

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS Y FARMACIA

Comparación de dos métodos de limpieza del
extracto, para la determinación de residuos
de Clorotalonil en muestras de Arveja China
(Pisum sativum L.).

Informe de Tesis

Presentado por

Pedro Guillermo Jayes Reyes

Para optar al título de

LICENCIADO EN QUIMICA

Guatemala, Octubre de 1,995

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
Biblioteca Central

DL
06
T(1771)

**JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS Y FARMACIA**

DECANO	LIC. JORGE RODOLFO PEREZ FOLGAR
SECRETARIA	LICDA. ELEONORA GAITAN IZAGUIRRE
VOCAL I	LIC. MIGUEL ANGEL HERRERA GALVEZ
VOCAL II	LIC. GERARDO LEONEL ARROYO CATALAN
VOCAL III	LIC. MIGUEL ORLANDO GARZA SAGASTUME
VOCAL IV	BR. ANA MARIA RODAS CARDONA
VOCAL V	BR. HAYRO OSWALDO GARCIA GARCIA

DEDICO ESTA TESIS

A:

Mis padres: Pedro B. Jayes Contreras y
María T. Reyes de Jayes
por su incomparable amor y apoyo
constante.

Mis amigos y compañeros: Ana María, Ariel
Gutierrez, Ariel Castillo, Carlos, Ericka
Patricia, Franz, Guillermo, Hector, Jorge
Emilio, Jorge Paz, Jorge Rafael, Juan Fco.,
Kalina, Miguel Angel, Nidia, Rebeca y Rosa
Amelia.

La memoria del Lic. Pedro Noriega Ruiz.

AGRADECIMIENTOS

Al: Instituto Centro Americano de Investigación y Tecnología Industrial (ICAITI)., Por brindarme la oportunidad de desarrollar la presente investigación.

A: Licda. Julia Alicia Amado de Zeissig, por su acertada asesoría y orientación.

A: Licda. Fabiola de Micheo, Ing. Dyna Melgar de Sarmiento, Ing. Eva Ileana Mejía; por su constante ayuda y amistad.

Al: Personal técnico de la División de Servicios de Laboratorio del ICAITI, por la cooperación y amistad que me brindaron. Especialmente a: Rubén Alberto Fiorini, Mario Reyes, Rafael Urrutia, Maximiliano Salazar y Julia Gudiel de Pineda.

A: Licda. Thelma Alvarado de Gallardo y Sra. Yolanda Bernard de Ovalle, por su apoyo y finas atenciones.

A: Lic. Willy Knedel, Lic. Federico Nave, por su valiosa orientación y ayuda.

INDICE

	Página
I. Resumen.....	3
II. Introducción.....	5
III. Antecedentes.....	7
IV. Justificaciones.....	30
V. Objetivos.....	31
VI. Hipótesis.....	32
VII. Materiales y Métodos.....	33
VIII. Resultados.....	47
IX. Discusión.....	50
X. Conclusiones.....	57
XI. Recomendaciones.....	59
XII. Referencias.....	60
XIII. Anexos.....	64

I. RESUMEN

Para los propósitos de exportación de Arveja China; (Pisum sativum L.), ésta debe encontrarse libre de residuos del fungicida Clorotalonil (2,4,5,6-tetracloro-1,3-Bencenodicarbonitrilo), porque así lo exigen los países importadores.

Por ello, y como parte de su control de calidad, el vegetal es sometido a un análisis de residuos de plaguicidas.

En el presente trabajo se hace una comparación entre los porcentajes de recuperación de residuos de Clorotalonil en muestras de Arveja China, usando Florisil versus Alúmina Neutra como adsorbentes para la limpieza de los extractos (Clean-up), obtenidos usando como solvente de extracción acetonitrilo.

La detección y cuantificación del Clorotalonil en los extractos concentrados se hizo por medio de cromatografía de gases, usando detector de captura de electrones.

Estos porcentajes de recuperación obtenidos, fueron analizados por medio de la t de student para comparaciones pareadas, encontrando una p inferior al α calculado.

Como resultado del análisis estadístico se encontró que el método que utiliza Florisil para la limpieza (Clean-up) de los extractos, proporciona un mayor porcentaje de recuperación y una menor variabilidad. A la vez este método resultó ser más efectivo para la adsorción de los interferentes que contienen los extractos y que impiden la detección y cuantificación del compuesto a analizar.

Se comprobó por consiguiente que la utilización del Florisil como fase estacionaria para la limpieza del extracto, resultó más eficiente que el uso de Alúmina Neutra.

II. INTRODUCCION

El uso de agroquímicos para controlar las plagas y mejorar el rendimiento de los cultivos en la producción de alimentos, ha traído como consecuencia la contaminación de fuentes de agua, alimentos, medio ambiente en general y efectos nocivos en la salud de la población.

Las malas técnicas de aplicación de los químicos o bien, cosechar antes del tiempo establecido para un compuesto dado, ha tenido como consecuencia lógica contaminación en productos agropecuarios de exportación, y que han sido causa de rechazo de embarques completos a su entrada a los países de destino, principalmente a los Estados Unidos.

En la década pasada, se han implementado las actividades de comercio y se ha dado impulso a la exportación de los llamados productos no tradicionales, como las hortalizas y frutas, cuyo mercado principal al igual que la carne, es el de los Estados Unidos.

Para el caso de la arveja china, muchos embarques han sido rechazados porque han presentado residuos de clorotalonil, lo cual viola lo establecido por el gobierno de dicho país.

En las condiciones de aceptación de la arveja china, el mercado estadounidense no ha establecido en el cultivo de ésta el empleo del fungicida clorotalonil, por lo cual la arveja china no debe contener residuos de dicho plaguicida.

Este estudio trata de métodos de análisis de residuos para dicho plaguicida, y de la forma de efectuar un mejor procedimiento analítico para el control de las trazas de este químico en el mencionado vegetal.

Se pretende comparar dos métodos de limpieza (Clean-up) del extracto para la determinación de residuos de Clorotalonil (2,4,5,6-tetracloro-1,3-Bencenodicarbonitrilo) en muestras de Arveja China (Pisum sativum L.), usando para ello Florisil y Alúmina neutra, con el propósito de eliminar interferentes que puedan producir resultados de falsos positivos y la sensibilidad necesaria para detectar cantidades de 0.01 mg/Kg (ppm).

Para la detección y cuantificación se utiliza cromatografía de gases con detector de captura de electrones. Finalmente se evalúan los resultados de las recuperaciones obtenidas con cada método, para implementar el que económicamente resulte a un costo más bajo.

III. ANTECEDENTES

Son muchos los casos en los que se mencionan los efectos en la salud por el uso de plaguicidas y la contaminación de los alimentos. En Guatemala se efectuó el primer estudio de contaminación de leche humana en 1971 (1). Se encontró un nivel máximo de 12.2 (mg/Kg) de DDT, casi 250 veces mayor que el nivel de 0.05 mg/Kg para leche de vaca, recomendado por FAO/OMS. En un segundo estudio efectuado en 1982 en leche humana el nivel máximo de DDT se encontraron residuos de HCH, heptacloro epóxido, dieldrina y endrina. De estos mismos plaguicidas se encontraron niveles altos también, en tejido adiposo humano. El valor máximo de 191 mg/Kg es 13 veces más alto que el nivel de 15 mg/Kg, que la OMS reporta como un nivel probable, en una población no expuesta. Se encontraron niveles hasta 75 mg/Kg en niños menores de un año. Estos niveles se refieren a DDT. (2)

En Costa Rica se encontraron residuos altos de DDT total en huevos de ave y una relación directa entre el grosor de la cáscara de los huevos y la cantidad de residuos. (3)

El uso de plaguicidas es generalizado en prácticamente todos los cultivos y por casi todos los agricultores. (4)

En El Salvador se realizó una investigación sobre la traslocación de productos organoclorados, desde el suelo hasta la leche materna. Los resultados fueron la base para la prohibición del uso del DDT a partir de 1976. En 140 muestras de leche y productos lácteos analizadas, todas resultaron contaminadas con lindano, heptacloro epóxido, dieldrina y DDT. Más de la mitad de las muestras sobrepasó los límites máximos de residuos. En aceites y grasas comestibles también se encontraron valores hasta de 0.5 mg/Kg. (5)

En Honduras se han llevado a cabo estudios sobre los plaguicidas organoclorados en aguas, peces, alimento animal, aves de rapiña, leche humana, plasma humano, tejido adiposo de pacientes de cirugía hospitalizados y de otras personas escogidas al azar. Casi todos estos estudios han demostrado una situación alarmante en la zona sur del país, en lo que se refiere a la cantidad de intoxicaciones y concentraciones en los tejidos. (1)

Otros plaguicidas de importancia son los organofosforados cuyo uso se ha incrementado como lo demuestran las estadísticas de importación de estos productos en Guatemala para 1985. De los insecticidas importados, el 7% corresponde a organoclorados, el 56% a organofosforados, el 21% a carbamatos, el 15% a piretroides y el 1% a otros. (2)

Esta misma tendencia ocurre en otros países de Centro América como Costa Rica, El Salvador y Honduras. (3)

Existe mucho desconocimiento entre los usuarios de plaguicidas sobre la forma correcta de aplicarlos. Es muy común que no se observe el tiempo recomendado entre la última aplicación y la cosecha. Esta práctica es muy frecuente en el cultivo de hortalizas y frutas. Los residuos que más frecuentemente se encuentran en hortalizas son metamidofos, metasistox y dipterex, algunas veces, estos sobrepasan los límites establecidos por el Codex Alimentarius. (2)

En El Salvador se presenta la misma situación. Se han encontrado residuos de organoclorados, carbamatos y piretroides que sobrepasan los límites permisibles. (5)

En muestras colectadas a nivel de mercado se encontraron residuos de metil paratión, dipterex, volatón, metamidofos, diazinon y dysistón. En muestras de repollo y tomate se obtuvieron valores que sobrepasaron las tolerancias para dipterex y metamidofos. El valor más alto para metamidofos fue de 2.31 mg/Kg. (5)

En un estudio efectuado en 1990-1991 en una zona productora se han encontrado residuos de metamidofos, metomil, carborufano y deltametrina.

Es importante resaltar que algunos metabolitos de plaguicidas organofosforados pueden ser más tóxicos que el compuesto originalmente aplicado al cultivo y que si los agricultores no cumplen con observar el tiempo entre la última aplicación y la cosecha, éstos podrían ser causa de intoxicaciones agudas o fuentes de contaminación al consumidor. Ahora se sabe que los organofosforados pueden ser causa de efectos crónicos como las neuropatías retardadas. (6)

El uso indiscriminado de plaguicidas ha sido la causa de un gran número de intoxicaciones. La magnitud del problema no se conoce en su totalidad pero se estima que el número de intoxicaciones agudas en la región centroamericana es muy alto.

Las intoxicaciones crónicas son aún más difíciles de cuantificar. En Costa Rica, el 50% de las intoxicaciones agudas se deben a inhibidores de la acetilcolinesterasa; 16.1% se deben a paraquat. (7)

A pesar del subregistro en la información de las causas de intoxicación, los organofosforados han sido la causa de un 38% de las intoxicaciones agudas en Guatemala. Paraquat y Fosfina también han causado intoxicaciones agudas por exposición laboral o por accidente. A pesar de su prohibición, la endrina ha sido implicada en varios casos de intoxicaciones agudas con 37 personas afectadas. (2)

En cuanto a los efectos a largo plazo, en Costa Rica, en 1980 se encontraron 72 trabajadores bananeros estériles por exposición laboral al nematocida 1,2-dibromo-3-cloropropano (DBCP). (8)

La contaminación de los alimentos por plaguicidas ha sido causa del rechazo de embarques completos a su entrada a los países de destino, principalmente a los Estados Unidos.

La mayoría de los países de la región han sufrido el rechazo de embarques enteros de carne de res por contener altos residuos de plaguicidas organoclorados. (10)

En Guatemala, en la década de los 70 se encontró DDT y sus metabolitos en niveles alrededor de 200 mg/Kg en la grasa bovina. (2)

El límite permitido en los Estados Unidos es de 5 mg/Kg. Las pérdidas económicas fueron cuantiosas, del orden de los 2 millones de dólares (ROCAP/USAID, 1984). (11)

En Guatemala, las acciones de restricción o prohibición del uso de los organoclorados en la década de los 80 se refleja ahora en el descenso de los niveles de contaminación, tanto en la carne de res, en la que prácticamente ya no se detectan este tipo de residuos como en otro tipo de alimentos.

Entre 1982 y 1985 se analizaron 34 muestras de grasa de carne de res de consumo local en Guatemala. Los valores de DDT total encontrados están entre 0.001 y 2.22 mg/Kg comparados con niveles de hasta 200 mg/Kg encontrados antes de la prohibición. También se encontraron residuos de dieldrina y heptacloro

epóxido en niveles por debajo de los límites establecidos por FAO/OMS.

En el análisis de 15 muestras de dietas totales los niveles encontrados están entre 0.001 y 0.04 mg/Kg para DDT total y para dieldrina los valores estaban entre no detectados y 0.001 mg/Kg. No se detectaron otros organoclorados. (2)

Dentro de las actividades de comercio en la década pasada se ha dado impulso a la exportación de hortalizas y frutas. El mercado principal, al igual que la carne, es el de los Estados Unidos.

Numerosos embarques han sido rechazados por violaciones a las tolerancias establecidas por la Agencia para la Protección del Ambiente (EPA por sus siglas en inglés).

Detenciones en 1991 por residuos de plaguicidas (12)

<u>País</u>	<u>Producto</u>
Costa Rica	10 (moras, chayotes)
El Salvador	14 (okra)
Guatemala	28 (arveja china, ejote frances, okra, moras, fresas, brócoli)
Honduras	07 (banano, melón, okra)
Nicaragua	--
Panamá	01 (melón)
República Dominicana	176 (melón, pimientos, ejotes, berenjenas, tomates, okra, naranjas)

Principales plaguicidas causa de detenciones (12)

Costa Rica	:	Kelthane y acefate.
El Salvador	:	Metamidofos.
Guatemala	:	Pirimifos metil, permetrina, clorotalonil, EDB, metamidofos.
Honduras	:	Profenofos, sulfato de endosulfan.
Nicaragua	:	No hubo detenciones en 1991.
Panamá	:	Monocrotofos.
República Dominicana	:	Monocrotofos, profenofos, acefate, metamidofos, pirimifos metil.

Algunas veces las violaciones se han debido a residuos elevados pero en otras, al uso inadecuado de plaguicidas, lo que demuestra el poco conocimiento que se tiene por parte de los agricultores al uso correcto de los plaguicidas.

En la mayoría de los países los agricultores practican sus propias costumbres agrícolas con la mezcla de hasta cuatro productos diferentes en la misma aplicación, con aumento en la frecuencia de las aplicaciones y en no observar el tiempo entre la última aplicación y la cosecha.

Después de conocerse los efectos residuales de los plaguicidas organoclorados y sus efectos en la salud y el ambiente, este grupo de compuestos fue retirado de la mayoría de los países o se restringió el uso a un número reducido y de menor residualidad. En la actualidad por ejemplo, se utiliza endosulfán en Costa Rica, El Salvador, Guatemala y Honduras. En México, el DDT y el BHC tienen registro restringido para ser utilizado por las dependencias del estado en campañas sanitarias. (12)

En Cuba también está aún vigente el registro del DDT. (13)

Otros organoclorados permitidos en la mayoría de los países de la región son el dicofol, clorotalonil y vinclozolin.

En trabajos de investigación efectuados en vegetales y frutas en la mayoría de los países de la región, se han encontrado residuos de organofosforados, carbamatos y piretroides en niveles variables que en ocasiones rebasan los límites máximos establecidos por el Codex Alimentarius.

En Costa Rica se han encontrado residuos de clorpirifos en varios productos hortícolas. (14)

En Guatemala, se han encontrado residuos de endosulfán en okra. (15)

Información obtenida a través de los Departamentos de Sanidad Vegetal de los países de Centro América y México reflejan que de los plaguicidas, los insecticidas son de los más utilizados y entre ellos, los organofosforados ocupan el primer lugar en importaciones, seguidos en su orden los carbamatos, piretroides, organoclorados y otros de varios grupos químicos. En casi todos los países de la región el Metamidofos es uno de los organofosforados que más se utiliza. En El Salvador los agricultores mezclan usualmente metomil (carbamato), metamidofos (organofosforado) y un piretroide que puede ser deltametrina o ciflutrin. Entre otros, el uso del herbicida paraquat es muy generalizado. (3)

Principales Plaguicidas utilizados en la región (3)

<u>Organoclorados</u>	<u>Organofosforados</u>	<u>Piretroides</u>
clorotalonil	metamidofos	permetrina
dicofol	terbufos	deltametrina
vinclozolín	pirimifosmetil	ciflutrín
endosulfán	clorpirifos	
DDT	metil paration	
	monocrotofos	
	acefate	

Otros

Kelthane

EDB

El FDA (Administración de Alimentos y Drogas) (21), es la agencia gubernamental de los Estados Unidos con la responsabilidad de proteger al consumidor norteamericano contra la contaminación y adulteración de todos los alimentos que se venden en los mercados del país, producidos tanto dentro como fuera del mismo. Además de la revisión de la etiqueta del

producto y de análisis microbiológico, otra de las inspecciones que realiza la EPA [Environmental Protection Agency (Agencia de Protección del Medio Ambiente, EE.UU)], para cumplir su cometido es un análisis de residuos de plaguicidas. Al encontrar violaciones, el FDA puede detener el envío y si el problema no puede ser corregido, el importador puede optar por la destrucción o reexportación del producto a otro país. Por lo general escoge la destrucción porque es más barato y fácil (22).

En 1992, el FDA detuvo del siguiente número de productos agrícolas guatemaltecos durante los años 1989 - 92 (22):

AÑO	No. DE DETECCIONES DE GUATEMALA	% DE DETENCIONES POR PLAGUICIDAS	VALOR ESTIMADO DE PERDIDAS (\$)
1989	87	52%	1,352,410.00
1990	192	63%	2,984,628.00
1991	99	27%	3,215,701.00
1992*	296	100%	9,614,621.00

* Durante los primeros cinco meses del año, son casi todas solamente en arveja china

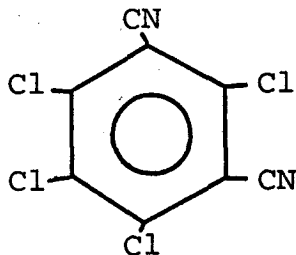
Durante 1991, el 27% de las detenciones fueron por la presencia de residuos de plaguicidas prohibidos. En 1992, durante los primeros cinco meses, el 92% de todas las detenciones fueron en arveja china y se debieron a la misma causa.

Entre los plaguicidas detectados en orden de importancia se encuentran el clorotalonil (Bravo, Daconil, Clortosip), metamidofós (Tamarón, MTD), vinclozolin (Ronilan).

El 82% del cultivo de la arveja china se dirige a los Estados Unidos y en 1992, el valor de las exportaciones fueron aproximadamente el 22% del valor total de las exportaciones de hortalizas y plantas comestibles que exportó Guatemala.

En marzo de 1992, Guatemala fue puesto bajo detención automática por el FDA en las exportaciones de todo tipo de arveja.

CLOROTALONIL



(Tetracloroisofalónitrilo) (17)

I. Generalidades

A. Fórmula empírica:

$C_8 Cl_4 N_2$ (peso molecular: 265.9)

B. Nombres alternativos:

Clorotalonil es el nombre común del Tetracloroisofalónitrilo.

Daconil 2787, Bravo, Termil y ExothermTermil, son marcas registradas de Diamond Shamrock Corporation.

C. Fuentes para estándar analítico:

Agricultural Chemicals Division, Diamond Shamrock Corporation,
Cleveland, Ohio.

D. Propiedades Biológicas:

Clorotalonil es un fungicida de amplio espectro efectivo contra patógenos que afectan plantas de importancia económica; árboles de importancia agrícola y plantas ornamentales.

La diversa actividad fungicida del clorotalonil es característica de su modo de acción, la cual consiste en la alquilación de tioles-glutationes y los glicoles dependientes de tioles así como de enzimas respiratorias celulares. La actividad selectiva del clorotalonil contra los hongos es correlacionada con la selección parcial por las células micóticas.

En el suelo y en presencia de humedad el clorotalonil se degrada. En las regiones de temperatura moderada y marcada humedad, el clorotalonil ha presentado una vida media de un mes y medio a tres meses, dependiendo del tipo de suelo. Análisis químicos de suelos tratados por años con dicho fungicida demostraron que el clorotalonil no se acumula en el suelo.

E. Toxicidad:

La toxicidad oral crítica (LD₅₀) de clorotalonil en ratas albinas hembras y machos es mayor que 10,000 mg/Kg por peso de su cuerpo.

La toxicidad oral crítica en perras es mayor de 5,000 mg/Kg. No se ha estimado la cantidad necesaria para producir signos tóxicos, la cual podría determinarse de acuerdo a la emesis.

La toxicidad crítica (LC₅₀) en patos de 7 días es mayor que 21,500 ppm y en codornices de 7 días de edad se estima en 5,200 ppm.

Los valores de (LC₅₀) para peces fueron de 250 ppb en truchas, 286 ppb en otros peces y 432 ppb en pez gato.

La toxicidad crítica dérmica (LD₅₀) de clorotalonil en conejos albinos es mayor de 10,000 mg/Kg por peso de su cuerpo.

La aplicación repetida de Bravo W-75 en la piel afeitada de conejos hembras y machos albinos en una concentración de 500 mg de material activo por Kg de peso, aplicado durante un período de 21 días produjo una irritación media moderada en la dermis de los animales.

Una aplicación simple de 3.0 mg de clorotalonil en los ojos de los conejos produjo irritación media consistente en conjuntivitis, la cual persistió y en algunos casos empeoró entre los siete días o menos siguientes a la aplicación.

En pruebas de toxicidad crónica realizadas durante dos años, el nivel de ineficacia en ratas fue mayor de 60 ppm y menor de 120 ppm en la dieta diaria. Para perros el nivel de ineficacia fué mayor de 120 ppm.

F. Historia:

El clorotalonil fue primeramente sintetizado en el centro de investigación T. R. Evans de The Diamond Shamrock Corporation en 1962.

El clorotalonil fue primeramente usado en los Estados Unidos en papas para el control temprano y tardío de las manchas o tizón en 1969. En 1971 se registró su uso en 17 vegetales de importancia económica y en cosechas de importancia agrícola.

G. Propiedades Físicas:

Inoloro, blanco, cristalino, sólido (Grado técnico, con olor levemente picante).

Punto de fusión : 250 - 251 °C.

Punto de ebullición : 350 °C. a 760 mm Hg.

Gravedad específica : 1.73

Temperatura (°C)	Presión de vapor (mm Hg)
40.00	0.01
170.40	9.20
190.80	17.40
211.50	27.30
229.50	43.30

Solubilidad (a 25 °C)	Porcentaje en peso
Xileno	8%
Dimetilformamida	3%
Acetona	2%
Dimetilsulfóxido	2%
Agua	0.6 ppm

H. Propiedades Químicas:

1. Síntesis:

La síntesis del clorotalonil se efectúa por la amonoxidación del m-xileno para producir isoftalonitrilo, el cual es luego clorinado para obtener el material técnico.

2. Estabilidad:

El clorotalonil es térmicamente estable bajo temperatura normal de almacenamiento. Arriba de 250 °C, sublima rápidamente sin descomposición, esta propiedad ha sido utilizada para aplicarlo como fungicida activo en polvos calientes de clorotalonil.

En soluciones básicas de solventes orgánicos, y a temperatura normal, el clorotalonil puede reaccionar lentamente fotodegradándose a productos desconocidos.

El clorotalonil no se hidroliza en un medio alcalino moderado (pH = 9) ni en un medio acuoso ácido.

A un pH = 9 o mayor el clorotalonil se hidroliza produciendo 3-ciano-2,4,5,6-tetraclorobenzamina y 4-hidroxi-2,5,6-tricloroisoftalonitrilo.

El clorotalonil es altamente reactivo hacia los compuestos que contienen tioles.

La vida media de reacción con 4-nitrotiofenóxido es alrededor de 0.56 minutos a 20 °C., en soluciones acuosas milimolares.

I. Formulaciones:

El clorotalonil se encuentra comercialmente disponible como:

1. Daconil 2787, W - 75 y Bravo W - 75, en formulaciones de polvos disolubles en agua que contienen el 75% de ingrediente activo por peso.
2. Bravo 6 - F, un concentrado disoluble en agua que contiene seis libras de ingrediente activo por galón.
3. Exotherm Termil; es una formulación en polvo que contiene 20% de ingrediente activo por peso.
4. Termil, tabletas compactas que contienen el 90% de clorotalonil.

II. Análisis de Residuos

En el análisis de residuos de clorotalonil en vegetales, se han presentado varios métodos. Dentro de los más importantes y reconocidos se encuentran los siguientes:

A. Método de Zweig (17)

El clorotalonil se obtiene del vegetal efectuando una extracción con acetona en medio ácido (5 ml de una mezcla 1:1 de ácido sulfúrico concentrado-agua, en 95 ml de acetona).

Subsecuentemente se efectúa una separación por medio de partición selectiva usando éter isopropílico como solvente extractor. Efectuada la extracción, el extracto se concentra a un volumen de 5 ml. en benceno.

Para la limpieza del extracto (Clean-up), se hace pasar éste por una columna que contiene Alúmina ácida activada, y como eluyente se usa una mezcla de acetona-cloruro de metileno (5:95).

El extracto ya libre de interferentes se lleva a un volumen adecuado en benceno y se analiza en cromatografía de gases con detector de captura de electrones.

B. Método del AOAC-PAM para multiresiduos. (17), (19)

El clorotalonil es extraído del vegetal usando acetonitrilo. Una alícuota del extracto de acetonitrilo es diluida con agua y los residuos del fungicida son transferidos de la mezcla de acetonitrilo-agua a éter de petróleo, el cual se concentra a un volumen adecuado para el Clean-up.

El clorotalonil se aísla de las sustancias que le acompañan por medio de una elución en una columna de Florisil, usando como eluyente una mezcla de éter etílico- éter de petróleo, o bien hexano-acetonitrilo-cloruro de metileno. El eluato se concentra a un volumen adecuado y se analiza por medio de cromatografía de gases con detector de captura de electrones.

C. Método del FDA; (PAM) (20)

Se desarrolló un procedimiento que permite el análisis de los residuos de Clorotalonil y su metabolito 4-hidroxil-2,5,6-tricloroisoftalonitrilo. Usando para el efecto la misma muestra.

El procedimiento se basa en la extracción simultánea de ambos compuestos, usando como solvente extractor una solución de acetona acidificada.

El Clorotalonil es separado de su metabolito en el extracto original mediante la utilización de una columna cromatográfica de Florisil parcialmente desactivada.

Después de la separación, el metabolito es convertido a metil éter por reacción con diazometano. El éter derivado, volátil, es entonces analizado por cromatografía de gases.

Los residuos de Clorotalonil se determinan al someter a análisis el correspondiente eluato obtenido de la columna de Florisil, se usa como eluyente una mezcla de acetona-diclorometano (5:95). El eluato se concentra a un volumen adecuado y se analiza por medio de cromatografía de gases con detector de captura de electrones.

IV. JUSTIFICACIONES

Guatemala cultiva Arveja China, de la cual la mayor parte de la cosecha es exportada principalmente al mercado de los Estados Unidos.

El gobierno de dicho país en su política de aceptación del producto ha establecido tolerancias para los plaguicidas permitidos de usar en este cultivo. El Clorotalonil no está entre los permitidos y por ende la Arveja china no debe tener residuos de este compuesto.

La producción que no es exportada se consume en el mercado local, y se hace necesario conocer, por razones de salud para nuestra población si se encuentra presente el plaguicida, ya que por su toxicidad, EPA lo clasifica en la categoría I o II dependiendo de su formulación. (*)

El presente trabajo estudia dos metodologías de limpieza del extracto para la determinación de residuos de Clorotalonil, en muestras de Arveja China.

(*) Ver en anexos Tabla 2.

V. OBJETIVOS

A. General:

Realizar un estudio comparativo entre dos procedimientos de limpieza (Clean-up), del extracto en acetonitrilo, de muestras de Arveja China (Pisum sativum L.), para el análisis de residuos de Clorotalonil (2,4,5,6-tetracloro-1,3- Bencenodicarbonitrilo). La limpieza del extracto se efectúa por medio de cromatografía de columna abierta, usando como adsorbente número uno Florisil y Alúmina neutra como adsorbente número dos.

B. Específicos:

- 1) Comparación cuantitativa entre el proceso de limpieza del extracto usando Florisil y el proceso de limpieza del extracto usando Alúmina neutra.
- 2) Con la comparación de la limpieza de los extractos a realizar, se pretende implantar la metodología más económica y confiable.

VI. HIPOTESIS

En el análisis de residuos de Clorotalonil en muestras de Arveja China, la limpieza (Clean-up) del extracto efectuada en cromatografía en columna abierta, usando como adsorbente Florisil, no parece diferenciarse cuantitativamente de la limpieza en la que se use como adsorbente Alúmina neutra, pero sí representa diferencia en cuanto al costo o valor del análisis.

VII. MATERIALES Y METODOS

A. Universo de Trabajo:

Arveja China (Pisum sativum L.) muestras libres de residuos de plaguicidas organoclorados y especialmente de Clorotalonil. Serán proporcionadas por el Laboratorio de Cromatografía del ICAITI y muestras compradas en diferentes mercados de la capital.

B. Medios:

1. Humanos;

Estudiante: Pedro Guillermo Jayes Reyes

Asesor: Licda. Julia Alicia Amado de Zeissig

Colaboradores: Personal técnico y profesional del
Laboratorio de Cromatografía del
Instituto Centro Americano de
Investigación y Tecnología Industrial
(ICAITI).

2. Institucionales;

Biblioteca y Laboratorios de la Unidad de Servicios de Laboratorio del ICAITI.

C. Materiales

1. EQUIPO:

- 1.1. Cromatógrafo de gases Hewlett-Packard 5710 A, o equivalente, con detector de captura de electrones.
- 1.2. Balanza semianalítica.
- 1.3. Balanza analítica.
- 1.4. Molino, cortador-mezclador, marca USBerkel o equivalente.
- 1.5. Homogenizador modelo OMNI MIXER 17105 (Du Pont Instruments) o equivalente.

2. Reactivos

- 2.1. Acetonitrilo calidad nanogrado.
- 2.2. Acetona calidad nanogrado.
- 2.3. Cloruro de sodio grado reactivo.
- 2.4. Eter de petróleo calidad nanogrado.
- 2.5. Hexano calidad nanogrado.
- 2.6. Florisil 60-100 Mesh. PR.
- 2.7. Alúmina neutra Woelm 200.

(Nota: Solventes calidad nanogrado, son solventes especialmente purificados para análisis de residuos de plaguicidas por medio de Cromatografía de Gases, para usar detector de captura de electrones y fotométricos.)

2.8. Columna cromatográfica de vidrio, de 1.83 m de largo (6pies) con diámetro externo de 6 mm. y diámetro interno de 2 mm. empacadas con:

Mezcla 50:50 de GP 1.5% SP-2250/1.95% SP-2401 :

10% SP-2401. en Supelcoport 100/120 Mesh.

2.9. Agua desionizada y bidestilada en vidrio.

2.10. Lana de vidrio.

2.11. Etanol absoluto.

2.12. Fenolftaleina.

2.13. Acido láurico purificado.

2.14. Hidróxido de sodio en lentejas grado reactivo.

3. Cristalería:

3.1. Embudos Buchner de porcelana de 12 y 16 cm.

3.2. Embudos de vidrio de diferentes tamaños.

3.3. Columnas Snyder de 3 bolas Kontes Glass Co.

Cat. No. K-570000 o equivalente.

3.4. Columnas cromatográficas de 22 mm d.i. x 300 mm con llave de teflón. Y de 13 x 250 mm. con llave de teflón y reservorio de 200 ml.

- 3.5. Microjeringas de 10 ul.
- 3.6. Probetas de 100, 250 y 500 ml. Las probetas de 100 ml. con tapón de vidrio.
- 3.7. Erlenmeyers de 125, 300 y 500 ml. con uniones $\$ 24/40$.
- 3.8. Kitasatos de 500 ml.
- 3.9. Kuderna Danish (K-D) de 500 ml. y 200 ml.
- 3.10. Ampollas de decantación de 1000 ml.
- 3.11. Tubos receptor de Mills.
- 3.12. Pipetas Pasteur.
- 3.13. Papel filtro de 11 y 15 cm. Whatman No. 44.
- 3.14. Espátulas.
- 3.15. Bureta de 25 ml. con graduaciones de 1/10.
- 3.16. Pipetas volumétricas de 10 y 20 ml.
- 3.17. Balones de fondo redondo de 250 ml.

D. Metodología

Toda cristalería debe estar escrupulosamente lavada con jabón que no deje residuos, agua destilada y previo al análisis enjuagada con acetona y el solvente a usarse.

1. Obtención del extracto: (19)

- 1.1. La muestra fresca, se muele y homogeneiza.
- 1.2. Pesar 100 g. de muestra ya molida y homogeneizada, y contaminarla con el estándar de clorotalonil de calidad y pureza conocidas.
- 1.3. Agregar 200 ml. de acetonitrilo, y extraer por dos minutos en una licuadora de alta velocidad.
- 1.4. Filtrar con succión.
- 1.5. Transferir el extracto a una probeta de 250 ml. y medir el volumen (volumen F).
- 1.6. Transferir el extracto filtrado medido (F) a una ampolla de un litro.
- 1.7. Con la probeta usada en el numeral 5 medir 100 ml. de éter de petróleo.
- 1.8. Agregar el éter a la ampolla que contiene el extracto filtrado.
- 1.9. Agitar vigorosamente por 1 a 2 minutos.
- 1.10. Agregar 10 ml. de solución saturada de cloruro de sodio, y 600 ml. de agua desionizada y bidestilada.
- 1.11. Colocar la ampolla horizontalmente y mezclar por 30 a 45 segundos.
- 1.12. Permitir la separación de las fases.
- 1.13. Eliminar la fase acuosa.

1.14. Lavar la fase orgánica (suavemente para evitar emulsiones y pérdidas), con dos porciones de 100 ml. de agua desionizada y bidestilada en vidrio.

1.15. La fase orgánica se hace pasar por un embudo de vidrio que contiene un tapón de lana de vidrio y suficiente sulfato de sodio anhidro y se colecta en un recipiente para medir el volumen (volumen P).

(Nota: El embudo de vidrio con el sulfato de sodio, previamente deben lavarse con porciones de hexano 2-3 lavados.)

1.16. Ya determinado el volumen (P) se transfiere el extracto a un sistema de evaporación Kuderna-Danish, efectuando 2 a 3 lavados del recipiente con éter de petróleo.

1.17. Concentrar el extracto en baño María a no más de 60 °C hasta un volumen de 10 ml.

1.18. Dividir los 10 ml. anteriores en dos porciones de 5 ml. Una se usará para Clean-up con Florisil y la otra para Clean-up con Alúmina neutra.

2. Limpieza del extracto (Clean-up) con Florisil:

Previo a éste debe estandarizarse el Florisil, para conocer la cantidad que debe usarse en un lote dado.

(Nota: Ver en referencia (3) pasos para estandarización del Florisil.)

2.1. Proceso

Preparar una columna de vidrio de 22 mm d.i. con un peso ya determinado de Florisil activado. Poner en la parte superior del Florisil aproximadamente media pulgada de sulfato de sodio anhidro. Lavar la columna con 40-50 ml. de éter de petróleo, colocar debajo de la columna para recibir el eluato en un concentrador Kuderna-Danish de 500 ml. Transferir la solución concentrada del extracto a la columna dejándola pasar a través de la misma a una velocidad aproximadamente de 5 ml por minuto.

Lavar el tubo con dos porciones de aproximadamente 5 ml. de éter de petróleo, transferir los lavados a la columna y lavar las paredes de la columna cromatográfica con pequeñas porciones adicionales de éter de petróleo.

Eluir la columna con 250 ml. de una mezcla preparada con: 500 ml de diclorometano, 485 ml de hexano y 15 ml de acetonitrilo, haciendo 1000 ml de dicha mezcla (500:485:15 v/v/v diclorometano:hexano:acetonitrilo). Se eluye a una velocidad aproximada de 5 mililitros por minuto, (segun tablas presentes en referencia 3).

Concentrar el eluato en baño María a un volumen menor de 10 ml. y luego ajustarlo a 10 ml.

(Nota: este concentrado no debe contener diclorometano ni acetonitrilo)

Al final de este paso el extracto está listo para ser inyectado al cromatógrafo de gases.

3. Limpieza del extracto (Clean-up) con Alúmina neutra:

3.1. Activación de la Alúmina. (16)

Se calienta la alúmina por cuatro horas a 800 °C para remover de la superficie los grupos hidroxilo. Luego se coloca en un horno de secado a 130 °C para que se enfríe.

La alúmina se mantiene a 130 °C y se saca a medida que se vaya utilizando.

3.2. Desactivación de la Alúmina. (16)

Se pesa una cantidad adecuada de alúmina en un erlenmeyer con tapón esmerilado y se deja llegar a temperatura ambiente. Se le agrega 19% de agua, o el porcentaje de agua necesario según ensayos. Se agita vigorosamente por una hora y luego se deja equilibrar por lo menos tres horas antes de usarla.

3.3. Proceso

Llenar aproximadamente 3/4 de la columna con n-hexano. Lentamente agregar 10 g. de alúmina desactivada, dejar que se deposite y drenar el n-hexano hasta que llegue a la superficie del empaque de la columna. Colocar un beaker debajo de la columna para recibir el n-hexano.

Utilizando una pipeta Pasteur, tomar 5 ml. de los extractos

destinados para la limpieza con alúmina neutra obtenidos en el paso 1.19. y hacerlo pasar por la columna de alúmina, eluyendo con 60 ml. de éter de petróleo.

Los plaguicidas se eluyen de la columna con la cantidad predeterminada de éter de petróleo a una velocidad de una gota por segundo. El eluato se colecta en un balón de fondo redondo de 250 ml. o una Kuderna-Danish y tubo concentrador de 10 ml. y se concentra a menos de 10 ml. No evaporar a sequedad, pues puede haber pérdidas del plaguicida. Llevar las

muestras a un volumen de 10 ml. e inyectar en el cromatógrafo de gases.

4. Inyección del extracto después del Clean-up al cromatógrafo de gases:

Se inyectarán de uno a dos microlitros del extracto al cromatógrafo de gases de cada uno de los concentrados obtenidos en las limpiezas efectuadas al extracto (Clean-up). Se identificará el pico del clorotalonil por comparación de su tiempo de retención contra el tiempo de retención de un estandar inyectado al cromatógrafo bajo las mismas condiciones.

5. Condiciones cromatográficas:

Flujo gas
portador: 20 ml/minuto en Argón/metano 95:5

Temperatura
de columna: 190 °C.

Temperatura
del Inyector: 250 °C.

Temperatura del Detector : 300 °C
(Captura de electrones, Ni⁶³)

Atenuación: 32

Velocidad
del papel: 0.25 pulgadas/minuto.

6. Cálculos:

6.1. Cálculo de humedad corregida.

Se usará la humedad establecida por FDA en PAM (85% de humedad para vegetales que no se encuentran en el listado, la arveja china no aparece en dicho listado)

$$T = (200 + \text{humedad de la muestra}) - 5 (*)$$

$$T = \text{ml. de muestra.}$$

(*) 5 ml. de contracción del acetonitrilo.

6.2. Cálculo de gramos equivalentes de muestra.

$$\frac{100 \text{ g. de muestra} \times A}{T} = \text{g. de muestra}$$

6.3. Cálculo de la Recuperación.

$$\frac{(\text{std}) \times aM \times Vf \times T \times 100}{\text{astd} \times ulM \times A \times F} = \% \text{ de Recuperación}$$

6.4. Cálculo de los compuestos detectados.

$$\frac{(\text{ul std}) \times (\text{std}) \times aM \times Vf \times D}{(\text{ul M}) \times \text{astd} \times W \times (\%R)} = \text{mg/Kg. (ppm)}$$

En donde:

ul std = microlitros inyectados del estándar.

(std) = concentración del estándar.

aM = altura del pico de la muestra.

T = humedad corregida de la muestra expresada en ml.

100 = para conversión a porcentaje.

astd = altura del pico del estándar.

ul M = microlitros inyectados de la muestra.

A = Alícuota de la muestra.

F = ng de la fortificación.

D = diluciones.

W = peso en gramos de la muestra.

%Rec. = porcentaje de recuperación.

7. Diseño Experimental:

El tratamiento estadístico consistió en medir la diferencia en porcentaje de respuesta que presento el método que usa Alúmina neutra contra el método que usa Florisil, éste último fue utilizado como método de referencia.

Por lo cual se usó un Diseño Pareado. Las variables fueron controladas, y consistieron en extractos contaminados con concentración diferente efectuada en diferente día, realizándose la determinación por cada uno de los métodos a cada muestra del par al azar.

En el análisis de resultados se encontró que existen diferencias cuantitativas entre los métodos:

$$H_0 : d = 0$$

$$H_a : d \neq 0$$

Donde $d =$ La diferencia que se presente entre las respuestas en porcentajes de recuperación entre los métodos, ($d = \% \text{ recuperación con Florisil} - \% \text{ recuperación con Alúmina neutra}$)

Como prueba estadística se utilizó la t de Student para diferencias pareadas a una cola. Según el cálculo de muestra, puede usar un n muestral de 5, pero para mayor seguridad en los resultados se analizaron 10 muestras, es decir 10 pares.

El número de muestra se calculó con la fórmula:

$$n_j = \frac{2NC^2\sigma^2}{LE^2}$$

Donde:

n_j = Número de muestra por tratamiento (pares).

NC^2 = Nivel de confianza para $\alpha = 0.05$ y $\beta = 0.1$

= 2.925

σ^2 = Varianza de la respuesta = 25 (tomando como desviación estándar un 5% que es lo máximo tolerado para cada método).

LE = 10% (es decir que los métodos se considerarán diferentes si existe una diferencia de por lo menos dos veces la desviación estándar.)

$$n_j = \frac{2 \times (2.925) \times 25}{(10)^2} = 4.27 \approx 5 \text{ [muestras por grupo (pares)]}.$$

VIII. RESULTADOS

A continuación se presentan los datos cuantitativos obtenidos de los cromatogramas correspondientes a diez pares de muestras de contaminación conocida que fueron tratadas por los dos métodos a prueba.

RESULTADOS EN % DE RECUPERACION DE CLOROTALONIL DE LAS CONTAMINACIONES EFECTUADAS

Concentración de Clorotalonil ug/ml (ppm)	Método con Florisil	Método con Alúmina Neutra
1. 0.00940	100.00	75.53
2. 0.01044	100.57	80.46
3. 0.01910	82.78	70.05
4. 0.02819	87.23	61.00
5. 0.05220	100.19	103.25
6. 0.05220	100.38	76.82
7. 0.06264	90.39	76.48
8. 0.08352	92.72	90.28
9. 0.09400	134.36	112.02
10. 0.10440	74.71	67.24

Las condiciones cromatográficas de los análisis efectuados fueron las siguientes:

Cromatógrafo de Gases; Hewlett-Packard 5890

Columna de vidrio de 1.83 m (6 pies) con diámetro externo de 6 mm y diámetro interno de 2 mm.

Empacada con: Mezcla 50:50 de GP 1.5% SP-2250/1.95%
SP-2401: 10% SP-2401. en Supelcoport
100/120 Mesh.

Detector de captura de electrones Ni^{63}

Temperaturas:

Columna: 190 °C isotérmica.

Inyector: 250 °C.

Detector: 300 °C.

Flujo: 11.5 Argón/metano (95:5).

Atenuación: 4

Velocidad del papel: 0.3 cm/minuto.

El análisis estadístico de las recuperaciones obtenidas por medio de la t de student para comparaciones pareadas arrojó los siguientes resultados:

$$\bar{d} = 15.02$$

$$Sd = 10.089$$

$$t = 4.708$$

$$p = 0.0012$$

$$\alpha = 0.05$$

$$H_0: d = 0$$

$$H_a: d \neq 0$$

Como $p < \alpha$ entonces H_0 se rechaza, y se acepta la hipótesis alterna.

Por lo cual se concluye que sí existe diferencia significativa entre los dos métodos probados. Según estos datos el método que usa Florisil es más efectivo que el método que utiliza Alúmina Neutra.

IX. DISCUSION

La comparación de los dos métodos; el que utiliza columnas de Florisil contra el que utiliza columnas de Alúmina neutra, para la determinación de residuos de Clorotalonil en muestras de arveja china, presentó los siguientes problemas:

A. En la obtención del extracto concentrado

En lo que fue propiamente la obtención del extracto concentrado de las muestras, se efectuaron pocas modificaciones al método que se presenta en la bibliografía. Estas consistieron en lo siguiente:

En el punto 1.10. al agregar 10 ml. de solución saturada de cloruro de sodio y 600 ml. de agua desionizada y bidestilada, se debe agitar vigorosamente por un espacio de un minuto y luego se debe dar el suficiente tiempo para la separación de las fases. Aproximadamente unos 20 minutos.

En el punto 1.14. se debe lavar la fase orgánica con una porción de 100 ml. de agua desionizada y bidestilada.

En ambos puntos (1.10. y 1.14.) se cree que se pierde parte del clorotalonil al ser adsorbido por la fase acuosa.

B. En la limpieza del extracto (Clean-up)

En este paso del proceso, presentó problema el Clean-up con Alúmina neutra debido a que el manejo de la columna es muy delicado. La fase tiende a quebrarse con las vibraciones, o por una mala técnica al momento de llenar la columna. Esto último resulta ser la causa principal por la cual se hace necesario poseer cierta experiencia en el llenado de las columnas para evitar que éstas se quiebren.

En el Clean-up con Florisil también es muy importante la buena técnica del llenado de la columna para evitar que se separe, y aun así ésta resulta ser menos delicada que la columna de Alúmina neutra.

C. En la obtención de los Cromatogramas

Previo a la realización del análisis cromatográfico de los extractos, se efectuaron algunas corridas inyectando estándar de clorotalonil, para determinar las condiciones adecuadas para su identificación y cuantificación.

Una vez determinadas las condiciones apropiadas se procedió a la obtención de la primera pareja de extractos (un extracto tratado con Florisil y el otro con Alúmina neutra), para efectuar el primer análisis cromatográfico.

En la primera corrida cromatográfica el estándar de clorotalonil presentó un tiempo de retención de 11.02 minutos y en el cromatograma se obtuvo un pico grande que salió después del estándar, probablemente por algún tipo de suciedad en la columna. (Ver fig. No. 2)

Sin embargo, el pico extraño no afectó la identificación y cuantificación del pico de clorotalonil, tanto en el cromatograma del estándar como en los cromatogramas de Florisil y de Alúmina neutra.

Con el objetivo de limpiar la columna de posibles contaminaciones se elevó la temperatura del horno hasta 220 °C, manteniéndose a esa temperatura por un tiempo de dos horas.

La siguiente inyección de los extractos, es decir la segunda pareja a comparar se realizó a una temperatura en el horno de 190 °C. La anterior pareja se realizó a 160 °C de temperatura en el horno. En esta segunda prueba el pico del estándar presentó un tiempo de retención de 8.7 minutos. El cromatograma se presentó más limpio, o sea, no se obtuvieron picos extraños. Sucediendo lo mismo en los cromatogramas de Florisil y Alúmina neutra. Lo cual permitió una adecuada identificación y cuantificación del pico del clorotalonil (ver fig. No. 10). Las restantes corridas cromatográficas se efectuaron a 190 °C

en el horno, presentando el pico del clorotalonil un tiempo de retención promedio de 8.7 minutos.

Se corrió un blanco para una de las parejas, la que corresponde a 0.0522 ug/ml. en clorotalonil. (ver fig. No. 6) La última pareja a prueba consistió en una muestra de concentración desconocida obtenida de un lote de muestras contaminadas, por lo cual se corrió un blanco para cada método (ver figuras 11 y 12).

En ambos métodos probados, se observa variabilidad en los porcentajes de recuperación, esto es característico en el análisis de residuos y principalmente con el plaguicida analizado.

El FDA (*) acepta para el clorotalonil una variabilidad de $\pm 30\%$ en la recuperación.

La cuantificación de los resultados obtenidos de cada método se efectuó por altura de pico, debido a la facilidad y comodidad de dicho método, éste es el utilizado en el ICAITI para la cuantificación de los cromatogramas de hecho este es el método adoptado y aceptado por el FDA. (19)

(*) FDA: Food and Drug Administration.

En toda la literatura consultada la cuantificación de los

cromatogramas de análisis de residuos se realiza por el método de altura de pico. Así, encontramos que, Ambrus, et.al., pag. 750, (16), lo utiliza, lo mismo que en Zweig y Sherma J. pag. 268, (17), en donde se cuantifica por altura de pico; esta técnica también fué utilizada en el curso impartido por el LUCAM, en 1992 para el análisis de residuos de plaguicidas en alimentos. (3).

En la presente investigación no se efectuó curva de linealidad para la respuesta del detector. Esto debido a razones de tiempo y recursos, pero principalmente a la confiabilidad de las condiciones cromatográficas, ya que éstas, son las que se aplican en el ICAITI para el análisis de muestras. En dicho instituto, por cada lote de muestras que se analizan se corre una muestra de recuperación, y cada vez que se cambia de columna cromatográfica se verifican las condiciones cromatográficas incluyendo la linealidad de respuesta del detector.

También el tratamiento estadístico utilizado en la comparación de los métodos, permite prescindir de dicha curva de linealidad.

D. En el análisis estadístico de los resultados

El orden por el cual se efectuaron los análisis de las comparaciones pareadas fue completamente al azar, determinándose por el orden de aparición de datos que proporciona una calculadora científica usando la tecla para generar números al azar entre 0.000 y 0.999 (RAN #). Lo cual correspondió con las concentraciones disponibles para contaminar las muestras {0.01, 0.02, 0.03, 0.05, 0.06, 0.08, 0.09 y 0.10 mg/ml (ppm)}.

El orden de análisis de las muestras fué el siguiente:

				Figura
1era.	(0.0191)	≈ 0.02	ug/ml (ppm) 2
2da.	(0.1044)	≈ 0.10	ug/ml (ppm) 10
3ra.	(0.0522)	≈ 0.05	ug/ml (ppm) 4
4ta.	(0.0104)	≈ 0.01	ug/ml (ppm) 1
5ta.	(0.0626)	≈ 0.06	ug/ml (ppm) 7
6ta.	(0.0835)	≈ 0.08	ug/ml (ppm) 8
7ma.	(0.0902)	≈ 0.09	ug/ml (ppm) 9
8va.	(0.0282)	≈ 0.03	ug/ml (ppm) 3
9na.	(0.0522)	≈ 0.05	ug/ml (ppm) 5
10ma.	(0.0094)	≈ 0.01	ug/ml (ppm) 11

Para efectos de presentación y análisis estadístico, los resultados fueron ordenados ascendentemente. Como se muestran en la Tabla No. 1. En dicha tabla se presenta el análisis estadístico de los resultados hasta el cálculo de la t de student para comparaciones pareadas.

En la figura No. 13 se presenta una gráfica que compara los porcentajes de recuperación de cada método probado, es decir como se comportan las columnas usando Florisil contra las columnas en que se usa Alúmina Neutra. La presentación se hace por medio de una caja de Tukey para cada método. Se observa un mayor porcentaje de recuperación para el método que utiliza Florisil, así también en la gráfica se nota que la variabilidad para el Florisil es menor que para el método que utiliza Alúmina neutra.

En la figura No. 14 se comparan los porcentajes de recuperación para cada método obtenidos en cada una de las concentraciones que se probaron. En dicha gráfica se nota claramente como el método que utiliza Florisil es más efectivo, las barras son más altas a excepción de una de las dos concentraciones de 0.0522 ug/ml. Sinembargo, en este caso la diferencia entre los métodos es mínima y podría atribuirse a algún error de medición en la ejecución de los métodos.

X. CONCLUSIONES

- 1.- En la comparación efectuada entre los adsorbentes Florisil y Alúmina neutra, utilizados en la limpieza (Clean-up) de los extractos de muestras de Arveja China (Pisum sativum L.), en el análisis de residuos de Clorotalonil (2,4,5,6-tetracloro-1,3- Bencenodicarbonitrilo), el procedimiento que utiliza Florisil resultó ser más efectivo debido a que presentó un mayor porcentaje de recuperación y una menor variabilidad que el método que utiliza Alúmina neutra.
- 2.- Para la limpieza de los extractos (Clean-up) de muestras de Arveja China, la preparación y el manejo de la fase adsorbente es determinante ya que dicha fase puede retener parte del Clorotalonil proporcionando por lo consiguiente un bajo porcentaje de recuperación.

3.- El procedimiento que utiliza Florisil como adsorbente presentó una mayor capacidad adsorptiva de las impurezas que contienen los extractos de Arveja China, y por ende un cromatograma más limpio.

4.- Los porcentajes de recuperación de Clorotalonil, en cualquier cantidad son siempre variables.

XI. RECOMENDACIONES

- 1.- En la obtención de los extractos, se debe tener cuidado ya que por tratarse de cantidades residuales, las pérdidas que se producen en el manejo de la muestra resultan ser muy significantes bajando sensiblemente el porcentaje de recuperación de los plaguicidas. Especialmente en los pasos de filtración, ya que esta se realiza haciendo pasar el extracto a través de sulfato de sodio anhidro, parte del plaguicida puede quedar adherido al desecante. Por lo cual se deben realizar de dos a tres lavados del filtrante con pequeñas porciones de éter de petróleo. Y en la separación de fases, en este paso es frecuente la formación de emulsiones, de no llevarse a cabo la perfecta separación de fases, parte del clorotalonil se perdería al desechar la fase acuosa.
- 2.- En el trabajo efectuado se comparó únicamente una fase adsorbente; Alúmina neutra contra Florisil. Sería conveniente comparar Florisil contra otras fases adsorbentes como por ejemplo: Sílica gel, Carbón activado o Magnesia.

XII. REFERENCIAS

1. Campos, M. de & A. E. Olszyna-Marzys: Contamination of Human milk with chlorinated pesticides in Guatemala and in El Salvador. Arch. Environm. Contam. Toxicol., 8, 43-58, 1979.
2. Campos, M. de. Problemas Asociados con el uso de plaguicidas en Guatemala. Seminario sobre los problemas asociados con el uso de plaguicidas en Centro América y Panamá 16-18 de marzo de 1987. San José, Costa Rica, 1987.
3. Canahí, Aura E. Curso sobre determinación de residuos de plaguicidas en alimentos para Centro América, Cuba, México y República Dominicana. 30 marzo - 8 abril de 1992, Guatemala.
4. Memoria del Seminario sobre los problemas asociados con el uso de plaguicidas en Centro América y Panamá. 16 - 18 de marzo de 1987. San José, Costa Rica, 1987.
5. Calderon, G. R. La incidencia y el efecto de los plaguicidas en El Salvador. Seminario sobre los problemas asociados con el uso de plaguicidas en Centro América y Panamá, marzo de 1987. San José, Costa Rica, 1987.
6. World Health Organization: Organophosphorus Insecticides:

- A General Introduction. Environmental Health Criteria, # 63, WHO, Geneva (1986) 181 p.
7. Departamento de Agricultura de los Estados Unidos. Taller y entrenamiento práctico para analistas de América Central y América del Sur. Athens, Georgia. Octubre 1983.
 8. Ramírez, A. L. y Ramírez, C. M. Esterilidad masculina causada por la exposición laboral al nematocida 1,2-dibromo-3-cloropropano. Act. Med. Cost. 23 (3) 219-222, 1980.
 9. Catálogo de Plaguicidas, Comisión Internacional para el Control de Procesos y Uso de Plaguicidas, Fertilizantes y Sustancias Tóxicas. (CICOPLAFEST) 1991, México D.F., 1991.
 10. Hilje, L., Castillo, L. Thrupp, L y col. El uso de los plaguicidas en Costa Rica. Ed. Universidad Estatal a Distancia, San José, Costa Rica. 1987.
 11. FAO/OMS (1979) Orientaciones para el establecimiento de programas nacionales de vigilancia de la contaminación de los alimentos. FAO: Serie Inspección de los Alimentos No. 5; WHO/HCS/FCM/78.1.
 12. FDA Import Operations Branch. World Wide Import Detention Summary, Fiscal Year 1990.

13. República de Cuba, Registro Central de Plaguicidas. Lista Oficial de Plaguicidas Autorizados. V 3 año 1990.
14. Gómez, J., Alfaro, T. y Ramírez H. Sistema de vigilancia sobre plaguicidas y metales pesados en productos hortícolas de consumo fresco en Costa Rica: Primer informe de proyecto. Instituto Costarricense de Investigación y Enseñanza en Nutrición y Salud (INCIENSA), 1991.
15. Laboratorio Unificado de Control de Alimentos y Medicamentos (LUCAM), Ministerio de Salud Pública y Asistencia Social de Guatemala: Datos no publicados.
16. Ambrus Arpad, et.al., General method for determination of pesticide residues in samples of plant origin, soil, and water. I. Extraction and Clean-up. J. Assoc. off. Anal. Chem. Vol. 64, No. 3, 1981.
17. Zweig G. y Sherma J., Analytical methods for pesticides and plant growth regulators. Edit. Academic Press, New York 1976. Volume VIII. (p. 263 - 274).
18. Wayne W. Daniel, Bioestadística; base para el análisis de las ciencias de la salud. Edit. Limusa, México 1977. (p. 175 - 180).

19. Food and Drug Administration. Pesticide analytical Manual, methods which detect multiple residues. Volume I. Foods and Feeds, section 212.101.
20. Food and Drug Administration. Pesticide analytical manual, Pesticide Reg. Sec. 180.275 Vol. II Analytical method for determination of Daconil 2787 and metabolite residues.
21. Ministerio de Agricultura, Ganadería y Alimentación, Proyecto de Desarrollo Agrícola. G de G / AID 520-0274 USAID - GUATEMALA. Plaguicidas en Guatemala -Uso, impacto ambiental y alternativas-, Guatemala, septiembre de 1993.
22. FISHER, R.W. 1993. Análisis del programa de Capacitación en el Manejo Racional de Plagas y Plaguicidas DIGESA/LBII/PDA y una Propuesta para el año 1993. Guatemala, 17 p.

ANEXOS

INDICE

	Página
Diagrama No. 1 (obtención del extracto).....	66
Diagrama No. 2 (Clean-up con Florisil).....	68
Diagrama No. 3 (Clean-up con Alúmina neutra).....	69
Figura No. 1 (Cromatogramas para 0.0104 ug/ml).....	70
Figura No. 2 (Cromatogramas para 0.0191 ug/ml).....	71
Figura No. 3 (Cromatogramas para 0.0282 ug/ml).....	72
Figura No. 4 (Cromatogramas para 0.0522 ug/ml).....	73
Figura No. 5 (Cromatogramas para 0.0522 ug/ml).....	75
Figura No. 6 (Blancos para Florisil y Alúmina neutra)...	76
Figura No. 7 (Cromatogramas para 0.0626 ug/ml).....	77
Figura No. 8 (Cromatogramas para 0.0835 ug/ml).....	78
Figura No. 9 (Cromatogramas para 0.0940 ug/ml).....	79
Figura No. 10 (Cromatogramas para 0.1044 ug/ml).....	80
Figura No. 11 (Cromatogramas para 0.0094 ug/ml).....	81
Figura No. 12 (Blancos para 0.0094 ug/ml).....	82
Tabla No. 1 (Tratamiento estadístico de los resultados).	83
Tabla No. 2 (Toxicidades establecidas por EPA).....	84
Figura No. 13 (Caja de Tukey para la comparación entre los métodos).....	85
Figura No. 14 (Comparación de los porcentajes de recuperación obtenidos en cada método)...	86
Plaguicidas citados en el trabajo.....	87

DIAGRAMA No. 1

OBTENCION DEL EXTRACTO

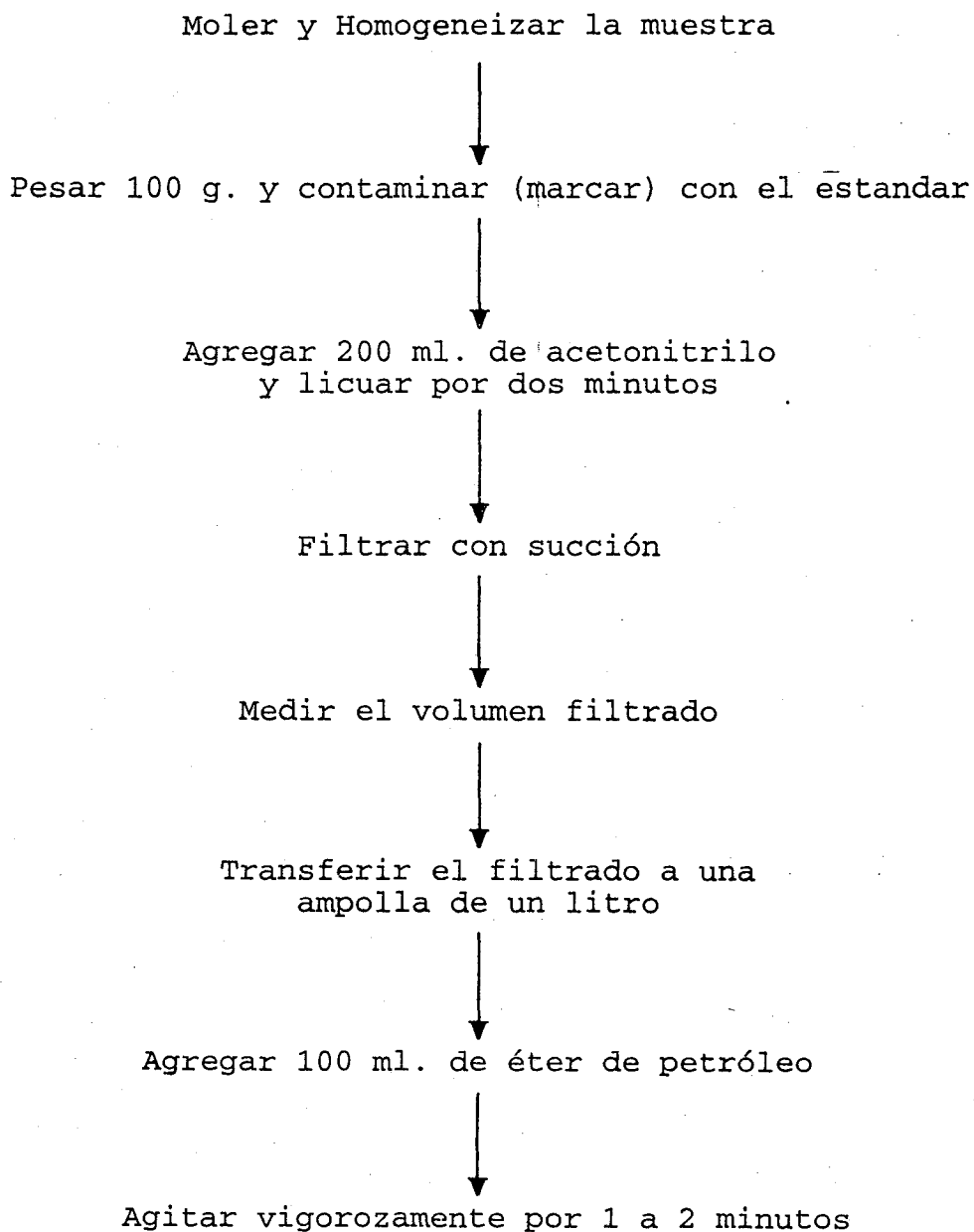


DIAGRAMA No. 1
(continuación)

Agregar 10 ml. de solución saturada de NaCl
y 600 ml. de agua desionizada y bidestilada



Mezclar por 30 a 40 segundos



Permitir la separación de fases



Eliminar la fase acuosa



Lavar fase orgánica con 2 porciones de
100 ml de agua desionizada y bidestilada



La fase orgánica se hace pasar por un embudo de
de vidrio conteniendo Na_2SO_4 anh.



Medir el volumen filtrado



Transferir el extracto a un sistema Kuderna-Danish



Concentrar el extracto en baño María a
no más de 60°C hasta volumen de 10 ml.

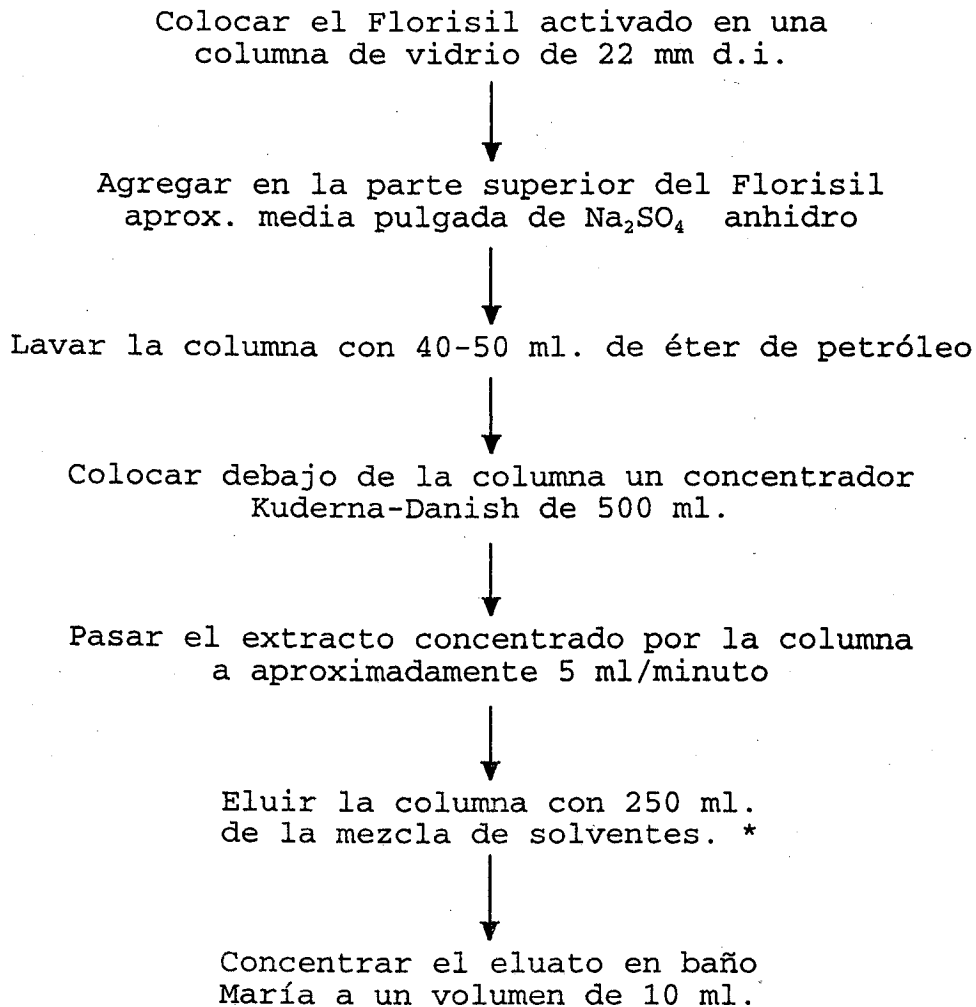


Tomar 5 ml para
Clean-up con
Florisil

Tomar 5 ml para
Clean-up con
Alúmina neutra

DIAGRAMA No. 2

Clean-up con Florisil



* La mezcla se prepara con 500 ml. de diclorometano, 485 ml. de hexano y 15 ml. de acetonitrilo.

DIAGRAMA No. 3

Clean-up con Alúmina neutra

Colocar la Alúmina neutra desactivada en una columna de vidrio de 13 x 250 mm. con llave de teflón y reservorio de 200 ml



Llenar aproximadamente 3/4 de la columna con n-hexano



Agregar lentamente 10 g. de Alúmina neutra



Drenar el n-hexano hasta la superficie del empaque



Pasar el extracto concentrado a la columna



Eluir con 60 ml. de éter de petróleo a una velocidad de una gota por segundo



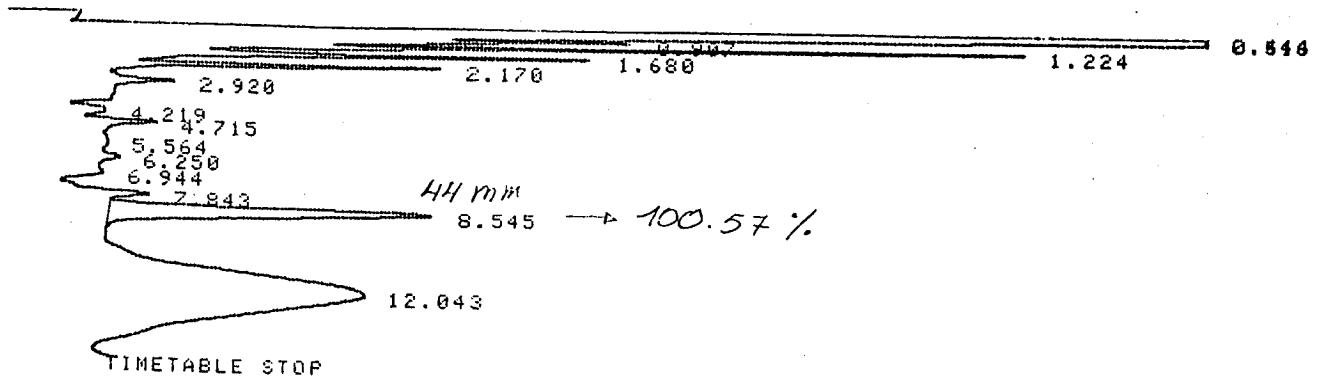
El eluato se recibe en un sistema Kuderna-Danish y se concentra en baño María a volumen de 10 ml.

FIGURA No.1

Cromatogramas para 0.0104 ug/ml \approx 0.010 ppm de Clorotalonil

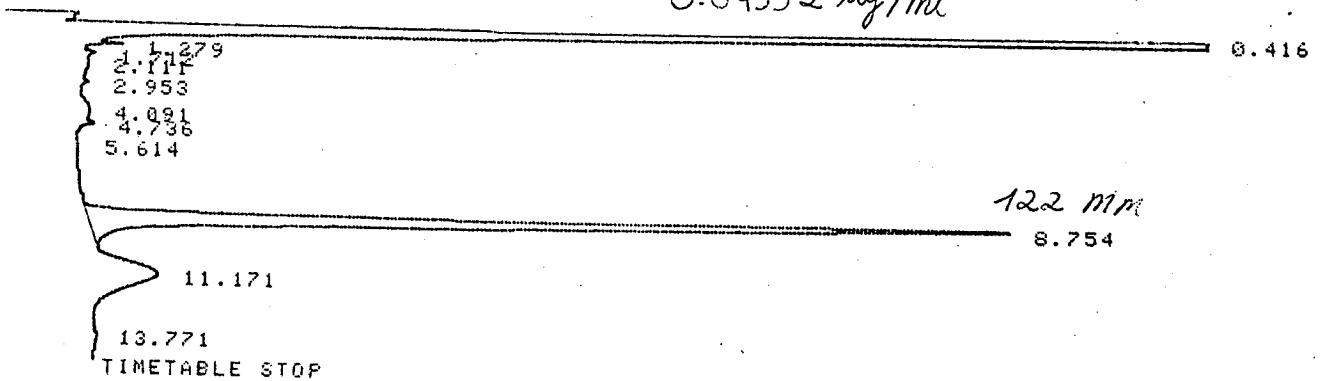
* RUN # 9 JUL 15, 1993 14:32:13 Florisil 1ul

START



* RUN # 10 JUL 15, 1993 14:53:15 STD-Clorotalonil 1ul
0.09552 ug/ml

START



* RUN # 11 JUL 15, 1993 15:11:28 ALúmina 1ul

START

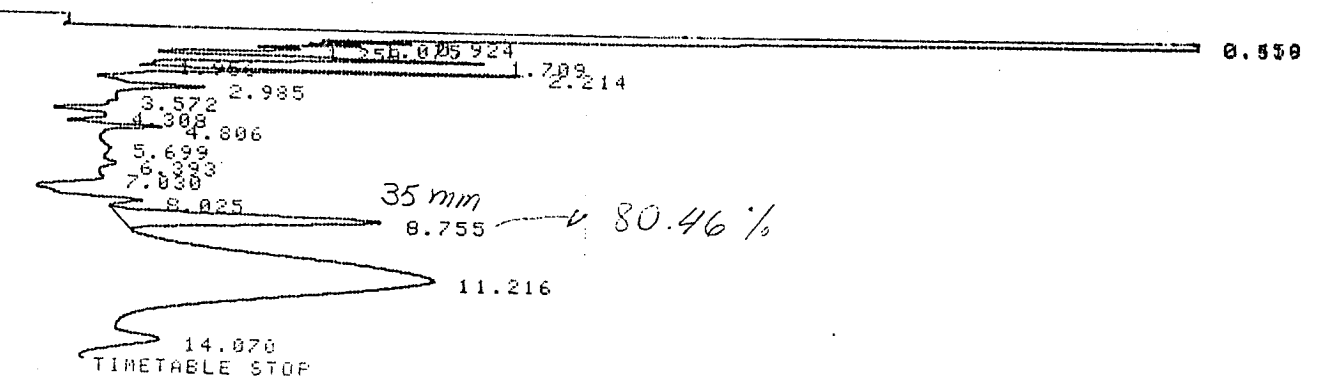


FIGURA No.2

Cromatogramas para 0.0191 ug/ml. \approx 0.02 ppm de Clorotalonil

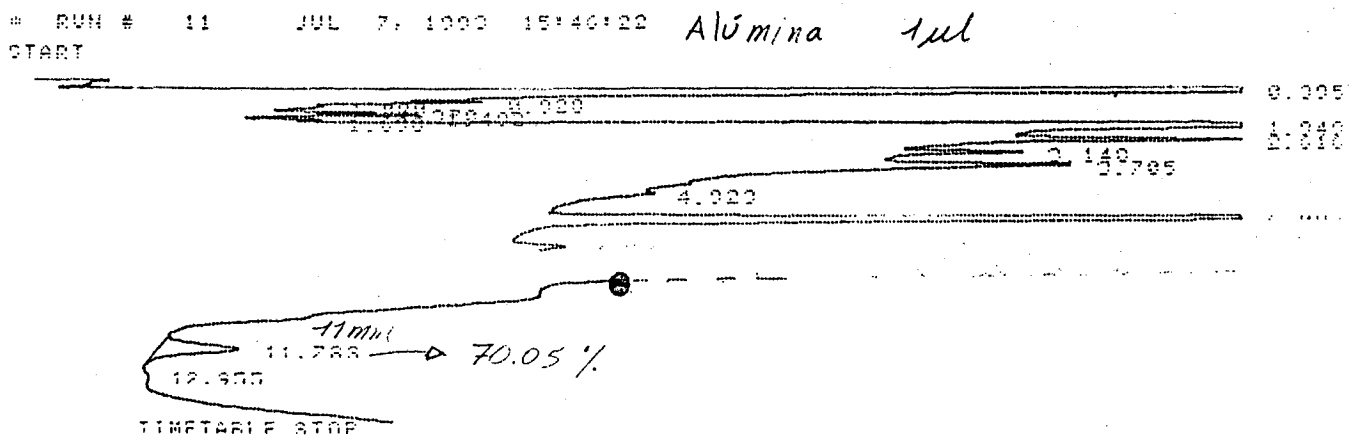
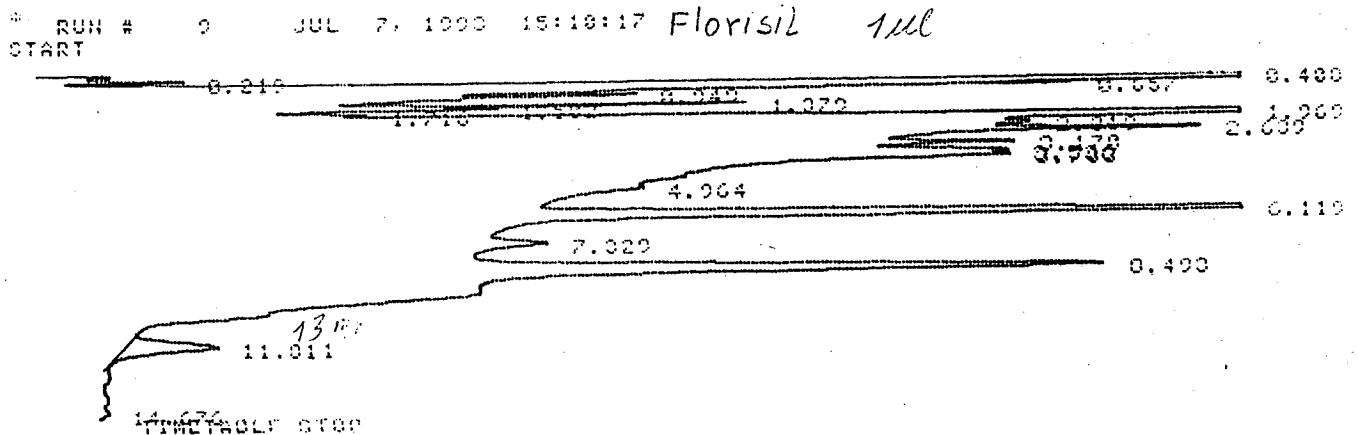
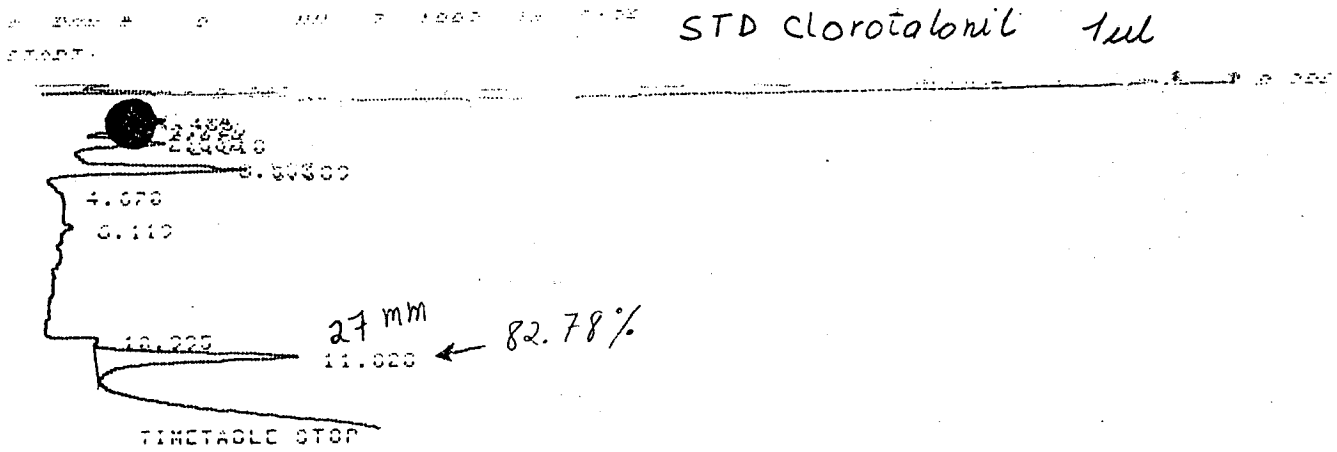


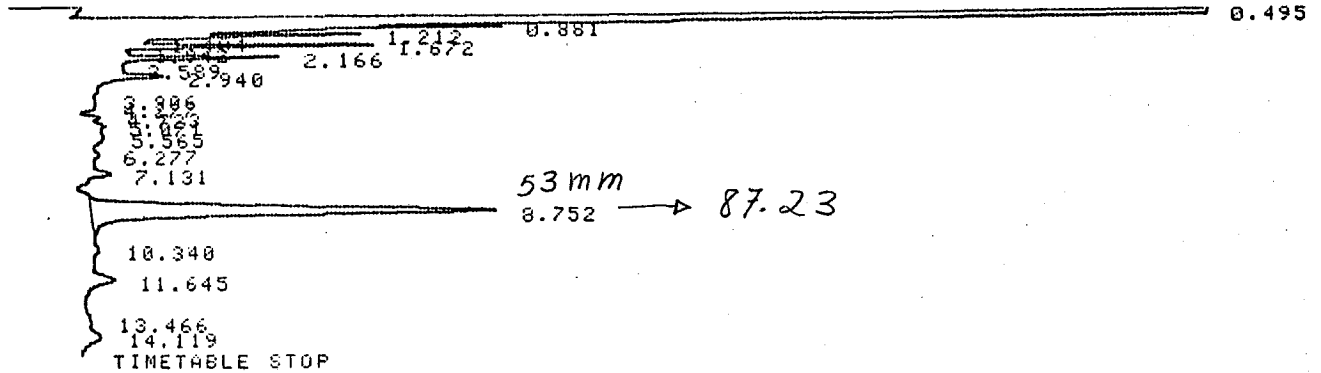
FIGURA No.3

Cromatogramas para 0.02819 ug/ml. \approx 0.03 ppm de Clorotalonil

* ATT 2^ 4 @

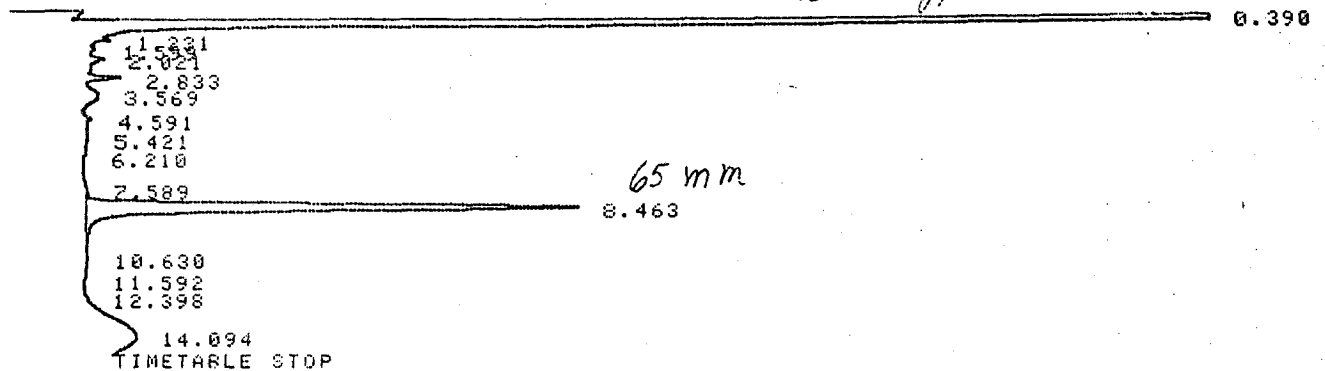
* RUN # 12 JUL 23, 1993 14:16:46 Florisil \approx 0.03 ppm 1ul

START



* RUN # 13 JUL 23, 1993 14:33:59 STD-Clorotalonil 1ul
0.09552 ug/ml

START



* RUN # 14 JUL 23, 1993 14:52:22 Alúmina \approx 0.03 ppm 1ul

START

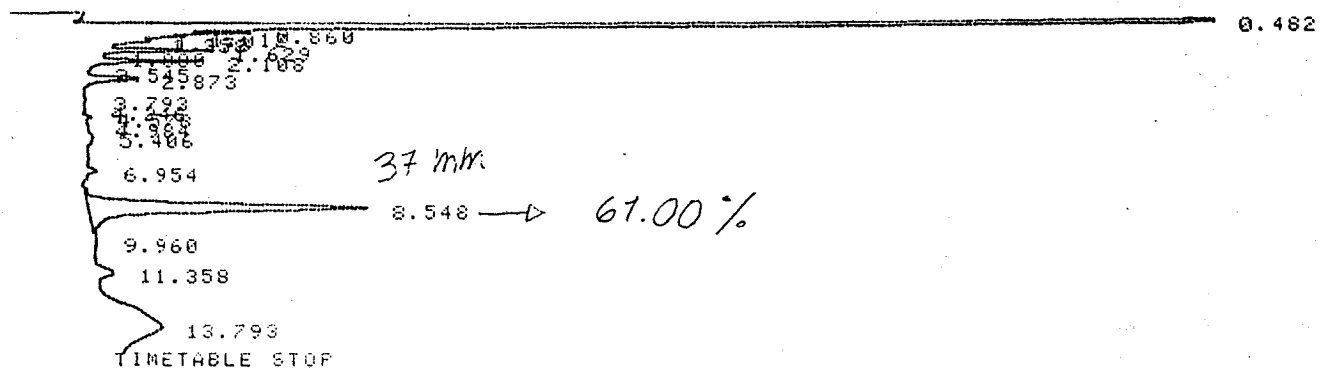


FIGURA No. 4

Cromatogramas para 0.0522 ug/ml. \approx 0.05 ppm de Clorotalonil

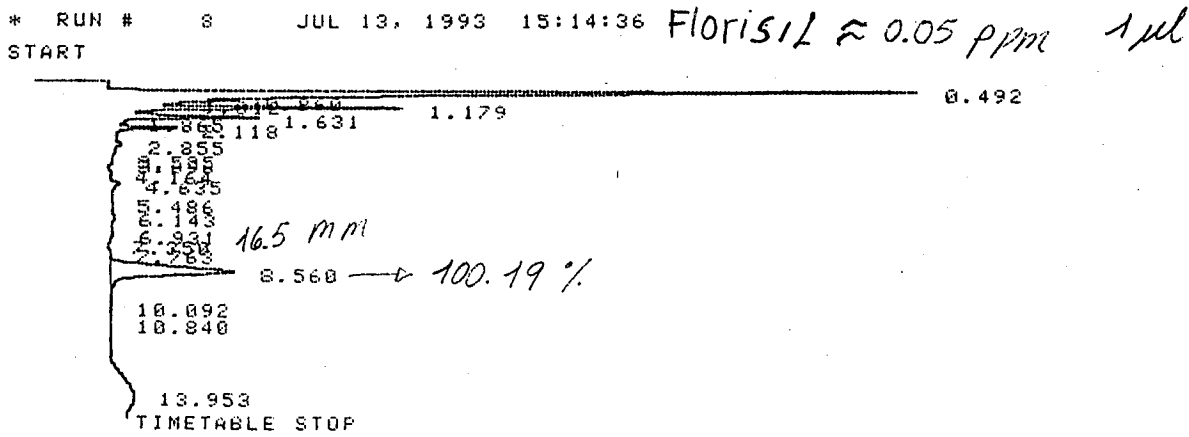
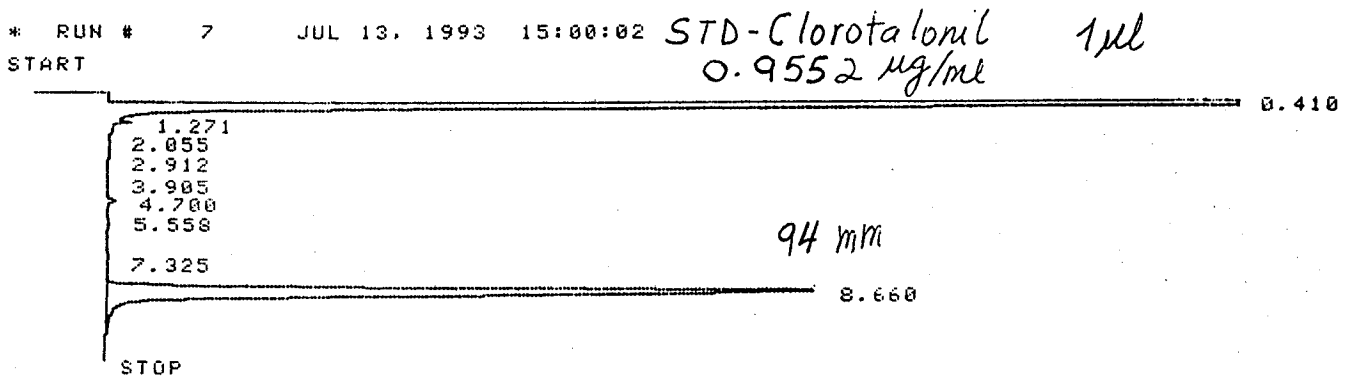
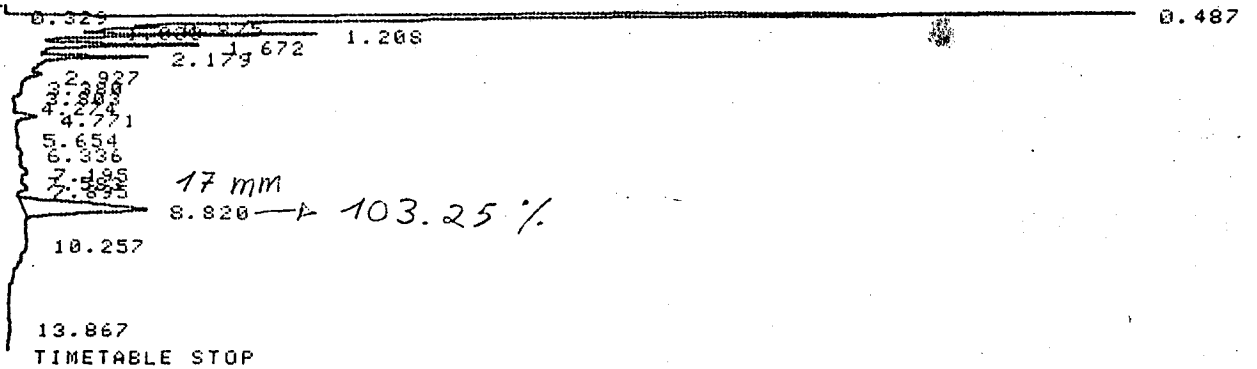


FIGURA No. 4
(continuación)

* RUN # 13 JUL 13, 1993 16:26:36 Alúmina \approx 0.05 ppm 1ul
START



* RUN # 14 JUL 13, 1993 16:43:06 STD-Clorotalonil 1ul
START 0.9552 μ g/ml

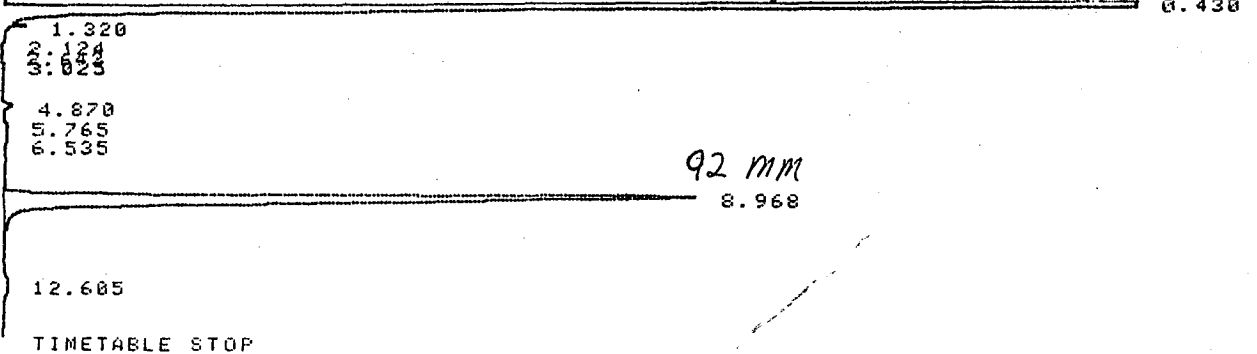


FIGURA No. 5

Cromatogramas para 0.0522 ug/ml. \approx 0.05 ppm de Clorotalonil

* ATT 2^ 6 @

* RUN # 15

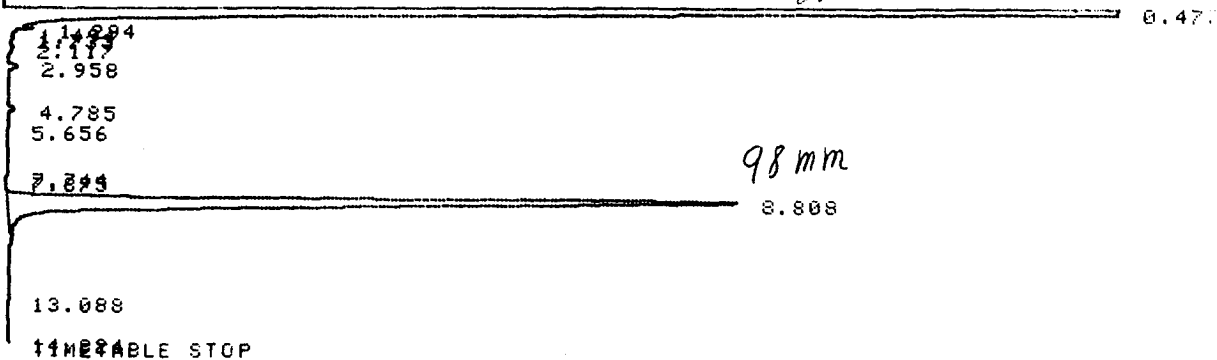
AUG 5, 1993 14:23:11

STD-Clorotalonil

1ul

START

0.9552 ug/ml



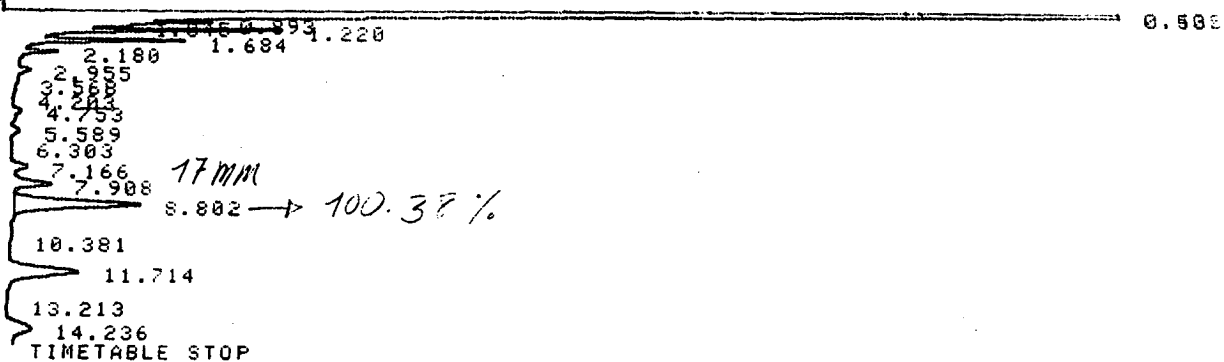
* RUN # 16

AUG 5, 1993 14:39:10

Florisil \approx 0.05 ppm

1ul

START



* RUN # 17

AUG 5, 1993 14:59:02

Alumina \approx 0.05 ppm

1ul

START

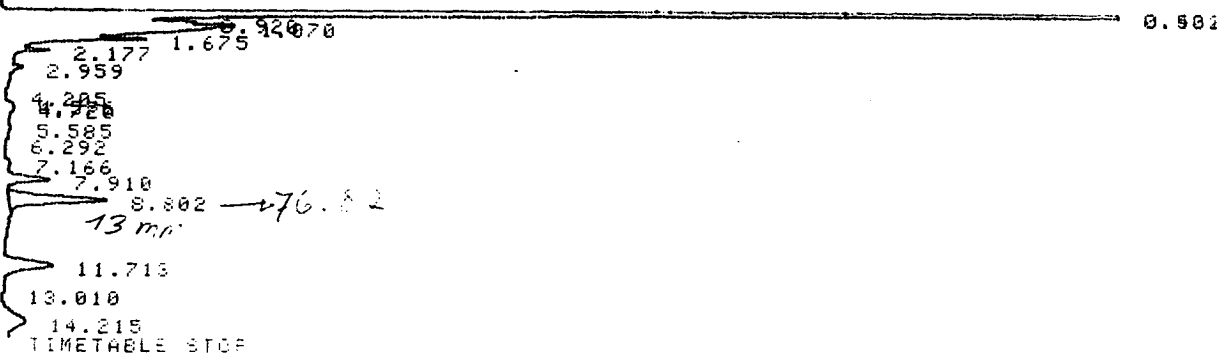
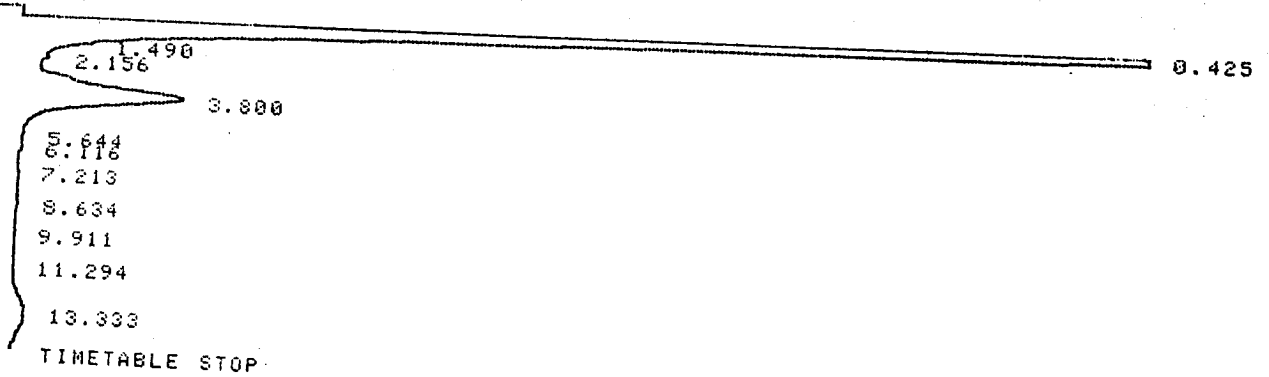


FIGURA No. 6

Blancos para Florisil y Alúmina neutra
Correspondientes a 0.0522 ug/ml. de Clorotalonil

* RUN # 18 AUG 5, 1993 15:16:22 Blanco Florisil 2ul
START



* RUN # 19 AUG 5, 1993 15:32:39 Blanco Alúmina 2ul
START

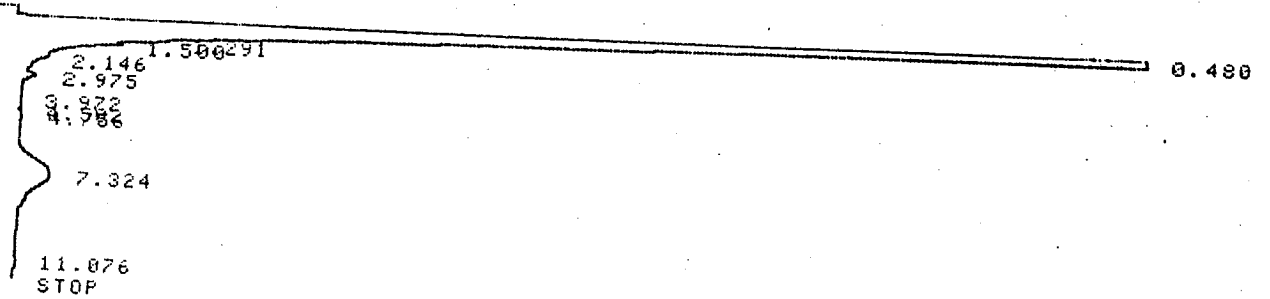
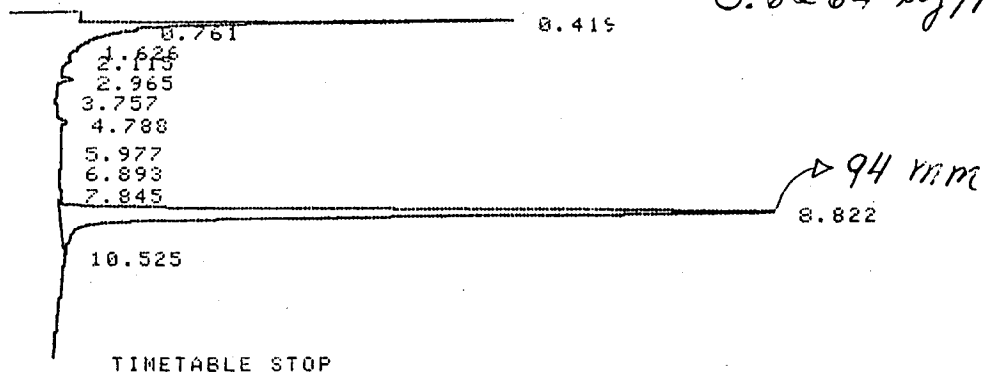


FIGURA No. 7

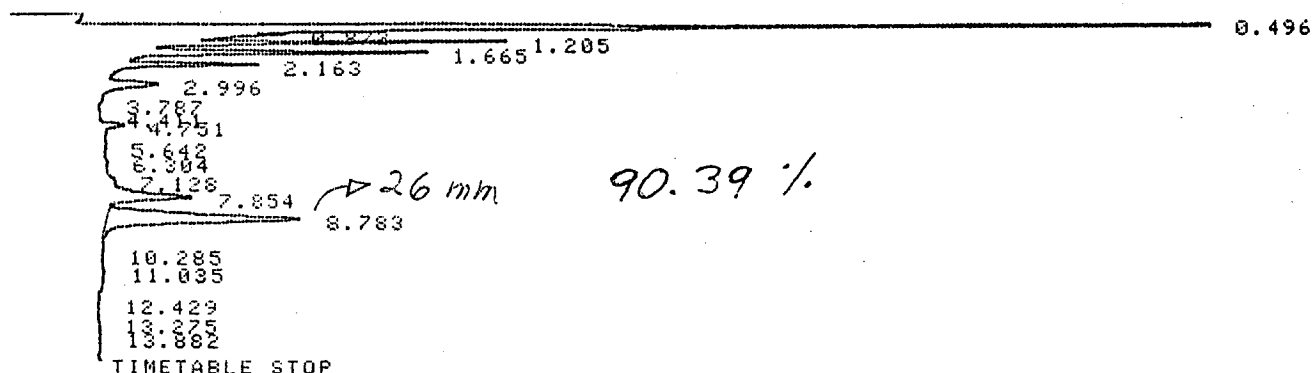
Cromatogramas para 0.6264 ug/ml. ≈ 0.06 ppm de Clorotalonil

* RUN # 6 JUL 20, 1993 13:12:09 STD Clorotalonil 1ul.
START 0.6264 ug/ml



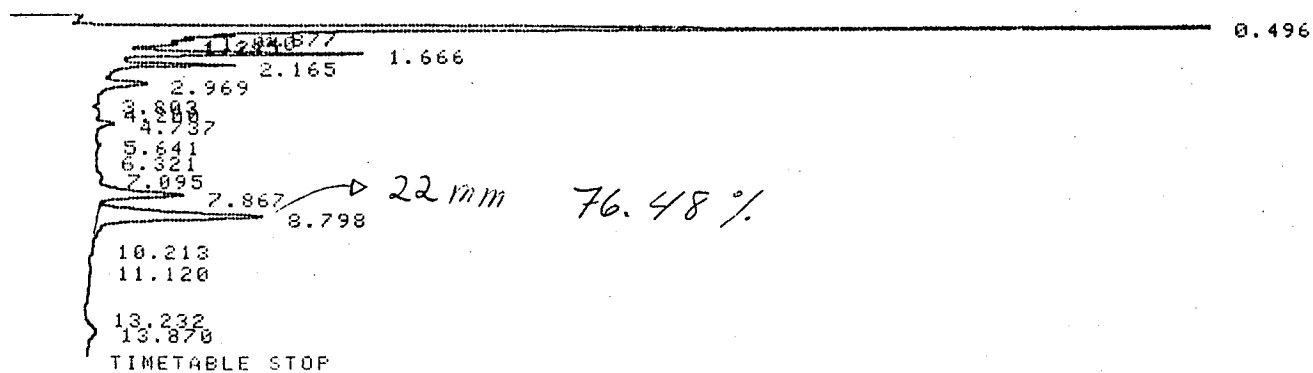
TIMETABLE STOP

* RUN # 7 JUL 20, 1993 13:39:03 Florisil ≈ 0.06 ppm 1ul.
START



TIMETABLE STOP

* RUN # 8 JUL 20, 1993 14:00:06 Alumina ≈ 0.06 ppm 1ul.
START



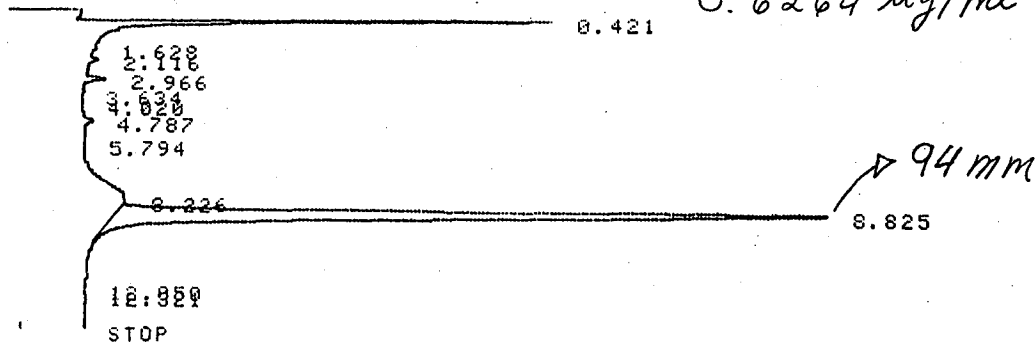
TIMETABLE STOP

FIGURA No. 8

Cromatogramas para 0.0835 ug/ml. ≈ 0.08 ppm de Clorotalonil

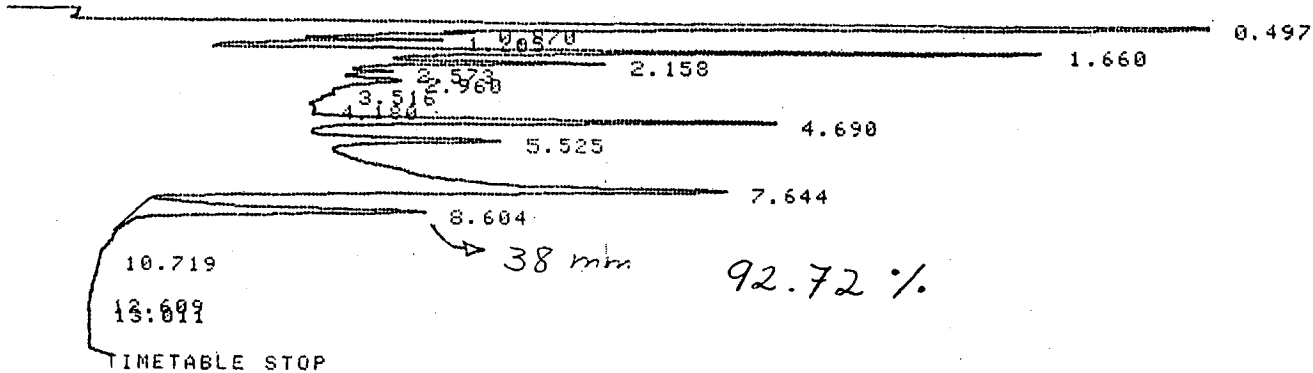
* RUN # 9 JUL 20, 1993 14:21:18 STD Clorotalonil 1 μl.

START



* RUN # 10 JUL 20, 1993 14:41:32 Florisil ≈ 0.08 ppm 1 μl

START



* RUN # 11 JUL 20, 1993 15:06:54 Alúmina ≈ 0.08 ppm 1 μl

START

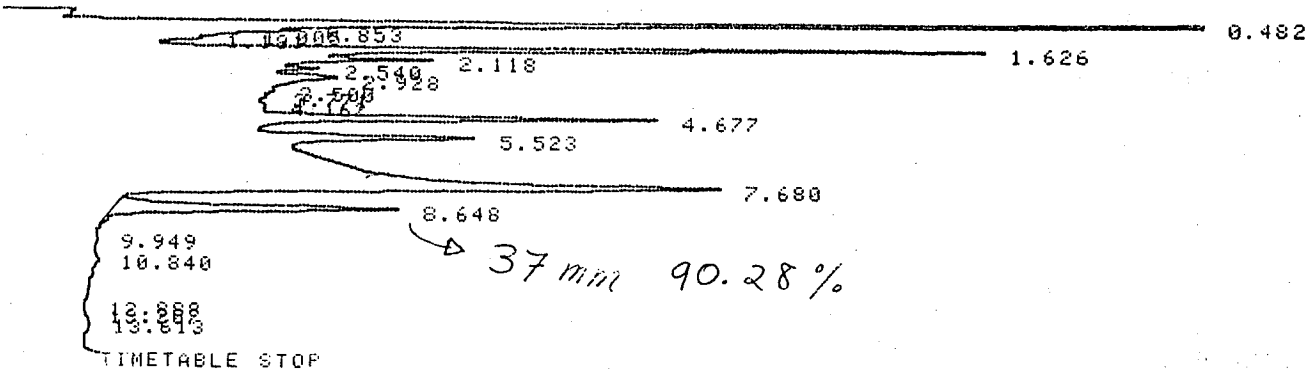
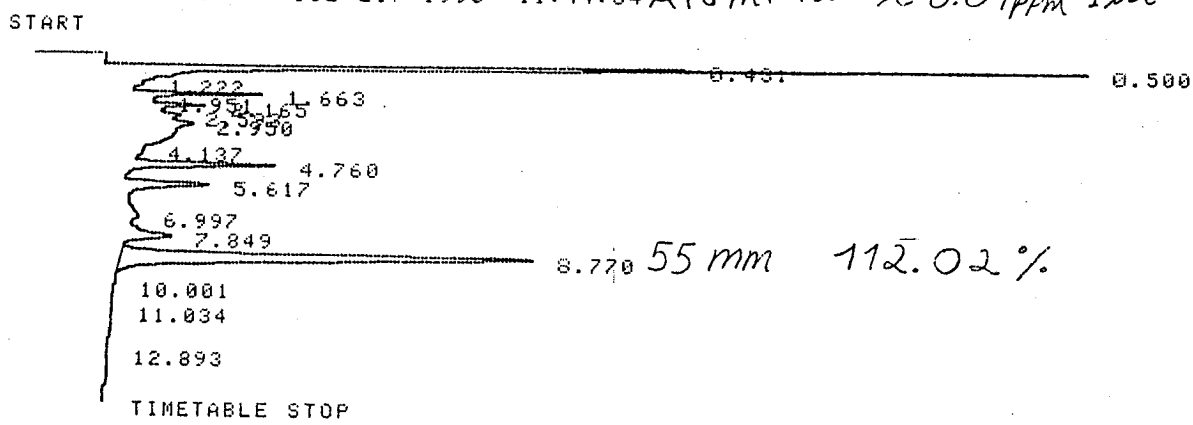


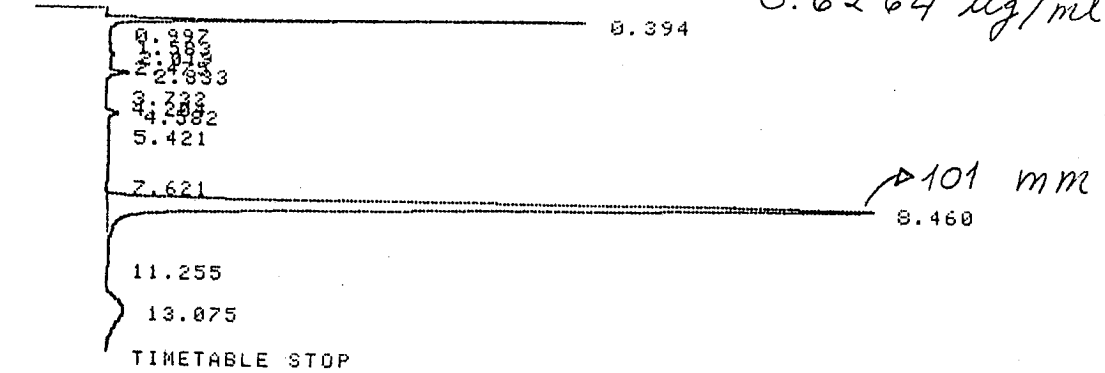
FIGURA No. 9

Cromatogramas para 0.0940 ug/ml. \approx 0.09 ppm de Clorotalonil

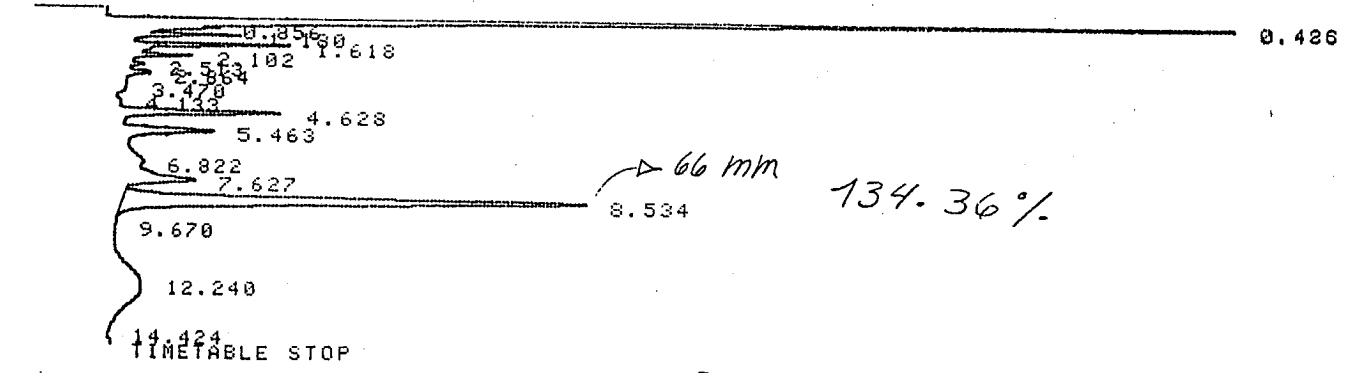
* RUN # 6 JUL 23, 1993 11:44:34 Alumina \approx 0.09 ppm 1ul



* RUN # 7 JUL 23, 1993 12:03:15 STD-Clorotalonil 1ul
0.6264 ug/ml.



* RUN # 8 JUL 23, 1993 12:21:28 Florisil \approx 0.09 ppm 1ul



PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE LOS RIOS DE QUETZALGOATZAMA

FIGURA No. 10

Cromatogramas para 0.1044 ug/ml. \approx 0.1 ppm de Clorotalonil

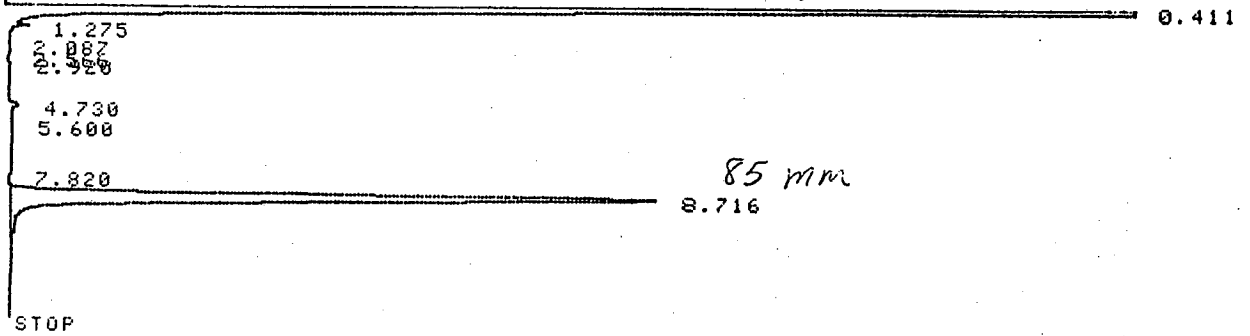
* TIME 15 STOP

* RUN # 2

JUL 9, 1993 10:48:46

STD - Clorotalonil 1ul
0.9552 ug/ml:

START

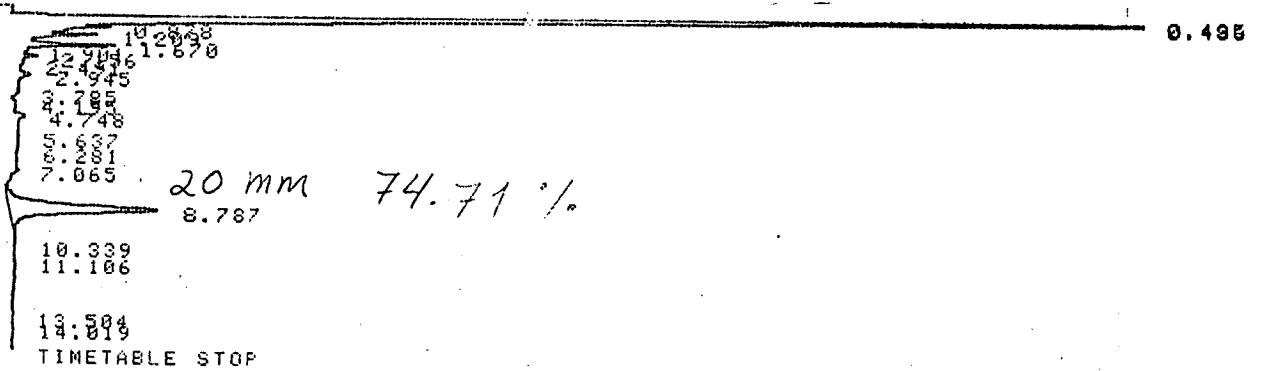


* RUN # 3

JUL 9, 1993 11:07:12

Florisil \approx 0.1 ppm 1ul

START



* RUN # 4

JUL 9, 1993 11:27:16

Alúmina \approx 0.1 ppm 1ul

START

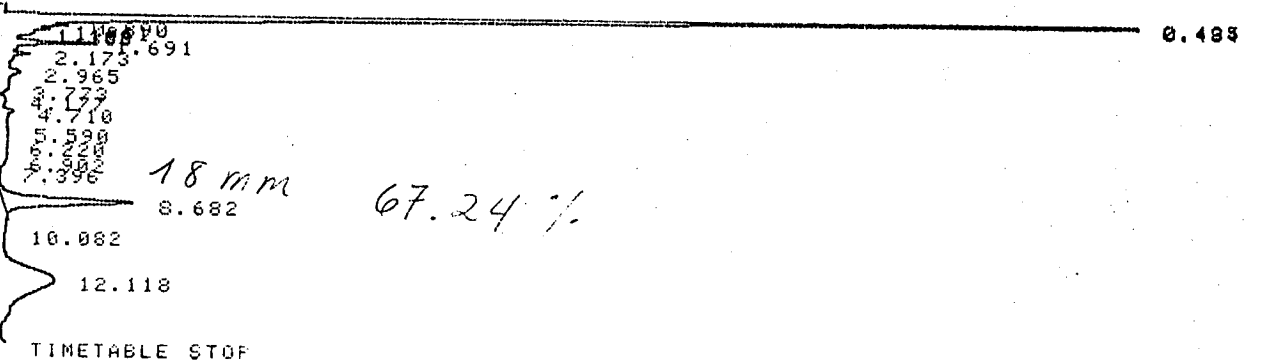
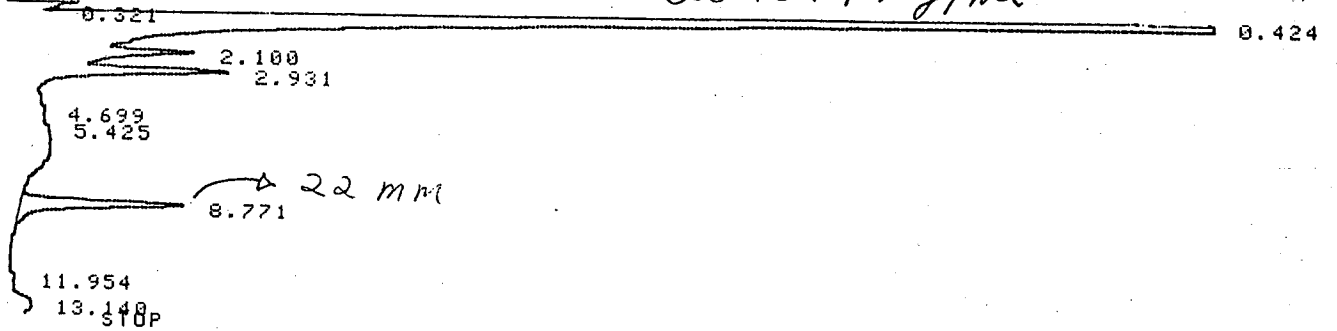


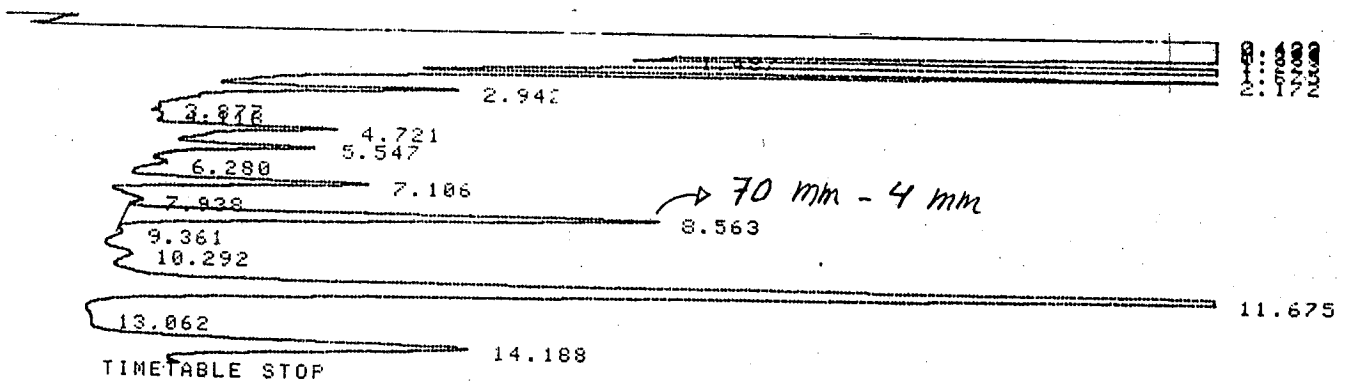
FIGURA No. 11

Cromatogramas para 0.0094 ug/ml. \approx 0.01 ppm de Clorotalonil

* RUN # 8 AUG 5, 1993 11:54:18 STD-Clorotalonil 2 μ l
START 0.01044 ug/ml



* RUN # 9 AUG 5, 1993 12:11:14 Florisil 2 μ l
START



* RUN # 10 AUG 5, 1993 12:28:35 Alumina 2 μ l
START

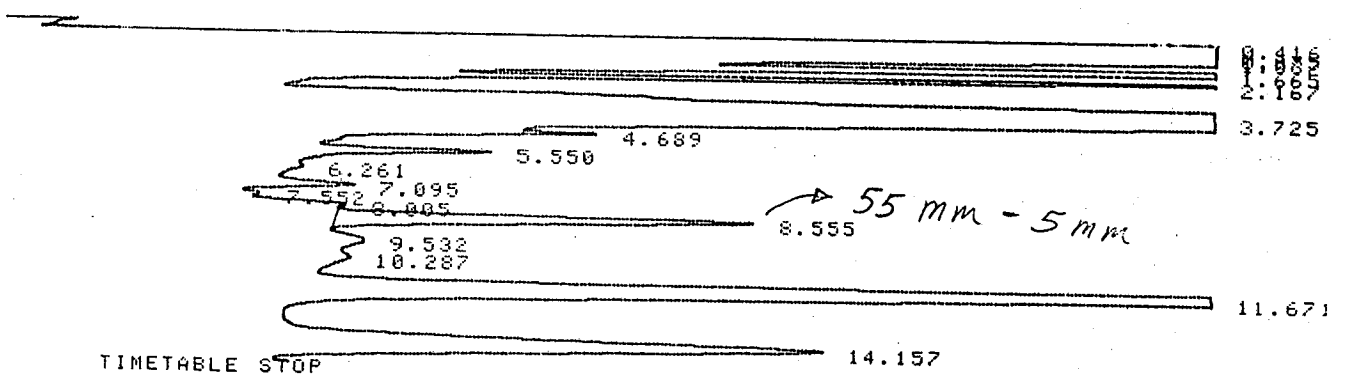
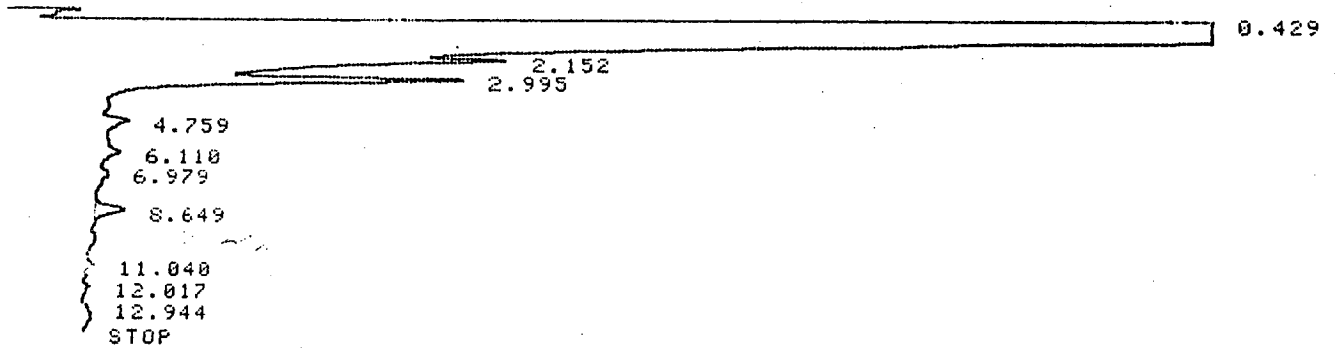


FIGURA No. 12

Cromatogramas de los blancos para 0.0094 ug/ml.
± 0.010 ppm de Clorotalonil

* RUN # 13 AUG 5, 1993 13:52:02 *Blanco Florisil 2ul*
START



* RUN # 14 AUG 5, 1993 14:06:19 *Blanco Alúmina 2ul.*
START

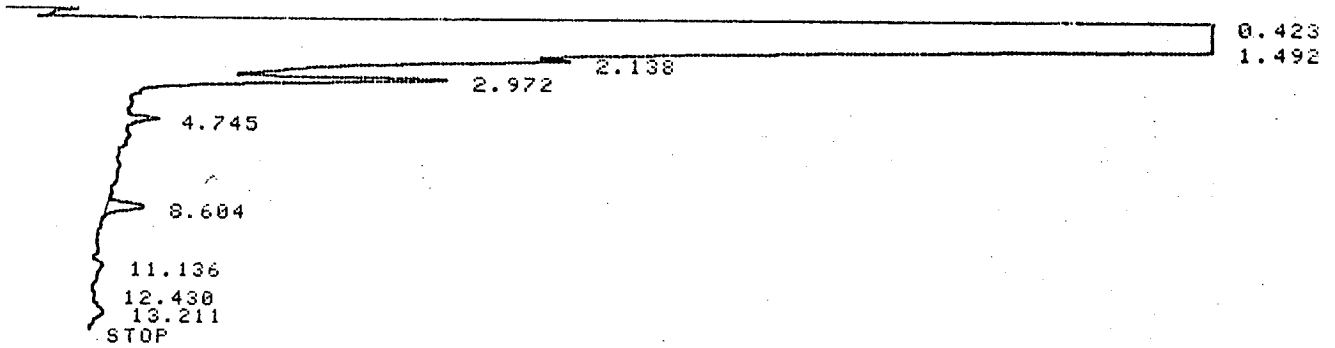


TABLA No. 1

Tratamiento estadístico de los porcentajes de recuperación

[]	% Recup. Florisil	$\left[\begin{matrix} \% \text{ Recup.} \\ \text{Florisil} \end{matrix} \right]^2$	% Recup. Alúmina	$\left[\begin{matrix} \% \text{ Recup.} \\ \text{Alúmina} \end{matrix} \right]^2$	d_i	$d_i - \bar{d}$	$(d_i - \bar{d})^2$
0.01	100.57	10114.32	80.46	6473.81	20.11	5.09	25.91
0.01	100.00	10000.00	75.53	5704.78	24.47	9.45	89.30
0.02	82.78	6852.53	70.05	4907.00	12.73	-2.29	5.24
0.03	87.23	7609.07	61.00	3721.00	26.23	11.21	125.66
0.05	100.19	10038.04	103.25	10660.56	-3.06	-18.1	326.89
0.05	100.38	10076.14	76.82	5901.31	23.56	8.54	72.93
0.06	90.39	8170.35	76.48	5849.19	13.91	-1.11	1.23
0.08	92.72	8597.00	90.28	8150.48	2.44	-12.6	158.26
0.09	134.36	18052.61	112.02	12548.48	22.34	7.32	53.58
0.10	74.71	5581.58	67.24	4521.22	7.47	-7.55	57.00
Sumat.	963.33	95091.65	813.13	68437.48	150.2		916.01
Media	96.33		81.31		15.02		
Mediana	96.36		76.65				101.78
Sd.....		15.14	15.23		10.089
t.....		4.708					

Tabla No. 2

Categorías de Toxicidad establecidas por EPA (*)

	CATEGORIA			
	I	II	III	IV
Forma oral LD	Menos de e incluyendo 50 mg/Kg	De 50 a 500 mg/Kg	De 500 a 5,000 mg/Kg	Más de 5,000 mg/Kg
Por in- halación LD	Menos de e incluyendo 0.2 mg/Lt	De 0.02 a 2.0 mg/Lt	De 2.0 a 20 mg/Lt	Más de 20 mg/Lt
Dermal LD	Menos de e incluyendo 200 mg/Kg	De 200 a 2,000 mg/Kg	De 2,000 a 20,000 mg/Kg	Más de 20,000 mg/Kg
Efectos sobre los ojos	Corrosivo en la córnea opacidad del del ojo no reversible	Opacidad corneal reversible entre los 7 días	Sin opa- cidad corneal, irritación reversible	No hay irrita- ción
Efectos en la piel	Corrosivo	Irritación severa a las 72 horas	Irritación moderada a las 72 horas	Irrita- ción me dia a las 72 horas

(*) EPA: Enviromental Protection Agency
(Agencia de Protección del Medio Ambiente EE.UU)

FIGURA No. 13

Caja de Tukey para la comparación de las recuperaciones obtenidas en ambos métodos

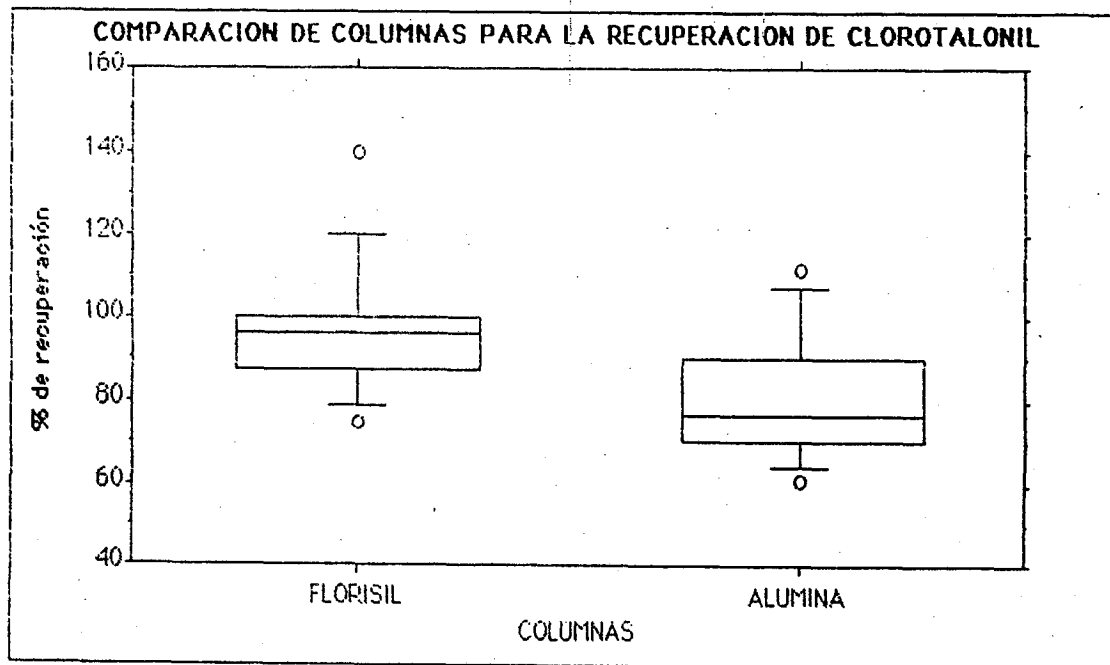
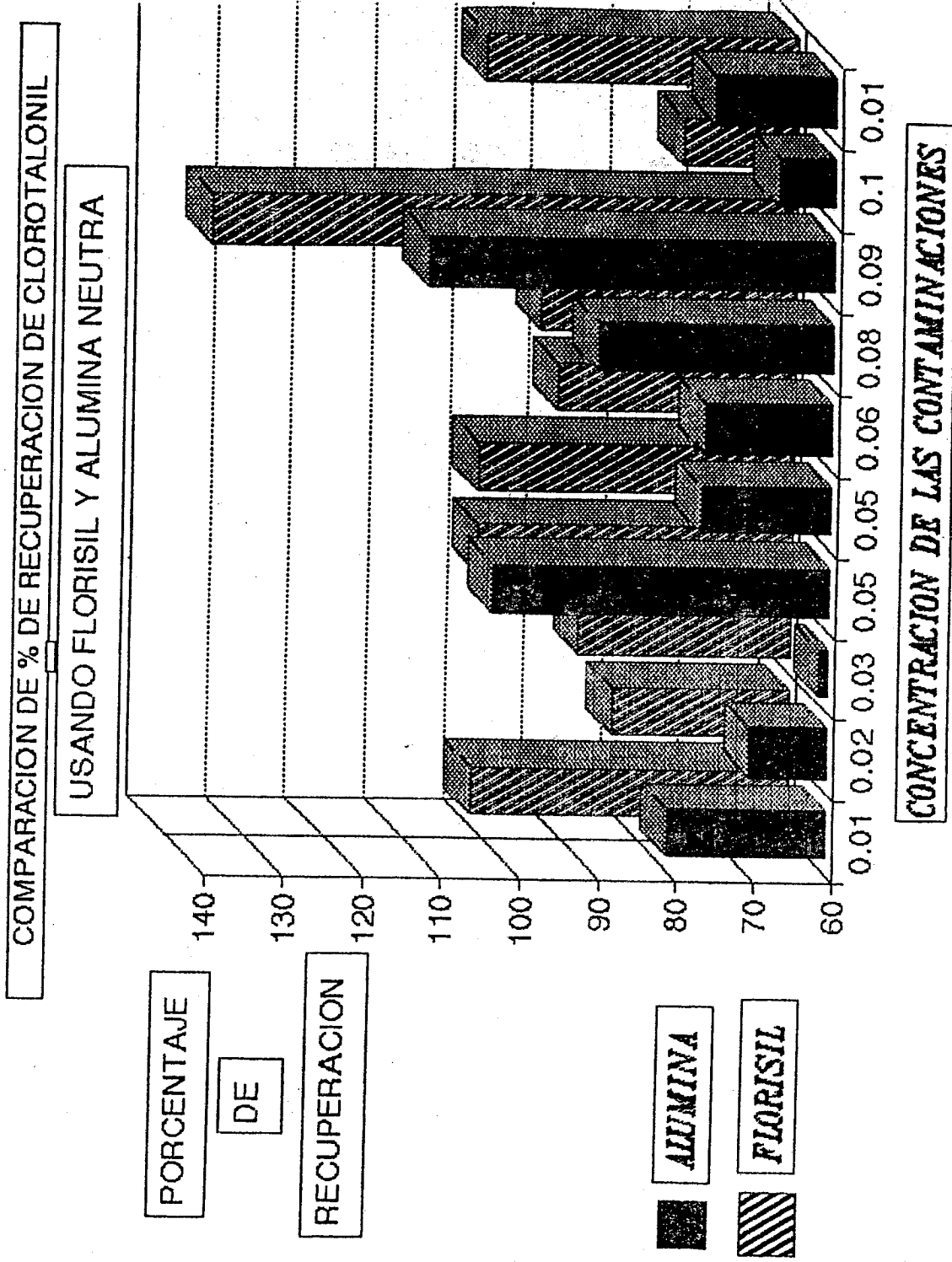


FIGURA No. 14



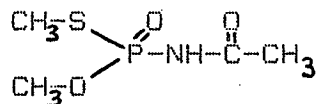
PLAGUICIDAS CITADOS EN EL TRABAJO

Nombre
Técnico

Fórmula

Nombres
Comunes

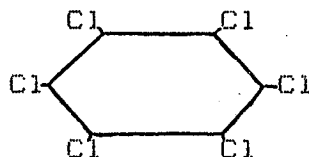
Acefate



Aceber PS,
Orto 124120.

O,S-Dimetil acetilfosfora-
midotioato.

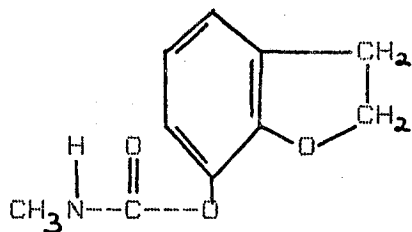
BHC



HCH, 666, Hexacloro-
ro, Hexacloran,
Dol, Dolmix, Gexa-
ne, Gammexane,
HCCH, Hexablanc,
Hexyclan, Soproside

1,2,3,4,5,6-Hexacloro-
ciclohexano.

CARBOFURANO



Carbofuran, Furaca-
rb, Bay 70143, Cu-
rater, Futura, FMC
10242, Furadan,
NIA 10242, Vegfru,
Diafuran, D-1221,
ENT 27164, Yaltox.

2,3-Dihidro-2,2-dimetil-
7-benzofuranil metilcar-
bamato.

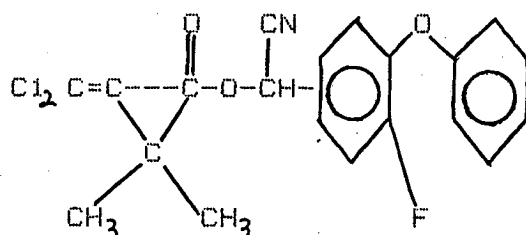
Nombre
Técnico

Fórmula

Nombres
Comunes

CIFLUTRIN

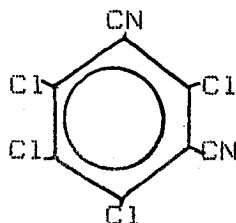
Baytroid, Bay FCR
1272H, Solfac.



Ciano (4-Fluoro-3-fenoxifenil) metil
3-(2,2-diclorometil) -2,2-dimetil-
ciclopropanocarboxilato.

CLOROTALONIL

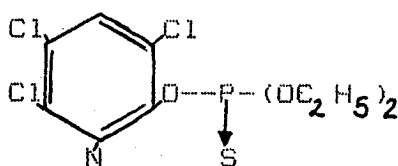
Daconil 2787, Bra-
vo, Termil, Exothe-
rnTermil.



Tetracloroisofaltonitrilo

CLORPIRIFOS

Reldan 4E, Reldan
3%, Dust, Dowco
214.



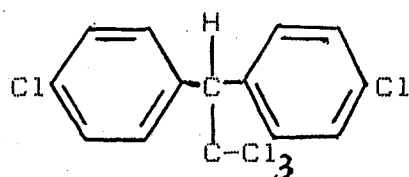
O,O-dimetil -O- (3,5,6-triclo-
ro-2-piridimil) fosforotioato.

Nombre
Técnico

Fórmula

Nombres
Comunes

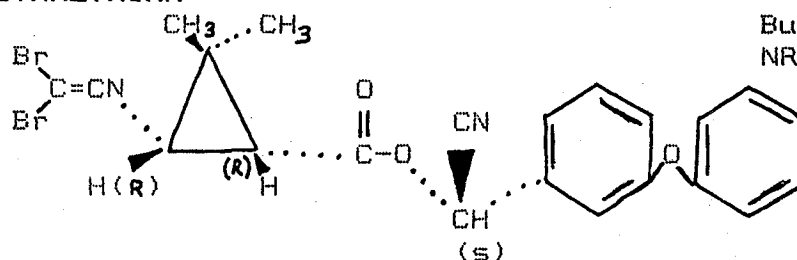
DDT



Zeidane, pp'Zeida-
ne, Anofex, Cloro-
fenotano, Delo, Di-
gmar, Pentaclorin,
Rukseam, Zerdane.

Dicloro difenil triclo-
ro etano.

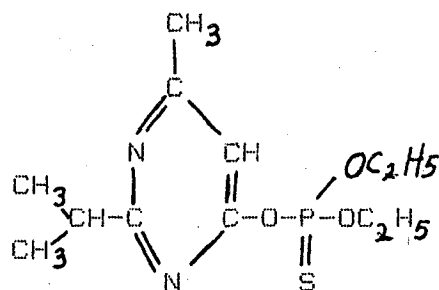
DELTAMETRINA



Butoflin, Butox,
NRDC 161, RV 22k974

(S)- Ciano-m-fenoxibencil
(1R,3R) -3(2,2-dibromovinil)
-2,dimetilciclopropano-car-
boxilato.

DIAZINON



Dazzel, Diagram,
Dianun, Diaterr-
Fos, Diazajet, Dia-
zatol, Diazide, Di-
zinon, Dyzol, Fezu-
din, G-24480, Ger-
dentox, Kayazinon,
Kayatol, Nipsan.

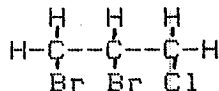
O,O-Dietil O-(2-isopro-
pil-6-metil-4-pirimidi-
nil) fosforotioato.

Nombre
Técnico

Fórmula

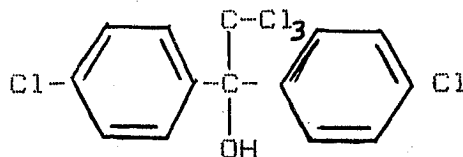
Nombres
Comunes

1,2-DIBROMO-
3-CLOROPROPANO
(DBCP)



Dibromocloropropano, DBCP, Nemaforme, Nemaset.

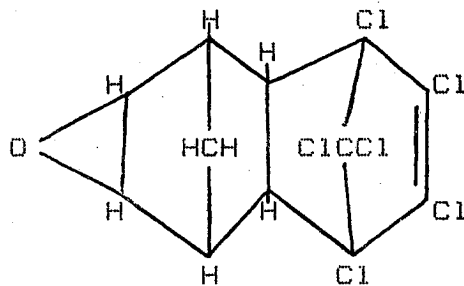
DICOFOL
(Keltane)



Keltane, Cekudifol
Dicomite.

4,4-Dicloro- -tricloro-
metilbenzidrol. o 1,1-
Bis(clorofenil)-2,2,2-
tricloroetanol.

DIELDRINA



HEOD, Dieldrex,
Dieldrite.

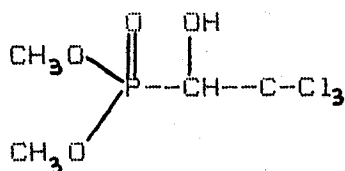
(1R,4S,4aS,5R,6R,7S,8S,8aR)-1,2,3,4,
10,10-hexacloro-1,4,4a,5,6,7,8,8a-
octahidro-6,7-epoxi-1,4,5,8-dimeta-
nona-ftaleno.

Nombre
Técnico

Fórmula

Nombres
Comunes

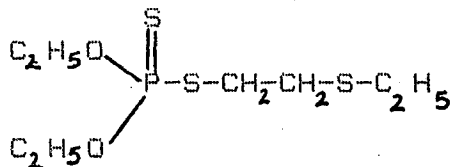
DIPTEREX



Triclorofon, Clorufos, Totalene, Higalfon, Bovinox, Equino-Aid, Leivason, Trinex.

Dimetil (2,2,2-tricloro-1-hidroxietil)-fosfonato.

DYSISTON

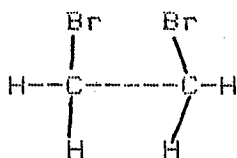


Disulfoton, Etiltiodemeton, M-74, S-276, Bay-19639, Insyst-D.

O,O-Dimetil S-[2-(etil-tio)etil]-fosforotioato.

EDB

(Dibromuro de etileno)



Etileno dibromuro, Bromofume, E-D-Bee, EDB-85, Nefis, Dowfune, Soilbrow, Celvide.

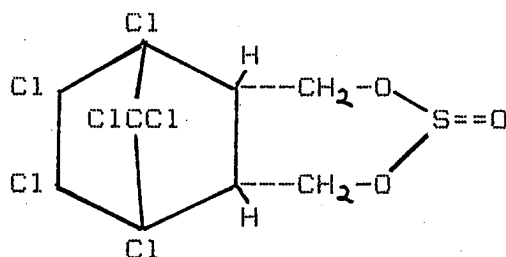
1,2-Dibromoetano.

Nombre
Técnico

Fórmula

Nombres
Comunes

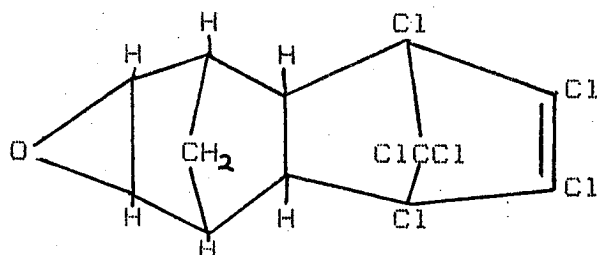
ENDOSULFAN



Benzoepin, Beosit,
Clortiepin, Crisu-
fan, Cyclodan, En-
docide, Endosol.

6,7,8,9,10,10-Hexaclaro-
1,5,5a,6,9,9a,-hexahidro-
6,9-metano-2,4,3-benzo-dio-
xatiepin-3-oxido.

ENDRINA



Endrin, Nendrin,
Hexadrin, Endrex.

1,2,3,4,10,10-Hexaclaro-6,7-
epony-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octa-
hidro-1,4-endo,endo-5,8-dime-
tanonaftaleno.

FOSFINA

AIP

Aluminio fosfina

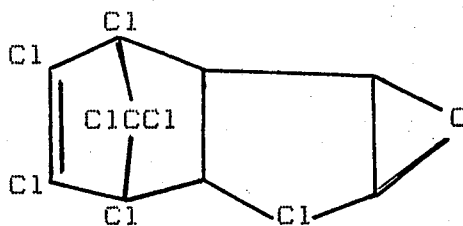
Nombre
Técnico

Fórmula

Nombres
Comunes

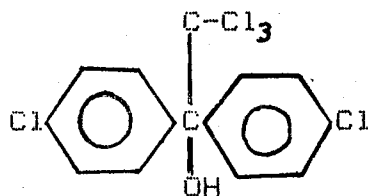
HCH
(ver BHC)

HEPTACLORO-
EPOXIDO



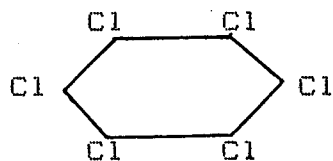
KELTANE

Decofol, Cekudifol,
Dicomite.



4,4-Dicloro-alfa-trico-
ro-metilbenzidrol o 1,1-
Bis(clorofenil)-2,2,2-tri
clorortanol.

LINDANO



Gama BHC, Gama HCH,
Etan 36, Forlin,
Gamaphex, Gammex,
Isotox, Germate,
Hammer, Lindagam,
Novigam, Silvanol.

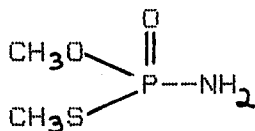
Isomero gama del 1,2,3,4,-
5,6-hexaclorociclohexano.

Nombre
Técnico

Fórmula

Nombres
Comunes

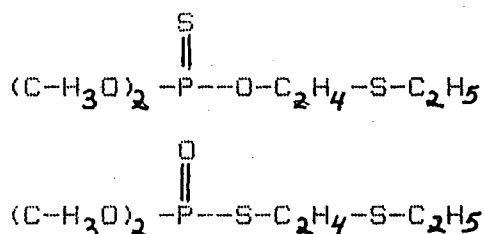
METAMIDOFOS



Acefate-metil, Bay
71628, SRA 5172,
Swipe.

O,S-Dimetilfosforamido-
tioato.

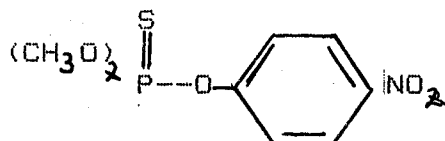
METASYSTOX



Demeto (mezcla de
isómeros), metil-
demeton, Bay
15203.

O,O-Dietil O- & S-2[(etil-
tio)etil]-fosfotioato.

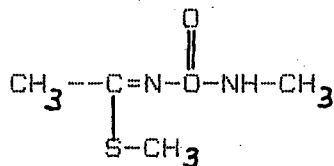
METIL PARATION



O,O-Dietil-O-(4-nitro-
fenil)fosfotioato.

Metafos, Cekume-
tion, Dimetil Pa-
ration, E 601, Ge-
arfos, Kilex Para-
tion, Metafos, Par-
tron M, Penncap-M,
Vegfru Klufos, Tek-
waisa.

METOMIL



S-Metil-N-[(metilcarbamoil)
Oxil]-tioacetamidato.

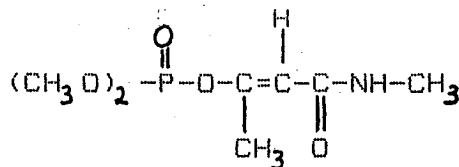
Menilene L.

Nombre
Técnico

Fórmula

Nombres
Comunes

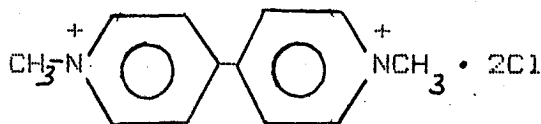
MONOCROTOFOS



Aimocron, Monocil,
Plantdrin, Rapid X.

Dimetil-(E)-1-metil-2-(metilcarbamoil)-vinil.

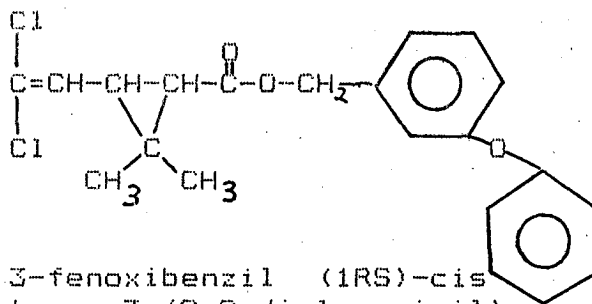
PARAQUAT



Gramoxone, Herba-
xon, Cekuquat, Dex-
trone, Pillarxone,
Pillarquat, Total,
Toxer.

1,1'-Dimetil-4,4'-Bipiri-
dinium ion; presente como
la sal de dicloruro o sal
de dimetil sulfato.

PERMETRINA



BW-21-Z, Ectiban,
FMC-33297, Indo-
trin, NRDC 143,
PP-557, pramex,
Qamlin.

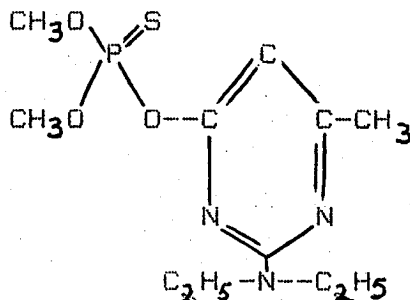
3-fenoxibenzil (1R5)-cis
trans-3-(2,2-diclorovinil)
-2,2-dimetilciclopropano-
carboxilato.

Nombre
Técnico

Fórmula

Nombres
Comunes

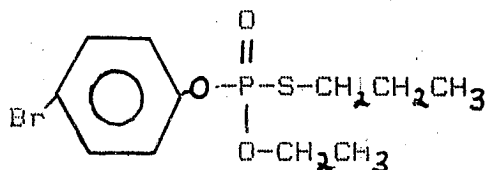
PIRIMINFOS



Actellic, Actellic-
fog.

O-(2-dietilamino-6-metilpi-
rimidin-4-il)-O,O-metil-fos-
forotioato.

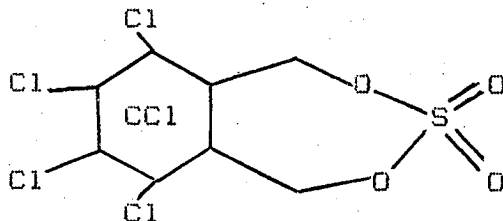
PROFENOFOS



Curacron, CGA-
15324, Polycron.

O-(4-bromo-2-clorofenil)-O-
etil S-proil-fosforotioato.

**SULFATO DE
ENDOSULFAN**



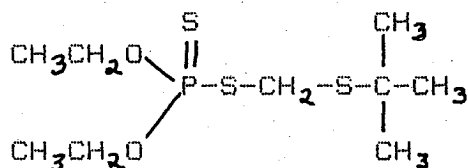
6,7,8,9,10,10-Hexacloro-1,5,
5a,6,9,9a,-hexahidro-6,9-meta-
no-2,4,3-benzodioxatiepín-3,
3-dioxido.

Nombre
Técnico

Fórmula

Nombres
Comunes

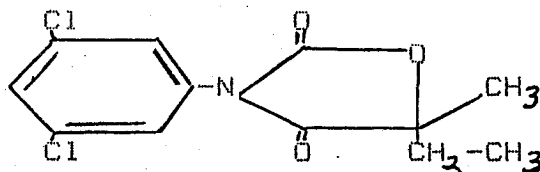
TERBUFOS



CAS-013071-79-9,
SHA-105001.

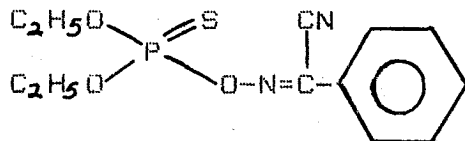
S-[[[(1,1-Dimeteletil)tio]
metil]-O,O-di-etilfosforo-
ditiocato.

VINCLOZOLIN



3-(3,5-diclorofenil)-5-
vinil-5-metil-1,3-oxazo-
lidina-2,4-diona.

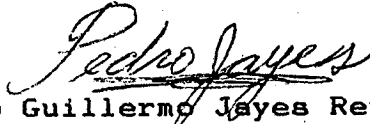
VOLATON



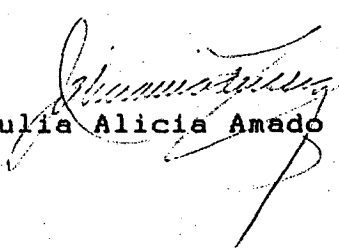
Baytion, Foxin,
Foxime, Bay-77488,
SRA-7502.

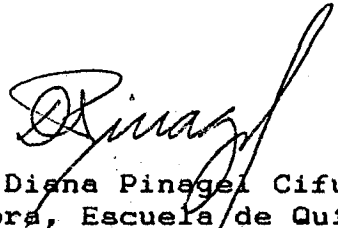
[[(Di-etoxi-fosfinotioil)oxil]
imino]-benceno-acetonitrilo.

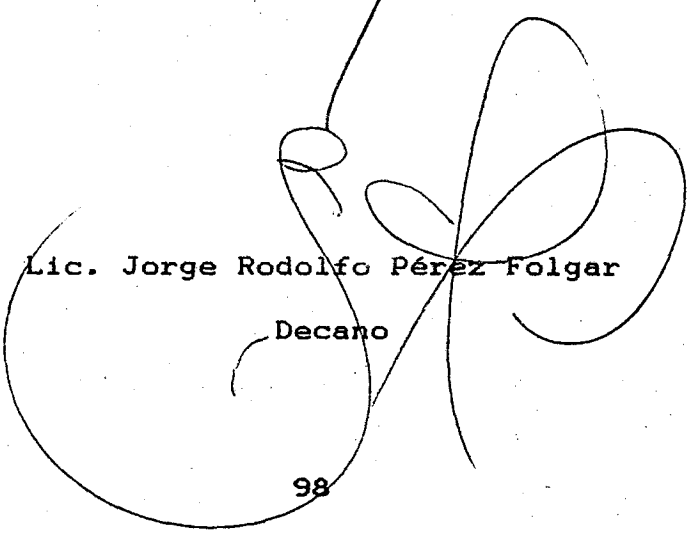
Nombre del Estudiante


Autor: Pedro Guillermo Jayes Reyes

Nombre del Asesor:


Licda. Julia Alicia Amado de Zeissig


Licda. Diana Pinagel Cifuentes
Directora, Escuela de Química


Lic. Jorge Rodolfo Pérez Folgar

Decano