

Análisis Cromatográfico de Repelentes de Insectos de Uso Humano

MARIO G. CARDOZO, EDUARDO D. RODRIGUEZ
MARIA T. PIZZORNO y SEM M. ALBONICO

*Química Analítica y Estabilidad de Medicamentos
Facultad de Farmacia y Bioquímica (UBA),
Junín 956, 1113 Buenos Aires, Argentina*

RESUMEN. Se ha desarrollado un nuevo método por cromatografía gaseosa para detectar N,N-dietil-*m*-toluamida en repelentes de insectos de uso humano, utilizando una columna de Carbowax-20M y detector de ionización de llama, sin separaciones previas.

SUMMARY. "Chromatographic Analysis of Insect Repellents for Human Use". A new chromatographic (GC) method employing a Carbowax-20M column and flame-ionization detector without previous separation have been developed for the assay of N,N-diethyl-*m*-toluamide in insect repellents.

INTRODUCCION

La N,N-dietil-*m*-toluamida es uno de los repelentes de insectos más utilizados¹⁻³ cuya aplicación requiere formulaciones complejas. Para analizar las mismas se han desarrollado métodos espectrofotométricos en la zona del ultravioleta⁴ y del infrarrojo⁵, volumetría en medios no acuosos⁶ y cromatografía gas-líquido⁷⁻¹⁰, estas últimas precedidas de complejas extracciones. Con el objeto de encontrar una técnica más sencilla, que nos permita analizar todas las formas del mercado argentino que contienen esta droga, desarrollamos un nuevo método por cromatografía gaseosa sin separación previa.

MATERIALES Y METODOS

Reactivos.

Se utilizaron como solventes alcohol

absoluto, metanol, butanol normal y cloroformo, todos ellos de grado analítico y sin previa purificación.

Se prepararon soluciones estándares de N,N-dietil-*m*-toluamida (I) y de naftaleno (II) como estándar interno, en alcohol absoluto y butanol, respectivamente (I = 10 mg/ml y II = 2 mg/ml). Se utilizaron reactivos de grado analítico en ambos casos.

Instrumental

Los análisis se llevaron a cabo en un cromatógrafo Perkin Elmer F 33 con detector de ionización de llama.

La columna, de 2 metros de longitud y 1/8 de pulgada de diámetro, fue empaquetada con 6% de Carbowax 20M sobre Chromosorb Q, malla 80-100 mesh. La misma fue acondicionada por calentamiento a 210 °C durante 24 hs., bajo co-

PALABRAS CLAVE: Cromatografía gaseosa; Repelentes de Uso Humano; N,N-dietil-*m*-toluamida
KEY WORDS: Gas Chromatography; Insect Repellents; N,N-diethyl-*m*-toluamide

riente de nitrógeno (40 ml/min).

Las condiciones cromatográficas fueron las siguientes: temperatura de columna y de inyector-detector: 185 °C y 275 °C, respectivamente; flujo de nitrógeno 40 ml/min.

Procedimiento.

Muestreo. Se adquirieron en el mercado todas las formas farmacéuticas que contienen esta droga y que están a la venta en la Argentina.

Aerosoles. Una vez desgasificado el contenido de un aerosol se toma una alícuota equivalente a 70 mg teóricos de (I), se le agregan 2 ml de la solución del estándar interno (II) y se lleva a volumen con alcohol absoluto en matraz aforado de 10 ml de capacidad. Se cromatografía esta solución.

Crema. Se toma una alícuota equivalente a 90 mg de (I), se le agregan 2 ml de solución de estándar interno (II) y se lleva a volumen con metanol en matraz aforado de 10 ml de capacidad. Se cromatografía esta solución.

Líquidos. Se toma una alícuota equivalente a 100 mg de (I), se le agregan 2 ml de la solución del estándar interno (II) y se lleva a volumen con metanol en matraz aforado de 10 ml de capacidad. Se cromatografía esta solución.

Barras. Se toma una alícuota equivalente a 100 mg de (I), se le agregan 2 ml de la solución del estándar interno (II) y se lleva a volumen con metanol en matraz aforado de 10 ml de capacidad. Se cromatografía esta solución.

Se inyectan 3 μ l de las precedentes soluciones usando las condiciones descriptas anteriormente.

RESULTADOS Y CONCLUSIONES

En la Fig. 1 se observa un cromatograma típico de una mezcla estándar de N,N-dietil-*m*-toluamida y el estándar interno naftaleno, verificándose la buena separación de los componentes bajo las condiciones usadas, con tiempos de retención de 16,8 y 2,8 min, respectivamente. Ninguno de los excipientes de las formas estudiadas interfirieron en su análisis. La exactitud del método se determinó mediante el análisis de soluciones de concentración conocida del principio activo. Los valores de \bar{X} y de σ fueron de 100,1 y 1,4 respectivamente. En la Tabla 1 se observan los resultados de esta determinación.

Los resultados del análisis de los productos del mercado argentino se resumen en la Tabla 2.

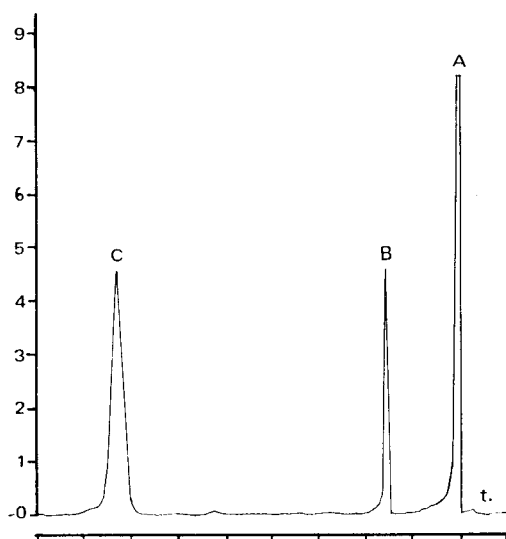


Figura 1. Cromatograma tipo de mezclas estándares: A. solvente; B. naftaleno; C. N,N-dietil-*m*-toluamida.

Solución N°	Pesado (mg)	Hallado (mg)	Recuperación (%)
1	78,3	79,6	101,7
2	111,9	111,6	99,7
3	86,2	87,9	102,0
4	105,5	104,3	98,9
5	111,3	110,3	98,9
6	96,1	95,4	99,3

Tabla 1. Determinación de N,N-dietil-*m*-toluamida en soluciones estándares. El valor de \bar{X} resulta = 100,1 y el de σ_{n-1} = 1,4.

Marca	Presentación	Valor declarado (% P/P)	Valor hallado (% P/P)	Recuperación (%)
I	aerosol	7,0	7,0	100,0
	crema	7,0	7,2	102,9
	loción	15,0	14,8	98,7
	barra	15,0	15,5	103,3
II	crema	7,0	7,0	100,0
III	aerosol	15,0	14,3	95,4
IV	aerosol	8,0	7,8	97,4

Tabla 2. Determinación de N,N-dietil-*m*-toluamida en repelentes de insectos de uso humano del mercado argentino.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- Schreck, C.E., N. Smith y Weidhaas (1978) *J. Econ. Entomol.* **71**: 919-22
- Lurle, A.H. (1978) *Med. Parazitol. Parazit. Bolezni.* **47**: 72-7
- Blomquist, L. y W. Thorsell (1977) *Acta Pharmacol. Toxicol.* **41**: 233-45
- Schmidt, C.H. y M.C. Bowman (1958) *J. Econ. Entomol.* **51**: 694-7
- Clark, W.H. (1959) *Anal. Chem.* **31**: 197-9
- Varonkina, T.V. y E.V. Zhukova (1972) *Inst. Vaksín. Syvarotok.* **1972**: 222-4
- Tirosh, N y M. Narkis (1974) *J. Chromat. Sci.* **12**: 1949-51
- Varonkina, T.M., V.I. Latyshev y E.V. Zhukova (1971) *Vses. Nauch-Issled Inst. Vet. Sanit.* **39**: 189-92
- Varonkina, T.M. y I.P. Yudina (1971) *Gazov. Khromatogr.* **15**: 79-81
- Termovskaya, N.I., E.M. Kazinik y V.G. Pastushenco (1973) *Sb. Tr. Bytovoi. Khim.* **1**: 105-9