



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA  
DE MEXICO

*Facultad de Química*

DETERMINACION POR CROMATOGRAFIA  
GAS LIQUIDO DE PESTICIDAS  
RESIDUALES EN PAPA

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:  
Q U I M I C O  
P R E S E N T A :  
ANA ACOSTA VARGAS



Universidad Nacional  
Autónoma de México



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

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

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

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

Tesis

LAS \_\_\_\_\_

• DO \_\_\_\_\_

• FECHA \_\_\_\_\_ 1976

• PROC \_\_\_\_\_

• \_\_\_\_\_



QUÍMICA

<b>PRESIDENTE</b>	<b>PROF. MANUAL GAVALDON</b>
<b>VOCAL</b>	<b>PROF. ARMANDO MANJARREZ</b>
<b>SECRETARIO</b>	<b>PROF. MAURO CRUZ</b>
<b>1er. SUPLENTE</b>	<b>PROF. ALBERTO OBREGON</b>
<b>2do. SUPLENTE</b>	<b>PROF. CARLOS ROMO</b>

**Sitio donde se desarrolló el tema:**

**LABORATORIO DE LA COMPAÑIA NESTLE, S.A.**

**Sustentante: ANA ACOSTA VARGAS**

**Asesor del tema: PROF. MAURO CRUZ M.**

A mi Madre con cariño  
y agradecimiento

A la memoria de mi Padre

A todos mis hermanos

A mi esposo con amor

A mi hija Ana Alejandra

A mi hermana Ma. Magdalena

por su valiosa ayuda

**A todo el personal del**

**Laboratorio de la Cía. Nestlé, S.A.**

**A mis amigos**

# I N D I C E

1 - INTRODUCCION.	2
2 - GENERALIDADES.	7
3 - CROMATOGRAFIA EN FASE VAPOR.	32
4 - PARTE EXPERIMENTAL.	50
5 - RESULTADOS Y DISCUSION.	73
6 - CONCLUSIONES Y OBSERVACIONES.	81
ANEXO.	86
BIBLIOGRAFIA.	116

CAPITULO 1

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

## 1 - INTRODUCCION

Las pérdidas en la economía Nacional se debe en gran parte al ataque de los insectos sobre los productos agrícolas, se estima que numéricamente los insectos forman un 70% a 80% de todos los animales vivos del mundo, formando el grupo más notable debido a su extrema diversidad de formas y plasticidad de hábitos.

De las estimaciones realizadas acerca del daño causado por los insectos en diversas partes del mundo, surgió la práctica del empleo de pesticidas, técnica que durante los últimos treinta años ha tenido grandes progresos<sup>(2)</sup>.

El uso de pesticidas es importante para la protección de los cultivos, ya que frecuentemente constituye el único camino por el cual se pueden evitar las pérdidas económicas de las cosechas. Más

sin embargo, ésto trae consigo dos factores importantes: el incremento y el desarrollo generalizado de la resistencia de insectos a los agentes químicos de control. Y el peligro asociado a la persistencia y por lo tanto al incremento de los residuos de estas sustancias químicas en los alimentos <sup>(2)</sup>.

Este último punto es el tema del cual nos vamos a ocupar, debido a la importancia que tiene el hecho de controlar los residuos de pesticidas existentes en los alimentos. Los riesgos de contaminación a causa de estos residuos se pueden presentar bajo varios puntos de vista <sup>(3)</sup>.

- a) El ambiente circundante sobre la degradación de los pesticidas: degradación en el medio acuoso, en los suelos, etc.
  
- b) Los fenómenos de desintoxicación en los animales.

c) Los fenómenos de desintoxicación en los vegetales.

Tanto el aire y el agua pueden servir como depósito de contaminantes, pero al mismo tiempo las reacciones físico químicas como la fotólisis e hidrólisis, producen degradación, especialmente de los pesticidas organofosfatados.

Los suelos son los mayores depósitos de con-  
taminantes; a partir de los suelos las plantas ab-  
sorben un buen número de pesticidas, herbicidas e  
insecticidas que alcanzan las partes altas de las  
plantas de donde son ingeridos por los animales, a  
cumulándose en sus tejidos grasos<sup>(3)</sup>.

El panorama general descrito de la persistencia de pesticidas en los alimentos nos ha llevado a desarrollar el presente estudio, en el cual se tratan los diversos aspectos involucrados en la

determinación de pesticidas residuales en la papa o patata ( *Solanum tuberoso* ). La selección de este tubérculo fué en base a la consideración de ser un alimento muy útil y además básico para el hombre. La técnica empleada fue la de  cromatografía en fase vapor ( CFV ) debido a la gran sensibilidad que presenta, siendo posible detectar  cantidades del orden de centésimas de ppm. \*

CAPITULO 2

GENERALIDADES

## 2 - GENERALIDADES

### 2.1 - Papa ( Solanum tuberoso )

La historia registra la papa desde 200 años A.C. siendo entonces cultivada en las areas montañosas del Perú. Por muchos cientos de años sirvió como fuente primaria de alimentación a los indigenas, deshidratándola para proveerse en los tiempos de carestía.

Cuando los españoles llegaron al nuevo mundo la papa fué ampliamente distribuida a través de Sudamérica, América Central, México e incluso la parte Sur de Estados Unidos. Después fué transportada a Europa llegando a extenderse hasta Africa, Asia y Oceanía.

La papa representa una de las mayores cosechas en el mundo debido a que es relativamente barata y crece en una amplia variedad de climas y sue -

los. Aunque la mayor parte de la papa se emplea en la alimentación del hombre, grandes cantidades son empleadas para la alimentación de ganado, para producir almidón y en la manufactura de alcohol<sup>(1)</sup>.

A continuación se dan algunos datos respecto a la composición y valor nutritivo de la papa <sup>(1)</sup>.

TABLA 2.1-1  
ANALISIS APROXIMADO DE PAPA

	Promedio %	Rango %
Agua	77.5	63.2-86.9
Sólidos totales	22.5	13.1-36.8
Proteínas	2.0	0.7-4.6
Grasa	0.1	0.02-0.96
Carbohidratos	19.4	13.3-30.53
Fibra cruda	0.6	0.17-3.48
Cenizas	1.0	0.44-1.9

El almidón comprende del 65 al 80% del peso seco de la papa y calóricamente es el componente nutritivo más importante.

TABLA 2.I-II

COMPOSICION DE LAS CENIZAS DE PAPA (i).

	Promedio %	Rango %
$K_2O$	56	43.95-73.61
$P_2O_5$	15	6.83-27.14
$SO_3$	6	.0.44-10.96
$MgO$	4	1.32-13.58
$Na_2O$	3	0.07-16.93
$CaO$	1.5	0.42-8.19
$SiO_2$	1	0.16-8.11

TABLA 2.1-III

VALOR NUTRITIVO EN 100 GRAMOS DE PESO NETO(4).

	Papa amarilla	Papa (promedio)
Porción comestible	82%	82%
Calorías	90	76
Proteínas	1.7g	1.6g
Grasa	0.1g	0.1g
Carbohidratos	20.9g	17.5g
Calcio-	11 mg	13 mg
Hierro	2.13mg	2.72mg
Tiamina	0.09mg	0.07mg
Riboflavina	0.05mg	0.03mg
Niacina	2.0mg	1.1 mg
Acido Ascórbico	17.0 mg	15.0 mg
Retinol Equiv.	1.1 mcg	0.0mcg

TABLA 2.1-IV

VALOR NUTRITIVO POR RACION ( 4 )

Cantidad	Sopa de papa	Puré de papa
	1 ración	1 ración
Calorías	86	113
Proteínas	1.1 g	2.8 g
Grasa	5.0 g	6.0 g
Carbohidratos	9.6 g	12.6 g
Calcio	23 mg	66 mg
Hierro	1.49mg	1.83mg
Tiamina	0.05mg	0.06mg
Riboflavina	0.02mg	0.07mg
Niacina	0.7 mg	0.7 mg
Acido Ascórbico	11.0mg	9.0 mg
Retinol Equiv.	134.0 mcg	56.0 mcg

NOTA: Un microgramo equiv. de retinol = 1 mcg de retinol=9 mcg de caroteno ó a 3 UI de actividad de retinol.

TABLA 2.1-V

CONTENIDO DE AMINOACIDOS INDISPENSABLES POR 100g DE PROTEINA (4)

lisina	5.0	leucina	4.80
Isoleucina	4.60	triptofano	0.80
Treonina	3.60	Meteonina	1.60
Valina	4.80	Fenil-alanina	5.40

## 2.2 - Cultivo de papa y pesticidas aplicados.

Las muestras de papa que se emplearon en el presente estudio provienen indistintamente de las regiones de Silao y Zamora en el Estado de Guanajuato. La papa que se cultiva es la variedad "ALFA" ( papa amarilla ) cuyo rendimiento está entre 15 y 20 toneladas por hectarea.

Los terrenos que se usan para este cultivo deben estar prácticamente libres ( menos de 20 quistes por 100g de suelo ), de nemátodos dorados ( *Heterodera Rostochiensis* ), debido a que es el causante de la putrefacción del producto.

Los métodos para el control de nemátodos, incluyen la introducción de plantas resistentes a ellos, hongos que los ataquen, cultivos precoces, rotación de cultivos, o mediante el empleo de agentes químicos. Este último método afecta a todos los or

ganismos que habitan el suelo tratado y la reinfección de nemátodos ( después del tratamiento ) puede alcanzar gran desarrollo por la ausencia temporal de sus parásitos naturales u otros microorganismos, lo que ocasiona un aumento de población fuera de límite<sup>(2)</sup>.

En la región de Silao se tiene este problema y para minimizar esta plaga se hace una rotación con cultivos de cereales ( maíz, sorgo y trigo ), ó sea que en los tres años anteriores al cultivo de papa no debió haber existido otro de la misma especie. Esta región no puede producir para para semilla, ya que sería virulenta, propiciando con ésto una contaminación mayor y extensión a otras Zonas.

Con el objeto de conocer que plaguicidas se están empleando en el cultivo de papa en la Zona de Silao se realizó el presente estudio para -

obtener una referencia de los contaminantes en las muestras bajo estudio.

Así mismo, se obtuvo la información acerca de la forma en que se realiza el cultivo del producto en cuestión: Se usa semilla mejorada y tratada, proveniente de la Asociación Agrícola de Productores de Semilla del Valle de Toluca. Esta se guarda con exposición de luz y humedad relativa alta para graduar la germinación hasta la fecha de la siembra. Se efectúan dos siembras al año, la primera del primero al quince de diciembre, y la segunda entre julio y agosto; al sembrar la papa se le practica un corte sobre el cual se aplica una megcla de talco ó cemento y un fungicida ( Cap tan ) para evitar la pudrición de la semilla y además sobre la tierra, no en la papa, se aplica un insecticida ( Aldrin ), un fungicida ( PCNB ), y algún fertilizante foliar.

En el mes de febrero, cuando aparece el pul

gón ( *Mysus persicae* ), se aplican tres plaguicidas juntos por aspersión: un insecticida ( Tamarón, Azodrín ó Nuvacrón ), un fungicida ( Manzate, Trio - xil ó Captan ) y otro fertilizante foliar ( Cotto - fox ).

En la floración, aproximadamente en marzo, se emplea como insecticida Guzatió n metílico contra la palomilla de la papa, catarina y mosca blanca.

Al remover la planta en abril para prevenir el ataque de la palomilla se usa otro insecticida - ( Rogor ) contra el pulgón.

La papa comercial rociada con un antigerminante ( Clorprofan ) se guarda al abrigo de la luz para evitar la fotosíntesis de clorofila y la consiguiente formación de zonas verdes.

En la tabla 2.2-1, se indican las plagas -

más comunes del cultivo de papa, el plaguicida empleado para combatirlo, dosis, época y método usado. En la tabla 2,2-II se presentan las recomendaciones de la Sria. de Agricultura y Ganadería ( Dirección Gral. de Sanidad Vegetal ) para el ciclo - - 1975; y por último en la tabla 2.2-III los datos generales de los plaguicidas empleados en el cultivo estudiado.

El valor LD-50 es la dosis de producto químico que puede eliminar a la mitad de los animales en prueba bajo condiciones idénticas. Los valores LD-50 pueden variar por muchas causas: la susceptibilidad del animal, pureza del producto químico, - temperatura, dieta, etc. Por tal razón no es de extrañar la variabilidad de los datos publicados<sup>(2)</sup>.

TABLA 2.2-I

PLAGAS COMUNES EN EL CULTIVO DE PAPA

PLAGA	PLAGUICIDA	DOSIS	EPOCA	METODO
Putrefacción de la semilla.	CAPTAN	1 Kg I.A. 5 Kg de cemento o talco.	Al practicar el corte de la semilla y plantar.	Se coloca la mezcla en polvo sobre la herida.
Plagas del suelo (gusano de alambre, gallina ciega, lombrices y cochinillas.	ALDRIN	2 a 2.5 kg de I.A. por hectarea.	En la siembra junto con el fertilizante.	Directamente en el suelo.
Rysoctonias.	PCNB	22.5 a 30 Kg por hectarea de I.A.	En la siembra junto con el fertilizante.	Directamente en el suelo.
Pulgón (Mysus persicae)	TAMARON AZODRIN NUVACRON	0.6 l/Ha. de I.A. 1 l/Ha. Mat. Form. 1 l/Ha. Mat. Form.	Aprox. Febrero	Aspersión
Tizón tardío (Phytophthora infestans).	MANZATE TRIOXIL CAPTAN	2 Kg/Ha. Mat. Form. 14.5-2 Kg/Ha. Mat. Form. 2 a 3 Kg/Ha. Mat. Form.	Aprox. Febrero	Aspersión.

TABLA 2.2-I ( cont. )

PLAGA	PLAGUICIDA	DOSIS	EPOCA	METODO
Fertilizante foliar.	COTOFOX	2 Kg/Ha. . . Mat.Form.	Aprox. Febrero	Aspersión
Palomilla, mosca - blanca y catarina.	GUZATION ME-TILICO.	1 a 1.5 l/Ha. . de Mat. Form.	Floración en Marzo.	Aspersión.
Palomilla de la papa	DDT, DIOTHAN, BHC, GUZATION, CICIAL		Abril ( al quitar la planta ).	Aspersión.
Pulgón.	ROGOR		7 días antes de la cosecha.	Aspersión.
Germinaciones ( papa comercial )	CLORPROFAN	10 ppm, sobre peso de papa.	Mayo a Junio	Aspersión.

TABLA 2.2-II

RECOMENDACIONES DE LA SAG PARA EL CONTROL DE PLAGAS EN EL CULTIVO DE PAPA

NOMBRE COMUN Y TECNICO DE LA PLAGA.	PROD. COMERCIAL	COMPOSICION %	GRAMOS DE I. A. POR Kg ó l.	DOSIS/HECTAREA
Palomilla ( Phthorimaea o perculella ).	Guzati6n M-250	25.0	250	1.5 - 2.0 Kg
	Tamar6n 600	50.0	600	1.0 l
	Thiodan-p. met. (30-15)	30.0-15.0	450	2.5 - 3.0 l
	Parathion m-720	63.7	720	1.0 l
Pulg6n ( Mysis persicae-sulzer ).	Pirimor ( 4 )	50.0	500	0.3 Kg
	Tamar6n 600	50.0	600	1.0 l
	Temik 106	10.0	100	15.0 Kg
	Folimat	83.75	1000	0.5 - 0.75 l

TABLA 2.2-III

PLAGUICIDAS EMPLEADOS EN EL CULTIVO DE LA PAPA

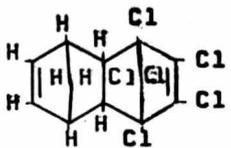
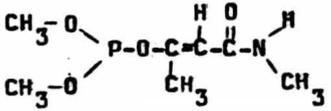
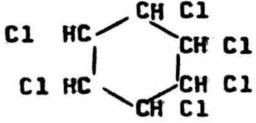
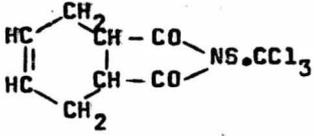
NOMBRE(S)	FUNCION	TIPO	FORMULA	ESTRUCTURA	LD-50
ALDRIN HHDN	Insecticida	Organoclorado.	1,2,3,4,10-hexacloro-1,4,4a,5,8,8a-hexahidro-1,4-endo,exo-5,8-dimetano naftaleno.		55
AZODRIN Monocrotofos.	Insecticida	Organofosfatado.	Dimetil fosfato del 3-hidroxi-n metil cis-crotonamida.		21
BHC	Insecticida	Organoclorado.	1,2,3,4,5,6-hexacloro ciclo hexano. Mezcla de isomeros alfa, beta, gamma, delta y épsilon.		Mezcla-1000 Gamma - 125
CAPTAN	Fungicida	Organoclorado.	Cis-N- (tricloro metil) tio 4 ciclohexeno-1, 2, dicarboximida.		9000-10000

TABLA 2.2-III ( cont. )

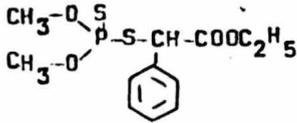
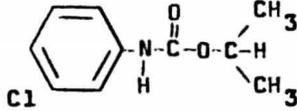
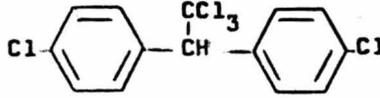
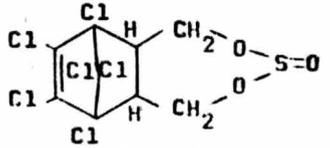
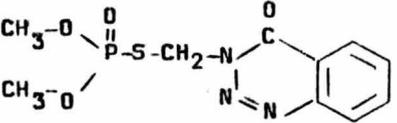
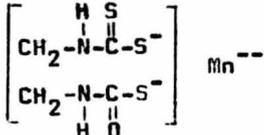
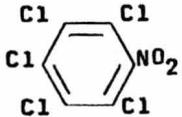
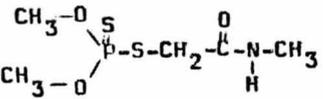
NOMBRE(S)	FUNCION	TIPO	FORMULA	ESTRUCTURA	LD-50
CIDIAL Phentoato Paption	Insecticida	Organofosfa tado.	O-O dimetil S-(alfa e- toxi carbamil benzil ) fosforo ditioato.		134-198
CLORPROFAM Cloro IPC CIPC	Herbicida	Organocloro do.	m clorocarbanilato de isopropil.		3700
DDT Dicofane Gesarol Gesapón Neocid Zerdane	Insecticida	Organocloro do.	1,1,1-tricloro-2,2- bis (p-clorofenil) etano.		113
DIOZHAN. Thiodan Endosulfan	Insecticida	Organocloro do.	6,7,8,9,10,10-hexacló ro-1,5,5,6,9,9 -hexa hidro-6,9-metan 2,4,3, benzodioxatiepín-3-o- xido.		110

TABLA 2.2-III (Cont.)

NOMBRE(S)	FUNCION	TIPO	FORMULA	ESTRUCTURA	LD-50
GUZATION METILICO	Insecticida	Organofosfa tado.	O,O-dimetil-2-(4-oxo-3H-1,2,3-benzotriazi-3-il) metil ditiofosfato.		10-15
MANZATE Maneb Tersan LER Dithane	Fungicida	Carbamato	Etilén bis ditiocarbamato manganoso.		6750
PCNB Terraclor Brassicol	Fungicida	Organoclo- rado.	Pentacloro nitribence- no.		15000
ROGOR Dimethoato Da-fend Cygon	Insecticida	Organofosfa tado.	O,O dimetil 5 (N metil carbamil-metil) fosfo roditioato.		185-245

2.3 - Plaguicidas

*PESTICIDAS*

El término plaguicida o pesticida se refiere a todo producto orgánico ó inorgánico que se emplea para combatir o prevenir la acción de todo agente de origen animal o vegetal que ataque o perjudique a las plantas útiles, sus productos, los animales ó al hombre mismo. De acuerdo al tipo de organismos que destruyen se pueden clasificar como sigue. (2).

PLAGUICIDA

ORGANISMOS QUE DESTRUYE.

Acaricida

Acaros

Alguicida

Algas

Bactericida

Bacterias

Fungicida

Hongos

Herbicida

Maleza

Insecticida

Insectos

Molusquicida

Moluscos

Nematodocida

Nemátodos

Rodenticida

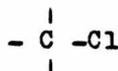
Roedores

Los plaguicidas más empleados son los insecticidas, estos se pueden dividir de acuerdo a su grupo funcional en la siguiente forma<sup>(16)</sup>.

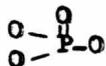
INSECTICIDA

GRUPO FUNCIONAL

Organoclorados



Organofosfatados



Carbamatos



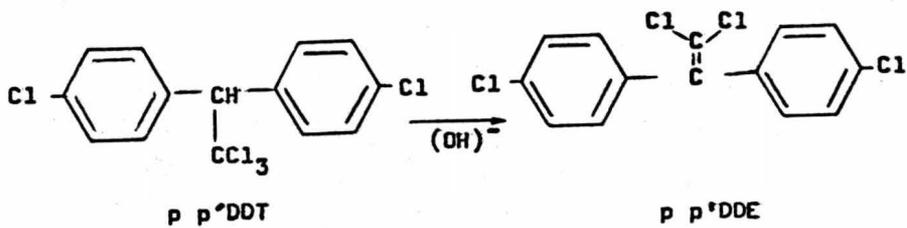
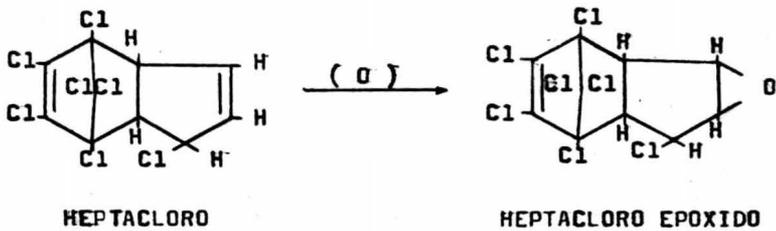
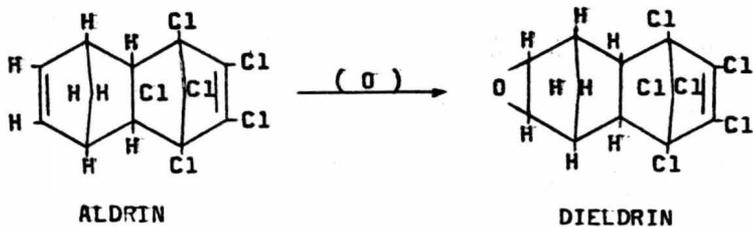
Otra característica importante de estos compuestos químicos es la velocidad con la que se degradan a sustancias menos tóxicas, o sea el tiempo de persistencia. Este varía mucho entre un producto y otro; en los carbamatos es de aproximadamente una semana, para los organofosfatados de una a ocho semanas, y en los organoclorados de dos a cuatro a-

ños. Los dos primeros se degradan rápidamente mientras que los organoclorados tienen una persistencia bastante alta, siendo ésta la razón por la cual se debe poner especial atención en su empleo y por lo tanto se enfocó el presente estudio hacia ellos.

Algunos de los pesticidas tienden a formar metabolitos, los cuales pueden ser más o menos tóxicos que el compuesto original que se aplicó para el control de la plaga. Pueden resultar de las reacciones metabólicas en las plantas o animales ( oxidación, reducción, hidrólisis, esterificación) ó por la acción atmosférica ( luz ultravioleta, oxidación atmosférica ), cuando el compuesto está en contacto con el organismo viviente. / Por esta razón es necesario, cuando se trata de encontrar un determinado pesticida, buscar también sus metabolitos<sup>(21)</sup>.

Algunos de los metabolitos que se forman se describen en la fig. 2.3-I.

FIG. 2.3-1



Se ha calculado que los compuestos orgánicos clorados representan considerablemente más de la mitad del total de los insecticidas que se utilizan en la agricultura de los países en desarrollo, desempeñando un papel vital en la producción de alimentos debido a su bajo costo, seguridad para su uso y almacenamiento. El empleo de otros productos químicos sobrepasaría los recursos financieros actuales de muchos países <sup>(2)</sup>.

Los pesticidas organoclorados son liposolubles y tienden a emigrar y depositarse en los tejidos cerosos de las plantas o en los substratos grasos de los tejidos animales. La contaminación de los alimentos puede ser por uso directo de los compuestos químicos sobre estos, ó como en el caso de los productos lácteos en donde los residuos se encuentran posiblemente en el forraje y se transfieren a través de los animales hasta los productos derivados de ellos <sup>(2)</sup>.

*Handwritten notes:*  
\*Inhalación de H<sub>2</sub>O, Propagación  
y depositarse en los tejidos  
0.004 ppm  
A. P.

70x

El uso repetido de plaguicidas, en especial los organoclorados, causan la contaminación del suelo y la intoxicación del hombre. Multitud de organismos efectúan funciones importantes y necesarias en el suelo: descomponen residuos de animales y plantas así como sustancias orgánicas mejorando las condiciones físicas y liberando nutrientes para las plantas. Algunas sustancias químicas aplicadas al suelo interfieren temporalmente en las funciones de los organismos benéficos. El desarrollo de las nuevas generaciones se efectúa después de que el agente químico se ha disipado del suelo<sup>(2)</sup>.

Los residuos de plaguicidas pueden llegar al hombre a través de los productos agrícolas y animales. Referente a esto último, aunque no hay estudios definidos en cuanto a los daños que produciría una ingestión continua de pesticidas organoclorados, se presume que serían entre otros: Transtornos hepáticos y nerviosos, degeneraciones renales, congestión vascular, traspaso de los residuos de la placenta al

feto y disminución en el desarrollo de éste. En el período de lactancia por medio de la grasa que contiene la leche se transmiten de madre a hijo, posibles propiedades cancerogénicas, y otras que en la actualidad se encuentran en estudio (6,18,19).

Ante esta situación ya algunos países han impuesto tolerancias para los residuos de plaguicidas en los alimentos. En México las Instituciones Oficiales ya se están ocupando de esto y actualmente se prohíbe la importación de Aldrin, Dieldrin y Endrin aunque el Aldrin se continúa usando por existir fabricación nacional.

En relación con los diversos métodos existentes para el análisis de residuos de pesticidas, se puede mencionar que se han desarrollado diferentes métodos basados en diversas técnicas espectrométricas, en capa fina, en polarografía y en cromatografía en fase vapor. Los métodos espectrométricos como el infrarrojo, ultravioleta, visible

y resonancia magnética nuclear, adolecen de baja sensibilidad, de difícil interpretación para determinar más de un componente y de la preparación laboriosa de la muestra por analizar. Los métodos basados en espectrometría de masas proporcionan resultados muy adecuados, pero el costo del equipo es sumamente alto.

Los métodos desarrollados en base a la cromatografía en fase vapor son los más apropiados para estas determinaciones, cualitativa y cuantitativamente, sobre todo, empleando un detector de captura de electrones (  $\text{Ni}^{63}$  ó  $\text{H}^3$  ) el cual es específico para este tipo de sustancias que presentan gran afinidad electrónica. Se obtiene gran sensibilidad y el costo del equipo es razonable.

Las determinaciones de residuos de pesticidas se efectuaron sobre puré de papa deshidratada, el cual se elaboró a partir de papa fresca proveniente de las regiones de Silao y Zamora, con la aplicación de pesticidas descrito.

**CAPITULO 3**

**CROMATOGRAFIA EN FASE VAPOR**

### 3 - CROMATOGRAFIA EN FASE VAPOR

#### 3.1 - Definición.

La cromatografía en fase vapor ( CFV ) es una de las distintas técnicas cromatográficas actuales en la que la fase móvil es un gas y la estacionaria un líquido ó un solido. El primer caso se denomina CFV de partición y el segundo CFV de adsorción\*. El trabajo desarrollado en el presente estudio corresponde al primer caso.

Independientemente del tipo de CFV empleado, el equipo básico necesario se muestra en la fig. 3.1-I. Y la descripción de los componentes se menciona a continuación;

\*..Para un conocimiento más en detalle de ésta técnica se deberá consultar la literatura básica respectiva (8, 9, 22, 23 ).

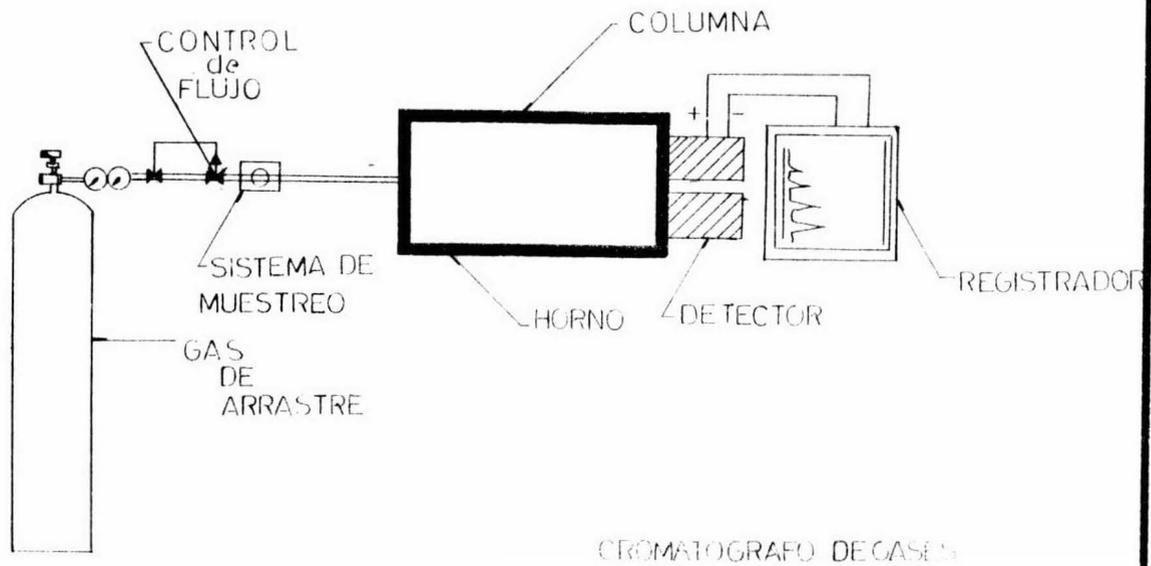


FIG. 3,11

*Doyle*

- Gas de arrastre: Sirve como fase móvil haciendo que la muestra circule por el sistema cromatográfico, debe ser continuo, usándose normalmente N<sub>2</sub>, H, He, Ar, Argón-Metano, dependiendo del detector y tipo de análisis, todos deben ser de una alta pureza<sup>(9)</sup>.

El flujo del gas transportador debe mantenerse a una velocidad constante, pues influye directamente en la eficiencia de la columna, usándose para ésto medidores de precisión y reguladores de flujo.

- Inyector: Es un dispositivo que permite la introducción de la muestra en forma de vapor al sistema cromatográfico.

Las muestras líquidas se introducen mediante microjeringas a través de un diafragma de hule de silicón autosellado ( septum ). La cantidad va

ría de uno a cinco microlitros.

- Columna: Es la parte del cromatógrafo - donde se efectúa la separación. Generalmente consiste en un tubo que puede ser de cobre, acero inoxidable, cuproníquel, aluminio o vidrio, con diámetro y longitud variable empaca con la fase estacionaria más adecuada sobre el soporte sólido seleccionado. La mayoría de los soportes son de tierra de diatomáceas sometidas a algún tratamiento químico ( lavado con ácido, silanizado, etc. ), dependiendo de la fase que se va a utilizar y del porcentaje de la misma (10).

La selección de la fase líquida dependerá de la composición de las muestras, debe tener características físico-químicas semejantes a las muestras de análisis (8).

La columna está en un horno el cual debe tener un control preciso de la temperatura y sepa

rado del bloque de inyección y del horno detector<sup>(9)</sup>.

- Detector: Es la unidad que nos indica la presencia de un componente a la salida de la columna. Existen varios tipos de detectores siendo los más empleados en CFV los de conductividad térmica ( de filamento y de termistor ), de ionización por flama de hidrógeno y detector de captura de electrones. Este último tipo fué el que se empleó en el presente estudio.

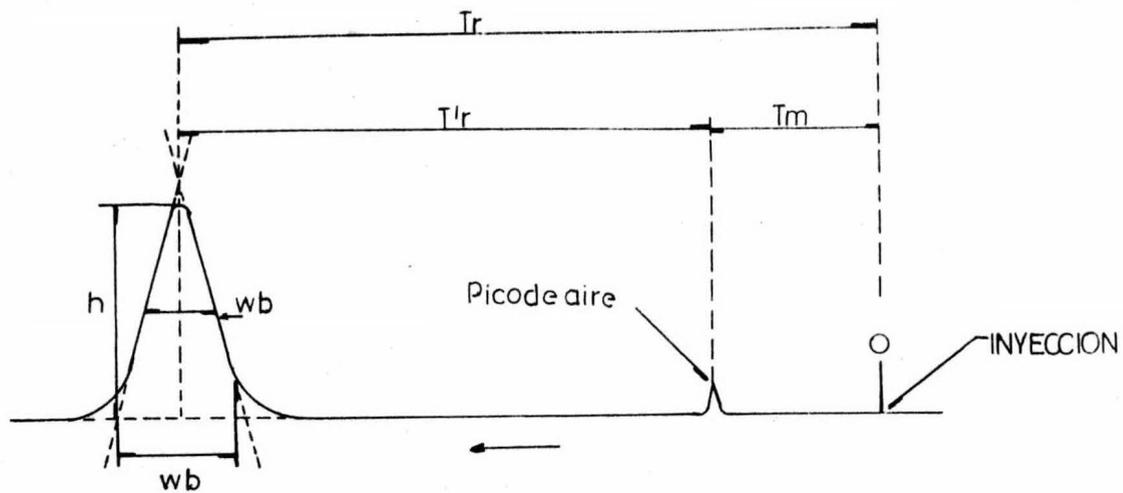
- Detector de captura de electrones: Consiste en una fuente radiactiva de  $H^3$ , ó  $Ni^{63}$  la cual, al pasar el gas de arrastre lo ioniza formando electrones lentos; estos emigran al ánodo bajo un voltaje fijo ó voltaje de celda produciendo una corriente constante en el electromedidor. Al pasar junto con el gas de arrastre, un compuesto con afinidad por los electrones capturará algunos de ellos produciendo así una disminución de la corriente. Esto se traducirá a una señal que transmitida al registrador

formará el trazo típico que conocemos como cro  
grama.

El detector de captura de electrones es ex  
tremadamente sensible para ciertas moléculas como  
son; halogenuros de alquilo, carbonilos conjuga  
dos, nitrilos, nitratos y organo metales, pero es  
insensible a hidrocarburos, alcoholes, cetonas, etc.  
Su gran sensibilidad por los halogenuros convierte  
a este detector en el más adecuado para el análisis  
de pesticidas, detectándose cantidades menores al  
nanogramo<sup>(8)</sup>.

- Registrador: Nos dá el resultado en for  
ma gráfica. Son normalmente una serie de resisten  
cias conectadas a un registrador potenciométrico -  
cuya velocidad de respuesta no debe ser mayor de -  
un segundo<sup>(9)</sup>.

En la fig. 3.1-II se observa un cro  
matogr  
ma típico en el que aparecen los siguientes término  
nos<sup>(10)</sup>.



CROMATOGRAMA

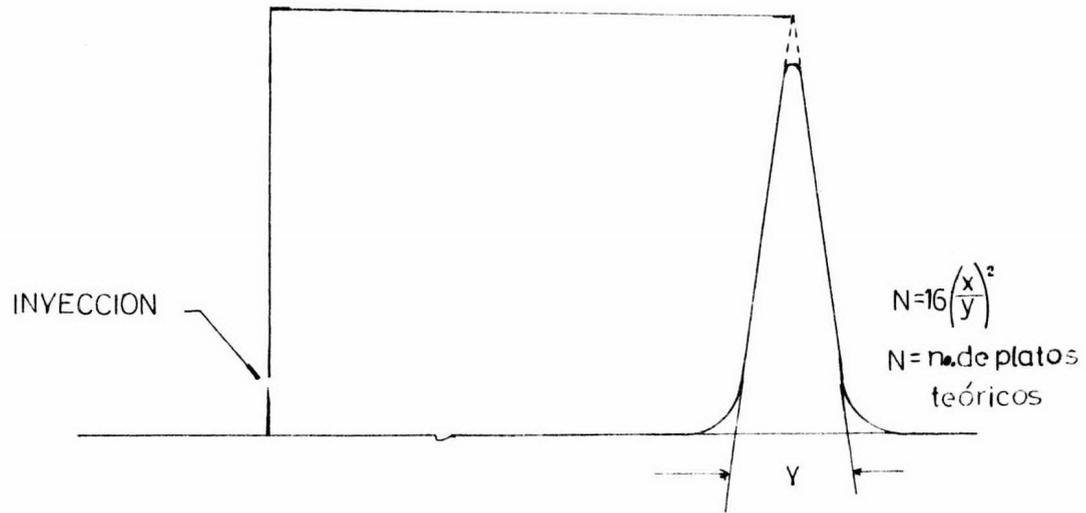
FIG. 3.1-II

- a) Punto de inyección (  $t_0$  ). Momento en que la muestra se introduce al sistema.
- b) Pico de aire (  $T_m$  ). Tiempo que tarda un compuesto que no es retenido por la columna, desde el momento de su inyección hasta su paso por el detector.
- c) Tiempo de retención (  $T_r$  ). Tiempo que tarda un compuesto en eluirse de la columna.
- d) Tiempo de retención corregido (  $T_r'$  ). El tiempo de retención de un compuesto menos el tiempo necesario para el pico de aire.

e ) Ancho de la base (  $W_b$  ). La distancia entre las intersecciones de las tangentes a los puntos de inflexión con la línea base.

f ) Altura del pico (  $h$  ). La distancia perpendicular desde la línea base y la máxima deflexión del pico.

Un factor importante para lograr una buena separación de los compuestos es la eficiencia de la columna, que se mide por la altura equivalente de un plato teórico HETP, el que se calcula dividiendo la longitud de la columna entre el número de platos teóricos. La separación verdadera de dos picos consecutivos se mide por la resolución  $R$  fig.3.1-IV<sup>(8)</sup>.



EFICIENCIA DE LA COLUMNA

FIG. 3,1-III

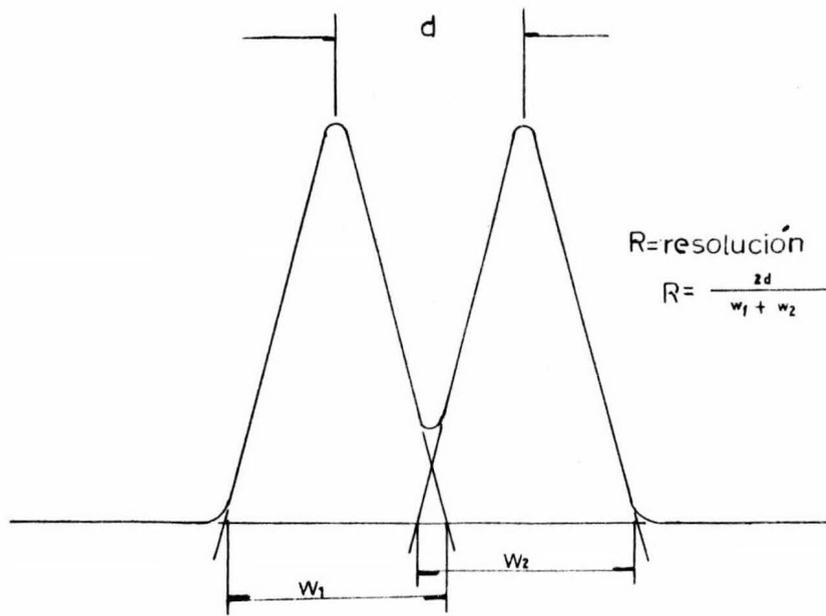


FIG. 3.1-IV RESOLUCION

### 3.2 - Análisis Cualitativo.

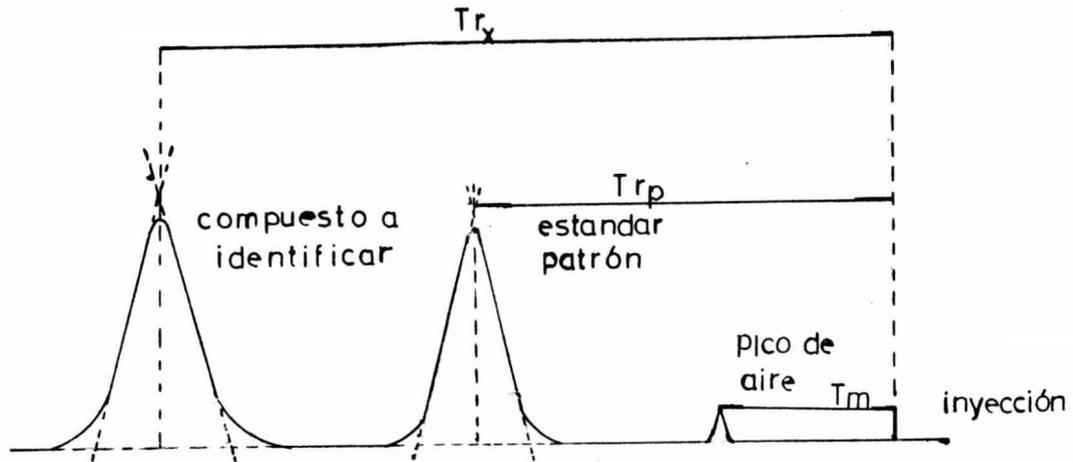
El registro cromatográfico indica la presencia de los distintos componentes de la mezcla analizada sin dar información alguna sobre la naturaleza de los mismos. En la literatura al respecto se encuentran los distintos métodos para cualificar las diferentes señales en los cromatogramas obtenidos - ( 8, 9, 10 ).

Entre esos métodos se encuentra el que esta basado en el tiempo que permanecen retenidos en la columna los diferentes compuestos bajo condiciones específicas de operación. Este método no es muy confiable puesto que los tiempos de retención están sujetos a varios parámetros lo que dificulta su reproducción.

Una variación al método anterior, que se emplea más frecuentemente, es el conocido como tiempo de retención relativo, el cual consiste en relacionar

los tiempos de retención al tiempo de retención de uno de los componentes que aparecen en el cromatograma y que puede ser de la misma mezcla analizada ó adicionado a la mezcla antes de inyectarla al sistema cromatográfico.

Esta técnica es aún más precisa si se descarta el tiempo que los componentes pasan en el volumen muerto de la columna. A este tiempo se le denomina "Tiempo de retención específico fig.3.2-I Este tipo de caracterización fué el empleado en este estudio, confirmándose los resultados obtenidos mediante la adición a la muestra problema de sustancias puras que se sospechen estén presentes, si corresponde a la sustancia agregada, se producirá un aumento en el área del pico, pero como existe la posibilidad de que haya varios compuestos con el mismo tiempo de retención, se repite este procedimiento a varias temperaturas. Si por el contrario, en lugar de un aumento en el área del pico se



$$T'r_e = \frac{Tr_x - T_m}{Tr_p - T_m}$$

TIEMPO DE RETENCION ESPECIFICO

FIG. 3.2-1

observa la aparición de otro, se descarta la posibilidad de que sea dicho compuesto. La sustancia que se adiciona debe ser lo más pura posible.

### 3.3 - Análisis Cuantitativo.

Al igual que en el análisis cualitativo - existen diferentes métodos para cuantear los diferentes componentes de una mezcla a partir del cromatograma obtenido. La mayoría de estos métodos están basados en que la cantidad de una sustancia es directamente proporcional al área obtenida en el cromatograma; de esta manera es esencial determinar con precisión dicha área. Existen varios caminos para calcular el área del pico: sistemas electrónicos ó electromecánicos, planímetros, ó bien, el método de triangulación, en donde el área se calcula multiplicando la altura del pico por su ancho a media altura.

$$A = h \times Wh.$$

De acuerdo al tipo de detector empleado no

siempre cantidades iguales de sustancias diferentes producen la misma respuesta, por lo que se necesita corregir las areas determinadas o llevar a cabo calibraciones, ya sean absolutas ó indirectas.

Debido a la inestabilidad característica del detector de captura de electrones ( variabilidad en la respuesta ) y al traslapamiento que se observa entre algunas de las señales de los cromatogramas obtenidos, el método que se encontró más adecuado para la cuantificación en el presente trabajo fué la inyección de estándares de sustancias puras en concentraciones conocidas inmediatamente después del problema y en las mismas condiciones de operación. Relacionando las areas de los picos con las concentraciones del compuesto se tiene:

$$\frac{A_s}{C_s} = \frac{A_x}{C_x}$$

En donde:  $A_s$  = Area del estandar  
 $A_x$  = Area del problema  
 $C_s$  = Concentración del estandar  
 $C_x$  = Concentración del problema

Cuando el traslapamiento de las señales es muy grande se prepara una mezcla semejante de estándares y se comparan las áreas ó bien las alturas ( 8 ).

CAPITULO 4

P A R T E   E X P E R I M E N T A L

#### 4 - PARTE EXPERIMENTAL

##### 4.1 - Fundamentos.

El análisis de pesticidas organoclorados se efectuó en base al Método para Detección Múltiple - de pesticidas Clorados y Fosfatados de la Association of Official Analytical Chemist ( AOAC )<sup>(12)</sup>, - con algunas variantes. Este método puede aplicarse a cereales, frutas y vegetales, determinándose los siguientes pesticidas clorados: Aldrin, BHC, DDE , TDE, DDT, Endrin, Heptacloro, Heptacloro epóxido, - Lindano, Metoxicloro, Dieldrin, Thiodan, PCNB, Clordano, Keltane y Toxafeno<sup>(12, 13 )</sup>.

El principio de la extracción consiste en - homogenizar la muestra perfectamente y extraer con acetonitrilo. Una alícuota de acetonitrilo es diluida con agua y los residuos de pesticidas son extraídos en un sistema de partición con eter de petróleo ( son cuantitativamente transferidos a la fase no polar).

Los residuos son purificados sobre una columna de florisil, eluyéndose con una mezcla de éter de petróleo-cloruro de metileno. El eluato se concentra y se inyecta al sistema cromatográfico.

Se efectuaron pruebas de elusión con florisil parcialmente desactivado con diferentes porcentajes de agua ( 3, 4 y 5% ), encontrándose la mejor recuperación de los pesticidas empleándose un 5% de agua. Esto se efectuó de la siguiente forma:

Se preparó una solución de pesticidas conteniendo 0.1, 0.1, 0.1 y 0.5 ng/ml. de lindano, dieldrin, endrin y pp DDT. Se agregó un ml. sobre una columna de florisil preparado, eluyéndose como se describe en 3.3.2. Del eluado concentrado a 5 ml. se inyectó una cantidad, calculando el porcentaje de recuperación de cada uno. Los resultados se encuentran a continuación.

	3% H <sub>2</sub> O	4% H <sub>2</sub> O	5% H <sub>2</sub> O
Lindano	6.53	44.2	91.2
Dieldrin	65.4	77.05	91.9
Endrin	63.1	74.6	88.5
pp DDT	81.7	85.1	92.2

Recuperación en % ( promedio )

#### 4.2 - Reactivos y Equipo:

- Reactivos: Todos los disolventes fueron probados concentrando mediante aire 300 ml hasta sequedad; el residuo se lleva a 5 ml con eter de petróleo redestilado y se inyecta 5  $\mu$ l al cromatógrafo. No se debe observar señal alguna entre 1 y 20 min. después de inyectar.

Para poder pasar la prueba descrita, principalmente para el eter de petróleo y cloruro de metileno, se instaló un aparato de destilación equipado con una columna Vigreux de un metro de longitud. Para corregir los puntos de ebullición en la fig.- - 4.2-I se tienen las gráficas de presión - temperatura de los disolventes empleados.

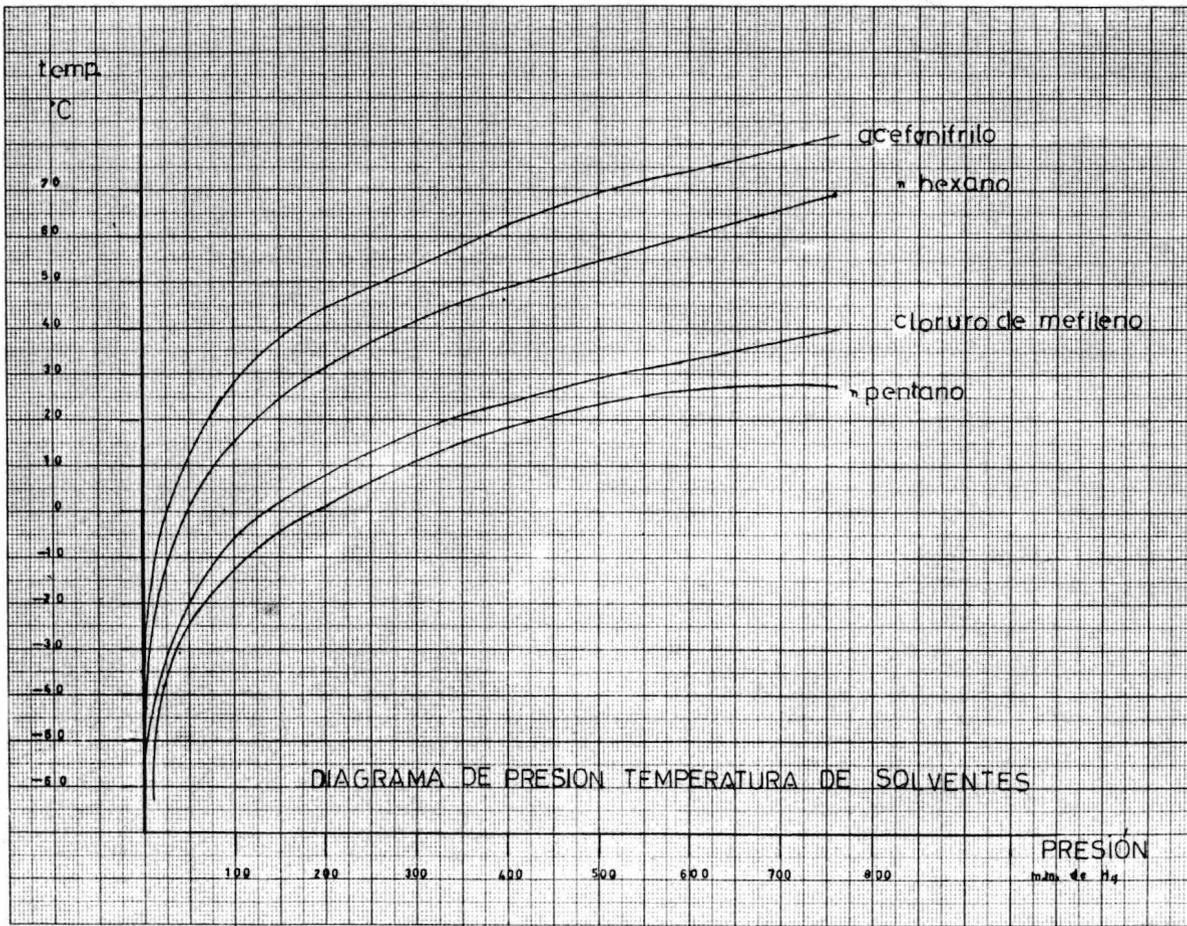
Para el caso del acetonitrilo se agregó por cada litro de disolvente un gramo de nitrate de plata, recogiendo la fracción que destila a 81-82°C.

Cloroformo p.a.

Tolueno p.a.

El agua destilada empleada fué saturada con eter de petróleo.

Florisil ( Silicato de Magnesio sintético - 100 - 120 mallas ). Este adsorbente se trató en una



mufla a  $650^{\circ}\text{C}$ . durante doce horas para activarlo y eliminarle impurezas. Debe guardarse al abrigo de la luz y antes de usarlo se calienta por lo menos durante 5 horas a  $130^{\circ}\text{C}$ . y se estandariza de la siguiente manera: Se coloca en un matraz y se le mezcla con 5% de agua durante 20 min. dejándose reposar durante 12 horas. El adsorbente así tratado es eficiente únicamente dos días después de su preparación; después de este tiempo se debe calentar y estandarizar nuevamente.

Cloruro de sodio p.a.

Sulfato de sodio anhidro p.a. Este deshidratante se trató a  $550^{\circ}\text{C}$ . durante doce horas para eliminar impurezas.

Nitrato de plata p.a.

Estandares analíticos de Pesticidas clorados.

Los estándares empleados fueron adquiridos de la Polyscience Corporation, el PCNB de Química Orgánica de México.

Se prepararon soluciones iniciales de 1 mg por ml en tolueno, efectuando varias diluciones en eter de petróleo para tener concentraciones entre 0.01 y 0.05 ng/l.

- Equipo:
  
- Rotavapor, BUCHI: Conectado a una trompa de agua.
  
- Baño de agua.
  
- Balanza Microanalítica.
  
- Estufa.
  
- Mufla.
  
- Agitador magnético.

- Aparato de Destilación con columna Vigreux de 1 m. de longitud.
- Manta de calentamiento antiexplosivo.
- Columna de vidrio, con llaves y tapón de fibra de vidrio de 15 mm. de diámetro interior.
- Embudos de separación de 1000 y 2000 ml.
- Matraces de bola fondo redondo entrada 29/32.
- Matraces volumétricos de 5, 10, 25 y 50 ml.
- Próbetas de 100, 250 y 500 ml.
- Pipetas volumétricas de 0.5, 1, 2, 5 y 100 ml.
- Embudos de filtración rápida.
- Microjeringas de 10 mcl.
- Fibra de vidrio.
- Fibra de vidrio Silinizada. Tratada con HMDS ( hexametil disilano ).

- Cromatografo comercial PerKin Elmer modelo F-11, equipado con detector de captura de electrones de Ni<sup>63</sup>, empleándose como gas acarreador N<sub>2</sub> de altísima pureza.

H  
M

Se emplearon columnas de vidrio de 1/8 de D in, 1/4 de D ex y 5 ft de longitud, empa cadas con 1.95% de QF-1 ( Trifluoruro de silicón fluido ) y 1.5% de OV-17 ( metil - fenil silicona ) como fase líquida, sobre un soporte de Chromosorb W, HP, AW, DMCS, de 100 - 120 mallas.

Preparación de la columna: Se pesaron 0.156g de QF-1 y 0.12g de OV-17 disolviendo y pasándose a un matraz de fondo redondo de 500 ml empleando para éllo aproximadamente 80 ml de cloruro de metileno - cloroformo. Se adicionaron 7.7240g de Chromosorb W mezclan do ligeramente y dejando reposar por 10 min. Se co nectó al rotavapor y eliminó el disolvente lentamente usando un baño de agua a 30°C y vacío de trompa de a gua. Se usó únicamente el polvo seco y libre para el llenado de la columna.

La columna de vidrio perfectamente lavada se llenó con la fase estacionaria aplicando vacío y gol peando ligeramente. Se colocó en los extremos tapo

nes de fibra de vidrio silanizado y se acondicionó conectándola al cromatógrafo a una temperatura de 240°C (subiendo 30°C cada 30 min.), durante 48 horas manteniendo el detector desconectado para evitar contaminarlo.

Después de éste tiempo y con el objeto de saturar algunos sitios activos del material de la columna se efectuaron repetidas inyecciones de una mezcla de pesticidas en concentraciones a nivel de microgramos. Después de doce horas se efectuaron repetidas inyecciones de eter de petróleo para eliminar cualquier residuo. De esta manera la columna queda lista para emplearse.

Después de ensayar distintas condiciones de operación, se logró el máximo número de platos teóricos de la columna preparada (2000 con respecto al pico de DDT ).

Lo ideal para una columna de este tipo es obtener un número de platos teóricos cercano a - 3000, por lo que se prepararon varias columnas, no encontrando una eficiencia mayor de la descrita.

Las condiciones óptimas de operación fueron las siguientes:

Flujo de Nitrógeno	50 ml de N <sub>2</sub> /min. →
Temperatura de la columna	200-210°C. →
Temperatura del inyector	240°C. →
Temperatura del detector	245°C. →

Se determinaron los tiempos de retención ajustados ( T'r ) y los tiempos de retención específicos ( T're ) tomando al Aldrin como referencia ó patrón, de los quince pesticidas clorados que se - muestran en la tabla 4.2-I. El cromatograma obtenido se representa en la fig. 4.2-II.

TABLA 4.2-I

MEZCLA DE ESTANDARES DE PESTICIDAS

Pesticida	Tiempo de salida en cm.	T <sub>r</sub> r ( con respecto a aldrin)
HCB	1.4	0.56
alfa BHC	1.55	0.508
gamma BHC	2.0	0.66
beta BHC	2.35	0.77
Heptacloro	2.45	0.80
delta BHC	2.75	0.90
Aldrin	3.05	1
Hept. Epóx.	4.7	1.54
pp DDE	7.0	2.30
Dieldrin	7.35	2.41
op TDE	7.95	2.61
Endrin	8.95	2.93
op DDT	9.55	3.13
pp DDE	10.45	3.42
pp DDT	12.55	4.11
Thiodan alfa	6.0	1.97
Thiodan beta	11.05	3.62
PCNB	2.075	0.68

$$\text{No. de platos teóricos} = 16 \left( \frac{x}{y} \right)^2$$

$$x = 12.55$$

$$y = 1.05$$

$$\text{No. de platos teóricos} = 16 \left( \frac{12.55}{1.05} \right)^2 = 2285$$

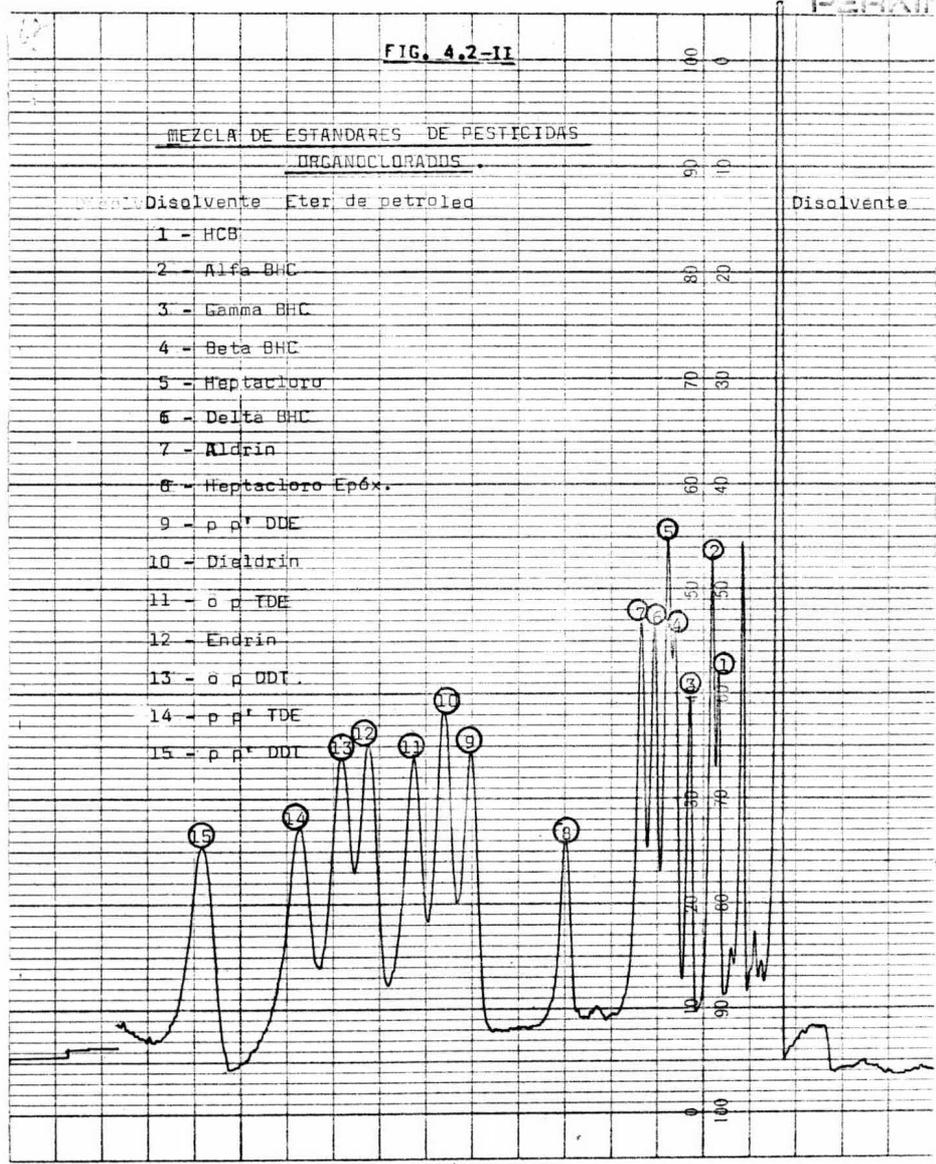
FIG. 4.2-II

MEZCLA DE ESTANDARES DE PESTICIDAS  
ORGANOCORADOS

Disolvente Eter de petroleo

Disolvente

- 1 - HCB
- 2 - Alfa BHC
- 3 - Gamma BHC
- 4 - Beta BHC
- 5 - Heptacloro
- 6 - Delta BHC
- 7 - Aldrin
- 8 - Heptacloro Epox.
- 9 - p p' DDE
- 10 - Dieldrin
- 11 - o p TDE
- 12 - Endrin
- 13 - o p DDT.
- 14 - p p' TDE
- 15 - p p' DDT



Como podrá observarse la columna QF-1/OV-17 mostró una eficiencia aceptable, aunque la resolución para algunos pares de pesticidas críticos como son: HCB-alfaBHC, gamma BHC-PCNB, beta BHC-hepta-cloro, fué baja.

El tiempo de retención para PCNB y lindano ( gamma BHC ) es muy semejante y es difícil distinguirlos, aun con variación de temperatura y/o flujo. En caso de encontrar cantidades cercanas a las tolerancias de la FDA ó FAO/OMS, se debe efectuar una confirmación por medio de otra columna ó por el sistema de capa fina.

- Linearidad de la respuesta: Se determinó la linearidad de la respuesta para el detector de  $Ni^{63}$  en las condiciones de operación ya descritas para los pesticidas clorados estandar. Se elaboró una gráfica log-log en que se relaciona la altura del pico contra la cantidad en nanogramos. De las

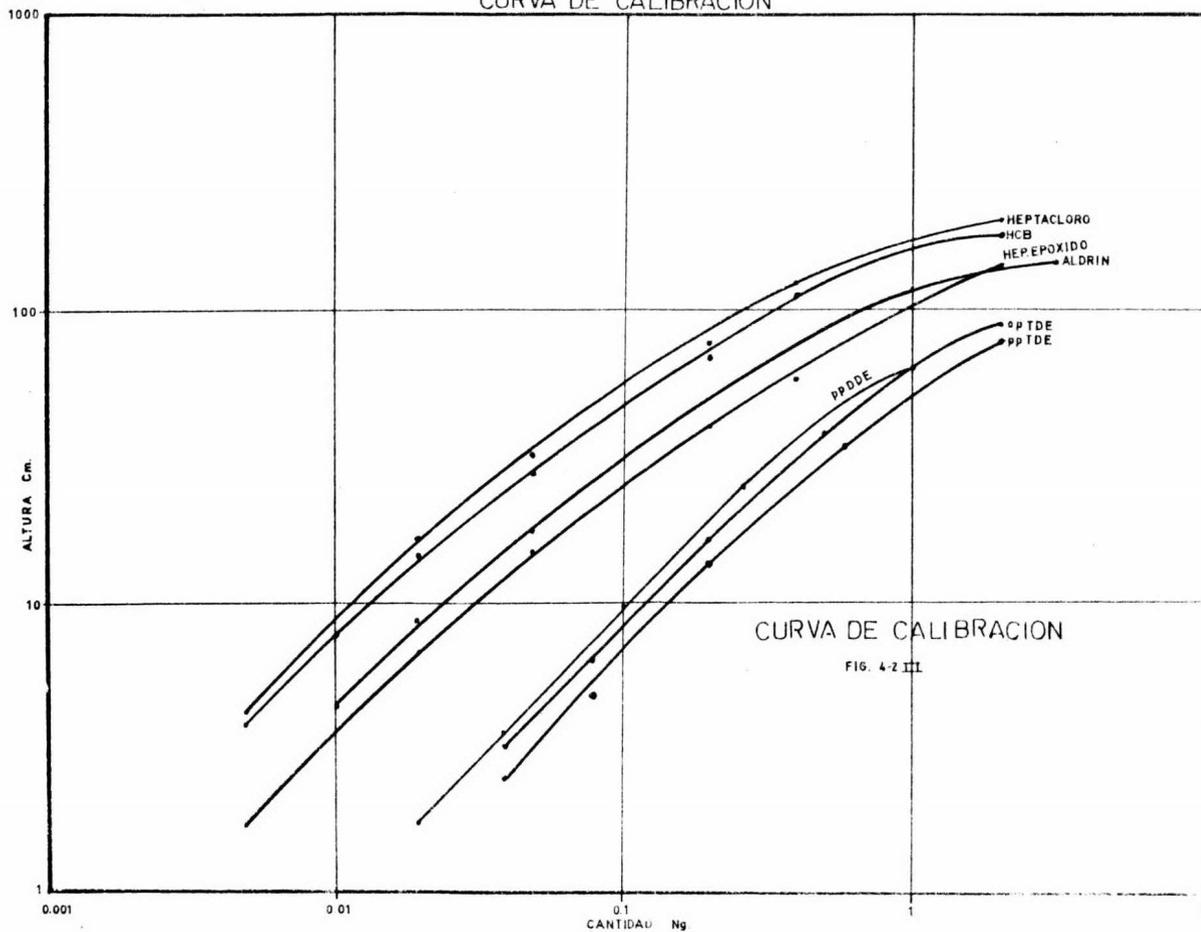
curvas obtenidas ( gráficas 4.2-III y 4.2-IV ), se pueden deducir las concentraciones máximas de los plaguicidas estudiados que caen dentro de la linealidad de la respuesta.

- Eficiencia del método: La exactitud del método fué verificada, por medio de recuperaciones en las muestras analizadas. El pesticida o metabolito fué añadido a la muestra de control, antes de la extracción y a la muestra contaminada se le efectuó el mismo proceso que a las otras. En las determinaciones de residuos de pesticidas una recuperación sobre 75% es considerada normal.

En la tabla 4.2-V, se encuentran los resultados obtenidos para las recuperaciones efectuadas.

La recuperación de Aldrin no se pudo calcular, pero fué mínima, en tanto que para Dieldrin fué superior al 100%, de lo que se deduce que la mayor parte de Aldrin se transformó en Dieldrin.

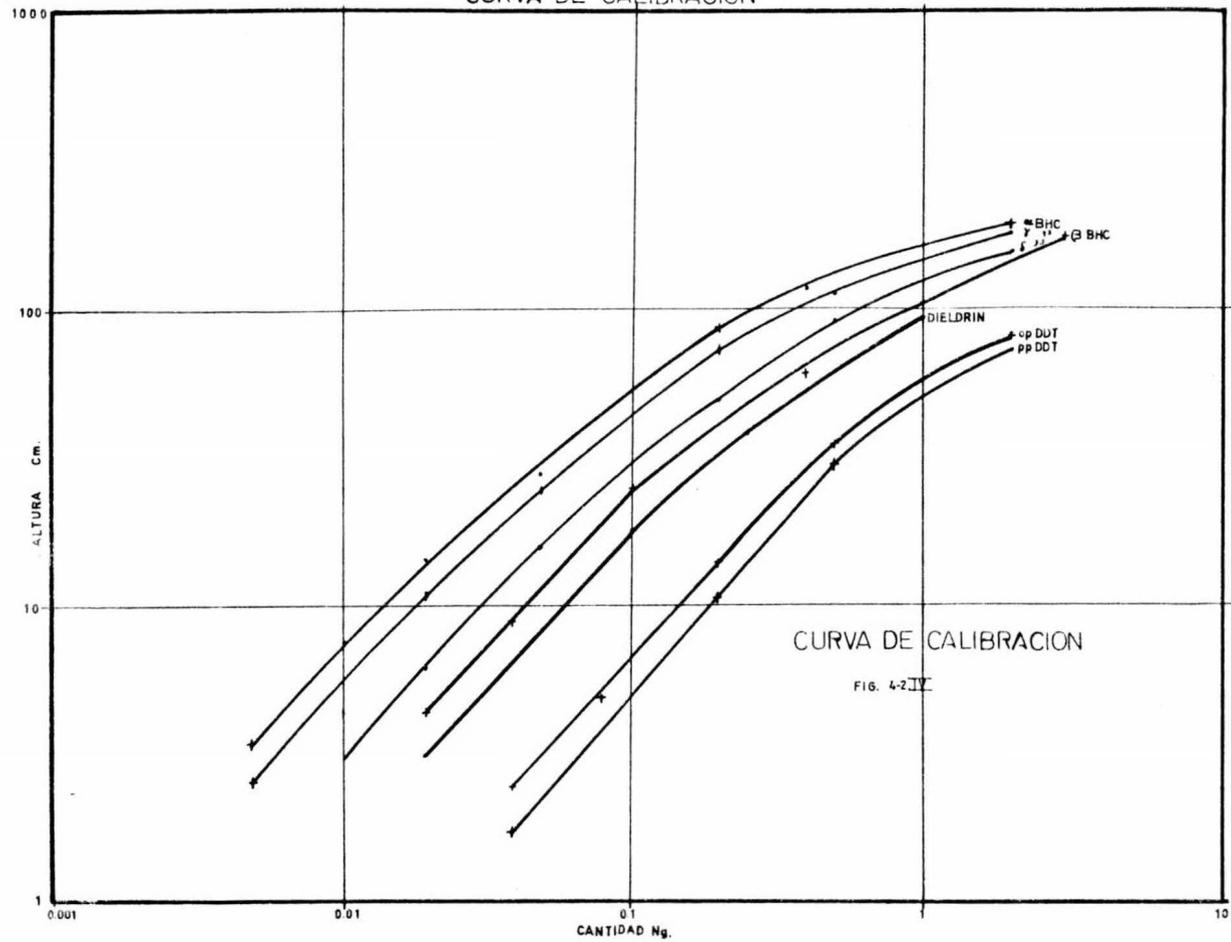
# CURVA DE CALIBRACION



CURVA DE CALIBRACION

FIG. 4-2 III

# CURVA DE CALIBRACION



## CURVA DE CALIBRACION

FIG. 4-2 IX

TABLA 4.2-V

PORCENTAJE DE RECUPERACION OBTENIDO

Pesticida agregado.	No. de Extracciones	% recuperación promedio.	Limites
Alfa BHC	4	81.23	81.64 - 84.67
Gamma BHC	4	88.97	85.25 - 90.2
Aldrin	4	nc	- -
Hept.Epóxido	4	95.86	91.69 - 101.6
Dieldrin	4	156.3	125.0 - 198.0
pp DDT	4	99.88	88.75 - 111.6
PCNB	3	78.0	70.0 - 84.0
Alfa thiodan	3	94.0	91.0 - 99.0
Beta thiodan	3	74.4	64.5 - 80.2

Esto se debió a que la muestra con los pesticidas agregados se calentó para evaporar el disolvente.

#### 4.3 - Procedimiento

##### 4.3-1-Extracción:

Se pesaron alrededor de 10g del puré de papa deshidratado y se adicionaron 70 ml de agua, dejando reposar durante 3 horas con el objeto de rehidratar perfectamente. A continuación se agregaron 130 ml de acetonitrilo y se mezclaron durante una hora con ayuda de un agitador magnético dejando toda la noche para completar la extracción.

El extracto se decantó y filtró a través de fibra de vidrio a un matraz pasando 100 ml de extracto ( medidos con pipeta volumétrica ) a un embudo de separación de un litro. Se agregaron 100 ml de eter de petróleo, se agitó vigorosamente por 1 ó 2 min. y en seguida se adicionaron 500 ml

de agua agitando nuevamente y dejando reposar después de agregar 10 ml de solución saturada de cloruro de sodio para romper la emulsión.

Cuando las dos capas estuvieron perfectamente separadas se desechó la parte acuosa lavando la etérea ( agitando nuevamente ) con cuatro porciones de 100 ml de agua. Después de desechar los lavados se pasó el extracto etéreo a un matraz redondo donde se secó con sulfato de sodio anhidro. No se debe permitir que el extracto permanezca más de una hora en contacto con el sulfato de sodio - pues se pueden presentar pérdidas de pesticidas - clorados por adsorción.

El extracto etéreo seco se pasó a un matraz redondo 29/32, lavando el sulfato de sodio con 3 - porciones de 10 ml de eter de petróleo, para su concentración en el rotavapor hasta un volumen de aproximadamente 10 ml para posterior purificación.

Se extrajo un blanco en paralelo con cada problema.

#### 4.3-2 - Purificación del extracto.

Después de verter 40 ó 50 ml de eter de petróleo en la columna de vidrio descrita anteriormente se colocó un tapón de fibra de vidrio arriba de la llave y se agregaron lentamente 15 g de Florisil activado dejando correr el disolvente restante hasta 1 cm arriba de la superficie. En seguida se depositó el extracto etéreo sobre la superficie de la columna dejándolo correr dentro de ella a una velocidad no mayor de 5 ml/min y adicionando los lavados del matraz ( tres porciones de 5 ml de eter de petróleo )

Los pesticidas se eluyeron con 100 ml de mezcla eter de petróleo - cloruro de metileno 4 - 1 a una velocidad no mayor de 5 ml/min. El eluato obtenido se concentró al rotavapor hasta aproximadamente 1 mlilitro y después hasta sequedad con co -

rriente de aire. El residuo se transfirió a un ma  
traz volumétrico de 5 ml empleando pequeñas porcio\_  
nes de eter de petróleo y se aforó.

#### 4.3-3 - Identificación y Cuantificación por CFV:

Del eluato concentrado ( blanco y problema )  
se hicieron varias inyecciones en el cromatografo a  
segurándose que la cantidad de pesticidas no estu -  
viera fuera del intervalo de linealidad ( 4.2 ). Se  
efectuó una identificación tentativa ( descartando  
los picos encontrados tanto en el blanco como en el  
problema ), de acuerdo al tiempo de retención rela -  
tiva con respecto a Aldrin, confirmándose a conti -  
nuación por adición de sustancias puras al problema.

Después de haber confirmando la identidad -  
del pesticida se procedió al análisis cuantitativo  
midiendo el área bajo el pico del pesticida residual  
por el método de triangulación y comparando con el  
área obtenida con cantidades conocidas de sustan -

cias puras.

La diferencia entre el tamaño de las señales ( del problema y el estandar ), se trató de que fuera mínima para tener una mayor aproximación. Los pesticidas estandares se inyectaron inmediatamente después de la muestra en análisis. En esta forma se analizaron diez muestras de puré de papa efectuándose las determinaciones por triplicado, escogiendo y mediando los dos resultados que más se asemejaran.

**CAPITULO 5**

**RESULTADOS Y DISCUSION**

## 5 - RESULTADO Y DISCUSION

Unicamente en una muestra de puré de papa se encontró una cantidad cuanteable de lindano, siendo esta concentración de 0.0028 ppm. Las normas de - FAO/OMS sugieren un límite de 3 ppm para este plaguicida por lo que ya no se efectuó algún otro análisis de confirmación.

En el análisis cualitativo se encontró; - alfa BHC, gamma BHC, Heptacloro Epóxido, Dieldrin, HCB, Aldrin y pp DDT. De estos sólo fué posible - cuantear los cuatro primeros ya que los restantes - están presentes en trazas. También se observó la - presencia de una impureza muy cercana al Aldrin.

En la tabla 5-1 se muestran los plaguicidas encontrados y la cantidad en ppm ( miligramos/Kg ) en las muestras de puré de papa. En el anexo se encuentran los datos y cromatogramas correspondientes a cada una de las determinaciones.

**TABLA 5.1**

PLAGUICIDA	PESTICIDAS ENCONTRADOS EN 10 PURES DE PAPA ANALIZADOS (ppm)									
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
HCE	-	nc	-	-	-	-	-	-	-	-
Alfa BHC	0.00115	0.0103	0.0036	0.0059	0.0115	0.0057	0.0020	0.0043	0.0031	0.0027
Gamma BHC	nc	0.0024	nc	-						
Aldrin	-	-	nc	nc	nc	-	nc	nc	nc	nc
Heptacloro epóx.	0.00645	0.0108	0.0073	0.0049	0.0058	0.0074	0.0035	0.0014	0.0014	0.0024
Dieldrin	0.0335	0.0295	0.0460	0.032	0.0495	0.0625	0.054	0.021	0.0345	0.043
pp DDT	nc	nc	-	-	nc	-	nc	-	-	-

nc: no cuantable .

Según la definición de Codex<sup>(18,19)</sup> la "Tolerancia" representa la concentración máxima de resíduos de pesticida tolerada, que resulta de la aplicación consciente de un pesticida según los métodos de prácticas agrícolas aprobadas. Mientras que el "Límite práctico de residuos" representa la cantidad máxima de un residuo que puede encontrarse en un producto alimenticio a consecuencias de - circunstancias sin relación con la aplicación consuciente y autorizada de un pesticida<sup>(8)</sup>.

"La ingestión diaria admisible" ( IDA ), de un producto químico, equivale a su dosis diaria de ingestión durante toda la vida de un ser humano. La IDA se utiliza para el establecimiento de las - tolerancias y se expresa en miligramos de producto químico por kilogramo de peso corporal.

En varios países a diferencia del nuestro se han establecido ya tolerancias y límites legales para diferentes plaguicidas. El comité de expertos

de la FAO/OMS en residuos de plaguicidas ha publicado listas de tolerancias y límites prácticos para un gran número de materias primas y alimentos, proponiendo que estos límites sean aceptados legalmente en todos los países<sup>(18,19)</sup>.

Con el objeto de dar una idea de cuales son las tolerancias en otros países, se muestra en la tabla 5-II las normas de algunos de ellos.

En la tabla 5-III se presenta la magnitud de la contaminación encontrada en el presente trabajo y las tolerancias ó límites prácticos sugeridos por FAO/OMS. Se debe tomar en cuenta que estas tolerancias son para producto fresco y que los resultados experimentales están dados en base a la papa cocida y deshidratada ( puré de papa deshidratada ). Tomando en cuenta que 100 Kg de materia prima equivale a 17 Kg de puré de papa, se efectuó la conversión de resultados a papa fresca. Los valores se encuentran en la misma tabla.

TABLA 5-II

Plagucidas	TOLERANCIAS ( ppm )				LIMITE PRACTICO IDA	
	Bélgica 1968	FDA (USA)	Codex Alimen- tarius Comi- ssion 1971.	FAO/OMS 1972.	FAO/OMS 1971 (ppm)	FAO/OMS 19721 mg/Kg peso corporal.
Aldrin-Dieldrin	0.1	0.2	0.1	0.2	-	0.001
BHC total	-	-	-	-	-	-
Captan	-	25	-	-	-	0.125
Clordano	0.05	0.3	0.3	0.3	-	0.001
DDT-DDE-TDE	-	1	1	1	-	0.005
Endrin	-	-	-	-	-	0.0002
HCB	-	-	-	-	-	-
Heptacloro	0.05	0	-	-	-	-
Hept. Epóx.	0.2	0	-	-	-	-
Hept.-Hept.Epóx.	-	0	0.05	-	0.05	0.005
Lindano(gamma BHC)	0.5	-	3	3	-	0.0025
PCNB	-	-	-	-	-	-
Thiodan total	-	-	2	2	-	0.0075

NOTA: (-) no establecidas.

TABLA 5-III

ORDEN DE CONTAMINACION POR PLAGUICIDAS EN PAPA

PLAGUICIDA	PURE DE PAPA		PAPA FRESCA		TOLERANCIAS FAO/OMS	LIMITE PRACTICO FAO/OMS
	ppm		ppm		ppm	ppm
HCB	T		T		-	-
Alfa BHC	0.00115 - 0.0120		0.0002 - 0.0017		-	-
Gamma BHC	0.0028		0.00049		3	-
Hept.+ Hept. Epóxido.	0.0014 - 0.0109		0.00014- 0.0019		-	0.05
Dieldrin+Aldrin	0.021 - 0.0625		0.0036 - 0.0106		0.2	-
DDT	T		T		1	-

( T ) Trazas.



CAPITULO 6

CONCLUSIONES Y OBSERVACIONES.

## 6 - CONCLUSIONES Y OBSERVACIONES

El método empleado presentó una eficiencia que se puede considerar aceptable de acuerdo a la recuperación y resolución observadas.

En el análisis de residuos de plaguicidas se encuentran variaciones en los resultados debido a la presencia de otros plaguicidas o sus metabolitos, ó a la presencia de otros compuestos contaminantes de origen natural o sintético; hasta ahora es imposible especificar un método general que sea satisfactorio para determinar todos los residuos - de plaguicidas en cualquier muestra dada. Por tal motivo es muy importante al efectuar éste tipo de análisis el tener una historia de la muestra (idea de los plaguicidas aplicados, naturaleza de la muestra, y el tipo de interferencias que es probable - que se encuentre ). Además, es muy conveniente - contar con alguna forma adicional de confirmación, ( capa fina, empleo de otra columna , etc. ), parti

cularmente si parece que existen las tolerancias sugeridas por la FAO/OMS ó la FDA.

La dificultad para realizar este tipo de análisis estriba también en que resulta costoso, - pues se debe contar con equipo instrumental especializado. También se requiere de disolventes de una - alta pureza, siendo estos de un costo elevado sin - embargo, algunos de estos disolventes se pueden obtener a partir de reactivos de grado técnico empleando las técnicas de lavado y destilación correspondientes ( Weissberger tomo III ). Los disolventes - residuales de las extracciones ( eter de petróleo y cloruro de metileno ), pueden recuperarse siempre y cuando el volumen de muestras por analizar sea tan considerable que el costo del equipo y del tiempo invertidos sean absorbidos en esta operación.

Todas las muestras de puré de papa deshidratada analizadas mostraron niveles de contaminación afortunadamente por debajo de los límites de tolerancia de la FAO/OMS. Debe hacerse notar que esto

se refiere únicamente al cultivo de una Región determinada y probablemente no representativo de toda la producción nacional.

El uso de plaguicidas es necesario para asegurar el control adecuado de plagas y protección sanitaria ambiental, pero se debe proceder al asesoramiento de los agricultores para el uso debido de estos, así como de los más indicados para cada caso.

El empleo correcto de los plaguicidas en la agricultura puede asegurar que los productos en el mercado contienen plaguicidas en niveles mínimos - preservando así la salud del consumidor. También - se deben controlar los residuos de plaguicidas para disminuir la incidencia en los rechazos de los productos alimenticios de exportación por contener cantidades de estos superiores a las tolerancias - permitidas en otros países.

Se debe inducir al agricultor al empleo de

pesticidas con menor persistencia ( fosforados y carbamatos ) que reemplacen eficazmente a los clorados aunque exista el argumento del costo más elevado de los primeros.

Es necesario acelerar la implantación de tolerancias para residuos de plaguicidas en el país, así como la formación de profesionales especializados en análisis de residuo. Esto debe hacerse en forma coordinada con las diferentes instituciones estatales, federales, empresas privadas y centros docentes en una forma integral.

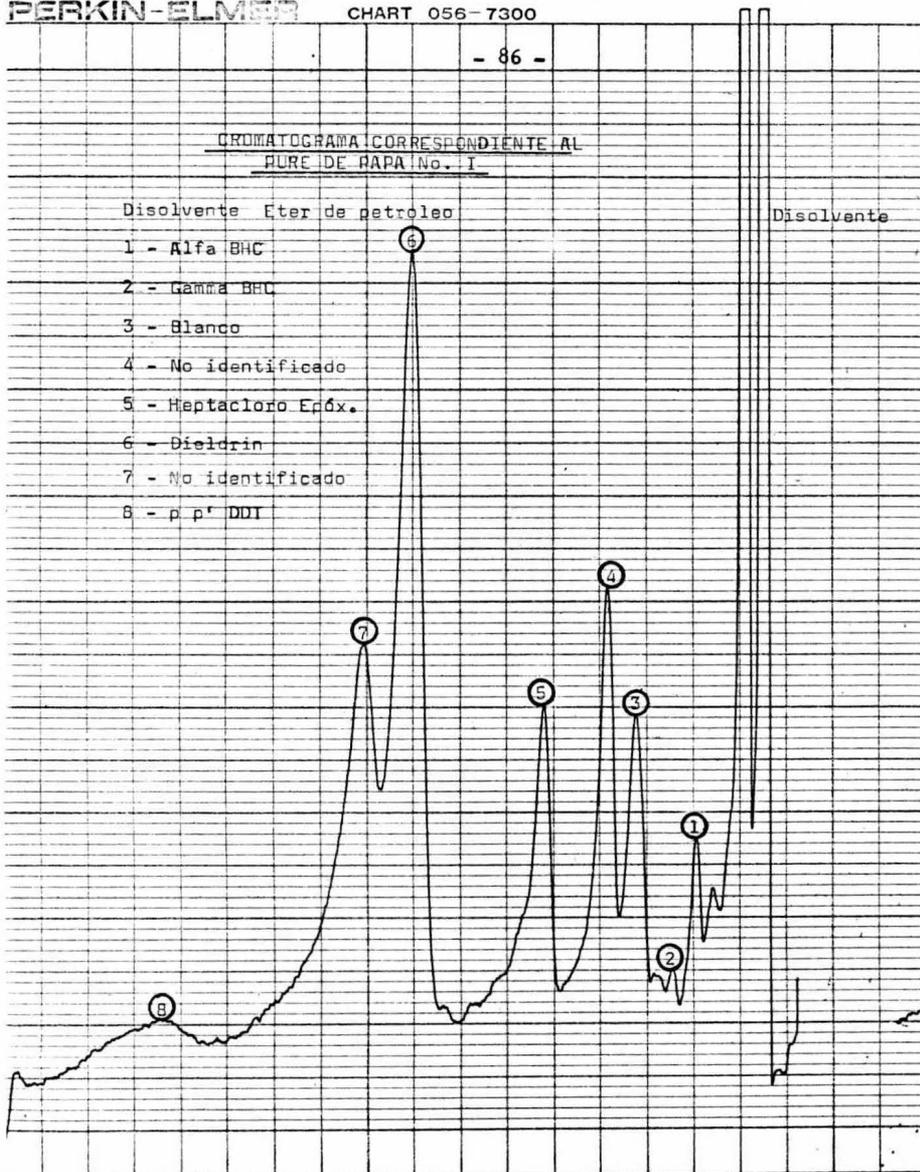
Se tiene conocimiento de la iniciación de estudios por parte de la Sociedad Entomológica de la SAG, Conafruit. Se han llevado a cabo programas para la evaluación de las plagas en las diferentes regiones y cultivos, pérdidas ocasionadas, experimentos para el empleo y evaluación de nuevos plaguicidas y nuevas técnicas para su manejo, así como la determinación de algunos residuos de plaguicidas.

CRONATOGRAMA CORRESPONDIENTE AL  
PURE DE PAPA No. I

Disolvente Eter de petroleo

Disolvente

- 1 - Alfa BHC
- 2 - Gamma BHC
- 3 - Blanco
- 4 - No identificado
- 5 - Heptacloro Epóx.
- 6 - Dieldrin
- 7 - No identificado
- 8 - p p' DDT



DETERMINACION DE PLAGUICIDAS EN PURE DE PAPA

MUESTRA 1

Picos encontrados T'r	T're	Compuesto
1.6	0.508	alfa BHC
2.1	0.66	gamma BHC
2.9	0.92	blanco
3.5	1.11	no identificado
4.85	1.54	heptacloro epóx.
7.7	2.44	dieldrin
8.75	2.77	no identificado
13.0	4.13	pp DDT

T'r para aldrin 3.15

PLAGUICIDAS CUANTEADOS ( ppm )

Plaguicida	Muestra 1	Muestra 2	Promedio
alfa BHC	0.0013	0.0010	0.00115
heptacloro epóx.	0.0064	0.0065	0.00645
dieldrin	0.032	0.035	0.0335

DATOS PARA LA MUESTRA I

Ensayo No.	Alfa BHC		Heptacloro Epóx.		Dieldrin	
	1	2	1	2	1	2
Peso de la muestra (g)	4.161705	4.05145	4.161705	4.05145	4.161705	4.05145
mcl. inyectados	5	5	5	5	5	5
ng de estandar	0.01	0.01	0.025	0.025	0.1	0.1
Area del estandar	0.41	0.41	0.77	0.77	3.5	3.5
Area del problema	0.23	0.16	0.82	0.805	4.7	4.68
ng de pesticida a que corresponden	0.0056	0.0038	0.026	0.026	0.13	0.14
(ppm)	0.0013	0.0010	0.0064	0.0065	0.032	0.035

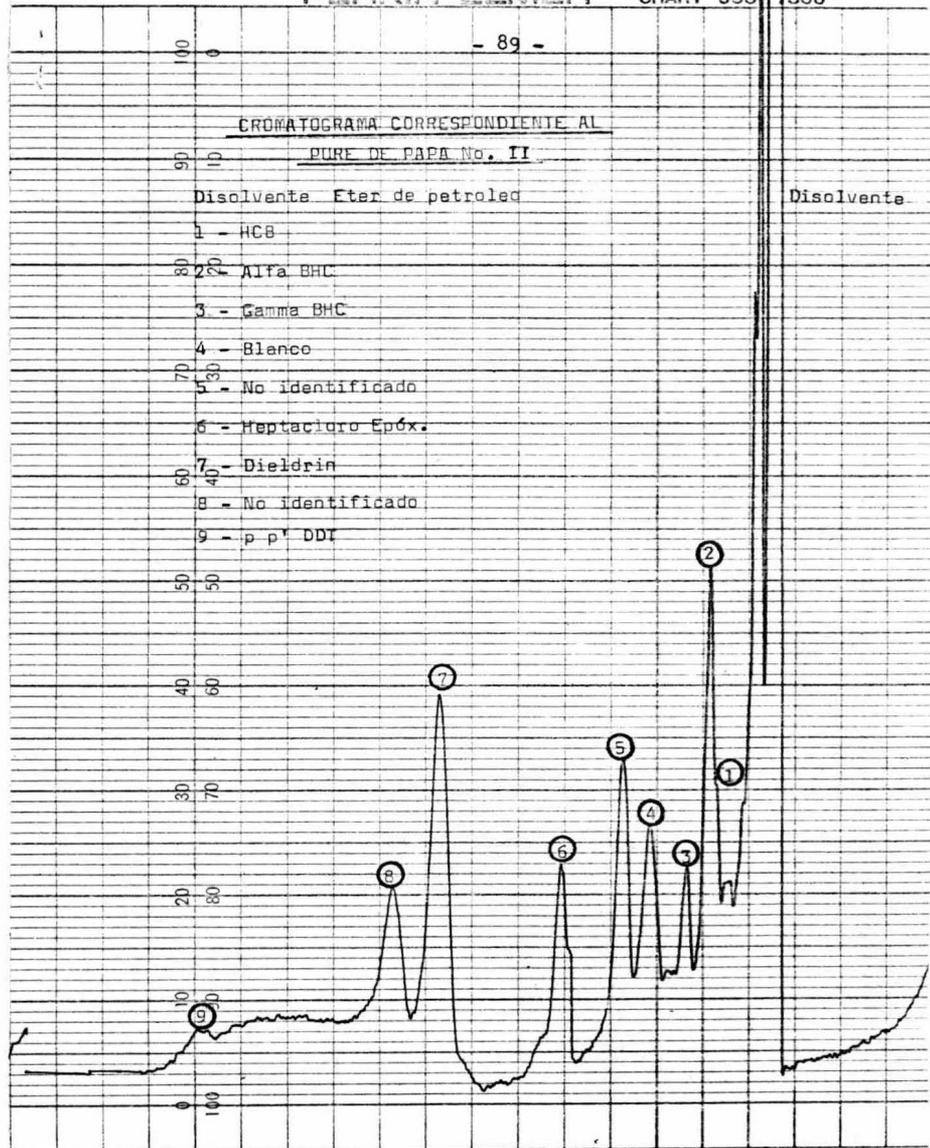
- 89 -

CROMATOGRAMA CORRESPONDIENTE AL  
PURE DE PAPA No. II

Disolvente Eter de petroleo

Disolvente

- 1 - HCB
- 2 - Alfa BHC
- 3 - Gamma BHC
- 4 - Blanco
- 5 - No identificado
- 6 - Heptacloro Epóx.
- 7 - Dieldrin
- 8 - No identificado
- 9 - p p' DDT



DETERMINACION DE PLAGUICIDAS EN PURE DE PAPA

MUESTRA 2

Picos encontrados T <sup>r</sup>	T <sup>r</sup> e	Compuesto
1.4	0.467	HCB
1.55	0.510	alfa BHC
2.05	0.68	gamma BHC
2.85	0.95	Blanco
3.45	1.15	no identificado
4.8	1.6	heptacoloro epóx.
7.45	2.48	dieldrin
8.45	2.81	no identificado
12.6	4.2	pp <sup>o</sup> DDT

T<sup>r</sup> para aldrin 3.0

PLAGUICIDAS CUANTEADOS ( ppm )

Plaguicida	Muestra 1	Muestra 2	Promedio
alfa BHC	0.009	0.012	0.0105
gamma BHC	0.0019	0.0028	0.00235
Heptacoloro epóx.	0.0107	0.0109	0.0108
dieldrin	0.0284	0.031	0.0295

DATOS PARA LA MUESTRA II

Ensayo No.	Alfa BHC		Gamma BHC		Heptacloro Epóx.		Dieldrin	
	1	2	1	2	1	2	1	2
Peso de la muestra (g)	3.829335	3.81772	3.829335	3.81772	3.829335	3.81772	3.829335	3.81772
mcl. inyectados	5	5	5	5	5	5	5	5
ng de estandar	0.05	0.05	0.01	0.01	0.025	0.025	0.1	0.1
Area del estandar	1.8	1.8	0.56	0.56	0.77	0.77	4.0	4.0
Area del problema	1.2	1.72	0.41	0.60	1.28	1.28	4.36	4.68
ng de pesticida a que corresponde.	0.033	0.046	0.0073	0.0107	0.0073	0.0107	0.041	0.041
(ppm)	0.009	0.012	0.0019	0.0028	0.0107	0.0109	0.0284	0.0307

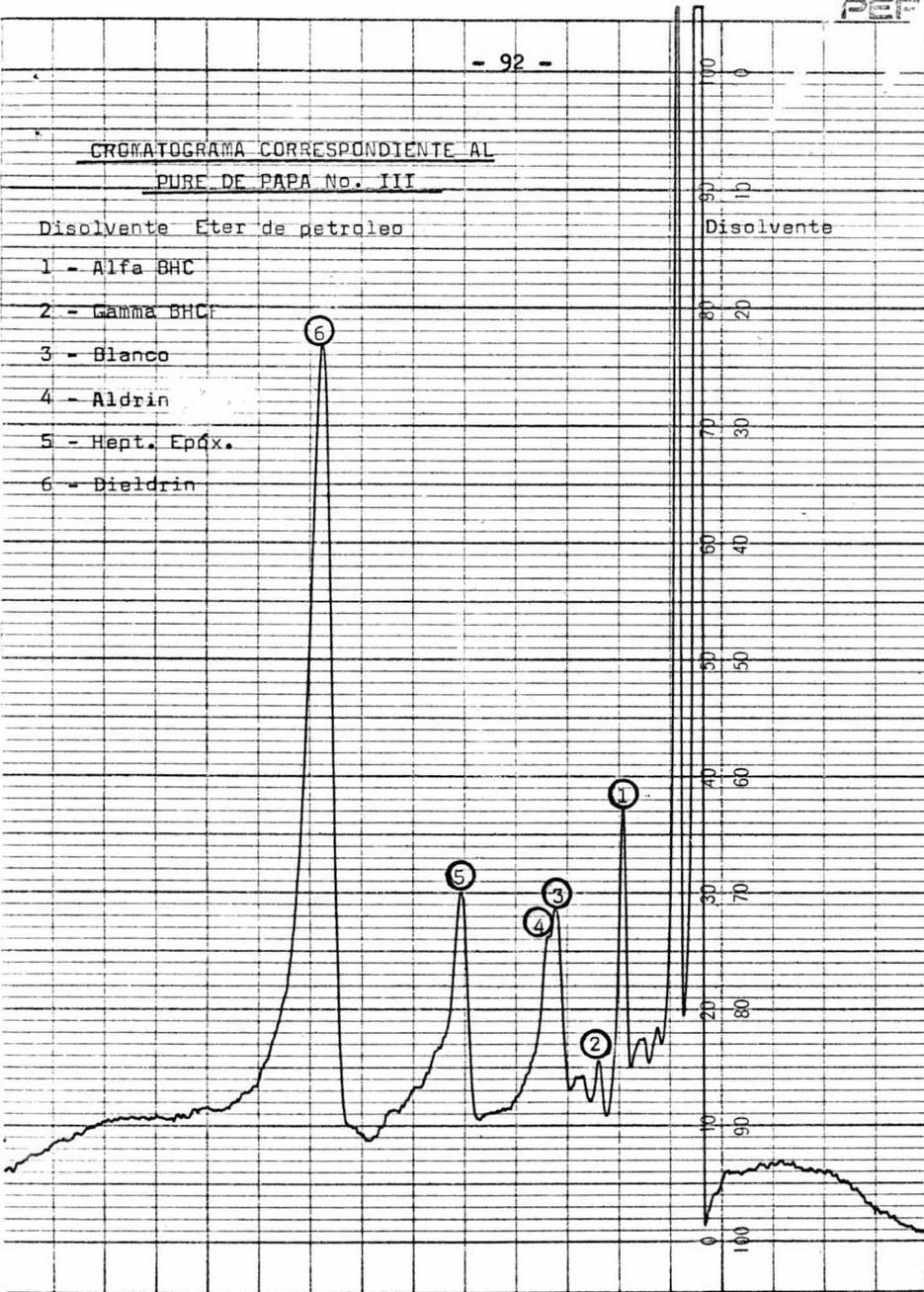


CROMATOGRAMA CORRESPONDIENTE AL  
PURE DE PAPA No. III

Disolvente Eter de petroleo

Disolvente

- 1 - Alfa BHC
- 2 - Gamma BHC
- 3 - Blanco
- 4 - Aldrin
- 5 - Hept. Epox.
- 6 - Dieldrin



DETERMINACION DE PLAGUICIDAS EN PURE DE PAPA

MUESTRA 3

Picos encontrados	T'r	T're	Compuesto
1.55		0.508	alfa BHC
2.05		0.672	gamma BHC
2.85		0.93	blanco
3.05		1	aldrin
4.7		1.54	heptacloro epóx.
7.4		2.43	dieldrin

T'r para aldrin 3.05

Plaguicidas Cuanteados ( ppm )

Plaguicida	Muestra 1	Muestra 2	Promedio
alfa BHC	0.0038	0.0034	0.0036
Heptacloro epóx.	0.0078	0.0068	0.0073
dieldrin	0.044	0.048	0.046

DATOS DE LA MUESTRA III

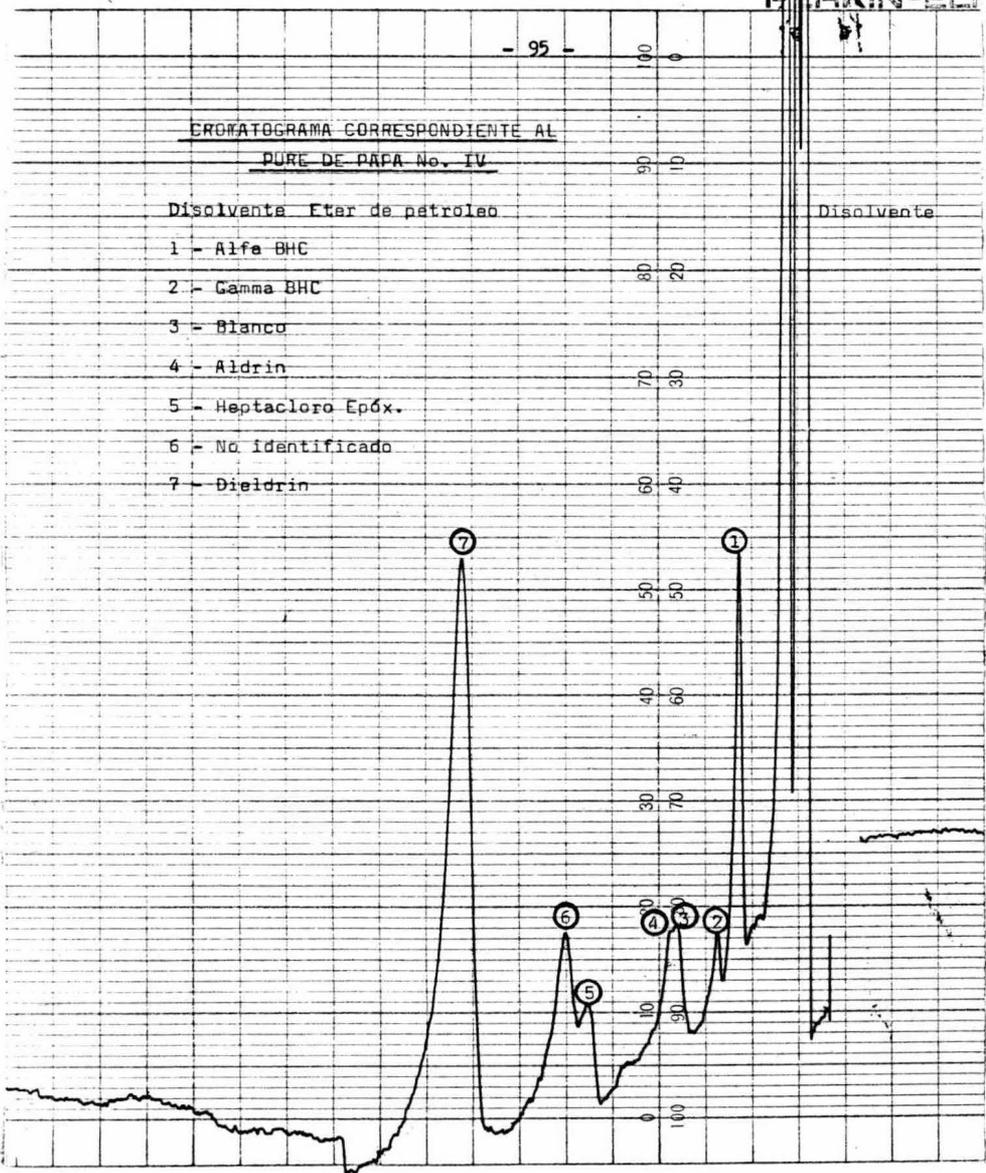
Ensayo No.	Alfa BHC		Heptacloro Epóx.		Dieldrin	
	1	2	1	2	1	2
Peso de la muestra (g)	4.062275	3.983985	4.062275	3.983985	4.062275	3.983985
mcl. inyectados	5	5	5	5	3	3
ng de estandar	0.02	0.02	0.04	0.03	0.1	0.1
Area del estandar	1.23	1.72	1.82	1.365	4.92	4.92
Area del problema	0.95	1.44	1.435	1.225	5.33	5.69
ng de pesticida a que corresponden	0.015	0.0134	0.032	0.027	0.108	0.116
ppm	0.0038	0.0034	0.0078	0.0068	0.044	0.048

EROFATOGRAMA CORRESPONDIENTE AL  
PURE DE PAPA No. IV

Disolvente Eter de petroleo

Disolvente

- 1 - Alfa BHC
- 2 - Gamma BHC
- 3 - Bianco
- 4 - Aldrin
- 5 - Heptacloro Epóx.
- 6 - No identificado
- 7 - Dieldrin



DETERMINACION DE PLAGUICIDAS EN PURE DE PAPA

MUESTRA 4

Picos encontrados T'r	T're	Compuesto
1.5	0.50	Alfa BHC
2.0	0.66	gamma BHC
2.9	0.96	blanco
3.0	1.0	aldrin
4.8	1.6	heptacloro epóx.
5.25	1.85	no identificado
7.5	2.5	dieldrin

T'r para aldrin 3.0

Plaguicidas Cuanteados ( ppm )

Plaguicida	Muestra 1	Muestra 2	Promedio
alfa BHC	0.0068	0.0049	0.0059
heptacloro epóx.	0.0057	0.0041	0.0049
dieldrin	0.034	0.030	0.032

DATOS DE LA MUESTRA IV

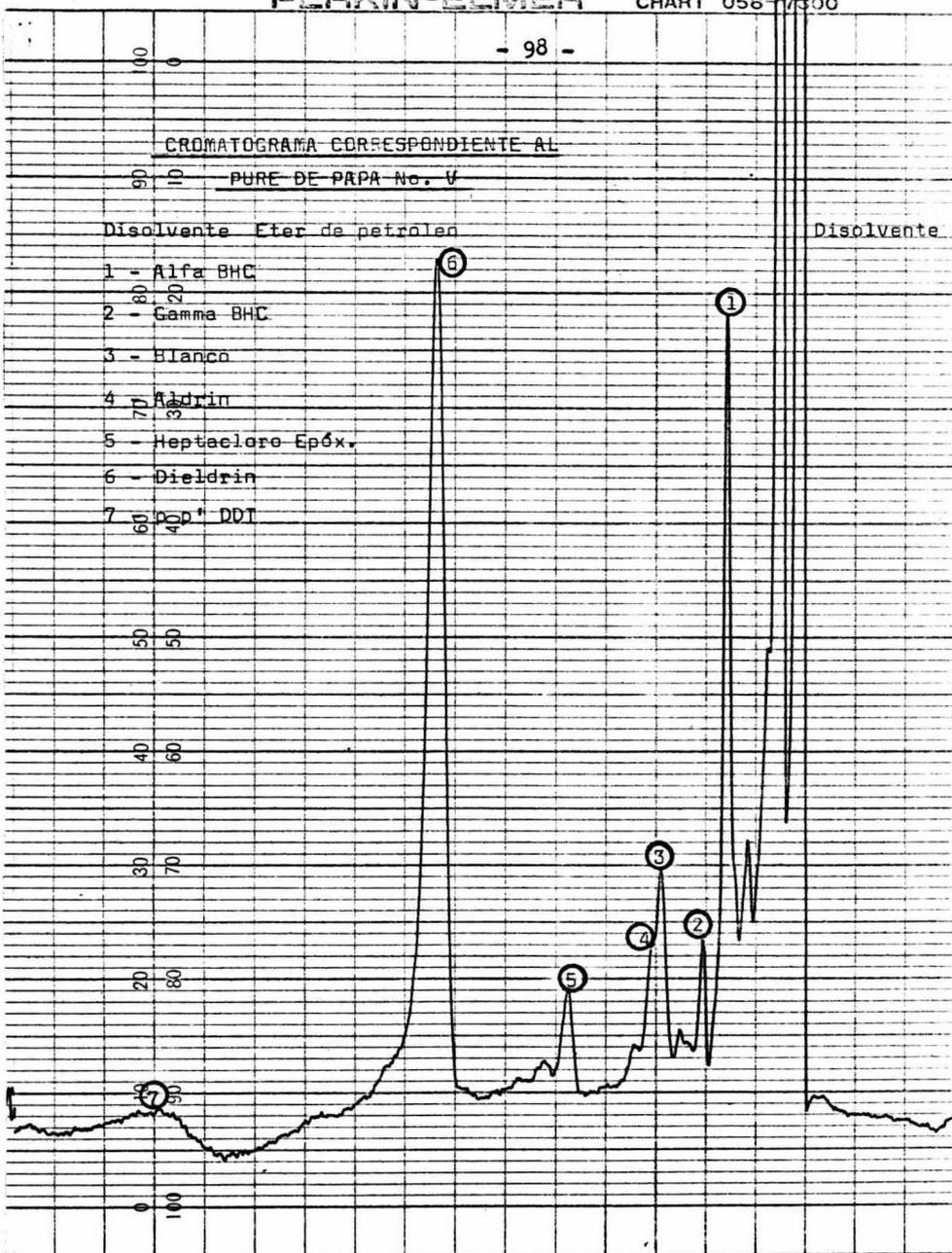
Ensayo No.	Alfa BHC		Heptacloro Epóx.		Dieldrin	
	1	2	1	2	1	2
Peso de la muestra (g)	4.41772	5.01803	4.41772	5.01803	4.41772	5.01803
mcl. inyectados	5	5	5	5	5	5
ng de estandar	0.03	0.03	0.01	0.01	0.1	0.1
Area del estandar	1.37	1.32	0.93	0.81	4.07	4.25
Area del problema	1.38	1.08	0.78	1.65	6.5	6.0
ng de pesticida a que corresponden	0.0302	0.0245	0.025	0.020	0.149	0.15
ppm	0.0068	0.0049	0.0057	0.0041	0.034	0.030

CROMATOGRAMA CORRESPONDIENTE AL  
PURE DE PAPA No. V

Disolvente Eter de petroleo

Disolvente

- 1 - Alfa BHC
- 2 - Gamma BHC
- 3 - Blanco
- 4 - Aldrin
- 5 - Heptaclore Epóx.
- 6 - Dieldrin
- 7 - DDT



DETERMINACION DE PLAGUICIDAS EN PURE DE PAPA

MUESTRA 5

Picos encontrados T'r	T're	Compuesto
1.55	0.508	alfa BHC
2.05	0.672	gamma BHC
2.9	0.95	blanco
3.05	1.0	aldrin
4.75	1.56	heptacloro epóx.
7.35	2.45	dieldrin
13.0	4.26	pp: DDT

T'r para aldrin 3.05

Plaguicidas cuanteados ( ppm )

Plaguicida	Muestra 1	Muestra 2	Promedio
alfa BHC	0.0115	0.011	0.00115
heptacloro epóx.	0.0058	0.0057	0.00575
dieldrin	0.049	0.050	0.0495

DATOS DE LA MUESTRA V

Ensayo No.	Alfa BHC		Heptacloro Epóx.		Dieldrin	
	1	2	1	2	1	2
Peso de la muestra (g)	4.93338	5.05824	4.93338	5.05824	4.93338	5.05824
mcl. inyectados	5	5	5	5	3	3
ng de estandar	0.05	0.05	0.03	0.03	0.1	0.1
Area del estandar	1.28	1.26	0.665	0.665	4.29	6.70
Area del problema	1.48	1.42	0.648	0.630	6.67	10.14
ng de pesticida a que corresponden	0.058	0.051	0.029	0.028	0.15	0.15
ppm	0.0115	0.0110	0.0058	0.0057	0.049	0.050

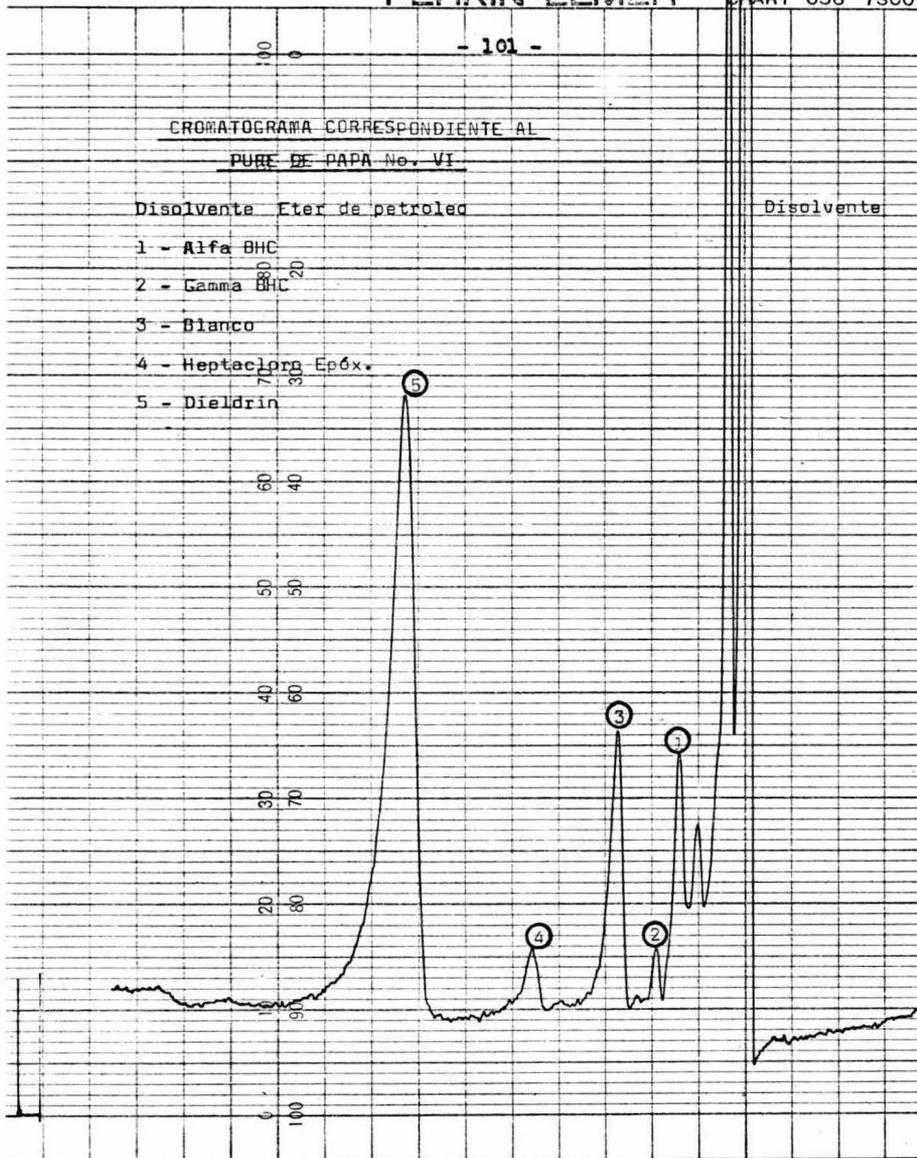
CROMATOGRAMA CORRESPONDIENTE AL

PURE DE PAPA No. VI

Disolvente Eter de petroleo

Disolvente

- 1 - Alfa BHC
- 2 - Gamma BHC
- 3 - Blanco
- 4 - Heptacloro Epóx.
- 5 - Dieldrin



DETERMINACION DE PLAGUICIDAS EN PURE DE PAPA

MUESTRA 6

Picos encontrados	T'r	T're	Compuesto
1.55		0.508	Alfa BHC
2.05		0.672	gamma BHC
2.9		0.95	blanco
4.75		1.56	heptacloro epóx.
7.4		2.43	dieldrin
	T'r para aldrin	3.05	

Plaguicidas cuanteados ( ppm )

Plaguicida	Muestra 1	Muestra 2	Promedio
alfa BHC	0.0052	0.0061	0.0057
heptacloro epóx.	0.0068	0.0060	0.0064
dieldrin	0.060	0.065	0.0625

DATOS DE LA MUESTRA VI

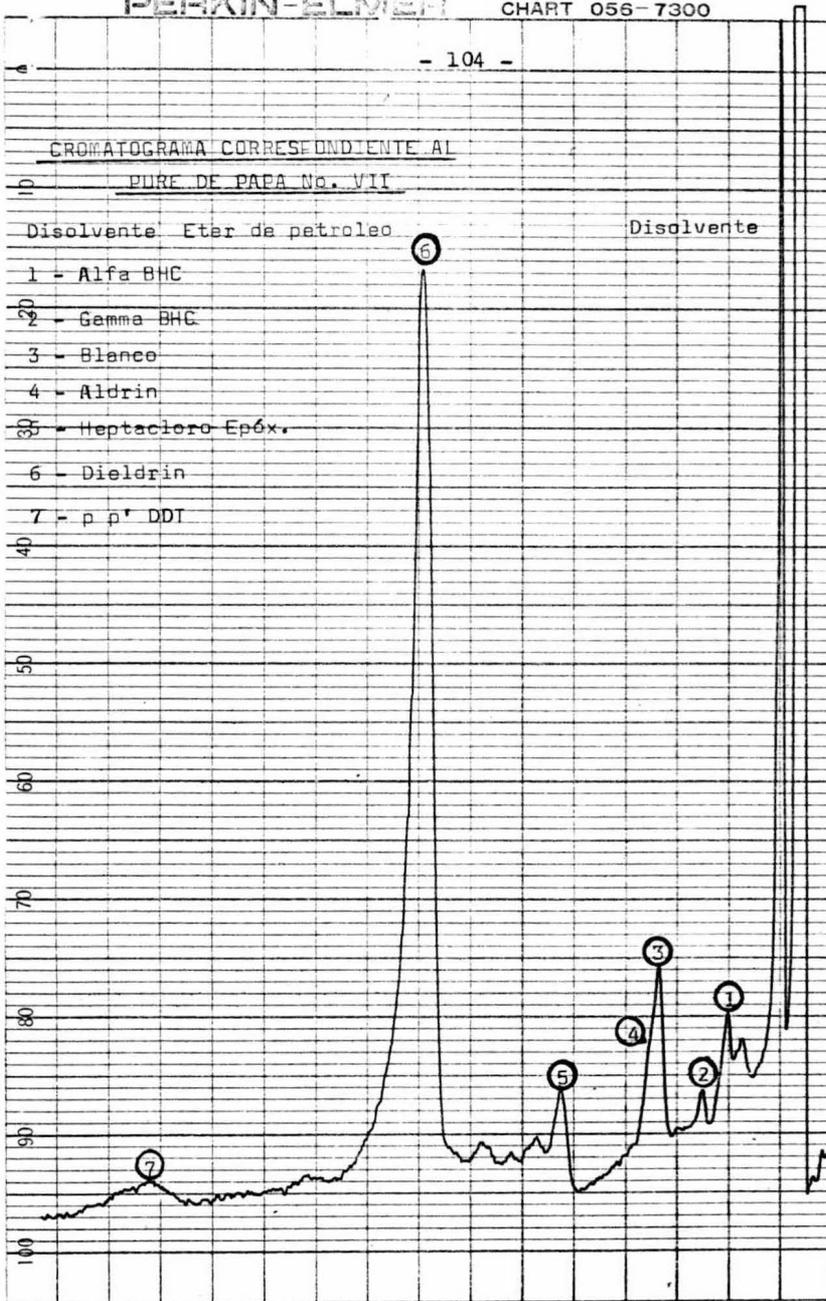
Ensayo No.	Alfa BHC		Heptacloro Epóx.		Dieldrin	
	1	2	1	2	1	2
Peso de la muestra (g)	3.532635	5.112395	3.532635	5.112395	3.532635	5.112395
mcl inyectados	4	4	4	4	2	2
ng de estandar	0.02	0.02	0.03	0.03	0.1	0.1
Area del estandar	0.51	0.51	0.718	0.718	4.62	4.23
Area del problema	0.59	0.64	0.718	0.595	6.60	8.8
ng de pesticida a que corresponden	0.023	0.025	0.03	0.025	0.140	0.133
ppm	0.0052	0.0061	0.0068	0.0060	0.060	0.065

CROMATOGRAMA CORRESPONDIENTE AL  
PURE DE PAPA No. VII

Disolvente: Eter de petroleo

Disolvente

- 1 - Alfa BHC
- 2 - Gemma BHC
- 3 - Blanco
- 4 - Aldrin
- 5 - Heptacloro Epóx.
- 6 - Dieldrin
- 7 - p p' DDT



DETERMINACION DE PLAGUICIDAS EN PURE DE PAPA

MUESTRA 7

Picos encontrados T'r	T're	Compuesto
1.55	0.508	alfa BHC
2.0	0.67	gamma BHC
2.85	0.93	blanco
3.05	1.0	aldrin
4.75	1.56	heptacloro epóx.
7.4	2.43	dieldrin
12.7	4.16	pp' DDT

T'r para aldrin 3.05

Plaguicidas cuanteados ( ppm )

Plaguicida	Muestra 1	Muestra 2	Promedio
alfa BHC	0.0021	0.0018	0.0020
heptacloro epóx.	0.0034	0.0035	0.0035
dieldrin	0.050	0.058	0.054

DATOS DE LA MUESTRA VII

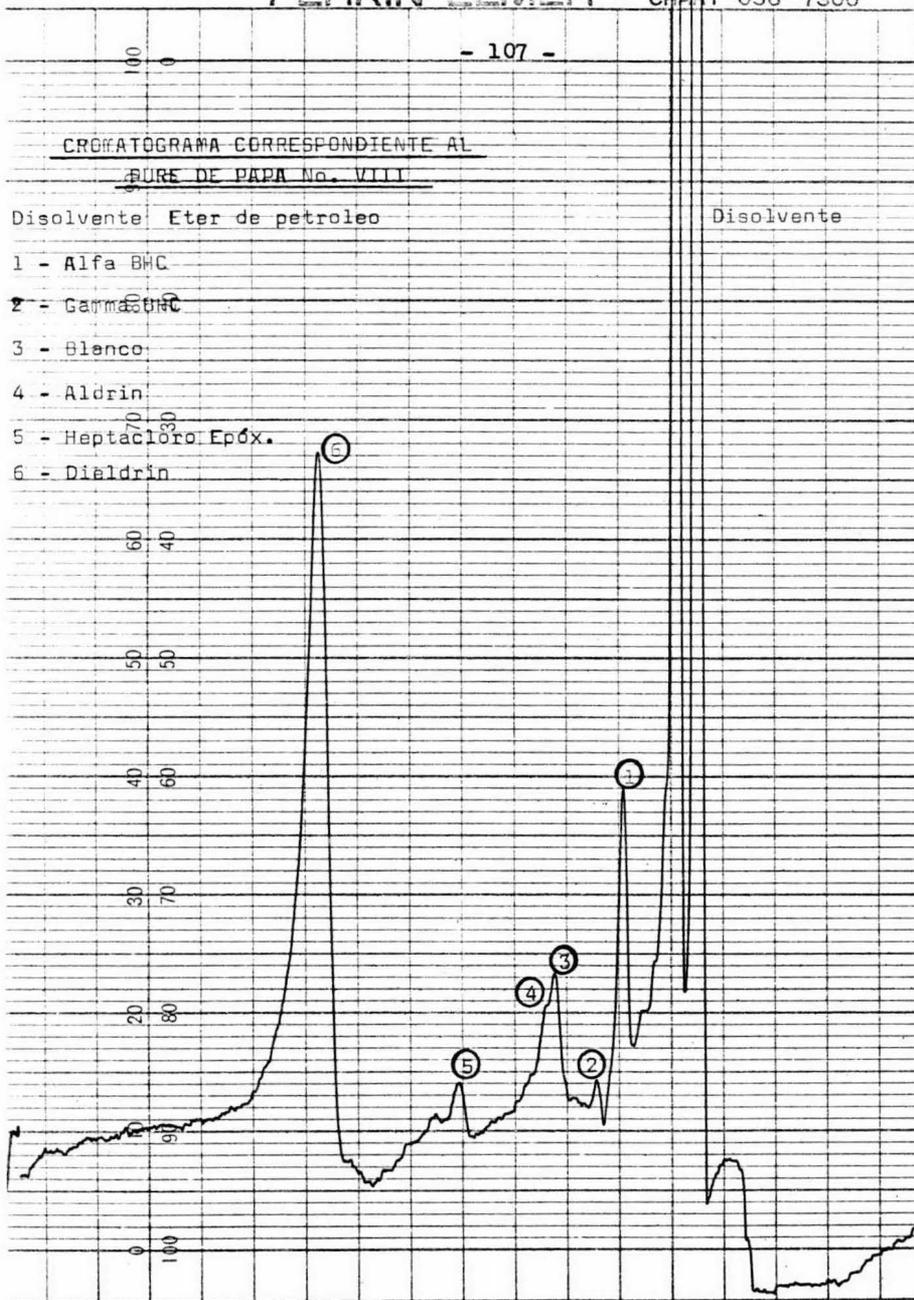
Ensayo No.	Alfa BHC		Heptacloro Epóx.		Dieldrin	
	1	2	1	2	1	2
Peso de la muestra (g)	4.10891	3.993145	4.10891	3.993145	4.10891	3.993145
mcl. inyectados	5	5	5	5	2	2
ng de estandar	0.01	0.01	0.015	0.015	0.1	0.1
Area del estandar	0.30	0.17	0.595	0.525	5.00	5.01
Area del problema	0.26	0.12	0.56	0.49	4.14	3.12
ng de pesticida a que corresponden	0.0087	0.0071	0.014	0.014	0.083	0.071
ppm	0.0021	0.0018	0.0034	0.0035	0.050	0.058

CROMATOGAMA CORRESPONDIENTE AL  
PURE DE PAPA No. VIII

Disolvente: Eter de petroleo

Disolvente

- 1 - Alfa BHC
- 2 - Gamma BHC
- 3 - Blanco
- 4 - Aldrin
- 5 - Heptacloro Epóx.
- 6 - Dieldrin



DETERMINACION DE PLAGUICIDAS EN PURE DE PAPA

MUESTRA 8

Picos encontrados	T'r	T're	Compuesto
1.55		0.508	Alfa BHC
2.18		0.715	gamma BHC
2.9		0.95	blanco
3.05		1.0	aldrin
4.75		1.56	heptacloro epóx.
7.4		2.42	dieldrin

T'r Para aldrin 3.05

Plaguicidas cuanteados ( ppm )

Plaguicida	Muestra 1	Muestra 2	Promedio
alfa BHC	0.0039	0.0047	0.0043
heptacloro epóx.	0.0016	0.0011	0.0014
dieldrin	0.014	0.027	0.021

DATOS DE LA MUESTRA VIII

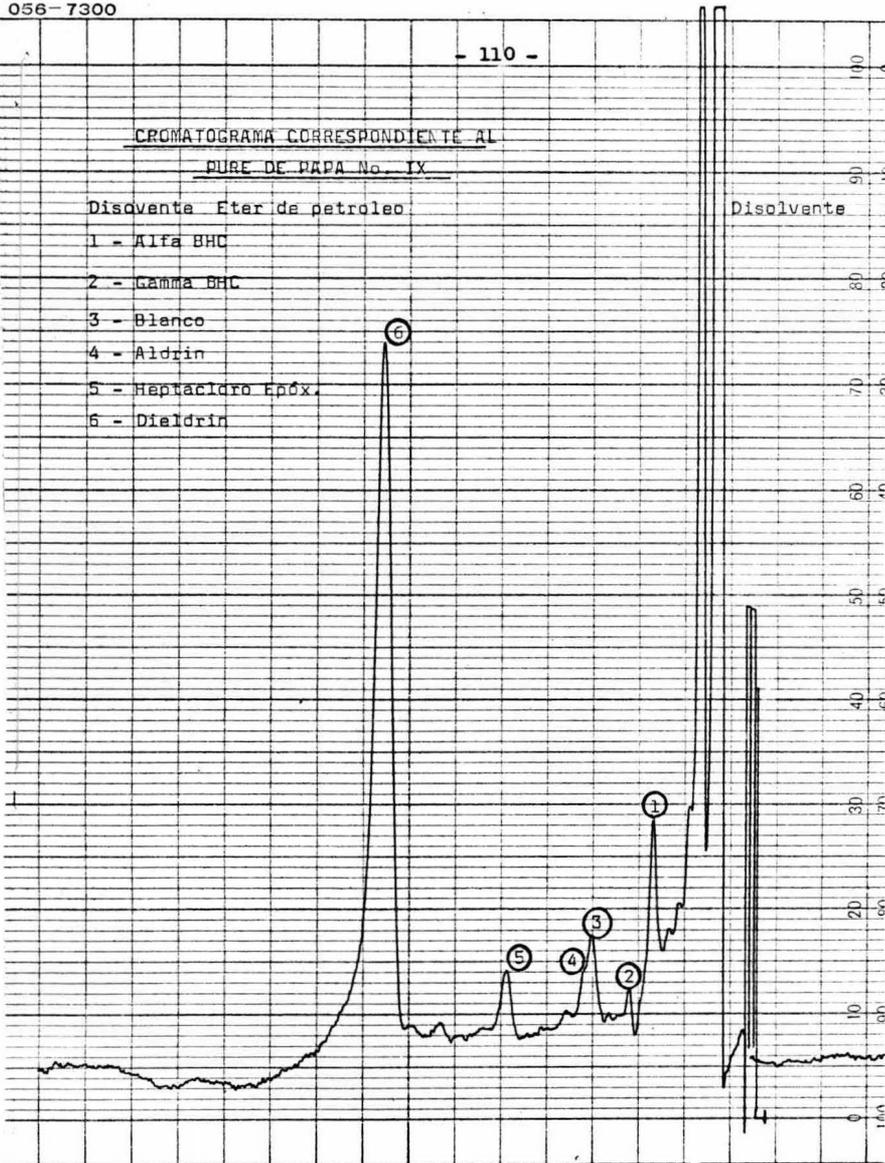
Ensayo No.	Alfa BHC		Heptacloro Epóx.		Dieldrin	
	1	2	1	2	1	2
Peso de la muestra (g)	4.033825	4.154035	4.033825	4.154035	4.033825	4.15403
mcl. inyectados	5	5	5	5	5	5
ng de estandar	0.02	0.02	0.01	0.01	0.1	0.1
Area del estandar	0.82	0.90	0.468	0.50	4.73	4.95
Area del problema	0.64	0.86	0.303	0.220	2.67	2.36
ng de pesticida a que corresponden	0.0156	0.0190	0.0065	0.0044	0.056	0.108
ppm	0.0039	0.0047	0.0016	0.0011	0.014	0.027

CROMATOGRAMA CORRESPONDIENTE AL  
PURE DE PAPA No. IX

Disolvente Eter de petroleo

Disolvente

- 1 - Alfa BHC
- 2 - Gamma BHC
- 3 - Blenco
- 4 - Aldrin
- 5 - Heptacloro Epóx.
- 6 - Dieldrin



DETERMINACION DE PLAGUICIDAS EN PURE DE PAPA

MUESTRA 9

Picos encontrados	T'r	T're	Compuesto
1.55		0.508	alfa BHC
2.05		0.672	gamma BHC
2.85		0.93	blanco
3.05		1.0	aldrin
4.75		1.56	heptacloro epóx.
7.4		2.43	dieldrin

T'r para aldrin 3.05

Plaguicidas cuanteados ( ppm )

Plaguicida	Muestra 1	Muestra 2	Promedio
alfa BHC	0.0029	0.0032	0.0031
heptacloro epóx.	0.0013	0.0014	0.0014
dieldrin	0.034	0.035	0.0345

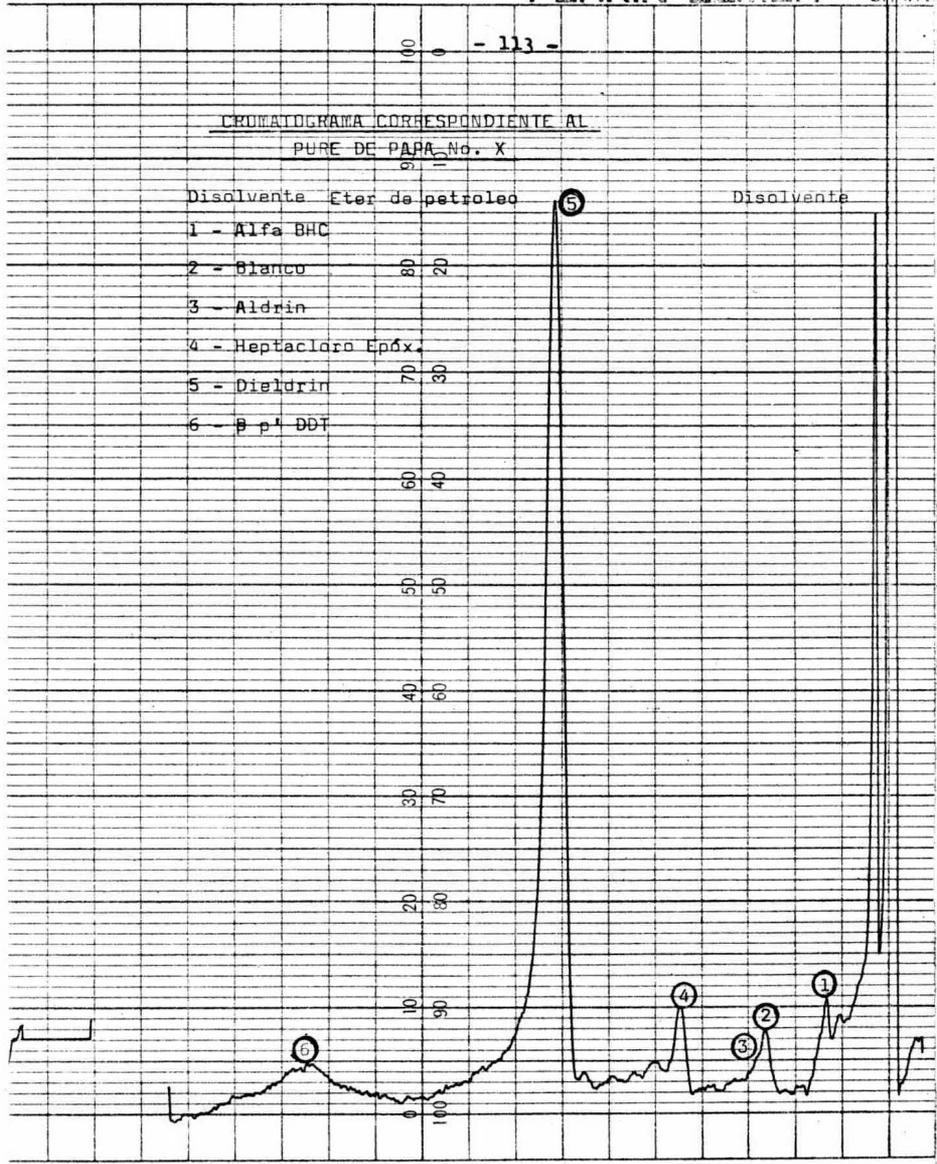
DATOS DE LA MUESTRA IX

Ensayo No.	Alfa BHC		Heptacloro Epóx.		Dieldrin	
	1	2	1	2	1	2
Peso de la muestra (g)	4.120165	4.15265	4.120165	4.15265	4.120165	4.15265
mcl. inyectados	5	5	5	5	5	5
ng de estandar	0.01	0.01	0.01	0.01	0.1	0.1
Area del estandar	0.285	0.310	0.338	0.338	3.03	3.06
Area del problema	0.34	0.42	0.175	0.193	4.26	4.42
ng de pesticida a que corresponden	0.0119	0.0186	0.0052	0.0057	0.141	0.146
ppm	0.0029	0.0032	0.0013	0.0014	0.034	0.035

- 113 -

CROMATOGRAMA CORRESPONDIENTE AL  
PURE DE PAPA No. X

Disolvente	Eter de petroleo	Disolvente
1 - Alfa BHC	80	
2 - Blanco	20	
3 - Aldrin		
4 - Heptacloro Epóx.	70	
5 - Dieldrin	30	
6 - p' p' DDT		



DETERMINACION DE PLAGUICIDAS EN PURE DE PAPA

MUESTRA 10

Picos encontrados	T'r	T're	Compuesto
1.55		0.508	alfa BHC
2.85		0.93	blanco
3.05		1.0	aldrin
4.65		1.52	heptacloro epóx.
7.3		2.39	dieldrin
12.7		4.16	pp' DDT

T'r para aldrin 3.05

Plaguicidas cuanteados ( ppm )

Plaguicidas	Muestra 1	Muestra 2	Promedio
alfa BHC	0.0027	0.0027	0.0027
heptacloro epóx.	0.0022	0.0026	0.0024
dieldrin	0.054	0.042	0.043

DATOS DE LA MUESTRA X

Ensayo No.	Alfa BHC		Heptacloro Epóx.		Dieldrin	
	1	2	1	2	1	2
Peso de la muestra (g)	4.007135	4.00292	4.007135	4.00292	4.007135	4.00292
mcl. inyectados	5	5	5	5	2	2
ng de estándar	0.01	0.01	0.015	0.015	0.1	0.1
Area de estándar	0.225	0.225	0.47	0.45	3.63	3.63
Area del problema	0.24	0.24	0.28	0.315	2.448	2.544
ng de pesticida a que corresponden	0.0107	0.0107	0.0089	0.0105	0.067	0.070
ppm	0.0027	0.0027	0.0022	0.0026	0.042	0.044

BIPLIOGRAFIA.

BIBLIOGRAFIA

- 1 ) Talburt, William.  
Potato Processing  
AVI Publishing Company INC  
England 1959.
  
- 2 ) Gunther, F.A. y Jeppson, L.R.  
Insecticidas Modernos y la Producc.Mundial de Alimentos  
1<sup>a</sup>. Ed.  
Compañía Editorial Continental, S.A.  
México, D.F. 1962
  
- 3 ) Derache, R. La biodegradación ecológica de los pesticidas y el riesgo de polución de los alimentos.  
Ion, XXXIII No. 379, 87 ( 1973 ).
  
- 4 ) Hernández, M; Chávez, A.; Bourges, H.  
Valor nutritivo de los alimentos mexicanos.  
Instituto Nacional de la Nutrición.  
6<sup>a</sup>. Ed. México 1974.
  
- 5 ) Zweing Gunter ( Ed )  
Pesticidas, plant Growth Regulators, and FooAdditives  
Vol. II Insecticidas.  
Pag. 1, 97, 143, 245, 507.  
Academic Press  
London 1964
  
- 6 ) Francone Mario Pablo  
Toxicología  
Pag. 280 - 300.  
Ed. Médica Panamericana  
Buenos Aires 1963.

- 7 ) W. T. Thomson  
Agricultural Chemicals  
Book IV - Fungicides  
Thomson Publications  
Indiana 1973
  
- 8 ) McNair, H.M. and Bonelli, E. j.  
Basic Gas Chromatography  
5<sup>a</sup> Ed.  
Varian Aerograph  
U S A 1969
  
- 9 ) Willard, H. H.; Merrit, L.L. Jr and Sean, J.A.  
Métodos Instrumentales de análisis  
4<sup>a</sup> Ed.  
Cía. Ed. Continental, S.A.  
México, D.F.
  
- 10) Manual Práctico de Cromatografía de gases  
PerKin Elmer de México, S.A.
  
- 11) Preston, S. T. Jr.  
A Guide to Analysis of Pesticides by Gas Chromatography. 2<sup>a</sup> Ed.  
Pag. A6, A7, B1 - B54  
PolyScience Corporation  
U S A 1967
  
- 12) The Multiple detection method for chlorinated and phosphated pesticides. 24-207-24-231, J. of the Association of Official Analytical Chemist, 51 No. 2  
472 - 481 ( 1968 ).

- 13) T. Stijve and. E. Cardinale, Travaux de Chimie Alimentaire et d'Hygiene 63 No. 1; 142-151 1972.
  
- 14) Luke, M. A.; Froberg, J. E. and Masumoto, H. T. Extraction and cleanup of organochlorine, organophosphate, organitrogen, and hydrocarbon Pesticides in produce for determination by Gas - liquid Chromatography, J. of the Association of Official Analytical Chemist, 58 N.5 1020 - 1026 ( 1975 ).
  
- 15) Palmer, N. J. et Benson, W. A. J. of the Association - of Official Analytical Chemist, 51,679-681 ( 1968 ).
  
- 16) Mendoza, C. E., et Shields, J. B. J. of the Association<sup>n</sup> of Official Analytical Chemist, 54,507-512 ( 1971 ).
  
- 17) Lynn, T. R.; Hoffman, C. L.; and Austin, M. M.  
Guide to Stationary Phases for Gas Chromatography  
ANALABS INC.  
U S A 1968.
  
- 18) Residuo de Plaguicidas en los Alimentos  
Informe de la Reunión Conjunta FAO/OMS de 1969.
  
- 19) Residuo de Plaguicidas en los Alimentos  
Informe de la Reunión Conjunta FAO/OMS de 1972.

- 20) Folia Entomológica Mexicana  
IX Congreso Nacional de Entomología  
No. 29, Septiembre 1974.
- 21) Lisk, J.D. Detection and Measurement of Pesticide  
Residues. Science, No. 154, 93 - 98 ( 1966 ).
- 22) Abbott, David y Andrews, R. S.  
Introducción a la Cromatografía  
3<sup>a</sup>. Ed.  
Ed. Alhambra, S. A.  
Madrid 1973
- 23) Storch de de Gracia, J. M.  
Fundamentos de la cromatografía de gases.  
1<sup>a</sup>. Ed.  
Ed. Alhambra, S. A.  
Madrid 1968.