

## DETERMINACIÓN DE PHTHALIDE POR ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VISIBLE

Rafaela Batista

Instituto de Investigaciones de Sanidad Vegetal. Calle 110 no. 514 e/ 5a. B y 5a. F,  
Playa, Ciudad de La Habana, CP 11600

### RESUMEN

Se desarrolló un método analítico para la determinación del contenido de phthalide en una formulación de polvo humedecible al 30 % P/P. El método consistió en la utilización de la espectrofotometría UV - visible a una longitud de onda de 246 nm usando dioxano como solvente. Se realizaron 15 determinaciones, obteniéndose una desviación típica de  $\pm 0,44$  con un coeficiente de variación de 1,42 % para el método, por lo que resultó ser confiable, preciso y selectivo.

Palabras claves: phthalide, espectrofotometría UV

### ABSTRACT

An analytic method was developed for the determination of the phthalide content in formulations of wettable powders. The method consisted on the use of the UV-visible spectrophotometry at wavelength of 246 nm using dioxane as solvent. They were carried out 15 determinations being obtained a typical deviation of  $\pm 0.44$  with a coefficient of variation of 1.42% for the method for what it turn out to be reliable, precise and selective.

Key words: phthalide, UV-visible spectrophotometry

### INTRODUCCIÓN

El phthalide es un fungicida con acción protectora contra los hongos que atacan al cultivo del arroz como son: *Pyricularia oryzae*, *Bipolaris oryzae*, *Cercospora oryzae*, *Gerlachia oryzae*, *Sarocladium oryzae* y el complejo de hongos que afectan el manchado del grano [AgrEvo, 1998].

El método recomendado para determinar dicho ingrediente activo en sus formulados es la Cromatografía Líquida de Alta Resolución (HPLC) [AgrEvo, 1998]. Es una técnica muy costosa por el equipamiento y accesorios que requiere. Conjuntamente su desarrollo trae consigo el uso de una serie de solventes que son costosos, pero que además tienen que ser grado HPLC, por lo que su precio se eleva más aún, todo esto sin dejar de resaltar que el uso de esta técnica implica más complejidad desde el punto de vista operacional y técnico, así como mayor tiempo empleado. Además, actualmente

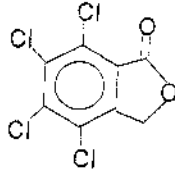
en el país no disponemos de cromatógrafos líquidos en los laboratorios provinciales.

Por todo ello fue necesario desarrollar otro método que permitiera realizar la cuantificación del phthalide, con ahorro de solventes y de tiempo.

### MATERIALES Y MÉTODOS

Para desarrollar este método fue necesario basarnos en las propiedades físico-químicas del phthalide que se exponen en la Tabla 1, y hacer un espectro de adsorción del phthalide en un rango de longitud de onda de 300-200 nm, utilizando varios solventes, de donde se pudo escoger el más adecuado, en este caso el dioxano, y la longitud de onda más conveniente: 246 nm (Fig. 1).

Tabla 1. Propiedades físico-químicas del Phthalide (AgrEvio, 1998; *Pesticide Manual*, 1994; *Farm Chemicals*, 1992)

Fórmula empírica	$C_8H_2Cl_4O_2$
Fórmula estructural	
Nombre común	Phthalide
Nombre químico	4,5,6,7- tetraclorophthalide
Apariencia	Cristales blancos
Peso molecular	271,9
Punto de fusión	209-210 °C
Estabilidad	Estable en medio ácido y a bases débiles. Estable a la luz y al calor
Solubilidad	Agua: 0,002 g/L Etanol: 1,1 g/L Acetona: 8,3 g/L Benceno: 16,8 g/L Dioxano: 14,1 g/L THF: 19,3 g/L
Toxicidad	Oral aguda: LD <sub>50</sub> : > 10 000 mg/kg en ratones Dermal aguda: LD <sub>50</sub> : > 10 000 mg/kg en ratones

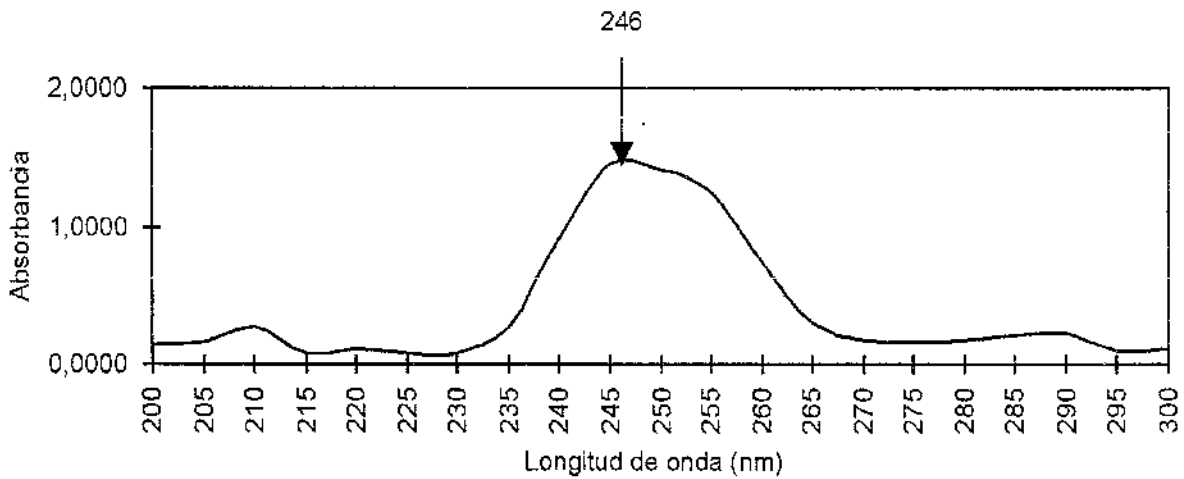


Figura 1. Espectro UV del phthalide.

#### Principio del método

El método se basó en la determinación del ingrediente activo del phthalide por espectrofotometría UV-visible a una longitud de onda de 246 nm, mediante la construcción de una curva de calibración usando dioxano como blanco.

#### Reactivos

- Patrón de phthalide
- Dioxano grado analítico

#### Equipos y cristalería

- Volumétricos de 100 y 25 mL

- Pipetas de 1; 1,5; 2; 2,5 y 5 mL
- Espectrofotómetro UV-visible Shimadzu-1201
- Cubetas de cuarzo de 1 cm
- Balanza analítica Sartorius (Precisión  $\pm 0,0001$  g)

### Técnica operatoria

#### a) Preparación de la curva de calibración

Se pesaron 0,2 g de phthalide puro en un volumétrico de 100 mL, se mezclaron y enrasaron con dioxano. De

esta solución se tomaron 5 mL y se llevaron a un volumétrico de 25 mL enrasando con dioxano. A partir de esta última solución se pipetearon 1; 1,5; 2 y 2,5 mL y se llevaron a sus respectivos volumétricos de 25 mL, mezclando y enrasando con dioxano. Se hizo la lectura de cada una de las soluciones en cubetas de cuarzo de 1 cm contra dioxano a 246 nm. Conociendo las concentraciones de cada uno de los cuatro puntos y sus respectivas absorbancias se construyó la curva de calibración (Fig. 2).

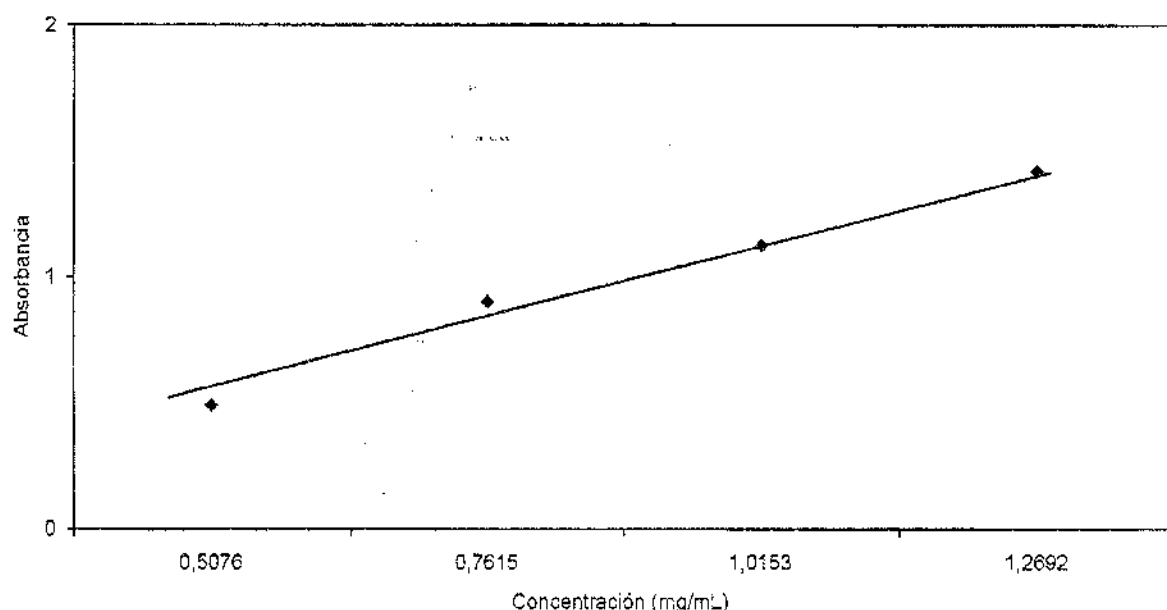


Figura 2. Curva de calibración del phthalide.

#### b) Preparación de la muestra

Se pesaron 0,6 g de la muestra de phthalide en un volumétrico de 100 mL, se mezclaron y enrasaron con dioxano. Posteriormente se tomaron 5 mL de esta solución y se llevó a un volumétrico de 25 mL, agitando y enrasando con dioxano. De esta última solución se tomaron 2 mL y se llevaron a un volumétrico de 25 mL enrasando con dioxano. Finalmente se leyó la absorbancia de esta solución en cubeta de cuarzo de 1 cm contra dioxano a 246 nm. Luego, con la ayuda de la curva de calibración, se determinaron los miligramos de phthalide y se calculó el por ciento de este según la siguiente fórmula.

#### Cálculos

$$\% \text{ de phthalide p/p} = \frac{F \times 250}{W_m} \times 100$$

donde:

F: miligramo de phthalide hallado en la curva de calibración

W<sub>m</sub>: peso de muestra de phthalide expresado en miligramos

Se realizaron 15 determinaciones, y los valores obtenidos se procesaron estadísticamente, determinándose la desviación típica y el coeficiente de variación.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Como se muestra en la Tabla 2, los valores del contenido de ingrediente activo de phthalide por el método espectrofotométrico oscilaron entre 30,26 y 31,88%, que, comparándolo con la concentración reportada por el proveedor del producto ( $30 \pm 2$ ) % [AgrEvo, 1998], demuestra la capacidad de esta técnica para determinar de manera eficiente la concentración de este ingrediente activo dentro de la formulación, lo que da una medida de la exactitud de la técnica analítica propuesta.

En la Tabla 3 se puede observar que los valores obtenidos de desviación típica y del coeficiente de variación para dicho método fueron de  $\pm 0,44$  y de 1,42 % respectivamente, por lo que se puede deducir que el método utilizado presentó una aceptable precisión.

Tabla 2. Resultados obtenidos por análisis

No.	Pesos de muestra (g)	Miligramos de phthalide halados en la curva	Concentración del producto (% p/p)
1	0,6290	0,7615	30,26
2	0,6131	0,7820	31,88
3	0,6157	0,7630	30,98
4	0,6128	0,7520	30,67
5	0,6043	0,7230	31,38
6	0,6012	0,7770	31,38
7	0,6078	0,7922	31,38
8	0,6228	0,7137	31,38
9	0,6260	0,7821	31,23
10	0,6112	0,7536	30,82
11	0,6025	0,7617	31,60
12	0,6089	0,7830	31,38
13	0,6551	0,7980	30,45
14	0,6193	0,6977	31,38
15	0,6305	0,7445	31,38

Tabla 3. Resultados estadísticos

Parámetro estadístico	Valores
Valor promedio (X)	31,17
Desviación típica (D.T.)	$\pm 0,44$
Coefficiente de variación	1,42 %

• El método es una alternativa para determinar el contenido del ingrediente activo de Phthalide en formulaciones de polvos humedecibles, sustituyendo el método de HPLC.

## CONCLUSIONES

• El método de espectrofotometría UV-visible desarrollado es adecuado, pues presentó una desviación típica  $\pm 0,44$ , así como un coeficiente de variación de 1,42%, lo cual conlleva a una aceptable precisión.

## REFERENCIAS

- AgrEvo: *Expediente de Rabcide 30 PH (phthalide) para el registro en Cuba*. Registro Central de Plaguicidas. 1998
- Farm Chemicals Handbook*. Meister Publishing Company, USA, 1992, p. 185
- The Pesticide Manual. A World Compendium*. Tenth ed., The British Crop Protection Council, 1994, pp. 810-811.