

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
2164-84**

**DETERMINACION DE RESIDUOS
DE PLAGUICIDAS
ORGANOCLORADOS Y
ORGANOFOSFORADOS EN
ALIMENTOS CON ALTO
CONTENIDO DE GRASA**



TRAMITE

COMITE TECNICO: CT12 PLAGUICIDAS
PRESIDENTE: Mauro Fernández
SECRETARIO: YRMA Zubillaga
SUBCOMITE TECNICO: CT2/SC3 RESIDUOS DE PLAGUICIDAS
COORDINADORA: Yrma Zubillaga

PARTICIPANTES

ENTIDAD

REPRESENTANTE

AFAQUIMA

Elio Hernández

BAYER

Roger Von Stepski-Doliwa

CAVIDEA

María Eugenia Ortiz

CERVECERIA POLAR

Leopoldo Rodríguez C.

INDULAC

Miriam Gutiérrez

IVIC

Santos Meléndez

MINISTERIO DEL AMBIENTE Y DE LOS RECURSOS
NATURALES RENOVABLES-D.I.A.

Pedro Luis Salazar
Gladys O. de Rojas

MINISTERIO DEL AMBIENTE Y DE LOS RECURSOS
NATURALES RENOVABLES-DIRECCION PROTECCION
AMBIENTAL

Gustavo Vera

MINISTERIO DE AGRICULTURA Y CRIA

José F. Durán

MINISTERIO DE SANIDAD Y ASISTENCIA SOCIAL
DIVISION HIGIENE DE LOS ALIMENTOS

Ofelia Herrera

MINISTERIO DE SANIDAD Y ASISTENCIA SOCIAL
SECCION PLAGUICIDAS

Liliane Dot

PENCO

Ramón f. Noguera

PLANTAGRO

Roger Von Stepski-Doliwa

ESPALSA

Rosmarie de Boer

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA

FACULTAD DE VETERINARIA

Raúl Silvestri

DISCUSION PUBLICA:

FECHA DE ENVIO: 11-08-83

DURACION: 45 días

FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 16-11-84

FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 11-12-84

NORMA VENEZOLANA
DETERMINACION DE RESIDUOS DE PLA
GUICIDAS ORGANOCORADOS Y ORGANO
FOSFORADOS EN ALIMENTOS CON ALTO
CONTENIDO DE GRASA

COVENIN
2164-84

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 1206-82 "Residuos de plaguicidas en alimentos. Definiciones y terminología".

COVENIN 2:3-003 Residuos de plaguicidas. Recomendaciones para la preparación de columnas cromatográficas.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

Esta norma contempla el método de análisis para la determinación de residuos de plaguicidas organoclorados y organofosforados en alimentos con un contenido de grasa igual o superior al 2 %.

Este método puede aplicarse a leche, productos lácteos, carnes, pescados, grasas y aceites, huevos y cacao.

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

2.1 ORGANOCORADOS:

α BHC, β BHC, γ BHC (lindano), δ BHC (HCB), heptacloro, heptacloro epóxido, aldrín, dieldrín, endrín, op'DDT, pp'DDT, pp'TDE(DDD), metoxi cloro, toxafeno, α clordano, γ clordano, endosulfan, pp'DDE, β p'DDE

2.2 ORGANOFOSFORADOS:

Malatión, paratión. (etil paratión), metil paratión, etión, bromofós, culmofós, clorpirifós, diazinón.

2.3 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 son similares a los del

D.D.T. y sus análogos y algunos otros organoclorados.

La diferenciación entre los bifenilos policlorados y los plaguicidas organoclorados debe hacerse por métodos 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 organoclorado con detector de captura electrónica y de los organofosforados con detector específico para fósforo.

4 EQUIPO DE ENSAYO

(Ver NOTA 1)

NOTA 1: 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, acetona y, al momento de ser utilizado, 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 níquel 63), detector específico para fósforo, registrador apropiado con escala com-

plata de 1 milivoltio, cada parte con suministro independiente de energía.

4.2 COLUMNAS CROMATOGRÁFICAS de vidrio de 185 cm (6 pies) x 4 mm de diámetro interno empacadas 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 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 3 % DEGS sobre Chromosorb W, malla 80/100 con 0,5% H_3PO_4

4.2.6 10 % DC-200 (metil silicona) sobre Chromosorb W de alta eficiencia, malla 100/120, o equivalente.

4.3 Micro jeringa 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 o recipientes equivalentes.

4.7 Vasos de precipitado y balones de 100 ml.

4.8 Pipetas volumétricas de 2 ml.

4.9 Condensador de reflujo.

4.10 Balones de 500 ó 1000 ml.

4.11 Columnas de vidrio con salida reducida o llave de TFE-fluorocarbomo, de 22 x 250 mm.

4.12 Embudo de separación de 1 l con llave de TFE-fluorocarbomo.

4.13 Lana de vidrio silanizada lavada con éter de petróleo.

4.14 APARATOS PARA CONCENTRACION DEL EXTRACTO

Concentrador-evaporador Kuderna Danish (K-D) de 500 ml equipado con tubo recolector en 5 ml graduado y columna Snyder de tres bulbos, o evaporador rotatorio al vacío provisto de un balón de evaporación de 1 l.

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 grado plaguicida 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 ÉTER DE PETRÓLEO

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

5.4 AGUA DESTILADA LIBRE 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 3 % en agua libre de interferencias (5.4) en el porcentaje que asegure la mayor recuperación (ver NOTA 2). Se mezcla por agitación durante por lo menos 20 minutos y se deja equilibrar en reposo durante 10 a 12 horas.

NOTA 2: 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 desactivado con 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 BHC; $1 \mu\text{g}$ de pp' DDT y $0,5 \mu\text{g}$ de Dieldrin y Endrin. Se coloca 1 ml de esta mezcla sobre la columna preparada y se eluye como se describe en 6.5. Se concentran los eluatos a 10 ml.
- c) Se inyectan alrededor de $5 \mu\text{l}$ de los eluatos y la misma cantidad de una dilución 1:10 de la solución de mezcla de plaguicidas preparada y se comparan los cromatogramas.
- d) Se calcula el porcentaje de recuperación de cada plaguicida. La recuperación del HCB, BHC y DDT deberá ser superior al 90 %. Para el Dieldrin y Endrin 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 disolviendolos en isooctano o tolueno hasta 100 ml (Ver NOTA 3).

NOTA 3: 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 ng del patrón primario (corregidos según el porcentaje de pureza) y disolviendolos 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 4).

NOTA 4: 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, almacenados a -10°C -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° y -15°C .

5.8.4.4 Las soluciones de trabajo pueden conservarse a 5°C hasta dos meses en el caso de los plaguicidas organoclorados y 1 mes en el caso de los organofosforados.

6 PROCEDIMIENTO

6.1 LECHE CRUDA, PASTEURIZADA, EVAPORADA, CONDENSADA, EN POLVO, CHOCOLATE, CACAO EN POLVO, HUEVO.

6.1.1 Preparación previa de la muestra.

6.1.1.1 Leche cruda, pasteurizada, evaporada

Se pesan 10,0 g de leche en un vaso de precipitado de 250 ml.

6.1.1.2 Leche condensada.

Se mezclan 10,0 g de muestra con 5 ml de agua destilada libre de interferencias en un vaso de precipitado de 250 ml.

6.1.1.3 Leche en polvo.

Se disuelven 3,0 g de muestra en 10 ml de agua destilada libre de interferencias a una temperatura de aproximadamente 40°C. Debe evitarse la formación de grumos.

6.1.1.4 Chocolate y cacao en polvo.

Se pesan 3,0 g de muestra y se mezclan con 10 ml de agua destilada libre de interferencias a 80°C aproximadamente, hasta homogeneizar la grasa.

6.1.1.5 Huevos.

Se mezclan 5 g de la muestra homogeneizada (yema y clara) con 5 ml de agua destilada libre de interferencias.

6.1.2 Purificación con florisil.

Se le añaden a la muestra preparada según 6.1.1, 25,0 g 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, vertiéndolo 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 10 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 Carnes y pescados.

Se descongela y se 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 homogeneizan 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 homogeneizan 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 filtrándolo a través de un embudo con lana de vidrio 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 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 pesan con precisión de 0,1 mg, de 0,5 - 0,75 g de materia grasa y se disuelven en 10 ml de éter de petróleo o hexano. Se trasvasa cuantitativamente esta solución a la columna preparada según 6.4, lavando con 3 porciones de 2 ml de éter de petróleo o n-hexano para enjuagar.

6.2.3 Preparación del blanco.

Paralelamente se prepara un blanco según 6.2.2 utilizando 10 ml de éter de petróleo o n-hexano en lugar de la 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) provista de un tapón de lana de vidrio (4.10) se vierten 100 ml de éter de petróleo o hexano

6.4.2 Se añaden lentamente 25 g de florisil hidratado (5.6) golpeando suavemente la columna para favorecer la compactación. Se espera 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 las muestras preparadas según 6.1.2, se agrega una cantidad adecuada de solvente de manera que recubra el florisisil adicional que acompaña la muestra.

6.5 ELUCION Y PURIFICACION

Se eluyen los plaguicidas con 300 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 a utilizar.

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. Luego se lleva a sequedad con una corriente suave de nitrógeno limpio y seco.

6.6.1.3 Se lava el balón con pequeñas porciones de n-hexano o isoocatano y se trasvasa el extracto 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 el 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 5 ml.

6.7 ANALISIS CROMATOGRAFICO

6.7.1 Acondicionamiento de las columnas. (Detalles en la Norma Venezolana COVENIN 2:3-003 Puntos 6.11 a 5.14).

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 o de dilución de plaguicidas, preparadas según 5.8.1.3 o 5.8.2.3, con concentraciones cercanas al rango esperado en la muestra.

Se espera hasta que todos los picos posibles hayan eluído (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 respuestas "f" para cada uno, mediante la siguiente ecuación:

$$f = \frac{P_s}{A_s}$$

Donde:

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

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

P_s = 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 5).

$$\text{CONCENTRACION (mg/kg de grasa)} = f \times \frac{A_c \times V_e}{V_i \times M} \times 10^{-3}$$

Donde:

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

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

V_e = Volumen final del extracto concentrado (μl).

V_i = Volumen inyectado para el análisis (μl).

M = Masa de grasa utilizada (g).

NOTA 5: 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 de ensayo.
- 8.2 Identificación completa de la muestra.
- 8.3 Contenido de plaguicida en $\mu\text{g}/\text{Kg}$ de grasa.
- 8.4 Realizado según la Norma COVENIN 2:3-005.
- 8.5 Observaciones.

BIBLIOGRAFIA

- 1) EPA-600/8-80-038 (June 1.980), Manual of Analytical Methods for the Analysis of Pesticides in Humans and Environmental samples (U.S.A).
- 2) Stijve T. and Cardinale E., Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg. 65, 131-150 (1.974).
- 3) Stijve T. and Brand E, Deutsche Lebensmittel-Rundschau 73, 2, 41-42 (1.977).
- 4) AOAC Official methods of analysis of the association of official analytical chemists, 13th edition (1980) 29.001-20.018. Multiresidue methods for chlorinated and certain organophosphorus pesticides.

TABLA 1. Mezclas de patrones recomendadas.

| <u>Solución de Trabajo I</u> | <u>Concentración de pg/μl</u> | | |
|------------------------------|-------------------------------|----------|----------|
| | <u>Compuesto</u> | <u>A</u> | <u>B</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 (θ endosulfan, γ y α clordano, 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 de arrastre, ml/min. | | | Tiempo Mínimo, 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 - 20 | 245 | 30 | - | 70 | 48 |
| 3 % DEGS * | 235 | 30 | - | 90 | 20 ** |

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

** No exceder este tiempo.

TABLA 3. Condiciones de operación recomendadas (*).

| | | | | | |
|--|--------------|-------------|------------|----------|-------------|
| FASE ESTACIONARIA (**) | 1,5 % OV-17 | 4 % SE-30 | 5 % OV-210 | 3 % DEGS | 10 % DC 200 |
| | +1,95 % QF-1 | +6 % OV-210 | | | |
| TEMPERATURA DE LA COLUMNA (°C) | 180-210 | 180-200 | 180 | 185 | 180-210 |
| TEMPERATURA DEL BLOQUE DE INYECCION (°C) | 200-250 | 200-250 | 200-250 | 200-250 | 200-250 |
| VELOCIDAD DE FLUJO DEL GAS DE ARRASTRE. | 30-90 | 30-90 | 30-60 | 30-90 | 30-60 |
| TEMPERATURA DEL DETECTOR DE CAPTURA ELECTRONICA (°C): Ni ⁶³ | 250-300 | 250-300 | 250-300 | 250-300 | - |
| H ₂ ³ (Máx)(***) | 200 | 200 | 200 | 200 | 200 |
| TEMPERATURA DEL DETECTOR ESPECIFICO PARA FOSFORO (°C). (***) | 250-300 | - | - | - | 250-300 |

(*) Los datos de la tabla son indicativos. El analista seleccionará las condiciones óptimas para lograr la mejor resolución de los picos y eficiencia de la columna.

(**) Se debe dar preferencia a la columna empacada con 1,5 % OV-17/1,95 % OV-210 ó QF-1 sobre Cromosorb W (4.2.1)

(***) Refierase al manual del equipo.

COVENIN
2164-84

CATEGORIA
D

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: 623.95:
543.062

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.
