

UNIVERSIDAD DEL VALLE  
DE GUATEMALA

Facultad de Ciencias y Humanidades

Desarrollo y validación de un método para la determinación  
de residuos de plaguicidas organoclorados en agua por  
cromatografía de gases

Guatemala

Noviembre, 1997



Desarrollo y validación de un método para  
la determinación de residuos de plaguicidas organoclorados  
en agua por cromatografía de gases

UNIVERSIDAD DEL VALLE  
DE GUATEMALA

Facultad de Ciencias y Humanidades

Desarrollo y validación de un método para la determinación  
de residuos de plaguicidas organoclorados en agua por  
cromatografía de gases

Trabajo de investigación presentado por  
Hilda Mariela Cabrera de León  
para optar al grado académico de Licenciado en Química  
Farmacéutica

Guatemala  
Noviembre, 1997

Vo. Bo.:



---

Dr. Adrian Francisco Gil Méndez  
**Decano Facultad de Ciencias y Humanidades**



---

Lic. Efigio Rolando López García.  
**Director Departamento de Química Farmacéutica**



---

Lda. Victoria Eugenia Rosales Chavarría  
**Secretaria General**

Fecha de aprobación: Guatemala 6 de noviembre de 1997.

## PREFACIO

Durante el desarrollo y validación del método para la determinación cuantitativa y cualitativa de plaguicidas organoclorados en agua. Los diecisiete plaguicidas organoclorados escogidos son: Lindano, Heptacloro, Aldrín, Epóxido Heptacloro, Gamma-Clordano, o,p'- DDE, Alfa Clordano, Dieldrín, o,p'- DDE, o,p'- DDD, Endrín, Endosulfán II, p,p'- DDD, o,p'- DDT, Sulfato de Endosulfán, p,p'-DDT y Metoxicloro de los cuales la mayoría son prohibidos en nuestro país y en otros países del mundo por su alto riesgo y toxicidad para seres humanos y animales. Se utilizó un cromatógrafo gas – líquido de alta resolución provisto de un detector de captura de electrones (ECD, por sus siglas en inglés). Se emplearon para el análisis dos columnas megaboro SPB-5 de 30 y 60 m de longitud x 0.53 mm de diámetro y 1.5  $\mu\text{m}$  de grosor de película.

Se buscaba optimizar el método desarrollado, para lo cual se realizaron pruebas con diferentes solventes de extracción, tiempos de contacto de los plaguicidas con la matriz agua y volúmenes de solvente de extracción. No se analizaron muestras externas, únicamente las preparadas en el laboratorio (muestras de fortificación) con base en los resultados se determinó que el método montado y validado era confiable.

Se realizaron pruebas de confirmación tales como: deshidrohalogenación alcalina y reacción con ácido sulfúrico fueron ensayos que se realizaron para darle al método carácter cualitativo además de cuantitativo.

Se logró obtener coeficientes de variación entre 0.09 y 0.2% para la reproducibilidad en los tiempos de retención y entre 3 y 11% para la reproducibilidad de concentración y porcentajes de recuperación 95 y 127% en los niveles de 1.0 y 0.1  $\mu\text{g/mL}$ , lo que permiten concluir que el método desarrollado cumple con los criterios de un método debidamente validado.

## INDICE

<b>PREFACIO</b> .....	<b>iv</b>
<b>LISTA DE TABLAS</b> .....	<b>viii</b>
<b>LISTA DE CROMATOGRAMAS</b> .....	<b>xxv</b>
<b>LISTA DE GRAFICAS</b> .....	<b>xxxii</b>
<b>RESUMEN</b> .....	<b>xxxiii</b>
<b>CAPITULOS</b>	
<b>I. INTRODUCCIÓN</b> .....	<b>1</b>
<b>II. MARCO CONCEPTUAL</b> .....	<b>3</b>
<b>III. MARCO TEÓRICO</b> .....	<b>11</b>
<b>IV. MARCO METODOLÓGICO</b> .....	<b>14</b>
<b>V. MARCO OPERATIVO</b> .....	<b>28</b>
<b>VI. PROGRAMA</b> .....	<b>35</b>
<b>VII. RESULTADOS</b> .....	<b>36</b>
<b>VIII. DISCUSIÓN DE RESULTADOS</b> ..	<b>46</b>
<b>IX. CONCLUSIONES</b> ..	<b>55</b>
<b>X. RECOMENDACIONES</b> ..	<b>57</b>
<b>XI. BIBLIOGRAFIA</b> ..	<b>59</b>
<b>XII. AGRADECIMIENTO</b> ..	<b>62</b>

## **APENDICES**

<b>A. Plaguicidas Utilizados .....</b>	<b>65</b>
<b>B. Límites Máximos Aceptables y Límites Máximos Permisibles Plaguicidas Organoclorados en Agua Potable según COGUANOR .....</b>	<b>68</b>
<b>C. Efectos de los Plaguicidas Organoclorados en la Salud .....</b>	<b>69</b>
<b>D. Cromatogramas .....</b>	<b>70</b>
<b>E. Tablas de Resultados .....</b>	<b>100</b>
<b>F. Gráficas de Respuesta del Detector .....</b>	<b>123</b>

## LISTA DE TABLAS

Tabla	Página
1. Tiempos de Contacto.....	24
2. Resumen de reproducibilidad de tiempos de Retención Absolutos Nivel de concentración: 1.0, 0.1 y 0.01µg/mL, Condiciones cromatográficas Iniciales.....	36
3. Resumen de la Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos, Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL, Extracción Líquido – Líquido, Solvente: Diclorometano, Volumen de Extracción: 100 mL, Condiciones Cromatográficas Finales, Integración Electrónica.....	37
4. Resumen de la Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos, Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL, Extracción Líquido – Líquido, Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15), Volumen de Extracción: 50 mL, Condiciones Cromatográficas Iniciales, Integración Electrónica.....	37
5. Resumen de la Repetibilidad de Concentración, Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL,	

Extracción Líquido – Líquido, Solvente: Diclorometano, Volumen de Extracción: 100 mL, Condiciones Cromatográficas Finales, Integración Electrónica. ....	38
6. Resumen de la Repetibilidad de Concentración, Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL, Extracción Líquido – Líquido, Solvente: Diclorometano, Volumen de Extracción: 100 mL, Condiciones Cromatográficas Finales, Integración Manual. ....	38
7. Resumen de los Porcentajes de Recuperación, Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL, Extracción Líquido – Líquido, Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15), Volumen de Extracción: 50 mL, Condiciones Cromatográficas Iniciales, Tiempo de Incorporación: 1 Hora, Integración Electrónica. ....	39
8. Resumen de los Porcentajes de Recuperación, Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL, Extracción Líquido – Líquido, Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15), Volumen de Extracción: 50 mL,	

	Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
	Tiempo de Incorporación: 1 Hora, Tiempo de Reposo: 1Hora, Tiempo de Extracción: 1 Hora,	
	Integración Manual .....	40
9.	Resumen de los Porcentajes de Recuperación,	
	Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano,	
	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Finales,	
	Tiempo de Incorporación: 1 Hora, Tiempo de Reposo: 1Hora, Tiempo de Extracción: 1 Hora,	
	Integración Electrónica.....	41
10.	Resumen de los Porcentajes de Recuperación,	
	Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano,	
	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Finales,	
	Tiempo de Incorporación: 1 Hora, Tiempo de Reposo: 1Hora, Tiempo de Extracción: 1 Hora,	
	Integración Manual.....	42
11.	Reacción de Deshidrohalogenación Alcalina,	
	Solución Individual de cada Plaguicida,	
	Prueba de Confirmación.....	43

12.	<b>Reacción con Ácido Sulfúrico Concentrado,  Solución Individual de cada Plaguicida,  Prueba de Confirmación. . . . .</b>	44
13.	<b>Coeficiente de Correlación Lineal,  Determinado al evaluar la Linealidad del Detector,  Integración Electrónica,  Condiciones Cromatográficas Finales . . . . .</b>	45
14.	<b>Repetibilidad de Concentración,  Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,  Extracción Líquido – Líquido,  Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15),  Volumen de Extracción: 50 mL,  Condiciones Cromatográficas Iniciales ,  Integración Electrónica. . . . .</b>	100
15.	<b>Repetibilidad de Concentración,  Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,  Extracción Líquido – Líquido,  Solvente: Diclorometano,  Volumen de Extracción: 100 mL,  Condiciones Cromatográficas Finales ,  Integración Electrónica. . . . .</b>	100
16.	<b>Repetibilidad de Concentración,  Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,  Extracción Líquido – Líquido,  Solvente: Diclorometano,</b>	

	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Finales,	
	Integración Manual. ....	101
17.	Repetibilidad de Concentración,	
	Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15),	
	Volumen de Extracción: 50 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
	Integración Electrónica. ....	101
18.	Repetibilidad de Concentración,	
	Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Solvente: Diclorometano,	
	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Finales,	
	Integración Electrónica. ....	102
19.	Repetibilidad de Concentración,	
	Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Solvente: Diclorometano,	
	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Finales,	
	Integración Manual. ....	102

20.	<b>Repetibilidad de Concentración,</b> <b>Nivel de Concentración: 0.01 µg/mL,</b> <b>Extracción Líquido – Líquido,</b> <b>Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15),</b> <b>Volumen de Extracción: 50 mL,</b> <b>Condiciones Cromatográficas Iniciales,</b> <b>Integración Electrónica. . . . .</b>	<b>103</b>
21.	<b>Repetibilidad de Concentración,</b> <b>Nivel de Concentración: 0.01 µg/mL,</b> <b>Extracción Líquido – Líquido,</b> <b>Solvente: Diclorometano,</b> <b>Volumen de Extracción: 100 mL,</b> <b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b> <b>Integración Electrónica. . . . .</b>	<b>103</b>
22.	<b>Repetibilidad de Concentración,</b> <b>Nivel de Concentración: 0.01 µg/mL,</b> <b>Extracción Líquido – Líquido,</b> <b>Solvente: Diclorometano,</b> <b>Volumen de Extracción: 100 mL,</b> <b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b> <b>Integración Manual. . . . .</b>	<b>104</b>
23.	<b>Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos,</b> <b>Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,</b> <b>Extracción Líquido – Líquido,</b> <b>Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15),</b>	

	Volumen de Extracción: 50 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
	Integración Electrónica. ....	104
24.	<b>Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos</b>	
	Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Solvente: Diclorometano,	
	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Finales,	
	Integración Electrónica. ....	105
25.	<b>Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos,</b>	
	Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15),	
	Volumen de Extracción: 50 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
	Integración Electrónica. ....	105
26.	<b>Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos</b>	
	Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Solvente: Diclorometano,	
	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Finales,	
	Integración Electrónica. ....	106

27.	<b>Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos,</b> <b>Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL,</b> <b>Extracción Líquido – Líquido,</b> <b>Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15),</b> <b>Volumen de Extracción: 50 mL,</b> <b>Condiciones Cromatográficas Iniciales,</b> <b>Integración Electrónica. ....</b>	<b>106</b>
28.	<b>Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos</b> <b>Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL,</b> <b>Extracción Líquido – Líquido,</b> <b>Solvente: Diclorometano,</b> <b>Volumen de Extracción: 100 mL,</b> <b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b> <b>Integración Electrónica. ....</b>	<b>107</b>
29.	<b>Evaluación de Respuesta del Detector,</b> <b>Tipo de Detector: Captura de Electrones,</b> <b>Niveles de Concentración: Entre 1.0 y 0.01 µg/mL,</b> <b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b> <b>Integración Electrónica. ....</b>	<b>108</b>
30.	<b>Evaluación de Respuesta del Detector,</b> <b>Tipo de Detector: Captura de Electrones,</b> <b>Niveles de Concentración: Entre 1.0 y 0.01 µg/mL,</b> <b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b> <b>Integración Manual por Altura de Pico (cm) ....</b>	<b>108</b>

31.	<b>Porcentajes de Recuperación,</b> <b>Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,</b> <b>Extracción Líquido – Líquido,</b> <b>Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15),</b> <b>Volumen de Extracción: 50 mL,</b> <b>Condiciones Cromatográficas Iniciales,</b> <b>Integración Electrónica. . . . .</b>	<b>109</b>
32.	<b>Porcentajes de Recuperación,</b> <b>Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,</b> <b>Extracción Líquido – Líquido,</b> <b>Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15),</b> <b>Volumen de Extracción: 50 mL,</b> <b>Condiciones Cromatográficas Iniciales,</b> <b>Integración Manual. . . . .</b>	<b>109</b>
33.	<b>Porcentajes de Recuperación,</b> <b>Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,</b> <b>Extracción Líquido – Líquido,</b> <b>Solvente: Diclorometano,</b> <b>Volumen de Extracción: 100 mL,</b> <b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b> <b>Integración Electrónica. . . . .</b>	<b>110</b>
34.	<b>Porcentajes de Recuperación,</b> <b>Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,</b> <b>Extracción Líquido – Líquido,</b> <b>Solvente: Diclorometano,</b>	

	<b>Volumen de Extracción: 100 mL,</b>	
	<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	
	<b>Integración Manual. . . . .</b>	<b>110</b>
<b>35.</b>	<b>Porcentajes de Recuperación,</b>	
	<b>Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,</b>	
	<b>Extracción Líquido – Líquido,</b>	
	<b>Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15),</b>	
	<b>Volumen de Extracción: 50 mL,</b>	
	<b>Condiciones Cromatográficas Iniciales,</b>	
	<b>Integración Electrónica. . . . .</b>	<b>111</b>
<b>36.</b>	<b>Porcentajes de Recuperación,</b>	
	<b>Nivel de Concentración: 0.10 0 µg/mL,</b>	
	<b>Extracción Líquido – Líquido,</b>	
	<b>Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15),</b>	
	<b>Volumen de Extracción: 50 mL,</b>	
	<b>Condiciones Cromatográficas Iniciales,</b>	
	<b>Integración Manual. . . . .</b>	<b>111</b>
<b>37.</b>	<b>Porcentajes de Recuperación,</b>	
	<b>Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,</b>	
	<b>Extracción Líquido – Líquido,</b>	
	<b>Solvente: Diclorometano,</b>	
	<b>Volumen de Extracción: 100 mL,</b>	
	<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	
	<b>Integración Electrónica. . . . .</b>	<b>112</b>

38.	<b>Porcentajes de Recuperación,</b> <b>Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,</b> <b>Extracción Líquido – Líquido,</b> <b>Solvente: Diclorometano,</b> <b>Volumen de Extracción: 100 mL,</b> <b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b> <b>Integración Manual. . . . .</b>	<b>112</b>
39.	<b>Porcentajes de Recuperación,</b> <b>Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL,</b> <b>Extracción Líquido – Líquido,</b> <b>Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15),</b> <b>Volumen de Extracción: 50 mL,</b> <b>Condiciones Cromatográficas Iniciales,</b> <b>Integración Electrónica. . . . .</b>	<b>113</b>
40.	<b>Porcentajes de Recuperación,</b> <b>Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL,</b> <b>Extracción Líquido – Líquido,</b> <b>Solvente: Diclorometano,</b> <b>Volumen de Extracción: 100 mL,</b> <b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b> <b>Integración Electrónica. . . . .</b>	<b>114</b>
41.	<b>Porcentajes de Recuperación,</b> <b>Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL,</b> <b>Extracción Líquido – Líquido,</b> <b>Solvente: Diclorometano,</b>	

	Volumen de Extracción: 100 mL, Condiciones Cromatográficas Finales, Integración Manual. . . . .	114
42.	Porcentajes de Recuperación por Optimización de Solvente de Extracción, Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (0:100), Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL, Extracción Líquido – Líquido, Volumen de Extracción: 100 mL, Condiciones Cromatográficas Iniciales, Integración Electrónica. . . . .	115
43.	Porcentajes de Recuperación por Optimización de Solvente de Extracción, Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (0:100), Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL, Extracción Líquido – Líquido, Volumen de Extracción: 100 mL, Condiciones Cromatográficas Iniciales, Integración Manual. . . . .	115
44.	Porcentajes de Recuperación por Optimización de Solvente de Extracción, Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15), Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL, Extracción Líquido – Líquido, Volumen de Extracción: 100 mL,	

	Condiciones Cromatográficas Iniciales ,	
	Integración Electrónica. ....	116
45.	Porcentajes de Recuperación por	
	Optimización de Solvente de Extracción,	
	Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15),	
	Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
	Integración Manual. . . . .	116
46.	Porcentajes de Recuperación por	
	Optimización de Solvente de Extracción,	
	Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (50:50),	
	Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
	Integración Electrónica. ....	117
47.	Porcentajes de Recuperación por	
	Optimización de Solvente de Extracción,	
	Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (50:50),	
	Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Iniciales,	

	<b>Integración Manual. . . . .</b>	<b>117</b>
<b>48.</b>	<b>Porcentajes de Recuperación por Optimización Tiempos de Contacto, Incorporación: 12 Horas, Reposo: 36 Horas, Extracción: 1 Hora, Solvente: Diclorometano, Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL, Extracción Líquido – Líquido, Volumen de Extracción: 100 mL, Condiciones Cromatográficas Iniciales, Integración Electrónica. . . . .</b>	<b>118</b>
<b>49.</b>	<b>Porcentajes de Recuperación por Optimización Tiempos de Contacto, Incorporación: 12 Horas, Reposo: 36 Horas, Extracción: 1 Hora, Solvente: Diclorometano, Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL, Extracción Líquido – Líquido, Volumen de Extracción: 100 mL, Condiciones Cromatográficas Iniciales, Integración Electrónica. . . . .</b>	<b>118</b>
<b>50.</b>	<b>Porcentajes de Recuperación por Optimización Tiempos de Contacto, Incorporación: 12 Horas, Reposo: 36 Horas, Extracción: 1 Hora, Solvente: Diclorometano, Nivel de Concentración: 0.01 µg/mL, Extracción Líquido – Líquido,</b>	

	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
	Integración Electrónica. ....	119
51.	Porcentajes de Recuperación por	
	Optimización Tiempos de Contacto,	
	Incorporación: 6 Horas, Reposo: 18 Horas, Extracción: 1 Hora,	
	Solvente: Diclorometano,	
	Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
	Integración Electrónica. ....	119
52.	Porcentajes de Recuperación por	
	Optimización Tiempos de Contacto,	
	Incorporación: 6 Horas, Reposo: 18 Horas, Extracción: 1 Hora,	
	Solvente: Diclorometano,	
	Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
	Integración Electrónica. ....	120
53.	Porcentajes de Recuperación por	
	Optimización Tiempos de Contacto,	
	Incorporación: 6 Horas, Reposo: 18 Horas, Extracción: 1 Hora,	
	Solvente: Diclorometano,	

	Nivel de Concentración: 0.01 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
	Integración Electrónica. ....	120
54.	Porcentajes de Recuperación por	
	Optimización Tiempos de Contacto,	
	Incorporación: 1 Horas, Reposo: 1 Horas, Extracción: 1 Hora,	
	Solvente: Diclorometano,	
	Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
	Integración Electrónica. ....	121
55.	Porcentajes de Recuperación por	
	Optimización Tiempos de Contacto,	
	Incorporación: 1 Horas, Reposo: 1 Horas, Extracción: 1 Hora,	
	Solvente: Diclorometano,	
	Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,	
	Extracción Líquido – Líquido,	
	Volumen de Extracción: 100 mL,	
	Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
	Integración Electrónica. ....	121
56.	Porcentajes de Recuperación por	
	Optimización Tiempos de Contacto,	

**Incorporación: 1 Horas, Reposo: 1 Horas, Extracción: 1 Hora,**

**Solvente: Diclorometano,**

**Nivel de Concentración: 0.01 µg/mL,**

**Extracción Líquido – Líquido,**

**Volumen de Extracción: 100 mL,**

**Condiciones Cromatográficas Iniciales,**

**Integración Electrónica. .... 122**

## LISTA DE CROMATOGRAMAS

<b>Cromatograma</b>	<b>Página</b>
1. Cromatograma No.1 Solución de Calibración, Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL, Condiciones Cromatográficas Iniciales, Integrador HP-3396A. ....	71
2. Cromatograma No. 2 Muestra No.2 , Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL, Condiciones Cromatográficas Iniciales, Integrador HP-3396A. ....	72
3. Cromatograma No. 3 Extracción Blanco, Equivalente a Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL, Condiciones Cromatográficas Iniciales, Integrador HP-3396A. ....	73
4. Cromatograma No. 4 Solución de Calibración, Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL, Condiciones Cromatográficas Iniciales, Integrador HP-3396A. ....	74

5. Cromatograma No. 5	
Muestra No.1,	
Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,	
Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
Integrador HP-3396A. ....	75
6. Cromatograma No. 6	
Extracción Blanco,	
Equivalente a Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,	
Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
Integrador HP-3396A. ....	76
7. Cromatograma No. 7	
Solución de Calibración,	
Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL,	
Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
Integrador HP-3396A. ....	77
8. Cromatograma No. 8	
Muestra No.1,	
Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL,	
Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
Integrador HP-3396A. ....	78
9. Cromatograma No. 9	
Extracción Blanco,	
Equivalente a Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL,	
Condiciones Cromatográficas Iniciales,	
Integrador HP-3396A. ....	79

<b>10. Gráfica No. 10</b>	
<b>Solución de Calibración,</b>	
<b>Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,</b>	
<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	
<b>Integrador HP-3396A. ....</b>	<b>80</b>
<b>11. Cromatograma No. 11</b>	
<b>Solución de Calibración,</b>	
<b>Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,</b>	
<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	
<b>Graficador PE-024. ....</b>	<b>81</b>
<b>12. Cromatograma No. 12</b>	
<b>Muestra No. 1,</b>	
<b>Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,</b>	
<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	
<b>Integrador HP-3396A. ....</b>	<b>82</b>
<b>13. Cromatograma No. 13</b>	
<b>Muestra No. 1,</b>	
<b>Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,</b>	
<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	
<b>Graficador PE-024. ....</b>	<b>83</b>
<b>14. Cromatograma No. 14</b>	
<b>Extracción Blanco,</b>	
<b>Equivalente a Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,</b>	
<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	

Integrador HP-3396A. ....	84
<b>15. Cromatograma No. 15</b>	
<b>Extracción Blanco,</b>	
<b>Equivalente a Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL,</b>	
<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	
<b>Graficador PE-024. ....</b>	<b>85</b>
<b>16. Gráfica No. 16</b>	
<b>Solución de Calibración,</b>	
<b>Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,</b>	
<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	
<b>Integrador HP-3396A. ....</b>	<b>86</b>
<b>17. Cromatograma No. 17</b>	
<b>Solución de Calibración,</b>	
<b>Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,</b>	
<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	
<b>Graficador PE-024. ....</b>	<b>87</b>
<b>18. Cromatograma No. 18</b>	
<b>Muestra No. 1,</b>	
<b>Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,</b>	
<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	
<b>Integrador HP-3396A. ....</b>	<b>88</b>
<b>19. Cromatograma No. 19</b>	
<b>Muestra No. 1,</b>	
<b>Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,</b>	

<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	
<b>Graficador PE-024. ....</b>	<b>89</b>
<b>20. Cromatograma No. 20</b>	
<b>Extracción Blanco,</b>	
<b>Equivalente a Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,</b>	
<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	
<b>Integrador HP-3396A. ....</b>	<b>90</b>
<b>21. Cromatograma No. 21</b>	
<b>Extracción Blanco,</b>	
<b>Equivalente a Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL,</b>	
<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	
<b>Graficador PE-024. ....</b>	<b>91</b>
<b>22. Gráfica No. 22</b>	
<b>Solución de Calibración,</b>	
<b>Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL,</b>	
<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	
<b>Integrador HP-3396A. ....</b>	<b>92</b>
<b>23. Cromatograma No. 23</b>	
<b>Solución de Calibración,</b>	
<b>Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL,</b>	
<b>Condiciones Cromatográficas Finales,</b>	
<b>Graficador PE-024. ....</b>	<b>93</b>
<b>24. Cromatograma No. 24</b>	
<b>Muestra No. 1,</b>	
<b>Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL,</b>	

<p>Condiciones Cromatográficas Finales,  Integrador HP-3396A. ....</p>	94
<p>25. Cromatograma No. 25</p> <p>Muestra No. 1,  Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL,  Condiciones Cromatográficas Finales,  Graficador PE-024. ....</p>	95
<p>26. Cromatograma No. 26</p> <p>Extracción Blanco,  Equivalente a Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL,  Condiciones Cromatográficas Finales,  Integrador HP-3396A. ....</p>	96
<p>27. Cromatograma No. 27</p> <p>Extracción Blanco,  Equivalente a Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL,  Condiciones Cromatográficas Finales,  Graficador PE-024. ....</p>	97
<p>28. Cromatograma No. 28</p> <p>Solución Patrón de o,p'-DDT  Concentración Aproximada: 1.0 µg/mL,  Condiciones Cromatográficas Iniciales,  Sistema de Datos DS-604. ....</p>	98
<p>29. Cromatograma No. 29</p> <p>Reacción de Identificación  Deshidrogenación Alcalina para o,p'-DDT</p>	

<b>Concentración Aproximada: 1.0 µg/mL,</b>	
<b>Condiciones Cromatográficas Iniciales,</b>	
<b>Sistema de Datos DS-604.....</b>	<b>99</b>

## LISTA DE GRAFICAS

<b>Gráficas</b>	<b>Página</b>
1. Gráfica No.1	
Respuesta del Detector, Lindano .....	123
2. Gráfica No. 2	
Respuesta del Detector, Heptacloro .....	123
3. Gráfica No. 3	
Respuesta del Detector, Aldrin .....	123
4. Gráfica No. 4	
Respuesta del Detector, Epóxido de Heptacloro. ....	124
5. Gráfica No. 5	
Respuesta del Detector, Gamma-Clordano .....	124
6. Gráfica No. 6	
Respuesta del Detector, o,p'-DDE .....	124
7. Gráfica No. 7	
Respuesta del Detector, Alfa-Clordano. ....	125
8. Gráfica No. 8	
Respuesta del Detector, Dieldrín. ....	125
9. Gráfica No. 9	
Respuesta del Detector, p,p'-DDE. ....	125
10. Gráfica No. 10	
Respuesta del Detector, o,p'-DDD. ....	126

<b>11. Gráfica No. 11</b>	
<b>Respuesta del Detector, Endrín. ....</b>	<b>126</b>
<b>12. Gráfica No. 12</b>	
<b>Respuesta del Detector, Endosulfán II. ....</b>	<b>126</b>
<b>13. Gráfica No. 13</b>	
<b>Respuesta del Detector, p,p'-DDD. ....</b>	<b>127</b>
<b>14. Gráfica No. 14</b>	
<b>Respuesta del Detector, o,p'-DDT. ....</b>	<b>127</b>
<b>15. Gráfica No. 15</b>	
<b>Respuesta del Detector, Sulfato de Endosulfán. ....</b>	<b>127</b>
<b>16. Gráfica No. 16</b>	
<b>Respuesta del Detector, p,p'-DDT. ....</b>	<b>128</b>
<b>17. Gráfica No. 17</b>	
<b>Respuesta del Detector, Metoxicloro. ....</b>	<b>128</b>

## RESUMEN

En este trabajo de investigación se desarrolló y validó un método, fundamentado en buenas prácticas de laboratorio, para la determinación cuantitativa y cualitativa de plaguicidas organoclorados en agua. Los diecisiete plaguicidas organoclorados escogidos son: Lindano, Heptacloro, Aldrín, Epóxido Heptacloro, Gamma-Clordano, o,p'- DDE, Alfa Clordano, Dieldrín, o,p'- DDE, o,p'- DDD, Endrín, Endosulfán II, p,p'- DDD, o,p'- DDT, Sulfato de Endosulfán, p,p'-DDT y Metoxicloro de los cuales la mayoría son prohibidos en nuestro país y en otros países del mundo por su alto riesgo y toxicidad para seres humanos y animales. Se utilizó un cromatógrafo gas – líquido de alta resolución provisto de un detector de captura de electrones (ECD, por sus siglas en inglés). Se emplearon para el análisis dos columnas megaboro SPB-5 de 30 y 60 m de longitud x 0.53 mm de diámetro y 1.5  $\mu\text{m}$  de grosor de película.

Para optimizar el método se realizaron pruebas con diferentes solventes de extracción, tiempos de contacto de los plaguicidas con la matriz agua y volúmenes de solvente de extracción. Para encontrar el solvente óptimo se realizaron extracciones con diferentes proporciones de éter de petróleo y diclorometano, concluyendo que con el que se obtenían mejores porcentajes de recuperación era con diclorometano al 100% (diclorometano puro). En cuanto al

tiempo de contacto de los plaguicidas en la matriz se utilizó la combinación: 1 hora de incorporación a la matriz, 1 hora de reposo y 1 hora de extracción (tiempo total 3 horas).

No se analizaron muestras externas, únicamente las preparadas en el laboratorio (muestras de fortificación) con base en los resultados se determinó que el método montado y validado era confiable.

Pruebas de confirmación de deshidrohalogenación alcalina y reacción con ácido sulfúrico fueron ensayos que se realizaron para darle al método carácter cualitativo además de cuantitativo.

Al evaluar para cada plaguicida la respuesta del detecto utilizado se concluyó que para un análisis rutinario éste ya no es apto. Sin embargo, para la validación del presente método el detector fue sometido regularmente a tratamientos de limpieza.

Se logró coeficientes de variación entre 0.09 y 0.2% para la reproducibilidad en los tiempos de retención y entre 3 y 11% para la reproducibilidad de concentración y porcentajes de recuperación 95 y 127% en los niveles de 1.0 y 0.1  $\mu\text{g/mL}$ , lo que permiten concluir que el método desarrollado cumple con los criterios de un método debidamente validado. El

nivel de 0.01 µg/mL presentó más interferentes al momento de los análisis, por lo cual se excluye de la validación del método en mención.

Para el desarrollo y validación del presente método se contó con el apoyo conjunto de la Universidad del Valle de Guatemala (UVG) y del Organismo Internacional de Energía Atómica (OIEA).

## I. INTRODUCCIÓN

En Guatemala la presencia de residuos de plaguicidas organoclorados en el agua potable es una realidad, y debido a que no existe un método oficial para determinar cualitativa y cuantitativamente éstos residuos en el agua potable se decidió desarrollar y validar un método para éste análisis con el apoyo del programa de Química Analítica Ambiental del Instituto de Investigación de la Universidad del Valle de Guatemala, patrocinado por la Organización Internacional de Energía Atómica debido a que es de suma importancia desde el punto de vista toxicólogo. Para ésta, la Comisión Guatemalteca de Normas (COGUANOR), ha establecido límites máximos admisibles (LMA) y permisibles (LMP), los cuales desde sus inicios en 1,985 no han sido reestudiados; esto sumado al hecho de no contarse en el país con un método oficial para el análisis de residuos de plaguicidas en agua hacen que sea necesario desarrollar un método para sus análisis, el cual debe ser validado para poder considerarse como un método oficial.

Los plaguicidas en general, han llegado al agua por diferentes maneras: adsorción/desorción de los suelos, lavado, exudación de las plantas, y otros; y han permanecido en ésta por años. Por esa razón, también es importante que exista un método oficial para determinar sus niveles en diferentes muestras de agua, ya que esta, por ser un bien de consumo humano y ampliamente utilizado

por la población de diferentes formas (riego, lavado, industrias, consumo animal y humano y otras) puede seguir siendo una fuente de intoxicación gradual.

Otros puntos importantes son que después de casi diez años de fijados los límites máximos admisibles, aún no se encuentran regulados o prohibidos todos los plaguicidas organoclorados, como es el caso: Metoxicloro y Endosulfán, comercializado en Guatemala como Thiodán®, de los cuales su toxicidad no ha sido totalmente estudiada. La sintomatología toxicológica de los plaguicidas organoclorados es diversa, pero se caracteriza por una inducción en la actividad enzimática microsomal en el hígado, además de la carcinogenicidad. Por tanto, con el desarrollo de un método de análisis sería posible determinar en un futuro si en muestras de agua se encuentran presentes estos plaguicidas y en qué niveles, para así incluirlos también en el listado de venta prohibida.

Resumiendo todos los factores antes mencionados, se desarrolló un método de análisis cualitativo y cuantitativo que permite la detección e identificación en agua diecisiete plaguicidas organoclorados (los cuales se detallarán más adelante).

## II. MARCO CONCEPTUAL

### A. Antecedentes del Problema:

Los plaguicidas organoclorados surgieron en año de 1939 con el descubrimiento de las propiedades curativas del dicloro-difeniltricloroetano (DDT) por Müller. Fue utilizado para combatir epidemias tales como el tifus (1943) y malaria (1945). Así fueron surgiendo otros plaguicidas empleados con los mismos fines. Asimismo, se utilizaron ampliamente en cultivos agrícolas como patatas, maíz dulce, frutas, algodón, vegetales, como venenos caseros para jardines, y otros usos. Pero el desarrollo de la resistencia genética en insectos vectores y plagas agrícolas causó el desuso de éstos. Resulta controversial que las mismas propiedades que hicieron a los plaguicidas organoclorados tan exitosos para el control de insectos (estabilidad y resistencia ambiental, insolubilidad en el agua, solubilidad en lípidos y bajo costo), fueran los factores que los han hecho tan discutidos y causantes de daños ambientales, ya que aún después de su prohibición y el tiempo transcurrido después de su uso, en la actualidad persisten residuos de estas sustancias en agua, suelos, alimentos y otras matrices ambientales.

(10)

Así como en otras partes del mundo, en Guatemala también se empezó a utilizar el DDT en diferentes cultivos, entre os cuales destaca el algodón. Debido al desarrollo de la resistencia por parte de los insectos a los plaguicidas fue

necesaria la aplicación cada vez mayor de estos, trayendo consigo niveles elevados de residuos en carnes, leches, y otros productos. En un programa de investigación iniciado por una Universidad de Missouri y con colaboración del Instituto de Nutrición de Centro América y Panamá (INCAP), Organización Panamericana de la Salud (OPS), el Programa de Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación (FAO), en el mes de junio de 1970 en Centro América, se detectaron residuos de 46 plaguicidas organoclorados en leche materna en tres comunidades rurales de Guatemala, encontrando niveles de concentración de 0.342 y 12.2 ppm de DDT en leche materna, 0-0.10 ppm de BHC, 0.001-0.021 ppm de Epóxido de Heptacloro, así como pequeñas cantidades de Endrín y Dieldrín. (1) En el año 1974 se reportaron niveles de 1.20 hasta 9 ppm de DDT en leche materna en la Costa Sur, mientras que en Morales Izabal, fue de 6.6 ppm de DDT. (14) Estos datos cobran más importancia al conocer los resultados de los estudios realizados en leche humana por (FAO)/ Organización Mundial de la Salud (OMS) en donde se revela que un niño lactante consume diariamente entre 0.03-1.035 mg de DDT/Kg. de peso corporal, y el valor de la Ingesta Diaria Admisible (IDA) para este es 0.005 mg/Kg. (el máximo ingerido al día por niño de 10 Kg. De peso corporal debía ser 0.05mg). (1)

En 1978 la contaminación en carne bovina con DDT en el Municipio de Nueva Concepción, del departamento de Escuintla, fue alta. El 23% de las muestras de grasa analizadas rebasaban la tolerancia máxima de 7 ppm. (6)

En un estudio preliminar sobre la presencia de plaguicidas organoclorados en agua cruda y tratada que abastece la ciudad de Guatemala se encontró que cuatro de los doce plaguicidas analizados se encuentran presentes en mayor concentración: DDT, Lindano, Endrín y Metoxicloro. (9)

IBM Credit trató de mejorar este proceso al hacer algunas variaciones. Hasta que dos ejecutivos descubrieron que para realizar el trabajo efectivo se necesitaban sólo noventa minutos y el resto del tiempo se consumía en pasar el expediente de un departamento a otro. El problema no estaba en las tareas ni en las personas que las realizaban sino en la estructura del proceso en sí. En otras palabras, era el proceso lo que había que cambiar, no los pasos individuales (2).

#### **A. Justificación:**

A pesar de que Guatemala es un país eminentemente agrícola, y que la utilización de plaguicidas es elevada, solamente para agua COGUANOR ha establecido límites máximos permisibles de insecticidas organoclorados, herbicidas fenoxiácidos e insecticidas organofosforados y carbamatos en agua potable.

A pesar de que se han fijado los límites máximos permisibles para los plaguicidas antes indicados en la norma para la calidad del agua potable

COGUANOR 29001 (Ver Apéndice A) no existe hasta el momento un monitoreo sistemático del agua que garantice su cumplimiento. En vista de que el agua es un bien de contaminantes orgánicos tóxicos Como los plaguicidas, es importante que se determine su presencia en la misma para salvaguardar la salud de la población guatemalteca.

En la norma COGUANOR 29001 no se especifica un método oficial derivado de una evaluación sistemática intra e interlaboratorios en Guatemala. El método señalado por COGUANOR desde que la norma se publico en el año de 1985 es el que se indica en Standard Methods por APHA-AWWA-WPCF.

Para llevar a cabo el monitoreo de las trazas de los plaguicidas organoclorados en agua, es importante contar con un método debidamente validado que sirva como método analítico de referencia a todos los laboratorios que trabajan en la determinación de trazas de plaguicidas en agua en Guatemala. Es importante que se proceda al desarrollo de un método practicable en Guatemala y que incorporen en su desarrollo todos los criterios de buenas prácticas de laboratorio y consiguiente validación intra e interlaboratorio.

En la norma COGUANOR 29001 no sólo se carece de un método oficial para Guatemala, sino que es necesario que se actualicen los límites en ésta estipulados, ya que esta norma se elaboró como una traducción incompleta de la norma norteamericana de 1964 (2). En treinta y dos años,

tanto las cantidades, como los plaguicidas empleados, han sufrido múltiples modificaciones, que no corresponden a las actuales, para lo cual se deberá efectuar una revisión con base no solo en las normas norteamericanas, sino las europeas y panamericanas.

En Guatemala existen varios acuerdos legislativos que prohíben la comercialización de ciertos plaguicidas organoclorados. En el año de 1975 se redujeron en un 40% las compras realizadas en 1974 y el acuerdo gubernativo 27-26 con fecha 09/08/1976, indica que anualmente se harían reducciones legales y reglamentarias. Mas adelante, el acuerdo 0003 del Organismo Legislativo con fecha 12/01/1988 prohibió en Guatemala la comercialización y uso de plaguicidas organoclorados como Endrín, Dieldrín, Aldrín, Heptacloro, Lindano y Toxafeno. (13)

A pesar de los diferentes acuerdos, reglamentos y leyes que prohíben el uso de plaguicidas organoclorados, durante un control realizado en 1993 por Sanidad Vegetal en la República de Guatemala de los agroservicios registrados y no registrados, fueron encontrados y decomisados diferentes cantidades de plaguicidas organoclorados de uso prohibido, entre ellos: Aldrín, Lindano y DDT (datos recabados verbalmente en Sanidad Vegetal).

Por todo ello se hace necesaria la determinación de los niveles de plaguicidas organoclorados en diferentes matrices, entre las cuales se encuentra el agua.

## **B. Planteamiento del Problema:**

Guatemala es un país eminentemente agrícola. Los plaguicidas son transportados en el medio ambiente de diferentes formas, entre las cuales se encuentra el agua. El agua es un bien de consumo humano fundamental. El agua potable es el único bien de consumo en Guatemala para el cual se han establecido valores máximos permisibles de plaguicidas, los cuales no han sido actualizados. A pesar de contar con estas regulaciones, no hay precedentes de un monitoreo continuo de residuos de plaguicidas en agua. Guatemala no cuenta con un método validado para el análisis de residuos de plaguicidas, por lo cual es necesario desarrollar y validar uno, que se adecue a las condiciones y requerimientos locales.

## **C. Alcances y límites:**

### **1. Alcance**

En este proyecto de investigación se desarrolla y valida el método para la cuantificación e identificación cualitativa de residuos de los siguientes plaguicidas organoclorados:

- 1.1 Alfa-Clordano
- 1.2 Epóxido de Heptacloro
- 1.3 Gamma-Clordano
- 1.4 Metoxicloro
- 1.5 Dieldrín
- 1.6 o,p'-DDD

- 1.7 Aldrín
- 1.8 o,p'- DDE
- 1.9 Endrín
- 1.10 o,p'- DDT
- 1.11 Sulfato de Endosulfán
- 1.12 p,p'- DDD
- 1.13 Endosulfán II
- 1.14 p,p'- DDE
- 1.15 Lindano
- 1.16 p,p'- DDT
- 1.17 Heptacloro

Por medio de la cromatografía de gases, utilizando el ECD como detector y columnas megaboro de polaridad intermedia (SPB-5). El método es aplicable a muestras de agua de laboratorio.

## **2. Límites**

No abarca aguas saladas ni servidas de origen doméstico o industrial.

### **2.1 Límite de Detección Obtenido:**

0.001 µg/mL (ppm)

**2.2 Límite de Cuantificación Obtenido:**

0.1  $\mu\text{g/mL}$  (ppm)

**2.3 Rango de Cuantificación Validado:**

0.1 a 1.0  $\mu\text{g/mL}$  (ppm)

Para concentraciones mayores a 1.0  $\mu\text{g/mL}$  (ppm) sería necesario modificar la calibración, o realizar las diluciones apropiadas para llegar a los límites plantados.

### III. MARCO TEÓRICO

Los plaguicidas organoclorados son sustancias químicas altamente tóxicas. Su forma de acción no ha sido dilucidada por completo, pero se sabe que son venenos no selectivos contra animales, pues son mortales no sólo para insectos, sino también peces, aves, invertebrados y mamíferos incluidos el hombre (7). Algunos daños encontrados tanto en animales de experimentación como en el ser humano, radican en que los plaguicidas organoclorados, debido a la bioconcentración en los organismos, son capaces de causar una inducción de la actividad enzimática microsomal en el hígado, carcinogenicidad (2), daños en el Sistema nervioso, y otros (4) (Ver tabla de Efectos Salud: Organoclorados en Apéndice B)

Los hidrocarburos clorados se degradan lentamente en la naturaleza, muchos tienen una vida media de descomposición de 10 a 15 años. El DDT es tan persistente que un insecto puede morir por el contacto con una superficie porosa tratada 18 meses antes con este producto. (16)

Son solubles en grasas, se concentran en el tejido adiposo, incluso en la leche humana. Si pequeñas cantidades de estas sustancias penetran en el cuerpo pueden ser arrastradas eficazmente por la sangre. Así pues, las concentraciones de plaguicidas se acumulan en los organismos animales. (2)

Los métodos de análisis para estos compuestos deben ser validados antes de su uso. Para obtener resultados exactos, deben considerarse las variables del método, incluyendo procedimiento de muestreo, preparación de la muestra, separación cromatográfica, detección y evaluación de los datos. (7)

“Validar un método analítico es el proceso mediante el cual se establece por medio de estudios de laboratorio, que el mismo satisface los requerimientos de la aplicación analítica deseada”. La validación es requerida para todos los métodos ya sean nuevos o modificados, para asegurar que estos son capaces de generar resultados reproducibles y confiables, cuando son usados por diferentes analistas con equipos similares en el mismo o diferente laboratorio. (13)

Los parámetros analíticos que se utilizan en un ensayo de validación deberán incluir: precisión, exactitud, linealidad, rango, robustez, límite de detección, límite de cuantificación, selectividad y especificidad. (13)

La precisión es la medida de repetibilidad de todo el método. La exactitud es la medida de la fidelidad de los resultados obtenidos comparados con valores reales, e indica la desviación entre el valor promedio y el valor real. La linealidad es la habilidad del método para obtener resultados, ya sea en forma directa o después de una transformación matemática que sea proporcional a la concentración del analito dentro de un rango determinado. El

rango es el intervalo entre el límite inferior y superior en el que el analito ha sido determinado con una precisión, exactitud y linealidad. La robustez del método es el grado de reproducibilidad de los resultados obtenidos por el análisis de la misma muestra bajo una variedad de condiciones. El límite de detección es la mínima concentración que puede ser detectada en la muestra, bajo un estado de condiciones experimentales. El límite de cuantificación es la concentración mínima del analito que pueda ser determinada con una precisión y exactitud aceptable. La selectividad es la capacidad para medir exacta y específicamente el analito en la presencia de otros componentes en la muestra. La especificidad asegura que la señal de la medición proviene de la sustancia de interés y no de una interferencia o impureza. (7)

## IV. MARCO METODOLÓGICO

### A. Objetivos:

#### Objetivos generales:

- Desarrollar un método analítico para la determinación cuantitativa y cualitativa de residuos de plaguicidas organoclorados en aguas naturales.
- Optimizar la recuperación cuantitativa de los diecisiete plaguicidas organoclorados en el proceso de la muestra empleando la partición líquido-líquido.
- Optimizar el sistema y condiciones cromatográficas para el procesos de cuantificación de los diecisiete plaguicidas organoclorados por medio de la cromatografía gas-líquido de alta resolución.
- Desarrollar un sistema combinado de microsíntesis y tiempos de retención relativos como método de identificación positiva de los plaguicidas organoclorados.
- Validar el método analítico basado en la estructura descrita en los objetivos anteriores, con base en la aplicación de buenas prácticas de laboratorio.

- Presentar el método analítico desarrollado y validado ante la Comisión Guatemalteca de Normas (COGUANOR) para iniciar los trámites y procedimientos de discusión y eventuales ensayos interlaboratorio para su incorporación como método oficial para la norma 29001.

**Objetivos específicos:**

- Optimizar la extracción cuantitativa de los diecisiete plaguicidas organoclorados de la matriz agua por partición líquido-líquido mediante diferentes sistemas de solventes.
- Evaluar el efecto que tiene el tiempo de contacto del plaguicida incorporado en el laboratorio a la matriz agua en cuanto a su ulterior recuperación cuantitativa.
- Establecer condiciones estándar de agua, fortificación y extracción para la determinación cuantitativa de los plaguicidas organoclorados.
- Cuantificar los porcentajes de recuperación de los plaguicidas organoclorados a tres niveles distintos de fortificación: 1, 0.1 y 0.01  $\mu\text{g}/\text{mL}^*$ , empleando para esto las condiciones estándar arriba mencionadas.

- Optimizar las condiciones de reacción para la microsíntesis de deshidrohalogenación alcalina de los plaguicidas organoclorados así como para el tratamiento con ácido sulfúrico.
- Optimizar las condiciones de reacción para la microsíntesis de deshidrohalogenación alcalina de los plaguicidas organoclorados así como para el tratamiento con ácido sulfúrico.
- Determinar el comportamiento de cada uno de los diecisiete plaguicidas frente al tratamiento de deshidrohalogenación alcalina y frente al tratamiento con ácido sulfúrico concentrado.
- Evaluar y comparar, para optimizar los porcentajes de recuperación obtenidos con las diferentes condiciones de polaridad del solvente de extracción, y de los tiempos de incorporación y reposo de las muestras.
- Determinar la linealidad de respuesta del detecto para cada plaguicida a distintas concentraciones entre un rango de 0.01 y 1.0  $\mu\text{g/L}$  (ppm).
- Determinar el número de interferentes presentes en el proceso de extracción por medio del nivel 0 (Blanco).

- Desarrollar un método que pueda ser empleado y/o modificado por otros laboratorios de interés ambiental para la determinación de residuos de plaguicidas organoclorados en la matriz agua.
- Crear con los datos obtenidos que puedan servir en un futuro como referencia para subsecuentes análisis.
- Demostrar que mediante el proceso de reingeniería planteado, pueden mejorarse radicalmente los procesos implicados dentro de la producción farmacéutica, para aumentar el rendimiento, disminuir los costos y de esta forma mejorar la competitividad.

**A. Hipótesis:**

Con los recursos disponibles en la Universidad del Valle de Guatemala es posible desarrollar y validar un método de análisis cuantitativo y cualitativo de residuos de plaguicidas organoclorados en agua por cromatografía gas-líquido de alta resolución, fundamentando el procedimiento en la aplicación de los criterios de las buenas prácticas de laboratorio.

**B. Variables:**

**1. Independientes:**

- Concentración de los diferentes plaguicidas

- Polaridad de los solventes de extracción
- Tiempos de incorporación y de reposo
- Técnica de inyección

## **2. Dependientes:**

- Porcentajes de recuperación.
- Reproducibilidad de inyección
- Linealidad del detector

## **C. Población:**

El Universo de trabajo está integrado por Diecisiete plaguicidas organoclorados: Lindano, Heptacloro, Aldrín, Epóxido Heptacloro, Gamma-Clordano, o,p'- DDE, Alfa Clordano, Dieldrín, o,p'- DDE, o,p'- DDD, Endrín, Endosulfán II, p,p'- DDD, o,p'- DDT, Sulfato de Endosulfán, p,p'-DDT y Metoxicloro.

## **D. Muestra:**

En este proyecto de investigación las únicas muestras analizadas fueron las preparadas dentro del laboratorio. El número de muestras trabajadas fue de 72 divididas de la siguiente forma:

- 24 muestras con condiciones cromatográficas iniciales (4 niveles con 6 replicas de cada nivel)

- 24 muestras con condiciones cromatográficas finales (4 niveles con 6 réplicas de cada nivel).
- 24 muestras con condiciones cromatográficas iniciales, para la optimización del solvente y para normar el tiempo de contacto.

### **E. Procedimiento:**

Para la elaboración del presente trabajo se utilizó el siguiente procedimiento:

#### **Preparación de soluciones madre de trabajo:**

Pesar 10 mg de cada plaguicida patrón en una balanza analítica en un balón volumétrico de 10 mL, previamente tarado, disolver y llevarlos a volumen con isooctano a una temperatura de 20° C, tomar el peso final de la solución, para así llevar un control del peso del solvente perdido por evaporación.

#### **Preparación de diluciones de las soluciones madre de calibración:**

Preparar la solución de 1.0  $\mu\text{g/mL}$  en un balón de 100 mL a partir de las soluciones madre patrón, adicionando 100  $\mu\text{L}$  de cada una, llevar a volumen con isooctano. A partir de esta solución preparar las soluciones de mezcla de 0.1 y 0.01  $\mu\text{g/L}$ . Preparar la primera haciendo una dilución 1:10 mL de la

solución 1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ . En la segunda, hacer una dilución 1:10 mL de la de 0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ . Llevar todas a volumen con isooctano.

#### **Preparación de diluciones de las soluciones madre de fortificación:**

Preparar la solución de 1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  en un balón de 100 mL a partir de las soluciones madre patrón, adicionando 100  $\mu\text{L}$  de cada una, llevar a volumen con acetona. A partir de esta solución preparar las soluciones de mezcla de 0.1 y 0.01  $\mu\text{g}/\text{mL}$ . Preparar la primera haciendo una dilución 1:10 mL de la solución de 1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ . En la segunda, hacer una dilución 1:10 mL de la de 0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ . Llevar todas a volumen con acetona.

#### **Preparación del sistema cromatográfico:**

Colocar filtros para remover humedad y oxígeno antes de la columna en el cromatógrafo de gases para eliminar las trazas de agua y oxígeno presentes en el nitrógeno acarreador, y así garantizar el funcionamiento óptimo tanto del detector de captura de electrones (ECD), como de la columna utilizada. Acondicionar las columnas nuevas siguiendo el procedimiento normal para fases a base de siliconas:

- Purgar la columna a 30°C por 1 hora.
- Programar una rampa de temperatura de 2°C/min hasta llegar a una temperatura final de 20°C por encima de la temperatura de trabajo y mantenerla por espacio de 24 horas.

- Repetir este procedimiento varias veces hasta que la columna esté totalmente acondicionada y tenga una línea base estable y recta.
- Llevar el volumen de gas auxiliar apropiado al detector para reconstruir la concentración en fase gaseosa de la muestra. El ECD opera con valores de 30 a 60 mL/min de gas auxiliar.

Para la separación cromatográfica se utilizaron las siguientes condiciones cromatográficas:

**Iniciales:**

- Columna: SPB-5, 30m x 0.53 mm ID x 0.5  $\mu$ m
- Flujo Nitrógeno a Temp. Ambiente: 8.4 mL/min
- Temperatura Inyector: 250°C
- Temperatura Detector: 350°C
- Detector: ECD
- Columna: 130°C x 15 min, 3°C/min a 210°C,  
210°C x 5 min, 10°C/min a 230°C,  
230°C x 3 min

**Finales:**

- Columna: SPB-5, 60m x 0.53 mm ID x 0.5  $\mu$ m
- Flujo Nitrógeno a Temp. Ambiente: 8.4 mL/min
- Detector: ECD
- Temperatura Inyector: 175°C
- Temperatura Detector: 280°C

- Columna: 150°C x 15 min, 8.5°C/min a 210°C,  
210°C x 3.5 min, 11°C/min a 260°C,  
260°C x 30 min

**Determinación del orden relativo de elución:**

Realizar inyecciones de cada plaguicida individualmente a una concentración de 1.0 µg/mL, para determinar el orden de elución de cada plaguicida. Una vez optimizado el sistema cromatográfico, en cuanto a programa de temperaturas y flujo de gas acarreador, obtener los tiempos de retención absolutos para cada plaguicida.

**Preparación de agua estándar:**

Obtener extrayendo agua desionizada comercial con el mismo volumen de solvente (es) empleados en la extracción de las muestras. La incorporación del solvente (es) es por medio de agitación magnética vigorosa constante por un lapso de 1 hora.

**Preparación de algodón pre-extraído:**

Sumergir aproximadamente 30 g de algodón grado quirúrgico dentro de un beaker conteniendo 600 mL del solvente empleado en la preparación de las muestras por un lapso de 1 hora, tiempo después del cual se saca. Dejar escurrir y secar, luego empacarlo en papel de aluminio. Este es utilizado en el proceso de filtración de las muestras.

**Preparación de muestras de fortificación:**

- Medir 1 L de agua estándar en una probeta de vidrio graduada de 1 L y trasvasarla a un envase de vidrio color ámbar. Adicionar 1 mL de solución de fortificación del nivel indicado, agitar magnéticamente para su incorporación. Dejar reposar, agregar 50 g de cloruro de sodio y agitar magnéticamente hasta que se disuelva, agregar luego 50 mL del solvente de extracción, y continuar agitando magnéticamente a velocidad constante, según sea el tiempo de incorporación.
- Terminado el tiempo de incorporación, proceder a la extracción. Trasvasar a una ampolla de decantación de vidrio de 1 L, lavar el recipiente original con 10 mL del solvente de extracción y dejar reposar hasta la separación de las fases; descartar la fase acuosa y trasvasar la orgánica a una pera de 100 mL, hacerla pasar por un embudo de vidrio con aproximadamente 20 g de sulfato de sodio anhidro y algodón pre-extraído. Lavar la ampolla con 20 mL del solvente y adicionarlos a la pera.
- Adicionar 0.5 mL de isooctano a la fase orgánica filtrada y concentrar en un rotavapor provisto de vacío; evaporar a un volumen de 0.5 a 1 mL, a una temperatura de 40°C en un baño de agua, adicionar 50 mL de éter de petróleo y concentrar nuevamente a un volumen de 0.5 a 1 mL; adicionar 50 mL de éter de petróleo y 0.3 mL de isooctano y concentrar a un volumen de 0.5 a 1 mL.

- Trasvasar cuantitativamente el extracto a un balón de 1 mL, lavar con isooctano, aforar a 1 mL con el mismo y guardar en un vial cerrado y a una temperatura de aproximadamente - 15°C. El procedimiento antes mencionado se realizó con los siguientes solventes de extracción y con los siguientes tiempos de contacto:

**Tabla No.1**  
**Tiempos de Contacto**

<b>Solvente de extracción (Eter de petróleo: Diclorometano)</b>	<b>Tiempo de Incorporación (horas)</b>	<b>Tiempo de Reposo (horas)</b>	<b>Tiempo de Extracción (horas)</b>
85:15	1	0	1
85:15	1	1	1
85:15	6	18	1
85:15	12	36	1
50:50	1	1	1
50:50	6	18	1
50:50	12	36	1
0:100	1	1	1
0:100	6	18	1
0:100	12	36	1

### **Reacciones de Confirmación:**

- **Reacciones de Deshidrohalogenación alcalina:**

Preparar soluciones individuales de cada plaguicida y adicionar en un vial cónico de 5 mL, 1 mL de ésta y 1 mL de hidróxido de potasio al 2% en metanol. Colocar en un microkit de orgánica y calentar en baño de agua a 90°C por 10 minutos. Esperar a que enfríe y lavar tres veces la fase orgánica con 3 mL de agua desionizada. Restituir el volumen perdido de la capa orgánica con isooctano y secar esta con sulfato de sodio anhidro.

Inyectar al cromatógrafo bajo las mismas condiciones que cualquier muestra de organoclorados.

- **Tratamiento con ácido sulfúrico concentrado:**

Soluciones individuales de cada plaguicida y adicionar en un vial cónico de 5 mL 1 mL de ésta 1 mL de muestra y 1 mL de ácido sulfúrico concentrado. Colocar en un microkit de orgánica y calentar en baño de agua 90°C por 10 minutos. Esperar a que enfríe y lavar tres veces la fase orgánica con 3 mL de agua desionizada. Restituir el volumen perdido de la capa orgánica con isooctano y secar ésta con sulfato de sodio anhidro. Inyectar al cromatógrafo bajo las mismas condiciones que cualquier muestra de organoclorados.

**Validación del método para preparación de la muestra:**

Se determinaron los porcentajes de recuperación de los 17 plaguicidas a partir de muestras de agua estándar previamente fortificadas con 1 mL de cada uno de los niveles de concentración establecidos. Este procedimiento se realizó con seis repeticiones para cada nivel de concentración, incluyendo al nivel 0, es decir, el blanco del proceso.

Cada muestra así preparada se inyectó para su análisis en el sistema cromatográfico; a partir de los datos de porcentajes de recuperación de las muestras, repetibilidad de tiempos de retención y concentración en las

soluciones de calibración se calcularon medias, desviación estándar y coeficientes de variación.

## **F. Diseño de Investigación:**

### **Diseño experimental**

Para evaluar la repetibilidad de inyección se utilizaron las soluciones de calibración de cada nivel (1.0, 0.10 y 0.01  $\mu\text{g/mL}$ ), la evaluación se realizó en sextuplicado, se analizó los tiempos de retención (min.) y la concentración ( $\mu\text{g/mL}$ ) de cada plaguicida obtenido en cada uno de las seis inyecciones de cada nivel.

El juego de polaridades del solvente de extracción utilizado para las muestras analizadas fue de dos solventes orgánicos: Éter de Petróleo y Diclorometano, y las combinaciones realizadas expresadas en v/v de Éter de Petróleo: Diclorometano fueron las siguientes: 85:15, 50:50 y 0:100.

Los tiempos de incorporación, reposo y extracción en las muestras fueron de: 1) 1H:0H:1H, 2) 1H:1H:1H, 3) 6H:18H:1H, 4) 12H:36H:1H, expresados de la siguiente forma: Tiempo de Incorporación: Tiempo de Reposo: Tiempo de Extracción.

El tiempo d incorporación, reposo y extracción se estandarización en una (1) hora para cada paso.

Se determinaron los porcentajes de recuperación y repetibilidad para los dos tipos de columnas, con sus respectivas condiciones de temperatura en el cromatógrafo. Se prepararon 6 muestras de fortificación para cada uno de los tres niveles, además del nivel 0 (Blanco).

La linealidad del detector se evaluó para cada plaguicida con la solución de calibración con la mezcla de los 17 plaguicidas organoclorados a las concentraciones de: 1.0, 0.75, 0.50, 0.25, 0.10, 0.075, 0.050, 0.025 y 0.01  $\mu\text{g/mL}$ .

Se realizaron dos tipos de pruebas de confirmación químicas: reacción con ácido sulfúrico y deshidrohalogenación alcalina.

#### **G. Análisis Estadístico:**

Se aplicó: media, desviación estándar y coeficientes de variación de repetibilidad de inyección por tiempos de retención y concentración de cada plaguicida, para los niveles 1.0, 0.10 y 0.010  $\mu\text{g/mL}$ .

Así como Porcentajes de recuperación de los niveles 0.010 a 1.0  $\mu\text{g/mL}$  (ppm), con su respectiva media, desviación estándar y coeficientes de variación.

## V. MARCO OPERATIVO

### A. Recabación y Tratamiento de datos:

Los datos de áreas de cada pico obtenidos fueron procesados por la estación de datos DS-604, y los integradores HP 339 A y HP 3390 A respectivamente.

### B. Recursos

- **Recursos Humanos:**

**Autora:** Hilda Mariela Cabrera de León

**Asesor:** Lic. Willy Knedel F. (Coordinador del Programa de Química Analítica Ambiental del Instituto de Investigaciones de la Universidad del Valle de Guatemala)

- **Recursos Materiales:**

Laboratorio de Investigación Universidad del Valle de Guatemala, con equipo, materiales y reactivos proporcionados por el proyecto conjunto entre la Universidad del Valle de Guatemala (UVG) – Organismo Internacional de Energía Atómica (OIEA) No. 8539/SD.

- **Equipo:**

- Cromatógrafo de gases

Marca: Perkin-Elmer®

Modelo: Sigma 2B

Equipado con Detector de Captura de Electrones

Adaptador para columnas megaboro ( Supelco® )

- Columna megaboro SPB5 ( 5% fenil, 95% metil silicona químicamente enlazada a la sílice fundida) de 30 y 60 m de longitud x 0.53 mm de diámetro X 1.5  $\mu$ m de grosor de film, con gas acarreador nitrógeno 99.99% de pureza. ( Fabricas )

- Procesador de datos

Marca: Varian ®

Modelo: DS-604

Equipado con Impresora Think-Jet Hewlett-Packard®

- Graficador

Marca: Perkin-Elmer®

Modelo: 024

- Integrador Electrónico

Marca: Hewlett-Packard®

Modelo: HP 3390 A

- Integrador Electrónico  
Marca: Hewlett-Packard®  
Modelo: HP 3396 A
- Balanza Analítica  
Marca: Mettler®  
Modelo: H51AR
- Evaporador Rotativo  
Marca: Brinkmann®  
Modelo: RE-121
- Recirculador de Agua con capacidad criogénica, con líquido refrigerante de vehículos.  
Marca: HAAKE  
Modelo: FK-2
- Baño de Ultrasonido  
Marca: Branson®  
Modelo: C6445-12
- Potenciómetro / pH electrodo de combinación  
Marca: Orion®  
Modelo: 701 A
- Bomba de vacío  
Marca: Sargent-Welch®  
Modelo: 1399

- Refrigerador/Congelador
- Marca: General Electric®
- Agitador Magnético
- Marca: Corning®
- Computadora para almacenamiento y procesamiento de datos recabados:  
  
Marca: Compaq®  
  
Modelo 6Y24- KGMZ-T025

- **Materiales:**

- Balones volumétricos de 10,100 mL con tapón de vidrio esmerilado
- Balones volumétricos de 1,5 y 10 mL con tapón de plástico.<sup>1</sup>
- Probetas d vidrio graduada de 10, 50, 100 y 1000 mL
- Beaker de vidrio de 10, 50, 100, 250, 600 y 1000 mL
- Peras de vidrio de 10 y 100 mL
- Ampollas de decantación de 1000 mL.
- Pipetas volumétricas de vidrio de 1 mLTD

---

<sup>1</sup> Por escasez de balones con tapón de vidrio, éstos fueron utilizados únicamente en procesos en los cuales la muestra solamente tenia un contacto breve con los tapones.

- Adaptadores de vidrio de 24/40 a 14/23, Micro-Kit de síntesis orgánica con uniones de rosca.
  - Embudo de vidrio de vástago mediano de 10 cm de diámetro.
  - Embudos para sólidos.
  - Desecadoras de vidrio
  - Anillos y soportes de metal.
  - Pipetas pasteur y bulbos para pipetas pasteur.
  - Viales de vidrio de 5 y 10 mL con tapón de rosca.
  - Frascos de vidrio de 1.6 L de color ámbar.
  - Espátulas y microespátulas de doble pesada.
  - Agitadores de vidrio.
  - Pissetas de 250 mL.
  - Triángulos de porcelana y pinzas.
  - Bulbo de tres válvulas para pipeta.
  - Jeringa cromatográfica de vidrio de 10  $\mu$ L, Hamilton®.
  - Jeringa cromatográfica de vidrio de 100  $\mu$ L, Hamilton®.
- **Reactivos:**
    - **Sustancias Patrón para Cromatografía**

Aldrín, Dieldrín, Endrín, Endosulfán II, Sulfato de Endosulfán, Epóxido de Heptacloro, Heptacloro, Lindano, Metoxicloro, Alfa Clordano, Gamma-Clordano, o,p'-DDD, p,p' – DDD, o,p' – DDE, p,p' – DDE, o,p' – DDT y p,p' – DDT.

- **Solventes para el Análisis de Trazas**

Acetona Grado Pesticida, Diclorometano grado Pesticida, Éter de Petróleo, Grado Pesticida e Isooctano grado Pesticida.

- **Sales para la preparación de muestras**

Sulfato de Sodio Anhidro grado Pesticida y Cloruro de Sodio grado Analítico.

- **Reactivos para Pruebas de confirmación**

Ácido Sulfúrico grado Analítico y Metanol grado Analítico, e Hidróxido de Potasio grado Analítico.

- **Desecante para almacenamiento de soluciones patrón en las desecadoras dentro del congelador**

Sílica Gel con indicador.

#### **A. Aspectos económicos**

- **Recursos Humanos:**

Se contó con el apoyo de mobiliario, cristalería e instrumentación por parte de la Universidad del Valle de Guatemala.

La Organización Internacional de Energía Atómica (OIEA), proporcionó soporte económico para la compra de cristalería, reactivos necesarios, así como necesidades varias.

El costo aproximado del Proyecto fue de:

- **Depreciación de Equipo e Instrumentación<sup>2</sup>**

Q. 22,500.00

- **Reactivos**

Q. 15,000.00

- **Cristalería**

Q. 20,000.00

- **Costo Total**

Q. 57,500.00

---

<sup>2</sup> Calculada como un 10% del valor total por año.

## VI. PROGRAMA

El programa de actividades se encontraba dividido en quince semanas, y el cual se desglosa en el cuadro siguiente:

Tiempo en semanas	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Revisión bibliográfica	X	X	X	X											
Elaboración de protocolo					X	X									
Preparación de soluciones y acondicionamiento del equipo a utilizar					X	X	X	X	X	X					
Preparación y análisis de muestras									X	X	X	X			
Tratamiento e interpretación de resultados									X	X	X	X	X		
Elaboración de informe final											X	X	X	X	
Presentación de informe															X

## VII. RESULTADOS

En la implementación del sistema para el desarrollo y validación del método de análisis, se realizaron inyecciones de soluciones de calibración, de concentración conocida de los tres niveles a evaluar (1.0, 0.10, y 0.010 µg/mL), de los cuales el último se excluye por los datos mostrados a continuación.

**Tabla No. 2**  
Resumen de la Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos  
Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL  
Extracción Líquido - Líquido  
Solvente: Eter de Petróleo - Diclorometano (85:15)  
Volumen de Extracción: 50 mL  
Condiciones Cromatográficas Iniciales  
Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Nivel 1 ppm			Nivel 0.1 ppm			Nivel 0.01 ppm		
		X (minutos), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (minutos), n= 5	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (minutos), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)
1	Lindano	22.9	0.2	1.0	23.0	0.04	0.2	22.6	0.1	0.5
2	Heptacloro	28.8	0.2	0.7	28.9	0.04	0.1	28.6	0.1	0.3
3	Aldrín	31.2	0.2	0.6	31.4	0.04	0.1	31.1	0.1	0.3
4	Epóxido de Heptacloro	34.4	0.2	0.5	34.5	0.04	0.1	34.3	0.1	0.3
5	Gamma-Clordano	35.7	0.2	0.5	35.8	0.04	0.1	35.6	0.1	0.2
6	o,p'-DDE	36.4	0.2	0.5	36.6	0.04	0.1	36.3	0.1	0.2
7	Alfa-Clordano	36.7	0.2	0.5	36.9	0.04	0.1	36.6	0.1	0.2
8	Dieldrin	38.1	0.2	0.5	38.2	0.04	0.1	37.9	0.8	0.2
9	p,p'-DDE	38.5	0.2	0.5	38.6	0.04	0.1	38.5	0.4	1.1
10	o,p'-DDD	38.9	0.2	0.5	39.1	0.04	0.1	38.8	0.1	0.2
11	Endrín	39.3	0.2	0.5	39.5	0.04	0.1	39.2	0.1	0.2
12	Endosulfán II	39.9	0.0	0.5	40.1	0.04	0.1	39.8	0.1	0.2
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	41.4	0.0	0.1	41.4	0.00	0.0	40.9	0.1	0.2
14	Sulfato de Endosulfán	42.7	0.2	0.5	42.9	0.05	0.1	42.5	0.1	0.2
15	p,p'-DDT	43.4	0.2	0.5	43.6	0.06	0.1	43.3	0.1	0.2
16	Metoxicloro	48.3	0.2	0.4	48.3	0.05	0.1	48.0	0.1	0.2

En la Tabla 2 se muestran los tiempos de retención absolutos, trabajando con las condiciones cromatográficas iniciales (Ver Anexo E), mientras que en la Tabla 3 se pueden observar los tiempos de retención (expresados en minutos) de los tres niveles de concentración, pero trabajando con condiciones cromatográficas finales.

**Tabla No. 3**  
Resumen de la Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos  
Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL  
Extracción Líquido - Líquido  
Solvente: Diclorometano  
Volumen de Extracción: 100 mL  
Condiciones Cromatográficas Finales  
Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Nivel 1 ppm			Nivel 0.1 ppm			Nivel 0.01 ppm		
		X (minutos), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (minutos), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (minutos), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)
1	Lindano	22.85	0.02	0.09	22.88	0.02	0.10	22.87	0.06	0.26
2	Heptacloro	25.98	0.02	0.09	26.04	0.03	0.11	26.02	0.07	0.27
3	Aldrin	27.84	0.03	0.11	27.90	0.01	0.12	27.88	0.08	0.28
4	Epóxido de Heptacloro	30.17	0.04	0.12	30.24	0.04	0.12	30.21	0.08	0.28
5	Gamma-Clordano	31.09	0.04	0.13	31.19	0.04	0.14	31.15	0.09	0.30
6	o,p'-DDE	31.40	0.04	0.13	31.48	0.04	0.14	31.45	0.09	0.29
7	Alfa-Clordano	32.42	0.04	0.12	32.52	0.05	0.15	32.48	0.10	0.30
8	Dieldrin	33.14	0.02	0.15	33.25	0.05	0.14	33.20	0.10	0.30
9	p,p'-DDE	33.97	0.05	0.14	34.08	0.05	0.15	34.04	0.11	0.31
10	o,p'-DDD	34.37	0.04	0.13	34.47	0.05	0.15	34.42	0.10	0.30
11	Endrín	36.32	0.05	0.15	36.45	0.05	0.15	36.39	0.12	0.32
12	Endosulfán II	36.66	0.05	0.15	36.79	0.06	0.15	36.74	0.12	0.33
13	p,p'-DDD	36.97	0.05	0.15	37.10	0.06	0.16	37.04	0.12	0.32
14	o,p'-DDT	37.25	0.06	0.15	37.38	0.06	0.15	37.33	0.12	0.32
15	Sulfato de Endosulfán	40.56	0.07	0.16	40.17	0.06	0.16	40.65	0.14	0.33
16	p,p'-DDT	41.10	0.07	0.17	41.26	0.07	0.17	41.19	0.14	0.33
17	Metoxicloro	47.39	0.09	0.19	47.60	0.09	0.20	47.51	0.17	0.37

En la Tabla 4 se muestra un resumen de reproducibilidad de inyección,  
trabajando con condiciones cromatográficas iniciales.

**Tabla No. 4**  
Resumen de la Repetibilidad de Concentración  
Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL  
Extracción Líquido - Líquido  
Solvente: Eter de Petróleo - Diclorometano (85:15)  
Volumen de Extracción: 50 mL  
Condiciones Cromatográficas Iniciales  
Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Nivel 1 ppm			Nivel 0.1 ppm			Nivel 0.01 ppm		
		X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)
1	Lindano	1.03	0.13	12	0.100	0.004	4	0.010	0.001	8
2	Heptacloro	1.04	0.08	8	0.101	0.004	4	0.010	0.001	10
3	Aldrin	0.98	0.09	10	0.102	0.003	3	0.011	0.001	9
4	Epóxido de Heptacloro	0.99	0.11	11	0.099	0.005	5	0.011	0.001	7
5	Gamma-Clordano	0.97	0.08	8	0.099	0.004	4	0.010	0.001	8
6	o,p'-DDE	0.98	0.07	7	0.101	0.003	3	0.011	0.001	9
7	Alfa-Clordano	0.99	0.10	10	0.099	0.003	3	0.108	0.001	9
8	Dieldrin	1.01	0.09	9	0.092	0.009	10	0.010	0.001	7
9	p,p'-DDE	0.98	0.11	11	0.089	0.003	3	0.011	0.001	8
10	o,p'-DDD	0.96	0.08	8	0.081	0.006	7	0.008	0.001	8
11	Endrín	1.02	0.08	8	0.089	0.009	10	0.008	0.001	7
12	Endosulfán II	1.01	0.08	8	0.098	0.015	15	0.009	0.001	10
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	1.98	0.16	8	0.195	0.015	8	0.022	0.002	8
14	Sulfato de Endosulfán	0.99	0.05	5	0.101	0.017	17	0.010	0.001	9
15	p,p'-DDT	0.99	0.44	4	0.108	0.011	10	0.011	0.001	13
16	Metoxicloro	0.96	0.07	7	0.104	0.019	18	0.011	0.002	20

Las Tablas 5 y 6 se aprecia la reproducibilidad de inyección por integración electrónica y por cálculo manual de las alturas, respectivamente, con condiciones cromatográficas finales.

**Tabla No. 5**  
Resumen de la Repetibilidad de Concentración  
Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL  
Extracción Líquido - Líquido  
Solvente: Diclorometano  
Volumen de Extracción: 100 mL  
Condiciones Cromatográficas Finales  
Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Nivel 1 ppm			Nivel 0.1 ppm			Nivel 0.01 ppm		
		X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)
1	Lindano	1.50	0.07	5	0.103	0.009	9	0.009	0.001	9
2	Heptacloro	1.32	0.07	5	0.105	0.012	11	0.010	0.001	8
3	Aldrín	1.09	0.04	4	0.102	0.008	8	0.010	0.001	9
4	Epóxido de Heptacloro	1.19	0.05	4	0.101	0.009	9	0.009	0.001	9
5	Gamma-Clordano	1.07	0.04	3	0.101	0.008	8	0.010	0.002	17
6	o,p'-DDE	1.10	0.05	4	0.101	0.010	1	0.009	0.001	15
7	Alfa-Clordano	1.08	0.04	4	0.102	0.008	8	0.009	0.001	6
8	Dieldrin	1.10	0.03	3	0.102	0.007	7	0.009	0.001	6
9	p,p'-DDE	1.19	0.04	3	0.103	0.007	7	0.011	0.001	7
10	o,p'-DDD	1.17	0.04	3	0.103	0.008	8	0.010	0.001	8
11	Endrín	1.24	0.04	3	0.104	0.008	8	0.010	0.001	13
12	Endosulfán II	1.24	0.04	3	0.103	0.007	7	0.010	0.001	6
13	p,p'-DDD	1.15	0.03	3	0.102	0.007	7	0.010	0.001	6
14	o,p'-DDT	1.20	0.03	3	0.105	0.009	8	0.010	0.001	5
15	Sulfato de Endosulfán	1.22	0.04	3	0.111	0.007	7	0.010	0.003	27
16	p,p'-DDT	1.23	0.04	3	0.106	0.006	6	0.009	0.002	19
17	Metoxicloro	1.33	0.07	5	0.108	0.011	10	0.010	0.170	14

**Tabla No. 6**  
Resumen de la Repetibilidad de Concentración  
Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL  
Extracción Líquido - Líquido  
Solvente: Diclorometano  
Volumen de Extracción: 100 mL  
Condiciones Cromatográficas Finales  
Integración Manual

No.	Plaguicida	Nivel 1 ppm			Nivel 0.1 ppm			Nivel 0.01 ppm		
		X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)
1	Lindano	1.35	0.09	7	0.09	0.01	13	0.000	0.000	0
2	Heptacloro	1.29	0.01	10	0.07	0.01	11	0.008	0.001	10
3	Aldrín	1.11	0.05	4	0.10	0.01	8	0.009	0.001	6
4	Epóxido de Heptacloro	1.16	0.06	5	0.10	0.01	8	0.007	0.001	8
5	Gamma-Clordano	1.13	0.06	5	0.10	0.01	8	0.009	0.001	13
6	o,p'-DDE	1.12	0.06	5	0.10	0.01	9	0.009	0.001	11
7	Alfa-Clordano	1.10	0.04	4	0.10	0.01	8	0.009	0.001	6
8	Dieldrin	1.12	0.04	4	0.10	0.01	7	0.009	0.001	6
9	p,p'-DDE	1.08	0.05	5	0.10	0.01	7	0.009	0.001	6
10	o,p'-DDD	1.18	0.05	4	0.10	0.01	7	0.009	0.001	6
11	Endrín	1.23	0.11	9	0.10	0.00	12	0.009	0.001	13
12	Endosulfán II	1.30	0.09	7	0.10	0.01	10	0.009	0.001	12
13	p,p'-DDD	1.13	0.08	7	0.10	0.01	6	0.009	0.002	19
14	o,p'-DDT	1.28	0.14	11	0.11	0.01	7	0.008	0.001	14
15	Sulfato de Endosulfán	1.23	0.08	6	0.10	0.01	8	0.009	0.001	11
16	p,p'-DDT	1.20	0.12	10	0.10	0.01	9	0.009	0.001	6
17	Metoxicloro	1.41	0.13	9	0.10	0.01	12	0.013	0.020	17

En la Tabla 7 se muestran los porcentajes de recuperación, por medio de una extracción líquido-líquido, empleando como solvente de extracción, en este caso, éter de petróleo – diclorometano (85:15) y trabajando con condiciones cromatográficas iniciales.

**Tabla No. 7**  
Resumen de los Porcentajes de Recuperación  
Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL  
Extracción Líquido - Líquido  
Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15)  
Volumen de Extracción: 50 mL  
Condiciones Cromatográficas Iniciales  
Tiempo de Incorporación: 1 Hora  
Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Nivel 1 ppm			Nivel 0.1 ppm			Nivel 0.01 ppm		
		X (%), n= 4	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)
1	Lindano	98	6	6	89	10	11	152	55	36
2	Heptacloro	92	4	5	111	8	7	74	29	39
3	Aldrín	81	6	7	67	5	8	77	33	43
4	Epóxido de Heptacloro	93	6	6	84	9	11	93	20	22
5	Gamma-Clordano	96	6	6	79	8	10	83	25	30
6	o,p'-DDE	82	10	12	74	6	8	70	2	45
7	Alfa-Clordano	96	6	7	90	6	7	90	42	47
8	Dieldrin	86	5	5	77	6	8	97	5	6
9	p,p'-DDE	78	10	13	81	6	7	89	35	9
10	o,p'-DDD	89	4	5	79	6	7	79	30	38
11	Endrín	97	7	7	90	5	6	117	44	37
12	Endosulfán II	52	6	11	61	17	28	86	25	29
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	158	8	5	158	13	8	211	56	27
14	Sulfato de Endosulfán	91	4	5	76	11	14	87	50	57
15	p,p'-DDT	77	4	6	73	7	9	321	165	51
16	Metoxicloro	71	12	17	55	4	8	225	198	88

La Tablas 8 muestran un resumen de los porcentajes de recuperación obtenidos con los tres niveles analizados, empleando siempre como solvente de extracción, en este caso, éter de petróleo – diclorometano (85:15), estos

resultados fueron obtenidos de mediciones manuales, calculadas por altura de un graficador. En el nivel 0.01µg/mL no aparecen datos, debido a que en las seis muestras se tuvo la presencia de interferentes que no permitieron su análisis.

**Tabla No. 8**

Resumen de los Porcentajes de Recuperación  
Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL  
Extracción Líquido - Líquido

Solvente: Eter de Petróleo - Diclorometano (85:15)

Volumen de Extracción: 50 mL

Condiciones Cromatográficas Iniciales

Tiempo de Incorporación: 1 Hora, Tiempo de Reposo: 1Hora, Tiempo de Extracción: 1 Hora  
Integración Manual

No.	Plaguicida	Nivel 1 ppm			Nivel 0.1 ppm			Nivel 0.01 ppm			
		X (%), n= 4	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (%)	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	
1	Lindano	100	8	8	95	7	7	Presencia de interferentes en la muestra, lo cual impidió la cuantificación de este nivel de concentración, debida a una contaminación con el septum del vial en donde se encontraba almacenada esta.			
2	Heptacloro	92	7	8	86	6	7				
3	Aldrín	90	8	8	84	6	7				
4	Epóxido de Heptacloro	97	8	8	94	3	4				
5	Gamma-Clordano	97	9	10	90	2	2				
6	o,p'-DDE	97	7	8	93	5	5				
7	Alfa-Clordano	114	9	8	115	8	7				
8	Dieldrin	103	7	7	95	5	5				
9	p,p'-DDE	103	7	7	99	4	4				
10	o,p'-DDD	102	7	7	96	7	7				
11	Endrín	111	8	7	108	6	6				
12	Endosulfán II	104	9	9	101	28	28				
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	105	10	9	101	23	21				
14	Sulfato de Endosulfán	106	10	10	103	10	10				
15	p,p'-DDT	108	9	8	105	5	5				
16	Metoxicloro	101	8	8	120	35	29				

La Tabla 9 muestra el resumen de los resultados obtenidos de la integración electrónica de las muestras en los niveles 1.0, 0.10 y 0.010 µg/mL, trabajando con condiciones cromatográficas finales.

**Tabla No. 9**  
Resumen de los Porcentajes de Recuperación  
Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL  
Extracción Líquido - Líquido  
Solvente: Diclorometano  
Volumen de Extracción: 100 mL  
Condiciones Cromatográficas Finales  
Tiempo de Incorporación: 1 Hora, Tiempo de Reposo: 1 Hora, Tiempo de Extracción: 1 Hora  
Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Nivel 1 ppm			Nivel 0.1 ppm			Nivel 0.01 ppm		
		X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)
1	Lindano	107	14	14	103	18	18	102	12	11
2	Heptacloro	106	13	12	104	18	17	103	10	10
3	Aldrín	97	9	10	105	18	17	132	45	34
4	Epóxido de Heptacloro	118	18	15	107	17	15	105	8	8
5	Gamma-Clordano	106	8	8	104	15	14	95	10	11
6	o,p'-DDE	106	11	10	106	16	15	112	10	9
7	Alfa-Clordano	109	11	10	107	16	15	105	8	8
8	Dieldrin	111	11	10	106	16	15	108	8	7
9	p,p'-DDE	110	8	7	108	17	16	112	10	9
10	o,p'-DDD	110	10	9	108	17	16	97	8	8
11	Endrín	125	9	7	127	21	17	140	45	32
12	Endosulfán II	114	9	8	105	17	16	105	26	25
13	p,p'-DDD	121	10	8	115	19	17	163	23	14
14	o,p'-DDT	110	8	8	106	15	14	182	54	30
15	Sulfato de Endosulfán	111	9	8	103	15	15	102	20	20
16	p,p'-DDT	114	10	9	105	20	19	150	45	30
17	Metoxicloro	113	14	12	106	21	20	210	89	42

En la Tabla 10 se resumen los porcentajes de recuperación, trabajando con condiciones cromatográficas finales, pero con un cálculo manual de área de los picos obtenidos en el graficador.

**Tabla No. 10**  
Resumen de los Porcentajes de Recuperación  
Tres Niveles de Concentración: 1.0, 0.1 y 0.01 µg/mL  
Extracción Líquido - Líquido  
Solvente: Diclorometano  
Volumen de Extracción: 100 mL  
Condiciones Cromatográficas Finales  
Tiempo de Incorporación: 1 Hora, Tiempo de Reposo: 1 Hora, Tiempo de Extracción: 1 Hora  
Integración Manual

No.	Plaguicida	Nivel 1 ppm			Nivel 0.1 ppm			Nivel 0.01 ppm		
		X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)	X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coefficiente de Variación (%)
1	Lindano	109	11	10	98	21	22	100	11	11
2	Heptacloro	104	15	14	95	17	18	102	26	25
3	Aldrín	103	12	11	97	16	17	113	31	27
4	Epóxido de Heptacloro	115	16	14	101	16	16	102	16	16
5	Gamma-Clordano	113	10	9	101	12	12	93	10	11
6	o,p'-DDE	110	14	13	99	18	18	107	15	15
7	Alfa-Clordano	116	16	14	101	16	16	110	9	8
8	Dieldrin	114	16	14	101	16	16	110	11	10
9	p,p'-DDE	115	11	10	100	16	16	118	13	11
10	o,p'-DDD	113	12	11	102	17	16	103	16	16
11	Endrín	145	23	16	123	20	16	126	19	15
12	Endosulfán II	113	10	9	106	19	18	97	10	11
13	p,p'-DDD	149	23	15	109	13	12	150	22	15
14	o,p'-DDT	109	9	8	130	28	22	153	38	25
15	Sulfato de Endosulfán	116	12	10	105	17	16	120	17	14
16	p,p'-DDT	144	15	11	118	25	21	150	21	14
17	Metoxicloro	112	12	11	103	24	23	192	71	37

En la Tabla 11 se observan los resultados de la reacción de deshidrohalogenación alcalina, prueba de confirmación para los plaguicidas organoclorados del método desarrollado y validado.

**Tabla No. 11**  
Reacción de Deshidrohalogenación Alcalina  
Solución Individual de cada Plaguicida  
Prueba de Confirmación

No.	Plaguicida	Reacción	Picos Generados en la Reacción		
			Cantidad	Plaguicidas identificados	Tiempo de retención de los no identificados (min)
1	Lindano	+++	2	Ninguno	1.3 y 3.0
2	Heptacloro	+	1	Ninguno	23.6
3	Aldrín	+	1	Aldrín	
4	Epóxido de Heptacloro	+++	2	Epoxido de Heptacloro, Gamma Clordano	
5	Gamma-Clordano	++	6	Gamma Clordano	Entre 24 y 34
6	o,p'-DDE	-	0	Ninguno	
7	Alfa-Clordano	-	0	Ninguno	
8	Dieldrín	-	0	Ninguno	
9	p,p'-DDE	-	0	Ninguno	
10	o,p'-DDD	+++	2	Epoxido de Heptacloro, o, p'-DDD	
11	Endrín	+	2	Endrin, Dieldrín	
12	Endosulfán II	+++	1	Dieldrín	
13	p,p'-DDD	+++	3	p,p'-DDD/ o,p'-DDT, o,p'- DDE	
14	o,p'-DDT	+++	3	p,p'-DDD/ o,p'-DDT, o,p'- DDE	
15	Sulfato de Endosulfán	+	4	Alfa-BHC, Dieldrín, Sulfato de Endosulfán	25.5
16	p,p'-DDT	+++	1	o,p'-DDE	
17	Metoxicloro	+++	1	Sulfato de Endosulfán	

Cada + significa 33% de reacción.

- Indica No reacción

La Tabla 12 presenta los resultados de la reacción obtenida con ácido sulfúrico concentrado, otra prueba de confirmación empleada en los plaguicidas organoclorados del método desarrollado y validado.

**Tabla No. 12**  
Reacción con Acido Sulfúrico Concentrado  
Solución Individual de cada Plaguicida  
Prueba de Confirmación

No.	Plaguicida	Reacción	Picos Generados en la Reacción		
			Cantidad	Plaguicidas identificados	Tiempo de retención de los no identificados (min)
1	Lindano	-	0	Ninguno	
2	Heptacloro	-	0	Ninguno	
3	Aldrín	-	0	Ninguno	
4	Epóxido de Heptacloro	-	0	Ninguno	
5	Gamma-Clordano	-	0	Ninguno	
6	o,p'-DDE	-	0	Ninguno	
7	Alfa-Clordano	-	0	Ninguno	
8	Dieldrin	+++	3	Alfa-Clordano	44.8 y 45.6
9	p,p'-DDE	-	0	Ninguno	
10	o,p'-DDD	-	0	Ninguno	
11	Endrín	+++	3	p,p'-DDD, o,p'-DDT	44.5
12	Endosulfán II	+++	2	Endosulfán II	25.4
13	p,p'-DDD	-	0	Ninguno	
14	o,p'-DDT	-	0	Ninguno	
15	Sulfato de Endosulfán	+	4	Alfa-BHC, Dieldrin, Sulfato de Endosulfán	25.5
16	p,p'-DDT	-	0	Ninguno	
17	Metoxicloro	+	1	Metoxicloro	

Cada + significa 33% de reacción.

- Indica No reacción

En la Tabla 13 se presentan los datos obtenidos de la evaluación de la respuesta del detecto (Ver gráficas en Anexo F), expresado en forma de coeficiente de correlación lineal “ $r^2$ ” y “ $r$ ”, entre el nivel de concentración de 0.75 a 0.01 $\mu\text{g/mL}$ .

**Tabla No. 13**  
Coeficiente de Correlación Lineal  
Determinado al evaluar la Linealidad del Detector  
Integración Electrónica  
Condiciones Cromatográficas Finales

No.	Plaguicida	$r^2$	$r$
1	Lindano	0.9973	0.9986
2	Heptacloro	0.9983	0.9991
3	Aldrín	0.9986	0.9993
4	Epóxido de Heptacloro	0.9938	0.9969
5	Gamma-Clordano	0.9991	0.9995
6	o,p'-DDE	0.9992	0.9996
7	Alfa-Clordano	0.9986	0.9993
8	Dieldrin	0.9984	0.9992
9	p,p'-DDE	0.9989	0.9994
10	o,p'-DDD	0.9994	0.9997
11	Endrín	0.9740	0.9869
12	Endosulfán II	0.9993	0.9996
13	p,p'-DDD	0.9987	0.9993
14	o,p'-DDT	0.9987	0.9993
15	Sulfato de Endosulfán	0.9992	0.9996
16	p,p'-DDT	0.9980	0.9990
17	Metoxicloro	0.9989	0.9994

## VIII. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

El propósito fundamental de este trabajo de investigación fue el desarrollar y validar un método de análisis, por lo cual fue muy importante el tomar en cuenta varios factores, entre los que se encuentran las buenas prácticas de laboratorio (BPL'S, por sus siglas en español). El trabajar con BPL'S ayudó a tener una visión más clara de los posibles errores que pueden cometerse y enmendarlos de raíz, a continuación se detallaran algunos de estos factores que fueron de vital importancia durante el montaje del mismo.

El trabajo inicialmente tenía el propósito ambicioso de poder montar y validar un método para el análisis de plaguicidas organoclorados que comprendiera cuatro niveles de concentración, siendo estos 1.0, 0.1, 0,01 y 0.001 $\mu\text{g}/\text{mL}$ , pero durante el transcurso del desarrollo se pudo observar que este propósito no era posible realizarlo en su totalidad, si no que solamente en los dos niveles superiores, es decir 1.0 y 0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ . Las razones para que esto se obtuviera se detallan a continuación.

Solvente de extracción: Los plaguicidas organoclorados son solubles y fácilmente extraídos en solventes como hexano, diclorometano y éter de petróleo, y en vista de esta característica química, se escogió a los dos últimos. Se trabajó inicialmente con una proporción 85:15 (diclorometano: éter de petróleo),

obteniéndose buenos porcentajes de recuperación en los niveles 1.0, 0.1 y 0.01  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , tal como los muestran las tablas 31, 35 y 39.

Una limitante encontrada en los porcentajes de recuperación con esta mezcla y proporción utilizada de solventes de extracción, era que en el nivel 0.01  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , el número de interferentes se apreciaban más, debido en parte a la atenuación, nivel señal/ruido y área de rechazo empleadas en los integradores, como se apreciaban en los Cromatogramas del 7 al 9.

A raíz de lo anterior, se decidió realizar análisis con diferentes proporciones de estos solventes (éter de petróleo: diclorometano), que harían variar por consiguiente la polaridad, y por ende, la solubilidad en ella de los plaguicidas; las proporciones a ensayar fueron, 85:15, 50:50 y 0:100, obteniéndose que con una fase más polar, no era afectada la solubilidad de los plaguicidas más apolares, por el contrajo a pesar del aumento en la polaridad de la fase, los porcentajes de recuperación mejoraron, pues el solvente de extracción por ser más denso que el agua, tenía a tener más contacto con los plaguicidas a recuperar durante la agitación magnética. Ejemplo de lo anterior son los porcentajes de recuperación para los compuestos: Endosulfán II, Sulfato de Endosulfán, p,p'-DDT, o,p'-DDD, p,p'-DDE y Metoxicloro, que su resultado fue significativamente mejor al trabajar con las condiciones finales (100% diclorometano), que con las iniciales (85:15, éter de petróleo: diclorometano), resultados que se pueden apreciar en las Tablas No. 7 y No.9.

Los resultados obtenidos de los porcentajes de recuperación de las muestras analizadas con tres diferentes proporciones de solvente (éter de petróleo: diclorometano muestran claramente la optimización de los valores conforme aumentan la proporción en el solvente, razón por la cual se optó por tomar como solvente de extracción el diclorometano puro, ver Tablas No. 9 y 10.

Tiempo de Incorporación y tiempo de reposo: El tiempo de contacto de la muestra durante el proceso de extracción es muy importantes, así como el tiempo de incorporación de los plaguicidas a la muestra. Inicialmente se trabajó con 15 minutos, como tiempo de contacto con la matriz (agua), y luego una extracción de 60 minutos, y al analizarlos, el porcentaje de recuperación era alto, pudiéndose deber a que no tenían suficiente tiempo de incorporarse con la matriz y por ende, más fácil extraídos. A pesar de que estos resultados eran satisfactorios, quedó la inquietud de que podían no ser del todo reales, por lo que se procedió a normar el tiempo de incorporación, en tres tiempos: 1, 6 y 12 horas, así como un tiempo de reposo (imitando a lo que ocurre en la naturaleza) dentro del laboratorio a temperatura ambiente en tres tiempos: 1, 18 y 36 horas; y el tiempo de extracción se mantuvo constante (1 hora). En los resultados obtenidos, se aprecia una clara degradación en el procedimiento que involucra 12 horas de contacto con la matriz y 36 horas de reposo para el Aldrín y Heptacloro.

Con base los resultados obtenidos, se llegó a la conclusión de estandarizar el programa de tiempos de contacto analito/matriz de la siguiente manera: 1 hora de incorporación, 1 hora de reposo y 1 hora de extracción. En este tiempo se obtenían resultados confiables en las muestras, además de que permiten una mayor rapidez de análisis si el método se aplica como una técnica de rutina, ya que con los otros dos probados, es necesario como mínimo dos días para la preparación, acondicionamiento y análisis de cada muestra. El resultado de los porcentajes de recuperación de las muestras se trabajaron en duplicado y los valores se pueden apreciar en las Tablas 48 a 56, en las cuales se puede analizar que el nivel 0.01  $\mu\text{g/mL}$  muestra porcentajes de recuperación mucho mayores al 100% en algunos de los plaguicidas, siendo esto debido a interferentes en el mismo, y que confirma como en el caso del solvente, el eliminar del estudio este nivel de concentración.

Número de veces para el análisis de las soluciones: la determinación de repetibilidad en tiempos de retención y para reproducibilidad de concentración, fue en sextuplicado (seis réplicas), ya que según lo indican la farmacopea de los Estados Unidos, un método se valida con un número mayor a cinco réplicas. De esta forma, las muestras se prepararon en sextuplicado, tomando además como condición que todos los análisis se debían iniciar y terminar el mismo día, iniciando y finalizando con una inyección de solución patrón.

Evaluación de repetibilidad de tiempos de retención: El porcentaje de variación, se debió a errores de tipo humano (rapidez de inyección), así como al

cambio de temperatura del laboratorio, ya que no se contaba con aire acondicionado dentro del mismo. El fenómeno sucedido con el cambio de temperatura durante el día era el siguiente: Durante el día los tiempos de retención eran menores (elución más rápido) que por la tarde y noche, en los cuales aumentaba (elución más lenta) por la disminución de la temperatura.

Los coeficientes de variación obtenidos con las condiciones cromatográficas finales (1 hora de incorporación, 1 hora de reposo, 1 hora de extracción) en los tres niveles analizados (1.0, 0.1 y 0.01  $\mu\text{g/mL}$ ) son menores (0.09% - 0.37%) que con las iniciales (0.0%-1.13%); con las condiciones iniciales, la mayor variación en los tiempos de retención son en el nivel más alto (1.0 $\mu\text{g/mL}$ ), mientras que con las finales, la mayor variación se dan en el nivel más bajo (0.01  $\mu\text{g/mL}$ ).

Los coeficientes de variación obtenidos en el análisis de porcentajes de recuperación en los tres niveles analizados, bajo las condiciones cromatográficas finales son menores que con las iniciales, pues los valores con la iniciales oscilan entre 4.3 y 88.0% (Tabla No.7), mientras que con las finales el rango es de 6.9-42.0% (Tablas No. 9 y 10). Los mayores coeficientes de variación se presentaron en la concentración más baja con las condiciones iniciales y finales; esto puede relacionarse con el nivel de interferencia mostrado en los cromatogramas de extracciones de blanco realizadas (Anexo D), en las que debido a las condiciones cromatográficas empleadas, los interferentes dificultaron la cuantificación de los analitos.

En la repetibilidad cuantitativa de inyecciones consecutivas, al igual que la repetibilidad en tiempos de retención, se presentó el mismo fenómeno: menores coeficientes de variación al trabajar con las condiciones cromatográficas iniciales. En la repetibilidad cuantitativa de inyección, la mayor variación en coeficientes se obtuvo en el nivel 0.01  $\mu\text{g/mL}$ , esto se puede relacionar, al igual que los porcentajes de recuperación, con el nivel de interferencia.

Otro factor que influyó en el montaje, desarrollo y validación del método, fue el no contar con instrumentación adecuada para el mismo, ya que la estación procesadora de datos Varian® DS-604, en los inicios del trabajo, sufrió desperfectos eléctricos que impidieron continuar utilizándola, por ello se recurrió a un graficador Perkin-Elmer® PE-024, y más adelante se continuó con dos integradores prestados (HP-3396A y HP-3390A); por esta razón, aparecen diferentes tipos de cromatogramas en el Anexo D. El uso de un cromatógrafo de gases nuevo, con un generador de nitrógeno, automuestreador y un sistema integrado de graficación, pudieron haber producido resultados que estuvieran dentro del rango de estudio inicial (0.001 a 1.0  $\mu\text{g/mL}$ ).

Evaluación de interferentes: como se hace mención anteriormente, se detectaron interferentes en las muestras de fortificación en los niveles evaluados; por ello se decidió preparar muestras de nivel cero ("0"), llamadas blanco, tratadas química y cromatográficamente de la misma manera que a las muestras de fortificación. En los cromatogramas obtenidos para el nivel 1.0

$\mu\text{g/mL}$  (Cromatogramas 3, 14 y 15) se observa una interferencia mínimas, que se ve incrementada en el nivel  $0.01 \mu\text{g/mL}$  (Cromatogramas 9, 26 y 27), por las condiciones de atenuación empleadas, donde los picos de interferencia resultaron ser mayores que los de los analitos; esto confirma la tendencia a eliminar el nivel  $0.01 \mu\text{g/mL}$  para la validación de este método de análisis.

La mayor cantidad de interferentes generados en el nivel  $0.01 \mu\text{g/mL}$ , fue debida a una contaminación por el septum del cual donde se encontraban las muestras; a raíz de esto, se almacenaron únicamente en viales ámbar de 2 mL con sello de neopreno/teflón (Tabla No.8); lo cual es indicativo del cuidado que se debe tener para el tratamiento de los materiales empleados para el análisis.

Largo de la columna: fueron empleadas dos columnas megaboloro SPB-5 de  $0.53 \text{ mm}$  de diámetro interno x  $1.5 \mu\text{m}$  de grosor de film, con la variante única del largo, ya que una era del doble que la otra (30 y 60 metros). Después de trabajar con las dos columnas, se encontró que con la de 30 metros de largo los compuestos *o,p'*-DDD y *o,p'*-DDT no logran separarse totalmente (eluyen formando un solo pico), mientras que con la de 60 metros, si se lograban separar ambos. Así como una mejor separación con la más larga, lo que indica que los resultados obtenidos, en cuanto a separación, son mejores con la más larga. El cambio de columna, involucró cambios en el programa Cromatográfico elaborado al inicio, los cuales son descritos en el anexo D. La razón de trabajar con un programa de temperaturas para la separación de los plaguicidas, se debe a la complejidad de la muestra, ya que contiene isómeros, que tienen tiempos de

retención similares. Con el cambio de las condiciones cromatográficas, se pudo observar que los resultados fueron mejores y se confirmó también que no era factible cuantificar el nivel de concentración de 0.01 µg/mL.

El detector (ECD): este constituyó también una limitante durante el montaje, desarrollo y validación del método, ya que al iniciar el trabajo, fue necesario un acondicionamiento de aproximadamente un mes, haciéndole pasar nitrógeno constantemente, así como el monitoreo de la línea base. El detector tenía seis años (aproximadamente) de no emplearse, y con anterioridad había sido expuesto a humedad y oxígeno. Una vez habilitado, su funcionamiento no fue óptimo, por el uso de nitrógeno 99.9%, embotellado localmente, como gas acarreador, el cual contiene contaminantes que conducen a una pronta saturación del detector; por ello se debió dársele constantemente un programa de limpieza, haciéndole pasar un flujo de hidrógeno (sin pasar por la columna), por 24 horas a una temperatura de 420°C. Los valores de linealidad del detector (ECD) obtenidos ya sea por medio de unidades electrónicas (Tabla No. 29) o por cálculo manual (Tabla No. 30) muestran datos con poca precisión, lo cual se aprecia más claramente en las Gráficas No.1 a la 17. De los resultados obtenidos en estos, podemos inferir que el detector fue un factor determinante para lograr valores que hagan que el método montado no se encuentre totalmente validado, ya que si se tuviera uno nuevo, o que no se hubiera encontrado tanto tiempo en desuso, los resultados obtenidos hubiesen sido otros.

Pruebas de confirmación: se realizaron dos tipos de pruebas de confirmación para cada plaguicida; los resultados individuales de estas pruebas se pueden apreciar en las Tablas 10 y 11, en las que se muestran que para los únicos Organoclorados en la que es negativa la deshidrohalogenación alcalina son el Dieldrín, p,p'-DDE y o,p'-DDE, mientras que se obtiene una reacción total para el Dieldrín, Endrín y Sulfato de Endosulfán, para la de reacción con ácido sulfúrico; la combinación de los resultados de estas pruebas proporcionó información útil para el montaje, desarrollo y validación del método, ya que indicaron que los picos obtenidos por medio de la separación del método, efectivamente eran de los plaguicidas organoclorados.

## IX. CONCLUSIONES

- La hipótesis propuesta para el trabajo de investigación es aceptada, así como los objetivos generales y específicos del presente trabajo de tesis, ya que con la infraestructura con la que se contaba en el laboratorio de análisis de química analítica ambiental, sí se pudo montar, desarrollar y validar el método, pero en dos niveles únicamente (1.0 y 0.10  $\mu\text{g/mL}$ ); quedando fuera los niveles inferiores, que eran también de interés también.
- Con el método montado, desarrollado y validado, aunque fue posible detectar concentraciones de 0.001 y 0.01  $\mu\text{g/mL}$ , no fue posible cuantificarlas.
- Los resultados obtenidos de análisis de solvente de extracción, tiempo de incorporación y tiempo de reposo, repetibilidad en tiempos de retención, porcentajes de recuperación, interferentes, fueron importantes para descartar el nivel 0.01  $\mu\text{g/mL}$ , como cuantificable, dentro del método montado, desarrollado y validado.
- El método montado, desarrollado y validado, presenta porcentajes de recuperación y una dispersión de datos adecuados para ser tomado como punto de arranque de un método alternativo de análisis, quedando pendiente la reproducibilidad en laboratorio, para que se demuestre la robustez del mismo.

- Con el método validado es posible determinar residuos de diecisiete plaguicidas (Aldrín, Dieldrín, Endrín, Alfa-Clordano, Gamma-Clordano, Heptacloro, Epóxido de Heptacloro, Endosulfán II, Sulfato de Endosulfán, Lindano, Metoxicloro, o,p'-DDD, p,p'-DDD, o,p'-DDE, p,p'-DDE, o,p'-DDT, p,p'-DDT) en la matriz agua, cuyas concentraciones se encuentran dentro del rango de 0.1 µg/mL y 1.0 µg/mL .
- No fue factible trabajar con el nivel 0.01 y 0.001 µg/mL por su detección era insuficiente para lograr una cuantificación.
- El método permite, el análisis de aguas naturales, superficiales y subterráneas, así como agua potabilizada.
- Un factor de gran importancia, asociado a la validación del método montado, desarrollado y validado, es la capacidad de confirmar cualitativamente, por medio de reacciones adicionales, a la muestra final, de forma que el método es válido, tanto como para cuantificar como para identificar la presencia de los diecisiete plaguicidas organoclorados.
- La aplicación de los principios de Buenas Prácticas de Laboratorio en la planificación, ejecución y documentación, permitió realizar un trabajo científico, de manera ordenada, disciplinada y transparente a cualquier revisión que pueda ser necesaria para una reproducción futura.

## X. RECOMENDACIONES

- Se recomienda realizar otro estudio evaluando la posibilidad de llegar a los niveles que no fueron alcanzados en este estudio (0.01 y 0.001 $\mu$ g/mL), ya que son de interés e importancia, para evaluar las trazas de plaguicidas organoclorados en agua.
- Realizar una sustitución no solo del ECD, si no de todo del cromatógrafo, por uno de nueva generación, si se desea analizar en forma rutinaria, para tener una respuesta del detector más lineal.
- Dada la polaridad del diclorometano como solvente de extracción, se recomienda ampliar el presente método a otras clases de plaguicidas, como piretroides y organofosforados de polaridad intermedia, de tal manera que pueda ser convertido en método analítico de multiresiduos.
- Se recomienda, que el presente método sea puesto a prueba en otros laboratorios, para que sea posible su discusión como método oficial para Guatemala, para el análisis de trazas de plaguicidas organoclorados en agua.
- Se recomienda verificar la aplicabilidad de este método en aguas naturales, y validarlo para muestras reales, y no de laboratorio.

- Se recomienda controlar las temperaturas, tanto dentro del laboratorio de preparación de muestras, como en el laboratorio de instrumentación, por medio de instalación de aire acondicionado, ya que ayudarían a tener un trabajo más preciso, tanto en volumetría, como en la reproducibilidad de tiempos de retención de los picos que eluyen.

## XI. BIBLIOGRAFÍA

- (1) Camps, M; Thomas M.; Farvar, T y Olssyna-Marzys, A.E. **Residuos de plaguicidas clorados en la leche humana en Guatemala.** 1973. Boletín de la Oficina Sanitaria Panamericana. Washington D.C. 93 pp.
- (2) Dary mansilla, O. **Determinación del Grado de Contaminación de la leche humana en Guatemala, con insecticidas organoclorados persistentes.** Universidad de San Carlos de Guatemala, Guatemala. 1980. 3 pp.
- (3) **Farm Chemical Handbook. Pesticida Dictionary Safety/ Application regulatory file buyer's guides the signe Index company addresses.** 1982. Meister Publising, Co. United Status of America.
- (4) Goodman, L.. **Bases farmacológicas de la terapéutica.** 1975. Nueva Editorial Interamericana, México. ca. 146 pp.

- (5) Gunther, F.A.; Gunther, J.S. **Residue review. Residues of pesticides and other contaminants in the total environment.** 1973. Springer-Verlage. United States of America.
- (6) Gutierrez, B. **Determinación de niveles de DDR en el ganado bovino del municipio de Concepción, Escuintla, mediante análisis de tejido adiposo sub-cutáneo y sanguíneo.** 1978. Universidad de San Carlos de Guatemala. 35 pp.
- (7) Huber, L. **Good laboratory practice.** 1996. Hewlett-Packard Co. Germany.
- (8) **The Index Merc.** 1989. Eleventh Edicion. Merck & Co. Inc. United States of America.
- (9) Knedel, W. **Estudio preliminar sobre la presencia de biocidas organoclorados en el agua cruda y tratada que abastece la ciudad de Guatemala.** 1990. Guatemala, 3pp..
- (10) Metcalf, R, McKelvey, J, Jr. **The future for insecticides. Needs and prospects.** 1974. Hewlett United States of America. John Wiley & Sons. 229 pp.

- (11) **Norma COGUANOR 29001.** Guatemala, 1985.
- (12) Perkin-Elmer. **Guía de validación en cromatografía líquida de alta resolución.** United States of America.
- (13) **Productos prohibidos de plaguicidas, sustancias afines y fertilizantes de uso agrícola.** Departamento de Sanidad Vegetal, Ministerio de Agricultura y Ganadería. Guatemala. 1-7 pp.
- (14) Sarojini, R.S. **The pesticide handbook: profile for action.** 1995. United States of America. International organization of consumers unions (IOCU) and Pesticide action network (PAN). 3 pp.
- (15) Valle Pardo, C.J. **Residuos de pesticidas organoclorados en la leche materna.** 1974. universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala.
- (16) Zeceña Sandoval, A. **Evaluación de los niveles de contaminación de los acuíferos superficiales por productos biocidas, agrícolas en comunidades de la unidad de riego de la laguna del Hoyo, Monjas, Jalapa.** 1991. universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala.

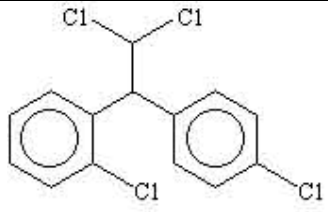
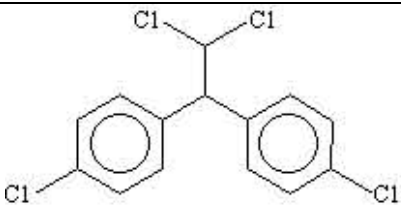
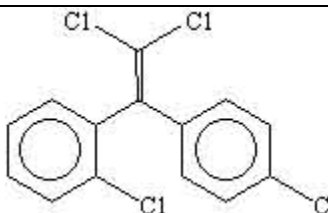
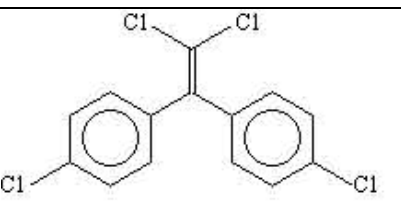
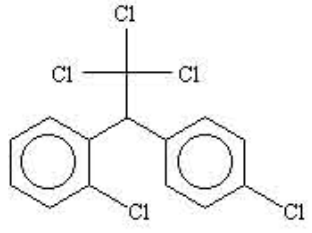
## **XII. AGRADECIMIENTO**

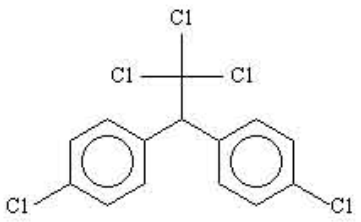
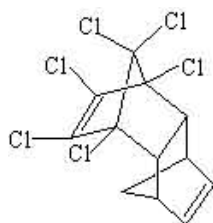
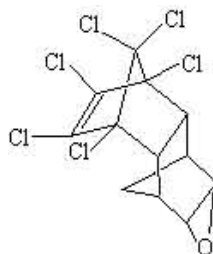
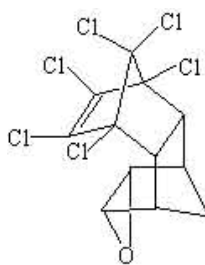
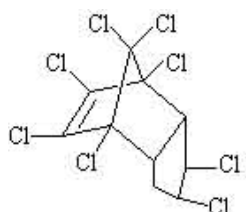
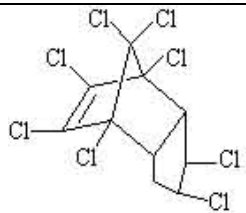
- **A DIOS.** Por haberme guiado y dado sabiduría durante el desarrollo de mi carrera y durante el transcurso de esta tesis.
- **A MIS PADRES.** Roberto Cabrera Meza y Ana María de León de Cabrera, por haberme apoyado, económica y moralmente, así como servir de guías y apoyo en todo momento.
- **A MIS HERMANAS Y SOBRINAS.** Lucky, Kary, Rocío, Ana Karina y María Alejandra, por se apoyo y ayuda incondicional.
- **A MI ESPOSO.** Willmer, por su amor, ánimo, apoyo, constancia y ayuda para culminar con este trabajo.
- **A JOSE DANIEL,** con dedicación especial.
- **A MIS AMIGOS Y COMPAÑEROS,** en especial a la Licda. Delia Lesbia Alemán, por su colaboración y apoyo en todo momento.
- **A MI JEFE DE DEPARTAMENTO.** Lic. Rolando López, por sus conocimientos brindados, y su apoyo incondicional en el transcurso de mi carrera.

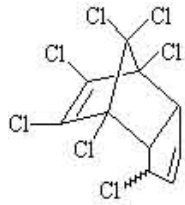
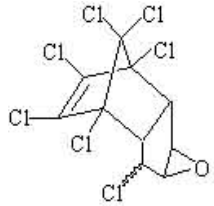
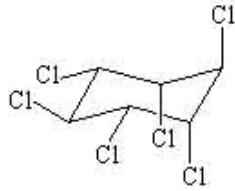
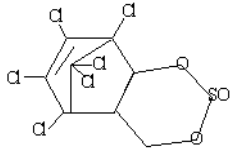
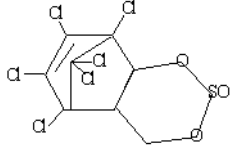
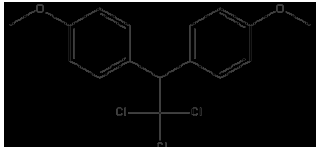
- **A MI ASESOR DE TRABAJO DE TESIS.** Lic. Willy Knedel F., por su sabiduría y conocimientos, por su paciencia y cariño demostrado durante el desarrollo del presente trabajo de investigación.
- **A LA UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA.** Casa de estudios, que me forjó como profesional y por su apoyo en la realización de este trabajo de investigación.
- **A LA ORGANIZACIÓN INTERNACIONAL DE ENERGIA ATOMICA (OIEA).** Por su apoyo económico en la realización de este trabajo de investigación.
- **A LA TERNA DE EVALUACIÓN.** Por su apoyo y paciencia para culminar este trabajo de investigación.
- **TODAS LAS PERSONAS.** Por su apoyo para culminar y publicar este trabajo de investigación.

## APÉNDICES

## Apéndice A Plaguicidas Utilizados

No.	Nombre	Toxicidad	Fórmula Química	Solubilidad	Estructura Química
1	o,p'-DDD	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 113- 118 mg/Kg	C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> Cl <sub>4</sub>	Prácticamente insoluble en agua, soluble en éter etílico, benceno, acetona y otros solventes orgánicos	
2	p,p'-DDD	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 113- 118 mg/Kg	C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> Cl <sub>4</sub> PF= 109°C PE=193°C	Prácticamente insoluble en agua, soluble en éter etílico, benceno, acetona y otros solventes orgánicos	
3	o,p'-DDE	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 113 - 118 mg/Kg	C <sub>14</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>4</sub>	Prácticamente insoluble en agua, soluble en éter etílico, benceno, acetona y otros solventes orgánicos	
4	p,p'-DDE	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 113 - 118 mg/Kg	C <sub>14</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>4</sub> PF= 88- 89°C PE= 316- 317°C	Prácticamente insoluble en agua, soluble en éter etílico, benceno, acetona y otros solventes orgánicos	
5	o,p'-DDT	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 113 - 118 mg/Kg	C <sub>14</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>5</sub>	Prácticamente insoluble en agua, soluble en éter etílico, benceno, acetona y otros solventes orgánicos	

No.	Nombre	Toxicidad	Nombre Químico	Solubilidad	Estructura Química
6	p,p'-DDT	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 113-118 mg/Kg	C <sub>14</sub> H <sub>9</sub> Cl <sub>5</sub> PF= 108-109°C PE= 260°C	Prácticamente insoluble en agua, soluble en éter etílico, benceno, acetona y otros solventes orgánicos	
7	Aldrín	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 38-67 mg/Kg	C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub> PF= 104°C PE= 145°C	Insoluble en agua, soluble en la mayor parte de solventes orgánicos	
8	Dieldrín	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 46 mg/Kg	C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub> O PF= 176°C PE= 385°C	Insoluble en agua, moderadamente en solventes alifáticos, excepto solventes de petróleo y metanol	
9	Endrín	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 37-87 mg/Kg	C <sub>12</sub> H <sub>8</sub> Cl <sub>6</sub> O	Benceno, tetracloruro de carbono, acetona	
10	Alpha-Clordano	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 317-515 mg/Kg	C <sub>10</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>8</sub> PF= 106°C PE= 175°C	Insoluble en agua, miscible con solventes de hidrocarburos alifáticos y aromáticos	
11	Gamma-Clordano	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 317-515 mg/Kg	C <sub>10</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>8</sub>	Insoluble en agua, miscible con solventes de hidrocarburos alifáticos y aromáticos	

No.	Nombre	Toxicidad	Fórmula Química	Solubilidad	Estructura Química
12	Heptacloro	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 100- 162 mg/Kg	C <sub>10</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>7</sub> PF= 95°C PE= 135°C	Soluble en acetona, alcoho, xyleno, ciclohexanona	
13	Epóxido de Heptacloro	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 100- 162 mg/Kg	C <sub>10</sub> H <sub>5</sub> Cl <sub>7</sub> O PF= 160°C PE= 200°C	Soluble en acetona, alcoho, xyleno, ciclohexanona	
14	Lindano	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 80- 125 mg/Kg	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub> PF= 112- 115°C	Insoluble en agua, libremente soluble en acetona y Éter, soluble en alcohol	
15	Endosulfán	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 43.8 mg/Kg	C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub> O <sub>3</sub> S PF= 108°C PE=200°C	Insoluble en agua, soluble en la mayor parte de solventes orgánicos	
16	Sulfato de Endosulfán	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 43.8 mg/Kg	C <sub>9</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>6</sub> O <sub>3</sub> S PF= 390°C PE=207°C	Insoluble en agua, soluble en la mayor parte de solventes orgánicos	
17	Metoxicloro	DL <sub>50</sub> Rat: Oral 5 mg/Kg	C <sub>16</sub> H <sub>15</sub> Cl <sub>3</sub> O <sub>2</sub> PF= 78-86°C PE= 346°C	Insoluble en agua, soluble en alcohol	

## APENDICE B

### Límites Máximos Aceptables y Límites Máximos Permisibles de Plaguicidas Organoclorados en Agua Potable Según COGUANOR

Compuesto	LMA (mg/mL)	LMP (mg/mL)
Aldrín	0.0010	0.0170
Clordano	0.0030	0.0030
DDT	0.0050	0.0050
Dieldrín	0.0010	0.0170
Endrín	0.0002	0.0010
Heptacloro	0.0001	0.0180
Heptacloro Epóxido	0.0001	0.0180
Lindano	0.0040	0.0560
Metoxicloro	0.0350	0.0350
Toxafeno	0.0050	0.0250

**Límite máximo Aceptable (LMA):** Es el valor de la concentración de cualquier característica de calidad de agua, arriba de la cual el agua pasa a ser rechazable por los consumidores, desde un punto de vista sensorial, pero sin que implique un daño a la salud del consumidor.

**Límite máximo permisible (LMP):** Es el valor de la concentración de cualquier característica de calidad de agua, arriba de la cual el agua no es adecuada para el consumo humano.

## APENDICE C

### Efectos de los Plaguicidas Organoclorados en la Salud

<b>Agudo</b> (Envenenamiento)	Envenenamiento puede presentarse en trabajadores de campo expuestos a grandes cantidades de organoclorados intencionalmente, rociados accidentalmente o por derrame. <u>Envenenamiento Medio/Moderado</u> (usualmente por pesticidas no por residuos) Síntomas de envenenamiento Medio/Moderado Espasmos musculares Dolor generalizado Dificultad para respirar				
(Piel / ojos)	Irritación de la piel, erupciones cutáneas				
<b>Crónico</b>	Muchos organoclorados pueden causar erupciones crónicas en la piel por una exposición regular. Se ha encontrado que muchos producen desórdenes en el sistema nervioso central, involucrando posiblemente al cerebro, nervios periféricos, músculos e hígado. Pérdida de peso y apetito				
	<table><tbody><tr><td><u>Daños en nervioso y cerebro</u> DDT (humanos) Endrín (humanos) Clordecon (animales) Aldrín (animales) Lindano (animales)</td><td><u>Daños en riñón e hígado</u> Lindano (animales) Endrín (animales)</td></tr></tbody></table>	<u>Daños en nervioso y cerebro</u> DDT (humanos) Endrín (humanos) Clordecon (animales) Aldrín (animales) Lindano (animales)	<u>Daños en riñón e hígado</u> Lindano (animales) Endrín (animales)		
<u>Daños en nervioso y cerebro</u> DDT (humanos) Endrín (humanos) Clordecon (animales) Aldrín (animales) Lindano (animales)	<u>Daños en riñón e hígado</u> Lindano (animales) Endrín (animales)				
(Sistema Reproductivo)	Se ha encontrado que muchos organoclorados tienen efectos adversos en la reproducción de animales de prueba. <table><tbody><tr><td><u>Daños en Aves</u> Aldrín (animales) Dieldrín (animales) Endrín (animales)</td><td><u>Embriotóxicos</u> Endrín (animales) Dieldrín (animales) Lindano (animales) Clordecon (ratón) Heptacloro (ratas)</td></tr><tr><td><u>Disminución del recuento de esperma</u> (infertilidad del macho) Clorobencilato (animales) Clordecon (humanos)</td><td><u>Disminución de la ovulación</u> (infertilidad de la hembra) Mirex (ratas)</td></tr></tbody></table>	<u>Daños en Aves</u> Aldrín (animales) Dieldrín (animales) Endrín (animales)	<u>Embriotóxicos</u> Endrín (animales) Dieldrín (animales) Lindano (animales) Clordecon (ratón) Heptacloro (ratas)	<u>Disminución del recuento de esperma</u> (infertilidad del macho) Clorobencilato (animales) Clordecon (humanos)	<u>Disminución de la ovulación</u> (infertilidad de la hembra) Mirex (ratas)
<u>Daños en Aves</u> Aldrín (animales) Dieldrín (animales) Endrín (animales)	<u>Embriotóxicos</u> Endrín (animales) Dieldrín (animales) Lindano (animales) Clordecon (ratón) Heptacloro (ratas)				
<u>Disminución del recuento de esperma</u> (infertilidad del macho) Clorobencilato (animales) Clordecon (humanos)	<u>Disminución de la ovulación</u> (infertilidad de la hembra) Mirex (ratas)				
(Cáncer)	Muchos organoclorados han dado resultado positivo en pruebas de cáncer en animales. <table><tbody><tr><td><u>Cáncer</u> DDT (animales) Clordecon (animales) Aldrín (animales) Dieldrín (animales) Toxafeno (animales) Lindano (animales) Clorobencilato (debilidad en animales) Dicofol (animales)</td><td><u>Mutaciones</u> Toxafeno (pruebas de laboratorio)</td></tr></tbody></table>	<u>Cáncer</u> DDT (animales) Clordecon (animales) Aldrín (animales) Dieldrín (animales) Toxafeno (animales) Lindano (animales) Clorobencilato (debilidad en animales) Dicofol (animales)	<u>Mutaciones</u> Toxafeno (pruebas de laboratorio)		
<u>Cáncer</u> DDT (animales) Clordecon (animales) Aldrín (animales) Dieldrín (animales) Toxafeno (animales) Lindano (animales) Clorobencilato (debilidad en animales) Dicofol (animales)	<u>Mutaciones</u> Toxafeno (pruebas de laboratorio)				

## **APENDICE D CROMATOGRAMAS**

En los siguientes cromatogramas, el orden de elusión de los plaguicidas organoclorados está dado de a cuerdo a la siguiente numeración; cualquier otro pico que no aparezca enumerado, es un interferente.

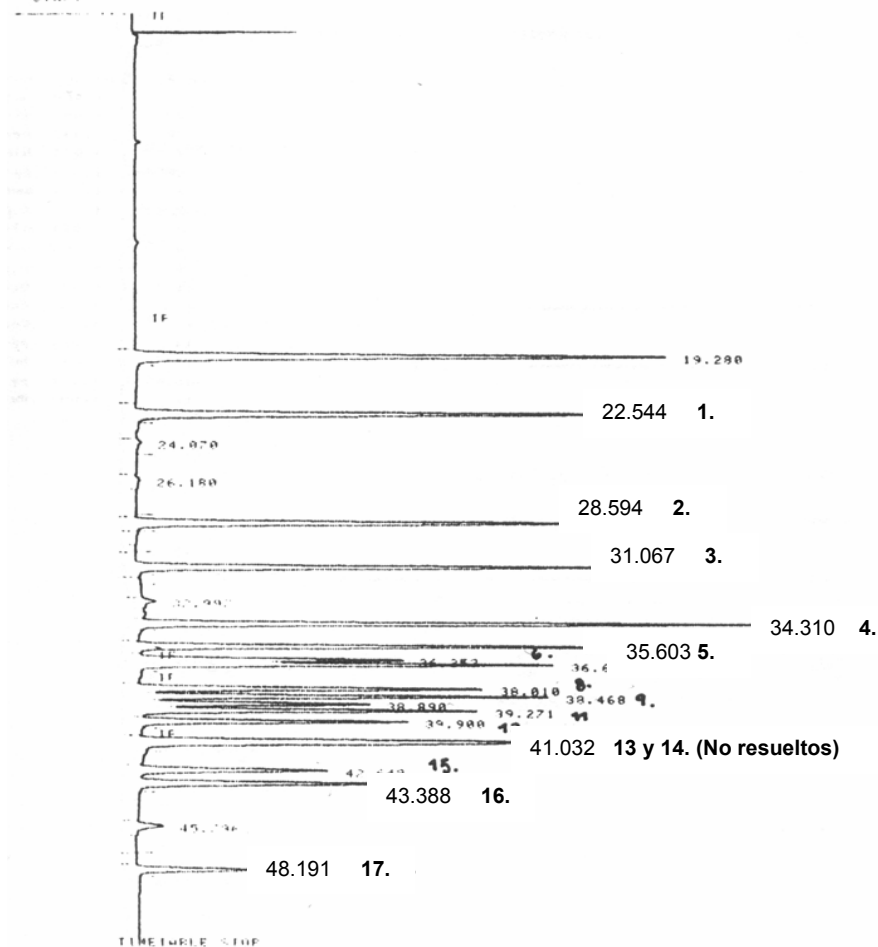
1. Lindano
2. Heptacloro
3. Aldrín
4. Epóxido de Heptacloro
5. Gamma-Clordano
6. o,p'-DDE
7. Alfa-Clordano
8. Dieldrín
9. p,p'-DDE
10. o,p'-DDD
11. Endrín
12. Endosulfán II
13. p,p'-DDD
14. o,p'-DDT
15. Sulfato de Endosulfán
16. p,p'-DDT
17. Metoxicloro

### **Condiciones cromatográficas finales trabajadas:**

- Columna: SPB-5, 60m x 0.53 mm ID x 0.5  $\mu$ m
- Flujo Nitrógeno a Temp. Ambiente: 8.4 mL/min
- Detector: ECD
- Temperatura Inyector: 175°C
- Temperatura Detector: 280°C
- Columna: 150°C x 15 min, 8.5°C/min a 210°C,  
210°C x 3.5 min, 11°C/min a 260°C,  
260°C x 30 min

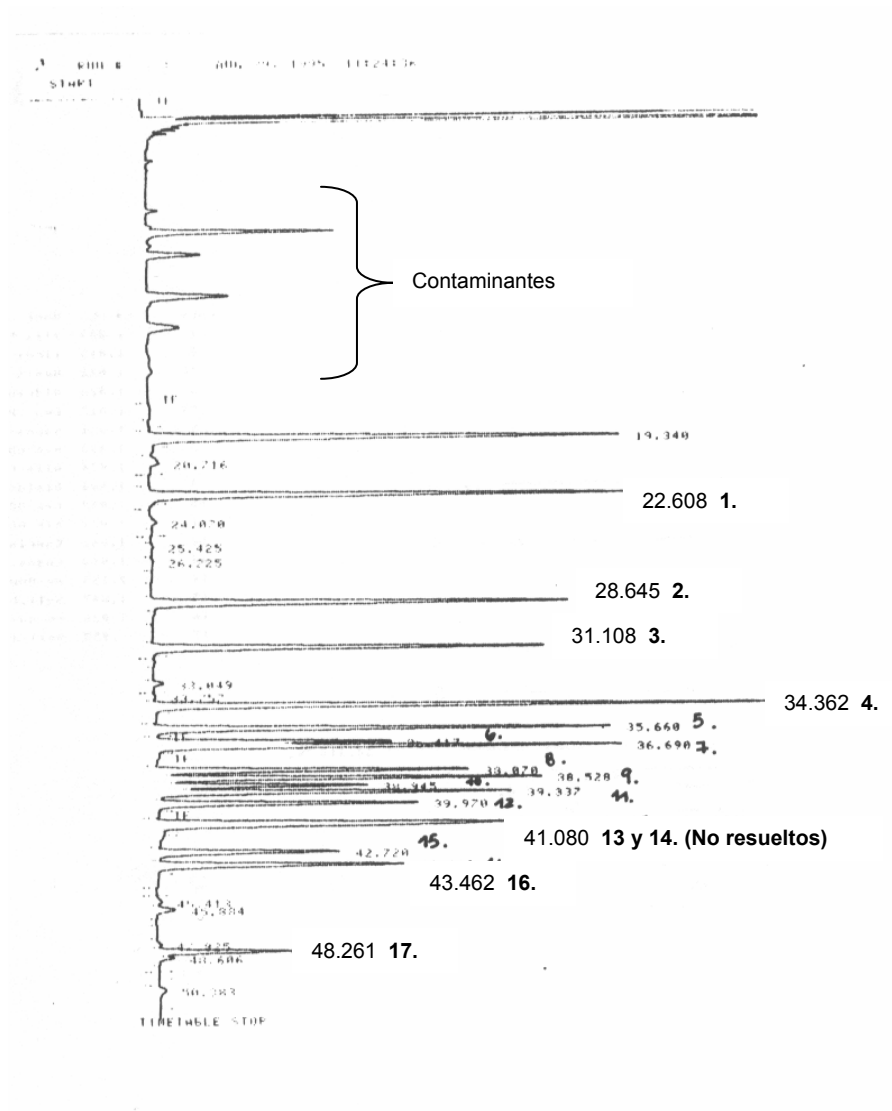
**Cromatograma No.1**  
**Solución de Calibración**  
**Nivel de Concentración: 1.0 ug/mL**  
**Condiciones Cromatográficas Iniciales**  
**Integrador HP-3396A**

FILE # 0 AUG 29 1995 1:45:00  
 STAFF



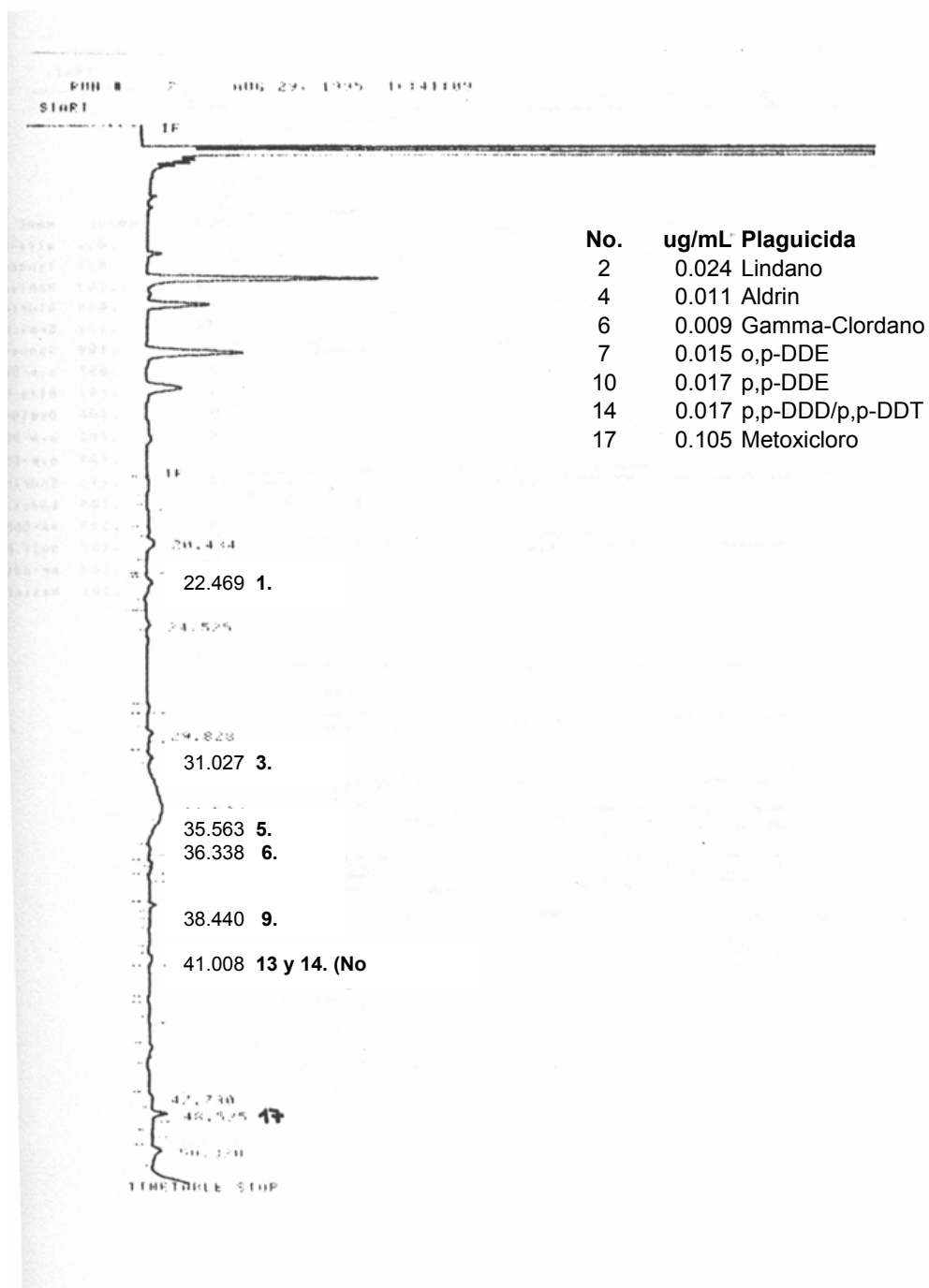
No.	ug/mL	Plaguicida
1	1.003	Alfa-BHC
2	1.015	Lindano
3	1.022	Heptacloro
4	1.02	Aldrin
5	1.017	Epox. Heptacloro
6	1.031	Gamma-Clordano
7	1.033	o,p-DDE
8	1.034	Alfa-Clordano
9	1.066	Dieldrin
10	1.052	p,p-DDE
11	1.072	o,p-DDD
12	1.061	Endrin
13	1.052	Endosulfán II
14	2.139	p,p-DDD/p,p-DDT
15	1.007	Sulfato de Endosulfán
16	1.036	p,p-DDT
17	0.953	Metoxicloro

**Cromatograma No.2**  
**Muestra No.2**  
**Nivel de Concentración: 1.0 ug/mL**  
**Condiciones Cromatográficas Iniciales**  
**Integrador HP-3396A**

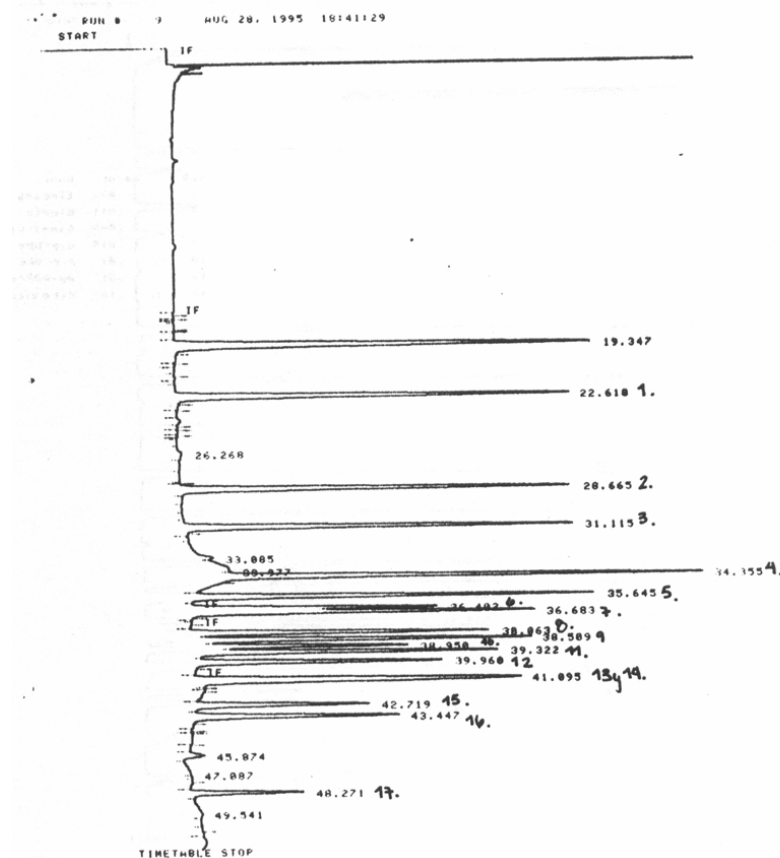


No.	ug/mL Plaguicida
1	0.97 Alfa-BHC
2	1.099 Lindano
3	1.036 Heptacloro
4	0.925 Aldrin
5	1.073 Epox. Heptacloro
6	1.074 Gamma-Clordano
7	1.012 o,p-DDE
8	1.283 Alfa-Clordano
9	1.105 Dieldrin
10	1.093 p,p-DDE
11	1.092 o,p-DDD
12	1.274 Endrín
13	1.139 Endosulfán II
14	2.064 p,p-DDD/p,p-DDT
15	1.086 Sulfato de Endosulfán
16	1.111 p,p-DDT
17	1.091 Metoxicloro

**Cromatograma No.3**  
**Extracción Blanco**  
**Equivalente a Nivel de Concentración: 1.0 ug/mL**  
**Condiciones Cromatográficas Iniciales**  
**Integrador HP-3396A**

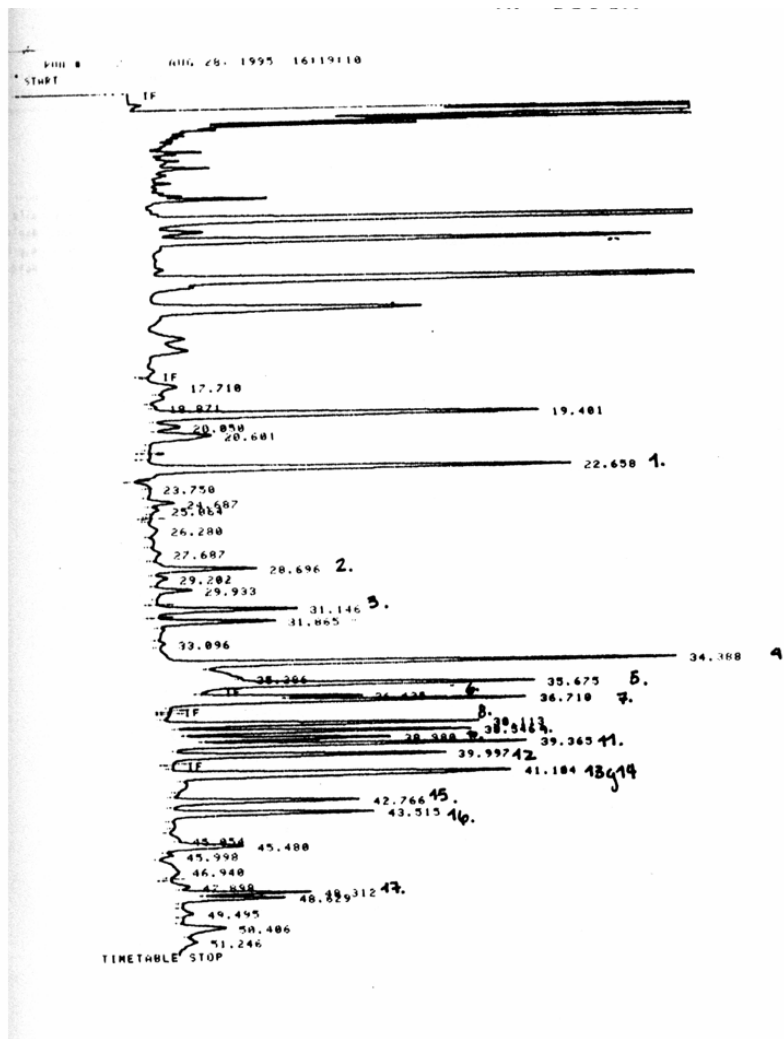


Cromatograma No. 4  
 Solución de Calibración  
 Nivel de concentración: 0.10µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integrador HP-3396A



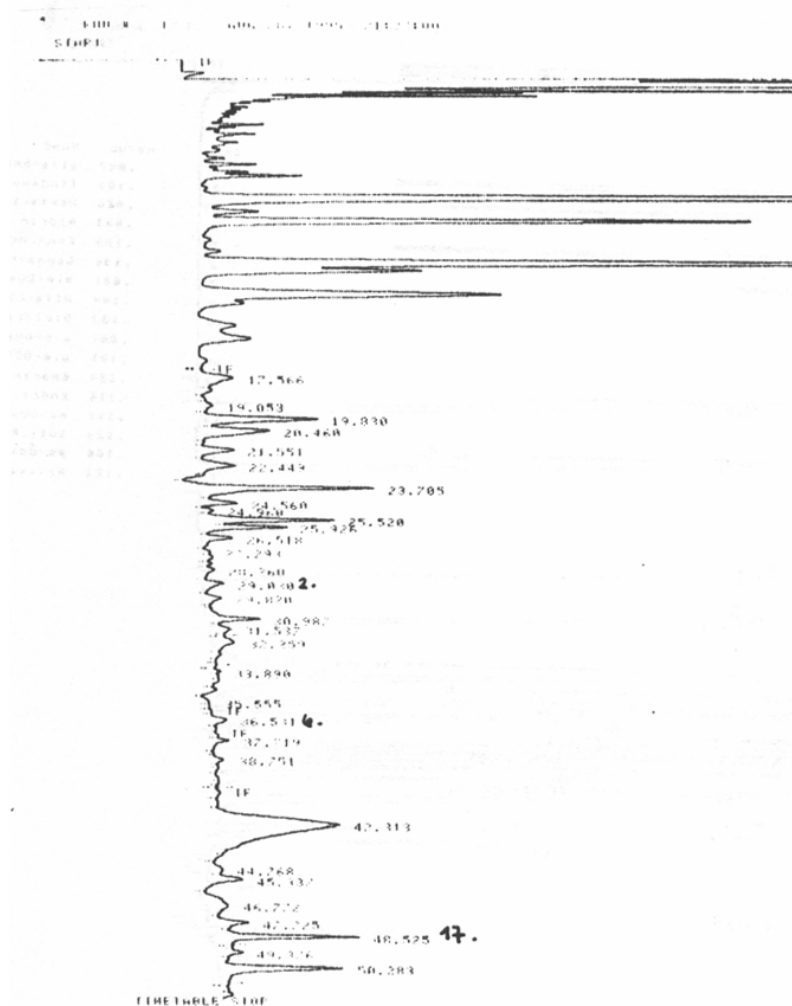
No.	mg/µL	Nombre
1	0.096	Alfa-BHC
2	0.098	Lindano
3	0.103	Heptacloro
4	0.098	Aldrín
5	0.102	Epox. Heptacloro
6	0.100	Gamma-Clordano
7	0.097	o,p-DDE
8	0.101	Alfa-Clordano
9	0.106	Dieldrín
10	0.102	p,p-DDE
11	0.103	o,p-DDD
12	0.111	Endrín
13	0.109	Endosulfán II
14	0.199	p,p-DDD/o,p-DDT
15	0.107	Sulfato de End.
16	0.103	p,p-DDT
17	0.101	Metoxicloro

Cromatograma No. 5  
Muestra No.1  
Nivel de concentración: 0.10µg/mL  
Condiciones Cromatográficas Iniciales  
Integrador HP-3396A



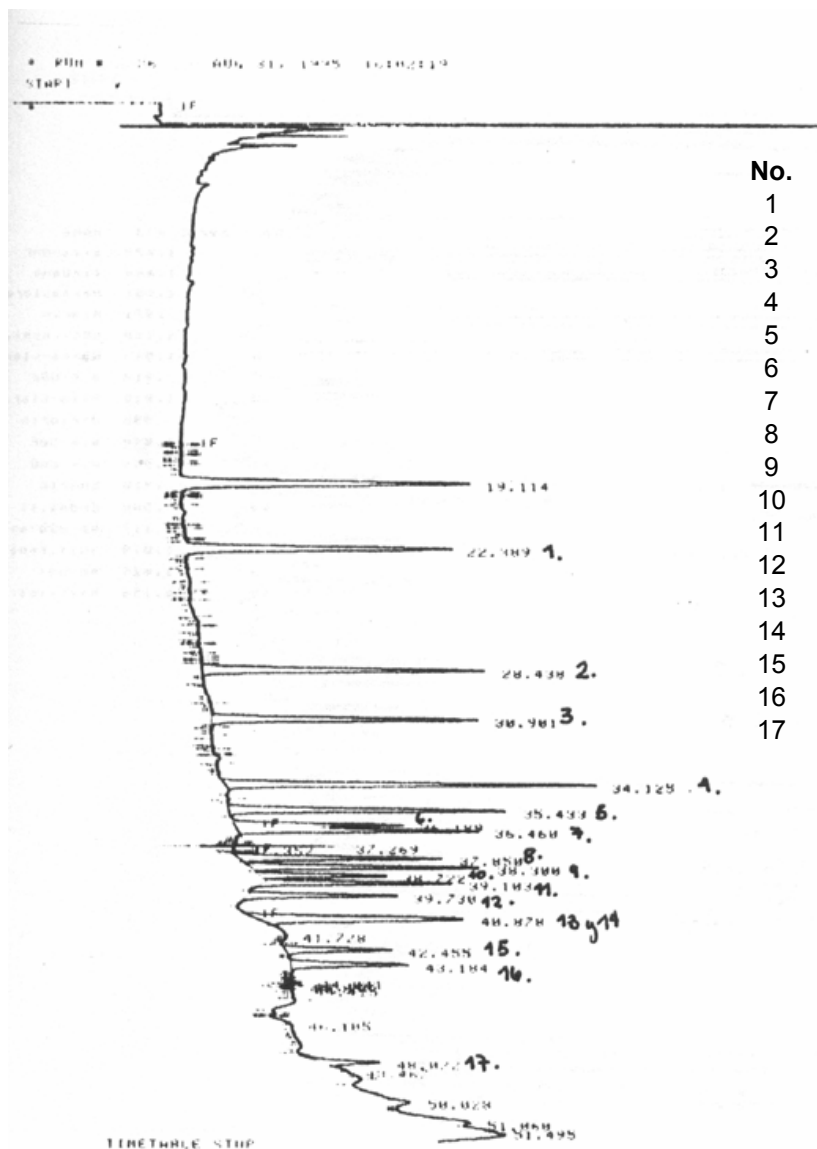
No.	mg/µL	Nombre
1	0.087	Alfa-BHC
2	0.109	Lindano
3	0.026	Heptacloro
4	0.033	Aldrín
5	0.109	Epox. Heptacloro
6	0.136	Gamma-Clordano
7	0.081	o,p-DDE
8	0.104	Alfa-Clordano
9	0.103	Dieldrín
10	0.081	p,p-DDE
11	0.101	o,p-DDD
12	0.124	Endrín
13	0.116	Endosulfán II
14	0.192	p,p-DDD/o,p-DDT
15	0.123	Sulfato de End.
16	0.106	p,p-DDT
17	0.122	Metoxicloro

Cromatograma No. 6  
 Extracción de Blanco  
 equivalente a Nivel de Concentración: 0.10µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integrador HP-3396A



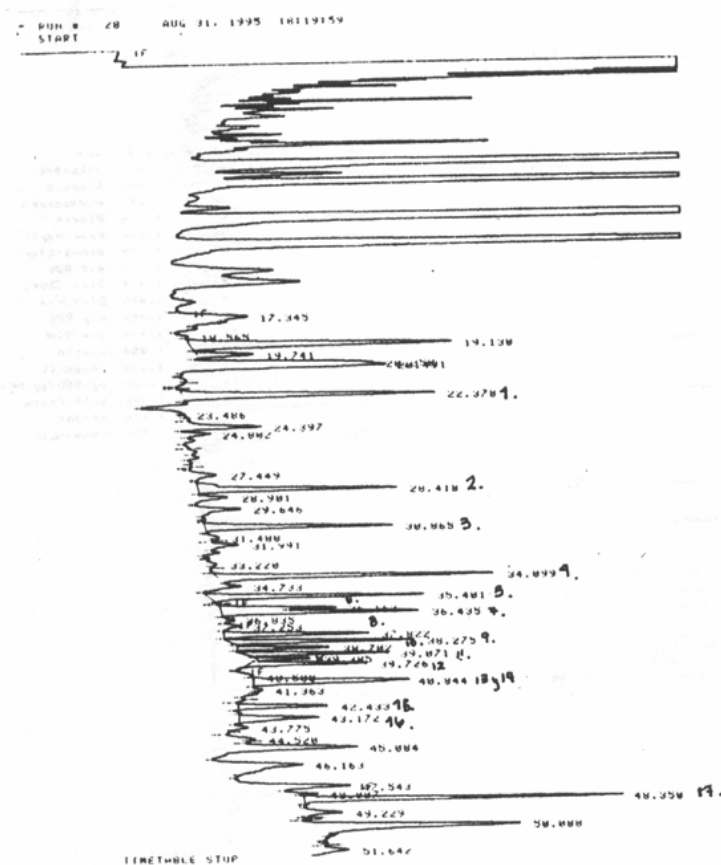
No.	mg/µL	Nombre
1	0.031	Alfa-BHC
3	0.006	Heptacloro
7	0.009	o,p-DDE
17	0.110	Metoxicloro

Cromatograma No. 7  
 Solución de Calibración  
 Nivel de concentración: 0.010µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integrador HP-3396A



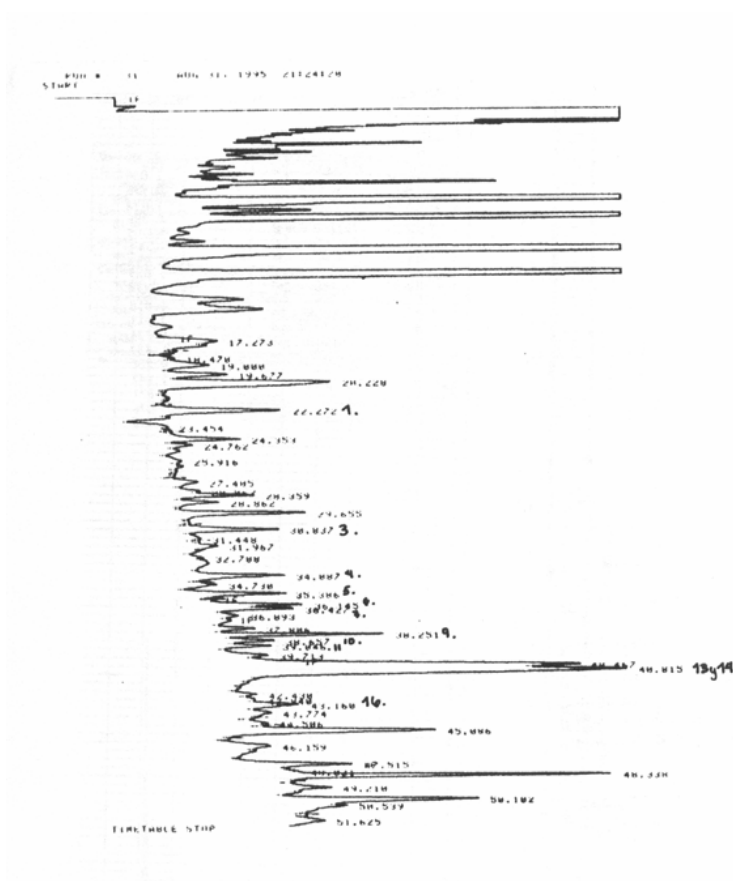
No.	mg/µL	Nombre
1	1.017	Alfa-BHC
2	1.054	Lindano
3	0.612	Heptacloro
4	1.274	Aldrín
5	1.156	Epox. Heptacloro
6	1.179	Gamma-Clordano
7	1.371	o,p-DDE
8	1.434	Alfa-Clordano
9	1.045	Dieldrín
10	1.356	p,p-DDE
11	1.434	o,p-DDD
12	1.054	Endrín
13	1.139	Endosulfán II
14	2.420	p,p-DDD/o,p-DDT
15	1.046	Sulfato de End.
16	1.176	p,p-DDT
17	0.552	Metoxicloro

Cromatograma No. 8  
Muestra No.1  
Nivel de concentración: 0.010µg/mL  
Condiciones Cromatográficas Iniciales  
Integrador HP-3396A



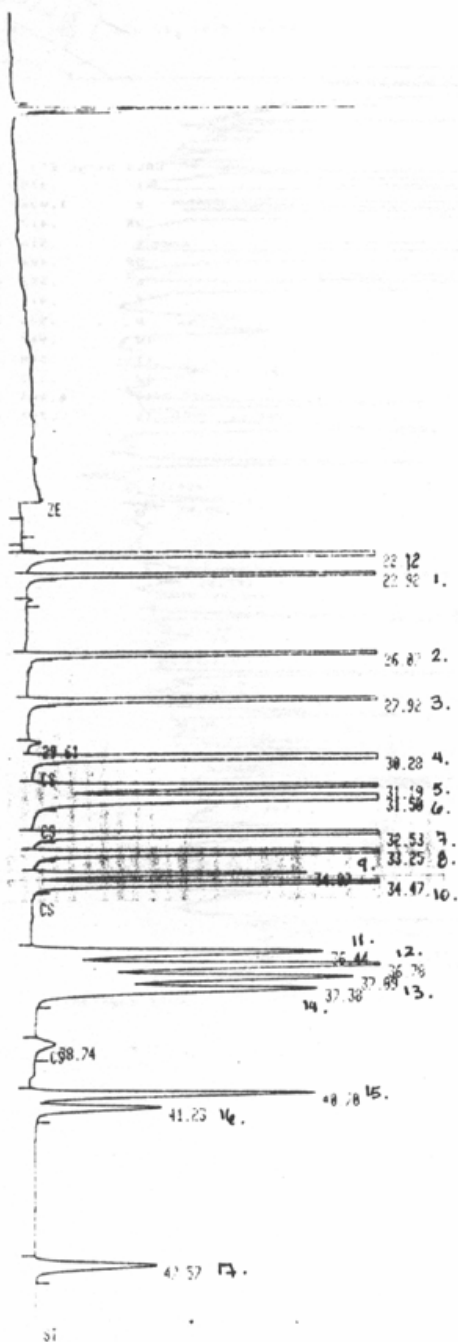
No.	mg/µL	Nombre
1	1.479	Alfa-BHC
2	1.648	Lindano
3	1.051	Heptacloro
4	0.971	Aldrín
5	1.130	Epox. Heptacloro
6	1.046	Gamma-Clordano
7	0.918	o,p-DDE
8	1.025	Alfa-Clordano
9	0.996	Dieldrín
10	1.038	p,p-DDE
11	0.989	o,p-DDD
12	0.910	Endrín
13	0.908	Endosulfán II
14	2.117	p,p-DDD/o,p-DDT
15	1.019	Sulfato de End.
16	1.024	p,p-DDT
17	6.150	Metoxicloro

Cromatograma No. 9  
 Extracción de Blanco  
 equivalente a Nivel de Concentración: 0.010µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integrador HP-3396A



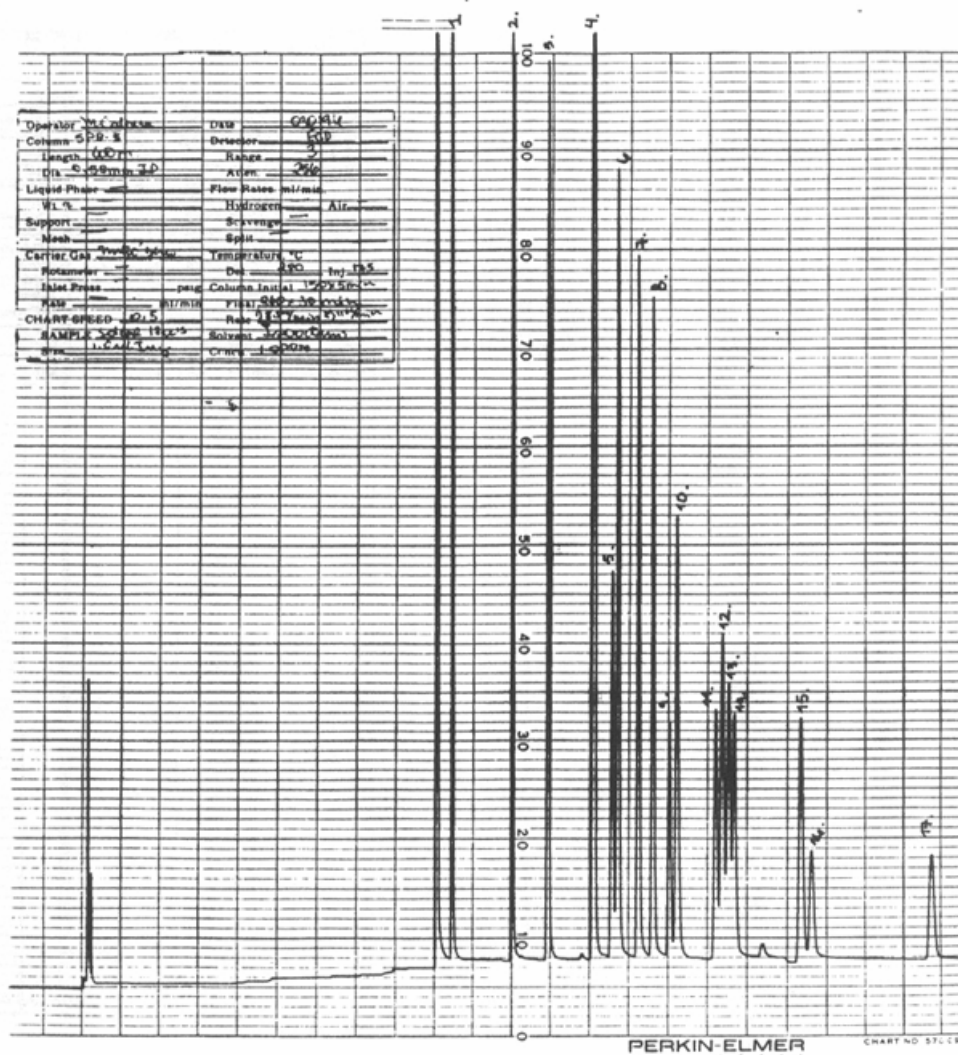
No.	mg/µL	Nombre
1	0.379	Alfa-BHC
2	1.036	Lindano
3	0.417	Heptacloro
4	0.516	Aldrín
5	0.404	Epox. Heptacloro
6	0.552	Gamma-Clordano
7	0.919	o,p-DDE
8	0.586	Alfa-Clordano
10	0.947	p,p-DDE
11	0.548	o,p-DDD
12	0.312	Endrín
14	6.405	p,p-DDD/o,p-DDT
16	0.747	p,p-DDT

Cromatograma No. 10  
 Solución de Calibración  
 Nivel de concentración: 1.0µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integrador HP-3396A

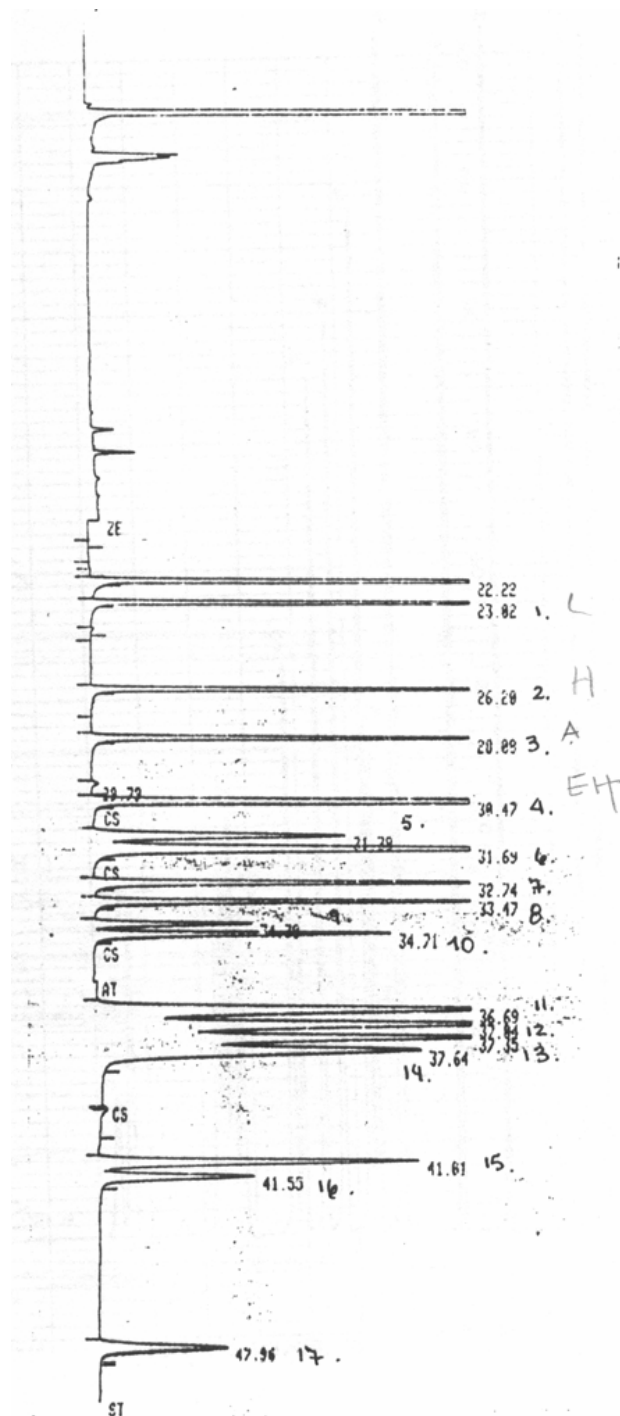


No.	mg/µL	Nombre
1	0.996	Lindano
2	1.093	Heptacloro
3	0.996	Aldrín
4	1.005	Epóxido de Heptacloro
5	1.001	Gamma-Clordano
6	0.998	o,p'-DDE
7	1.007	Alfa-Clordano
8	1.023	Dieldrin
9	1.018	p,p'-DDE
10	1.011	o,p'-DDD
11	0.974	Endrín
12	1.037	Endosulfán II
13	0.902	p,p'-DDD
14	1.042	o,p'-DDT
15	1.071	Sulfato de Endosulfán
16	0.976	p,p'-DDT
17	1.100	Metoxicloro

Cromatograma No. 11  
 Solución de Calibración  
 Nivel de concentración: 1.0µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Graficador PE-024

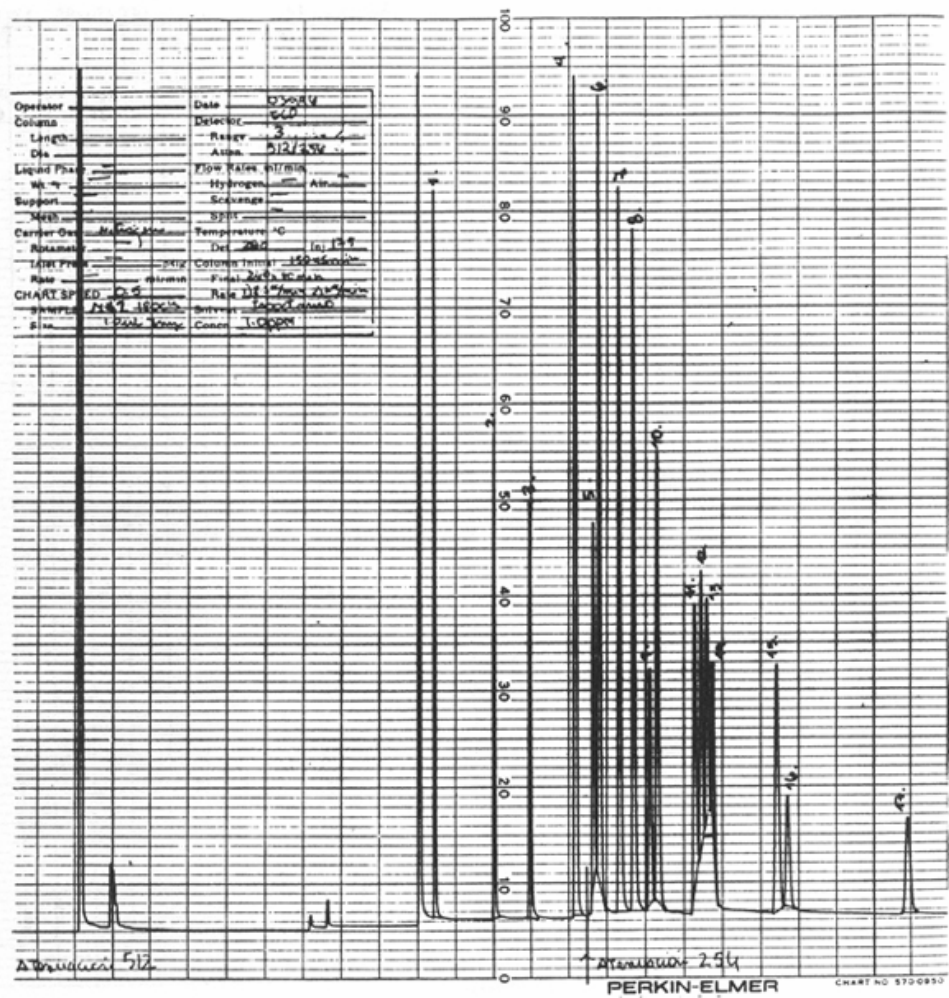


Cromatograma No. 12  
 Muestra No.1  
 Nivel de concentración: 1.0µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integrador HP-3396A

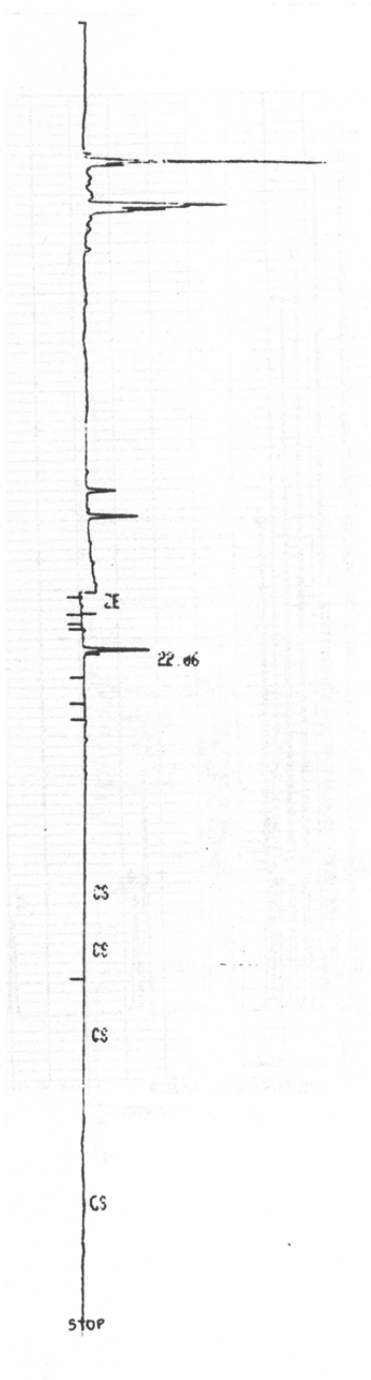


No.	mg/µL	Nombre
1	1.088	Lindano
2	1.059	Heptacloro
3	0.957	Aldrín
4	1.194	Epóxido de Heptacloro
5	1.050	Gamma-Clordano
6	1.058	o,p'-DDE
7	1.071	Alfa-Clordano
8	1.079	Dieldrin
9	1.073	p,p'-DDE
10	1.077	o,p'-DDD
11	1.252	Endrín
12	1.099	Endosulfán II
13	1.156	p,p'-DDD
14	1.077	o,p'-DDT
15	1.073	Sulfato de Endosulfán
16	1.048	p,p'-DDT
17	1.023	Metoxicloro

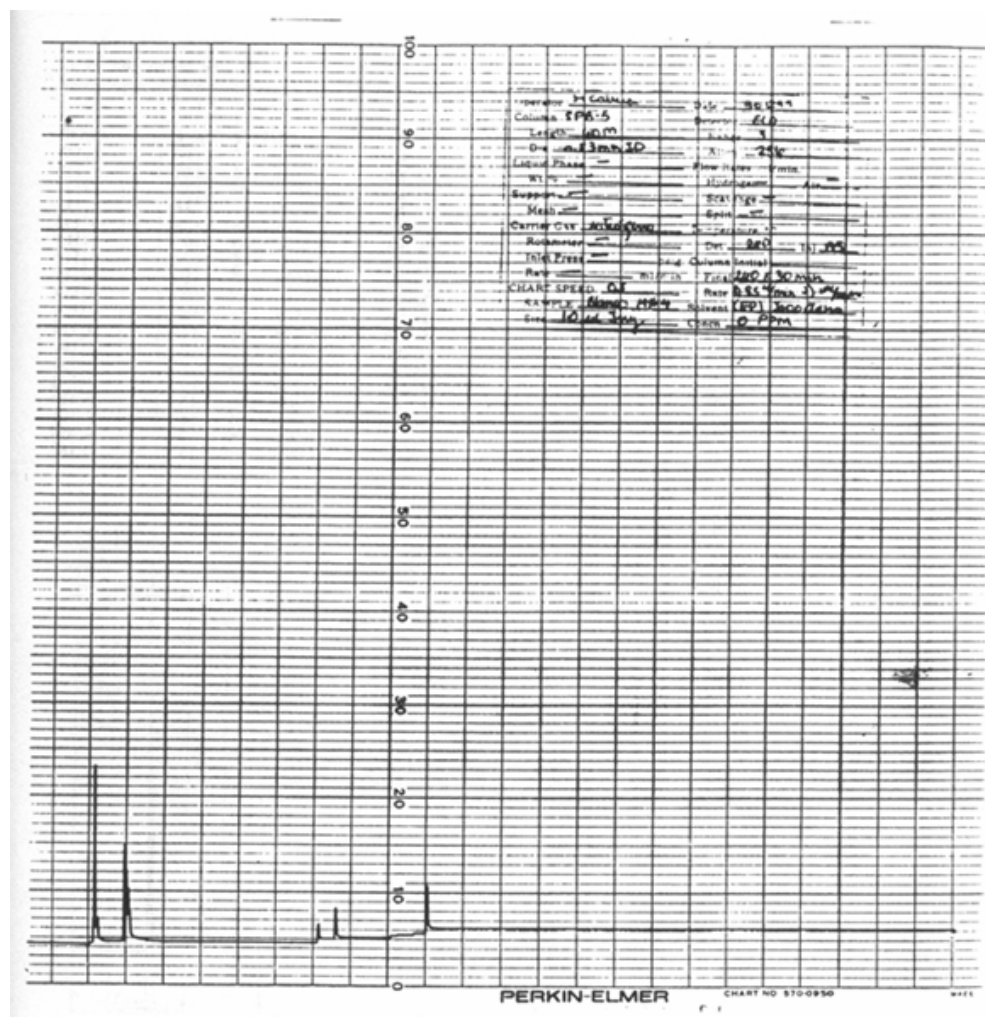
Cromatograma No. 13  
 Muestra No.1  
 Nivel de concentración: 1.0µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Graficador PE-024



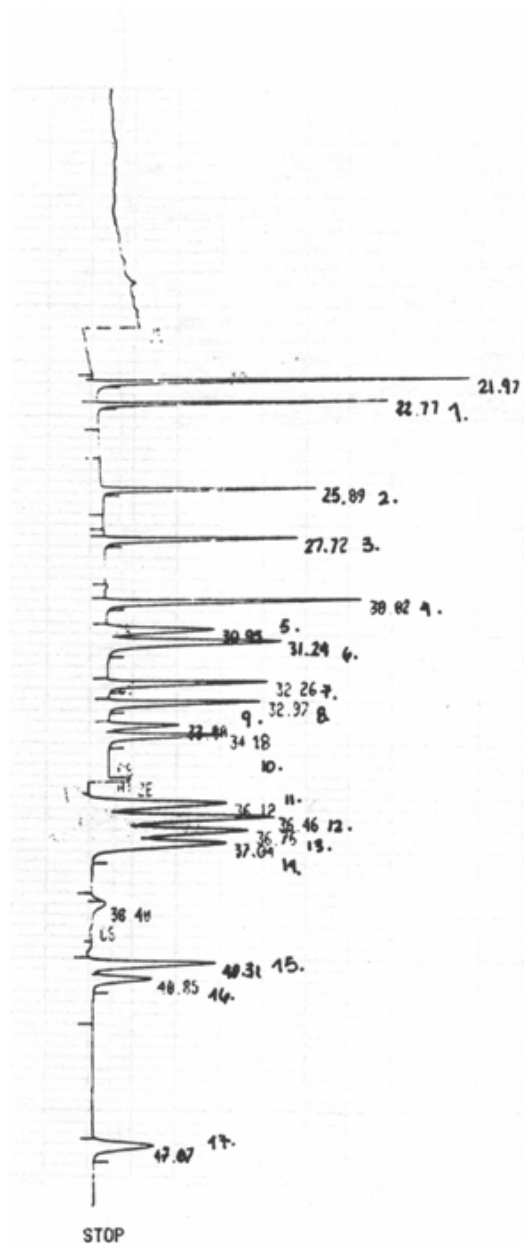
Cromatograma No. 14  
Extracción de Blanco  
equivalente a Nivel de Concentración: 1.0µg/mL  
Condiciones Cromatográficas Finales  
Integrador HP-3396A



Cromatograma No. 15  
 Extracción de Blanco  
 equivalente a Nivel de Concentración: 1.0µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Graficador PE-024

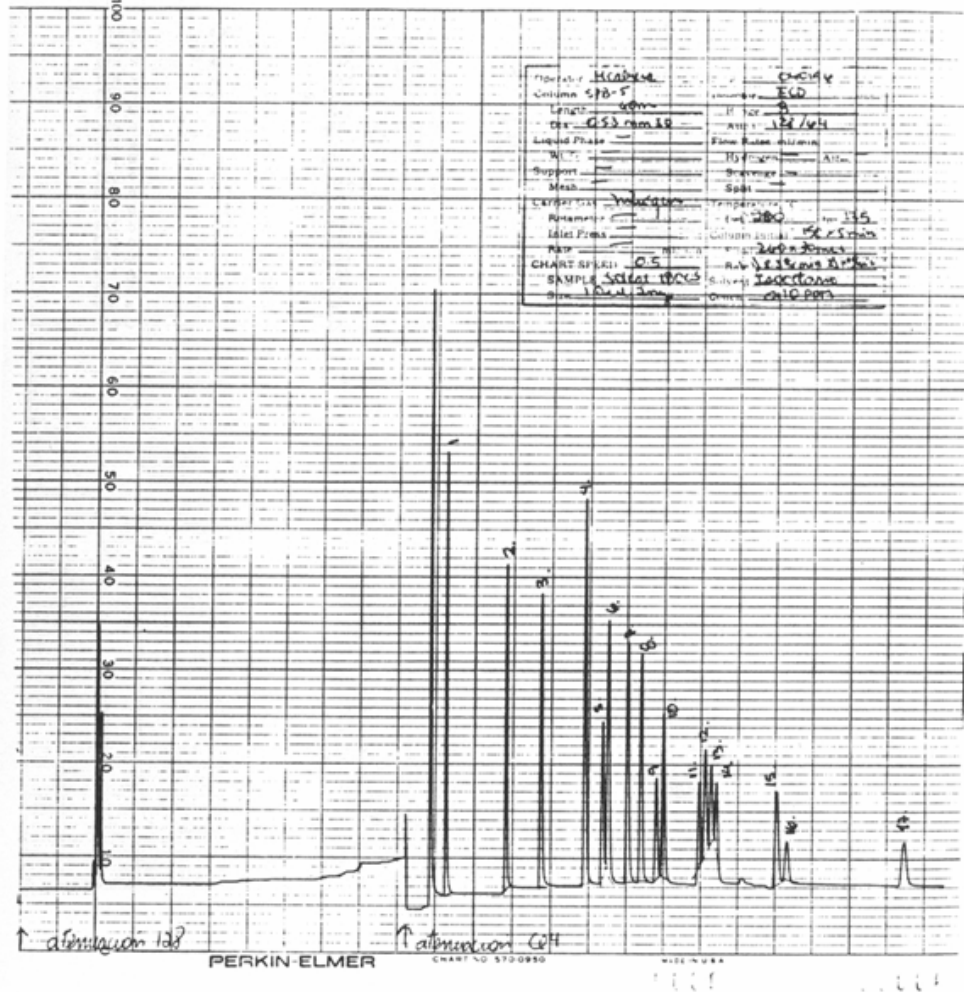


Cromatograma No. 16  
 Solución de Calibración  
 Nivel de concentración: 0.10 µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integrador HP-3396A

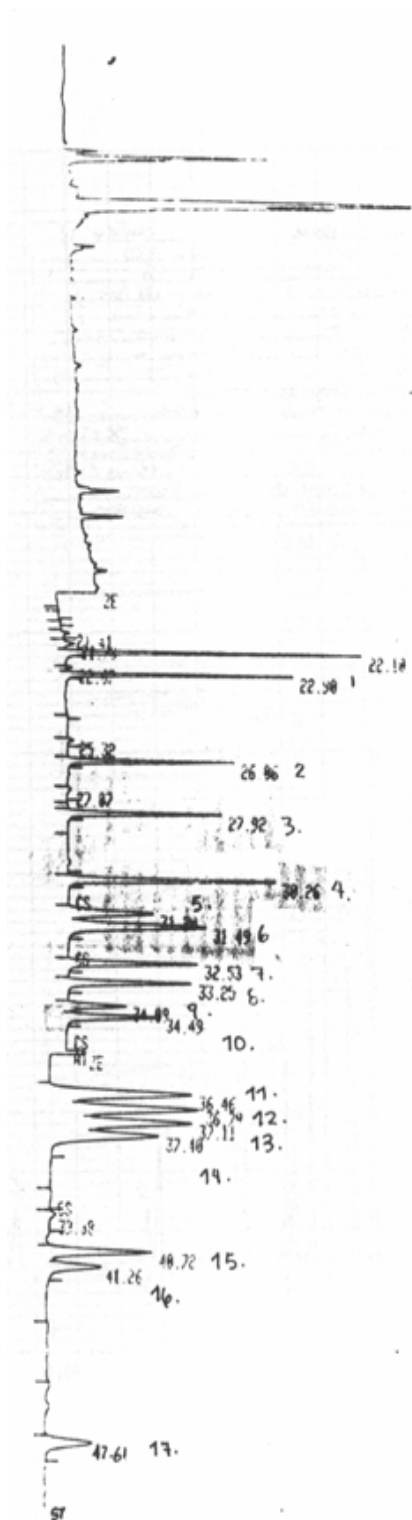


No.	mg/µL	Nombre
1	0.118	Lindano
2	0.112	Heptacloro
3	0.118	Aldrín
4	0.116	Epóxido de Heptacloro
5	0.115	Gamma-Clordano
6	0.118	o,p'-DDE
7	0.115	Alfa-Clordano
8	0.114	Dieldrin
9	0.114	p,p'-DDE
10	0.116	o,p'-DDD
11	0.104	Endrín
12	0.106	Endosulfán II
13	0.108	p,p'-DDD
14	0.114	o,p'-DDT
15	0.104	Sulfato de Endosulfán
16	0.096	p,p'-DDT
17	0.103	Metoxicloro

Cromatograma No. 17  
 Solución de Calibración  
 equivalente a Nivel de concentración: 0.10µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Graficador PE-024

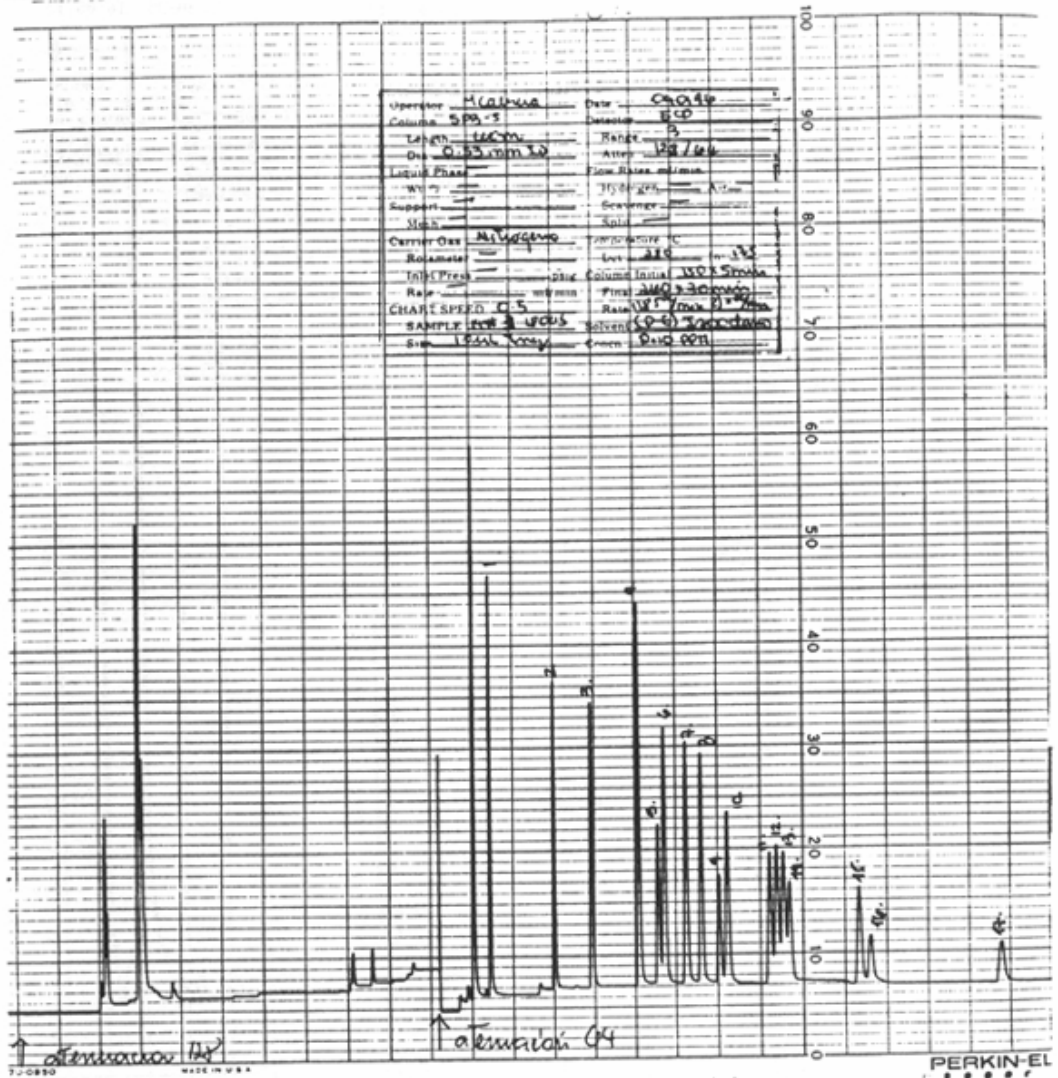


Cromatograma No. 18  
 Muestra No.1  
 Nivel de concentración: 0.10µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integrador HP-3396A

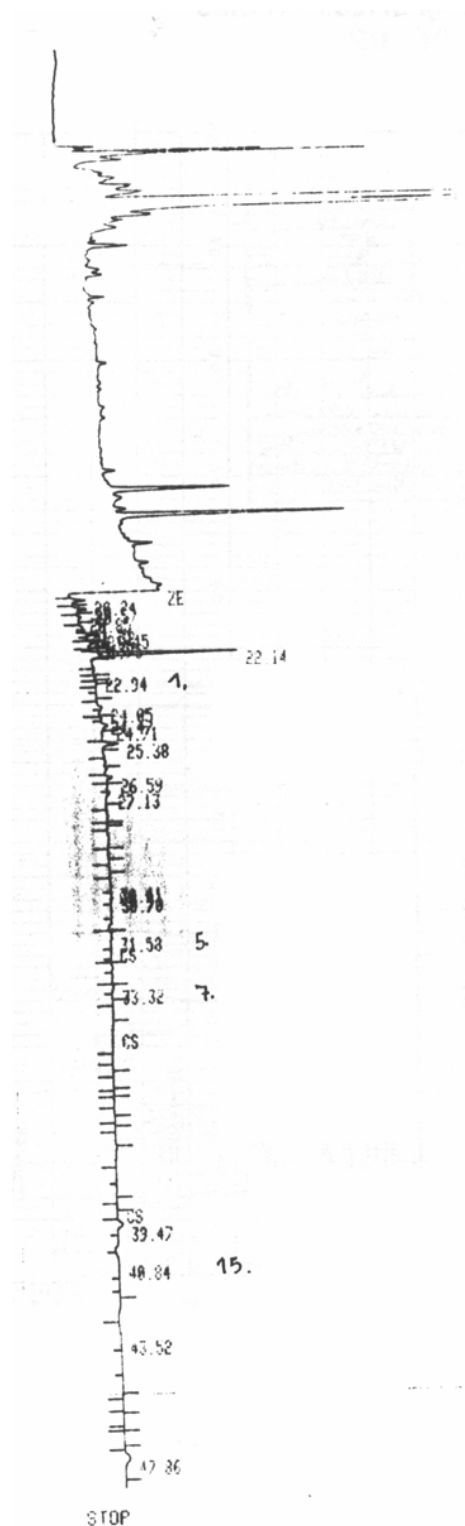


No.	mg/µL	Nombre
1	0.098	Lindano
2	0.099	Heptacloro
3	0.099	Aldrín
4	0.101	Epóxido de Heptacloro
5	0.098	Gamma-Clordano
6	0.099	o,p'-DDE
7	0.100	Alfa-Clordano
8	0.099	Dieldrin
9	0.100	p,p'-DDE
10	0.100	o,p'-DDD
11	0.120	Endrín
12	0.097	Endosulfán II
13	0.105	p,p'-DDD
14	0.099	o,p'-DDT
15	0.092	Sulfato de Endosulfán
16	0.097	p,p'-DDT
17	0.090	Metoxicloro

Cromatograma No. 19  
 Muestra No. 1  
 equivalente a Nivel de concentración: 0.10µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Graficador PE-024

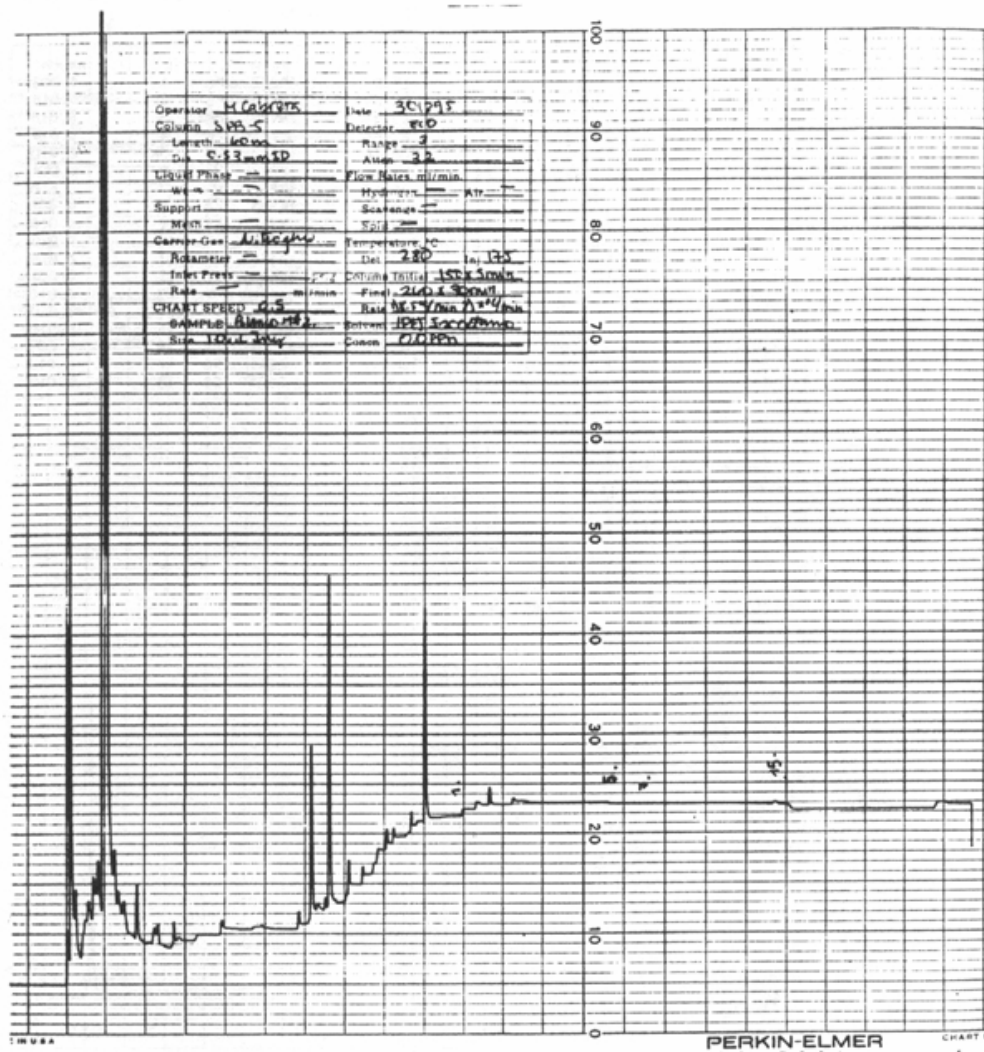


Cromatograma No. 20  
 Extracción de Blanco  
 equivalente a Nivel de Concentración: 0.10µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integrador HP-3396A

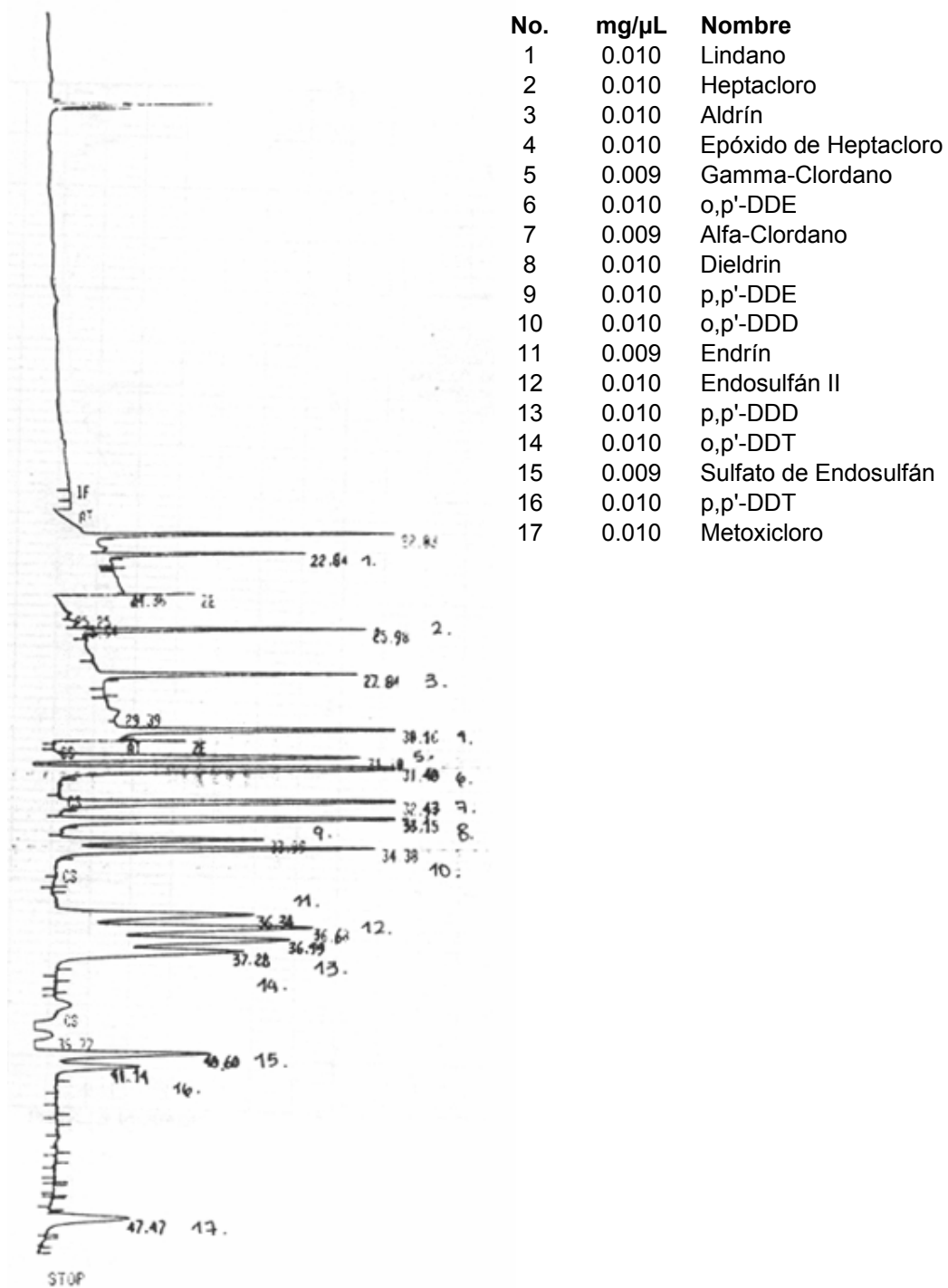


No.	mg/µL	Nombre
1	0.000285	Lindano
6	0.001	o,p'-DDE
8	0.000933	Dieldrin
15	0.007	Sulfato de Endosulfán

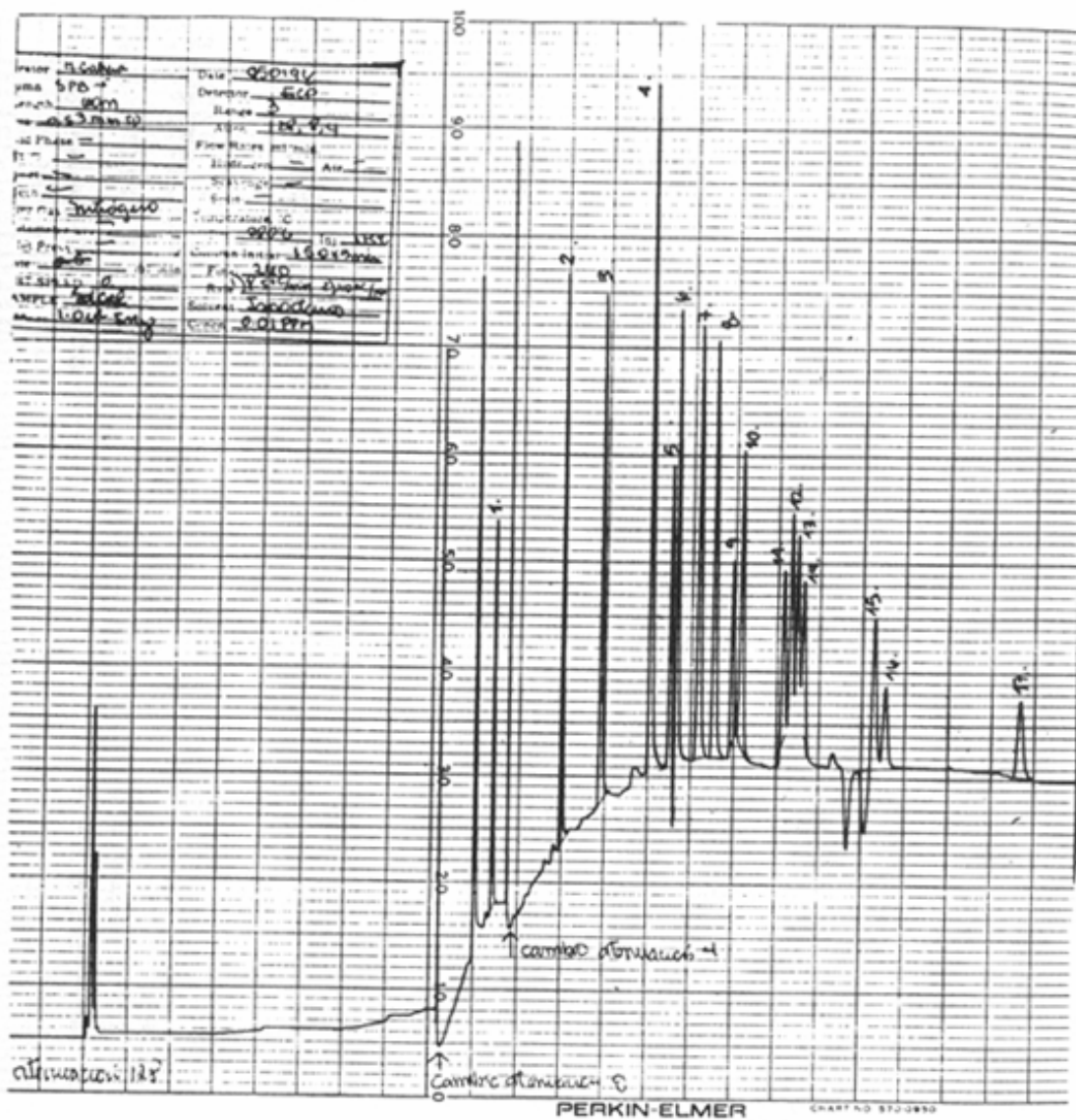
Cromatograma No. 21  
 Extracción de Blanco  
 equivalente a Nivel de concentración: 0.10µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Graficador PE-024



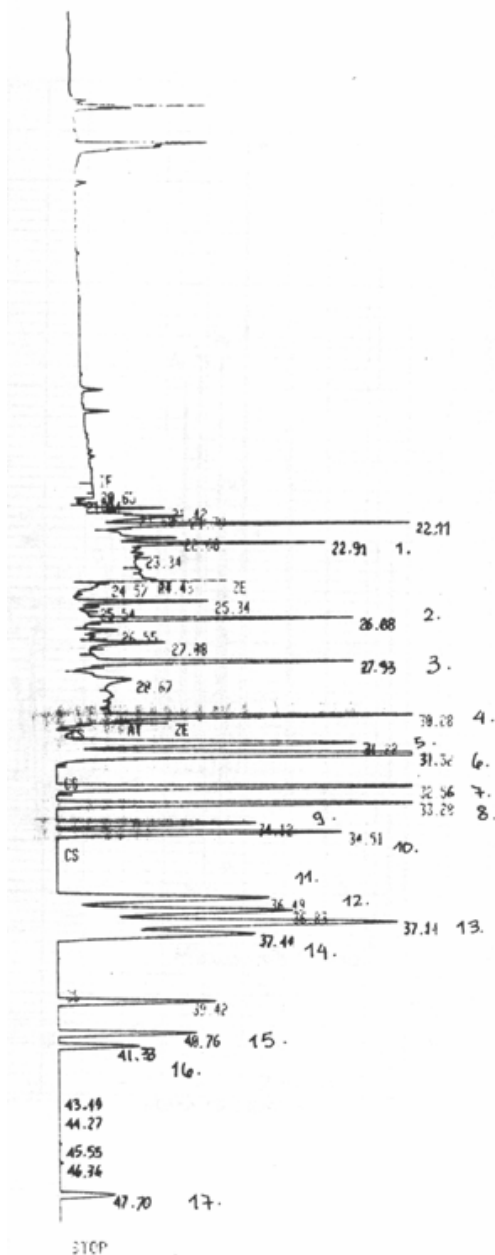
Cromatograma No. 22  
 Solución de Calibración  
 Nivel de concentración: 0.010µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integrador HP-3396A



Cromatograma No. 23  
 Solución de Calibración  
 equivalente a Nivel de concentración: 0.010µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Graficador PE-024

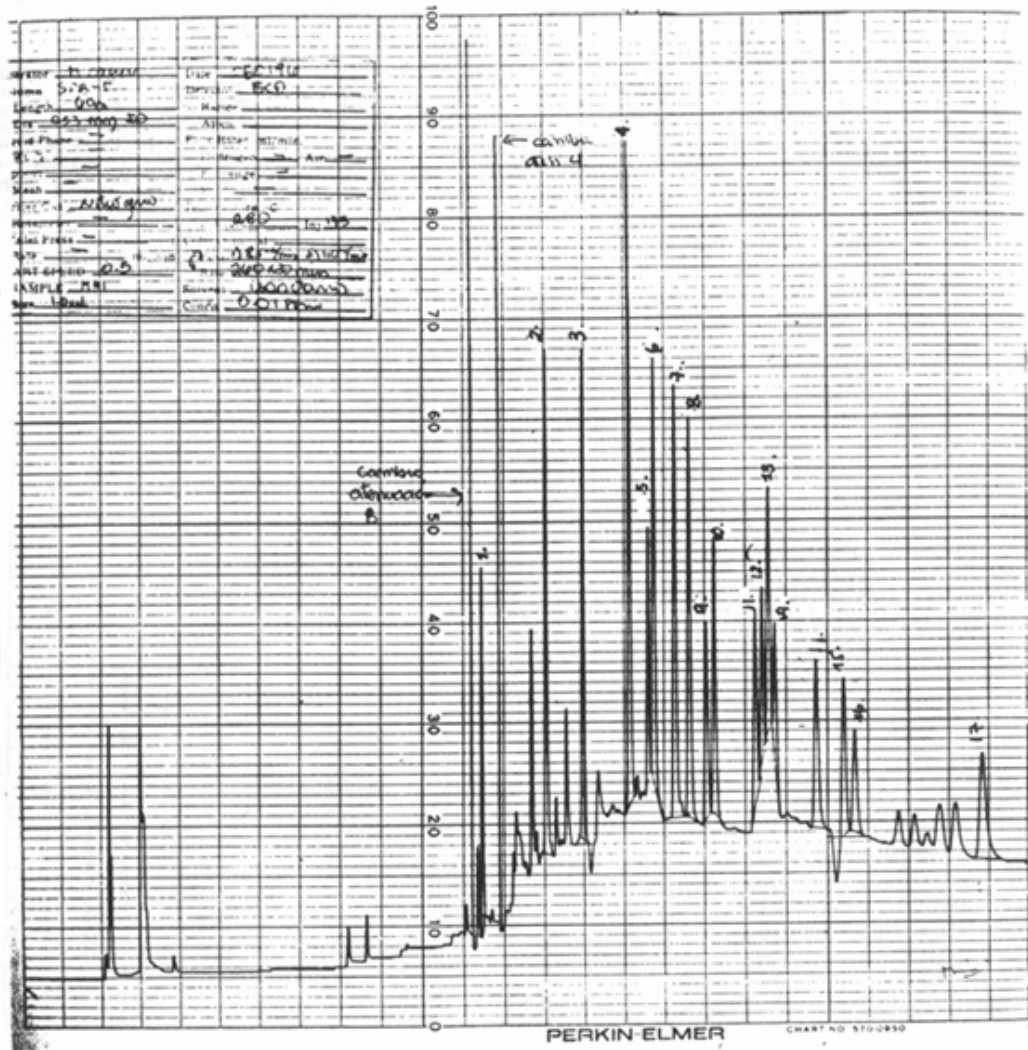


Cromatograma No. 24  
 Muestra No.1  
 Nivel de concentración: 0.010µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integrador HP-3396A

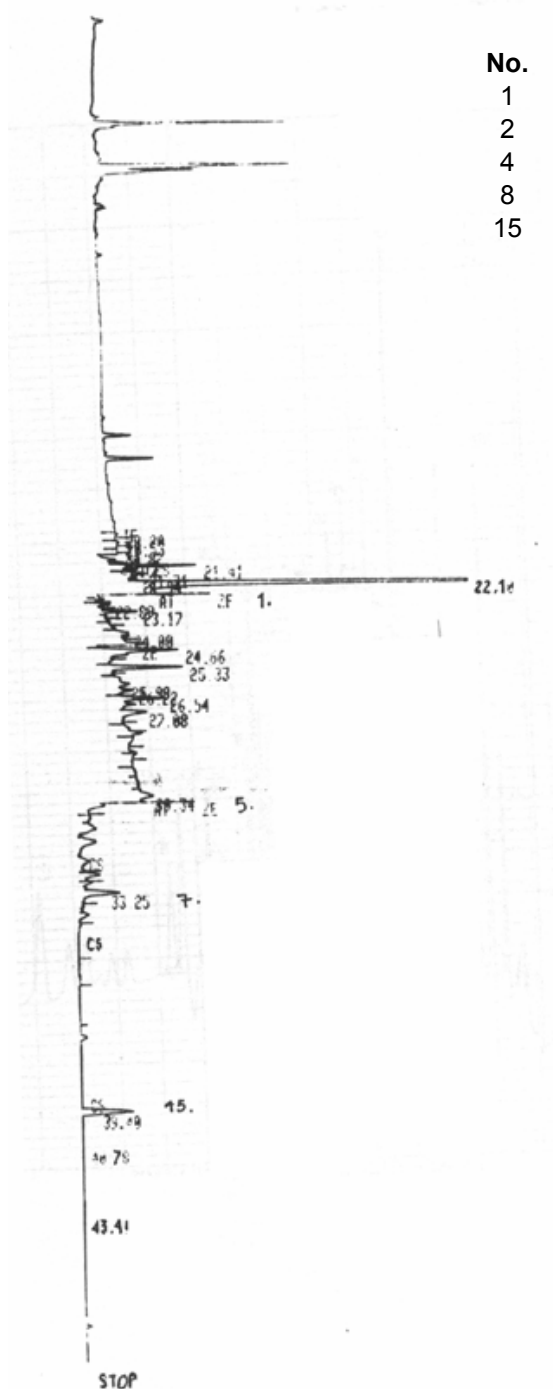


No.	mg/µL	Nombre
1	0.011	Lindano
2	0.010	Heptacloro
3	0.012	Aldrín
4	0.010	Epóxido de Heptacloro
5	0.008	Gamma-Clordano
6	0.010	o,p'-DDE
7	0.010	Alfa-Clordano
8	0.010	Dieldrin
9	0.011	p,p'-DDE
10	0.010	o,p'-DDD
11	0.012	Endrín
12	0.010	Endosulfán II
13	0.016	p,p'-DDD
14	0.011	o,p'-DDT
15	0.006	Sulfato de Endosulfán
16	0.011	p,p'-DDT
17	0.090	Metoxicloro

Cromatograma No. 25  
 Muestra No. 1  
 equivalente a Nivel de concentración: 0.010µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Graficador PE-024

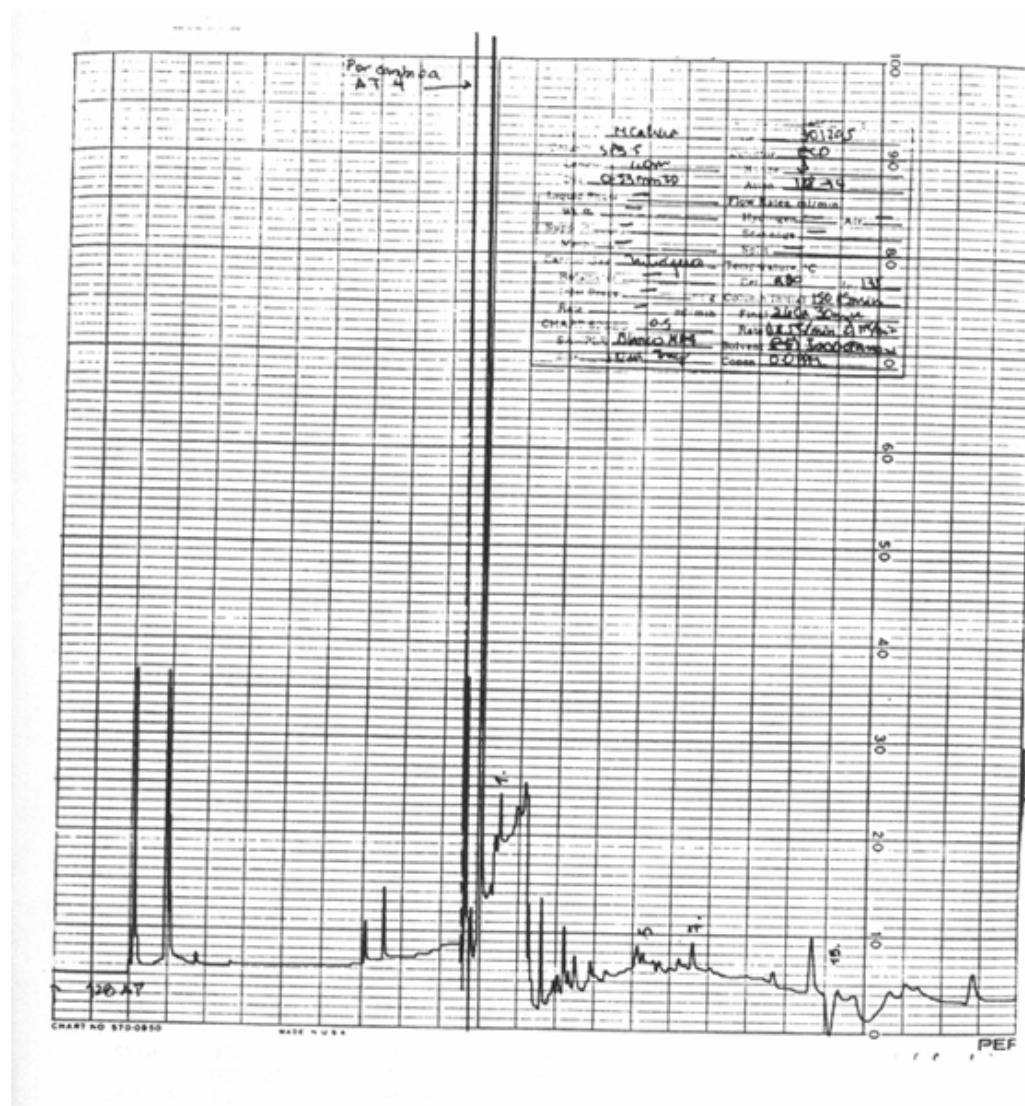


Cromatograma No. 26  
 Extracción de Blanco  
 equivalente a Nivel de Concentración: 0.010µg/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integrador HP-3396A

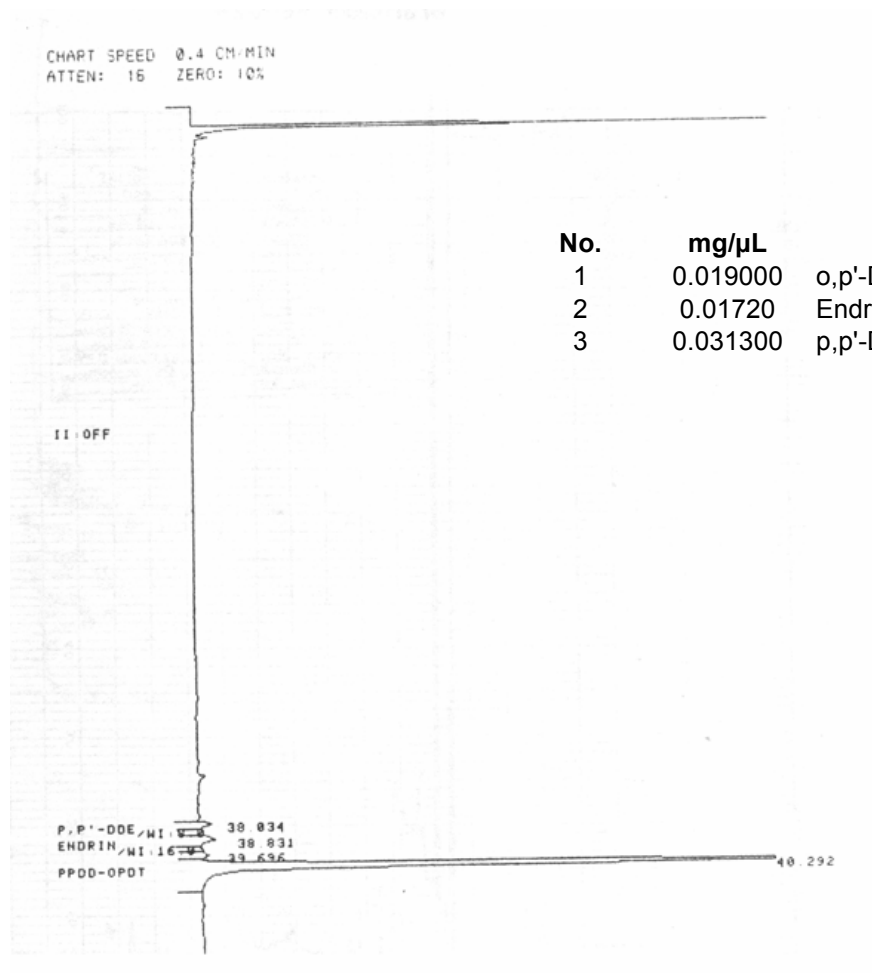


No.	mg/µL	Nombre
1	0.000208	Lindano
2	0.001	Heptacloro
4	0.000486	Epóxido de Heptacloro
8	0.000933	Dieldrin
15	0.007	Sulfato de Endosulfán

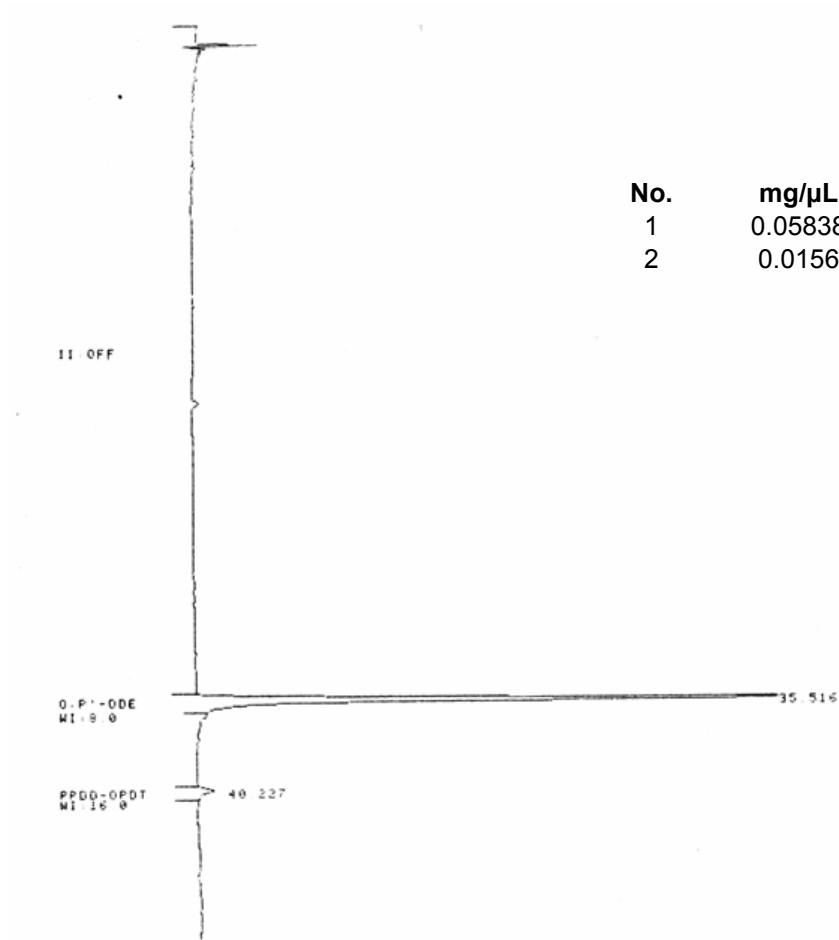
Cromatograma No. 27  
 Extracción de Blanco  
 equivalente a Nivel de concentración: 0.010 $\mu$ g/mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Graficador PE-024



Cromatograma No. 28  
Solución Patrón de o,p'-DDT  
Concentración aproximada: 1.0µg/mL  
Condiciones Cromatográficas Iniciales  
Sistema de Datos DS-604



Cromatograma No. 29  
Reacción de Identificación  
Deshidrohalogenación Alcalina para o,p'-DDT  
Concentración aproximada: 1.0µg/mL  
Condiciones Cromatográficas Iniciales  
Sistema de Datos DS-604



## APENDICE E

### Tablas de Resultados

**Tabla No. 14**

Repetibilidad de Concentración  
 Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15)  
 Volumen de Extracción: 50 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (µg/mL)						X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	1.0752	0.9426	0.8150	1.1112	1.1300	1.0938	1.03	0.12	12
2	Heptacloro	1.0824	1.0016	0.8877	1.0998	1.1008	1.0672	1.04	0.08	8
3	Aldrín	1.0067	0.9456	0.8099	1.0433	1.0682	1.0174	0.98	0.09	10
4	Epóxido de Heptacloro	1.0130	0.9561	0.7801	1.0786	1.0796	1.0192	0.99	0.11	11
5	Gamma-Clordano	0.9988	0.9854	0.8240	1.0198	1.0258	0.9507	0.97	0.08	8
6	o,p'-DDE	0.9911	0.9928	0.8474	1.0148	1.0568	0.9795	0.98	0.07	7
7	Alfa-Clordano	1.0100	0.9882	0.7981	1.0319	1.0804	1.0059	0.99	0.10	10
8	Dieldrin	1.0392	0.9929	0.8555	1.0772	1.0969	1.0248	1.01	0.09	9
9	p,p'-DDE	1.0193	0.9492	0.7747	1.0631	1.0770	0.9902	0.98	0.11	11
10	o,p'-DDD	1.0051	0.9903	0.8215	1.0011	1.0167	0.9091	0.96	0.08	8
11	Endrín	1.0687	1.0522	0.8747	1.0665	1.0982	0.9889	1.02	0.08	8
12	Endosulfán II	1.0099	1.0234	0.8652	1.0491	1.0922	0.9967	1.01	0.08	8
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	1.9589	2.0320	1.6893	2.0597	2.1780	1.9841	1.98	0.16	8
14	Sulfato de Endosulfán	0.9818	1.0134	0.9036	1.0199	1.0468	0.9579	0.99	0.05	5
15	p,p'-DDT	0.9969	1.0020	0.9184	0.9931	1.0541	0.9756	0.99	0.04	4
16	Metoxicloro	0.9700	0.9503	0.8662	0.9384	1.0657	0.9874	0.96	0.07	7

**Tabla No. 15**

Repetibilidad de Concentración  
 Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Diclorometano  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (µg/mL)						X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	1.393	1.460	1.476	1.613	1.492	1.536	1.50	0.07	5
2	Heptacloro	1.216	1.292	1.298	1.395	1.332	1.382	1.32	0.07	5
3	Aldrín	1.064	1.122	1.090	1.165	1.046	1.067	1.09	0.04	4
4	Epóxido de Heptacloro	1.162	1.214	1.193	1.277	1.132	1.175	1.19	0.05	4
5	Gamma-Clordano	1.062	1.086	1.070	1.126	1.021	1.053	1.07	0.04	3
6	o,p'-DDE	1.081	1.117	1.098	1.169	1.033	1.073	1.10	0.05	4
7	Alfa-Clordano	1.073	1.107	1.083	1.144	1.029	1.063	1.08	0.04	4
8	Dieldrin	1.087	1.114	1.095	1.151	1.056	1.092	1.10	0.03	3
9	p,p'-DDE	1.151	1.175	1.171	1.246	1.164	1.204	1.19	0.03	3
10	o,p'-DDD	1.129	1.173	1.158	1.241	1.142	1.178	1.17	0.04	3
11	Endrín	1.186	1.212	1.217	1.281	1.249	1.285	1.24	0.04	3
12	Endosulfán II	1.193	1.203	1.219	1.292	1.235	1.279	1.24	0.04	3
13	p,p'-DDD	1.129	1.136	1.146	1.208	1.118	1.174	1.15	0.03	3
14	o,p'-DDT	1.188	1.170	1.189	1.247	1.184	1.230	1.20	0.03	3
15	Sulfato de Endosulfán	1.180	1.194	1.201	1.256	1.226	1.274	1.22	0.04	3
16	p,p'-DDT	1.196	1.199	1.220	1.273	1.224	1.292	1.23	0.04	3
17	Metoxicloro	1.234	1.276	1.300	1.376	1.375	1.418	1.33	0.07	5

**Tabla No. 16**  
 Repetibilidad de Concentración  
 Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Diclorometano  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integración Manual

No.	Plaguicida	Número de Muestra (ug/mL)						X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	1.210	1.346	1.361	1.466	1.283	1.410	1.35	0.09	7
2	Heptacloro	1.053	1.276	1.289	1.401	1.322	1.395	1.29	0.13	10
3	Aldrín	1.061	1.143	1.113	1.183	1.061	1.096	1.11	0.05	4
4	Epóxido de Heptacloro	1.104	1.193	1.166	1.264	1.120	1.116	1.16	0.06	5
5	Gamma-Clordano	1.091	1.172	1.131	1.212	1.070	1.090	1.13	0.06	5
6	o,p'-DDE	1.067	1.150	1.129	1.212	1.057	1.098	1.12	0.06	5
7	Alfa-Clordano	1.073	1.127	1.106	1.165	1.051	1.073	1.10	0.04	4
8	Dieldrin	1.079	1.127	1.111	1.188	1.078	1.139	1.12	0.04	4
9	p,p'-DDE	1.024	1.071	1.120	1.150	1.021	1.102	1.08	0.05	5
10	o,p'-DDD	1.099	1.166	1.183	1.251	1.156	1.204	1.18	0.05	4
11	Endrín	1.082	1.211	1.138	1.357	1.321	1.284	1.23	0.11	9
12	Endosulfán II	1.132	1.283	1.283	1.396	1.358	1.321	1.30	0.09	7
13	p,p'-DDD	1.000	1.100	1.140	1.220	1.140	1.200	1.13	0.08	7
14	o,p'-DDT	1.176	1.118	1.176	1.413	1.382	1.441	1.28	0.14	11
15	Sulfato de Endosulfán	1.116	1.198	1.178	1.281	1.260	1.322	1.23	0.08	6
16	p,p'-DDT	1.071	1.286	1.143	1.214	1.111	1.386	1.20	0.12	10
17	Metoxicloro	1.241	1.379	1.310	1.517	1.410	1.586	1.41	0.13	9

**Tabla No. 17**  
 Repetibilidad de Concentración  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15)  
 Volumen de Extracción: 50 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (ug/mL)						X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	0.1062	0.0965	0.0991	0.0975	0.1012	0.1003	0.100	0.003	3
2	Heptacloro	0.1077	0.1011	0.1021	0.0977	0.1000	0.0981	0.101	0.004	4
3	Aldrín	0.1056	0.1042	0.1014	0.0992	0.1025	0.0991	0.102	0.003	3
4	Epóxido de Heptacloro	0.1058	0.0921	0.1002	0.0959	0.0994	0.0979	0.099	0.005	5
5	Gamma-Clordano	0.1045	0.0927	0.1009	0.0967	0.0999	0.1006	0.099	0.004	4
6	o,p'-DDE	0.1063	0.0978	0.1031	0.0976	0.1001	0.1016	0.101	0.003	3
7	Alfa-Clordano	0.1030	0.0950	0.1004	0.0975	0.0995	0.0990	0.099	0.003	3
8	Dieldrin	0.0985	0.0749	0.0956	0.0876	0.0951	0.0987	0.092	0.009	10
9	p,p'-DDE	0.0926	0.0851	0.0900	0.0869	0.0887	0.0906	0.089	0.003	3
10	o,p'-DDD	0.0850	0.0693	0.0847	0.0789	0.0830	0.0830	0.081	0.006	7
11	Endrín	0.0943	0.0719	0.0940	0.0889	0.0925	0.0931	0.089	0.009	10
12	Endosulfán II	0.1040	0.0692	0.1053	0.0969	0.1035	0.1082	0.098	0.015	15
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	0.1940	0.1675	0.2057	0.1959	0.1995	0.2095	0.195	0.015	8
14	Sulfato de Endosulfán	0.1077	0.0663	0.1090	0.1012	0.1089	0.1117	0.101	0.017	17
15	p,p'-DDT	0.1043	0.0878	0.1146	0.1097	0.1131	0.1179	0.108	0.011	10
16	Metoxicloro	0.1057	0.0666	0.1141	0.1076	0.1107	0.1164	0.104	0.019	18

**Tabla No. 18**  
 Repetibilidad de Concentración  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Diclorometano  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (ug/mL)						X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	0.109	0.091	0.109	0.094	0.115	0.101	0.103	0.009	9
2	Heptacloro	0.103	0.092	0.115	0.098	0.124	0.100	0.105	0.012	11
3	Aldrín	0.108	0.091	0.107	0.095	0.111	0.098	0.102	0.008	8
4	Epóxido de Heptacloro	0.108	0.090	0.106	0.093	0.112	0.099	0.101	0.009	9
5	Gamma-Clordano	0.108	0.091	0.106	0.092	0.111	0.100	0.101	0.008	8
6	o,p'-DDE	0.110	0.089	0.106	0.090	0.112	0.100	0.101	0.010	10
7	Alfa-Clordano	0.108	0.092	0.107	0.094	0.112	0.100	0.102	0.008	8
8	Dieldrin	0.107	0.093	0.106	0.094	0.111	0.099	0.102	0.007	7
9	p,p'-DDE	0.107	0.094	0.107	0.096	0.112	0.101	0.103	0.007	7
10	o,p'-DDD	0.109	0.093	0.108	0.096	0.113	0.101	0.103	0.008	8
11	Endrín	0.107	0.093	0.110	0.098	0.116	0.101	0.104	0.008	8
12	Endosulfán II	0.106	0.093	0.107	0.097	0.112	0.101	0.103	0.007	7
13	p,p'-DDD	0.107	0.093	0.106	0.095	0.110	0.100	0.102	0.007	7
14	o,p'-DDT	0.107	0.093	0.110	0.098	0.117	0.103	0.105	0.009	8
15	Sulfato de Endosulfán	0.112	0.098	0.116	0.110	0.120	0.109	0.111	0.007	7
16	p,p'-DDT	0.110	0.096	0.110	0.104	0.114	0.104	0.106	0.006	6
17	Metoxicloro	0.111	0.091	0.111	0.098	0.122	0.112	0.108	0.011	10

**Tabla No. 19**  
 Repetibilidad de Concentración  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Diclorometano  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integración Manual

No.	Plaguicida	Número de Muestra (ug/mL)						X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	0.101	0.074	0.095	0.078	0.101	0.083	0.089	0.012	13
2	Heptacloro	0.071	0.058	0.072	0.063	0.079	0.069	0.069	0.007	11
3	Aldrín	0.106	0.090	0.105	0.092	0.111	0.098	0.100	0.008	8
4	Epóxido de Heptacloro	0.106	0.090	0.105	0.094	0.111	0.100	0.101	0.008	8
5	Gamma-Clordano	0.101	0.092	0.107	0.095	0.112	0.097	0.101	0.008	8
6	o,p'-DDE	0.107	0.088	0.106	0.093	0.109	0.098	0.100	0.009	9
7	Alfa-Clordano	0.105	0.090	0.105	0.094	0.111	0.098	0.101	0.008	8
8	Dieldrin	0.105	0.092	0.105	0.094	0.111	0.100	0.101	0.007	7
9	p,p'-DDE	0.104	0.091	0.106	0.098	0.112	0.102	0.102	0.007	7
10	o,p'-DDD	0.100	0.089	0.099	0.089	0.105	0.095	0.096	0.006	7
11	Endrín	0.100	0.086	0.100	0.077	0.107	0.097	0.095	0.011	12
12	Endosulfán II	0.110	0.093	0.107	0.097	0.107	0.083	0.100	0.010	10
13	p,p'-DDD	0.107	0.093	0.105	0.107	0.109	0.097	0.103	0.006	6
14	o,p'-DDT	0.112	0.094	0.112	0.106	0.112	0.100	0.106	0.008	7
15	Sulfato de Endosulfán	0.099	0.090	0.105	0.095	0.112	0.101	0.100	0.008	8
16	p,p'-DDT	0.104	0.088	0.108	0.096	0.112	0.096	0.101	0.009	9
17	Metoxicloro	0.109	0.084	0.103	0.097	0.121	0.103	0.103	0.012	12

**Tabla No. 20**  
 Repetibilidad de Concentración  
 Nivel de Concentración: 0.01 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Eter de Petróleo - Diclorometano (85:15)  
 Volumen de Extracción: 50 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (µg/mL)						X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	0.0099	0.0102	0.0110	0.0112	0.0111	0.0091	0.010	0.001	8
2	Heptacloro	0.0090	0.0101	0.0113	0.0108	0.0102	0.0086	0.010	0.001	10
3	Aldrín	0.0101	0.0109	0.0116	0.0115	0.0116	0.0093	0.011	0.001	9
4	Epóxido de Heptacloro	0.0103	0.0106	0.0111	0.0110	0.0108	0.0091	0.010	0.001	7
5	Gamma-Clordano	0.0100	0.0099	0.0111	0.0109	0.0110	0.0091	0.010	0.001	8
6	o,p'-DDE	0.0102	0.0109	0.0114	0.0113	0.0111	0.0090	0.011	0.001	9
7	Alfa-Clordano	0.0102	0.0114	0.0114	0.0117	0.0112	0.0091	0.011	0.001	9
8	Dieldrin	0.0090	0.0089	0.0101	0.0103	0.0102	0.0089	0.010	0.001	7
9	p,p'-DDE	0.0102	0.0107	0.0116	0.0112	0.0112	0.0093	0.011	0.001	8
10	o,p'-DDD	0.0077	0.0082	0.0084	0.0081	0.0089	0.0069	0.008	0.001	8
11	Endrín	0.0079	0.0082	0.0083	0.0082	0.0085	0.0069	0.008	0.001	7
12	Endosulfán II	0.0081	0.0100	0.0092	0.0090	0.0091	0.0075	0.009	0.001	10
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	0.0208	0.0226	0.0236	0.0228	0.0240	0.0191	0.022	0.002	8
14	Sulfato de Endosulfán	0.0103	0.0110	0.0113	0.1040	0.0108	0.0087	0.026	0.038	147
15	p,p'-DDT	0.0103	0.0125	0.0107	0.0110	0.0113	0.0084	0.011	0.001	13
16	Metoxicloro	0.0101	0.0136	0.0145	0.0108	0.0122	0.0083	0.012	0.002	20

**Tabla No. 21**  
 Repetibilidad de Concentración  
 Nivel de Concentración: 0.01 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Diclorometano  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (µg/mL)						X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	0.010	0.010	0.009	0.010	0.008	0.009	0.009	0.001	9
2	Heptacloro	0.010	0.010	0.009	0.011	0.009	0.010	0.010	0.001	8
3	Aldrín	0.010	0.010	0.008	0.010	0.009	0.010	0.010	0.001	9
4	Epóxido de Heptacloro	0.010	0.010	0.009	0.010	0.008	0.009	0.009	0.001	9
5	Gamma-Clordano	0.010	0.010	0.010	0.014	0.009	0.010	0.011	0.002	17
6	o,p'-DDE	0.009	0.009	0.008	0.012	0.009	0.009	0.009	0.001	15
7	Alfa-Clordano	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	0.001	6
8	Dieldrin	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	0.001	6
9	p,p'-DDE	0.011	0.011	0.010	0.012	0.010	0.011	0.011	0.001	7
10	o,p'-DDD	0.010	0.010	0.009	0.011	0.009	0.010	0.010	0.001	8
11	Endrín	0.011	0.010	0.009	0.011	0.008	0.009	0.010	0.001	13
12	Endosulfán II	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	0.001	6
13	p,p'-DDD	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	0.001	6
14	o,p'-DDT	0.010	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010	0.010	0.001	5
15	Sulfato de Endosulfán	0.011	0.009	0.008	0.014	0.008	0.007	0.010	0.003	27
16	p,p'-DDT	0.010	0.008	0.007	0.011	0.008	0.007	0.009	0.002	19
17	Metoxicloro	0.010	0.010	0.008	0.010	0.009	0.012	0.010	0.001	14

**Tabla No. 22**  
 Repetibilidad de Concentración  
 Nivel de Concentración: 0.01 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Diclorometano  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integración Manual

No.	Plaguicida	Número de Muestra (µg/mL)						X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0
2	Heptacloro	0.009	0.009	0.007	0.009	0.008	0.008	0.008	0.001	10
3	Aldrín	0.009	0.009	0.008	0.009	0.008	0.009	0.009	0.001	6
4	Epóxido de Heptacloro	0.007	0.007	0.006	0.007	0.006	0.006	0.007	0.001	8
5	Gamma-Clordano	0.010	0.010	0.009	0.011	0.008	0.008	0.009	0.001	13
6	o,p'-DDE	0.009	0.009	0.008	0.009	0.011	0.009	0.009	0.001	11
7	Alfa-Clordano	0.009	0.009	0.008	0.009	0.008	0.008	0.009	0.001	6
8	Dieldrin	0.009	0.009	0.008	0.009	0.008	0.009	0.009	0.001	6
9	p,p'-DDE	0.009	0.009	0.008	0.009	0.008	0.009	0.009	0.001	6
10	o,p'-DDD	0.009	0.009	0.008	0.008	0.008	0.009	0.009	0.001	6
11	Endrín	0.010	0.009	0.007	0.010	0.008	0.009	0.009	0.001	13
12	Endosulfán II	0.010	0.010	0.008	0.010	0.008	0.008	0.009	0.001	12
13	p,p'-DDD	0.009	0.009	0.008	0.012	0.007	0.008	0.009	0.002	19
14	o,p'-DDT	0.009	0.009	0.007	0.009	0.007	0.007	0.008	0.001	14
15	Sulfato de Endosulfán	0.009	0.010	0.008	0.010	0.008	0.008	0.009	0.001	11
16	p,p'-DDT	0.009	0.009	0.008	0.009	0.008	0.008	0.009	0.001	6
17	Metoxicloro	0.013	0.013	0.011	0.016	0.012	0.010	0.013	0.002	17

**Tabla No. 23**  
 Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos  
 Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Eter de Petróleo - Diclorometano (85:15)  
 Volumen de Extracción: 50 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (minutos)						X (µg/mL), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	23.022	23.075	23.028	22.809	22.693	22.529	22.86	0.22	1.0
2	Heptacloro	28.935	28.999	28.921	28.726	28.632	28.497	28.79	0.20	0.7
3	Aldrín	31.374	31.445	31.342	31.171	31.078	30.952	31.23	0.19	0.6
4	Epóxido de Heptacloro	34.568	34.640	34.511	34.364	34.280	34.161	34.42	0.18	0.5
5	Gamma-Clordano	35.847	35.922	35.788	35.636	35.556	35.442	35.70	0.18	0.5
6	o,p'-DDE	36.565	36.640	36.505	36.355	36.278	36.173	36.42	0.18	0.5
7	Alfa-Clordano	36.856	36.933	36.790	36.644	36.566	36.455	36.71	0.18	0.5
8	Dieldrin	38.225	38.300	38.153	38.008	37.929	37.819	38.07	0.18	0.5
9	p,p'-DDE	38.657	38.729	38.579	38.449	38.371	38.267	38.51	0.18	0.5
10	o,p'-DDD	39.066	39.144	38.992	38.854	38.776	38.675	38.92	0.18	0.5
11	Endrín	39.474	39.553	39.396	39.256	39.176	39.068	39.32	0.19	0.5
12	Endosulfán II	40.101	40.181	40.018	39.883	39.805	39.699	39.95	0.18	0.5
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	41.375	41.375	41.375	41.375	41.375	41.275	41.36	0.04	0.1
14	Sulfato de Endosulfán	42.844	42.936	42.738	42.595	42.511	42.403	42.67	0.20	0.5
15	p,p'-DDT	43.588	43.685	43.476	43.331	43.245	43.133	43.41	0.21	0.5
16	Metoxicloro	48.293	48.370	48.180	48.067	47.997	47.908	48.14	0.18	0.4

**Tabla No. 24**  
 Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos  
 Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Diclorometano  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (minutos)						X (minutos) n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	22.85	22.86	22.82	22.87	22.83	22.83	22.84	0.02	0.09
2	Heptacloro	25.99	25.99	25.96	26.02	25.96	25.98	25.98	0.02	0.09
3	Aldrín	27.85	27.85	27.81	27.89	27.81	27.82	27.84	0.03	0.11
4	Epóxido de Heptacloro	30.18	30.18	30.15	30.24	30.14	30.15	30.17	0.04	0.12
5	Gamma-Clordano	31.10	31.10	31.07	31.16	31.06	31.05	31.09	0.04	0.13
6	o,p'-DDE	31.40	31.40	31.37	31.47	31.36	31.37	31.40	0.04	0.13
7	Alfa-Clordano	32.43	32.42	32.40	32.50	32.39	32.40	32.42	0.04	0.12
8	Dieldrín	33.15	33.14	33.12	33.23	33.10	33.12	33.14	0.05	0.14
9	p,p'-DDE	33.98	33.96	33.94	34.06	33.93	33.95	33.97	0.05	0.14
10	o,p'-DDD	34.37	34.36	34.34	34.45	34.33	34.34	34.37	0.04	0.13
11	Endrín	36.33	36.31	36.29	36.42	36.27	36.30	36.32	0.05	0.15
12	Endosulfán II	36.67	36.64	36.63	36.76	36.61	36.63	36.66	0.05	0.15
13	p,p'-DDD	36.98	36.95	36.94	37.07	36.92	36.94	36.97	0.05	0.15
14	o,p'-DDT	37.26	37.23	37.22	37.36	37.20	37.23	37.25	0.06	0.15
15	Sulfato de Endosulfán	40.58	40.53	40.52	40.68	40.50	40.54	40.56	0.07	0.16
16	p,p'-DDT	41.12	41.07	41.06	41.23	41.04	41.08	41.10	0.07	0.17
17	Metoxicloro	47.41	47.35	47.34	47.55	47.30	47.37	47.39	0.09	0.19

**Tabla No. 25**  
 Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15)  
 Volumen de Extracción: 50 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (minutos)					X (minutos), n= 5	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5			
1	Lindano	22.966	23.034	23.018	23.060	22.973	23.01	0.04	0.2
2	Heptacloro	28.912	28.966	28.954	28.975	28.896	28.94	0.03	0.1
3	Aldrín	31.342	31.392	31.384	31.400	31.319	31.37	0.04	0.1
4	Epóxido de Heptacloro	34.530	34.577	34.568	34.577	34.493	34.55	0.04	0.1
5	Gamma-Clordano	35.817	35.863	35.853	35.867	35.779	35.84	0.04	0.1
6	o,p'-DDE	36.549	36.594	36.584	36.596	36.507	36.57	0.04	0.1
7	Alfa-Clordano	36.832	36.877	36.867	36.882	36.790	36.85	0.04	0.1
8	Dieldrín	38.208	38.256	38.244	38.255	38.162	38.23	0.04	0.1
9	p,p'-DDE	38.632	38.678	38.666	38.679	38.584	38.65	0.04	0.1
10	o,p'-DDD	39.053	39.101	39.090	39.101	39.006	39.07	0.04	0.1
11	Endrín	39.458	39.505	39.494	39.505	39.406	39.47	0.04	0.1
12	Endosulfán II	40.088	40.136	40.124	40.135	40.034	40.10	0.04	0.1
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	41.375	41.375	41.375	41.375	41.375	41.38	0.00	0.0
14	Sulfato de Endosulfán	42.839	42.890	42.877	42.888	42.763	42.85	0.05	0.1
15	p,p'-DDT	43.572	43.624	43.611	43.622	43.492	43.58	0.06	0.1
16	Metoxicloro	48.285	48.331	48.314	48.324	48.207	48.29	0.05	0.1

**Tabla No. 26**  
 Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Diclorometano  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (minutos)						X (minutos) n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	22.87	22.92	22.90	22.86	22.87	22.87	22.88	0.02	0.10
2	Heptacloro	26.04	26.09	26.06	26.01	26.02	26.03	26.04	0.03	0.11
3	Aldrín	27.90	27.96	27.92	27.87	27.88	27.89	27.90	0.03	0.12
4	Epóxido de Heptacloro	30.20	30.31	30.26	30.21	30.21	30.23	30.24	0.04	0.14
5	Gamma-Clordano	31.19	31.26	31.20	31.14	31.15	31.17	31.19	0.04	0.14
6	o,p'-DDE	31.48	31.56	31.50	31.44	31.45	31.46	31.48	0.04	0.14
7	Alfa-Clordano	32.52	32.60	32.53	32.47	32.48	32.49	32.52	0.05	0.15
8	Dieldrin	33.25	33.33	33.26	33.20	33.21	33.23	33.25	0.05	0.14
9	p,p'-DDE	34.09	34.17	34.10	34.03	34.05	34.06	34.08	0.05	0.15
10	o,p'-DDD	34.48	34.56	34.49	34.42	34.43	34.45	34.47	0.05	0.15
11	Endrín	36.45	36.55	36.46	36.40	36.41	36.42	36.45	0.05	0.15
12	Endosulfán II	36.80	36.80	36.89	36.73	36.75	36.77	36.79	0.06	0.15
13	p,p'-DDD	37.10	37.20	37.11	37.04	37.05	37.07	37.10	0.06	0.16
14	o,p'-DDT	37.39	37.49	37.39	37.33	37.34	37.36	37.38	0.06	0.15
15	Sulfato de Endosulfán	40.72	40.83	40.72	40.65	40.67	40.68	40.71	0.06	0.16
16	p,p'-DDT	41.28	41.38	41.26	41.19	41.20	41.23	41.26	0.07	0.17
17	Metoxicloro	47.63	47.77	47.59	47.52	47.53	47.55	47.60	0.09	0.20

**Tabla No. 27**  
 Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos  
 Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Eter de Petróleo - Diclorometano (85:15)  
 Volumen de Extracción: 50 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (minutos)						X (minutos) n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	22.839	22.753	22.628	22.628	22.676	22.519	22.7	0.1	0.5
2	Heptacloro	28.794	28.702	28.597	28.604	28.627	28.507	28.6	0.1	0.3
3	Aldrín	31.220	31.129	31.034	31.043	31.063	30.953	31.1	0.1	0.3
4	Epóxido de Heptacloro	34.406	34.311	34.227	34.241	34.247	34.155	34.3	0.1	0.2
5	Gamma-Clordano	35.692	35.593	35.514	35.533	35.531	35.446	35.6	0.1	0.2
6	o,p'-DDE	36.429	36.333	36.259	36.275	36.268	36.191	36.3	0.1	0.2
7	Alfa-Clordano	36.708	36.611	36.532	36.547	36.544	36.464	36.6	0.1	0.2
8	Dieldrin	38.076	37.975	37.904	37.923	37.914	37.837	37.9	0.1	0.2
9	p,p'-DDE	38.509	39.416	38.344	38.359	38.348	38.277	38.5	0.4	1.1
10	o,p'-DDD	38.934	38.839	38.769	38.786	38.772	38.703	38.8	0.1	0.2
11	Endrín	39.329	39.228	39.155	39.174	39.161	39.089	39.2	0.1	0.2
12	Endosulfán II	39.959	39.861	39.789	39.806	39.790	39.722	39.8	0.1	0.2
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	41.048	40.969	40.907	40.928	40.894	40.831	40.9	0.1	0.2
14	Sulfato de Endosulfán	42.692	42.587	42.508	42.534	42.509	42.433	42.5	0.1	0.2
15	p,p'-DDT	43.415	43.296	43.223	43.253	43.218	43.149	43.3	0.1	0.2
16	Metoxicloro	48.150	48.048	47.997	48.022	47.978	47.926	48.0	0.1	0.2

**Tabla No. 28**  
 Repetibilidad de Tiempos de Retención Absolutos  
 Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Diclorometano  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (minutos)						X (minutos) n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	22.78	22.83	22.86	22.87	22.91	22.95	22.87	0.06	0.26
2	Heptacloro	25.92	25.97	26.01	26.03	26.08	26.11	26.02	0.07	0.27
3	Aldrín	27.76	27.82	27.87	27.89	27.94	27.97	27.88	0.08	0.28
4	Epóxido de Heptacloro	30.08	30.15	30.20	30.23	30.28	30.31	30.21	0.08	0.28
5	Gamma-Clordano	31.01	31.08	31.14	31.17	31.23	31.26	31.15	0.09	0.30
6	o,p'-DDE	31.31	31.38	31.44	31.48	31.52	31.56	31.45	0.09	0.29
7	Alfa-Clordano	32.33	32.40	32.47	32.50	32.56	32.59	32.48	0.10	0.30
8	Dieldrín	33.05	33.13	33.19	33.23	33.28	33.32	33.20	0.10	0.30
9	p,p'-DDE	33.88	33.96	34.03	34.07	34.12	34.17	34.04	0.11	0.31
10	o,p'-DDD	34.27	34.35	34.41	34.45	34.51	34.55	34.42	0.10	0.30
11	Endrín	36.22	36.30	36.38	36.44	36.48	36.53	36.39	0.12	0.32
12	Endosulfán II	36.56	36.64	36.73	36.77	36.84	36.88	36.74	0.12	0.33
13	p,p'-DDD	36.87	36.94	37.03	37.08	37.15	37.18	37.04	0.12	0.32
14	o,p'-DDT	37.15	37.24	37.31	37.37	37.43	37.46	37.33	0.12	0.32
15	Sulfato de Endosulfán	40.44	40.54	40.64	40.71	40.76	40.79	40.65	0.14	0.33
16	p,p'-DDT	40.98	41.07	41.19	41.23	41.30	41.34	41.19	0.14	0.33
17	Metoxicloro	47.26	47.35	47.51	47.57	47.68	47.69	47.51	0.17	0.37

**Tabla No. 29**  
Evaluación de Respuesta del Detector  
Tipo de Detector: Captura de Electrones  
Niveles de Concentración: Entre 1.0 y 0.01 µg/mL  
Condiciones Cromatográficas Finales  
Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Concentración (µg/mL)							
		0.750	0.500	0.250	0.100	0.075	0.050	0.025	0.010
1	Lindano	<b>1,558,300</b>	975,650	444,680	198,770	133,860	121,606	40,442	19,012
2	Heptacloro	1,331,900	866,730	410,440	184,830	116,280	109,930	36,136	18,320
3	Aldrín	1,401,200	920,310	440,060	194,830	123,330	115,600	39,136	19,289
4	Epóxido de Heptacloro	2,344,100	1,437,500	670,900	300,680	201,920	181,880	59,159	29,832
5	Gamma-Clordano	823,950	564,790	287,410	130,930	91,967	81,774	28,154	14,045
6	o,p'-DDE	1,571,700	1,028,900	504,050	220,170	155,320	140,680	46,951	23,470
7	Alfa-Clordano	1,493,600	989,340	488,990	221,900	150,510	136,730	45,027	22,619
8	Dieldrin	1,394,200	923,140	455,390	207,540	141,370	127,470	42,921	12,690
9	p,p'-DDE	640,980	440,550	224,210	103,110	69,920	62,977	20,718	10,822
10	o,p'-DDD	1,144,200	774,140	384,590	173,280	116,770	104,800	33,948	17,116
11	Endrín	714,410	514,030	260,350	123,100	79,412	72,870	22,732	11,949
12	Endosulfán II	980,980	<b>664,990</b>	332,820	151,260	102,400	91,428	30,328	15,145
13	p,p'-DDD	909,630	605,120	308,820	141,330	95,626	87,568	28,897	13,947
14	o,p'-DDT	<b>778,097</b>	534,720	270,080	120,580	82,152	72,576	23,567	11,935
15	Sulfato de Endosulfán	<b>879,700</b>	600,530	294,670	137,550	92,059	82,734	36,568	23,418
16	p,p'-DDT	480,950	303,390	155,800	72,909	48,014	45,704	19,844	12,001
17	Metoxicloro	556,200	373,470	181,310	75,587	54,353	48,288	15,393	7,424

**Tabla No. 30**  
Evaluación de Respuesta del Detector  
Tipo de Detector: Captura de Electrones  
Niveles de Concentración: Entre 1.0 y 0.01 µg/mL  
Condiciones Cromatográficas Finales  
Integración Manual por Altura de Pico (cm)

No.	Plaguicida	Concentración (µg/mL)							
		0.750	0.500	0.250	0.100	0.075	0.050	0.025	0.010
1	Lindano	910	580	260	112	79	72	23	12
2	Heptacloro	630	410	187	84	58	52	17	8
3	Aldrín	570	370	174	76	53	48	15	8.6
4	Epóxido de Heptacloro	860	517	231	104	70	64	20	12
5	Gamma-Clordano	265	175	89	42	29	25	8.7	4.4
6	o,p'-DDE	485	312	152	66	47	36	14	7.1
7	Alfa-Clordano	460	297	144	64	45	41	12	6.9
8	Dieldrin	437	279	137	62	42	38	12	6.6
9	p,p'-DDE	180	124	62	28	19	17	5	3
10	o,p'-DDD	305	204	102	43	30	27	8.1	4.4
11	Endrín	150	130	56	26	17	16	4.7	2.5
12	Endosulfán II	190	127	64	28	19	17	5	2.9
13	p,p'-DDD	140	95	49	21	14	14	3.7	2.2
14	o,p'-DDT	125	85	44	20	14	12	3.1	2
15	Sulfato de Endosulfán	175	120	59	25	17	15	4.1	2.3
16	p,p'-DDT	85	54	26	11	7.5	7.5	1.9	0.9
17	Metoxicloro	80	55	26	11	7.5	7.2	2.2	1.1

**Tabla No. 31**  
 Porcentajes de Recuperación  
 Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Eter de Petróleo - Diclorometano (85:15)  
 Volumen de Extracción: 50 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)				X (%) n=4	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		3	4	5	6			
1	Lindano	105.19	91.45	99.96	95.70	98	6	6
2	Heptacloro	99.00	89.51	90.25	90.61	92	4	5
3	Aldrin	89.16	75.97	77.67	79.67	81	6	7
4	Epóxido de Heptacloro	97.34	88.80	97.55	87.05	93	6	6
5	Gamma-Clordano	103.27	93.59	96.62	90.07	96	6	6
6	o,p'-DDE	96.51	78.93	77.91	75.58	82	10	12
7	Alfa-Clordano	104.35	95.52	95.52	88.90	96	6	7
8	Dieldrin	90.12	83.05	90.86	81.85	86	5	5
9	p,p'-DDE	92.44	68.23	75.73	75.68	78	10	13
10	o,p'-DDD	94.30	85.13	86.78	88.71	89	4	4
11	Endrin	106.38	89.53	94.57	95.86	97	7	7
12	Endosulfán II	58.27	53.88	44.39	51.21	52	6	11
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	165.65	158.73	146.87	162.44	158	8	5
14	Sulfato de Endosulfán	96.00	90.08	91.13	85.52	91	4	5
15	p,p'-DDT	83.14	77.45	75.82	73.37	77	4	5
16	Metoxicloro	76.74	62.35	86.27	61.74	72	12	17

**Tabla No. 32**  
 Porcentajes de Recuperación  
 Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Eter de Petróleo - Diclorometano (85:15)  
 Volumen de Extracción: 50 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Manual

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)						X (%), n = 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	105.43	100.96	110.17	87.29	98.30	98.08	100	8	8
2	Heptacloro	103.37	97.60	93.04	81.74	89.56	89.42	92	7	8
3	Aldrin	98.92	96.30	89.43	78.05	85.37	89.81	90	8	8
4	Epóxido de Heptacloro	105.22	97.07	105.97	84.28	98.11	91.86	97	8	8
5	Gamma-Clordano	111.96	97.39	100.00	82.68	94.49	94.78	97	9	10
6	o,p'-DDE	106.31	98.24	101.67	87.50	100.00	89.47	97	7	8
7	Alfa-Clordano	126.11	115.31	123.08	101.92	107.21	111.22	114	9	8
8	Dieldrin	109.23	98.77	112.96	97.53	104.94	94.48	103	7	7
9	p,p'-DDE	113.93	102.56	104.94	92.59	103.70	98.72	103	7	7
10	o,p'-DDD	112.50	96.77	107.53	94.62	105.38	96.77	102	7	7
11	Endrin	121.67	107.24	118.24	101.89	111.95	105.92	111	8	7
12	Endosulfán II	110.48	100.75	118.66	96.27	104.48	93.23	104	9	9
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	109.86	104.02	117.44	93.02	111.05	94.83	105	10	9
14	Sulfato de Endosulfán	105.00	106.52	123.91	95.68	108.70	95.65	106	10	10
15	p,p'-DDT	111.76	106.78	115.52	97.41	117.24	98.30	108	9	8
16	Metoxicloro	108.00	103.57	110.00	86.67	100.00	98.21	101	8	8

**Tabla No. 33**  
 Porcentajes de Recuperación  
 Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Diclorometano  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)						X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	108.8	86.1	126.1	100.4	118.4	99.0	106	14	14
2	Heptacloro	105.9	89.9	123.4	103.8	117.6	97.2	106	12	12
3	Aldrín	95.7	84.5	109.8	95.4	106.4	92.3	97	9	10
4	Epóxido de Heptacloro	119.4	91.6	140.8	117.9	134.7	106.0	118	18	15
5	Gamma-Clordano	105.0	94.1	115.7	106.6	113.9	99.6	106	8	8
6	o,p'-DDE	105.8	90.9	119.7	107.7	116.7	97.8	106	11	10
7	Alfa-Clordano	107.1	94.3	122.9	109.6	121.8	100.8	109	11	10
8	Dieldrin	107.9	95.8	123.1	112.7	122.7	102.3	111	11	10
9	p,p'-DDE	107.3	98.5	119.0	111.8	118.0	103.9	110	8	7
10	o,p'-DDD	107.7	96.8	121.5	111.2	119.8	103.2	110	10	9
11	Endrín	125.2	113.3	140.2	124.5	122.6	124.7	125	9	7
12	Endosulfán II	109.9	101.2	122.9	117.4	124.6	108.4	114	9	8
13	p,p'-DDD	115.6	107.4	130.0	123.4	133.9	115.6	121	10	8
14	o,p'-DDT	107.7	99.0	118.9	112.0	118.5	102.7	110	8	7
15	Sulfato de Endosulfán	107.0	99.1	120.8	113.1	120.3	104.4	111	9	8
16	p,p'-DDT	104.8	99.5	119.7	114.5	128.4	114.7	114	10	9
17	Metoxicloro	102.3	99.5	116.0	116.6	138.2	106.8	113	14	12

**Tabla No. 34**  
 Porcentajes de Recuperación  
 Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Diclorometano  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integración Manual

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)						X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	111.0	103.6	128.6	109.0	107.0	95.1	109	11	10
2	Heptacloro	110.3	94.3	125.9	107.8	98.6	83.9	103	15	14
3	Aldrín	106.4	93.8	118.9	108.3	101.6	86.3	103	11	11
4	Epóxido de Heptacloro	128.5	105.8	129.7	127.6	100.5	95.1	115	16	14
5	Gamma-Clordano	114.5	106.0	128.9	115.7	111.6	99.0	113	10	9
6	o,p'-DDE	116.5	98.9	130.4	115.2	106.5	89.9	110	14	13
7	Alfa-Clordano	120.9	105.1	138.6	123.4	112.6	93.4	116	16	14
8	Dieldrin	118.5	100.6	135.4	125.1	111.8	93.1	114	16	14
9	p,p'-DDE	114.8	106.5	129.6	120.4	117.8	97.7	114	11	10
10	o,p'-DDD	116.6	104.9	132.3	116.6	111.5	96.6	113	12	11
11	Endrín	157.5	138.3	180.9	149.0	120.7	124.1	145	23	16
12	Endosulfán II	114.0	103.2	125.4	120.6	113.5	98.6	113	10	9
13	p,p'-DDD	150.0	142.7	178.9	171.0	134.6	117.3	149	23	15
14	o,p'-DDT	111.0	102.4	122.0	109.8	110.7	95.8	109	9	8
15	Sulfato de Endosulfán	118.2	110.4	133.6	121.8	114.4	98.4	116	12	10
16	p,p'-DDT	141.5	136.6	165.9	156.1	138.5	123.1	144	15	11
17	Metoxicloro	106.4	106.4	121.3	123.4	122.4	93.1	112	12	11

**Tabla No. 35**  
 Porcentajes de Recuperación  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Eter de Petróleo - Diclorometano (85:15)  
 Volumen de Extracción: 50 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)						X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	85.8	88.2	75.2	86.0	93.0	105.3	89	10	11
2	Heptacloro	100.8	117.2	107.3	111.5	104.1	122.0	110	8	7
3	Aldrín	64.6	66.6	61.9	65.9	68.9	76.7	67	5	8
4	Epóxido de Heptacloro	73.7	84.1	79.5	78.1	92.6	96.9	84	9	11
5	Gamma-Clordano	69.6	72.1	82.8	90.4	80.8	80.6	79	8	10
6	o,p'-DDE	65.0	69.7	72.8	78.8	75.4	80.1	74	6	8
7	Alfa-Clordano	81.4	83.8	89.3	96.5	96.4	93.2	90	6	7
8	Dieldrín	70.8	72.5	71.0	82.2	82.3	82.0	77	6	8
9	p,p'-DDE	76.9	76.0	75.4	86.8	86.4	85.4	81	6	7
10	o,p'-DDD	71.7	75.3	74.3	84.0	84.0	82.7	79	6	7
11	Endrín	86.7	86.1	82.1	93.9	92.7	95.4	89	5	6
12	Endosulfán II	51.0	43.7	44.4	84.9	69.1	72.0	61	17	28
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	148.0	143.6	145.7	170.3	169.4	168.7	158	13	8
14	Sulfato de Endosulfán	66.7	67.1	64.9	86.0	87.5	83.5	76	11	14
15	p,p'-DDT	77.1	64.9	64.4	79.2	78.4	75.9	73	7	9
16	Metoxicloro	56.0	51.0	53.1	50.5	61.1	58.5	55	4	8

**Tabla No. 36**  
 Porcentajes de Recuperación  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Eter de Petróleo - Diclorometano (85:15)  
 Volumen de Extracción: 50 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Manual

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)						X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	101.1	91.4	95.5	99.1	100.0	84.1	95.2	6.5	6.8
2	Heptacloro	90.7	86.5	85.3	91.6	87.7	75.4	86.2	5.8	6.7
3	Aldrín	89.2	86.0	77.7	89.3	87.1	75.0	84.1	6.2	7.3
4	Epóxido de Heptacloro	97.4	87.5	94.1	94.4	94.9	92.5	93.5	3.3	3.6
5	Gamma-Clordano	92.3	90.6	87.0	90.2	90.8	90.8	90.3	1.8	1.9
6	o,p'-DDE	102.3	92.2	87.7	92.3	95.2	90.5	93.4	5.0	5.4
7	Alfa-Clordano	130.0	114.4	107.4	111.1	116.5	111.7	115.2	7.9	6.9
8	Dieldrín	98.9	87.8	92.9	92.9	100.0	96.8	94.9	4.6	4.8
9	p,p'-DDE	106.5	94.7	96.6	100.6	100.0	96.6	99.2	4.2	4.3
10	o,p'-DDD	109.6	96.2	90.4	90.4	98.0	93.9	96.4	7.1	7.4
11	Endrín	112.8	97.7	108.7	104.4	112.9	110.7	107.9	5.9	5.5
12	Endosulfán II	74.9	63.5	101.3	100.0	132.8	131.0	100.6	28.3	28.1
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	103.1	91.1	97.5	93.6	140.8	138.7	110.8	22.8	20.6
14	Sulfato de Endosulfán	100.0	83.9	106.2	106.2	113.0	109.3	103.1	10.3	10.0
15	p,p'-DDT	110.6	95.5	109.0	104.5	104.4	102.9	104.5	5.3	5.1
16	Metoxicloro	175.0	145.0	90.9	81.8	113.8	112.1	119.8	34.8	29.1

**Tabla No. 37**  
 Porcentajes de Recuperación  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Diclorometano  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)						X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	90	133	98	91	88	117	103	18	18
2	Heptacloro	90	134	99	94	88	117	104	18	17
3	Aldrin	88	132	99	98	89	121	105	18	17
4	Epóxido de Heptacloro	94	136	101	98	96	118	107	17	15
5	Gamma-Clordano	92	130	98	96	94	114	104	15	14
6	o,p'-DDE	94	133	99	98	95	116	106	16	15
7	Alfa-Clordano	94	134	100	98	96	120	107	16	15
8	Dieldrin	93	133	99	97	96	117	106	16	15
9	p,p'-DDE	93	136	100	99	97	120	108	17	16
10	o,p'-DDD	93	138	100	100	97	120	108	17	16
11	Endrin	108	163	120	115	115	143	127	21	17
12	Endosulfán II	91	133	97	96	96	118	105	17	16
13	p,p'-DDD	97	147	105	105	105	128	115	19	17
14	o,p'-DDT	95	134	99	99	97	114	106	15	14
15	Sulfato de Endosulfán	90	132	92	99	98	108	103	15	15
16	p,p'-DDT	84	139	97	96	97	119	105	20	19
17	Metoxicloro	88	131	90	94	99	134	106	21	20

**Tabla No. 38**  
 Porcentajes de Recuperación  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Diclorometano  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integración Manual

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)						X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	84	136	89	85	82	110	98	21	22
2	Heptacloro	83	124	88	85	81	108	95	17	18
3	Aldrin	85	123	90	89	83	110	97	16	17
4	Epóxido de Heptacloro	89	129	93	92	90	112	101	16	16
5	Gamma-Clordano	92	119	95	95	92	114	101	12	12
6	o,p'-DDE	86	130	89	89	87	110	99	18	18
7	Alfa-Clordano	88	128	90	92	92	113	101	16	16
8	Dieldrin	90	129	90	93	93	112	101	16	16
9	p,p'-DDE	87	128	91	91	92	109	100	16	16
10	o,p'-DDD	87	132	94	95	95	111	102	17	16
11	Endrin	104	154	113	113	113	142	123	20	16
12	Endosulfán II	94	132	94	94	94	128	106	19	18
13	p,p'-DDD	95	105	108	105	108	135	109	13	12
14	o,p'-DDT	91	171	123	120	123	154	130	28	22
15	Sulfato de Endosulfán	94	138	94	100	102	100	105	17	16
16	p,p'-DDT	90	160	110	105	110	135	118	25	21
17	Metoxicloro	85	140	89	89	89	125	103	24	23

**Tabla No. 39**  
 Porcentajes de Recuperación  
 Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Eter de Petróleo - Diclorometano (85:15)  
 Volumen de Extracción: 50 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)						X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	140	140	109	98	248	179	152	55	36
2	Heptacloro	66	67	44	53	124	89	74	29	39
3	Aldrín	78	67	33	57	129	98	77	33	43
4	Epóxido de Heptacloro	117	100	84	66	112	76	93	20	22
5	Gamma-Clordano	75	102	52	61	119	91	83	25	30
6	o,p'-DDE	57	86	39	47	126	66	70	32	45
7	Alfa-Clordano	75	99	46	57	164	101	90	42	47
8	Dieldrín	95	93	69	64	161	102	97	35	36
9	p,p'-DDE	79	82	59	65	156	92	89	35	39
10	o,p'-DDD	76	78	53	59	136	69	79	30	38
11	Endrín	114	111	88	78	201	109	117	44	37
12	Endosulfán II	60	73	82	78	132	90	86	25	29
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	228	183	170	138	277	270	211	56	27
14	Sulfato de Endosulfán	82	93	51	52	183	63	87	50	57
15	p,p'-DDT	327	185	244	223	639	308	321	165	51
16	Metoxicloro	80	79	426	527	139	101	225	198	88

**Tabla No. 40**  
 Porcentajes de Recuperación  
 Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Diclorometano  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)						X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	110	100	90	100	90	120	102	12	11
2	Heptacloro	100	100	90	110	100	120	103	10	10
3	Aldrín	120	220	90	130	110	120	132	45	34
4	Epóxido de Heptacloro	100	110	100	100	100	120	105	8	8
5	Gamma-Clordano	80	100	100	90	90	110	95	10	11
6	o,p'-DDE	100	110	110	110	110	130	112	10	9
7	Alfa-Clordano	100	100	110	100	100	120	105	8	8
8	Dieldrin	100	110	110	110	100	120	108	8	7
9	p,p'-DDE	110	110	110	100	110	130	112	10	9
10	o,p'-DDD	100	100	90	90	90	110	97	8	8
11	Endrín	120	120	No detectado	110	220	130	140	45	32
12	Endosulfán II	100	110	100	100	150	70	105	26	25
13	p,p'-DDD	160	170	160	160	200	130	163	23	14
14	o,p'-DDT	110	150	190	170	270	200	182	54	30
15	Sulfato de Endosulfán	80	80	100	130	100	120	102	20	20
16	p,p'-DDT	110	220	110	160	120	180	150	45	30
17	Metoxicloro	90	290	330	190	150	210	210	89	42

**Tabla No. 41**  
 Porcentajes de Recuperación  
 Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Solvente: Diclorometano  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Finales  
 Integración Manual

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)						X (%), n= 6	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	Lindano	100	100	90	100	90	120	100	11	11
2	Heptacloro	90	90	80	150	90	110	102	26	25
3	Aldrín	100	170	80	100	110	120	113	31	27
4	Epóxido de Heptacloro	100	100	80	100	100	130	102	16	16
5	Gamma-Clordano	90	90	80	90	100	110	93	10	11
6	o,p'-DDE	90	100	90	120	110	130	107	16	15
7	Alfa-Clordano	110	120	100	100	110	120	110	9	8
8	Dieldrin	100	110	100	110	110	130	110	11	10
9	p,p'-DDE	120	120	100	110	120	140	118	13	11
10	o,p'-DDD	100	100	80	100	110	130	103	16	16
11	Endrín	120	120	No detectado	110	120	160	126	19	15
12	Endosulfán II	90	90	90	90	110	110	97	10	11
13	p,p'-DDD	160	160	110	160	170	140	150	22	15
14	o,p'-DDT	100	130	140	170	170	210	153	38	25
15	Sulfato de Endosulfán	100	120	110	120	120	150	120	17	14
16	p,p'-DDT	130	140	130	150	170	180	150	21	14
17	Metoxicloro	140	240	310	120	160	180	192	71	37

**Tabla No. 42**  
 Porcentajes de Recuperación por  
 Optimización de Solvente de Extracción  
 Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (0:100)  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)		X (%), n= 2	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2			
1	Lindano	93.0	109.7	101.4	11.8	11.7
2	Heptacloro	82.1	93.5	87.8	8.1	9.2
3	Aldrín	76.5	82.3	79.4	4.1	5.2
4	Epóxido de Heptacloro	86.3	104.2	95.3	12.7	13.3
5	Gamma-Clordano	80.0	96.4	88.2	11.6	13.1
6	o,p'-DDE	74.5	88.4	81.5	9.8	12.1
7	Alfa-Clordano	90.1	108.1	99.1	12.7	12.8
8	Dieldrin	79.4	101.1	90.3	15.3	17.0
9	p,p'-DDE	76.1	96.5	86.3	14.4	16.7
10	o,p'-DDD	74.9	98.3	86.6	16.5	19.1
11	Endrín	85.9	110.6	98.3	17.5	17.8
12	Endosulfán II	54.7	69.7	62.2	10.6	17.1
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	134.7	195.1	164.9	42.7	25.9
14	Sulfato de Endosulfán	70.9	100.5	85.7	20.9	24.4
15	p,p'-DDT	58.3	100.9	79.6	30.1	37.8
16	Metoxicloro	79.0	120.5	99.8	29.3	29.4

**Tabla No. 43**  
 Porcentajes de Recuperación por  
 Optimización de Solvente de Extracción  
 Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (0:100)  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Manual

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)		X (%), n= 2	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2			
1	Lindano	95	109	102	10	10
2	Heptacloro	82	95	89	9	10
3	Aldrín	77	86	82	6	8
4	Epóxido de Heptacloro	83	101	92	13	14
5	Gamma-Clordano	81	98	90	12	13
6	o,p'-DDE	75	93	84	13	15
7	Alfa-Clordano	89	109	99	14	14
8	Dieldrin	79	99	89	14	16
9	p,p'-DDE	83	97	90	10	11
10	o,p'-DDD	74	95	85	15	18
11	Endrín	86	99	93	9	10
12	Endosulfán II	53	67	60	10	16
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	145	198	172	37	22
14	Sulfato de Endosulfán	69	104	86.5	25	29
15	p,p'-DDT	55	97	76	30	39
16	Metoxicloro	44	100	72	40	55

**Tabla No. 44**  
 Porcentajes de Recuperación por  
 Optimización de Solvente de Extracción  
 Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15)  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)		X (%), n= 2	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2			
1	Lindano	78.9	85.2	82.1	4.5	5.4
2	Heptacloro	79.4	81.5	80.5	1.5	1.8
3	Aldrín	75.0	73.8	74.4	0.8	1.1
4	Epóxido de Heptacloro	82.0	84.2	83.1	1.6	1.9
5	Gamma-Clordano	80.7	81.0	80.9	0.2	0.3
6	o,p'-DDE	75.9	71.6	73.8	3.0	4.1
7	Alfa-Clordano	94.7	94.3	94.5	0.3	0.3
8	Dieldrin	80.9	83.4	82.2	1.8	2.2
9	p,p'-DDE	82.8	72.4	77.6	7.4	9.5
10	o,p'-DDD	84.1	82.6	83.4	1.1	1.3
11	Endrín	90.6	95.2	92.9	3.3	3.5
12	Endosulfán II	32.3	35.7	34.0	2.4	7.1
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	172.5	128.7	150.6	31.0	20.6
14	Sulfato de Endosulfán	69.3	66.9	68.1	1.7	2.5
15	p,p'-DDT	59.2	35.3	47.3	16.9	35.8
16	Metoxicloro	79.5	131.0	105.3	36.4	34.6

**Tabla No. 45**  
 Porcentajes de Recuperación por  
 Optimización de Solvente de Extracción  
 Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (85:15)  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Manual

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)		X (%), n= 2	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2			
1	Lindano	82	90	86	6	7
2	Heptacloro	80	82	81	1	2
3	Aldrín	72	71	72	1	1
4	Epóxido de Heptacloro	80	83	82	2	3
5	Gamma-Clordano	85	83	84	1	2
6	o,p'-DDE	80	73	77	5	6
7	Alfa-Clordano	94	94	94	0	0
8	Dieldrin	82	90	86	6	7
9	p,p'-DDE	83	73	78	7	9
10	o,p'-DDD	84	85	85	1	1
11	Endrín	93	96	95	2	2
12	Endosulfán II	33	39	36	4	12
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	166	160	163	4	3
14	Sulfato de Endosulfán	81	78	79.5	2	3
15	p,p'-DDT	69	39	54	21	39
16	Metoxicloro	63	19	41	31	76

**Tabla No. 46**  
 Porcentajes de Recuperación por  
 Optimización de Solvente de Extracción  
 Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (50:50)  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)		X (%), n= 2	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2			
1	Lindano	91.9	76.8	84.4	10.7	12.7
2	Heptacloro	86.3	73.5	79.9	9.1	11.3
3	Aldrín	112.4	67.7	90.1	31.6	35.1
4	Epóxido de Heptacloro	93.0	75.5	84.3	12.4	14.7
5	Gamma-Clordano	92.4	75.5	84.0	12.0	14.2
6	o,p'-DDE	90.8	73.3	82.1	12.4	15.1
7	Alfa-Clordano	106.3	87.5	96.9	13.3	13.7
8	Dieldrin	90.9	75.6	83.3	10.8	13.0
9	p,p'-DDE	92.7	76.1	84.4	11.7	13.9
10	o,p'-DDD	94.8	76.9	85.9	12.7	14.7
11	Endrín	103.9	84.8	94.4	13.5	14.3
12	Endosulfán II	56.5	38.2	47.4	12.9	27.3
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	166.3	123.7	145.0	30.1	20.8
14	Sulfato de Endosulfán	81.9	69.3	75.6	8.9	11.8
15	p,p'-DDT	64.0	34.6	49.3	20.8	42.2
16	Metoxicloro	88.1	41.6	64.9	32.9	50.7

**Tabla No. 47**  
 Porcentajes de Recuperación por  
 Optimización de Solvente de Extracción  
 Solvente: Eter de Petroleo - Diclorometano (50:50)  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Manual

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)		X (%), n= 2	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2			
1	Lindano	98	82	90	11	13
2	Heptacloro	88	75	82	9	11
3	Aldrín	74	62	68	8	12
4	Epóxido de Heptacloro	89	75	82	10	12
5	Gamma-Clordano	94	74	84	14	17
6	o,p'-DDE	90	73	82	12	15
7	Alfa-Clordano	104	86	95	13	13
8	Dieldrin	98	79	89	13	15
9	p,p'-DDE	94	77	86	12	14
10	o,p'-DDD	95	79	87	11	13
11	Endrín	107	88	98	13	14
12	Endosulfán II	58	46	52	8	16
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	185	147	166	27	16
14	Sulfato de Endosulfán	92	74	83.0	13	15
15	p,p'-DDT	74	37	56	26	47
16	Metoxicloro	67	24	46	30	67

**Tabla No. 48**  
 Porcentajes de Recuperación por  
 Optimización Tiempos de Contacto  
 Incorporación: 12 Horas, Reposo: 36 Horas, Extracción: 1 Hora  
 Solvente: Diclorometano  
 Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)		X ( % ), n= 2	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2			
1	Lindano	100.8	99.8	100.3	0.7	0.7
2	Heptacloro	34.1	33.2	33.7	0.6	1.9
3	Aldrín	43.0	42.4	42.7	0.4	1.0
4	Epóxido de Heptacloro	92.1	91.5	91.8	0.4	0.5
5	Gamma-Clordano	84.4	85.3	84.9	0.6	0.8
6	o,p'-DDE	82.9	83.8	83.4	0.6	0.8
7	Alfa-Clordano	102.6	102.6	102.6	0.0	0.0
8	Dieldrin	101.9	100.7	101.3	0.8	0.8
9	p,p'-DDE	89.6	89.2	89.4	0.3	0.3
10	o,p'-DDD	98.5	98.3	98.4	0.1	0.1
11	Endrín	118.2	115.5	116.9	1.9	1.6
12	Endosulfán II	107.7	105.5	106.6	1.6	1.5
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	194.5	192.2	193.4	1.6	0.8
14	Sulfato de Endosulfán	108.3	106.4	107.4	1.3	1.3
15	p,p'-DDT	101.4	99.1	100.3	1.6	1.6
16	Metoxicloro	111.1	103.3	107.2	5.5	5.1

**Tabla No. 49**  
 Porcentajes de Recuperación por  
 Optimización Tiempos de Contacto  
 Incorporación: 12 Horas, Reposo: 36 Horas, Extracción: 1 Hora  
 Solvente: Diclorometano  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)		X ( % ), n= 2	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2			
1	Lindano	109	127	118	13	11
2	Heptacloro	26	33	30	5	17
3	Aldrín	33	39	36	4	12
4	Epóxido de Heptacloro	109	111	110	1	1
5	Gamma-Clordano	136	89	113	33	30
6	o,p'-DDE	81	80	81	1	1
7	Alfa-Clordano	104	113	109	6	6
8	Dieldrin	103	119	111	11	10
9	p,p'-DDE	81	92	87	8	9
10	o,p'-DDD	101	105	103	3	3
11	Endrín	124	135	130	8	6
12	Endosulfán II	116	122	119	4	4
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	192	208	200	11	6
14	Sulfato de Endosulfán	123	127	125.0	3	2
15	p,p'-DDT	106	111	109	4	3
16	Metoxicloro	122	141	132	13	10

**Tabla No. 50**  
 Porcentajes de Recuperación por  
 Optimización Tiempos de Contacto  
 Incorporación: 12 Horas, Reposo: 36 Horas, Extracción: 1 Hora  
 Solvente: Diclorometano  
 Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)		X (%), n= 2	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2			
1	Lindano	190	245	218	39	18
2	Heptacloro	32	135	84	73	87
3	Aldrín	35	310	173	194	113
4	Epóxido de Heptacloro	134	164	149	21	14
5	Gamma-Clordano	85	121	103	25	25
6	o,p'-DDE	67	140	104	52	50
7	Alfa-Clordano	163	167	165	3	2
8	Dieldrin	58	77	68	13	20
9	p,p'-DDE	60	98	79	27	34
10	o,p'-DDD	111	119	115	6	5
11	Endrín	112	120	116	6	5
12	Endosulfán II	126	130	128	3	2
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	96	138	117	30	25
14	Sulfato de Endosulfán	114	162	138	34	25
15	p,p'-DDT	141	230	186	63	34
16	Metoxicloro	428	235	332	136	41

**Tabla No. 51**  
 Porcentajes de Recuperación por  
 Optimización Tiempos de Contacto  
 Incorporación: 6 Horas, Reposo: 18 Horas, Extracción: 1 Hora  
 Solvente: Diclorometano  
 Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)		X (%), n= 2	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2			
1	Lindano	102.7	116.0	109.4	9.4	8.6
2	Heptacloro	62.5	66.8	64.7	3.0	4.7
3	Aldrín	72.4	63.2	67.8	6.5	9.6
4	Epóxido de Heptacloro	102.0	109.1	105.6	5.0	4.8
5	Gamma-Clordano	94.4	100.1	97.3	4.0	4.1
6	o,p'-DDE	91.3	95.1	93.2	2.7	2.9
7	Alfa-Clordano	114.3	120.2	117.3	4.2	3.6
8	Dieldrin	100.6	114.2	107.4	9.6	9.0
9	p,p'-DDE	99.3	103.7	101.5	3.1	3.1
10	o,p'-DDD	106.0	112.5	109.3	4.6	4.2
11	Endrín	128.6	134.8	131.7	4.4	3.3
12	Endosulfán II	29.8	62.7	46.3	23.3	50.3
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	216.3	220.6	218.5	3.0	1.4
14	Sulfato de Endosulfán	113.0	119.7	116.4	4.7	4.1
15	p,p'-DDT	115.6	111.8	113.7	2.7	2.4
16	Metoxicloro	102.8	111.7	107.3	6.3	5.9

**Tabla No. 52**

Porcentajes de Recuperación por  
Optimización Tiempos de Contacto  
Incorporación: 6 Horas, Reposo: 18 Horas, Extracción: 1 Hora  
Solvente: Diclorometano  
Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
Extracción Líquido - Líquido  
Volumen de Extracción: 100 mL  
Condiciones Cromatográficas Iniciales  
Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)		X (%), n= 2	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2			
1	Lindano	101	108	105	5	5
2	Heptacloro	88	78	83	7	9
3	Aldrín	89	97	93	6	6
4	Epóxido de Heptacloro	101	112	107	8	7
5	Gamma-Clordano	103	94	99	6	6
6	o,p'-DDE	97	84	91	9	10
7	Alfa-Clordano	116	102	109	10	9
8	Dieldrin	104	110	107	4	4
9	p,p'-DDE	98	108	103	7	7
10	o,p'-DDD	101	116	109	11	10
11	Endrín	118	120	119	1	1
12	Endosulfán II	45	33	39	8	22
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	207	206	207	1	0
14	Sulfato de Endosulfán	117	99	108.0	13	12
15	p,p'-DDT	118	71	95	33	35
16	Metoxicloro	173	52	113	86	76

**Tabla No. 53**

Porcentajes de Recuperación por  
Optimización Tiempos de Contacto  
Incorporación: 6 Horas, Reposo: 18 Horas, Extracción: 1 Hora  
Solvente: Diclorometano  
Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL  
Extracción Líquido - Líquido  
Volumen de Extracción: 100 mL  
Condiciones Cromatográficas Iniciales  
Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)		X (%), n= 2	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2			
1	Lindano	202	239	221	26	12
2	Heptacloro	52	63	58	8	14
3	Aldrín	55	68	62	9	15
4	Epóxido de Heptacloro	130	123	127	5	4
5	Gamma-Clordano	100	120	110	14	13
6	o,p'-DDE	97	913	505	577	114
7	Alfa-Clordano	121	126	124	4	3
8	Dieldrin	121	102	112	13	12
9	p,p'-DDE	90	85	88	4	4
10	o,p'-DDD	121	93	107	20	19
11	Endrín	123	112	118	8	7
12	Endosulfán II	47	311	179	187	104
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	181	145	163	25	16
14	Sulfato de Endosulfán	239	191	215	34	16
15	p,p'-DDT	276	211	244	46	19
16	Metoxicloro	189	425	307	167	54

**Tabla No. 54**  
 Porcentajes de Recuperación por  
 Optimización Tiempos de Contacto  
 Incorporación: 1 Hora, Reposo: 1 Hora, Extracción: 1 Hora  
 Solvente: Diclorometano  
 Nivel de Concentración: 1.0 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)		X (%), n= 2	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2			
1	Lindano	No se utilizaron los datos de la muestra No.1 por preparación inadecuada.	109.9	109.9	--	--
2	Heptacloro		103.6	103.6	--	--
3	Aldrín		92.5	92.5	--	--
4	Epóxido de Heptacloro		107.3	107.3	--	--
5	Gamma-Clordano		107.4	107.4	--	--
6	o,p'-DDE		101.2	101.2	--	--
7	Alfa-Clordano		128.3	128.3	--	--
8	Dieldrin		110.5	110.5	--	--
9	p,p'-DDE		109.3	109.3	--	--
10	o,p'-DDD		109.2	109.2	--	--
11	Endrín		127.4	127.4	--	--
12	Endosulfán II		113.9	113.9	--	--
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT		206.4	206.4	--	--
14	Sulfato de Endosulfán		108.6	108.6	--	--
15	p,p'-DDT		111.1	111.1	--	--
16	Metoxicloro		109.1	109.1	--	--

**Tabla No. 55**  
 Porcentajes de Recuperación por  
 Optimización Tiempos de Contacto  
 Incorporación: 1 Hora, Reposo: 1 Hora, Extracción: 1 Hora  
 Solvente: Diclorometano  
 Nivel de Concentración: 0.10 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)		X (%), n= 2	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2			
1	Lindano	125	104	115	15	13
2	Heptacloro	98	99	99	1	1
3	Aldrín	88	87	88	1	1
4	Epóxido de Heptacloro	106	122	114	11	10
5	Gamma-Clordano	106	136	121	21	18
6	o,p'-DDE	101	104	103	2	2
7	Alfa-Clordano	121	117	119	3	2
8	Dieldrin	112	103	108	6	6
9	p,p'-DDE	106	106	106	0	0
10	o,p'-DDD	111	105	108	4	4
11	Endrín	132	121	127	8	6
12	Endosulfán II	120	110	115	7	6
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	212	200	206	8	4
14	Sulfato de Endosulfán	127	117	122.0	7	6
15	p,p'-DDT	118	103	111	11	10
16	Metoxicloro	125	111	118	10	8

**Tabla No. 56**  
 Porcentajes de Recuperación por  
 Optimización Tiempos de Contacto  
 Incorporación: 1 Hora, Reposo: 1 Hora, Extracción: 1 Hora  
 Solvente: Diclorometano  
 Nivel de Concentración: 0.010 µg/mL  
 Extracción Líquido - Líquido  
 Volumen de Extracción: 100 mL  
 Condiciones Cromatográficas Iniciales  
 Integración Electrónica

No.	Plaguicida	Número de Muestra (%)		X ( % ), n= 2	Desviación Std. (s)	Coeficiente de Variación (%)
		1	2			
1	Lindano	165	303	234	98	42
2	Heptacloro	105	174	140	49	35
3	Aldrín	97	142	120	32	27
4	Epóxido de Heptacloro	113	251	182	98	54
5	Gamma-Clordano	104	182	143	55	39
6	o,p'-DDE	94	170	132	54	41
7	Alfa-Clordano	103	184	144	57	40
8	Dieldrin	100	198	149	69	47
9	p,p'-DDE	104	330	217	160	74
10	o,p'-DDD	99	154	127	39	31
11	Endrín	91	200	146	77	53
12	Endosulfán II	91	285	188	137	73
13	p,p'-DDD / o,p'-DDT	106	103	105	2	2
14	Sulfato de Endosulfán	102	180	141	55	39
15	p,p'-DDT	102	249	176	104	59
16	Metoxicloro	615	10176	5396	6761	125

## APENDICE F

### Gráficas de Respuesta del Detector

