



SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-M-003-1978

**CONCENTRADOS EMULSIONABLES - DETERMINACION DEL
CONTENIDO DE TRIFLURALINA**

*EMULSIBLE CONCENTRATES - DETERMINATION OF TRIFLURALINE
CONTENT*

DIRECCION GENRAL DE NORMAS

PREFACIO

En la elaboración de esta Norma, participaron las siguientes Instituciones:

- BORDAS Y ASOCIADOS, S.A.
- CAMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACION.
- CIBA GEIGY DE MEXICO, S.A.
- VIMSA, S.A DE C.V.
- SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA
Subsecretaría de Mejoramiento del Ambiente.
- ALMACENES NACIONALES DE DEPOSITO, S.A.
- SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS
Dirección General de Sanidad Vegetal.
Dirección General de Sanidad Animal.
Instituto Nacional de Investigaciones Pecuarias.
- UNION DE PRODUCTORES DE ALGODON DE LA REP. MEXICANA, A.C.
- FERTILIZANTES MEXICANOS, S.A.
- QUIMICA LUCAVA, S.A.
- ELANCO MEXICANA, S.A.

CONCENTRADOS EMULSIONABLES - DETERMINACION DEL CONTENIDO DE TRIFLURALINA

EMULSIBLE CONCENTRATES - DETERMINATION OF TRIFLURALINE CONTENT

1 ALCANCE

Esta Norma establece el método de prueba, para determinar la Trifluralina, que es el principio activo del concentrado emulsionable, usado como plaguicida agropecuario.

2 DEFINICION

Se entiende por Trifluralina a la substancia cuyo nombre químico es $\infty \infty \infty$ -trifluoruro-2,6-dinitro-N,N-dipropil-P-toluidina.

3 REFERENCIAS

Esta Norma se complementa con las siguientes Normas Mexicanas en vigor:

NMX-M-002	“Concentrado emulsionable a base de trifluralina”
NMX-BB-014	“Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio usados en laboratorio”
NMX-K-431	“Muestreo de plaguicidas”
NMX-B-231	“Requisitos de las cribas para clasificación de materiales”

4 FUNDAMENTO

El método ésta basado en una separación por cromatografía en columna y la posterior cuantificación por espectrofotometría.

5 APARATOS Y EQUIPO

- Espectrofotómetro con una longitud de onda de 376nm
- Columnas cromatográficas de vidrio de 40cm x 2.5cm con llave de teflón.
- Equipo común de laboratorio.

6 MATERIALES Y REACTIVOS

Todos los reactivos que a continuación se mencionan son de grado analítico a menos que se indique otra cosa, cuando se hable de agua debe entenderse agua destilada o desmineralizada.

Florisil debe pasar el 100% por tamiz DGN-40 M y el 65% por tamiz DGN-80M.

Hexano normal

Sulfato de sodio anhidro.

7 PATRONES DE COMPARACION

Pesar 125mg de trifluralina pura como patrón de referencia, pasar a un matraz volumétrico de 100ml, disolver y aforar con hexano normal.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Preparación de la muestra: Pesar aproximadamente 275mg de muestra y transferir a una matraz volumétrico de 100ml disolver y aforar con hexano.

8.2 Preparación de la columna cromatográfica: Preparar dos columnas de la siguiente manera. Poner en el fondo de la columna cromatográfica una torunda de lana de vidrio, añadir aproximadamente 5g de sulfato de sodio anhidro y florisil desactivado hasta una altura de 7.62cm, golpeando cuidadosamente la columna para que se asiente el florisil, agregar 5g de sulfato de sodio anhidro, enjuagar con 50ml de hexano, drenar hasta que el hexano llegue cerca de la superficie del sulfato de sodio.

8.3 Preparación del florisil: Desactivar el florisil con agua purificada antes de usarlo. Para desactivarlo, pesar una cantidad de florisil y añadir una cantidad de agua purificada predeterminada, suficiente para conseguir una humedad de 7 a 10%. Mezclar completamente, cerciorarse de que todos los grumos se hayan eliminado. Almacenarlo en un recipiente cerrado, toda la noche. Probar las propiedades de elución del florisil desactivado, pasando por la columna de florisil una alícuota de 5ml de disolución de trifluralina en el hexano a una concentración de 1.25mg/ml. La elución se hace como se describe en el método. El volumen del eluyente debe ser mayor de 80ml y menor de 100ml, si el volumen del eluyente no cae dentro de este límite, ajustar el contenido de humedad añadiendo agua o florisil seco; aumentando el contenido de humedad, aumentará la velocidad de elución disminuyendo el contenido de humedad, la elución será lenta.

8.4 Determinación: Transferir una alícuota de 5ml de muestra a la columna cromatográfica, previamente enjuagada con el hexano, drenar y añadir 1 a 2ml del hexano hasta que la muestra pase completamente al florisil. Añadir 75ml del hexano y descartar el eluyente hasta que la banda de color amarillo de la muestra esté de 1.25cm a 1.90cm de la superficie del sulfato de sodio de la parte superior.

En este momento se empieza a colectar el eluyente en un matraz volumétrico de 100ml. Eluir la banda mayor y detener el flujo antes de que pasen las bandas menores, aforar el líquido colectado con el hexano y mezclar. Tomar una alícuota de 5ml del patrón de trifluralina y llevarla a una columna de florisil y eluir de la misma manera que la muestra. Determinar la absorbancia de la muestra y el patrón en un espectrofotómetro a 376nm en celdas calibradas, usando el hexano como disolvente de referencia o calibración.

9 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

9.1 Cálculos

$$\frac{\text{Absorbancia de muestra}}{\text{Absorbancia de la disolución patrón}} \times \frac{\text{mg de la disolución patrón}}{100} \times \frac{100}{\text{mg de muestra}} \times \text{potencia de la disolución} = \% \text{ de Trifluralina patrón}$$

9.2 Repetibilidad

La determinación se debe hacer por triplicado desde la muestra. Si los resultados difieren en $\pm 1.5\%$ del promedio, se debe repetir la determinación hasta obtener resultados dentro del límite de variabilidad establecido.

10 BIBLIOGRAFIA

Método General de los Laboratorios de Eli Lilly and Company U.S.A.

NMX-Z-013-1977 Guía para la redacción, estructuración y presentación de las Normas Mexicanas.

11 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Para este método no se conoce Norma Internacional.

México, D.F., Noviembre 1, 1978

EL DIRECTOR GENERAL

A handwritten signature in black ink, consisting of a large, stylized 'R' followed by a 'S' and a horizontal line with a vertical stroke through it.

DR. ROMAN SERRA CASTAÑOS

Fecha de aprobación y publicación: Noviembre 13, 1978