHELL, S.A. DE MEXICO.

INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES PECUARIAS.

CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACION.

PLAGUICIDAS AGROPECUARIOS-PARATIONES.- DETERMINACION DE
PARANITROFENOL LIBRE METODO COLORIMETRICO

AGRICULTURAL PESTICIDES-DETERMINATION OF FREE
PARANITROPHENOL- COLORIMETRIC METHOD

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma establece un método colorimétrico para la determinación de paranitrofenol libre (PNFL) en paratión metílico o paratión etílico técnico.

2 REFERENCIAS

Esta norma se complementa con la siguiente Norma Mexicana vigente:

NMX-K-431 Plaguicidas Agropecuarios-Procedimiento de muestreo.

3 FUNDAMENTO

El método se basa en la reacción del paranitrofenol con carbonato de sodio para formar un complejo colorido, el cual es cuantificado en medio alcalino en un espectrofotómetro o fotocolorímetro. La intensidad del color es proporcional a la concentración de paranitrofenol en la muestra.

4 REACTIVOS

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico a menos que se indique otra cosa. Cuando se mencione agua debe entenderse agua destilada o desmineralizada.

- 4.1 Eter etílico (C_2H_5)₂O
- 4.2 Disolución de carbonato de sodio (Na_2CO_3) al 1.0 %
- 4.3 Disolución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.1 N
- 4.4 Disolución de hidróxido de sodio (NaOH) 1.0 N

4.5 Disolución patrón de paranitrofenol ($\text{NO}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$) 0.1 mg/cm^3

Pesar exactamente 0.1000 g de paranitrofenol ($\text{NO}_2 \text{ C}_6 \text{ H}_4 \text{ OH}$) de pureza conocida, transferir a un matraz volumétrico de 1000 cm^3 , agregar disolución de hidróxido de sodio 0.1 N hasta disolver totalmente el paranitrofenol, llevar a la marca con la misma disolución (0.1N) y homogeneizar. Esta disolución contiene 0.1 mg de paranitrofenol/ cm^3 .

5 APARATOS Y EQUIPOS

5.1 Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001g

5.2 Espectrofotómetro o fotocolorímetro adecuado para operar a una longitud de onda de 450 nanómetros y celdas de absorción de $10 \text{ ó } 15 \text{ mm}$ de paso de luz.

NOTA: Si se usa un fotocolorímetro Klett-Summerson, el filtro que debe emplearse es el No. 42 (color azul).

6 MUESTREO Y MUESTRAS

6.1 Las porciones de análisis se obtienen de acuerdo a lo indicado en la Norma Mexicana K-431 Plaguicidas agropecuarios. Procedimiento de muestreo.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Porción de análisis

Pesar con exactitud la cantidad de muestra necesaria que contenga entre 0.5 y 5 mg para material técnico al 80% .

7.2 Preparación del blanco

Preparar al mismo tiempo y usando el mismo procedimiento, una prueba con la misma cantidad de todos los reactivos utilizados en la determinación sin incluir la muestra. Esta disolución se empleará para ajustar el cero en el espectrofotómetro o fotocolorímetro.

7.3 Determinación

7.3.1 Transferir la porción de análisis a un embudo de separación de 250 cm^3 al cual se le han añadido 100 cm^3 de éter. Lavar con 20 cm^3 de disolución de carbonato de sodio a 277 K (4°C). Agitar vigorosamente durante un minuto, dejar reposar hasta la separación de las dos fases y recibir el lavado de carbonato de sodio en un matraz volumétrico de 250 cm^3 .

7.3.2 Lavar cuando menos tres veces más con porciones de 20 cm³ de disolución de carbonato de sodio a 277 K(4°C) o hasta que la disolución de carbonato de sodio salga incolora, realizando el mismo procedimiento que en 7.3.1 y una vez reunidos los lavados sucesivos de carbonato de sodio en el matraz volumétrico de 250 cm³ agregar 25 cm³ de disolución de hidróxido de sodio 1.0 N llevar a la marca con agua y homogeneizar.

7.3.3 Determinar la absorbancia a 450 nm, ajustando el cero de transmitancia sin testigo y a cero de absorbancia con el testigo, previamente a cada lectura problema.

7.4 Curva de calibración

7.4.1 Tomar de la disolución patrón de p-nitrofenol, alícuotas de 1, 5, 10, 15 y 20 cm³ cada una, transferirlas a sendos matraces volumétricos de 250 cm³ llevarlas a la marca con la disolución de hidróxido de sodio, 0.1 N homogeneizar y hacer las lecturas de absorbancia correspondientes en el aparato procediendo igual que en 7.3.3. Cada una de estas disoluciones contiene respectivamente 0.0004, 0.002, 0.004, 0.006 y 0.008 mg/cm³.

7.4.2 Trazar una gráfica, colocando como abscisas los mg de paranitrofenol y como ordenadas las lecturas de absorbancia.

8 EXPRESION DE RESULTADOS

8.1 Método de cálculos y fórmula

El contenido de paranitrofenol libre en la muestra se expresa como porcentaje en masa, por medio de la siguiente ecuación:

$$\%PNFL = \frac{m_1}{m_0} * 100$$

En donde:

% PNFL es el porcentaje, en masa, de paranitrofenol libre en la muestra.

m₀ es la masa, en miligramos, de la porción de análisis.

m₁ es la masa, en miligramos, de paranitrofenol obtenidos a partir de la curva de calibración.

8.2 REPETIBILIDAD

La diferencia entre el valor obtenido por un analista y el promedio de una serie de determinaciones efectuadas por el mismo analista, para una misma muestra, no debe exceder del 10% del valor promedio de todas las determinaciones.

9 BIBLIOGRAFIA

9.1 Gunter Zweig. Analytical Methods For Pesticides, Plant Growth Regulators, and Food Additives. Vol. II. Insecticides. 1964. Academic Press. New York and London 324-326.

9.2 Método proporcionado por el laboratorio Central de la Unidad Salamanca de Fertimex.

EL DIRECTOR GENERAL

A handwritten signature in black ink, consisting of a large, stylized 'R' followed by a 'S' and a horizontal line extending to the right.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Junio 19, 1981.