

UNIVERSIDAD MOTOLINIA

INCORPORADA A LA UNIVERSIDAD NACIONAL

AUTONOMA DE MEXICO  
FACULTAD DE QUIMICA

DETERMINACION COLORIMETRICA  
DEL p-p D.D.T. EN MEZCLAS INSECTICIDAS  
A BASE DE TOXAFENO Y D.D.T.

TESIS PROFESIONAL

Judith Evangelina Garza Cortés



MEXICO, D. F.

1963 .



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Con profunda admiración y ca  
riño dedico este humilde traba  
bajo a mis papacitos Héctor  
y Gela como una pequeña com-  
pensación a los esfuerzos y  
sacrificios que han realiza-  
do por mí.

A mis hermanos de quie  
nes recibí comprensión  
y afecto Lucy, Flavio,  
Alejandra y Pepito.

A mis familiares con cariño.

A Manuel

Con gratitud al Sr.  
Ing. Quím. Enrique  
Vélez Luna por su -  
dirección y ayuda.

A la Rva. Guadalupe Camarena.

A la Universidad Motolinfa

A mis Condiscípulas.

A mis compañeros del Laboratorio  
de Parasitoides por sus pala- -  
bras de aliento.

## I N T R O D U C C I O N

A partir del año de 1947 se han aplicado para control de las plagas de insectos una gran cantidad de materiales derivados de la química orgánica, encontrándose entre dichos compuestos el D. D. T., y el Toxafeno, cuya utilidad como materiales parasiticidas ha quedado perfectamente bien establecida, tanto cuando se apli--can solos, como en mezclas, las que deben reunir una -serie de condiciones que permitan que dichos materia--les cumplan con la misión de protección del cultivo, y por lo tanto debe tenerse presente que, en el empleo de cualquier substancia química que se aplique para el --combate de las plagas que atacan a las plantas de cul--tivo, tan importante es la selección del tóxico adecuado como la forma de aplicación, ya que éste es el me--dio por el cual el tóxico se pondrá en contacto con el insecto, y cuya acción tóxica puede llevarse a cabo --por ingestión, contacto y fumigación o asfixiante.

De aquí que, para lograr ésto, los diferentes productos químicos son sometidos en las plantas mezclado--ras a una serie de procesos, con el fin de lograr con--centraciones de tóxicos que faciliten su distribución sobre las plantas, su acción tóxica y ningún peligro -

de fitotoxicidad debe derivarse de su empleo.

Es por esto que el producto técnico se rebaja a -- las concentraciones convenientes, por medio del empleo de materiales inertes que pueden ser sólidos (portado-- res y diluyentes) como en el caso de polvos, y por me-- dio de disolventes, en unos casos y en otros adiciona-- dos de un emulsivo para la preparación de soluciones -- que pueden ser de dos tipos: concentrados, emulsibles y soluciones de contacto; todo lo cual facilita su distri-- bución , mecánica sobre las plantas y el combate de los insectos, siendo necesario como ya se indicó anterior-- mente que el producto tóxico sea el específico y que se encuentre en la concentración necesaria al momento de - su aplicación para lograr el control de las plagas de - insectos.

De aquí que no solamente es conveniente que un ma-- terial se pulverice o se disuelva en un disolvente, pa-- ra preparar la solución de aplicación o bien la suspen-- sión de un sólido en un medio acuoso (polvos humecta-- bles), sino que éste se encuentre en la concentración - necesaria en la mezcla de aplicación para que se pueda lograr un combate efectivo contra los insectos; lo cual crea la necesidad de que se disponga de Métodos Analíti-- cos específicos, que permitan conocer si la composición de una mezcla de aplicación realmente se encuentra en - las proporciones indicadas, que faciliten el empleo co-

rrcto de dicha mezcla, ya que si tenemos en cuenta -- que está muy generalizado el uso de los insecticidas - D. D. T., y Toxafeno, y que para su análisis existen - métodos, tales como el de Stepanow por medio del cual es determinado el contenido de Cloro Orgánico Total.

Pero como este Método no es específico no se pue de determinar con exactitud la composición de una mezcla, en la que se encuentran presentes tanto el D.D.T. como el Toxafeno, y por lo tanto con objeto de conocer exactamente cuál es la concentración del Toxafeno y D. D.T., en una mezcla de aplicación, se pensó en la posi bilidad de aplicar el método Analítico Colorimétrico - de SCHECHTER HALLER para la determinación del isómero p'p' del D.D.T., lo cual permite determinar cuantitati vamente el porcentaje del D.D.T. en la mezcla, conside rando que, el isómero p'p' es el que tiene la acción - insecticida y está contenido en el D.D.T. técnico en - un 75%; pero no solamente el empleo del Método Colori métrico resuelve el problema sino que también es nece- saria la aplicación del método para la determinación - del Cloro Orgánico Total y así con el empleo de los -- dos procedimientos Analíticos, es posible lograr un me jor control de la calidad de los insecticidas, redun-- dando esto en un mejor aprovechamiento integral de - - ellos.

## D A T O S H I S T O R I C O S

La guerra química, en forma extensiva, contra las plagas, comenzó hace no menos de 100 años con el uso - de mezclas que contenían arsénico para combatir las invasiones de la catarinita de la papa, que atacó el cultivo, en Colorado, E.U.A.

Posteriormente el uso de insecticidas consistió - principalmente en espolvoreaciones y aspersiones de arseniados de plomo y de calcio y en la preparación de - cebos a base de arsénico, usando arsénico blanco y arseniato de sodio para el combate de hormigas, langos--tas y caracoles.

Después se emplearon preparaciones hechas de tabaco para combatir los áfidos y para el combate de las - chinchas de encaje del peral se usaron espolvoreacio--nes de flores de piretro, etc., hasta llegar el empleo de los productos clorados orgánicos sintéticos, de los cuales forman parte el Toxafeno, B.H.C. D.D.T. Clordano, Aldrín, Dieldrín, Endrín y otros así como los derivados orgánicos sintéticos del fósforo, tales como el Pirofosfato de Tetraetilo, Paratión Etílico y Metílico, Malathión, Diazinón, Gusatión, Ethión, Dipterex, etc., entre los que actúan por contacto y entre los materia-

les de acción general se encuentra el OMPA, Systox, Metasystox, Disyston y Thimet.

Como el toxafeno y el D.D.T. son los materiales base del presente, me referiré exclusivamente ellos.

#### TOXAFENO.- (Canfeno clorado).

El toxafeno fue designado al principio como Hércu les "3956", ahora denominado octacloro canfeno o toxafeno, el que fue descubierto por los técnicos de la -- Cía. Hércules Powder, de Wilmington, E.U.A. en colabora ción con los entomólogos de la Universidad de Delaware, del mismo País, señalándolo como "Mosquito Larvicida" el 5 de abril de 1946, y como insecticida para el combate de los insectos en frutales y vegetales en febrero de 1947.

#### CLOROFENOTANO.- (Dicloro Difenil Tricloretrato).

El Dicloro Difenil Tricloretrato ha sido estudiado más detalladamente, ya que fue el primer producto clorado orgánico sintético que se utilizó como insecticida, habiéndose notado su acción por primera vez, en el otoño de 1939, por Paul Müller, uno de los científicos del equipo de investigadores de J.R. Geigy, S.A. en Basilea, Suiza.

Este descubrimiento fue el fruto de varios años - de investigación de los científicos de la Compañía Gei

gy, quienes estuvieron sintetizando compuestos quími--cos con el fin principal de desarrollar un agente efec--tivo para la protección de la lana contra la polilla, pero además de sintetizar nuevos compuestos para este fin, los probaron como insecticidas, para la protec--ción de las plantas y animales.

Se establecieron así, en el laboratorio, las primeras propiedades del D.D.T. contra la mosca, la chinche de cama, cucaracha, etc.

Mas tarde en Suiza, se efectuó por primera vez, - un experimento en gran escala contra la catarinita de la papa por F. Wille. También se hicieron otras - - pruebas sobre parásitos de la papa por Wahlen y Roos, en la estación experimental de Oerlikon, Suiza, confirmando así lo señalado por Müller, a quien se le concedió en 1948 el Premio Nobel de la medicina.

En el año de 1941, en Suiza, salió la primera pu--blicación sobre las propiedades insecticidas del D. D. T. En esta edición la Cía. Geigy reportaba la efectividad de un polvo conteniendo 1% de D.D.T. para combatir la catarinita de la papa.

En 1942, Wiesman, demostró la efectividad del D. D.T. contra las moscas del establo haciendo una asper--sión de solución de D.D.T. al 1% en las paredes.

El D.D.T. fue resintetizado por Paul Müller aún -

cuando en 1874 el compuesto había sido sintetizado por Othmar Zeidler, estudiante alemán que reportó su síntesis en su trabajo de tesis. Sin sospechar el beneficio que tendría para la protección de los cultivos y la salud pública, su trabajo de síntesis con que se doctoró.

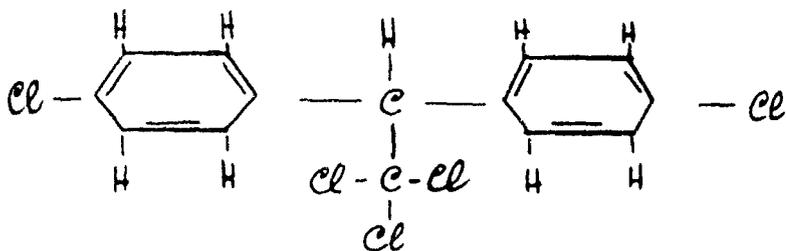
El D.D.T., vino a lograr una revolución en el control de las plagas agrícolas y fue el primer compuesto de toda una serie de productos insecticidas clorados - orgánicos sintéticos surgidos en estos últimos años en la lucha contra los insectos que atacan a las plantas cultivadas.

## PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS DEL D.D.T. Y TOXAFENO

En sus comienzos como se indicó antes, el control de las plagas se efectuó con productos o sustancias - de origen inorgánico o mineral, como los compuestos en los que participaron especialmente elementos de la química inorgánica, tales como el plomo, arsénico, cobre y azufre, así como algunos derivados de las plantas y las fracciones del petróleo que también se utilizaron para combatir las plagas que azotan la agricultura, pero a partir del otoño de 1939 en que fueron descubiertas en Suiza por Paul Müller, las propiedades insecticidas del D.D.T., se inició el período intensivo del control de las plagas agrícolas con el empleo de los compuestos orgánicos clorados sintéticos. Así, al descubrimiento del D.D.T., siguieron el B.H.C., clordano, toxafeno, aldrín, dieldrín, endrín, los derivados y homólogos del D.D.T.

### Clorofenotano (Dicloro-Difenil-Tricloroetano)

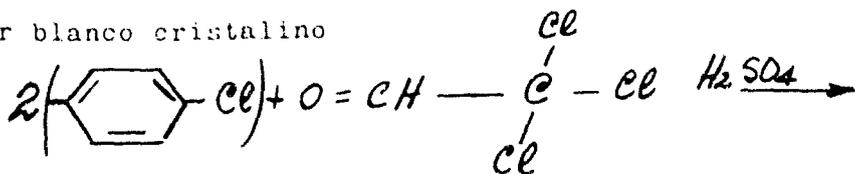
Se da el nombre de D.D.T. al compuesto cuya designación química es el 1,1,1-tricloro-2, 2 bis (para clorofenil), etano de fórmula condensada  $C_{14}H_9Cl_5$  de fórmula desarrollada:

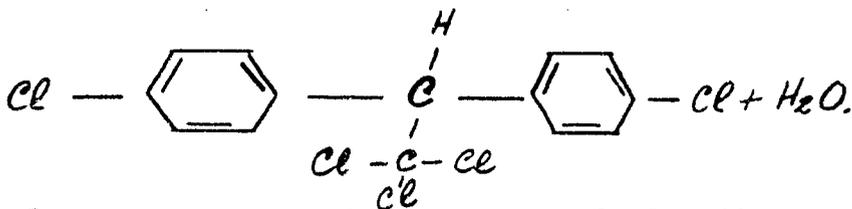


El nombre de D.D.T. dado al compuesto se deriva - del nombre químico Dicloro-Difenil-Tricloroetano.

El producto técnico es una mezcla de isómeros de los cuales el para-para'- D.D.T., es el que tiene las mayores propiedades insecticidas y que se encuentra en el producto técnico en la concentración del 75% y el 25% es de otros isómeros entre los que predomina el Orto-para'-D.D.T. pero cuyas propiedades insecticidas son menores que las del isómero para-para'-D.D.T.

Para la preparación del D.D.T., existen varias pa tentes, pero el método empleado por Zeidler, es el que más extensamente se utiliza en la síntesis de este pro ducto, que es la reacción entre el cloral y el cloro-- benceno en presencia de ácido sulfúrico que actúa como agente de condensación, dando un producto que tiene -- una temperatura de solidificación (Setting point) de - 89°C; el D.D.T. técnico se presenta en forma de un pol vo grueso, o bien en forma de terrones o escamas de co lor blanco cristalino





Se descompone cuando se expone a la luz directa - del sol, o en presencia de sustancias alcalinas así - como cuando se le calienta a temperaturas de 100°C. -- desprendiendo ácido clorhídrico. Es prácticamente in soluble en agua, soluble en disolventes orgánicos: - - (100 de D.D.T. por cada 100 ml. de disolvente) en benceno 73, ciclohexanona 116, tetracloruro de carbono 45, acetato de etilo 68, alcohol etílico 2, éter etílico - 28. dicloruro de etileno 59, dioxano 100, petróleo re<sup>u</sup>finado 4, metil naftaleno 40-60, aceite mineral 5, xilol 57, gasolina 10, ortodichloro benceno 59, xileno co<sup>m</sup>ercial 53, acetona 58, etc. su solubilidad en los di<sup>s</sup>olventes orgánicos se incrementa al elevarse la tempe<sup>r</sup>ratura; el D.D.T. se emplea para la preparación de las mezclas insecticidas, tanto en forma de polvos como de concentrados emulsionables y soluciones de contacto -- utilizándose sólo o mezclado con otros productos clora<sup>d</sup>os, fosforados y azufre lo que variará de acuerdo con la aplicación y plagas que se deseen combatir.

El para-para'-D.D.T. químicamente puro se presenta en forma de un producto blanco cristalino que tiene un punto de fusión comprendido entre 108 y 109°C. Den

sidad de 1.55 a 25°C., es muy estable y se descompone únicamente cuando se calienta a temperaturas superiores a 195°C.

#### Toxicidad.

El D.D.T. es tóxico tanto para los humanos como para los animales, por lo que debe emplearse tomando las precauciones adecuadas.

Cuando el D.D.T. es ingerido por accidente debe ser eliminado o expulsado del estómago o intestino tan pronto como sea posible; en forma de polvo el compuesto no es absorbido a través de la piel pero la solución aceitosa es rápidamente absorbida, por lo que no debe permitirse que las soluciones aceitosas permanezcan sobre la piel por largo tiempo y deben tomarse precauciones para no saturar la ropa.

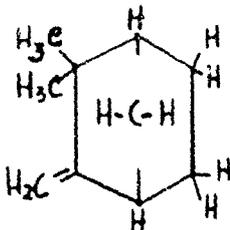
Cuando la piel se ha contaminado accidentalmente con aceites o soluciones de D.D.T., en disolventes no polares como aceites de petróleo, xileno, etc., debe lavarse inmediatamente la parte que estuvo en contacto con dicha solución, así como las ropas que hayan sido impregnadas con la misma; en general no es recomendable aplicar soluciones de D.D.T. sobre la piel de animales y los alimentos deben guardarse durante su aplicación para evitar la posibilidad de contaminación.

Neul y Vonoettingm, han estudiado los resultados

de la acción del D.D.T., sobre los animales de sangre caliente, habiendo determinado que es menos tóxico que el Verde de París o el fluoruro de sodio y que no es de ñino al hombre, si es usado adecuadamente.

### TOXAFENO

Propiedades.- Toxafeno, es un canfeno clorado que contiene del 67 al 69% de cloro y al que se le asigna la fórmula condensada de  $C_{10}H_{10}Cl_8$  y cuya fórmula desarrollada no ha sido determinada con exactitud y se considera como una mezcla de terpenos clorados, obteniéndosele por cloración del terpeno bicíclico canfeno - -  $C_{10}H_{16}$  cuya fórmula desarrollada es la siguiente



El producto resultante de la cloración del canfeno se considera como una mezcla de isómeros, la que se presenta en la forma de una cera sólida de color amarillo con un ligero olor a pino, que funde entre 65 y -- 90°C.

Es insoluble en agua pero fácilmente soluble en disolventes orgánicos en la proporción que se indica a continuación; más de 450 gramos de toxafeno por cada 100 ml. de los siguientes disolventes a 27°C.: acetona,

benceno, tetracloruro de carbono, toluol y xilol; más de 280 gramos en kerosina, entre 50 y 60 en aceite mineral, entre 10 y 13 en alcohol etílico, entre 15 y 18 en alcohol isopropílico. Es dehidrohalogenado por el calentamiento a temperaturas superiores a 85°C.; por la luz del sol, por los álcalis y fierro, liberando -- ácido clorhídrico; en presencia de humedad el toxafeno ataca los envases de metal, siendo catalizada su des--composición por el fierro.

Toxicidad.- Con respecto a su toxicidad para los animales de sangre caliente, ésta no se ha determinado completamente, pero de acuerdo con la literatura disponible al respecto, se considera que es menos tóxico -- que el D.D.T. y el Clordano.

#### USOS Y APLICACIONES DEL D.D.T. Y TOXAFENO

##### D.D.T.

Se aplica tanto en forma de espolvoreaciones como de aspersiones en el algodónero para el control de la mayoría de las plagas que lo atacan, como el gusano rosado, chinche manchadora y otras; se han reportado resultados poco satisfactorios contra el trips cuando la temperatura excede de los 32°C.

También controla ciertas especies de gusanos cortadores y en menor extensión el gusano soldado de rayas amarillas.

El D.D.T. puro se aplica generalmente a las dosis de 500 g. a 3 kg., por hectárea, tanto sólo como mezclado con otros insecticidas y acaricidas.

### TOXAFENO

Para su aplicación se diluye a la forma de polvo, por medio del sistema de impregnación ya que siendo un material pastoso, no se puede rebajar por molienda, requiriendo para su procesamiento inertes portadores con una absorción no menor del 40%, con objeto de elaborar los polvos concentrados al 40% de toxafeno que se emplean en la preparación de sus formulaciones en polvo, de los que se preparan a la concentración de 10, 15 y 20%, polvos humectables al 50%, los concentrados emulsionables se preparan al 40, 60 y 70% de toxafeno, así como también mezclados con D.D.T., siendo la mezcla más empleada, la formulación 40% de Toxafeno y 20% de D.D.T. y de los polvos las que contienen (20% de toxafeno, 40% de azufre), (20% de toxafeno, 10% de D.D.T.) (15% de toxafeno, 10% de D.D.T.) y (15% de toxafeno, 10% de D.D.T. y 40% de azufre).

Sus principales aplicaciones son: para el combate de las plagas del algodonero, aplicado tanto en forma de aspersiones como de espolvoreaciones para el combate de los siguientes insectos: picudo, gusado soldado de otoño, gusano telarañero, falso medidor, chinche --

manchadora, y otros, aplicado a dosis que varían de 1 a 5 kg. del material técnico por hectárea, cuando se aplica a dosis de 6 kg. del material técnico por hectárea, controla perfectamente la chinche apestosa.

El toxafeno controla la pulga saltona y los trips del algodónero, cuando se aplica a dosis de 750 a 1000 g. del material técnico por hectárea.

El picudo, bellotero, gusano cogollero del tabaco, gusano peludo y el gusano perforador, son controlados más efectivamente cuando se adiciona D.D.T. a la mezcla de aspersión en la cantidad suficiente para dar un concentrado de 250 a 1000 g. del D.D.T. técnico por hectárea. La aplicación de una mezcla de 2 kg. de toxafeno y 1 kg. de D.D.T. técnico por hectárea, en forma de aspersión dieron resultados prometedores en el combate de los picudos resistentes a los productos clorados, tanto en las pruebas de laboratorio como de campo efectuadas en Louisiana en la temporada de 1957.

Cuando se aplica para el combate de los otros insectos tiene un efecto represivo en las poblaciones de pulgones, pero ésto no es suficiente para prevenir las infestaciones de pulgones. El empleo del toxafeno al igual que todos los compuestos clorados, puede dar como resultado un incremento en las poblaciones de ácaros.

Es insecticida de acción lenta y relativamente no es fitotóxico, cuando se aplica correctamente y a la dosis recomendada.

Se recomienda aplicar a la dosis de 3.5 kg. del material técnico por hectárea, para el combate del picudo y la chinche del género *Lygus* de la alfalfa y el trébol para semilla, teniendo la precaución de no darlos como alimentos al ganado lechero o que está engordándose para el rastro, debido a que puede pasar a la leche y almacenarse en las grasas.

En general, las aplicaciones de toxafeno tanto en polvo como en forma de aspersiones en cultivos de hortaliza, se recomienda hacerlas, antes de que se inicie la formación de las partes comestibles y aplicando dosis del material técnico que varían desde 2 hasta 5 -- kg. por hectárea, en chícharos (no aplicarlo a las variedades cuyas vainas se consumen) después que ha comenzado la formación de éstas, en papas (par rata- miento del follaje); para la lechuga (no aplicarlo des pués de que se ha formado la parte comestible), aplica ciones de 8 kg. por hectárea; tomates, puede aplicarse hasta 7 días antes de la cosecha, no es recomendable - aplicarlo a cucurbitáceas.

Para frutales, hasta 40 días antes de la cosecha haciendo aplicaciones de 10 kg. por hectárea.

En cítricos debe tenerse cuidado de no aplicarlo dentro de los 30 días anteriores a la cosecha.

En cacahuete, aplicar 25 kg. por hectárea únicamente en tratamientos al suelo y no hacerlo después -- del primer cultivo.

Para el combate del chapulín, las dosis recomendadas, son de 1.5 a 2 kg. de toxafeno por hectárea, pero pueden aumentarse hasta 3 a 4 kg. en tiempo seco. El toxafeno junto con el metoxicloro y el azufre son considerados como los insecticidas menos peligrosos para las abejas.

El toxafeno en forma de concentrados emulsionables se está empleando en forma de aspersión y en menor extensión como baño de inmersión para ganado en el control de los piojos y garrapatas en ganado vacuno, -- ovejas y cabras y como protector contra la mosca de -- los cítricos, recomendándose para las aspersiones la -- concentración del 0.5%, de toxafeno, el que no deberá aplicarse a los becerros menores de 6 meses de edad, -- ni a ganado lechero, ni a cabras lecheras, los baños -- se preparan a la concentración del 0.25% de toxafeno.

## PROCEDIMIENTOS ANALITICOS

- a) Método analítico colorimétrico de Schechter y Haller, para la determinación del -p-p' D.D.T.

### Descripción general del método.

Este método comprende la nitración del D.D.T., la separación del derivado Tetranitrado y la obtención de una sustancia de color azul al tratar el derivado nitrado con solución de benceno en solución alcohólica - de metilato de sodio.

### Reactivos:

Acetona redestilada

Eter sulfúrico redestilado

Mezcla sulfonítrica, ácido nítrico fumante D= 1.5 y ácido sulfúrico concentrado D= 1.84, mezclados 1:1 por volumen.

Benceno libre de tiofeno

Solución de hidróxido de sodio al 2% (40 g. en 2 litros de agua).

Solución saturada de cloruro de sodio.

Metilato de sodio al 10%. La cantidad necesaria de sodio se prepara disolviéndola en alcohol metílico, empleando equipo de reflujo para condensar

el alcohol durante la reacción, valorándose el -- contenido del metilato con ácido clorhídrico, em-- pleando fenolftaleína como indicador, para ajus-- tarlo al 10%.

#### Material:

Matraces aforados de 250 ml.

Aparatos de extracción de Soxhlet

Embudo de separación de 250 ml.

Tubos de ensayo de boca ancha, de 20 x 150 mm.

Matraz de bola de 100 ml.

Vasos de precipitados de 250 ml.

Matraces Erlenmeyer de 250 ml.

Buretas de 50 y 25 ml.

Pipetas de 5 y 10 ml.

Fotocolorímetro de Leitz.

Filtro verde 580 milimicras.

Celdas de absorción de 10 ml.

#### Procedimiento.

En caso de que la muestra sea un polvo, se pesa -- un gramo del problema y se extrae con acetona en el -- Soxhlet por espacio de una y media a dos horas. Una -- vez terminada la extracción, se enfría y se pasa el ex tracto a un matraz aforado de 250 ml., se afora con -- acetona, enjuagando perfectamente el matraz de la ex-- tracción y el embudo.

Si la muestra es de un líquido, se pesan aproximadamente 0.5 g. P/V del problema como en el caso del -- 40-20 y se afera en igual forma.

Por medio de una bureta, previamente lavada con la solución problema, se miden 5 ml. de esta solución que se pasan a un matraz aforado de 100 ml. y se completa el volumen con acetona. De esta solución se toman alícuotas de 0.5 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 ml., que se pasan a tubos de ensayo numerados. Esta operación se hace por duplicado.

#### Nitración de la muestra.

Los tubos de ensayo se llevan a evaporar en baño de vapor, cuidando de que, en cuanto se ha evaporado todo el disolvente sacarlos, para evitar que se pierda el D.D.T., después de lo cual se les añaden de 2 a 5 ml. de la mezcla sulfonítrica y se colocan nuevamente al baño de vapor dejándolos por espacio de una hora, empezando a contar el tiempo cuando el agua entra en ebullición.

Después de transcurrido este tiempo, se sacan del baño, se enfrían y se les añaden 25 ml. de agua destilada y se agitan; el contenido de los tubos de nitración se pasan a embudos de separación, lavando los tubos con pequeñas cantidades de éter sulfúrico y añadiéndosele 40 ml. más de éter al embudo de separación,

se agita y se dejan escapar los vapores de éter de vez en cuando abriendo la llave del embudo, el que se deja en reposo para que se separen las capas etérea y acuosa, dejando salir esta última y la capa etérea que queda en el embudo y contiene la mezcla sulfonítrica se le agregan 40 ml. de la solución de hidróxido de sodio al 2%, agitando unas tres veces, abriendo la llave para dejar escapar los vapores de éter, dejándose en reposo para separar las dos capas y se desecha la capa de hidróxido de sodio. La adición de la solución alcalina tiene por objeto neutralizar la mezcla sulfonítrica residual.

A la solución etérea que queda en el embudo de separación se le añade la solución saturada de cloruro de sodio con objeto de eliminar toda el agua presente, se agita fuertemente dos o tres veces abriendo la llave de vez en cuando para eliminar los vapores formados, se deja en reposo y se desecha la capa acuosa de cloruro de sodio y la solución etérea del embudo de separación se pasa a un matraz de bola de 100 ml., lavando cuidadosamente el embudo de separación con éter y el éter de los lavados se pasa al matraz de 100 ml.

Se lleva a evaporar el éter en baño de vapor hasta sequedad, después de lo cual se enfrían y se les agregan 5 ml. de benceno y pasado un minuto, 10 ml. de metilato de sodio, medidos ambos con bureta, se agitan

y se dejan reposar 15 min. Al iniciarse el período de reposo se prende el fotocolorímetro, ajustándolo a 100 al momento de hacer la lectura y empleando el filtro - verde de 580 milimicras.

### CALCULOS PARA LA DETERMINACION DEL p-p' D.D.T.

#### Fórmulas

Líquido	Polvo
Toxafeno 40%	Toxafeno 20%
D. D. T. 20%	D. D. T. 10%
Inertes 40%	Inertes 70%

$$\frac{\text{Peso muestra}}{\text{Aforo} - 250} = \frac{\text{Concentración}}{\text{ml}} = \frac{x, \text{ mg}}{\text{ml}}$$

$$\text{Alfucosta x 5 ml} = x \frac{\text{mg}}{\text{ml}} \quad \text{Aforo} - 10 \text{ ml}$$

$$\text{Con } 100 \text{ mg/ml} = \text{mg/ml}$$

b) Método de Stepanow para la Determinación de Cloro Orgánico Total.

Substancias y Reactivos.

Sodio Metálico

Alcohol Isopropílico

Peróxido de Hidrógeno 2%

Acido Nítrico

Nitrobenceno

Solución 0.1N de Nitrato de Plata

Solución de Sulfocianuro de Amonio o de Potasio

Solución indicadora de fenoftaleína al 1% P/V

Solución de nitrato férrico al 10% P/V

Solución acuosa de alcohol isopropílico 1:1 V/V  
en vol.

Solución acuosa de ácido nítrico 1:1 V/V en vol.

#### MATERIAL

Matraces Erlenmeyer de 500 ml.

Refrigerante de Liebrig de 65 cm. de longitud

Parrilla

Buretas 25, 50 ml.

Pipetas 10, 5 ml.

Probeta.

#### Procedimiento.

Se pesan de la muestra ya sea sólida o líquida de 0.2 a 0.5 g., según el del contenido del problema en el producto parasiticida, la muestra pesada se pasa a un matraz Erlenmeyer y se agregan 50 ml. de alcohol isopropílico, añadiéndole de 4 a 5 g. de sodio metálico, dividido en pequeñas raciones, se agita, se lleva a reflujó durante 40 a 60 min. cuando haya transcurrido este lapso de tiempo, aún cuando el sodio no se disuelva completamente, se agrega alcohol isopropílico 1:1 V/V gota a gota dejándose en ebullición 15 -

min. después de la adición total del alcohol isopropílico y si la muestra contiene azufre es necesario oxidarlo a sulfato por medio de la adición de peróxido de Hidrógeno, el que se adiciona por medio de un embudo de separación colocado en la boca del refrigerante, regulando la salida para evitar una reacción intensa dejando reflujar durante 10 min. después de la adición del agua oxigenada, se deja enfriar y se desconecta el matraz, que se lleva a la plancha de calentamiento, para evaporar totalmente el alcohol, se deja enfriar y una vez fría la solución, se agregan 3 ó 4 gotas de fenoftaleína y ácido nítrico 1:1 V/V para neutralizar -- hasta que desaparezca el color rojo, agregándole en exceso 10 ml. de ácido nítrico 1:1 V/V, se enfría y se le añaden 25 ml. de la solución 0.1N de nitrato de plata, se agita y se lleva a la ebullición para coagular el precipitado de cloruro de plata, se deja enfriar y ya fría la solución se agregan 10 ml. de nitrobenzono se agita y añaden 5 ml. de la solución de sulfato férrico como indicador, valorándose el exceso de nitrato de plata con la solución 0.1N de sulfocianuro de potasio.

## CALCULOS PARA DETERMINAR CLORO TOTAL EN MEZCLAS

D.D.T. 10% TOXAFENO 20%

D.D.T. 20% TOXAFENO 40%

1. ml. de solución 0.1N Nitrato de Plata empleados --  
= 25 multiplicados por el factor de la solución --  
0.1N de plata ..... (a)
  
2. ml. de la solución 0.1N de sulfocianuro de Potasio  
empleados multiplicados por el factor de la solu--  
ción 0.1N de sulfocianuro de Potasio..... (b)  
(a) - (b) = ml. de nitrato de plata 0.1N combina--  
dos.
  
3. CLORO en muestra pesada.  
ml. de solución nitrato de plata por m.p.q. del --  
Cl = a la cantidad de cloro, en la muestra pesada
  
4. Por ciento de cloro.
 

0.4	0.071568
100	x
  
5. Por ciento de cloro y toxafeno  
dividiendo el cloro total entre el por ciento  
de toxafeno presente en la molécula

Para señalar la conveniencia del empleo del método Colorimétrico, como auxiliar en la determinación pa

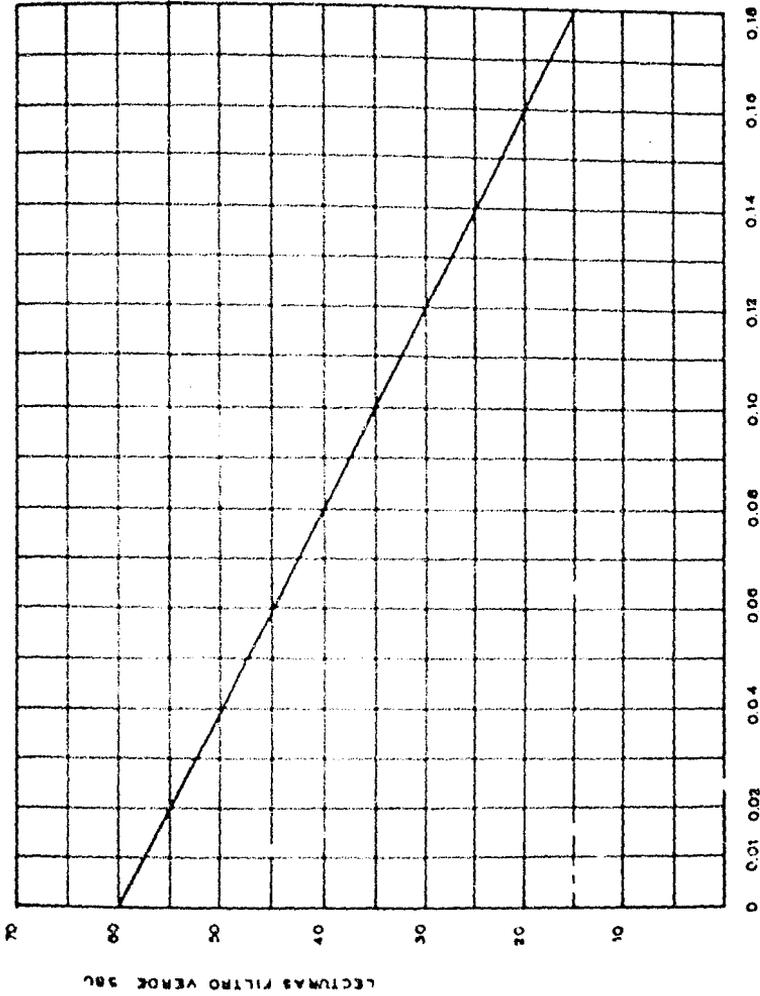
ra conocer con exactitud los contenidos del D.D.T. y -  
Toxafeno en las mezclas de aplicación, se indicará la  
garantía dada por el fabricante, el contenido de cada  
uno de los parasiticidas determinados por el método de  
Stepanow y los resultados obtenidos por la aplicación  
de los métodos del Cloro Orgánico total y colorimétri-  
co para la valoración del D.D.T. en dichas mezclas, ha-  
ciendo la comparación en la curva, del p-p' el valor -  
del cloro total de ambos resultados.

En el cuadro siguiente se anotan los datos analí-  
ticos de las muestras de parasiticidas analizadas por  
el método Stepanow (cloro orgánico total) y el método  
de Schechter Haller (método colorimétrico). Se indi--  
can las garantías de los problemas.

Muestra	Contenido			Método Stepanow.		Método Colorimétrico	
	%Toxafeno	%D.D.T.	%Ingredientes Inertes.	%Toxafeno	%D.D.T.	%Toxafeno	%D.D.T.
1	20	10	70	19.44	9.70	18.40	10.80
2	20	10	70	19.15	9.57	20.30	8.00
3	20	10	70	19.31	9.56	18.00	11.00
4	20	10	70	19.65	9.82	18.61	11.06
5	20	10	--	19.65	9.82	19.20	10.60
6	20	10	Falidol-2	19.78	9.89	18.49	10.40
7	20	10	--	19.13	9.56	20.50	8.13
8	20	10	--	19.84	9.94	19.20	10.66
9	20	10	--	19.04	9.52	18.00	11.06
10	20	10	--	19.89	9.92	18.00	10.53
11	20	10	--	19.74	9.87	20.00	10.60
12	20	10	--	19.16	9.53	19.50	10.60
13	20	10	--	19.21	9.60	18.02	11.06
14	20	10	70	19.24	9.61	18.04	10.06
15	20	10	--	19.20	9.60	20.20	8.00
16	20	10	--	19.52	9.26	18.20	10.53
17	20	10	70	19.66	9.83	18.20	10.90
18	20	10	--	19.50	9.57	18.20	10.90
19	20	10	--	19.66	9.83	18.70	11.00
20	20	10	--	19.34	9.67	18.07	10.40
21	20	10	--	19.04	9.52	18.07	11.00
22	20	10	--	19.74	9.82	19.10	10.66
23	20	10	--	19.15	9.57	18.00	11.06
24	20	10	--	21.60	10.80	23.60	8.21
25	20	10	--	19.86	9.43	18.00	10.66
26	20	10	--	19.79	9.89	19.30	10.66
27	20	10	Parathión 2	19.14	9.52	19.30	9.31
28	20	10	--	19.74	9.87	10.10	10.66
29	20	10	70	19.81	9.60	18.00	11.06
30	20	10	--	21.40	10.70	21.00	11.66
31	20	10	--	20.40	10.02	19.90	10.50
32	40	20	--	40.40	20.40	42.60	18.21
33	40	20	--	41.47	20.73	41.30	19.40
34	40	20	--	40.81	20.90	43.81	21.90
35	40	20	--	41.22	20.61	34.80	21.03

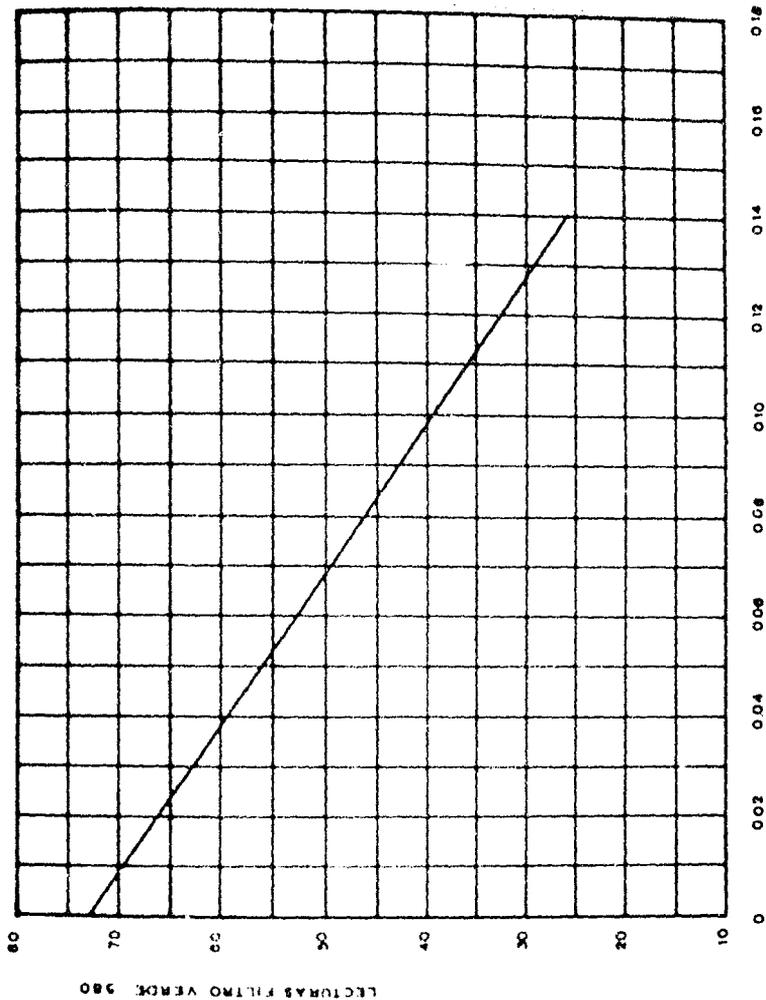
Estr	% Contenido			Método Stepanov.		Método Colorimétrico	
	%Toxafeno	%D.D.T.	%Ingredientes Inertes.	%Toxafeno	%D.D.T.	%Toxafeno	%D.D.T.
1	20	10	70	19.44	9.70	18.40	10.80
2	20	10	70	19.15	9.57	20.30	8.00
3	20	10	70	19.31	9.56	18.00	11.00
4	20	10	70	19.55	9.82	18.61	11.06
5	20	10	--	19.65	9.82	19.20	10.60
6	20	10	Folidol-2	19.78	9.89	18.49	10.40
7	20	10	--	19.13	9.56	20.50	8.13
8	20	10	--	19.84	9.94	19.20	10.66
9	20	10	--	19.04	9.52	18.00	11.06
10	20	10	--	19.89	9.92	18.00	10.53
11	20	10	--	19.74	9.87	20.00	10.60
12	20	10	--	19.16	9.53	19.50	10.60
13	20	10	--	19.21	9.60	18.02	11.06
14	20	10	70	19.24	9.61	18.04	10.06
15	20	10	--	19.20	9.60	20.20	8.00
16	20	10	--	19.52	9.26	18.20	10.53
17	20	10	70	19.66	9.83	18.20	10.90
18	20	10	--	19.50	9.57	18.20	10.90
19	20	10	--	19.66	9.83	19.70	11.00
20	20	10	--	19.34	9.67	18.07	10.40
21	20	10	--	19.04	9.52	18.07	11.00
22	20	10	--	19.74	9.82	19.10	10.66
23	20	10	--	19.15	9.57	18.00	11.06
24	20	10	--	21.60	10.80	23.60	8.21
25	20	10	--	19.86	9.43	18.00	10.66
26	20	10	--	19.79	9.89	19.30	10.66
27	20	10	Parathión 2	19.14	9.52	19.30	9.31
28	20	10	--	19.74	9.87	10.10	10.66
29	20	10	70	19.81	9.60	18.00	11.06
30	20	10	--	21.40	10.70	21.00	11.66
31	20	10	--	20.40	10.02	19.90	10.50
32	40	20	--	40.40	20.40	42.60	18.21
33	40	20	--	41.47	20.73	41.30	19.40
34	40	20	--	40.81	20.90	43.81	21.90
35	40	20	--	41.22	20.61	34.80	21.03

CURVA DEL P-PI-TIPO-



MILIGRAMOS DE P.P. D. D. T.

CURVA DEL TOXAFENO 40% - D. D. T. 20%



MILIGRAMOS DE MUESTRA  
TOXAFENO 20% D. D. T. 10%

## C O N C L U S I O N E S

La aplicación del método analítico de Stepanow para la determinación del contenido de D.D.T. y Toxafe--no, en mezclas insecticidas que contienen estos dos - productos, carece de exactitud debido a su falta de especificidad, ya que solamente nos permite determinar - el contenido de cloro orgánico total, sin conocer cual es la cantidad real de cada uno de los compuestos, ya que, el contenido del cloro orgánico total se reporta de acuerdo con el porcentaje de cloro que corresponde a cada uno de los productos presentes en la muestra, - lo cual no permite conocer con exactitud la cantidad real de D.D.T. y toxafeno en la misma.

Por lo que al tratar de aplicar el método colorimétrico desarrollado por Schechter y Haller para la determinación del isómero p-p' D.D.T. se hace con la finalidad de valorar con exactitud la cantidad del D.D. T. técnico que contiene el producto insecticida y para conocer el contenido de toxafeno es necesario la concurrencia de los dos procedimientos analíticos, ya que - debe determinarse el cloro orgánico total y el contenido del p-p' D.D.T. para conocer la concentración del - D.D.T. técnico por aplicación del método colorimétric--co. Después de lo cual se determina por cálculo el --

cloro equivalente al D.D.T. del que se deduce el cloro orgánico total, obteniéndose así el cloro equivalente al toxafeno.

Se puede determinar, basándose en estos dos procedimientos el contenido de los dos insecticidas en las mezclas.

De donde resalta la importancia que tiene el empleo del método colorimétrico para la valoración del D.D.T., pues como se verá al analizar los datos analíticos obtenidos, tanto por la aplicación del método -- Stepanow como por el empleo de éste y el colorimétrico se nota que existe una mayor exactitud de los datos analíticos correspondientes al D.D.T. y toxafeno, valores por el método colorimétrico en combinación con el de Stepanow, que por la aplicación de este último solamente.

Importancia, que se hace más interesante, cuando se trata del control de plagas, en el que hay necesidad de aplicar determinadas cantidades de cada uno de los compuestos parasiticidas, los que, si no se encuentran en concentraciones adecuadas en las muestras de aplicación, no dan el control deseado, o también que el producto toxafeno sea solamente el empleado en la formulación por el mezclador, basándose para agregar una cantidad equivalente de este material, que al aplicar el procedimiento analítico de Stepanow éste no es

especifico e indique que se trata de la mezcla de los dos compuestos, por la cantidad equivalente del cloro, encontrando el que equivale al contenido de cloro para los dos compuestos, aún cuando en realidad la mezcla solamente contenga toxafeno, no lográndose por lo tanto un control efectivo de las plagas al hacer la aplicación de esta mezcla. No obstante, que al efectuar el análisis siguiendo el método del cloro orgánico total nos señaló que los dos componentes se encontraban presentes, lo cual es consecuencia de la falta de especificidad del método. Pero por la aplicación del método colorimétrico para el D.D.T. se logra evitar el que esto pudiera suceder, lo que es un beneficio de mejor control de las plagas de mayor producción y al contar con un método específico para el análisis de estas mezclas, evitar el que se hagan sustituciones de un producto por otro, facilitando el conocimiento exacto de los tóxicos en estas mezclas de aplicación. Lográndose así un mejor control de los productos insecticidas, que se aplican en el campo.

## BIBLIOGRAFIA

- BAILEY - S.F.L.M.- Smith.- Handbook of agricultural --  
pest control. New York, Industry Publica-  
tions, Ins. can. 19 y 69.- 1951.
- BREIJER. C.J.- The Growing Resistance of insects to in  
secticides - Atlantic Naturalist Vol. 13  
No. 3 pp. 149-155-- 1958.
- BROWN. A.W.A.- Insect control by chemicals. New York.  
John Wiley and Sons. Pág. 11 -79, 84.-  
1951.
- FITZHUGH - The chronic oral, toxicity of D.D.T. (2,2,-  
p-chloro pheniel, 1-1-1-tri-chloroetha--  
ne).- Jour, Pharmacol, and E. Exper Therap  
eaut.  
Vol. 89. No. 1 pp 18-30.- 1947.
- FREAR - DONALD E.H. - Chemistry of the pesticides, 3a.  
Edición - Nueva York. D. Van Nostrand Compa  
ny Inc. 69-71.- 1951.
- GUNTER, F.A. y R.C. Blinn- Analysis of insecticides --  
and acaricides - Nueva York. Interscience  
Publishers, Inc. 609 - 1955.
- HAYES, WAYLAND, J. JRETAL. A.M.A. Archeves Indus. Heath-  
Degrees of Expostire to D.D.T.- Vol 18  
pp-398-406.- noviembre 1958-

- JOHNSON D.P. - Rapid test for detection of toxaphene -  
in agricultural formulations J. Assoc. - -  
Offic. Agr. Chemist (N. Coratina Dept. of  
Agr.) 30-153-6- 1955.
- RICHARD D. Y ROBERT. L. Radd, California. Fish and Cog  
me. CHRONIC, TOXICITY OF D.D.T. TOXAPHENE  
AND DIELDRIN TO RING-NECKED PHEASANTS. Vol.  
43 - No. 1 pp-9-14.- 1956.
- VELEZ L. ENRIQUE - Apuntes de PARASITICIDAS de la Es--  
cuela Nacional de Agricultura - Pág. 14 -  
158. México, D. F.- 1960.
- WEST T. W. Y HARDY J. E. - Chemical Control of in- -  
sects 2a. Edición, Londres, Champan and  
Hall Ltd. 83-85.- 1961.
- WEST T. y HARDY J. E. y Ford Chemical Control of in- -  
sects, 2a. Edición, Londres, Champan and  
Hall Ltd. 60-70.- 1956.
- WEST T. W. y HARDY y Ford - Modern Insecticides, 1a.  
Edición Londres, Champan and Hall Ltd. -  
46-78-98.- 1961.
- ZEIDLER BER Referencia 1180, 1874.

## I N D I C E

I.- INTRODUCCION.....	1
II.- DATOS HISTORICOS.....	4
III.- PROPIEDADES.....	8
a) Físicas y Químicas.	
b) Toxicidad	
c) Usos y Aplicaciones	
IV.- PROCEDIMIENTOS ANALITICOS.....	18
a) Método Analítico Colorimétrico para el D.D.T.- Schechter Haller.	
b) Método Stepanow para la determinación de Cloro Orgánico Total y Gráficas.	
V.- CONCLUSIONES.....	32
VI.- BIBLIOGRAFIA.....	35