

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
2039-83**

**DETERMINACIÓN DE RESIDUOS
DE PLAGUICIDAS
ORGANOCOLORADOS Y
ORGANOFOSFORADOS EN
PRODUCTOS GRASOS, LECHE
Y DERIVADOS LÁCTEOS
(MICRO MÉTODO)**



TRAMITE

COMITE TECNICO: CT-2 PLAGUICIDAS
PRESIDENTE: Mauro Fernández
SECRETARIA: Yrma Zubillaga
SUBCOMITE TECNICO: CT-2/SC-3 RESIDUOS DE PLAGUICIDAS
COORDINADORA: Yrma Zubillaga

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTE

AFAQUIMA

Elio Hernández

BAYER QUIMICAS UNIDAS

Roger Von Stepski-Doliwa

CAVIDEA

María Eugenia Ortíz

CIBA GEIGY

Carlos Castro

C.C.I.A.N.

Yraida Ramírez

ESPALSA

Rosmarie de Boer

FONAIAP

Mario Carmeli
Jesús Salazar

FUSAGRI

Roland Mendt

FUNDACION CIEPE

José A. Rojo
Valmore Franquiz

GRUPO POLAR

Leopoldo Rodríguez

I.V.I.C.

Santos Meléndez

M.A.R.N.R. - DIRECCION DE
PROTECCION AMBIENTAL

Gustavo Vera

M.A.R.N.R. - D.I.A.

Pedro Luis Salazar
Gladys Q. de Rojas

M.A.C.

Sahara Ingrid Dupatrocinio

M.S.A.S. - DIVISION HIGIENE DE
LOS ALIMENTOS

Ofelia Herrera

M.S.A.S. - SECCION PLAGUICIDAS

Kenia Castillo

Liliane Dot

PLANTAGRO

Roger Von Stepski-Doliwa

PENCO

Ramón F. Noguera

SOCIEDAD VENEZOLANA DE
INGENIEROS AGRONOMOS

Mario Cermeli

U.C.V. - VETERINARIA

Raúl Silvestri

DISCUSION PUBLICA:

FECHA DE ENVIO: 19-01-83

DURACION: 45 días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 08-07-83

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 13-12-83

NORMA VENEZOLANA

DETERMINACION DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS COVENIN
ORGANOCLORADOS Y ORGANOFOSFORADOS EN 2039-83
PRODUCTOS GRASOS, LECHE Y DERIVADOS
LACTEOS (MICRO METODO)

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

- COVENIN 1206-82 "Residuos de Plaguicidas en alimentos. Deficiencias y Terminología.
- COVENIN 2:3-003 "Residuos de Plaguicidas. Recomendaciones para la preparación de columnas cromatograficas.
- COVENIN 2:3-005 "Determinación de residuos de plaguicidas organoclorados y organofosforados en alimentos con alto contenido de grasa.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

2.1 Esta Norma contempla un micro método para la determinación rápida de residuos de plaguicidas organoclorados y organofosforados en alimentos con contenido de grasa igual o superior al 2%; es específicamente apropiado para el despistaje (screening) de residuos de plaguicidas cuando se tiene un gran número de muestras.

2.2 Por este método pueden analizarse los siguientes plaguicidas y/o sus metabolitos.

2.2.1 ORGANOCOLORADOS:

α HCH, β HCH: γ HCH (lindano), δ HCH, heptacloro, heptacloro epóxido, aldrín, dieldrín, endrín, op'DDT, pp'DDT, pp'TDE (DDD), metoxicloro, toxafeno, α clordano, γ clordano, endosulfan.

2.2.2 ORGANOFOSFORADOS:

Malatión, paratión, metil paratión, etión, bromofós, cumafós, clorpirifós, diazinón.

2.3 Si los resultados obtenidos están por encima del 80% del límite máximo para residuo de plaguicida, (L.M.R.), las muestras deben analizarse según la Norma COVENIN 2:3-005. (Ver NOTA 1).

NOTA 1: Ejemplo: El L.M.R. del D.D.T. total (pp'DDT + metabolitos e isómeros) es de 1,25 mg/kg de grasa; muestras con contenido de DDT total superiores a 1 mg/kg de grasa (80% de 1,25) serán analizadas según la Norma COVENIN 2:3-005.

2.4 Este método se aplica a leche, productos lácteos, carne, pescado y todas las grasas y aceites.

2.5 INTERFERENCIAS: Las interferencias más comunes son producidas por residuos de bifenilos policlorados del tipo Aroclor 1254 al 1262 y en algunos casos del tipo 1242 al 1248. La interferencia se debe a que los tiempos de retención de estos compuestos similares a los del D.D.T. y sus análogos y algunos otros plaguicidas organoclorados.

La diferenciación entre los bifenilos policlorados y los plaguicidas organoclorados deben hacerse por método de derivación química o separación cromatográfica.

3 PRINCIPIO

El método se basa en extracción y purificación de las muestras, elución selectiva de los plaguicidas, concentración del eluato y cuantificación por cromatografía de gas-líquido de los residuos organoclorados con detector de captura electrónica y de los organofosforados con detector específico para fósforo.

4 EQUIPO DE ENSAYO

(Ver NOTA 2).

NOTA 2: El material de vidrio en general debe ser cuidadosamente lavado por el procedimiento siguiente:

- a) Se remoja y lava en agua caliente (superior a 50°C) con detergente catiónico biodegradable.
- b) Se enjuaga sucesivamente con agua de chorro, agua destilada, ace-

tona y al momento de ser utilizada, con hexano nanogrado.

- c) En el caso de las pipetas y el material usado en la concentración de los extractos, después de lavar con detergente se enjuaga con agua de chorro y se sumerge en una mezcla sulfo-crómica caliente (50°C aproximadamente) o equivalente, antes de seguir con el paso b) (Detalles referirse al punto 1 de la Bibliografía).

4.1 CROMATOGRAFO DE GASES con sistema de inyección sobre columna, columna de vidrio según 4.2 en horno de temperatura controlada, detector de captura electrónica (fuente de tritio o de níquel 63), detector específico para fósforo, registrador apropiado con escala completa de 1 milivoltio, cada parte con suministro independiente de energía.

4.2 COLUMNAS CROMATOGRAFICAS, de vidrio de 185 cm (6 pies) x 4 mm de diámetro interno empaçados con:

4.2.1 1,5% OV-17 (fenil metil silicona)/1,95% OV-210 ó QF1 (trifluoro propil metil silicona) sobre Chromosorb W de alta eficiencia, malla 100/120 o equivalente.

4.2.2 4% SE-30 (metil silicona)/6% OV-210 ó QF1 (trifluoro propil metil silicona) sobre Chromosorb W de alta eficiencia, malla 80/100 o equivalente.

4.2.3 5% OV-210 ó QF-1 (trifluoro propil metil silicona) sobre Chromosorb W de alta eficiencia, malla 100/120, o equivalente.

4.2.4 3% DEGS (dietilen glicol succinato) sobre Gas-Chrom P, malla 80/100 o equivalente.

4.2.5 10% DC-200 (metil silicona) sobre Chromosorb W de alta eficiencia, malla 100/120 o equivalente.

4.3 Micro jeringa de inyección de 5 ó 10 μ l.

4.4 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

4.5 Balanza semi-analítica con precisión de 0,1 g.

- 4.6 Balones aforados de 1; 2; 5 y 25 ml ó recipientes equivalentes.
- 4.7 Vasos de precipitado y balones de 100 ml.
- 4.8 Pipeta volumétrica de 2 ml.
- 4.9 Condensador de reflujo.
- 4.10 Balones de 500 ml
- 4.11 Columnas de vidrio de 10x300 mm con llave de TFE-Fluorocarbono.
- 4.12 Embudo de separación de 1 litro con llave de TFE-Fluorocarbono
- 4.13 Lana de vidrio silanizada lavada en éter de petróleo.
- 4.14 APARATOS PARA CONCENTRACION DEL EXTRACTO .
Concentrador evaporador Kunderna-Daniash (K.D) de 125 ml equipado con tubo recolector de 2 ó 5 ml graduado y columna Snyder de tres bulbos o evaporador rotatorio al vacío provisto de balón de evaporación de 250 ml.
- 4.15 Material usual de laboratorio.

5 REACTIVOS

- 5.1 SOLVENTES: éter de petróleo o hexano, isooctano o tolueno, acetato de etilo, diclorometano y metanol, todos de tipo nanogrado o equivalente.
En cada nuevo lote de solvente debe comprobarse su pureza de la siguiente manera: Se colocan 100 ml de solvente en el concentrador K-D (4.14.1) o en un evaporador rotatorio al vacío (4.14.2), se evaporan hasta 1 ml y se inyectan 5 μ l en el cromatógrafo de gas con las condiciones de operación seleccionadas para el análisis de la muestra. El solvente tendrá la pureza adecuada si no se producen picos en el cromatograma que puedan interferir en el análisis de la muestra.
- 5.2 MEZCLA AL 20% (V/V) DE DICLOROMETANO EN ETER DE PETROLEO.

5.3 SULFATO DE SODIO ANHIDRO GRANULADO. (Na_2SO_4), para análisis de residuos. Se eliminan posibles interferencias mediante calcinación por aproximadamente 16 horas a 550°C y se almacena en un recipiente de vidrio con tapa esmerilada.

5.4 AGUA DESTILADA LIBRE DE INTERFERENCIAS: Se extraen 500 ml de agua destilada en un embudo de separación de 1 l con 50 ml de la mezcla diclorometano-éter de petróleo (5.2).

5.5 FLORISIL: Se purifica y activa el adsorbente calentando a 550°C durante 16 horas, se deja enfriar y se almacena en un recipiente de vidrio herméticamente cerrado.

5.6 FLORISIL HIDRATADO: Al momento de efectuar los análisis se debe calentar una cantidad apropiada de Florisil preparada según 5.5 a 130°C durante por lo menos 5 horas (preferiblemente 12-16 horas), se deja enfriar en un desecador y se añade agua libre de interferencias (5.4) en el porcentaje que asegure la mayor recuperación. (Ver NOTA 3). Se mezcla por agitación durante por lo menos 20 minutos y se deja en reposo durante 10 a 12 horas.

NOTA 3: Este adsorbente parcialmente desactivado puede utilizarse durante los tres días siguientes a su preparación. Para volver a utilizarlo hay que repetir los pasos indicados en 5.6.

Cada nuevo lote de Florisil hidratado debe ser probado verificando la recuperación de los distintos plaguicidas, de la siguiente manera:

- a) Se preparan columnas cromatográficas con $25 \pm 0,1$ g de Florisil hidratado al 2,3,4,5 % como se describe en 5.6.
- b) Se prepara una mezcla de plaguicidas que contenga por ml, $0,2 \mu\text{g}$ de HCB; $0,2 \mu\text{g}$ de γ BHC; $1 \mu\text{g}$ de PP'DDT y $0,5 \mu\text{g}$ de Dieldrín y Endrín. Se coloca 1 ml de esta mezcla sobre la columna preparada y se describe en 6.5. Se concentran los eluatos a 10 ml.
- c) Se inyectan alrededor de $5 \mu\text{l}$ de los concentrados y la misma cantidad de una dilución 1:10 de la solución de mezcla de plaguicidas.

das preparada y se comparan los cromatogramas.

- d) Se calcula el porcentaje de recuperación de cada plaguicida. La recuperación del HCB, γ BHC y DDT deberá ser superior al 90 %. Para el Dieldrín y Endrín un 80 % de recuperación se considera aceptable.

5.7 PLAGUICIDAS GRADO PATRON PRIMARIO: De la más alta pureza disponible.

5.8 PREPARACION Y CONSERVACION DE PATRONES DE PLAGUICIDAS

PRECAUCION: Durante la preparación de las soluciones se recomienda el uso de guantes desechables y evitar la inhalación de vapores.

5.8.1 Plaguicidas organoclorados.

5.8.1.1 Preparación de soluciones primarias.

Se prepara una solución de 200 ng/ μ l pesando 20,0 mg del patrón primario (corregidos según el porcentaje de pureza), y disolviendo en isooctano o tolueno hasta 100 ml (Ver NOTA 4)

NOTA 4: En caso de no disponer de los solventes anteriormente recomendados, utilizar n-hexano, tomando en cuenta que, debido a su volatilidad, se reduce la vida útil de las soluciones patrones.

El β HCH debe disolverse en tolueno, aplicando un poco de calor debido a su baja solubilidad en otros solventes.

5.8.1.2 Preparación de soluciones intermedias.

Se preparan a partir de las soluciones primarias, diluciones con concentraciones entre 1 y 10 ng/ μ l de cada uno de los patrones. Las soluciones deben ser llevadas a temperatura ambiente antes de realizar las diluciones.

5.8.1.3 Preparación de las diluciones de trabajo.

Se preparan por dilución de las soluciones intermedias 2 ó 3 mezclas de trabajo conteniendo los diferentes patrones. De acuerdo con las concentraciones esperadas en las muestras, se recomienda que cada mezcla sea preparada en 2 ó 3 niveles de concentración (Ver Tabla 1).

Se prepara una mezcla total que incluye los plaguicidas contenidos en las tres soluciones de trabajo, a las mismas concentraciones de ellas, con el objeto de comprobar una buena resolución de los picos.

5.8.2 Plaguicidas organofosforados.

5.8.2.1 Preparación de las soluciones primarias.

Se prepara una solución de 200 ng/ μ l pesando 20,0 mg del patrón primario (corregidos según el porcentaje de pureza), y disolviendo en acetato de etilo hasta 100 ml.

5.8.2.2 Preparación de las soluciones intermedias.

Se preparan a partir de las soluciones primarias diluciones con concentraciones entre 10 y 40 ng/ μ l de cada uno de los patrones. Las soluciones deben ser llevadas a temperatura ambiente antes de realizar las diluciones.

5.8.2.3 Preparación de las diluciones de trabajo.

De acuerdo con las concentraciones esperadas en las muestras, se preparan diluciones entre 0,1 y 1 ng/ μ l en acetato de etilo de los diferentes patrones (Ver NOTA 5)

NOTA 5: Si se va a usar el detector de captura electrónica, estas diluciones deben ser hechas en isooctano o n-hexano.

5.8.4 Conservación de patrones

5.8.4.1 Los patrones primarios pueden ser guardados a temperatura ambiente en frascos bien cerrados.

En caso de ser guardados en un refrigerador no deben ser destapados hasta alcanzar la temperatura ambiente.

5.8.4.2 Las soluciones primarias de plaguicidas organoclorados pueden conservarse por un período de hasta 12 meses, y las de organofosforados hasta 6 meses, guardadas bajo refrigeración entre -10° y -15°C.

PRECAUCION: Debe evitarse la exposición prolongada de las soluciones a la luz solar o lámparas fluorescentes.

5.8.4.3 Las soluciones intermedias de plaguicidas organoclorados pueden conservarse hasta 12 meses y las de organofosforados hasta 6 meses entre - 10°C y - 15°C.

5.8.4.4 Las soluciones de trabajo pueden conservarse hasta 2 meses para los plaguicidas organoclorados y 1 mes para los organofosforados, a 5°C.

Es recomendable que una cierta cantidad de las mezclas de trabajo sea transferida a un envase adecuado para el uso diario y se renueve semanalmente. Dicho envase, cuando no esté en uso, debe almacenarse bajo refrigeración.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 LECHE CRUDA, PASTEURIZADA, EVAPORADA, CONDENSADA, AZUCARADA, EN POLVO.

6.1.1 Preparación previa de la muestra.

6.1.1.1 Leche cruda, pasteurizada, evaporada.

Se pesan 2,0g de leche en un vaso de precipitado de 100 ml.

6.1.1.2 Leche condensada azucarada. Se mezcla 1,0g de muestra con 2 ml de agua libre de interferencias (5.4) en un vaso de precipitado de 100 ml.

6.1.1.3 Leche en polvo. Se disuelven 0,5 g de muestra en 2 ml de agua libre de interferencias, a temperatura de 40°C aproximadamente. Debe evitarse la formación de grumos.

6.1.2 Purificación con florisil.

Se añade a la muestra preparada según 6.1.1, 5g de Florisil (5.5) en pequeñas porciones. Durante la adición se mezcla vigorosamente con una varilla de vidrio hasta obtener un polvo fluido homogéneo. Se trasvasa a una columna cromatográfica preparada según 6.4, vertiendo lentamente dentro del éter de petróleo o hexano sobrenadante, el cual debe ser suficiente para cubrir todo el Florisil.

6.1.3 Preparación del blanco.

Paralelamente se prepara un blanco con 2 ml de agua destilada libre de interferencias, (5.4) siguiendo los pasos a partir de 6.1.2.

6.2 CARNE, PESCADO, QUESO, MANTEQUILLA.

6.2.1 Extracción de la grasa.

6.2.1.1 Carne y pescado.

Se descongela y deja escurrir el agua. Se muelen según el contenido de grasa, 25 a 50 g de la parte comestible. Se mezclan con 100 a 200 g de sulfato de sodio anhidro (5.3) y se homogenizan hasta obtener un polvo grueso. Se transfiere el polvo a un balón de 500 ml (4.10) y se le añaden 100 ml de éter de petróleo (5.1). Se somete a reflujo durante 20 minutos. Se deja enfriar y se vierte el sobrenadante en otro balón de 500 ml (4.10) se repite el reflujo en iguales condiciones, dos veces más.

Se combinan los extractos del reflujo y se evapora el solvente para obtener la materia grasa.

6.2.1.2 Queso.

6.2.1.2.1 Se ralla o se corta en pequeños trozos, según su textura, una cantidad representativa de la muestra a analizar. Se homogenizan 30,0 g de la muestra con 60 g de sulfato de sodio anhidro (5.3).

6.2.1.2.2 Se trasvasa la muestra a un balón de 500 ml (4.10) y se somete a reflujo con 100 ml de cloruro de metileno en metanol (2.1) por 1 hora.

6.2.1.2.3 Se deja enfriar y se decanta el extracto a través de un embudo con lana de vidrio (4.10) a un balón fondo redondo de 500 ml. Se repite el reflujo en iguales condiciones.

6.2.1.2.4 Se combinan los extractos y se evapora el solvente.

6.2.1.2.5 Para eliminar las proteínas coextraídas con la grasa, se añaden 20 ml de éter de petróleo (5.1) y se agita por rotación.

6.2.1.2.6 Se deja reposar durante 15 minutos, se decanta la solución de grasa filtrándola a través de un embudo con lana de vidrio (4.10) a un balón de 100 ml (4.7); se evapora el solvente para obtener la materia grasa.

6.2.1.3 Mantequilla

Se funden aproximadamente 50,0 g de la muestra en un vaso de precipitado a 60°C. Se decanta la capa de grasa, filtrándola a través de un embudo con lana de vidrio a un vaso de precipitado de 100 ml (4.7).

6.2.2 Purificación de la grasa extraída del pescado, carne, queso y mantequilla.

Se pesa con precisión de 0,1 mg, un gramo de grasa en un balón aforado de 25 ml (4.6), y se enrasa con éter de petróleo. Se transfieren con ayuda de una pipeta volumétrica, 2 ml de esta solución a la columna preparada según 6.4.

6.2.3 Preparación del blanco.

Paralelamente se prepara un blanco según 6.2.2 utilizando 2 ml de éter de petróleo en lugar de grasa.

6.3 GRASAS Y ACEITES.

Se procede según 6.2.2 y 6.2.3.

6.4 PREPARACION DE LA COLUMNA CROMATOGRAFICA.

6.4.1 En una columna cromatográfica (4.8) con un tapón de lana de vidrio (4.10) se vierten 15 ml de éter de petróleo o hexano (5.1).

6.4.2 Se añaden lentamente 3 g de Florisil hidratado (5.6) golpeando suavemente la columna para favorecer la compactación. Se espera hasta que el adsorbente sedimente.

6.4.3 Se abre la llave y se deja drenar solvente hasta 1 cm por encima de la superficie del Florisil; se descarta el solvente drenado.

6.4.4 Para la muestra preparada según 6.1.2, se agrega una cantidad adecuada de solvente de manera que recubra el Florisil adicional que acompaña la muestra.

6.5 ELUCION Y PURIFICACION.

Se eluyen los plaguicidas con 35 ml de cloruro de metileno-éter de petróleo (5.2) o cloruro de metileno-hexano (5.2) y se recogen en un recipiente apropiado según el aparato de concentración utilizado .

6.6 CONCENTRACION.

6.6.1 Con evaporador rotatorio al vacío.

6.6.1.1 Se conecta al evaporador rotatorio el balón que contiene el eluato, sin utilizar silicones ni grasas en las conexiones.

6.6.1.2 Se concentra el extracto lentamente a una temperatura de 50-60°C, aplicando un ligero vacío hasta un volumen de 1 a 3 ml aproximadamente.

Se elimina el solvente remamente aplicándole una corriente suave de nitrógeno limpio y seco.

6.6.1.3 Se lava el balón con pequeñas porciones de n-hexano o isooctano y se trasvasa cuantitativamente a un balón aforado de 5 ml. Si se sobrepasa el enrase, se concentra hasta el aforo mediante una corriente de nitrógeno limpio y seco.

6.6.2 Con evaporador Kuderna Danish.

6.6.2.1 Se transfiere cuantitativamente el eluato al evaporador con pequeñas porciones de n-hexano.

6.6.2.2 Se instala la columna Snyder de 3 bulbos en el tope del evaporador y se evapora en un baño de María. Terminada la evaporación, se retira el evaporador del baño; se retira el frasco de la columna aún caliente y se lava con pequeñas porciones de n-hexano, recogiendo los lavados en un tubo recolector.

6.6.2.3 Se desconecta al tubo, se coloca en un baño de María (70°C) y se evapora cuidadosamente la muestra con una corriente de nitrógeno seco y limpio, hasta un volumen de aproximadamente 2 ml.

6.7 ANALISIS CROMATOGRAFICO

6.7.1 Acondicionamiento de las columnas.

Se instala la columna empacada en el horno del cromatógrafo sin conectar la salida al detector. Se calienta el horno hasta la temperatura recomendada para la fase líquida y se ajusta el flujo de gas de arrastre según se especifica en la Tabla 2. Se mantiene la columna en estas condiciones por el tiempo mínimo estipulado en la misma tabla.

6.7.2 Después del acondicionamiento, se deja enfriar el horno y se conecta la columna al detector; se ajustan las temperaturas del bloque de inyección, horno, detector y la velocidad de flujo de gas de arrastre, según las condiciones recomendadas en la Tabla 3.

6.7.3 Para el análisis de plaguicidas organoclorados, se realizan los ajustes necesarios para que 25 pg de Lindano produzcan al menos una desviación del 30% de la escala del papel del aparato registrador.

6.7.4 Se obtiene una identificación de los plaguicidas de interés inyectando cada uno de ellos por separado y estableciendo sus tiempos de retención relativos al Aldrín para los plaguicidas organoclorados y al Paratión para los organofosforados.

6.7.5 Con una microjeringa (4.3) se inyectan cantidades entre 2 y 5 μ l de mezcla patrón de plaguicidas preparada según 5.8, con concentraciones cercanas al rango esperado en la muestra. Se espera hasta que todos los picos posibles hayan eluido (aproximadamente 20 - 30 minutos).

6.7.6 A continuación, se inyecta bajo las mismas condiciones cromatográficas el extracto de la muestra usando, preferiblemente, el mismo volumen del patrón.

7 EXPRESION DE LOS RESULTADOS

7.1 Se determina el área del pico para cada uno de los componentes patrones de interés que estén presentes en el extracto de la muestra y se calcula el factor de respuesta "f" para cada uno, mediante la siguiente ecuación:

$$f = \frac{Ps}{As}$$

Donde:

f = Factor de respuesta (ng/ unidades de área)

As= Area del pico, correspondiente al patrón (unidades de área).

Ps= Peso del patrón (ng).

7.2 Se determinan las áreas de los picos de aquellos plaguicidas identificados de interés y se calcula la concentración en la cantidad original de muestra usando la siguiente ecuación: (Ver NOTA 6).

$$\text{CONCENTRACION (mg/kg de grasa)} = f \times \frac{Ac \times Vc}{Vi \times M} \times 10^{-3}$$

Donde:

f = Factor de respuesta (ng/unidades de área)

Ac= Area del pico correspondiente al componente de la muestra (unidades de área).

Vc= Volumen final del extracto concentrado (μ l).

Vi= Volumen inyectado para el análisis (μ l).

M= Masa de grasa utilizada (g).

NOTA 6: Para el caso de leche se determina la masa de grasa tomando en cuenta el porcentaje de grasa de la muestra.

8 INFORME

El informe debe contener lo siguiente:

- 8.1 Fecha del ensayo.
- 8.2 Identificación completa de la muestra.
- 8.3 Contenido de plaguicida en mg/kg de grasa.
- 8.4 Realizado según la Norma COVENIN 2:3-004.
- 8.5 Observaciones.

TABLA 1. Mezclas de patrones recomendadas

<u>Solución de Trabajo I</u>	<u>Concentración de pg/μl</u>		
	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>
<u>Compuesto</u>			
Aldrín.	5	10	20
Lindano (γ -HCH)	5	10	20
Dieldrín	10	20	40
o,p'DDT	15	30	60
p,p'DDT	15	30	60
 <u>Solución de Trabajo II</u>			
<u>Compuesto</u>			
β -HCH	15	30	60
δ -HCH	5	10	20
Heptacloro-epóxido	10	20	40
p,p'DDE	10	20	40
p,p'TDE (DDD)	15	30	60
 <u>Solución de Trabajo III</u>			
<u>Compuesto</u>			
α -HCH	5	10	20
o,p'-DDE	10	20	40
o,p'-TDE (DDD)	15	30	60
Heptacloro	5	10	20
Endrin	20	40	80

Otros plaguicidas (endosulfan, γ y α clórdano, metoxicloro y toxafeno) pueden incluirse en cualquiera de estas mezclas siempre y cuando no se presenten problemas con la resolución de sus picos en el cromatograma.

TABLA 2. Parámetros recomendados para el acondicionamiento de columnas cromatográficas.

Fase	Tem. del Horno, °C.	Flujo de gas portador, ml/min.	Tiempo Mí nimo, hr.
1,5% OV-17/1,95% QF-1	245	30 - 70	48
4% SE-30/6% OV-210	245	30 - 90	72
5% OV-210	245	30 - 60	48
10% DC-200	245	30 - 70	48
3% DEGS *	200	30 - 90	20**

* Columna no recomendada para análisis de rutina. Para uso confirmatorio únicamente.

** No exceder este tiempo.

COVENIN
2039-83

CATEGORIA
C

COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12

Telf. 575. 41. 11 Fax: 574. 13. 12

CARACAS

publicación de:



CDU: 632.95:
543.062

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.
