

## DETERMINACIÓN DE EPICLOROHIDRINA Y N,N-DIMETILFORMAMIDA EN FORMULADOS DE IMIDACLOPRID

Benigno Suárez Ramírez

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 para la determinación de impurezas en formulados de imidacloprid, empleando cromatografía gaseosa con columna capilar. El método es novedoso y se basa en la determinación de epiclorohidrina y N,N-dimetilformamida. Se utilizó una columna Megabore con detector FID y agua como solvente con la finalidad de evitar las interferencias presentadas por otros solventes orgánicos. Con este método en nuestro país se pueden cuantificar las impurezas antes mencionadas en las formulaciones de imidacloprid para evitar los daños toxicológicos al ser humano y al medio ambiente, motivado por el amplio uso de este insecticida en la lucha contra *Thrips palmi*, a la vez que se posibilitan varias opciones de importación, lo cual incide considerablemente en el precio del producto.

Palabras claves: CG, imidacloprid, epiclorohidrina, N,N-dimetilformamida

### ABSTRACT

A method was developed for the determination of impurities in having formulated of imidacloprid, using gassy chromatografía with capillary column. The same one is novel and it is based on the epiclorohydrin determination and N,N-dimetilformamida using a column Megabore with detector FID and water as solver with the purpose of avoiding the interferences presented by other organic solvents. With this method in our country can be quantified the impurities before mentioned in the imidacloprid formulations to avoid the damages toxicologics at the same time to the human being and the environment motivated by the wide use of this insecticide in the fight against *Thrips palmi* that several import options are facilitated that which impacts considerably in the price of the product.

Key words: CG, imidacloprid, epiclorohydrin, N,N-dimethylformamid

### INTRODUCCIÓN

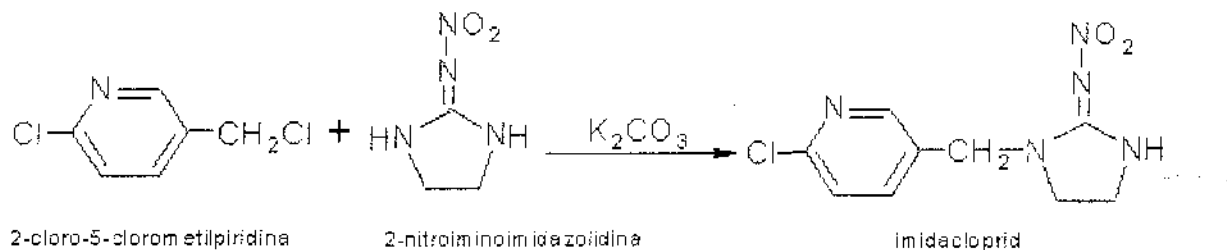
El imidacloprid es un insecticida sistémico. Se emplea para el control de insectos chupadores, áfidos, thrips, mosca blanca, termitas, insectos del césped, insectos del suelo y algunos escarabajos. Es más comúnmente empleado en arroz, cereal, maíz, papas, verduras, remolacha, frutas y algodón, y es especialmente sistémico cuando se usa en tratamiento de semillas o de suelo. Es eficaz por contacto y por vía estomacal [Bayer AG, 1997].

El imidacloprid es ligeramente tóxico. Se clasifica por la EPA con toxicidad II y III. Existen tolerancias de los residuos de este producto y sus metabolitos en alimentos [Pesticide Manual, 1994]. Es rápidamente absorbido por el tracto intestinal y eliminado dentro de las 40 horas por la orina y el excremento [EPA. Imidacloprid, 1999].

Según las especificaciones de la FAO, el nivel máximo permitido para impurezas de tipo industrial en una formulación debe ser menor de 1,0 g/kg. La contaminación con otros químicos puede ocurrir durante la síntesis y la preparación de la formulación. Los fabricantes deben garantizar que los riesgos de estas fuentes se minimicen. Las impurezas son consideradas significativas si los niveles exceden aquellos especificados [Manual FAO Specifications, 1999].

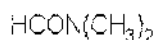
En la producción de ingredientes activos técnicos se pueden producir impurezas perceptibles, como los materiales que se utilizaron en la síntesis, productos de descomposición, rastros de solventes y los productos de reacciones colaterales.

## Síntesis del imidacloprid (Alpha Agro LTD)

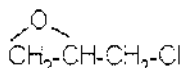


En la purificación del imidacloprid técnico se usan solventes industriales como la epiclorohidrina y la N,N-dimetilformamida. El primero puede causar efectos a la salud del ser humano, con irritación superficial, efectos perjudiciales en el hígado, riñones y en el sistema nervioso central [EPA, *Contaminants Epichlorohydrin*, 1999]. El segundo causa problemas digestivos y cambios hepáticos. Tiene efectos cancerígenos: tumores en los testículos y en la cavidad bucal. También es abortivo, embriotóxico, reduce el peso fetal y ocasiona malformaciones [EPA *Unlabeled Air Toxics Website*, 1999].

N,N-dimetilformamida



Epiclorohidrina



## MATERIALES Y MÉTODOS

## Cromatografía gaseosa capilar

## Fundamento del método:

El método se basó en la determinación de epiclorohidrina y N,N-dimetilformamida en formulaciones de imidacloprid por cromatografía gaseosa capilar. Se usó una columna Megabore RTX-50 con un detector de ionización por llama y el agua como solvente.

## Reactivos:

Estándar analítico de epiclorohidrina al 99,0%

Estándar analítico de N,N-dimetilformamida al 99,9%

Agua bidestilada

## Equipos y cristalería:

Cromatógrafo de gases FRACTOVAP 2450, con detector FID

Columna Megabore RTX-50, 30 m; 0,53 mm DI; 0,5 µm espesor de película

Balanza analítica SARTORIUS, modelo AC 211B

Microjeringuilla Hamilton de 10 µL

Frascos volumétricos de 25 mL

Tubos de ensayos con tapa de 30 mL

Pipetas graduadas de 1 mL

26/fitosenidad

## Condiciones cromatográficas:

Temperatura del horno: programada 80°C (3 min) – 10°C/min – 230 °C (6 min)

Temperatura del inyector: 200°C

Temperatura del detector: 300°C

Amplificador electrométrico: 10 x 32

Sistema de adquisición: EZChrom Chromatography Data System

Gas portador: nitrógeno 6 cc/min<sup>-1</sup>Hidrógeno: 30 cc/min<sup>-1</sup>Aire: 300 cc/min<sup>-1</sup>Gas de purga: 30 cc/min<sup>-1</sup>

Volumen de inyección: 2 µL

## Procedimiento

## Solución patrón de N,N-dimetilformamida:

Se pesó 100 mg de N,N-dimetilformamida en un volumétrico de 25 mL, se disolvió y enrasó con agua bidestilada. Se tomó 1,0 mL y se llevó a 30 mL con agua bidestilada.

## Solución patrón de epiclorohidrina:

Se pesó 100 mg de epiclorohidrina en un volumétrico de 25 mL, se disolvió y enrasó con agua bidestilada. Se tomó 1,0 mL y se llevó a 30 mL con agua bidestilada.

## Solución muestra:

Se pesó 1 000 mg de muestra en un volumétrico de 25 mL y se disolvió y enrasó con agua bidestilada.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Debido a que los métodos señalados por los fabricantes requerían de algunos insumos y materiales que no estaban a nuestra disposición, fue necesario desarrollar y adaptarlo a nuestras condiciones.

Se empleó la cromatografía gaseosa capilar, una columna Megabore RTX-50 en sustitución de una DB-WAX [Bayer AG. *Bestimmung von N,N-dimethylformami*, 1998], la utilización de agua como solvente en sustitución del dimetil sulfóxido, lo que hace ser muy novedoso. Esto

se debió a que los compuestos por analizar son muy volátiles y se enmascaraban en la señal de los solventes orgánicos utilizados, por lo que se aprovecharon todas las características del agua, que al no quemarse en la

llama no emite señal propia, además de la gran solubilidad de estos compuestos en ella. El resultado obtenido de las muestras analizadas se expresa en la siguiente tabla.

Tabla 1. Impurezas obtenidas por muestras

Impurezas	Por ciento de impureza respecto al contenido de i.a. en el formulado					
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5	Muestra 6
N,N-dimetilformamida	ND	ND	ND	ND	ND	ND
Epiclorohidrina	ND	ND	ND	ND	ND	ND

ND: No detectable.

La muestra 3 fue la única que su proveedor manifestó que no emplea los solventes N,N-dimetilformamida, ni epiclorohidrina en la síntesis y/o formulación de su producto [Alpha Agro, Limited, 1999], aunque no se detectaron estas impurezas en ninguna de las muestras analizadas.

## REFERENCIAS

- Bayer AG.: «Expediente para el registro en Cuba de Confloor 70 WG (Imidacloprid)», *Registro Central de Plaguicidas*, Cuba, 1997.
- British Crop Protection Council: *The Pesticide Manual. A World Compendium*, Tenth Edition, 1994, p. 591.
- Environmental Protection Agency (EPA): «Imidacloprid: Pesticide Tolerances for Emergency Exemptions», *Federal Register*: January 20 (Volume 64, Number 12) (*Rules and Regulations*), 1999, pp. 3037-3040.
- FAO: Group on Specifications of the FAO, Panel of Experts on Pesticide Specifications Manual on Development and Use of FAO Specifications for Plant Protection Products Fifth Edition, January, Page 17, 114-115, 117, 1999.
- Alpha-Agro Limited. Imidacloprid TC 95%. «Synthesis Pathway to the Manufacture of the Technical Material».
- Environmental Protection Agency (EPA) United States: «Technical Drinking Water and Health Contaminant Specific Fact Sheets. List of Contaminants Epiclorohidrin», January, 1999.
- Environmental Protection Agency (EPA) United States: Unilied Air Toxics Website (UATW) N,N-dimethylformamid 68-12-2 Page 1-4.
- Bayer AG. Bestimmung von N,N-dimethylformamid (DMF) in imidacloprid-Flüssigformulierungen. ZF-D Zentrale Analytik Dormagen, 41538 Dormagen, 08.12, Page 1/2, 1998.
- Alpha-Agro LTD: «Certificate of analysis. Imidacloprid technical», 4 January, 1999.

## CONCLUSIONES

- Se desarrolló un método novedoso por cromatografía gaseosa capilar para determinar N,N-dimetilformamida ni epiclorohidrina utilizando agua como solvente.
- Se comprobó que con el método desarrollado se pudieron cuantificar las impurezas en las muestras con un alto grado de sensibilidad y selectividad.
- Se comprobó que la N,N-dimetilformamida y la epiclorohidrina se encuentran en los formulados por debajo del límite permisible de la FAO