



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-Y-203-1981

**PLAGUICIDAS AGROPECUARIOS - DETERMINACION DEL
CONTENIDO DE PARATION ETILICO - METODO
CROMATOGRAFICO**

*AGRICULTURAL PESTICIDES - DETERMINATION OF THE ETHYL
PARATHION CONTENT - CHROMATOGRAPHIC 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.
- DU-PONT, S.A. DE C.V.
- SHELL, S.A. DE MEXICO.
- FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.
- INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES PECUARIAS.
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE
TRANSFORMACION.

PLAGUICIDAS AGROPECUARIOS - DETERMINACION DEL
CONTENIDO DE PARATHION ETILICO - METODO CROMATOGRAFICO

AGRICULTURAL PESTICIDES - DETERMINATION OF THE ETHYL
PARATHION CONTENT - CROMATOGRAPHIC METHOD

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION

Esta Norma Oficial Mexicana establece el método de prueba para determinar el contenido de Paratión etílico.

2 DEFINICION

Se entiende por Paratión etílico al 0-0-Dietil-o-p-nitrofenil-"fosforotioato.

3 FUNDAMENTO

El método se basa en una determinación cromatográfica gas - líquido del paratión etílico usando como referencia un patrón analítico.

4 MATERIALES Y REACTIVOS

- Los reactivos empleados deben ser de grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua debe entenderse como agua destilada.
- Patrón analítico de Paratión etílico de concentración conocida.
- Acetona (grado cromatográfico).
- Iso-octano (grado cromatográfico).
- Fase líquida: QF-1 y OV-17 (la mezcla de las fases con una concentración de 1.5% en peso).
- Microjeringas de 0.010 cm³.
- Columnas de vidrio 1.8 metros de longitud y de 2.0 mm de diámetro interno, de diámetro externo de 6.3 mm.
- Soportes Crom. W.H.P. Mallas 80/100.
- Material común de laboratorio.

5 APARATOS Y EQUIPO

- Cromatógrafo gas - líquido con detector de ionización de flama, bajo las siguientes condiciones de operación:

- Rango de 10-11 atenuación 64.
- Velocidad de la carta de registro 0.5 cm por minuto.
- Nitrógeno (velocidad de flujo) 40 cm³ por minuto.
- Aire (velocidad de flujo) 300 cm³ por minuto.
- Hidrógeno (velocidad de flujo) 30 cm³ por minuto.
- Temperatura de inyección 513 K (240°C).
- Temperatura del detector 513 K (240°C).
- Temperatura de columna 453 K (180°C).
- Volumen de inyección de 0.003 a 0.005 cm³.

NOTA: Las condiciones de operación del método cromatográfico mencionado arriba se consideran como típicas, pero podrán utilizarse otros tipos de columnas y variar las condiciones, siempre que la resolución y reproducibilidad obtenidas, sean las indicadas en el capítulo 8.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 Patrón analítico de concentración conocida

a) en un matraz volumétrico de 50 cm³ se pesan 10 mg de patrón analítico con 4 cifras decimales de exactitud, se añaden aproximadamente 25 cm³ de acetona, se agitan durante 5 minutos y se afora.

b) Se toma una alícuota para obtener una concentración de aproximadamente 1 ng de 0-0-Dietil-o-p-nitrofenil-fosforotioato, aforado con Iso-octano.

c) Se hacen inyecciones para determinar la exactitud y precisión del método obteniendo una desviación estándar no mayor de 1% en paratión etílico.

6.2 Paratión etílico

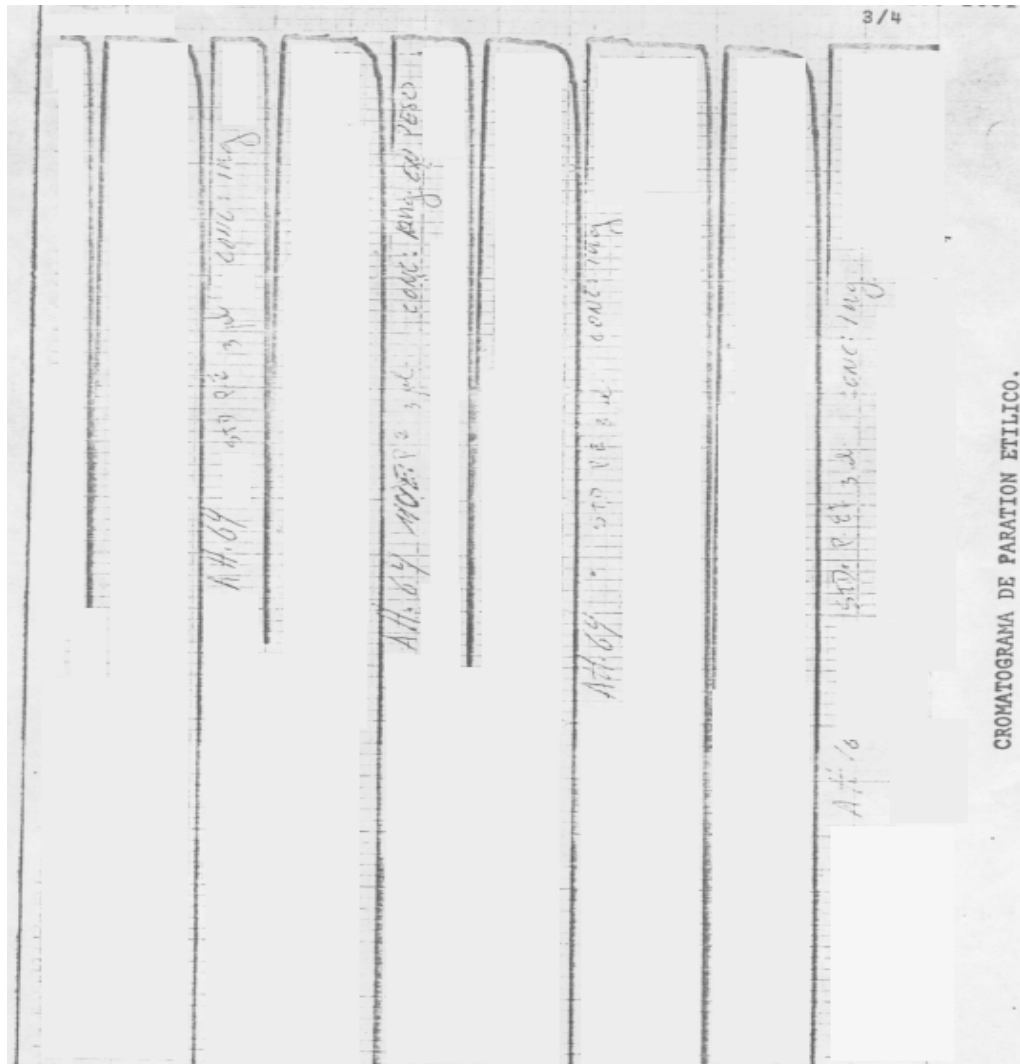
a) En un matraz volumétrico de 50 cm³ se pesan 12 mg de paratión etílico con 4 cifras decimales de exactitud, se añaden aproximadamente 25 cm³ de acetona, se agitan durante 5 minutos y se afora.

- b) Se toma una alícuota para obtener una concentración de aproximadamente 1 ng de 0-0-Dietil-o-p-nitrofenil-fosforotioato.
- c) Se efectúan inyecciones alternadas, 3 de patrón analítico y 3 de la muestra de paratión etílico.

7 EXPRESION DE RESULTADOS

7.1 Cálculos

$$\% \text{ Paratión etílico} = \frac{A (M)}{A (P.A.)} \times \frac{C (P.A.)}{C (M)} \times \frac{I (P.A.)}{I (M)} \times 100$$



A (M) = Area de la muestra.

A (P.A.) = Area del patrón analítico.

P.A. = Patrón analítico.

I = Inyección (milésimos de cm^3).

C (P.A.) = Concentración del patrón analítico (Peso a volumen).

C (M) = Concentración de la muestra (Peso de la muestra sobre volumen).

8 REPRODUCIBILIDAD Y REPETIBILIDAD

8.1 Reproducibilidad

La variación entre el valor obtenido por un analista y el promedio de una serie de determinaciones efectuadas a una misma muestra por diferentes analistas en diferentes laboratorios, no debe ser mayor del 1.5 %.

8.2 Repetibilidad

La diferencia entre los valores de las determinaciones efectuadas por un mismo analista a una misma muestra , no debe ser mayor del 1.5% del valor por medio.

NOTAS:

1) Los pesos e inyecciones deben ajustarse si es necesario, con objeto de obtener una respuesta adecuada , de acuerdo con la sensibilidad del instrumento.

2) Véase Cromatograma anexo.

México, D.F., Agosto 12, 1981

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS



DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS.

Fecha de aprobación y publicación: Octubre 5, 1981