

24,57



Universidad Nacional Autónoma de México

FACULTAD DE QUIMICA

DETERMINACION DE PARATION METILICO EN EL AIRE

T E S I S

Que para obtener el Título de
INGENIERO QUIMICO

p r e s e n t a:

ENRIQUE ~~ALBERTO ORTIGOZA ZEPEDA~~

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

México, D. F.

1988



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 está 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.

I N D I C E

I - INTRODUCCION	1
II - GENERALIDADES DE PLAGUICIDAS	3
2.1 - Conceptos.	3
2.2 - Clasificación.	4
2.3 - Materia Activa y Formulación.	7
2.4 - Industria del Plaguicida.	8
2.5 - Cualidades Exigibles a un Plaguicida Comercial.	10
III - PARATION METILICO	12
3.1 - Generalidades.	12
3.2 - Estructura.	15
3.3 - Propiedades Físicas y Químicas.	16
3.4 - Poder de Penetración y Poder Sistémico.	17
3.5 - Estabilidad Química.	18
3.6 - Síntesis del Paratión Metílico.	22
3.7 - Usos del Paratión Metílico.	24
3.8 - Guía de Seguridad.	28
IV - PARTE EXPERIMENTAL	34
4.1 - Introducción.	34
4.2 - Pruebas Químicas por Vía Húmeda.	36
4.3 - Cromatografía de Gases.	38
4.4 - Técnica de Análisis.	51

V - CROMATOGRAMAS Y RESULTADOS	60
5.1 - Determinación de la Cantidad Mínima Detectable.	60
5.2 - Determinación en Vitro.	96
5.3 - Determinación en Planta.	120
VI - CONCLUSIONES	149
VII - BIBLIOGRAFIA	152

I.- INTRODUCCION

En los últimos años uno de los problemas más controvertidos, es el uso masivo y sistemático de los insecticidas, así como las cantidades empleadas para su aplicación, ya que día con día esta cantidad se incrementa, lo que propicia un incremento en la demanda de estos productos, y a su vez una necesidad de incrementar la producción.

He aquí dónde nos encontramos con el problema de controlar la emanación de vapores y polvos contaminantes que se generan en el momento de fabricar este producto, ya sea en la etapa de formulación, envasado ó almacenamiento; pero para poder controlar la cantidad que se está liberando en cualesquiera de estas tres operaciones, es necesario determinar la cantidad exacta y correcta que está emanando de estas fuentes hacia el ambiente de trabajo, por lo que se hace necesario el uso de técnicas de análisis que permitan detectar, la presencia de tales compuestos, que

frecuentemente se encuentran presentes en dosis muy elevadas en el aire, que perjudican a la salud de las personas que se encuentran realizando cualesquiera de éstas tres operaciones, y que consecuentemente ocasionan trastornos, y lesiones muchas veces irreversibles.

De aquí, que el objetivo principal de este trabajo es presentar, una técnica de análisis para la determinación de Paratión Metílico en el ambiente laboral, por absorción gas-líquido, cuantificado por cromatografía de gases con detector de ionización de flama.

Se hace énfasis en el análisis cromatográfico gas-líquido, por ser en la actualidad uno de los métodos más precisos en la determinación de insecticidas organo-fosforados, como lo es el Paratión Metílico.

II.- GENERALIDADES DE PLAGUICIDAS.

2.1 - CONCEPTOS:

Denominamos plaguicidas a todas aquellas sustancias que sirven para combatir - los parásitos de los cultivos, del ganado, de los animales domésticos y del hombre. A los productos químicos que se utilizan para la exterminación de plagas - que atacan los cultivos, se pueden clasificar de acuerdo a su naturaleza química, la cual corresponde a la siguiente manera:

- Productos originados por la química orgánica.
- Productos originados por la química inorgánica.

En la primera clasificación encontramos los de origen mineral como lo son los aceites minerales -

y los derivados de origen vegetal. En tanto que en la segunda clasificación encontramos productos tales como el azufre, arsénico, compuestos fluorados, etc..

(1)(3)(5)

2.2 - CLASIFICACION:

Los plaguicidas pueden clasificarse de la siguiente manera:

- INSECTICIDAS:

Son productos químicos con toxicidad para los insectos. Debemos entender por insectos cualquiera de los animales articulados, de respiración traqueal, cuerpo dividido en segmentos agrupados en forma que constituyen tres partes fáciles de apreciar: cabeza, tórax y abdomen; tienen además, -- seis patas, dos o cuatro alas por lo común y dermatoesqueleto, y la mayoría de ellos pasan por tres estados diferentes, larva, huevo y ninfa, antes de adquirir su completo desarrollo y convertirse en insecto.

- ACARICIDAS:

Son productos químicos con toxicidad para los ácaros, sabiendo que los acáridos-

son insectos coleópteros ceraméricidos, llamado científicamente acárido lanífero. Orden de aracnoideos de reducidas dimensiones, a veces microscópicos, cuyo cafalotórax se continua en toda su anchura con el abdomen, confundándose a veces, aunque con frecuencia se observa entre ambos un surco transverso; su tegumento externo es muy distinto según las especies, pudiendo ser fuerte y coriáceo, como sucede en las garrapatas o suave y fino.

- FUNGICIDAS:

Son productos tóxicos para los hongos. Al hablar de los hongos nos referimos a las clases de plantas de este nombre, que según la clasificación de Claus, comprende los órdenes de los mixomicetos oomicetos, ustilagíneos, uredíneos basidiomicetos y ascomicetos.

- ANTIBIOTIGOS:

Son productos tóxicos que inhiben el desarrollo de microorganismos. Entendiendo por éstos, cualquiera de los seres microscópicos, vegetales o animales, que nacen y viven en el aire, en el agua y en toda clase de organismos. Existen muchas especies de microbios, unas inocuas, otras patógenas y otras productoras de enfermedades.

- HERBICIDAS:

Son productos para combatir las malas hierbas. Sabiendo que estas son plantas blandas, cuyas partes aéreas mueren cada año.

- RODENTICIDAS:

Son productos que causan la muerte de los ratones y otros roedores. Aplíquese a los mamíferos unguiculados cuyos incisivos, largos y fuertes son dos en cada mandíbula, y le dan gran facilidad para roer. Son generalmente de tamaño pequeño terrestres, y con tres o cinco dedos en las extremidades.

Tomando en cuenta la forma de aplicación de un plaguicida, los podemos clasificar de la siguiente manera:

- FUMIGANTES:

Sabemos que son todos los productos que pasan al estado gaseoso y que pueden destruir a las plagas al ponerse en contacto con ellas, éstos se aplican por lo general en lugares cerrados.

- PLAGUICIDAS DE CONTACTO:

Se denominan así

a aquellos materiales o productos que son aplicados directamente sobre las plagas, preservando su acción destructiva por penetración al cuerpo a través de sus poros.

- PLAGUICIDAS DE VENENO ESTOMACAL:

Estos plaguicidas son ingeridos por los animales, junto con las partes de las plantas con que se alimentan, pasando así a su estómago y originando la muerte de éstos por destrucción del aparato digestivo.

Estos venenos se pueden aplicar tanto en forma de asperciones como de espolvoreos; otros se aplican en forma de cebos adicionados a un agente atractivo, o también en tal forma que el animal incidentalmente ingiera el veneno, al adherirse éste a su cuerpo y limpiarse con su aparato bucal. (1)(2)(5)(6)-(8)(24)

2.3 - MATERIA ACTIVA Y FORMULACION:

El producto activo plaguicida es obtenido por la industria química con un grado de pureza variable, en general entre el 75 y el 98 por ciento, según los casos, sien-

do el resto impurezas de su fabricación.

Este producto, llamado técnicamente puro, no es apto en ningún caso para su empleo agrícola, por lo que debe acondicionarse antes por una formulación. Esta contiene la " materia activa " o producto técnica-- mente puro, más o menos diluido en un soporte sólido - o en un disolvente líquido, y sustancias auxiliares - que mejoran su acción. (1)(3)(5)(8)

2.4 - INDUSTRIA DEL PLAGUICIDA:

La indus---
tria de los plaguicidas tienen una estructura pirami--
dal más importante aún que la de los fertilizantes. -
Las fábricas de materias activas pertenecen, por lo ge
neral, a pocas y grandes compañías, muchas veces de ca
rácter internacional y con departamentos de investiga-
ción muy costosos, mientras que las formulaciones sue-
len ser preparadas por empresas locales de alcance pro
vincial, regional ó, como máximo nacional, las cuales-
suministran los productos, dispuestos ya para su apli-
cación agrícola o doméstica.

Los grandes gastos de investigación de las -
empresas fabricantes de materias primas plaguicidas se

deben a la necesidad de buscar nuevos productos de mayor eficacia, menor toxicidad, gran selectividad, con suficiente persistencia y que no dejen residuos tóxicos ni originen trastornos ecológicos.

El desarrollo de un nuevo plaguicida requiere de amplios estudios sobre las propiedades físicas, químicas y toxicológicas, así como su acción plaguicida, tanto en el laboratorio como en el campo de aplicación.

En los laboratorios de investigación de las grandes empresas se sintetizan y estudian anualmente miles de productos, entre los que presentan actividad se seleccionan aquellos que, por sus propiedades físicas, químicas y toxicológicas, parecen más adecuadas y se inician entonces, los ensayos sobre su efectividad plaguicida en el campo de aplicación, y al mismo tiempo los estudios pertinentes sobre los tipos adecuados de formulación.

Cuando se encuentran productos realmente - prometedores, se someten a estudios sobre su metabolismo, toxicidad y desarrollo de métodos analíticos para las formulaciones del producto. De las decenas de productos ensayados sólo unos pocos podrán llegar a comercializarse, y únicamente algunos de ellos lle

garán a tener aplicación mundial. (1)(3)(8)

2.5 - CUALIDADES EXIGIBLES A UN PLAGUICIDA

COMERCIAL:

Para que el plaguicida - alcance un uso amplio en la aplicación agrícola debe reunirse determinadas cualidades o condiciones básicas, entre las que pueden destacarse como primordiales las siguientes:

a) EFECTIVIDAD:

El plaguicida debe ser eficaz en la destrucción de la plaga contra la cual - se aplica.

b) SELECTIVIDAD:

El plaguicida debe destruir únicamente, los insectos dañinos, sin perjudicar a la flora y fauna beneficiosa, en la cual se esta - aplicando.

c) ECONOMIA:

El uso de plaguicida tiene - que producir unos beneficios que superen el gasto - que supone la aplicación de éste.

Por regla general se condiciona que el uso de un plaguicida es recomendable cuando el gasto a realizar, es inferior al 20 por ciento de incremento sobre la cosecha que se obtendría sin combatir la plaga.

Otra cualidad para resultar económico es cuando siendo efectivo, el costo del tratamiento representa un 5 por ciento del valor de la cosecha, además, en todo caso debe resultar competitivo con respecto a los otros medios de combatir la plaga.

d) SEGURIDAD:

El plaguicida no puede ser fitotóxico, ni constituir un peligro para la salud del hombre o de los animales domesticos donde este se aplica.

e) POSIBILIDAD DE FORMULACION:

El plaguicida deberá ser compatible con algunos de los posibles soportes y diluyentes, dando como resultado una formulación estable y efectiva.

f) ESTABILIDAD:

El plaguicida debe conser-
var su capacidad de acción durante un tiempo razona-
ble en el combate de las plagas. (1)(3)(5)(8)

III.- PARATION METILICO

3.1 - GENERALIDADES:

El Paratión Metílico-
ó Metíl Paratión es un insecticida fosforado, deriva-
do orgánico del ácido fosfórico, con una acción más o
menos selectiva. Es un compuesto blanco cristalino só
lido, cuando es un producto puro, con un punto de fu-
sión de 35°- 36°C, y cuando es un producto técnico -
presenta un color café claro cristalino, siendo su es
tado físico líquido.

El Paratión Metílico presenta la siguiente-
toxicidad y características:

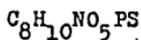
LD₅₀ en ratas: - Oral 14 - 24 mg/kg
- Dérmico 67 mg/kg

n_D²⁵ 1.5367

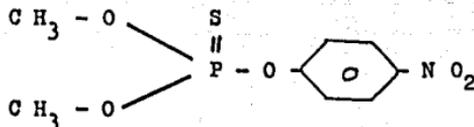
$$d_4^{20} \quad 1.358$$

El nivel de concentración permisible en el ambiente laboral en un periodo de 8 hrs. de trabajo continuo, establecido por las normas internacionales (TLV) corresponde a 0.2 mg/m^3 .

El Paratión Metílico presenta una fórmula condensada:



y una fórmula desarrollada:



dando un peso molecular de:

263.23 grmol

con una proporción porcentual de:

C	-	36.50 %
H		3.83 %

N	-	5.32	%
O	-	30.39	%
P	-	11.77	%
S	-	12.18	%

Los insecticidas organo-fosforados fueron descubiertos por el químico alemán Gerhard Schrader, quien durante la segunda guerra mundial, sintetizó aproximadamente trecientos compuestos organo-fosforados con fines militares. Junto a su toxicidad para los mamíferos, pronto se descubrió su actividad como insecticida.

El Paratión Metílico así como los demás insecticidas organo-fosforados son de elevada toxicidad y deben manejarse con máximo cuidado para evitar causar daños a los seres humanos, los animales y el medio ambiente.

El Paratión Metílico de acuerdo a sus pro-

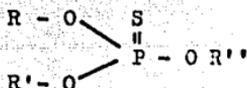
propiedades presenta una toxicidad de acuerdo a su actuación, ya sea esta por:

- Contacto
- Ingestión
- Inhalación

(1)(2)(4)(5)(22)(23)

3.2 - ESTRUCTURA:

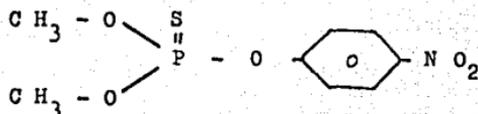
El Paratión Metílico es un éster tiofosfórico, con una fórmula general:



donde:



dando la fórmula del metil paratión:



que lleva por nombre:

TIOFOSFATO DE O,O-DIMETIL-O-P-NITROFENILO.

(1)(2)(4)

3.3 - PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS:

En algunos insecticidas fosfóricos como lo es en este caso el Paratión Metílico el producto puro es sólido, y el producto técnico es líquido. En la tabla 3.1 se presentan las propiedades de este insecticida.

Tabla 3.1

Estado físico a 21 ^o C	Produc. Puro sólido	Produc. Técnico líquido
--------------------------------------	------------------------	----------------------------

SOLUBILIDAD:

En la tabla 3.2 se muestra la solubilidad del Paratión Metílico en diversos disolventes.

Tabla 3.2

SOLVENTE	SOLUBILIDAD
Agua	Poco soluble 5 ppm
Etanol	Soluble
Acetona	Soluble
Benceno	Soluble
Xileno	Soluble
Hexano	Poco soluble
Hidrocarburos Clorados	Soluble

(1)(2)(4)(5)

3.4 - PODER DE PENETRACION Y PODER SISTEMATICO:

Los insecticidas fosforados - tienen capacidad para penetrar en los tejidos vegetales, a través de la epidermis de hojas y frutos, pero no tienen acción sistémica.

Los insecticidas sistémicos de mayor aplicación son los organo-fosforados, y estos pueden absorberse por las raíces, por las hojas, a través de la cutícula o por los estomas; se trasladan por el inte

rior de las plantas y circulan por el floema o por el xilema.

El Paratión Metílico es un insecticida penetrante y no sistémico. Debemos entender por sistémico, parte del cuerpo u órgano, que es considerado como la unidad vital de éste. (1)(5)(6)(25)

3.5 - ESTABILIDAD QUIMICA:

Los insectici--das fosforados, por poseer una estructura funcional - orgánica común de éster fosfórico, presentan propiedades y reacciones químicas comunes, así mismo, aunque su estabilidad química varía de unos a otros, depen--diendo de los diversos sustituyentes que integran la molécula; las reacciones que suceden más frecuentemente en estos compuestos son las de hidrólisis, oxida--ción, isomerización, transquilación y alteraciones - por efectos de la luz.

En nuestro caso, la reacción más importante es la hidrólisis, ya que el Paratión Metílico por ser un insecticida fosforado es potencialmente hidrolizable, dependiendo la velocidad de la hidrólisis de di-

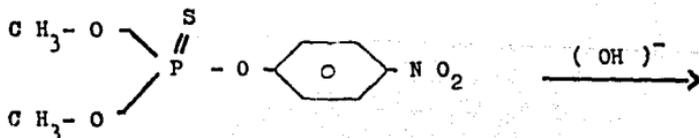
versos factores.

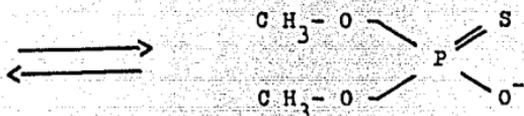
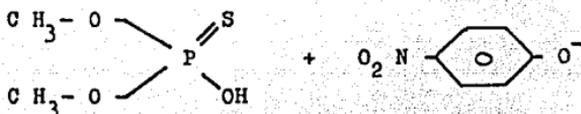
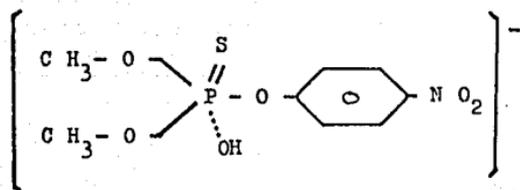
En la tabla 3.3 se muestra el periodo y las condiciones de hidrólisis para el 50 por ciento del insecticida.

Tabla 3.3

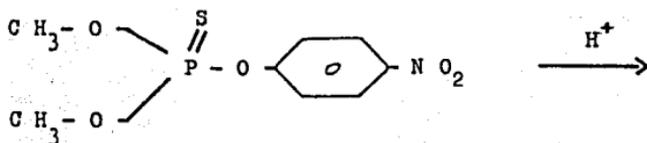
Insecticida	Medio alcali.	Medio Neutro	Medio Acido
P. Metílico	A pH = 11.5 5 minutos	—	A pH = 3.0 y 20°C 175 días

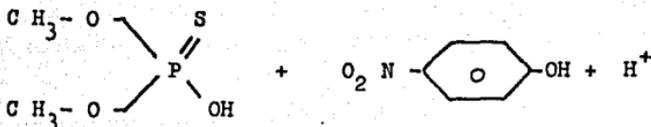
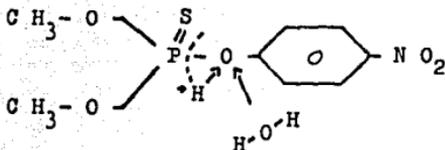
La hidrólisis del Paratión Metílico en medio alcalino se realiza por un ataque nucleofílico - del ión -OH , sobre el fósforo según el mecanismo que se muestra a continuación:





En el medio ácido el mecanismo de reacción del Paratión Metílico es el siguiente:

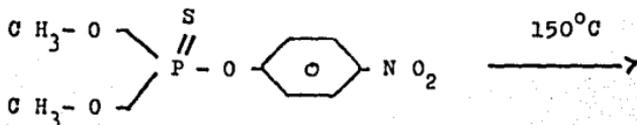


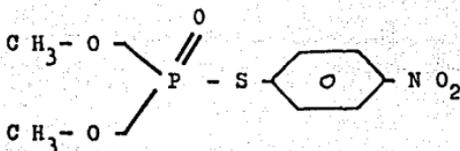


La isomerización del Paratión Metílico se -
 lleva acabo a 150 °C, o al calentar durante varias -
 horas a 100 °C, sus soluciones alcohólicas.

A mayor temperatura, el Paratión Metílico -
 se transforma, acompañado de explosiones, y forma una
 masa porosa de carbón.

La reacción de isomerización corresponde a:

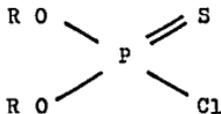




(1)(3)(5)(6)(8)

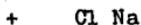
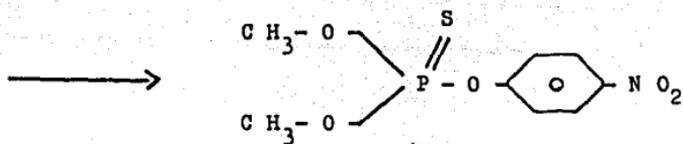
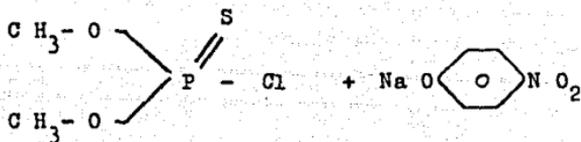
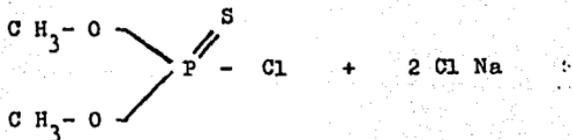
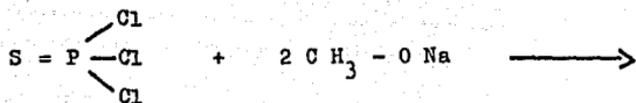
3.6 SINTESIS DEL PARATION METILICO:

Para -
obtener los tiofosfatos orgánicos se utilizan generalmente
un cloruro del éster dialquiltiofosfórico:



El cual se sustituye luego del tercer grupo esterificado.

Para la obtención del Paratión Metílico se hace reaccionar el SPCl_3 con metilato sódico, y luego el producto de la reacción con p-nitrofenolato de sódico, como se observa en el esquema siguiente:



(1)(5)(22)

3.7 - USOS DEL PARATION METILICO:

El Paration Metílico por su cualidad de no ser un insecticida sistémico, presenta una gama muy amplia para su uso, la cual se presenta en la tabla 3.4.

Tabla 3.4

Cultivo	Clase	Aplicación de P.M.
Ajo	Hortícola	SI
Apio	Hortícola	SI
Berenjena	Hortícola	SI
Brócoli	Hortícola	SI
Calabacita	Hortícola	SI
Cebolla	Hortícola	SI
Col	Hortícola	SI
Coliflor	Hortícola	SI
Chicharo	Hortícola	SI
Chile	Hortícola	SI
Espárrago	Hortícola	NO
Fresa	Hortícola	SI
Frijol Ejotero	Hortícola	SI
Jitomate	Hortícola	SI
Lechuga	Hortícola	SI
Melón	Hortícola	SI

Cultivo	Clase	Aplicación de P.M.
Papa	Hortícola	SI
Pepino	Hortícola	SI
Sandía	Hortícola	SI
Arroz	Básicos	SI
Frijol	Básicos	SI
Maíz	Básicos	SI
Sorgo	Básicos	NO
Soya	Básicos	SI
Trigo	Básicos	SI
Alfalfa	Forrajeros	SI
Pastos	Forrajeros	SI
Algodón	Industriales	SI
Caña de Azúcar	Industriales	SI
Cártamo	Industriales	SI
Tabaco	Industriales	SI
Aguacate	Frutales	SI
Durazno	Frutales	SI
Guayabo	Frutales	SI
Mango	Frutales	SI
Manzano	Frutales	SI
Naranja	Frutales	SI
Nogal Pecanero	Frutales	SI
Papayo	Frutales	NO
Peral	Frutales	SI
Piña	Frutales	SI

Cultivo	Dosis en 100 l de agua	Días entre la última aplicación y cosecha.	Plaga
Planta de ornato	100 a 150 ml		Trips, mayate del rosal
Aguacate Mango	150 a 200 ml	21 15	Agalla de la hoja, escama, mosca verde, descortezador periquito del aguacate.
Naranja, Limón y Toronja	150 a 200 ml	14	Escama de Sn. José, periquito, piojo harinoso, escamas.
Manzano y Peral. Nogal Durazno	150 a 200 ml	14 15 14	Escama de Sn. José, periquito, piojo harinoso, escamas.

Recomendaciones para su uso:

Las anteriores dosis deben ajustarse según la infestación, tamaño del cultivo y características del equipo de aplicación. Se debe recordar que es necesario calibrar el equipo antes de cada aplicación. (1)(2)(7)(9)

3.8 - GUIA DE SEGURIDAD:

El Paratión Metílico es un insecticida organo-fosforado, por lo que es de elevada toxicidad por vía oral y dérmica, y se debe manejar con mucho cuidado para evitar daño a los seres humanos, los animales y el medio ambiente.

ALMACENAMIENTO:

El material técnico es líquido disuelto en disolvente. Los productos formulados incluyen concentrados emulsionables, polvos mojables, gránulos y disoluciones. La mayoría de los productos líquidos son inflamables. Estos productos deben ser almacenados en edificios seguros, bien ventilados, exclusivamente dedicados a insecticidas y rodeados de una pared o reborde de contención. Los productos almacenados no deben ser expuestos a la luz solar directamente.

ENVASES CON FUGAS EN EL ALMACEN:

El producto que quede en los envases dañados, debe ser traspasado a otro envase vacío y limpio, que deberá cerrarse bien y rotularse en forma adecuada. Barrer el de

rrame o fuga con la ayuda de una mezcla, en la proporción 1:3 de una solución de carbonato de sodio y aserrín, cal, arena o tierra, y eliminar todo en forma segura.

Una vez vacíos, descontaminar los envases del líquido que tenía fugas usando una solución de carbonato de sodio al 10 %, en proporción de un litro por lo menos de esta solución, para cada tambor de 200 lts., agitar para enjuagar las paredes y echar el líquido del enjuague en el recipiente con las barreras, posteriormente perforar el envase para evitar su uso.

HIGIENE PERSONAL:

Para descargar y manejar envases, se deben usar guantes protectores de PVC o neopreno y mandil de neopreno. Al manejar productos en polvo o en gránulos, usar también gafas y máscaras o aparato respiratorio adecuado para la protección contra los polvos tóxicos.

Evitar el contacto con la piel y los ojos.- Si se contamina la piel, lavarse con agua y jabón, si se contaminan los ojos se deben lavar con abundante agua limpia durante un periodo de 10 minutos, e inme-

diatamente solicitar ayuda médica; por otro lado, si se llegase a contaminar la ropa, se debe quitar inmediatamente y lavar perfectamente la piel que estaba cubierta por ésta, y posteriormente lavar perfectamente esta ropa separada de otras prendas que no han sido contaminadas.

Al manejar envases con fugas, o al limpiar derrames o fugas, se debe usar overol, guantes de neopreno, mandil de neopreno y botas de caucho.

Antes de fumar, comer, beber, usar los baños y al terminar la jornada de trabajo, se debe lavar perfectamente las manos y la piel expuesta.

TRANSPORTE:

El vehículo a usar debe cumplir con las reglamentaciones locales referentes al movimiento de productos peligrosos. Por ningún motivo se debe transportar junto con alimentos, ropa, u otras cargas que no correspondan a su rama; antes de despacharlos se debe verificar que los envases estén sanos y los rótulos intactos.

En caso de accidente se deben tomar las recomendaciones que se mencionan en el punto HIGIENE -

PERSONAL, tomadas estas precauciones, se debe mantener a los espectadores alejados de la zona de la fuga; evitar que el producto contamine el resto de la carga, o la vegetación o corrientes de agua cercanas; en el caso de derrames de productos líquidos evitar que se sigan derramando, que se desparramen, formando una barreira con el material que se disponga en el momento, como por ejemplo, tierra o arena.

Absorber el líquido derramado y cubrir las áreas contaminadas con una mezcla en la proporción - 1:3 de cristales de carbonato de sodio y aserrín, cal, arena o tierra. Barrer y colocar las barreduras en un recipiente con tapa, que deba rotularse en forma adecuada, y será llevada a un tiradero industrial.

ELIMINACION DE MATERIAL CONTAMINADO:

Este debe ser quemado en un incinerador apropiado, si no se dispone de éste, se deben enterrar en un sitio apto y aprobado por las autoridades correspondientes. - Antes de mandar al tiradero correspondiente, es necesario añadir a cada recipiente una buena cantidad de carbonato de sodio, para neutralizar y degradar el producto.

APLICACION EN EL CAMPO:

Es necesario evitar todo contacto con la piel, los ojos, nariz y la boca. Se debe usar overol de algodón, guantes y mandil de PVC o neopreno, botas de caucho y pantalla facial o mascarilla respiratoria. Tener en el campo jabón y un recipiente con agua para lavarse las manos.

Evitar exponerse a la aspersión. Usar sombrero o gorra, pantalla facial, overol de algodón, no asperjar contra el viento y no asperjar si hay personas, en la dirección en que sopla el viento.

Después de la aplicación se debe asegurar de que el equipo se limpie bien y se guarde, listo para ser usado nuevamente, así como llevar acabo las tareas de mantenimiento del equipo. Cerrar perfectamente los envases a medio usar y guardarlos en el almacén, los envases vacíos se deben eliminar como se menciona anteriormente.

EN CASO DE INTOXICACION:

Los síntomas que presenta esta intoxicación son: Sudación excesiva, sa

livación, dolor de cabeza, debilidad, mareos, náuseas, dolores de estómago, visión borrosa, espasmos, coma, o paro cardíaco.

El tratamiento médico es el siguiente: En todos los casos de intoxicación grave, inyectar sulfato de atropina lo antes posible y, preferentemente - por vía endovenosa: 2-4 mg para adultos y repetir cada 3-10 minutos, hasta obtener una atropización adecuada, que se evidencia por la dilatación de las pupilas, el enrojecimiento de la piel y la sequedad de la boca. Si es necesario inyectar por vía intramuscular - tener cuidado de no exceder la dosis. De ser posible - al comienzo del tratamiento, administrar también una oxima, como puede ser 2-PAM, P₂S (CONTRATHION) o TOXOGONIN, según las instrucciones de los fabricantes; - está contraindicada la administración de morfina y otros opiáceos. (9)

IV.- PARTE EXPERIMENTAL

4.1 - INTRODUCCION:

Hoy en día la determinación de los contaminantes en el ambiente así como - su vigilancia, es una de las ramas más especializadas del análisis químico, que trata del análisis cualitativo y cuantitativo de una mezcla gaseosa que posee - huellas de muy diferentes tipos de materiales. Estos - pueden ser gases, vapores, olores, partículas y aerosoles.

En la actualidad no existe un procedimiento único que dé un análisis completo de un sistema tan - complejo, pero hay varios métodos con los que se pueden determinar simultáneamente una serie de contami-- nantes.

Sin embargo, es más importante la ubicación del aire que se va a analizar, su grado de contaminau

ción y los usos finales de los datos obtenidos. Cada clase de contaminante precisa un enfoque diferente en el muestreo, medición e incluso en los estándares fijados para las concentraciones aceptables.

En general los contaminantes gaseosos del aire y algunos de los aerosoles más finos se miden con técnicas de análisis relativamente estandarizadas, adaptadas a concentraciones bastante bajas. Estas incluyen la absorción en soluciones para después llevar a cabo las reacciones y medidas subsecuentes, así como técnicas instrumentales adecuadas. La concentración se lee en partes por millón (ppm), o en miligramos por metro cúbico (mg/m^3).

Los olores solo se pueden valorar por medio de reacciones de los seres humanos y éstas varían de acuerdo con el individuo. Para obtener un resultado significativo es necesario que un grupo de personas esté de acuerdo con la percepción del contaminante.

Los contaminantes del aire son los que han escapado el estudio científico durante más tiempo. Existen técnicas químicas estandarizadas en seco y en húmedo para la mayoría de los compuestos químicos que se pueden encontrar en el aire, solo hay que adaptarlos para cada caso, ya que cada procedimiento analíti

co tienen una concentración ideal que se puede determinar con mayor exactitud.

Esta depende del grado práctico de la pulcritud que se pueda lograr, de la sensibilidad y posibilidad de repetición en la etapa de medición y de los reactivos y productos de la reacción que casi invariablemente se encuentran en bajas concentraciones. Por esta razón el volumen de gas de la muestra debe - variarse hasta que los resultados se encuentren entre los límites requeridos. Para los contaminantes que se encuentran en el aire en concentraciones muy bajas, - es posible que los tiempos de muestreo tan largos, hagan que las pruebas resulten inútiles para medir emisiones variables. Por lo tanto hay que buscar, otras pruebas más sensibles para obtener cálculos más exactos de las concentraciones máximas que se pueden encontrar.

Para nuestro caso, que corresponde a la determinación de Paratión Metílico en el ambiente laboral, se llevó acabo la determinación por vía húmeda.
(16)(17)(18)(19)(20)

4.2 - PRUEBAS QUIMICAS POR VIA HUMEDA:

La unidad básica de las pruebas químicas pa

ra contaminantes del aire es el aparato de absorción. Este aparato proporciona un contacto bastante eficaz entre una muestra de gas y un disolvente o reactivo líquido que disuelva el componente deseado; éste reaccionará para producir algún cambio físico que se pueda medir, o quedar en solución para después llevar a cabo algunas reacciones y análisis.

Un sistema de absorción y un flujo bien diseñados, absorberán del 90 al 100 % de un gas, el cual corresponde a un método de análisis relativamente sencillo y barato.

El sistema absorbente puede ser de muchas formas, pero se pueden agrupar en dos tipos básicos.

El primero es el aparato de choque, o golpe que dirige una corriente de aire contra una superficie a velocidad suficiente para dispersarla. El segundo sistema, que es el que nos interesa para llevar a cabo el análisis de la determinación de Paratión Metílico, es el lavador de gases de vidrio poroso, que rompe la corriente de aire en burbujas muy finas dentro del disolvente, aumentando la superficie de contacto considerablemente.

La eficiencia del lavador de gases depende de su capacidad de dispersión, y también de la solubilidad del gas o del contaminante que se busca en la fase líquida. La fase líquida ideal no debe ser volátil, corrosiva, viscosa, espumosa, ni cara y tiene que ser estable.

Los lavadores de gases son de muchas formas y tamaños, pero todos contienen una capa de vidrio poroso de grano fino, que separa al gas que entra al disolvente; al atravesar esta capa el aire se rompe en finas burbujas para obtener así la máxima solubilidad. Esto es posible si se trabaja a velocidades muy bajas, pero esto varía de acuerdo a la capa de vidrio.(16)(17)(18)(19)(20)(21)

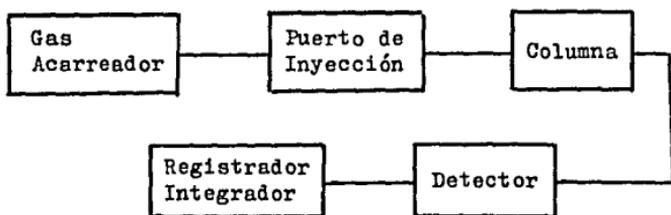
4.3 - CROMATOGRAFIA DE GASES:

INTRODUCCION:

La cromatografía es la separación física de dos o más compuestos, basada en la diferente distribución de dos fases, una de las cuales es estacionaria y la otra es móvil. En el caso de la cromatografía de gases el fluido es un gas.

En el cromatógrafo se utiliza un gas aca---

rreador, que corresponde a la fase móvil, que bajo - presión mueve una muestra de vapor del puerto de inyección, a través de una fase estacionaria, que esta- en la columna, donde se efectúa la separación; poste- riormente pasa al detector junto con la muestra donde se produce una señal eléctrica, la cual puede medirse con un graficador, que corresponde en nuestro caso al integrador. Todo esto es esquematizado en el siguien- te diagrama.



GAS ACARREADOR:

Los gases utilizados como acarreadores más comunes en la cromatografía son los siguientes:

- Hidrógeno
- Argón
- Helio y,
- Nitrógeno

La consideración más importante para seleccionar un gas acarreador es el tipo de detector que se utilizará. Este gas debe presentar las siguientes características:

- Ser inerte
- Ser puro
- Ser seco

En muchas ocasiones los gases mencionados anteriormente son inertes, pero no son lo suficientemente secos. Una cierta cantidad de gases se bombea con agua; los gases comerciales graduados deben secarse con una trampa de tamiz molecular que debe colocarse entre el cilindro y el cromatógrafo, que se acondiciona periódicamente calentándolo a 300° durante cuatro horas con una corriente de gas que pasa por dicha trampa. El agua en el gas acarreador puede interferir en el material de empaque de la columna, produciendo picos falsos o picos fantasmas, lo que es cierto cuando se emplea un programa de temperatura en el análisis y reduce seriamente la vida de la columna.

Con la utilización de un gas acarreador impuro se encontrarán algunos de estos mismos problemas que con el agua, como son desviación de la línea base y ruidos. A continuación se presentan algunos niveles

de impurezas típicas de varios gases comerciales:

GAS ACARREADOR	IMPUREZA INTERVALO DE CONCENTRACION
Oxígeno	0 - 5 ppm de He y, 0 - 500 ppm de CO ₂
Hidrógeno	0 - 5 ppm de aire y, 0 - 50 ppm de CO ₂
Nitrógeno	0 - 100 ppm de He y, 0 - 250 ppm de CO ₂

(11)(12)(13)(14).

REGULADOR DE FLUJO:

El gas acarreador de be estar regulado para proveer una presión constante, así como un flujo de masa constante. Los controladores de flujo en el instrumento, requieren de una diferencia de 10 - 15 psi, entre el cilindro del gas y la entrada al sistema de inyector/columna. En este caso se sugiere una presión mínima de 40 psi en el manómetro del cilindro, con excepción de las columnas de vidrio. (10)(13)(14)

PUERTO DE INYECCION:

El puerto de inyec---
ción, provee un medio de introducción de la muestra a la corriente del gas acarreador y por consiguiente a la columna. Si el puerto de inyección ha sido previamente calentado, se favorece la evaporación de las mu estras, por lo tanto la temperatura debe ser variable y encontrarse bajo control. El puerto de inyección - tendrá que ser diseñado para permitir también el uso de varios sistemas de inyección como puede ser, jerin ga, pirolizadores, muestra sólida, etc..

La técnica más utilizada para introducir la muestra es por medio de una jeringa graduada en micro litros a través de una septa de neopreno. La muestra debe introducirse en la columna en una sola inyección rápida para obtener picos definidos y una separación-completa de los compuestos. Los inyectores más comu-- nes son los de acero inoxidable, pero algunas veces - este metal caliente producirá una degradación en la - muestra. Para evitar ésto se recubre de vidrio, o se utiliza una columna de vidrio que se extiende del in- yector a la septa. (10)(13)(14)

COLUMNA:

La columna es la parte más importante del cromatógrafo de gases y consta de tres elementos:

- 1) Recipiente, que es un tubo de metal o de vidrio.
- 2) Soporte sólido
- 3) Fase estacionaria

El tubo no interfiere en la separación cromatográfica excepto cuando una muestra puede reaccionar con éste. Por ejemplo en el análisis de pesticidas, esteroides y compuestos similares, el tubo de metal puede interferir en el resultado del análisis. Los materiales que más son utilizados son: cobre, acero inoxidable y vidrio, el cual se utiliza cuando el metal no satisface las condiciones del análisis.

El soporte sólido provee una gran área inerte para detener la fase líquida. Es la tierra diatomea calcinada y seleccionada por un tamiz de metal estandar para obtener partículas uniformemente pequeñas.

La fase estacionaria debe ser única en la parte activa de la columna, la separación se efectúa-

entre el gas acarreador y este material. Este proceso puede verse como una serie de particiones donde la muestra pasa a la solución, o es absorbida en la fase estacionaria y subsecuentemente revaporizada. La afinidad de la muestra con la fase estacionaria determinará el tipo que los compuestos individuales de la muestra permanecen en la columna. Los compuestos con menos afinidad emergen primero y los de mayor afinidad emergen al último.

Hay una amplia gama de materiales que se pueden usar como fases estacionarias y se clasifican en su naturaleza como polares y no polares. Un ejemplo típico son los detergentes, el hule de silicones, poliésteres y varios aceites y ceras. Cuando se establece una selección de los materiales se considera muy importante la temperatura máxima que se puede usar en la fase estacionaria así como la afinidad de la muestra con ese material.

La longitud de la columna varía de acuerdo con las necesidades que se tengan, las más usuales son de 0.91 m (3 pies), a 3.65 m (12 pies) de largo. La columna puede ser recta, en espiral o en forma de " U " dependiendo del diseño del instrumento.(10)(12)(13)(14)

DETECTOR:

La mejor definición general que se puede dar en cromatografía de gases es: un aparato por el cual pasa un gas acarreador y se genera una señal eléctrica cuando cambia la composición de dicho gas.

Los sistemas de detección más comunes son:

- Conductividad térmica
- Ionización de flama
- Captura de electrones
- Fotometría de llama
- Termiónica

de los cuales solo hablaremos de los tres primeros.

DETECTOR DE CONDUCTIVIDAD TERMICA:

Este detector emplea una resistencia de filamentos que se calienta por medio de electricidad. El gas acarreador disipa el calor del elemento, pero cuando la muestra pasa a través del detector la composición se altera y la temperatura de la resistencia cambia, lo cual también causa un cambio en la resistencia del elemento -

detector y este cambio se transmite a un registrador-apareciendo un pico.

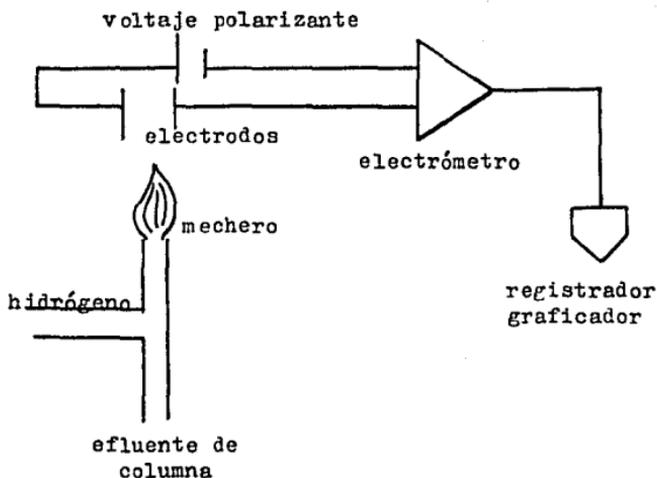
DETECTOR DE IONIZACION DE FLAMA:

Este detector emplea una flama de hidrógeno para la combustión de la muestra y produce iones. Un potencial de corriente continua, aplicado entre el colector y las trampas de " jet ", genera una corriente que después se convierte en voltaje, se amplifica y aparece en el graficador como un pico.

Cuando se queman compuestos orgánicos en una llama de hidrógeno-aire, se obtienen partículas cargadas o iones. El mecanismo es el siguiente: se producen iones positivos y negativos más electrones libres, cuando la muestra pasa por la llama, un par de electrodos con un voltaje polarizado aplicado, recoge estos iones, y la corriente resultante se amplifica con un electrómetro. Así es básicamente el principio del funcionamiento, este detector es realmente un aparato muy simple.

En la figura 4.1 se presentan las partes más importantes de un detector de ionización de flama.

Figura 4.1



DETECTOR DE CAPTURA DE ELECTRONES:

El de--
tector más sensible que se usa actualmente es la cel--
da de captura de electrones, pero su campo de aplica--
ción es limitado porque es muy selectivo. El más im--
portante es el de detección de pesticidas, los cuales
contienen átomos de halógenos que dan respuesta fuer--
te con este detector.

Algunos isótopos radioactivos liberan partículas de relativa alta energía, partículas beta, - que al chocar con las moléculas del gas acarreador, - producen un gran número de electrones secundarios de baja energía. Si se colocan electrodos con un voltaje apropiado en la cavidad del detector se pueden recoger estos electrones y convertirlos en una corriente pequeña que se puede medir, a la que se denomina " corriente permanente " del detector.

Algunas moléculas de muestras, especialmente las que contienen átomos de halógenos, como fluor, cloro, bromo o yodo, presentan una avidez por capturar electrones, para formar iones de carga negativa. Este proceso de captura disminuye la cantidad de electrones que se pueden recoger en el detector, y por lo tanto disminuye la corriente de la celda por debajo - del valor original, como resultado de este sale un pico negativo que debe invertirse durante la amplificación de la señal, para que dé respuesta positiva en - el papel registrador. (10)(11)(13)(14)(15).

REGISTRADOR:

Es un aparato que consta de dos partes básicamente, una tira de papel con una determinada velocidad y una plumilla móvil que se acti-

va con la señal eléctrica de un amplificador; de esta manera se obtiene lo que se conoce como cromatograma, el cual marca los picos obtenidos del registrador de micro-volts contra tiempo.

El cromatograma proporciona los datos que se requieren para estimar la efectividad, la resolución de la separación y para hacer el análisis cualitativo y cuantitativo correspondiente.

En un cromatograma se observan los siguientes términos; los cuales son visualizados en la figura 4.2.

1.- Puerto de inyección: Lugar y momento donde se inyecta la muestra.

2.- Pico de aire: Tiempo que tarda un compuesto que no es retenido por la columna desde el momento de su inyección hasta que se detecta.

3.- Tiempo de retención: Tiempo que tarda un compuesto en eluirse en la columna.

4.- Tiempo de retención absoluto: Es el tiempo de retención menos el tiempo necesario para el

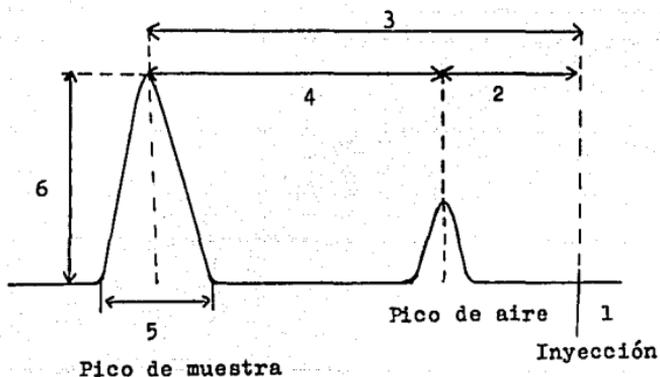
pico de aire.

5.- Ancho de la base: Es la distancia entre las intersecciones de las tangentes a los puntos de inflexión con la línea de la base.

6.- Altura del pico: Es la distancia perpendicular desde la base y la máxima deflexión del pico.
(10)(11)(13)(14)(15)

Figura 4.2

Partes fundamentales de un cromatograma.



4.4 - TECNICA DE ANALISIS

" DETERMINACION DE PARATION METILICO EN EL AIRE "

4.4.1 - SUMARIO:

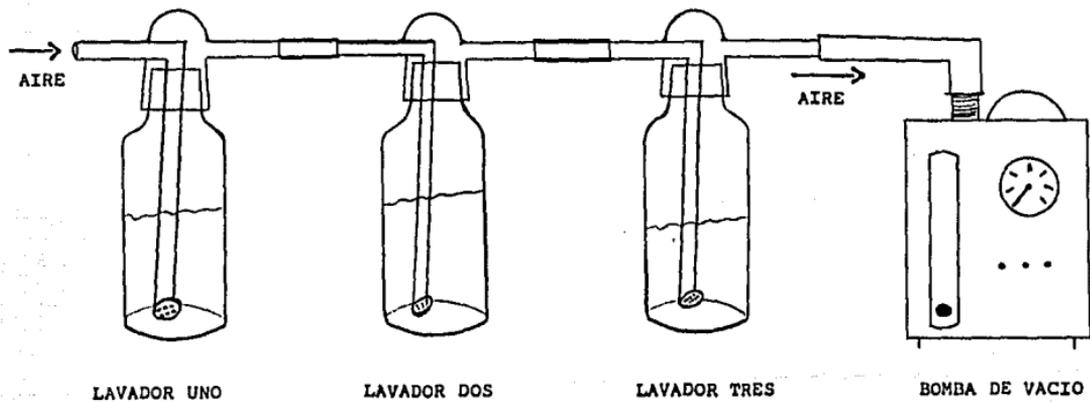
Este método se usa para determinar los niveles de concentración de Paratión Metílico en el aire. Consiste en una toma de muestra representativa de aire en una area, que se hace pasar a través de un disolvente donde es retenido el Paratión Metílico, y posteriormente cuantificado por cromatografía de gases con detector de ionización de flama.

4.4.2 - APARATOS:

Equipo de muestreo (se anexa diagrama de flujo).

2.1 - Bomba de vacio que tenga un rotámetro incluido, con una capacidad de gasto de 3.5 - 11.5 - l/min.

DIAGRAMA DEL EQUIPO DE MUESTREO



2.2 - Tres lavadores de gases con filtro de poro pequeño, 140/150 de vidrio pyrex.

2.3 - Mangueras de hule para conectar los lavadores y la bomba.

2.4 - Probeta de 100 ml

2.5 - Rotavapor con capacidad de evaporación de 30 - 100 °C

2.6 - Matraces aforados de 10 y 25 ml

2.7 - Embudos de vidrio, tallo corto.

2.8 - Vasos de precipitado de 100 ml

2.9 - Cromatógrafo Hewlett Packard modelo-5859 con detector de ionización de flama.

2.10- Integrador Hewlett Packard modelo - 3392A.

2.11- Jeringa para cromatografía con capacidad de 1 - 10 μ l

2.12- Columna para cromatografía de gases-
Material - Vidrio

Largo - 1.5 m

I.D. - 3 mm

Fase estacionaria - OV 225

Soporte sólido - Gaschrom Q (Chromosorb W-HP)

4.4.3 - REACTIVOS:

3.1 - Acetona grado cromatografía.

3.2 - Agua destilada

3.3 - Paratión Metílico grado técnico de pureza conocida.

4.4.4 - PROCEDIMIENTO:

4.1 - Limpieza del equipo: Todo el equipo que se usará deberá estar escrupulosamente limpio, para poder evitar interferencias de algunas impurezas.

4.2 - Colección y toma de la muestra:

4.2.1 - Conecte la bomba a los lavadores como se muestra en el diagrama, obteniendo el flujo de aire en dirección correcta.

4.2.2 - Vierta en el lavador uno, y lavador dos (lavadores de aire), 150 ml de acetona obteniendo un perfecto cubrimiento de la membrana porosa de vidrio.

4.2.3 - Vierta en el lavador tres (trampa de solvente), 75 ml de agua, obteniendo un perfecto cubrimiento de la membrana porosa de vidrio.

4.2.4 - Calibre el rotámetro a obtener un gasto de aire uniforme, teniendo los lavadores conectados como se muestra en el diagrama, conteniendo sus respectivos solventes.

4.2.5 - Coloque el equipo en el lugar de interés, durante un periodo de 3 - 11 hrs. Este dependerá de la necesidad y precisión con la que se deseen los resultados.

4.4.5 - ANALISIS DE LA MUESTRA:

5.1 - De la solución obtenida en el lavador uno y dos, después del muestreo, haga inyecciones en el cromatógrafo para determinar la presencia de Paratión Metílico en el disolvente.

Si el resultado es positivo en la determinación de Paratión Metílico, pase al punto 5.4; si el resultado fuese negativo continúe al punto 5.2.

5.2 - Las soluciones obtenidas en el lavador uno y dos, mézclelas y concéntrelas hasta obtener

como muestra final un volumen aproximado de 5 ml.

5.3 - Inyecte una alícuota de 2 μ l de la solución final de acetona, y obtenga el cromatograma.

5.4 - Calibración y Estandar:

5.4.1 - Prepare soluciones estándar - con un rango de concentración cercano al obtenido en la muestra, de la solución patrón de Paratión Metílico.

Nota: Debe tener cuidado para no tocar con la piel las soluciones estándar de Paratión Metílico.

5.4.2 - Haga inyecciones por duplicado de cada solución estándar en el cromatógrafo de gases, y determine el área del pico.

5.4.3 - Haga inyecciones por duplicado de la muestra y compare los cromatogramas con el de las inyecciones de las soluciones estándar.

5.4.4 - Las soluciones de los estándares pueden ser entre mezcladas con las inyecciones de la muestra, para ver la variación del aparato entre cada inyección.

4.4.6 - CALCULOS:

6.1 - Conversión del volumen de aire muestreado a condiciones estándar, 25°C y 760 mmHg.

$$V_s = V * \frac{P}{760} * \frac{298}{(T + 273)}$$

Donde:

V_s = Volumen de aire en litros a -
25 °C y 760 mmHg.

V = Volumen de aire muestreado en
litros.

P = Presión barométrica en mmHg.

T = Temperatura del aire muestreado en grados celcius.

6.2 - Determinación de mgr de Paratión Metílico contenidos en la muestra.

6.2.1 - Determine el área del pico de la solución estándar.

6.2.2 - Determine el área del pico de la solución muestra.

Obteniendo estas dos áreas, y sabiendo los miligramos de producto técnico que contiene la solución estándar, determinamos los miligramos de Paratión Metílico contenidos en la solución muestra de la siguiente ecuación:

$$\text{mg} \cdot M. = \frac{\text{A.M.} \cdot \text{mg} \cdot S.}{\text{A.S.}}$$

Donde:

mg . M. = Miligramos de Paratión Me
tílico contenidos en la -
muestra.

mg S. = Miligramos de Paratión Me
tílico contenidos en la -
solución estándar.

A.S. = Area de la solución están
dar correspondiente al -
cromatograma.

A.M. = Area de la solución muestra correspondiente al cromatograma.

6.3 - La concentración de Paratión Metílico contenido en el aire, puede expresarse de la siguiente manera:

$$\text{Concentración en aire} = \frac{\text{Total mg. N.}}{V_s}$$

(23)

$$\text{Concentración en aire} = \frac{\text{mg}}{\text{m}^3}$$

V.- CROMATOGRAMAS Y RESULTADOS

5.1 - DETERMINACION DE LA CANTIDAD

MINIMA DETECTABLE:

Para precisar la cantidad mínima detectable en el cromatógrafo de gases con detector de ionización de flama se realiza el siguiente procedimiento: Se preparan una serie de soluciones partiendo de una solución estándar (producto técnico de pureza conocida), de la cual se inyecta al cromatógrafo $2 \mu\text{l}$ de esta solución; si con esta concentración se registra la presencia de Paratión Metílico, se procede a preparar una nueva solución pero, con una concentración menor a la anterior; y así sucesivamente hasta encontrar una solución en la cual la presencia de Paratión Metílico ya no sea registrada por el cromatógrafo. Por lo tanto, la solución inmediata anterior a la muestra ya no registrada, constituye la cantidad mínima detectable por el cromatógrafo (siempre y cuando sea el doble del ruido de fondo

del equipo).

Las condiciones cromatográficas y de graficación se determinan de la siguiente manera: Para cada muestra de diferente concentración se inyectan en el cromatógrafo 2 μ l de muestra, las inyecciones se realizan variando los parámetros del integrador como son: atenuación, ancho de pico, velocidad de carta, etc., y en el cromatógrafo: la sensibilidad que va de 6, que corresponde a la normal, o usual en el cromatógrafo Hewlett Packard modelo 5859, hasta llegar a 2, que corresponde a la máxima permisible; anotando en cada uno de los cromatogramas las condiciones específicas de operación que se realizaron.

Al término de la experimentación es conveniente comparar todos los cromatogramas obtenidos, en donde elegiremos los que muestren las condiciones de operación óptimas como lo son:

- Una resolución de picos bien establecida.
- Un ancho y altura apropiadas.
- Una simetría adecuada.
- Un tiempo de retención preciso.

Es conveniente correr blancos (disolvente puro), que nos permita borrar residuos de las anteriores.

res disoluciones experimentadas, que pudieran haber -
quedado en la columna sin haber sido registrados, que
nos ocasionarán una interferencia dándonos un dato to
talmente falso en nuestro análisis.

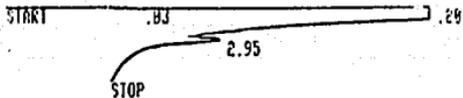
TABLA 5.1 CUADRO DE RESULTADOS

CROMATOGRAMA.	ATENUACION	ANCHO PICO	SENSIBILIDAD	CANT. INYEC. μ L	FLUJO N_2 l./min	TEMP. DETEC.	TEMP. COLUM.	TEMP. INYEC.	TIEMPO DISOL.	RETENCION MUESTRA	CONCEN. mg/100 ml	AREA
1	6	0.4	6	2	2.4	250	140	160	0.20	2.95	0.01958	31.77E ⁴
2	6	0.4	6	2	2.4	250	140	160	0.18	2.91	0.037	60.01E ⁴
3	6	0.4	6	2	2.4	250	140	160	0.18	2.92	0.0566	91.89E ⁴
4	6	0.4	6	2	2.4	250	140	160	0.10	2.47	10.803	1.75E ⁸
5	7	0.2	6	2	2.4	250	140	160	0.10	1.88	0.2129	34.55E ⁵
6	7	0.2	6	2	2.4	250	140	160	0.10	-	solv.	16.49E ⁵
7	7	0.2	6	2	2.4	250	140	160	0.10	1.98	0.1016	32.73E ⁵
8	7	0.2	4	2	2.4	250	140	160	0.10	1.98	0.201	37.42E ⁵
9	7	0.2	4	2	2.4	250	140	160	0.10	1.96	0.2306	25.25E ⁵
10	7	0.2	4	2	2.4	250	140	160	0.10	2.05	0.1556	17.35E ⁵
11	7	0.2	4	2	2.4	250	140	160	0.10	2.14	0.1069	10.75E ⁵
12	7	0.2	4	2	2.4	250	140	160	0.10	2.49	0.066	25.74E ⁵
13	7	0.2	4	2	2.4	250	140	160	0.10	2.24	0.1587	10.17E ⁵

CROMATO- GRAMA	ATENUA- CION	ANCHO PICO	SENSIBI LIDAD	CANT.	FLUJO	TEMP.	TEMP.	TEMP.	TIEMPO	RETENCION	CONGEN.	AREA
				INVEC.	N ₂	DETEC.	COLUM.	INVEC.	SOLV.	MUESTRA	mg/100 ml	
				μ l	l/min							
14	7	0.2	4	2	2.4	250	140	160	0.10	2.56	0.0627	74.50E ⁴
15	7	0.2	4	2	2.4	250	140	160	0.08	2.55	0.0459	38.05E ⁴
16	7	0.2	2	2	2.4	250	140	160	0.10	2.91	0.0234	14.89E ⁴
17	7	0.2	2	2	2.4	250	140	160	0.10	3.03	0.0091	45.35E ⁴
18	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.19	2.96	0.020	-
19	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.16	-	solv	-
20	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.14	-	solv	-
21	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.18	2.88	0.02	33.79E ⁴
22	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.20	2.93	0.0111	10.13E ⁴
23	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.20	-	solv	-
24	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.19	-	solv	-
25	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.18	-	solv	-
26	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.16	2.93	0.5315	86.24E ⁵
27	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.19	2.88	0.006	9.87E ⁴
28	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.19	2.89	0.003	-

CROMATO- GRAMA	ATENUA- CION	ANCHO PICO	SENSIBI- LIDAD	CANT.	FLUJO	TEMP.	TEMP.	TEMP.	TIEMPO SOLV.	RETENCION	CONCEN.	AREA
				INyec.	N ₂	DETEC.	COLUM.	INyec.		MUESTRA	mg/100 ml	
				μl	l/min							
29	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.19	2.91	0.006	9.83E ⁴
30	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.19	2.78	0.006	9.73E ⁴
31	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.18	2.76	0.004	-
32	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.18	2.78	0.004	-
33	6	0.4	2	2	2.4	258	140	160	0.15	-	0.004	-
34	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.15	-	0.005	-
35	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.19	2.79	0.005	-
36	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.18	-	0.005	-
37	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.118	-	0.005	-
38	6	0.4	2	2	2.4	250	140	160	0.18	-	0.005	-

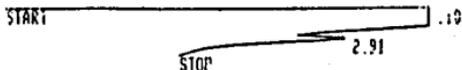
59



RUN # 1
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.03	13039	D BH	0.051	0.310
0.20	1.2047E+08	↑SHP	0.255	29.743
2.95	317720	TBB	0.434	9.247

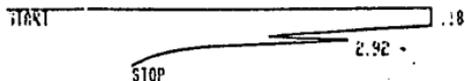
TOTAL AREA= 1.2081E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 2
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.18	1.7975E+08	↑SDH	0.357	19.562
2.91	600130	TBB	0.456	0.333

TOTAL AREA= 1.8035E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 3
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.18	1.7722E+08	↑SEP	0.353	19.484
2.92	918940	TBB	0.455	0.516

TOTAL AREA= 1.7014E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

Cromatograma	1	2	3
Atenuación	6	6	6
Ancho de pico	0.4	0.4	0.4
Sensibilidad	6	6	6
Cant. inyectada μ l	2	2	2
Flujo N ₂ l/min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyector	160	160	160
Tiempo retención P.M.	2.95	2.91	2.92
Concentración mg /100 ml	0.0195	0.037	0.0566

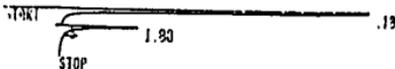
STOP

19
2947

RUN # 41
WORKFILE ID: 0
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.10	1.6402E+00	1SBB	0.334	40.352
2.47	1.7328E+00	1SPP	0.356	51.619

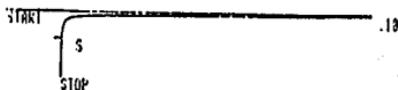
TOTAL AREA= 3.3937E+00
MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 42
WORKFILE ID: 0
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.10	7.6710E+07	1SBB	0.157	95.590
1.00	3455600	00	0.255	4.310

TOTAL AREA= 0.0174E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 43
WORKFILE ID: 0
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.10	6.8651E+07	1SBB	0.142	100.000

TOTAL AREA= 6.8651E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00



Cromatograma	4	5	6	7
Atenuación	6	7	7	7
Ancho de pico	0.4	0.2	0.2	0.2
Sensibilidad	6	6	6	6
Cant. inyectada μ l.	2	2	2	2
Flujo N_2 ml/min	2.4	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250	250
Temp. columna	140	140	140	140
Temp. inyector	160	160	160	160
Tiempo retención P.M.	2.47	1.88	-	1.98
Concentración mg /100 ml	10.803	0.2129	-	0.1016

RUN # 7
WORKFILE ID: 0
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
	0.10	7.2903E+07	1SBB	0.151	97.790
	1.98	1643200	BB	0.502	2.210

TOTAL AREA= 7.4618E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 8
WORKFILE ID: 0
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
	0.10	8.2726E+07	1SBB	0.182	96.493
	1.98	3273000	BB	0.493	3.597

TOTAL AREA= 9.0999E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 9
WORKFILE ID: 0
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
	0.10	8.7348E+07	1SBB	0.179	95.092
	1.96	3742200	BB	0.447	4.108

TOTAL AREA= 9.1090E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00



Cromatograma	8	9	10
Atenuación	7	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2	0.2
Sensibilidad.	4	4	4
Cant. inyectada μ l	2	2	2
Flujo N ₂ l/min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyector	160	160	160
Tiempo retención P.M.	1.98	1.96	2.05
Concentración mg /100 ml	0.201	0.2306	0.1556

RUN # 10
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.10	8.7911E+07	1SBB	0.170	97.200
2.05	2525400	BB	0.564	2.793

TOTAL AREA= 9.0436E+07
NUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 11
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.10	9.0420E+07	1SBB	0.185	98.112
2.14	1735000	BB	0.644	1.883

TOTAL AREA= 9.2161E+07
NUL FACTOR= 1.0000E+00

THRESH 0 0



RUN # 12
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.10	9.2312E+07	1SBB	0.191	98.840
2.49	1075300	BB	0.700	1.152

TOTAL AREA= 9.3418E+07
NUL FACTOR= 1.0000E+00

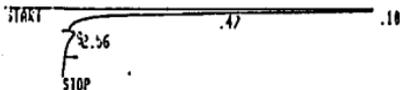


Cromatograma	11	12	13
Atenuación	7	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2	0.2
Sensibilidad	4	4	4
Cant. inyectada μ l.	2	2	2
Flujo N_2 l/min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyector	160	160	160
Tiempo retención P.M.	2.14	2.49	2.24
Concentración mg /100 ml	0.1069	0.066	0.1587

RUN # 13
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%	
	0.10	1.0229E+08	1SBB	0.210	97.545
	2.24	2574900	BB	0.706	2.456

TOTAL AREA= 1.0405E+08
MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 4
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%	
	0.10	1.0260E+08	1SBB	0.207	98.530
	0.47	504600	DTBB	0.073	0.485
	2.56	1017400	BB	0.052	0.977

TOTAL AREA= 1.0413E+08
MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 15
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%	
	0.08	9.5397E+07	1SBB	0.202	99.225
	2.55	745010	BB	0.617	0.775

TOTAL AREA= 9.6112E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00



Cromatograma	14	15	16
Atenuación	7	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2	0.2
Sensibilidad	4	4	4
Cant. inyectada μ l	2	2	2
Flujo N ₂ l/min.	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyector	160	160	160
Tiempo retención P.M.	2.56	2.55	2.91
Concentración mg /100 ml	0.0627	0.0459	0.0234

RUN # 16
WORKFILE ID: D
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.10	1.1493E+09 1SBB	0.215	99.670
	2.91	388550 BB	0.393	0.330

TOTAL AREA= 1.1531E+00
MUL FACTOR= 1.0000E+00

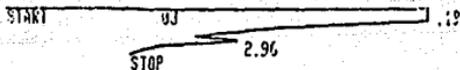


RUN # 17
WORKFILE ID: D
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.10	1.0193E+09 1SBB	0.212	99.854
	3.03	148970 BB	0.225	0.146

TOTAL AREA= 1.0214E+00
MUL FACTOR= 1.0000E+00

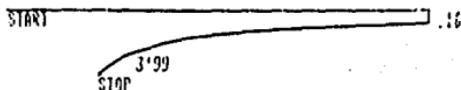
Cromatograma	17
Atenuación	7
Ancho de pico	0.2
Sensibilidad	2
Cont. inyectada μ l	2
Flujo N ₂ l/min	2.4
Temp. detector	250
Temp. columna	140
Temp. inyector	160
Tiempo retención P.M.	3.03
Concentración mg /100 ml	0.0091



RUN # 15
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.03	17112 D BH	0.051	0.013
	0.19	1.2945E+08 TSHH	0.250	92.538
	2.96	453500 TBP	0.450	0.349

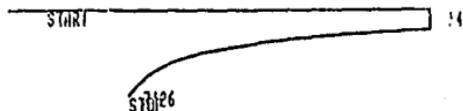
TOTAL AREA= 1.2932E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 17
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.16	1.4141E+08 TSBP	0.282	100.000

TOTAL AREA= 1.4141E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



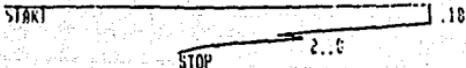
RUN # 20
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.14	1.9044E+08 TSDP	0.300	100.000

TOTAL AREA= 1.9044E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

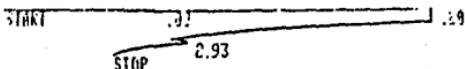
Cromatograma	18	19	20
Atenuación	6	6	6
Ancho de pico	0.4	0.4	0.4
Sensibilidad	2	2	2
Cant. inyectada μ l.	2	2	2
Flujo N ₂ l/min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyector	160	160	160
Tiempo retención P.M.	2.96	-	-
Concentración mg /100 ml	0.028	-	-



RUN # 1
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AK/HT	AREA%
0.18	1.7496E+08	↑SDH	0.349	99.882
2.88	337970	TBB	0.444	0.193

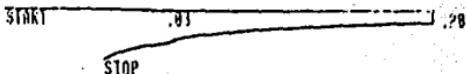
TOTAL AREA= 1.7530E+08
 MUL FACTOR= 1.0090E+00



RUN # 2
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AK/HT	AREA%
0.03	23874	D BH	0.051	0.319
0.20	1.2455E+08	↑SHP	0.249	99.836
2.93	181300	TBB	0.438	0.145

TOTAL AREA= 1.2475E+08
 MUL FACTOR= 1.0008E+00

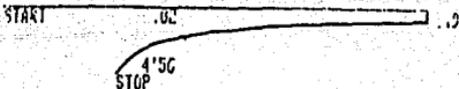


RUN # 3
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AK/HT	AREA%
0.03	18202	D BH	0.050	0.315
0.20	1.2422E+08	↑SHP	0.248	99.985

TOTAL AREA= 1.2424E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

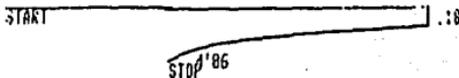
Cromatograma	21	22	23
Atenuación	6	6	6
Ancho de pico	0.4	0.4	0.4
Sensibilidad	2	2	2
Cant. inyectada μ l	2	2	2
Flujo N ₂ . l/min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyector	160	160	160
Tiempo retención P.M.	2.88	2.93	-
Concentración mg /100 ml.	0.02	0.011	-



RUN # 24
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.02	10511 D BH	0.047	0.000
	0.19	1.2700E+08 TSBP	0.253	10.902

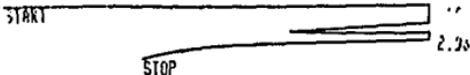
TOTAL AREA= 1.2701E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 25
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.18	1.7718E+08 TSBH	0.353	100.300

TOTAL AREA= 1.7718E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

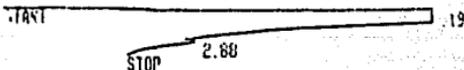


RUN # 26
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.16	1.9318E+08 TSBP	0.366	25.503
	2.93	8624600 TBP	0.491	4.492

TOTAL AREA= 1.9180E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

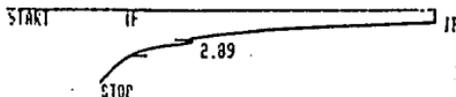
Cromatograma	24	25	26
Atenuación	6	6	6
Ancho de pico	0.4	0.4	0.4
Sensibilidad	2	2	2
Cant. inyectada μ l.	2	2	2
Flujo N_2 l/min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyector	160	160	160
Tiempo retención P.M.	-	-	2.93
Concentración mg /100 ml	-	-	0.5315



RUN # 1
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

AREA#	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.19	1.3289E+08 TSBP	0.265	99.926
	2.88	98700 TBB	0.307	0.074

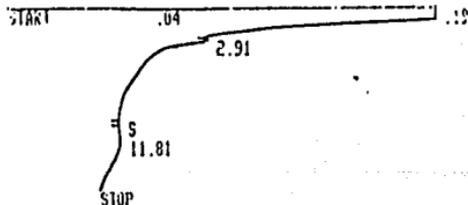
TOTAL AREA= 1.3298E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 2
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME:

AREA#	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	2.89	0 BD	0.000	0.000

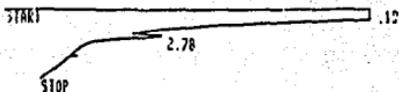
TOTAL AREA= 0
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 3
 WORKFILE ID: C
 WORKFILE NAME: 84

AREA#	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.04	19905 D BH	0.052	0.015
	0.19	1.3035E+08 TSHB	0.259	99.510
	2.91	98365 TBB	0.465	0.375
	11.81	523070 I VP	3.056	0.399

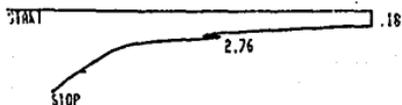
Cromatograma	27	28	29
Atenuación	6	6	6
Ancho de pico	0.4	0.4	0.4
Sensibilidad	2	2	2
Cant. inyectada μ l	2	2	2
Flujo N ₂ l./min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyector	160	160	160
Tiempo retención P.M.	2.88	2.89	2.91
Concentración mg /100 ml.	0.006	0.003	0.006



RUN # 30
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.19	1.4114E+08	TSP	0.284	99.931
2.78	97346	TBB	0.126	0.069

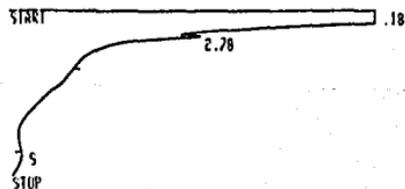
TOTAL AREA= 1.4124E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 31
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.18	1.0040E+08	TSP	0.363	100.000
2.76	0	TBB	0.000	0.000

TOTAL AREA= 1.0040E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 32
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.18	1.6516E+08	TSP	0.332	100.000
2.78	0	TBB	0.000	0.000

TOTAL AREA= 1.6516E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

Cromatograma	30	31	32
Atenuación	6	6	6
Ancho de pico	0.4	0.4	0.4
Sensibilidad	2	2	2
Cent. inyectada μ l.	2	2	2
Flujo N ₂ l/min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyector	160	160	160
Tiempo retención P.M.	2.78	2.76	2.78
Concentración mg /100 ml	0.006	0.004	0.004



RUN # 33
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	PKT/HT	AREA%
0.15	1.7530E+00	TSDP	0.352	97.596
0.90	4317300	TBB	0.143	2.404

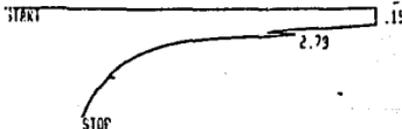
TOTAL AREA= 1.7962E+00
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 34
 WORKFILE ID: D
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	PKT/HT	AREA%
0.15	1.7873E+00	TSEP	0.359	100.000

TOTAL AREA= 1.7873E+00
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

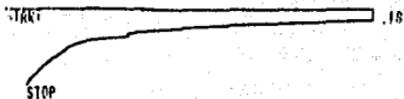


RUN # 35
 WORKFILE ID: D
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	PKT/HT	AREA%
0.19	1.9081E+00	TSDP	0.381	100.000
2.79	0	TBB	0.000	0.000

TOTAL AREA= 1.9081E+00
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

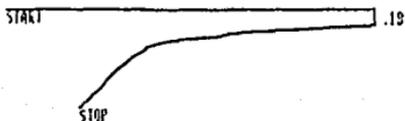
Cromatograma	33	34	35
Atenuación	6	6	6
Ancho de pico	0.4	0.4	0.4
Sensibilidad	2	2	2
Cent. inyectada μ l	2	2	2
Flujo N_2 l /min .	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyector	160	160	160
Tiempo retención P.M.	-	-	2.79
Concentración mg. /100 ml	0.004	0.005	0.005



RUN # 36
 WORKFILE ID: 0
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.18	1.3645E+08	1SEP	0.277	100.000

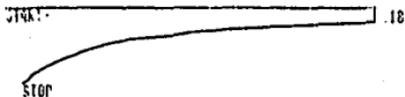
TOTAL AREA= 1.3645E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 37
 WORKFILE ID: 0
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.18	1.8292E+08	1SHP	0.370	100.000

TOTAL AREA= 1.8292E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 38
 WORKFILE ID: 0
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.18	1.7337E+08	1SEP	0.350	100.000

TOTAL AREA= 1.7337E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

Cromatograma	36	37	38
Atenuación	6	6	6
Ancho de pico	0.4	0.4	0.4
Sensibilidad	2	2	2
Cant. inyectada μ l.	2	2	2
Flujo N_2 l /min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyector	160	160	160
Tiempo retención P.M.	-	-	-
Concentración mg. /100 ml.	0.005	0.005	0.005

Como se puede apreciar en la tabla de resultados 5.1 la cantidad mínima detectable de Paratión Metílico, por cromatografía de gases con detector de ionización de flama, corresponde a 0.006 mg/ml de solución; utilizando como disolvente, acetona.

Las condiciones óptimas de operación, para esta determinación en los equipos, fueron las siguientes:

CROMATOGRAFO:

Temperatura de horno:	140 °	
Temperatura de inyección:	160 °	
Temperatura de detector:	250 °	
Sensibilidad:	2	
Flujo N ₂ :	2.4	l /min

INTEGRADOR:

Ancho de pico:	0.4
Velocidad de carta:	0.2
Atenuación:	6

VALIDACION DEL METODO

De acuerdo a la gráfica 5.2 se observa una linearidad bastante buena, utilizando como detector, el de ionización de flama, ya que nos proporciona un coeficiente de correlación de 0.999.

Para la obtención de estos datos fue necesario el uso de una calculadora, los cuales se presentan a continuación:

ΣX^2	3.08574 E ¹⁶
ΣX	209332569
ΣY^2	117.2234
ΣY	12.9744
ΣXY	1901851278
\bar{X}	9101416.043
$X_{\sigma_{n-1}}$	35479473.23
$X_{\sigma_{n-1}}$	36276864.33
\bar{Y}_{σ_n}	0.5641
$Y_{\sigma_{n-1}}$	2.1859

Y	2.23509
n	23
A	0.00336356
B	6.161061 E ⁻⁰⁸
r	0.999974

Las ecuaciones utilizadas fueron las siguientes:
 - Desviación Estandar:

$$\sigma_n = \sqrt{\frac{\sum X^2 - \frac{(\sum X)^2}{n}}{n}} \quad \sigma_{n-1} = \sqrt{\frac{\sum X^2 - \frac{(\sum X)^2}{n}}{n-1}}$$

- Media Aritmetica:

$$\bar{X} = \frac{\sum X}{n}$$

- Coeficientes A y B:

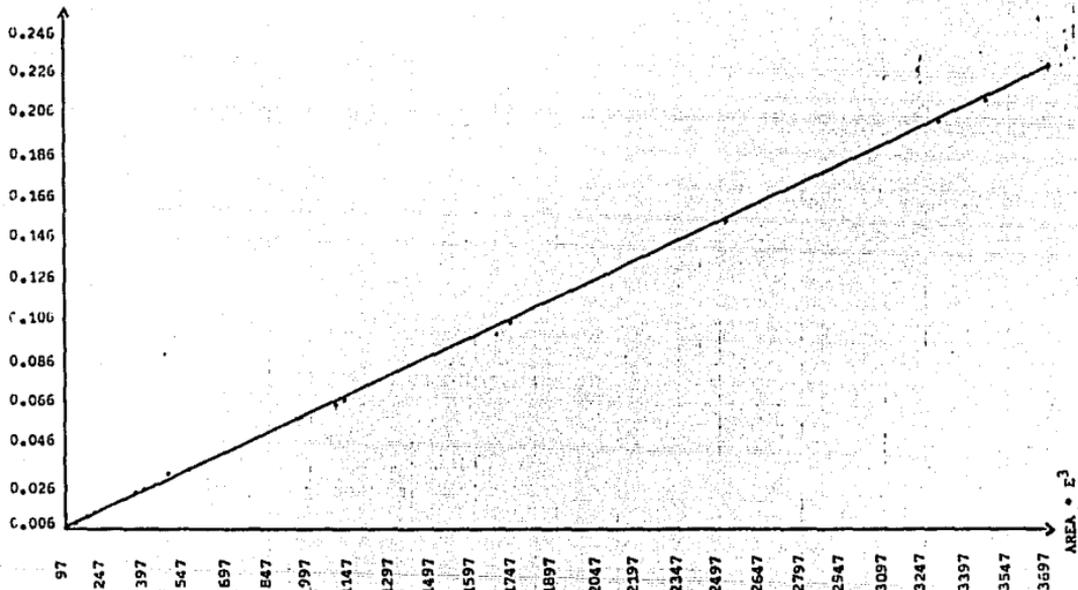
$$A = \frac{\sum Y - B \sum X}{n} \quad B = \frac{n \sum XY - \sum X \sum Y}{n \sum X^2 - (\sum X)^2}$$

- Coeficiente de Correlación:

$$r = \frac{n \sum XY - \sum X \sum Y}{\sqrt{(n \sum X^2 - (\sum X)^2)(n \sum Y^2 - (\sum Y)^2)}}$$

mgz/100ml

TABLA 5.2



5.2 - DETERMINACION EN VITRO:

Continuando nuestro estudio y adentrándonos en nuestra búsqueda - para la determinación de Paratión Metílico en el ambiente laboral, se realiza en el laboratorio actividades que nos permitan simular, y variar las condiciones existentes posibles que se podrían encontrar en una planta de insecticidas, en las áreas de formulación, envasado y almacenamiento de este producto.

Debemos tener presente que uno de los auxiliares más importantes de toda investigación de desarrollo, tanto de nuevos productos, como de nuevas técnicas de análisis, viene a ser lo que se conoce como determinación en vitro; ya que gracias a estas pruebas, simulaciones de operación y procesos, etc., podemos visualizar las condiciones de operación en una área de trabajo en forma gráfica y cuantificada.

Por lo que se recomienda no llegar o iniciar, en forma empírica, sin la información necesaria y correspondiente, a tomar muestras, hacer análisis, y obtener datos y resultados sin conocer, qué es lo que se busca y bajo que condiciones de operación se determinarán.

Tales como el gasto de aire, ya que como se sabe, en el momento en que se trabaje con un flujo elevado ($9 - 11 \text{ l/min}$), se obtendrán las siguientes desventajas:

- El tiempo de residencia de la burbuja de aire en el disolvente será mínimo.
- El diámetro de la burbuja de aire es muy grande.
- La absorción es nula.

Esto nos origina una eficiencia de lavado mucho muy baja, y poco confiable. Ahora por el contrario, si se trabaja con un gasto de aire bajo ($3 - 5 \text{ l/min.}$), se obtienen las siguientes ventajas:

- El tiempo de residencia de la burbuja de aire en el disolvente es grande.
- El diámetro de la burbuja de aire es pequeño.
- La absorción es elevada.

Esto nos conduce a obtener una eficiencia de lavado bastante elevada y confiable.

En fin todas estas variables posibles y por haber, si no se tienen en cuenta, es muy posible que-

se tengan resultados falsos, repetición de pasos innecesarios, que ocasionan un seguro fracaso, y con ello una pérdida de tiempo inutilmente.

Ahora bien, ya estando determinadas en el tema anterior, 5.1, la cantidad mínima detectable, las condiciones de operación adecuadas y propicias, tanto en el cromatógrafo como en el integrador, se procede a formar atmósferas saturadas de Paratión Metílico, para su determinación cuantitativa; así como la determinación de la eficiencia del equipo que se utilizará en el muestreo.

La fabricación de la atmósfera saturada consiste en :

1.- Introducir un inerte poroso en una cámara cerrada. En este caso graneolita dorada ó ROB.

2.- Pesar una cantidad de Paratión Metílico e impregnarla en el inerte perfectamente, de tal forma que quede absorbido en los poros de éste.

3.- Una vez mezclados, se hace pasar una corriente de aire a través de la cámara, como se muestra en la figura 5.3.1.

4.- El aire saturado de Paratión Metílico - es canalizado a un lavador de gases, el que contiene un disolvente, en el cual es 100 % soluble, quedando retenido para después ser cuantificado por cromatografía de gases, bajo las condiciones de operación ya - descritas.

La absorción de gases es una operación unitaria, en la cual se disuelve en un líquido, uno o - más componentes solubles de una mezcla de gases, La - absorción puede ser un fenómeno puramente físico, o - incluir la disolución del material en el líquido. La - selección del disolvente ideal para estos casos se ba - sa en las siguientes cualidades: no debe ser volátil, corrosivo, viscoso, espumante, flamable, debe ser estable y libre para una solubilidad infinita para el - soluto.

Desgraciadamente es raro que se encuentren disolventes ideales y, por tanto, la elección se suele basar en la alternativa más conveniente.

De esta forma podemos a ciencia cierta, determinar cantidades elevadas o trazas de Paratión Metílico contenidas en un volumen de aire determinado.

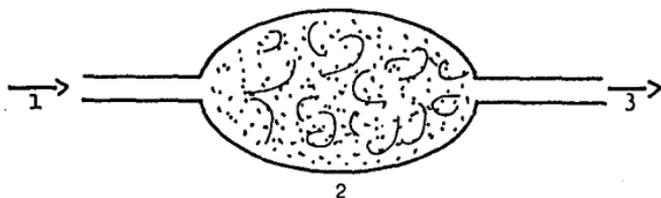
La determinación de la eficiencia del equipo de muestreo se determina por la siguiente ecuación:

$$\text{Eficiencia del equipo} = \frac{\text{mg de P.M. detectados por C.G.}}{\text{mg de P.M. impregna. en el inerte.}}$$

$$\text{Eficiencia del equipo} \times 100 = \% \text{ de eficiencia}$$

De esta manera sabemos con qué eficiencia - estamos realizando nuestro muestreo, si es confiable - o no, si es aceptado para nuestras necesidades de aná lisis, ya gran parte de la confiabilidad de los resul tados se sustentarán en esta parte de análisis. (21)

Figura 5.3.1



- Donde: 1.- Entrada de aire limpio
2.- Atmósfera saturada
3.- Salida aire saturado de PM

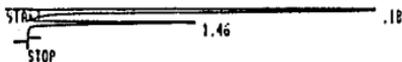
DETERMINACION EN VITRO

CONDICIONES DE OPERACION:

- Atenuación:	7
- Ancho de pico:	0.2
- Sensibilidad:	2
- Temperatura inyección:	160 °
- Temperatura detector:	250 °
- Temperatura columna:	140 °
- Flujo N ₂ :	2.4 l/min

Cromato- grama.	Solución	mg P.M.	Area	Cant. inyec. <i>μl</i>
1	Estándar	21.645	6404900	2
2	Estándar	21.645	4129300	2
3	Estándar	21.645	3778100	2
4	Estándar	21.645	3351100	2
5	Estándar	21.645	3702900	2
6	Muestra 1	15.97	2561700	2
7	Muestra 1	15.97	2431800	2

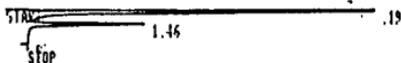
Cromato- grama	Solución	mg P.M.	Area	Cant. inyec. μ l
8	Estándar	21.645	3170900	2
9	Estándar	21.645	4037700	2
10	Estándar	21.645	4014700	2
11	Muestra 2	14.16	2961600	2
12	Muestra 2	14.16	2536300	2
13	Muestra 2	14.16	3027700	2
14	Estándar	21.645	3764500	2
15	Estándar	21.645	4010900	2



RUN # 1
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	NR/HT	AREA%
	0.18	9.2863E+07	1SDB	0.135	93.540
	1.46	6404900	TBB	0.221	6.452

TOTAL AREA= 9.9268E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 2
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	NR/HT	AREA%
	0.19	7.7873E+07	1SDB	0.155	94.364
	1.46	4129300	TBB	0.207	5.036

TOTAL AREA= 8.2003E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



Cromatograma	1	2	3
Atenuación	7	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2	0.2
Sensibilidad	2	2	2
Cant. inyectada μ l	2	2	2
Flujo N_2 l/min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyección	160	160	160
Tiemp. retención P.M.	1.46	1.46	1.46
mg de P.M.	21.645	21.645	21.645

RUN # 2
WORKFILE ID: D
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	NR/HT	AREA%
0.18	9.0494E+07	156H	0.180	95.992
1.46	3778100	TBP	0.205	4.009

TOTAL AREA= 9.4272E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START _____ .16
|
| 1.46
|
STOP

RUN # 7
WORKFILE ID: D
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	NR/HT	AREA%
0.18	9.4816E+07	156H	0.189	96.006
1.46	3951100	TBP	0.208	4.000

TOTAL AREA= 9.8767E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START _____ .19
|
| 1.47
|
STOP

RUN # 7
WORKFILE ID: D
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	NR/HT	AREA%
0.19	8.4991E+07	156H	0.169	95.825
1.47	3702900	TBP	0.209	4.175

TOTAL AREA= 8.8694E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START _____ .19
|
| 1.46
|
STOP

Cromatograma	4	5	6
Atenuación	7	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2	0.2
Sensibilidad	2	2	2
Cant. inyectada μ l	2	2	2
Flujo N_2 l/min.	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyección	160	160	160
Tiemp. retención P.M.	1.46	1.47	1.46
mg de P.M.	21.645	21.645	15.97

RUN # 5
WORKFILE ID: D
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.18	8.7281E+07	1SBB	0.174	97.149
1.46	2561700	1BB	0.207	2.851

TOTAL AREA= 8.9043E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START _____ .19
1.46
STOP

RUN # 7
WORKFILE ID: D
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.18	8.6070E+07	1SBB	0.171	97.253
1.46	2431000	TBB	0.204	2.748

TOTAL AREA= 8.8510E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START _____ .19
1.11 1.47
STOP

RUN # B
WORKFILE ID: D
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.18	8.3460E+07	1SBB	0.167	96.156
1.11	165500	TBB	0.163	0.191
1.47	3170900	TBB	0.180	3.653

TOTAL AREA= 8.6805E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START _____ .19
1.47
STOP

Cromatograma	7	8	9
Atenuación	7	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2	0.2
Sensibilidad	2	2	2
Cent., inyectada μ l	2	2	2
Flujo N_2 l/min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyección	160	160	160
Tiemp. retención P.M.	1.46	1.47	1.47
mg de P.M.	15.97	21.645	21.645

RUN # 1
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.19	8.2925E+07 1SBH	0.165	95.357
	1.47	4837700 TBP	0.215	4.643

TOTAL AREA= 0.6963E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START  1.46 .13
STOP

RUN # 10
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.18	8.4187E+07 1SBP	0.167	95.444
	1.46	4014700 TBP	0.215	4.556

TOTAL AREA= 0.8122E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START  1.47 .13
STOP

RUN # 11
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.19	8.2938E+07 1SBH	0.165	96.475
	0.88	68568 DTBP	0.123	0.088
	1.47	2961600 TBP	0.218	3.445

TOTAL AREA= 0.5960E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START  1.46 .18
STOP

Cromatograma	10	11	12
Atenuación	7	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2	0.2
Sensibilidad	2	2	2
Cant. inyectada μ l	2	2	2
Flujo N_2 l/min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyección	160	160	160
Tiemp. retención P.M.	1.46	1.47	1.46
mg. de P.M.	21.645	14.16	14.16

RUN # 12
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HI	AREA%
0.18	8.9504E+07	TSDB	0.178	97.184
0.07	59215	DIBB	0.129	0.064
1.46	2536308	TBB	0.191	2.752

TOTAL AREA= 9.2179E+07
NUL FACTOR= 1.0000E+00

STOP 1.46 .12

RUN # 13
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HI	AREA%
0.18	8.3512E+07	TSDB	0.166	96.426
0.07	67936	OTBP	0.123	0.070
1.46	3827700	TPB	0.217	3.496

TOTAL AREA= 8.6607E+07
NUL FACTOR= 1.0000E+00

STOP 1.47 .12

RUN # 14
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HI	AREA%
0.19	8.0954E+07	TSDB	0.161	95.556
1.47	3764500	TBB	0.203	4.444

TOTAL AREA= 8.4719E+07
NUL FACTOR= 1.0000E+00

STOP 1.47 .13

RUN # 15
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HI	AREA%
0.19	7.0610E+07	TSDB	0.157	95.143
1.47	4010200	TBB	0.213	4.659

TOTAL AREA= 8.2621E+07
NUL FACTOR= 1.0000E+00

Cromatograma	13	14	15
Atenuación	7	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2	0.2
Sensibilidad	2	2	2
Cent. inyectado μ l	2	2	2
Flujo N_2 l/min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyección	160	160	160
Tiemp. retención P.M.	1.46	1.47	1.47
mg de P.M.	14.16	21.645	21.645

SOLUCION ESTANDAR

Peso producto técnico: 24.05 mg.

$$24.05 \text{ mg} \times 90.00 \% \text{ pureza} = 21.645 \text{ mg al } 100 \%$$

Areas Promedio

Promedio areas Estándar

Estándar	3890350	}	3815725	}	3851712
Muestra 1	2496750				
Estándar	3741100				
Muestra 2	2841866				
Estándar	3887700				

SOLUCION MUESTRA 1 :

Condiciones atmósfera saturada:

gr. inerte ROB: 10 g
gr. P.M.: 0.016 g
m³ de aire: 1.5 m³
Flujo de aire: 5.0 l /min.

Determinación de P.M. en la atmosfera saturada:

Esta determinación se lleva acabo, como lo establece la técnica de análisis, en el apartado 4.4.

Area Muestra 1: 2496750

Area Estándar: 3815725

$$\text{mg } M_1 = \frac{A.M_1 \times \text{mg.S.}}{A.S.}$$

$$\text{mg } M_1 = \frac{2494750 \times 21.645}{3815725}$$

$$\text{mg } M_1 = 14.163 \text{ mg}$$

Para la conversión del volumen de aire a - condiciones estándar, 25°C y 760 mmHg, tenemos:

$$V_s = V \times \frac{P}{760} \times \frac{298}{(T + 273)}$$

$$V_s = 1.5 \times \frac{586}{760} \times \frac{298}{24 + 273}$$

$$V_s = 1.16 \text{ m}^3$$

$$\frac{\text{mg}}{\text{m}^3} = \frac{14.163}{1.16}$$

$$\frac{\text{mg}}{\text{m}^3} = 12.2099$$

De esta forma conocemos la concentración -
existente en esta atmósfera saturada.

DETERMINACION DE LA EFECIENCIA DEL EQUIPO:

Como se observa en las condiciones de la at
mósfera saturada, se colocaron 16.00 mg de producto
técnico en 10.00 g de inerte, haciéndole pasar 1.5
 m^3 de aire, de los cuales fueron absorbidos en el di-
solvente 14.163 mg , por lo que nos da una eficien--
cia de:

$$\text{Eficiencia} = \frac{14.163 \text{ mg}}{16.00 \text{ mg}} \times 100 \%$$

$$\text{Eficiencia} = 88.51 \%$$

Cabe señalar que esta determinación se realizó con un gasto de aire de 5.0 l./min

SOLUCION MUESTRA 2:

Condiciones atmósfera saturada:

gr. inerte ROB:	10.0 g
gr. P.M.:	0.016 g
m ³ de aire:	1.5 m ³
Flujo de aire:	3.0 l./min.

Determinación de P.M. en la atmosfera saturada:

Esta determinación se lleva acabo, como lo establece la técnica de análisis, en el apartado 4.4.

Area Muestra 2: 2841866.66
 Area Estándar: 3851712.00

$$\text{mg } M_2 = \frac{A.M_2 \times \text{mg } S.}{A.S.}$$

$$\text{mg } M_2 = \frac{2841866.66 \times 21.645}{3851712}$$

$$\text{mg } M_2 = 15.97 \text{ mg}$$

Para la conversión del volumen de aire a -
 condiciones estándar, 25°C y 760 mmHg. tenemos:

$$V_s = V \times \frac{P}{760} \times \frac{298}{(T + 273)}$$

$$V_s = 1.5 \times \frac{586}{760} \times \frac{298}{(24 + 273)}$$

$$V_s = 1.16 \text{ m}^3$$

$$\frac{\text{mg}}{\text{m}^3} = \frac{15.97}{1.16}$$

$$\frac{\text{mg}}{\text{m}^3} = 13.76$$

De esta forma se conoce la concentración -
existente en esta atmósfera saturada.

DETERMINACION DE LA EFICIENCIA DEL EQUIPO:

Como se aprecia en las condiciones de la atmósfera saturada, se colocaron 16.00 mg de producto-técnico en 10.0 gr. de inerte, haciendole pasar 1.5 m³ de aire, de los cuales se absorbieron en el disolvente 15.97 mg, por lo que nos da una eficiencia de:

$$\text{Eficiencia} = \frac{15.97 \text{ mg}}{16.00 \text{ mg}} \times 100 \%$$

$$\text{Eficiencia} = 99.81 \%$$

Cabe recordar que esta determinación se realizó, con un gasto de aire de 3.0 l / min.

Esto nos muestra que el equipo ofrece una eficiencia de lavado muy alta, cuando es operado a velocidades bajas.

En la tabla 5.2.1 se muestran los resultados obtenidos, al haber variado el flujo de aire, de 3 - 11 l/min.

Tabla 5.2.1

Flujo de aire l/min	Eficiencia Equipo %
3	99.81
5	88.50
7	73.30
9	-
11	-

5.3 - DETERMINACION EN PLANTA:

En el presente apartado nos abocaremos a la determinación de Paratión Metílico en el ambiente laboral, en las áreas que corresponden a la formulación, el envasado y el almacenamiento de este producto; es recomendable seguir los pasos que se determinaron en los apartados anteriores, 5.1 y 5.2, buscando siempre las condiciones óptimas de operación para la determinación y análisis correctos de este producto, no olvidemos que en el apartado anterior (5.2), se maneja una atmósfera saturada ideal, donde se conocían a ciencia cierta todos y cada uno de los parámetros de operación, así como, todos sus componentes; cantidad de inerte, cantidad de producto técnico, flujo de aire, etc.; por lo que ahora todas estas condiciones van a resultar alteradas, y consecuentemente los resultados y conclusiones serán diferentes, ya que se desconoce la cantidad de producto en este recinto, tomando en cuenta que puede tener su origen ya sea por acumulación o arrastre de vapores que se hayan liberado en cualesquiera de estas tres operaciones.

Es muy importante no perder de vista que en el momento de llevar a cabo el muestreo, se realice en una zona confiable, en la representación de la

existencia de Paratión Metílico en esta área, ya que si se realiza el muestreo junto a la boquilla de envaseado, lógicamente encontraremos una cuantificación de Paratión Metílico totalmente elevada, lo que nos lleva a obtener un dato de resultado totalmente erróneo y falso; ahora, si por el contrario se determina el área de muestreo donde no exista ninguna de estas tres operaciones, lógicamente no se encontrarán trazas de este producto, lo que nos origina nuevamente un resultado totalmente erróneo y falso; por esta razón es muy importante determinar con exactitud, el área de muestreo, para poder obtener un valor de concentración existente en el ambiente laboral real.

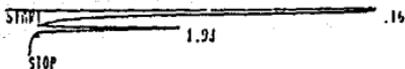
Cabe recordar que el límite permisible de concentración de Paratión Metílico en el ambiente laboral en un periodo de 8 hrs. de trabajo corresponde a 0.2 mg /m^3 (TWA). (23)

MUESTREO EN EL AREA DE FORMULACION

CONDICIONES DE OPERACION:

- Atenuación:	7
- Ancho de pico:	0.2
- Sensibilidad:	2
- Temperatura de inyección:	160°
- Temperatura de detector:	250°
- Temperatura de columna:	140°
- Flujo de N ₂ 1/min:	2.4

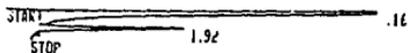
Cromato grama	Solución	mg. P.M.	Area	Cant. inyec. μl
1	Estándar	0.6147	1802500	2
2	Estándar	0.6147	1826200	2
3	Estándar	0.6147	1753500	2
4	Muestra	0.2203	692940	2
5	Muestra	0.2203	637170	2
6	Muestra	0.2203	646580	2
7	Estándar	0.6147	1982100	2
8	Estándar	0.6147	1782600	2



RUN # 1
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	NR/HT	AREA%
0.16	9.9804E+07	15BP	0.197	98.213	
1.93	1302500	1DB	0.296	1.787	

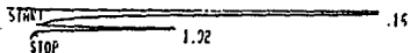
TOTAL AREA= 1.0009E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 2
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	NR/HT	AREA%
0.16	1.0312E+08	15BH	0.205	98.260	
1.92	1026200	TBE	0.297	1.744	

TOTAL AREA= 1.0494E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 3
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA	TYPE	NR/HT	AREA%
0.16	9.7985E+07	15BP	0.195	98.242	
1.92	1753500	TBP	0.296	1.750	

TOTAL AREA= 9.9738E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

Cromatograma	1	2	3
Atenuación	7	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2	0.2
Sensibilidad	2	2	2
Cant. inyectada μ l	2	2	2
Flujo N ₂ l/min.	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyección	160	160	160
Tiemp. retención P.M.	1.93	1.92	1.92
mg de P.M.	0.6147	0.6147	0.6147

START _____ .16
IF 1
STOP

RUN # 4
WORKFILE ID: 0
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.16	1.0743E+09	15BH	0.213	99.355
1.94	62940	T08	0.292	0.641

TOTAL AREA= 1.0812E+08
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START _____ .16
IF 1.94
STOP

RUN # 5
WORKFILE ID: 0
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.16	1.0152E+08	15BH	0.202	99.376
1.94	637170	T08	0.272	0.624

TOTAL AREA= 1.0215E+08
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START _____ .12
IF 1.94
STOP

RUN # 6
WORKFILE ID: 0
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.02	8928	D01	0.458	0.009
0.12	1.0677E+08	15BH	0.212	99.390
1.94	646500	T08	0.269	0.602

TOTAL AREA= 1.0743E+08
MUL FACTOR= 1.0000E+00 125

Cromatograma	4	5	6
Atenuación	7	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2	0.2
Sensibilidad	2	2	2
Cant. inyectada μ l	2	2	2
Flujo N ₂ ml/min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyección	160	160	160
Tiemp. retención P.M.	1.94	1.94	1.94
mg de P.M.	0.22	0.22	0.22

START _____ .11
STOP _____ 1.38

RUN # 7
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.11	1.1502E+08	15BH	0.230	98.317
1.98	1982100	1BB	0.305	1.603

TOTAL AREA= 1.1780E+08
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START _____ .16
STOP _____ 1.91

RUN # 8
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.16	1.0200E+08	15BH	0.203	98.282
1.91	1782600	1BB	0.296	1.718

TOTAL AREA= 1.0379E+08
MUL FACTOR= 1.0000E+00

Cromatograma	7	8
Atenuación	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2
Sensibilidad	2	2
Cant. inyectada μ l	2	2
Flujo N ₂ l/min	2.4	2.4
Temp. detector	250	250
Temp. columna	140	140
Temp. inyección	160	160
Tiemp. retención P.M.	1.90	1.91
mg. de P.M.	0.6147	0.6147

SOLUCION ESTANDAR

Peso producto técnico: 0.683 mg

0.683 mg * 90.0 % pureza = 0.6147 mg al 100 %

Areas Promedio		Promedio áreas Estándar
Estándar	1794066.66	
Muestra	658896.66	1838208.33
Estándar	1882350.00	

SOLUCION MUESTRA

Area muestra: 658896.66

Area estándar: 1838208.33

$$\text{mg M.} = \frac{\text{A.M.} \times \text{mg S.}}{\text{A.S.}}$$

$$\text{mg M.} = \frac{658896.66 \times 0.6147}{1838208.33}$$

$$\text{mg. M.} = 0.2203 \text{ mg}$$

$$V_s = V \times \frac{P}{760} \times \frac{298}{(T + 273)}$$

$$V_s = 1.8 \times \frac{586}{760} \times \frac{298}{(28 + 273)}$$

$$V_s = 1.37 \text{ m}^3$$

$$\frac{\text{mg. M.}}{V_s} = \frac{0.2203 \text{ mg}}{1.37 \text{ m}^3} = 0.1608 \text{ mg /m}^3$$

De esta manera se determina la presencia de Paratión Metílico en el área de FORMULACION, que corresponde a 0.1608 mg /m^3 , el cual está por abajo del límite permisible, que corresponde a 0.2 mg /m^3 .

MUESTREO EN EL AREA DE ENVASADO

CONDICIONES DE MUESTREO:

- Atenuación:	7
- Ancho de pico:	0.2
- Sensibilidad:	2
- Temperatura de inyección:	160°
- Temperatura de detector:	250°
- Temperatura de columna:	140°
- Flujo de N ₂ 1/min :	2.4

Cromato grama	Solución	mg PM.	Area	Cant. inyec. μl
1	Estándar	0.7569	1925400	2
2	Estándar	0.7569	2014500	2
3	Estándar	0.7569	1898900	2
4	Muestra	0.5511	1393900	2
5	Muestra	0.5511	1329100	2
6	Muestra	0.5511	1305600	2
7	Estándar	0.7569	1757200	2
8	Estándar	0.7569	1727600	2

START _____ .18
 IF _____ 1.94
 STOP

RUN # 1
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.18	9.2492E+07 TSDH	0.184	37.961
	1.94	1925400 TBP	0.296	2.039

TOTAL AREA= 9.4417E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

START _____ .13
 IF _____ 1.94
 STOP

RUN # 2
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.18	1.0300E+08 TSDH	0.205	98.082
	1.94	2014500 TBP	0.300	1.910

TOTAL AREA= 1.0502E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

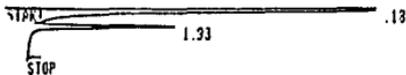
START _____ .18
 IF _____ 1.94
 STOP

RUN # 3
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.18	9.3212E+07 TSDH	0.185	38.004
	1.94	1098900 TBP	0.227	1.227

TOTAL AREA= 9.5111E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

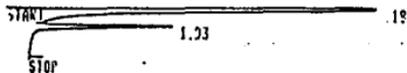
Cromatograma	1	2	3
Atenuación	7	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2	0.2
Sensibilidad	2	2	2
Cant. inyectada μ l	2	2	2
Flujo N ₂ l/min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyección	160	160	160
Tiemp. retención P.M.	1.94	1.94	1.94
mg de P.M.	0.7569	0.7569	0.7569



RUN # 4
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.18	9.2205E+07 1SDB	0.183	98.511
	1.93	1393900 1DB	0.232	1.488

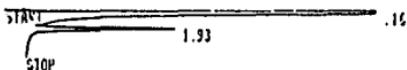
TOTAL AREA= 9.3679E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 5
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.18	8.6877E+07 1SDB	0.173	98.493
	1.93	1329100 1DB	0.229	1.507

TOTAL AREA= 8.8207E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 6
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
	0.16	9.4410E+07 1SDB	0.188	98.636
	1.93	1305600 1DB	0.220	1.364

TOTAL AREA= 9.5715E+07
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

Cromatograma	4	5	6
Atenuación	7	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2	0.2
Sensibilidad	2	2	2
Cant. inyectada μl .	2	2	2
Flujo N_2 l/min.	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyección	160	160	160
Tiemp. retención P.M.	1.93	1.93	1.93
mg. de P.M.	0.551	0.551	0.551

START _____ .16
ST007 _____ 1.93

RUN # 7
WORKFILE ID: B
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.16	1.0114E+00	TSEH	0.291	90.29%
1.93	1757200	ITBB	0.291	1.70%

TOTAL AREA= 1.0290E+00
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START _____ .10
IF _____ 1.94
STOP

RUN # 8
WORKFILE ID: D
WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.18	9.8053E+07	TSMH	0.195	98.26%
1.94	1727600	TBB	0.296	1.73%

TOTAL AREA= 9.2781E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00

Cromatograma	7	8
Atenuación	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2
Sensibilidad	2	2
Cant. inyectada μl	2	2
Flujo N_2 l/min	2.4	2.4
Temp. detector	250	250
Temp. columna	140	140
Temp. inyección	160	160
Tiemp. retención P.M.	1.93	1.94
mg de P.M.	0.7569	0.7569

SOLUCION ESTANDAR

Peso producto técnico: 0.841 mg

0.841 mg. \times 90.0 % pureza = 0.7569 mg al 100 %

Areas Promedio

Promedio áreas Estandar

Estándar 1946266.66

Muestra 1342866.66

Estándar 1742400.00

1844333.33

SOLUCION MUESTRA

Area muestra: 1342866.66

Area estándar: 1844333.33

$$\text{mg. M.} = \frac{\text{A.M.} \times \text{mg.S.}}{\text{A.S.}}$$

$$\text{mg. M.} = \frac{1342866.66 \times 0.7569}{1844333.33}$$

$$\text{mg. M.} = 0.5511 \text{ mg}$$

$$V_s = V \times \frac{P}{760} \times \frac{298}{(T + 273)}$$

$$V_s = 1.5 \times \frac{586}{760} \times \frac{298}{(28 + 273)}$$

$$V_s = 1.14 \text{ m}^3$$

$$\frac{\text{mg. M.}}{V_s} = \frac{0.551 \text{ mg}}{1.14 \text{ m}^3} = 0.483 \text{ mg / m}^3$$

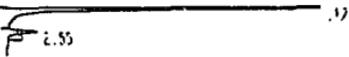
De esta manera se determina la presencia de Paratión Metílico en el área de envasado, con una concentración de 0.483 mg / m^3 , que sobre pasa el límite permisible de 0.2 mg / m^3 .

MUESTREO EN EL AREA DE ALMACENAMIENTO

CONDICIONES DE OPERACION:

- Atenuación:	7
- Ancho de pico:	0.2
- Sensibilidad:	2
- Temperatura de inyección:	160°
- Temperatura de detector:	250°
- Temperatura de columna:	140°
- Flujo de N ₂ 1 /min :	2.4

<u>Cromatogra</u> <u>ma</u>	<u>Solución</u>	<u>mg. P.M.</u>	<u>Area</u>	<u>Cant. inyec.</u> <u>μl.</u>
1	Estándar	0.8766	1907000	2
2	Estándar	0.8766	1903000	2
3	Estándar	0.8766	1931400	2
4	Muestra	0.000	-	2
5	Muestra	0.000	-	2
6	Muestra	0.000	-	2
7	Estándar	0.8766	1996400	2
8	Estándar	0.8766	2005100	2

START  .17

STOP

RUN # 1

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.17	9.5475E+07	TSUB	0.184	98.042
2.55	1907000	BB	0.381	1.958

TOTAL AREA= 9.7302E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START  .17

STOP

RUN # 1

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.17	9.0150E+07	TSUB	0.189	98.028
2.55	1903000	BB	0.302	1.202

TOTAL AREA= 1.0005E+08
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START  .17

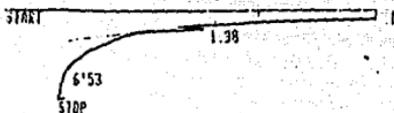
STOP

RUN # 1

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.17	9.7329E+07	TSUB	0.187	98.054
2.55	1231400	BB	0.382	1.946

TOTAL AREA= 9.9260E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00 1.4%

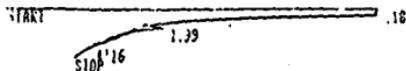
Cromatograma	1	2	3
Atenuación	7	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2	0.2
Sensibilidad	2	2	2
Cant. inyectada μ l.	2	2	2
Flujo N ₂ l / min.	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyección	160	160	160
Tiemp. retención P.M.	2.55	2.55	2.55
mg de P.M.	0.876	0.876	0.876



RUN # 4
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.18	1.3368E+08	TSEP	0.266	100.000
1.90	0	TBP	0.000	0.000

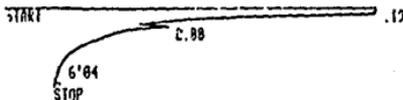
TOTAL AREA= 1.3368E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 5
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.18	1.0201E+08	TSDH	0.205	100.000
1.99	0	TBB	0.000	0.000

TOTAL AREA= 1.0201E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00

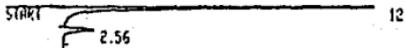


RUN # 6
 WORKFILE ID: B
 WORKFILE NAME:

AREA%	RT	AREA TYPE	AR/HT	AREA%
0.19	1.0128E+08	TSPR	0.202	100.000
2.00	0	TBP	0.000	0.000

TOTAL AREA= 1.0128E+08
 MUL FACTOR= 1.0000E+00 1.43

Cromatograma	4	5	6
Atenuación	7	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2	0.2
Sensibilidad	2	2	2
Gant. inyectada μ l	2	2	2
Flujo N_2 : l / min	2.4	2.4	2.4
Temp. detector	250	250	250
Temp. columna	140	140	140
Temp. inyección	160	160	160
Tiemp. retención P.M.	1.98	1.99	2.00
mg de P.M.	0.00	0.00	0.00

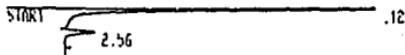
START  12

STOP

RUN # 7

AREA%	RT	AREA TYPE	AK/HT	AREA%
0.12	9.3942E+07	15PP	0.181	97.919
2.56	1996400	TBB	0.582	2.081

TOTAL AREA= 9.5938E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00

START  .12

STOP

RUN # 8

AREA%	RT	AREA TYPE	AK/HT	AREA%
0.12	9.0686E+07	15UP	0.175	97.837
2.56	2005100	TBB	0.300	2.163

TOTAL AREA= 9.2691E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00

Cromatograma	7	8
Atenuación	7	7
Ancho de pico	0.2	0.2
Sensibilidad	2	2
Cant. inyectada μ l	2	2
Flujo N ₂ l / min	2.4	2.4
Temp. detector	250	250
Temp. columna	140	140
Temp. inyección	160	160
Tiemp. retención P.M.	2.56	2.56
mg de P.M.	0.876	0.876

SOLUCION ESTANDAR

Peso producto técnico: 0.974 mg

0.974 mg x 90.0 % pureza = 0.8766 mg al 100 %

Areas Promedio		Promedio áreas Estándar
Estándar	1913800	
Muestra	-	1957275
Estándar	200075	

SOLUCION MUESTRA

Area muestra: -
Area estándar: 1957275

$$\text{mg. M.} = \frac{\text{A.M.} \times \text{mg.S.}}{\text{A.S.}}$$

$$\text{mg. M.} = \frac{0.0 \times 0.8766}{1957275}$$

$$\text{mg. M.} = 0.00 \text{ mg}$$

$$V_s = V \times \frac{P}{760} \times \frac{298}{(T + 273)}$$

$$V_s = 1.8 \times \frac{586}{760} \times \frac{298}{(29 + 273)}$$

$$V_s = 1.369 \text{ m}^3$$

$$\frac{\text{mg.M.}}{V_s} = \frac{0.00 \text{ mg}}{1.369 \text{ m}^3} = 0.00 \text{ mg /m}^3$$

De esta manera se determina la ausencia de Paratión Metílico en el área de almacenamiento.

VI.- CONCLUSIONES

Después de haber realizado este trabajo pue
do concluir que:

- El Paratión Metílico es un insecticida de elevada toxicidad, por vía oral o dérmica, por lo que su manejo requiere de un elevado control de seguridad para no dañar a los humanos, animales y el medio ambiente.

- Se determina que la cantidad mínima detectable de Paratión Metílico por cromatografía de gases con detector de ionización de flama, corresponde a - 0.006 mg /ml de solución, utilizando como disolvente acetona.

Se insiste en el análisis cromatográfico-gas-líquido, por ser uno de los métodos más precisos en la determinación de insecticidas organo-fosforados como lo es el Paratión Metílico.

- Como era de esperarse, se comprueba que el equipo ofrece una eficiencia de mayor absorción a velocidades bajas, como se aprecia en los resultados obtenidos:

Flujo de aire l/min	Eficiencia equipo %
3	99.81
5	88.50
7	73.30
9	-
11	-

Lo que nos permite ver que la técnica de análisis, es la indicada para esta determinación, ya sea en el ambiente laboral como en el medio ambiente.

- Se determinan las concentraciones de Paratión Metílico en las áreas de:

Formulación: 0.1608 mg /m^3 ; la cual no representa ningún problema de contaminación al medio ambiente.

Envasado: 0.483 mg /m^3 ; la cual sobre pasa el límite permisible, lo que representa un severo peligro para la salud del trabajador, por tal motivo se solicita a las autoridades competentes la solución de dicho problema.

Almacenamiento: En esta área se determina la ausencia de Paratión Metílico, por lo que no representa ningún peligro de contaminación al medio ambiente.

VII.- BIBLIOGRAFIA

- (1) - J.M. Carrasco Dorrien
E. Primo Yufera
Química Agrícola II
Ed. Alhambra
- (2) - W.T. Thomson
Agricultural Chemicals
Book I; Insecticides, acaricides and
ovicides
Thomson Publications 1982-1983
- (3) - Industrial Productions and Formula--
tions of Pesticides in developing -
countries.
Volumen I; General principles and -
formulation of pesticides.
- (4) - J. Henriet, J.F. Lovett, Amart J.N.
CIPAC Handbook
Volumen Ib; Analysis of technical -
and formulated pesticides

- (5) - Donald E.H. Frear
Pesticide Handbook
Ed. Tuma.
- (6) - Bonell J.E.
Pesticides Residue Analysis Handbook
Varian Aerograph
U.S.A. 1986
- (7) - Manual de Pesticidas autorizados para 1986
S.A.R.H. 1986
- (8) - Dr. Luis Blas
Química de los insecticidas
2a. Edición, 1961
Ed. Aguilar S.A.
- (9) - Shell international chemical Company
For group use only guidelines for -
agrochemical product stewardship
Shell Agriculture
- (10) - Dravio M.V.
Cromatografía de gases
Tomo I y II
Ed. Alhambra
España 1973
- (11) - Jones R.A.
An Introduction to gas- liquid Chroma
tography
Academic Press

- New York 1970
- (12) - Kóvatz E.
Column Chromatography
Swiss Chemists Association
Draw 1970
- (13) - Mc. Nair H. N.
Gas Chromatography Equipment II
J. Chromatog. Sci. 16 : 578
- (14) - Storch de García y Asensio J.M.
Fundamentos de la Cromatografía de
gases.
2a. Edición
Ed. Alhambra
Madrid 1975
- (15) - Baker W.J.
Lee, E.W. Gas Chromatography
Academic Press.
New York 1972
- (16) - American Foundrymens Society
Sampling and Analysis for Pollutants
in Foundry Air Pollution Control Ma-
nual
2a. Edición 1967
- (17) - Glayton G.D.
Determination of Atmospheric Contami-
nants

Am. Gas Assoc. 1953

- (18) - Feldstein M.
Analytical Methods for Air Pollutants
in Progress in Chemical Toxicology
Academic Press
New York 1963
- (19) - First M.W.
Sampling and Measurements
Environ Res. 2:2 Febrero 1969
- (20) - Henderson J.S.
Ambient Air Sampling Instruments, -
Program Costs and Applications
Am. Paper Ind. 51:10 Octubre 1969
- (21) - Perry and Chilton
Manual del Ingeniero Químico
Quinta Edición (2a. edición en espa-
ñol)
Volumen I
Ed. Mc Graw Hill
- (22) - The Merck Index and Encyclopedia of-
Chemical and Drugs
Rahway, N.J. U.S.A. 1968
Eighth Edition
- (23) - TLVS
Threshold Limit Values for Chemical

Substances in the Work Environment
Adopted by ACGIH
For 1987 - 1988

- (24) - Gran Sopena
Diccionario Enciclopédico
Ed. Ramón Sopena S.A.
Grolier International Inc.
- (25) - Alonso R. Gennaro Ph.D.
Audrey Hart Nora, M.D., M.P.H.
Diccionario Enciclopedico de las Ciencias Médicas
4a. Edición
1a. Edición en español
Mc Graw Hill