



**PROYECTO DE NORMA MEXICANA
PROY-NMX-AA-071-SCFI-2008**

**ANÁLISIS DE AGUA.- DETERMINACIÓN DE
PLAGUICIDAS ORGANOCLORADOS – MÉTODO DE
CROMATOGRAFÍA DE GASES
EXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA, EXTRACCION
LIQUIDO/LIQUIDO Y CROMATOGRAFÍA DE GASES -
DETECTOR DE CAPTURA DE ELECTRON).
(CANCELA A LA NMX-AA-071-1981)**

**WATER ANALYSIS.- DETERMINATION ORGANOCHLORINE
PESTICIDES - GAS CHROMATOGRAPHY METHOD
SOLID-PHASE EXTRACTION / LIQUID-LIQUID EXTRACTION
AND GAS CHROMATOGRAPHY - ELECTRON CAPTURE
DETECTOR**



PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana, participaron las siguientes empresas e instituciones:

- ANÁLISIS DE AGUA, S.A. DE C.V.
- ARVA, LABORATORIO DE ANÁLISIS INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- ATLATEC, S.A. DE C.V.
- CIATEC, A.C.
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- COMISIÓN DEL AGUA DEL ESTADO DE MÉXICO
- COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA.
- CONTROL QUÍMICO NOVAMANN INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- ECCACIV, S. A. DE C. V.
- ENTIDAD MEXICANA DE ACREDITACIÓN, A.C.
- FASIQ INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- GRUPO ECOTEC, S.A. DE C.V.
- HACH COMPANY
- INDEX-LAB, Q.F.B. MARTHA ELENA IZAGUIRRE VILLANUEVA
- INTEMA, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO DE ESTUDIOS SUPERIORES DE TAMAULIPAS, A.C.
CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y TECNOLOGÍA EN SANEAMIENTO AMBIENTAL (CITSA)



- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA CENICA
- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO
- INSTITUTO MEXICANO DE TECNOLOGÍA DEL AGUA
- LABORATORIO DE CALIDAD QUÍMICA VERACRUZANA, S.C.
- LABORATORIO DE QUIMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO FERMI, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO QUIMICO INDUSTRIAL.
- LABORATORIOS ABC QUIMICA, INVESTIGACION Y ANALISIS, S.A. DE C.V.
- MERCURY LAB, S.A. DE C.V.
- MÓNICA OROZCO MÁRQUEZ
- PERKIN ELMER DE MEXICO, S.A.
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO CANGREJERA
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO MORELOS
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO PAJARITOS
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- PROYECTOS Y ESTUDIOS SOBRE CONTAMINACIÓN INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- CÉSAR CLEMENTE ALVARADO GARCÍA / SERVICIOS AMBIENTALES
- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, S.A. DE C.V.



PROY-NMX-AA-071-SCFI-2008

- SERVICIOS DE INGENIERIA Y CONSULTORIA AMBIENTAL
- SISTEMA DE AGUAS DE LA CIUDAD DE MÉXICO DEL GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Facultad de Química
Instituto de Biología
Instituto de Ingeniería

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número de capítulo	Página
0 INTRODUCCIÓN	1
1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	2
2 RESUMEN DEL MÉTODO	4
3 DEFINICIONES	4
4 INTERFERENCIAS	7
5 SEGURIDAD	9
6 EQUIPOS Y MATERIALES	10
7 REACTIVOS Y PATRONES	13
8 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS	16
9 CONTROL DE CALIDAD	17
10 CALIBRACIÓN	20
11 PROCEDIMIENTO	21
12 CÁLCULOS	27
13 DESEMPEÑO DEL MÉTODO	29
14 MANEJO DE RESIDUOS	29
15 APÉNDICE NORMATIVO	29
16 VIGENCIA	31
17 BIBLIOGRAFÍA	31
18 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	32



PROYECTO DE NORMA MEXICANA PROY-NMX-AA-071-SCFI-2008

ANÁLISIS DE AGUA.- DETERMINACIÓN DE PLAGUICIDAS ORGANOCLORADOS – MÉTODO DE CROMATOGRAFÍA DE GASES EXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA, EXTRACCION LIQUIDO/LIQUIDO Y CROMATOGRAFÍA DE GASES - DETECTOR DE CAPTURA DE ELECTRON). (CANCELA A LA NMX-AA-071-1981)

WATER ANALYSIS.- DETERMINATION ORGANOCHLORINE PESTICIDES - GAS CHROMATOGRAPHY METHOD SOLID-PHASE EXTRACTION / LIQUID-LIQUID EXTRACTION AND GAS CHROMATOGRAPHY - ELECTRON CAPTURE DETECTOR

0 INTRODUCCIÓN

Estudios epidemiológicos y de laboratorio indican que la mayoría de los carcinógenos conocidos en el medio ambiente son productos químicos orgánicos sintéticos cuya producción comercial se ha incrementado enormemente en los últimos 30 años. Cada año miles de nuevas sustancias son adicionadas a la lista de compuestos sintéticos. Varios de los compuestos orgánicos sintéticos son ahora fabricados e introducidos al ambiente como necesarios para su uso, tal es el caso de los plaguicidas clorados, éstos son introducidos en la mayoría de las ocasiones como desechos de plantas industriales, ya sea intencionalmente o accidentalmente. Lo anterior indica que el medio ambiente en particular el aire y aguas superficiales al contener algún plaguicida clorado se convierte en un riesgo de incidencia de cáncer en la población. Además es importante mencionar que los plaguicidas clorados

tienen la característica de tener una estructura química resistente a la degradación por factores naturales.

La base de este método esta tomada del Método 8081A, "Organochlorine Pesticides and PCBs", EPA , Environmental Protection Agency, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio, December 1996.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

1.1 Objetivo

Este método se utiliza para la determinación de la concentración de varios plaguicidas organoclorados. Éste es un método por cromatografía de gases de alta resolución con detector de captura de electrones (CG/DCE) y confirmación por cromatografía de gases-masas.

1.2 Analitos

Los parámetros que pueden determinarse por este método se presentan al final de la sección 1.0 y en la Tabla 1.

1.3 Matrices

Este método es aplicable para el análisis de plaguicidas organoclorados en Aguas Naturales, Residuales Municipales e Industriales, dentro de estos últimos, debido a la gran variedad de formas en los que pueden existir, es muy importante el criterio del químico analista para aplicar los métodos de limpieza adecuados aún sea el caso.

1.4 Limitaciones

Los límites de detección en las muestras reales dependerán de las interferencias presentes en las mismas, por lo que es muy importante tener en cuenta que pueden variar hasta en magnitudes de 10 a 1,000 veces (factores de concentración de las muestras).

1.5 Este método está restringido para utilizarse sólo bajo la supervisión de analistas expertos en el uso de cromatografía de

gases de alta resolución y en la interpretación de sus resultados. Cada analista debe demostrar la habilidad para generar resultados aceptables con este método usando los procedimientos establecidos en el Manual de Control de Calidad.

- 1.6 En la tabla 1 se mencionan los Límites Máximos Permisibles para cada plaguicida, en la normatividad mexicana.

TABLA 1 LIMITES MÁXIMOS PERMISIBLES PARA CADA PLAGUICIDA

PLAGUICIDA	USO 1 (mg / L)	USO 2 (mg / L)	USO 3 (mg / L)	USO 4 (mg / L)	Cas No.
ALFA-BHC	-	-	0.001	0.00000 4	319-84-6
LINDANO	0.003	-	0.002	0.0002	319-86-8
BETA-BHC	-	-	0.001	0.00000 4	319-85-7
HEPTACLORO	0.0001	0.02	0.0005	0.0005	76-44-8
DELTA BHC	-	-	0.001	0.00000 4	58-89-9
ALDRIN	-	-	-	-	309-00-2
HEPTACLORO EPOXIDO					
ENDOSULFAN I	0.07	-	0.0002	0.0003	959-98-8
4,4`DDE					
DIELDRIN	0.001	0.02	0.002	0.0009	60-57-1
ENDRIN	0.0005	-	0.00002	0.00003	72-20-8
4,4`DDD					
ENDOSULFAN II	0.07	-	0.0002	0.0003	33212-65- 9
4,4`DDT	-	-	-	-	50-29-3
ENDRIN ALDEHIDO					
ENDOSULFAN SULFATO					
METOXICLORO	0.03	-	0.00000 5	0.00044	-
ENDRIN CETONA					

- 1 Fuente de abastecimiento para uso público urbano
- 2 Riego agrícola
- 3 Protección a la vida acuática: Agua dulce, incluye humedales.
- 4 Protección a la vida acuática: Aguas costeras y estuarios
- 1, 2, 3, 4 Pertenecen a los límites de la Ley Federal de Derechos (IV)
Los datos para BHC involucran la mezcla de isómeros alfa, beta y gama.

2 RESUMEN DEL MÉTODO

2.1 Principio

El principio de este método se basa en la separación y medición de los plaguicidas clorados presentes en un extracto orgánico purificado de la muestra, inyectando una alícuota en el cromatógrafo de gases equipado con columna capilar y un detector de captura de electrones. La identificación de los analitos de la muestra se realiza por la comparación de sus tiempos de retención con los de sus respectivos estándares en dos columnas diferentes o por su confirmación por cromatografía de gases de alta resolución con espectrómetro de masas, su cuantificación se realiza por medio del método de estándar interno

2.2 Resumen

Se extrae aproximadamente un litro de muestra con cloruro de metileno utilizando un embudo de separación o cartuchos de extracción sólido / líquido. El extracto del disolvente se evapora en caso de que no sea hexano el disolvente de extracción se intercambia por hexano para ser introducido al CG.

3 DEFINICIONES

Las definiciones presentadas en esta sección son específicas para este método, pero han sido conformadas para que sean en lo posible de uso común.

- 3.1 Aguas residuales.-** Las aguas de composición variada provenientes de las descargas de usos municipales, industriales,

comerciales, agrícolas, pecuarias, domésticos y similares, así como la mezcla de ellas.

- 3.2 Blanco de campo.**– Alícuota de agua reactivo que es colocada en un envase para muestra en el laboratorio, empacada para el muestreo, y tratada como una muestra en todos los aspectos, incluyendo el contacto con los equipos de campo y expuesta a las condiciones del sitio de muestreo, almacenaje, preservación y todos los procedimientos analíticos, los cuales pueden incluir filtración. El propósito del blanco de campo es determinar cual procedimiento de campo o transporte de muestra y ambiente ha contaminado la muestra.
- 3.3 Blanco de reactivos.**– Es una matriz libre de analitos a la cual se le agregan todos los reactivos en los mismos volúmenes o proporciones usados en el procesamiento de la muestra. El blanco de reactivos debe llevarse a través de la preparación de la muestra y el procedimiento analítico. El blanco de reactivos se usa para documentar la contaminación resultante del proceso analítico.
- 3.4 Calibración.**– Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones, efectuando una corrección del instrumento de medición para llevarlo a las condiciones iniciales de funcionamiento.
- 3.5 Desviación estándar.**– Cuando se utiliza este estadístico en el presente método, se refiere a la desviación estándar de la muestra (s), calculada a partir de $n-1$ y no a la de la población (σ) la cual se calcula a partir de n .
- 3.6 Disolución patrón.**– Disolución de concentración conocida preparada a partir de un patrón primario.
- 3.7 Disolución estándar de calibración.**– Disolución preparada de un estándar diluido y/o una disolución patrón y utilizada para calibrar la respuesta del instrumento con respecto a la concentración del analito.

- 3.8 Estándar surrogado.-** Compuesto orgánico el cual es similar en composición química y comportamiento en el proceso analítico al de los analitos medidos y que normalmente no está presente en las muestras a analizar
- 3.9 Estándar interno.-** Compuesto adicionado a las muestras para cuantificar analitos específicos del método en cuestión, éste debe ser similar a los compuestos medidos tanto en composición química como en comportamiento en el proceso analítico, éste no debe estar presente en las muestras
- 3.10 Estándar de verificación de la calibración.-** Punto medio del estándar de calibración que es utilizado para verificar la calibración inicial en el tiempo.
- 3.11 Exactitud.-** Proximidad de concordancia entre el resultado de una medición y un valor verdadero del mensurando.
- 3.12 Límite de detección del método (LDM).-** Concentración mínima de un analito que puede identificarse con una confianza del 95% cuando la concentración del analito es mayor a cero bajo las condiciones establecidas.
- 3.13 Límite práctico de cuantificación (LPC).-** Concentración mínima del analito que puede determinarse con un nivel de confianza predeterminado en condiciones rutinarias de operación. Este límite puede establecerse entre 5 a 10 veces el LDM.
- 3.14 Muestras fortificadas (MF) y Muestras Fortificadas Duplicada (MFD).-** Alícuota de una muestra ambiental para la cual cantidades conocidas de los analitos del método son añadidas en el laboratorio. Las MF y MFD son analizadas exactamente como una muestra. Su propósito es la cuantificación del sesgo y la precisión causada por la matriz de la muestra. Las concentraciones bases de los analitos en la matriz de la muestra debe determinarse en una alícuota separada y los valores medidos en las MF y MFD corregidas con las concentraciones base.
- 3.15 Muestra de control de calidad (MCC).-** Muestra sintética que contiene todos o un subgrupo de los analitos del método a una concentración conocida. La MCC se obtiene de una fuente externa

al laboratorio o es preparada de una fuente diferente de los estándares de la fuente de los estándares de calibración. Se usa para revisar el desempeño del laboratorio con materiales de prueba preparados externamente a los procesos normales de preparación.

- 3.16 Patrón primario.-** Patrón que es designado o reconocido ampliamente como un patrón que tiene las más altas cualidades metrológicas y cuyo valor es aceptado sin referencia a otros patrones de la misma magnitud.
- 3.17 Patrón de referencia.-** Patrón en general de la más alta calidad metrológica disponible en un lugar dado, o en una organización determinada del cuál se derivan las mediciones realizadas en dicho lugar.
- 3.18 Precisión.-** Es el grado de concordancia entre resultados analíticos individuales cuando el procedimiento analítico se aplica repetidamente a diferentes alícuotas o porciones de una muestra homogénea. Usualmente se expresa en términos del intervalo de confianza o incertidumbre.
- 3.19 Intervalo de trabajo.-** Intervalo de la concentración sobre el cual la respuesta del instrumento para el analito es proporcional
- 3.20 Verificación de la calibración.-** Una verificación periódica de que no han cambiado las condiciones del instrumento en una forma significativa.

4 INTERFERENCIAS

- 4.1** Las interferencias introducidas por las muestras son contaminantes que son co-extraídos de ella. La cantidad de interferencias de ésta variará dependiendo del tipo de agua y de la naturaleza de la muestra. El procedimiento de limpieza , puede utilizarse para superar muchas de estas interferencias.
- 4.2** Las interferencias del método pueden originarse por la presencia de contaminantes en los disolventes, reactivos, material de vidrio o cualquier otro material durante el procesamiento de la muestra

que puede conducir a picos distorsionados y picos fantasma, y/o líneas base elevada en los cromatogramas. Todos estos materiales deben estar libres de interferencias, el análisis de blancos de reactivos verifica la presencia de éstas interferencias

- 4.2.1** El material de vidrio calibrado debe limpiarse perfectamente.
- 4.2.2** Limpie todo el material de vidrio que no sea calibrado tan pronto como sea posible después de usarse, enjuagándolo con el último disolvente que se empleó. Seguido de un lavado con detergente, enjuague con agua de la llave y agua destilada. El material de vidrio debe secarse en una mufla a 400°C durante 15 a 30 minutos. Después de que el material de vidrio esté frío y seco deberá sellarse y almacenarse en un ambiente limpio para prevenir cualquier acumulación de polvo u otros contaminantes. Almacene en forma invertida o tapado con papel aluminio.
- 4.2.3** Los problemas de interferencia pueden disminuirse con la ayuda del uso de reactivos y disolventes de alta pureza.
- 4.3** Cuando se utiliza el detector de captura de electrones, las interferencias de los ésteres del ácido ftálico pueden representar un problema mayor en los análisis de plaguicidas. Estos compuestos por lo general, aparecen especialmente en las fracciones del 15 y 50% del tratamiento de limpieza con la columna de Florisil. Los plásticos flexibles de uso común contienen varias cantidades de ésteres del ácido ftálico. Estos son fácilmente extraídos o filtrados de dichos materiales durante las operaciones del laboratorio. La contaminación cruzada del material de vidrio limpio ocurre rutinariamente cuando se manejan plásticos durante los pasos de extracción, especialmente cuando se manejan superficies mojadas con disolventes. Las interferencias de los ésteres del ácido ftálico pueden disminuirse fácilmente evitando el uso de material plástico en el laboratorio.
- 4.4** Los Bifenilos policlorados (PCB's) pueden interferir con el análisis de plaguicidas clorados, si se sospecha la presencia de éstos en las muestras debe consultarse la ISO 6468 (1996)E párrafo 6.5.2 para poder separarlos de los plaguicidas de interés.



5 SEGURIDAD

5.1 Aspectos generales

Este método puede no mencionar todas las precauciones de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias químicas especificadas en este método. Debe tenerse un archivo de referencias de las hojas de información de seguridad el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis

5.2 Carcinogenicidad

La carcinogenicidad de todos los reactivos no ha sido determinada con precisión; de todas maneras, cada sustancia química debe tratarse como potencial peligro a la salud de los analistas. La exposición del analista a estas sustancias químicas debe reducirse al menor nivel posible. Se sugiere que el laboratorio realice pruebas de higiene ocupacional de cada reactivo a los que pueda estar expuesto el analista y que dichos resultados estén disponibles para los analistas.

5.3 Aspectos específicos del método

Los siguientes compuestos determinados por este método han sido clasificados tentativamente como conocidos o sospechosos cancerígenos para humanos o mamíferos: 4,4'-DDT, 4,4'-DDD y los BHC's. Los patrones puros de estos compuestos tóxicos deben prepararse en una campana de extracción. Cuando maneje altas concentraciones de éstos compuestos tóxicos debe utilizar una mascarilla para gases tóxicos.

6 EQUIPOS Y MATERIALES

La mención de marcas, modelos y proveedores de equipos y materiales en este método se citan debido a que fueron los utilizados para desarrollarlo y solamente tienen propósitos ilustrativos. Su mención no implica ninguna aprobación oficial. Puede obtenerse un desempeño equivalente usando otros equipos y materiales que no hayan sido especificados en este método, pero la demostración del desempeño equivalente de otros equipos y materiales es responsabilidad del laboratorio que utilice este método.

Sólo se mencionan los equipos y materiales que son relevantes en este método analítico.

Todo el material volumétrico utilizado en éste método debe ser clase "A" o estar verificada su calibración.

6.1 Equipo

6.1.1 Equipo de medición

6.1.1.1 Cromatógrafo de gases – Sistema analítico completo con cromatógrafo de gases para inyección split-splitless, con detector de captura de electrones (DCE) con sistema de integración y registro y accesorios incluidos como jeringas y columnas analíticas.

6.1.2 Baño de agua – Con calentamiento con tapa de anillos concéntricos capaz de controlar la temperatura en ± 5 °C, o calentador termoeléctrico con controlador de temperatura.

NOTA 1: El baño de agua debe estar dentro de la campana de extracción.

6.1.3 Balanza – Balanza analítica, con una precisión de 0.0001 g

6.1.4 Sistema de extracción en fase sólida.- EmporeTM múltiple, aparato de filtración estándar o equivalente.

6.1.4.1 Aparato de filtración estándar.- (Fisher Scientific 14-378-2A, [47 mm], 14-378-2B, [90 mm] o equivalente).

- 6.1.4.2 Estación múltiple.- (Fisher Scientific 14-378-1B [3 plazas], 14-378-1A [6 plazas], o equivalente).
- 6.1.4.3 Tubo de recolección.- tubo de 60 mL (Kimble 609-58-A16 o equivalente). El tubo debe ser de diámetro interno y longitud adecuados para ser unido al aparato de filtración estándar.
- 6.1.4.4 Matraz para filtración.- Matraz de 2L (Kontes K-953828-0000, o equivalente) éste es opcional.

6.2 Materiales

6.2.1 Material de medición

- 6.2.1.1 Columna 1 (columna primaria) – AT-Pesticide 250 μm de diámetro interno por 30 m de longitud, columna capilar con grosor de película 0.25 μm).
- 6.2.1.2 Columna 2 (columna alternativa) – 0.32 mm de diámetro interno por 30 m de longitud, columna capilar de sílica fundida con fase estacionaria 5% fenil metil siloxano (HP-5MS con grosor de película 0.25 μm).
- 6.2.1.2 Columna 3 (columna alternativa) – 0.32 o 0.25 mm de diámetro interno por 30 m de longitud, columna capilar de sílica fundida con fase estacionaria de metilpolisiloxano (DB-1 o equivalente con grosor de película de 0.25 μm).
- 6.2.1.3 Columna 3 (columna alternativa) – 0.32 mm de diámetro interno por 30 m de longitud, columna capilar de sílica fundida con fase estacionaria de mezcla 1:1 de dimetil siloxano y polietilenglicol (Durawax-DX3 o equivalente con grosor de película de 0.25 μm).

6.2.2 Material para preparación de muestras

- 6.2.2.1 Matraces volumétricos de 1, 5, 10 y 25 mL para preparación de estándares.
- 6.2.2.2 Embudo de separación de 2 litros con llave de teflón.
- 6.2.2.3 Columna para secado de extractos de diclorometano de aprox. 40 cm de largo por 1.9 mm de diámetro interior o dispositivo

equivalente. Columna similar pero con llave de teflón para empacarla con Florisil

- 6.2.2.4** Aparato Kuderna Danish (K-D)
- Tubo concentrador, Kuderna-Danish – Tubo graduado de 10 mL (Kontes K-570050-1025 o equivalente) con tapón esmerilado.
 - Matraz de evaporación, Kuderna-Danish – Matraz de 500 mL (Kontes K-570001-0500 o equivalente). Una el tubo concentrador con todos los aditamentos necesarios.
 - Columna Snyder, Kuderna-Danish – Macro columna de tres bolas (Kontes K-503000-0121 o equivalente).
 - Columna Snyder, Kuderna-Danish – Micro columna de dos bolas (Kontes K-569001-0219 o equivalente)

Se recomienda incluir un accesorio recuperador del diclorometano evaporado.

- 6.2.2.5** Viales de 2 a 15 ml, de vidrio ámbar de tapa con sello de teflón.
- 6.2.2.6** Perlas para ebullición (esferas de vidrio). Aproximadamente de 10/40 mallas.
- 6.2.2.7** Material volumétrico de clase A o calibrado. Es necesario para la preparación de disoluciones indicadas en esta norma mexicana.
- 6.2.2.8** Baño María y parrilla de calentamiento con capacidad para controlar la temperatura en el baño dentro de un intervalo de $\pm 2^{\circ}\text{C}$.
- 6.2.2.9** Discos de extracción de fase sólida.- Empore TM, o equivalente, discos de fase C₁₈, 47 mm y/o 90 mm.

NOTA 2: Los discos de vidrio (frit) son usados para retener el sulfato de sodio, sin embargo, éstos son difíciles de descontaminar después de su uso con extractos viscosos, por lo que es preferible utilizar en su lugar pequeñas almohadillas de lana de vidrio para retener el agente secante.

7 REACTIVOS Y PATRONES

7.1 Reactivos y disoluciones

Los reactivos que requiere el método deben ser grado reactivo o pesticida y deben cumplir con las especificaciones del Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society ACS a menos que otra cosa se indique.

7.1.1 Reactivos

7.1.1.1 Agua reactivo – A menos que otra forma se indique, el agua de referencia debe entenderse como agua grado reactivo tipo I ASTM, libre de compuestos orgánicos.

7.1.1.2 Los disolventes usados en los procedimientos de extracción son los siguientes:

- a) Acetona ($\text{CH}_3)_2\text{CO}$, grado pesticida o equivalente
- b) Hexano (C_6H_{14}), grado pesticida o equivalente
- c) Isoctano (C_8H_{18}), grado pesticida o equivalente
- d) Cloruro de metileno (CH_2Cl_2), grado pesticida o equivalente
- e) Eter etílico ($\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{O}$, grado pesticida (destilar si es necesario)
- f) Acetato de etilo grado plaguicida o equivalente, $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$
- g) Éter de petróleo grado plaguicida o equivalente
- h) Heptano grado plaguicida o equivalente

Sin embargo el Hexano e Isoctano pueden requerirse en éste método. La Acetona o Tolueno pueden requerirse para la preparación de algunas disoluciones patrón

Todos los disolventes utilizados deben ser grado pesticida o equivalente y debe probarse que estén libres de ésteres del ácido ftálico.

7.1.1.3 Florisil para cromatografía en columna malla 60/100.

7.1.1.4 Sulfato de sodio en polvo y anhidro (Na_2SO_4) grado analítico.

7.2 Patrones y disoluciones patrón

7.2.1 Patrones

Los patrones pueden ser estándares puros o adquirirse como disoluciones certificadas (patrones de referencia)

7.2.2 Disoluciones Patrón

7.2.2.1 Disoluciones patrón (1000 mg/L)

a) Prepare disoluciones patrón, pese aproximadamente y con precisión 10 mg de material puro. Disuelva el material en acetona y diluya en isooctano en un matraz volumétrico de 10 mL. Se puede emplear volúmenes mayores. Si la pureza del compuesto es certificada al 96% o mayor, el peso puede emplearse sin corrección para calcular la concentración de la disolución patrón. Los estándares patrón preparados comercialmente pueden utilizarse a cualquier concentración si son certificados por el fabricante o por una fuente independiente.

b) Vacíe las disoluciones patrón en viales con contratapa de teflón sin dejar espacio de aire. Almacene a 4 °C y protéjalas de la luz. Verifique las disoluciones patrón frecuentemente por si se encuentran signos de degradación o evaporación, especialmente antes de preparar las disoluciones de calibración de éstas.

c) Reemplace las disoluciones patrón después de seis meses o antes, si la comparación con los patrones de verificación indica algún problema.

7.2.2.2 Disolución de evaluación del desempeño (DED)

a) Prepare la DED en hexano o isooctano a los niveles de concentración listados en la Tabla 2. La DED debe prepararse cada seis meses o antes si ésta presenta degradación o concentración.

7.2.2.3 Disolución de Verificación de la Resolución

a) Prepare la mezcla de plaguicidas en hexano o isooctano a las concentraciones de la Tabla 3. Prepare la disolución cada seis meses o antes si la disolución presenta degradación o concentración.

7.2.2.4 Blancos

- a) Prepare un blanco de reactivos
- b) Prepare blancos de cada disolvente para demostrar que éstos no están contribuyendo a la contaminación de las muestras.

7.2.2.5 Disoluciones de calibración

- a) Prepare 5 niveles de diferente concentración de las disoluciones estándar para cada analito de interés en matraces volumétricos, adicione volúmenes de uno o más estándares internos según se requiera.
- b) Para cada disolución estándar de calibración, adicione una cantidad conocida de los compuestos a analizar y lleve al aforo con isooctano. El punto de concentración más bajo de la curva de calibración debe ser 5 a 10 veces mayor que el valor del LDM. Las otras concentraciones corresponden al intervalo esperado de las concentraciones encontradas en las muestras reales o bien estarán definidas por el intervalo lineal del detector

7.2.2.6 Prepare muestras fortificadas.

- a) La concentración añadida a éstas debe estar alrededor de la concentración media del intervalo de trabajo a partir de las disoluciones estándar de calibración.

7.2.2.7 Disolución de estándares internos (opcional)

Se sugiere el Dibutylclorendate, éste puede utilizarse siempre y cuando no esté considerado como un analito a medir, o en su defecto el 1-bromo-2-nitrobenceno ó 4-bromo-fluorobenceno.

- a) Prepare una disolución patrón de aproximadamente 20 mg/L de cualquiera de los estándares mencionados.

b) Adicione 10 μL con microjeringa de ésta disolución a cada mL de extracto de la muestra, para obtener una concentración de 0,020 mg/L.

7.2.2.8 Disolución de estándares surrogados

Los estándares surrogados son adicionados a todas las muestras, blancos, muestras adicionadas y estándares de calibración, los surrogados recomendados son: decafluorobifenilo y/o tetracloro-m-xileno. Se recomienda prepare una disolución patrón de ≈ 1000 mg/L, adicione un volumen de 50 μL de ésta a 1 L de muestra para obtener una concentración de aproximada de 0.050 mg/L.

Todas las disoluciones deben almacenarse a 4 °C en viales sellados sin dejar espacio de aire y protegidos de la luz. Todas las disoluciones deben ser reemplazadas después de seis meses o antes si pruebas de control de calidad demuestran lo contrario.

8 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

Las muestras deben colectarse en frascos de vidrio ámbar con tapa de teflón o tapa de cualquier material con recubrimiento interno (hacia la muestra) de teflón. Puede sustituirse el teflón con papel aluminio si la muestra no es corrosiva. Si no se dispone de frascos ámbar, pueden usarse frascos de vidrio transparente si se les protege (recubre) para protegerlos de la luz.

Deben seguirse las prácticas convencionales de muestreo, excepto que el frasco no se enjuague previamente con la muestra.

Si se usa equipo automático de muestreo, éste debe tener la menor cantidad posible de tubo Tygon y otras posibles fuentes de contaminación.

Las muestras deben mantenerse almacenadas a 4 °C desde el momento del muestreo hasta el de extracción.

Si las muestras no se van a extraer dentro de las 72 horas siguientes a su colección, se debe ajustar su pH dentro del intervalo de 5 a 9 unidades de pH, con disolución de hidróxido de sodio o con la de ácido sulfúrico. Registrar el volumen de ácido o base utilizado.

Si se va a determinar Aldrin y en la muestra se tiene la presencia de cloro libre residual, adicionar tiosulfato de sodio.

Todas las muestras deben extraerse dentro de los 7 días posteriores a su colección y analizarse completamente dentro de los 40 días posteriores a la extracción.

9 CONTROL DE CALIDAD

9.1 Verificación del Instrumento de Medición:

9.1.1 El criterio de resolución es tal que $R_s \geq 1,5$ (6.2.2.3)- Donde el cálculo de la resolución se calcula como a continuación se indica:

$$\text{Ecuación1} : R_s = \frac{2\Delta t}{(W_{b_1} + W_{b_2})}$$

9.1.2 La degradación tanto del DDT como del Endrin en la DED (Sección 6.2.2.2) debe ser menor al 20 % y la degradación combinada del DDT y Endrin debe ser menor al 30 % lo cual se calcula como a continuación se indica:

$$\text{Ecuación2} : \% \text{Degradación DDT} = \frac{(A \times 100)}{B}$$

Donde:

A Cantidad encontrada en ng (DDD + DDE)
B Cantidad inyectada en ng de DDT

$$\text{Ecuación3} : \% \text{Degradación de Endrin} = \frac{(A \times 100)}{B}$$

Donde:

A Cantidad encontrada en ng (Endrin aldehído + Endrin cetona)



B Cantidad inyectada en ng de Endrin

Donde:

A % Degradación de DDT
B % Degradación de Endrin

9.1.3 Todos los picos en ambas disoluciones de evaluación de desempeño DEDs deben ser resueltos al 100 % en ambas columnas.

9.1.4 Los tiempos de retención absolutos de cada uno de los plaguicidas y surrogados en ambas DEDs deben estar dentro del intervalo de tiempo determinado en la calibración inicial.

9.1.5 Si cumple con los criterios antes mencionados prosiga con la siguiente sección, en caso de no cumplir verifique lo siguiente:

9.1.6. Verifique que el sistema cromatográfico específicamente el inyector no esté contaminado con materiales de alto punto de ebullición en caso de ser así reemplace el septum, inserto de vidrio y/o en caso necesario corte una porción de columna (0,5 – 1 m) de el extremo correspondiente al puerto de inyección.

9.2 Verificación de los blancos

9.2.1 Los blancos de reactivos no deben presentar ningún tipo de analito que tenga el tiempo de retención de los plaguicidas medidos, por lo que es importante que los reactivos utilizados cumplan con las especificaciones mencionadas en la Sección 7.1.

9.2.2 Si los resultados de los blancos indican contaminación con plaguicidas, ésta contaminación debe ser menores a 5 % de los límites de regulación asociada al plaguicida, o menores al 5 % de los resultados de los plaguicidas en las muestras.

9.2.3 Si los resultados de los blancos no cumplen con los criterios mencionados debe localizar la fuente de contaminación y extraer y analizar nuevamente las muestras asociadas al blanco contaminado

9.2.4 Use también los blancos de reactivos para verificar la contaminación por arrastre de muestras con altas concentraciones en análisis secuenciales

9.3 **Verificación de estándares subrogados.**– Evalúe los datos de recobro de los surrogados de las muestras y compare las especificaciones de acuerdo a su programa de control de calidad.

9.3.1 Si los valores no cumplen con los especificados, determine las causas y corrija el problema, documente las incidencias y acciones correctivas e inclúyalas en el expediente del desarrollo inicial del desempeño del método

9.4 **Verificación de estándares internos**

9.4.1 Compare el área de él o los estándares internos de las muestras con el área promedio de los estándares internos obtenidos de los puntos de calibración, el valor obtenido en el o los estándares internos de la muestra no deben ser menores a 50 % ni mayores a 200 % del valor promedio obtenido en la curva de calibración para cada estándar interno.

9.4.2 Si los valores no cumplen con los especificados (Sección 9.7.1), el sistema analítico está fuera de control, determine las causas y corrija el problema, documente las incidencias y acciones correctivas e inclúyalas en el expediente del desarrollo inicial del desempeño del método.

9.5 **Composición del lote analítico (para cada 20 muestras)**

- | | |
|--------|---|
| 1 | Muestra de verificación del Instrumento |
| 2 | Blanco de Reactivos |
| 3 | Muestra de Control de Calidad 1 (MCC) |
| 4 | Muestra real No. 1 |
| 5 | Muestra real No. 2 |
| 6 a 25 | Muestras reales |
| 26 | Muestra fortificada |
| 27 | Blanco de Reactivos |

Para lotes mayores, analice al menos un 10 % de muestras control de calidad (MCC) y 10% de muestras reales duplicadas.

10 CALIBRACIÓN

10.1 Las condiciones de operación del cromatógrafo de gases están definidas por el tipo de columna elegida ver sección 9.3.1.

10.2 Una vez establecidas las condiciones de operación inyecte un volumen adecuado (1 a 2 μL) de cada estándar de calibración a partir de las disoluciones mencionadas en la sección 6.2.2.5, otros volúmenes pueden ser utilizados si así lo requiere la sensibilidad de los compuestos de interés.

10.3 Procedimiento de calibración

10.3.1 Analice cada estándar de calibración a partir de las disoluciones mencionadas en la sección 6.2.2.5 de acuerdo la sección 10.3.1, si la técnica de cuantificación elegida es por estándar externo construya una curva de área o altura de pico contra concentración y calcule el factor de respuesta FR para cada plaguicida

$$\text{Ecuación 6} \quad \text{FR} = \frac{\text{Área del plaguicida}}{\text{Concentración del plaguicida}}$$

10.3.2 Si la técnica es por estándar interno, construya una curva de relación de áreas A_e/A_{ei} contra relación de concentración C_e/C_{ei} , calcule el factor de respuesta relativo para cada plaguicida según la siguiente ecuación:

$$\text{Ecuación 7} \quad \text{FRR} = \frac{(A_c \times C_{ei})}{(A_{ei} \times C_c)}$$

Donde:

A_c Área para el plaguicida a ser medido.
 A_{ei} Área para el estándar interno.



Cei Concentración del estándar interno en mg/l.
Cc Concentración del plaguicida a ser medido en mg/l.

11 PROCEDIMIENTO

Extracción de la muestra.

11.1 Extracción Líquido-Líquido.

Manteniendo el recipiente de la muestra en una superficie horizontal firme, marque en la parte exterior del recipiente donde se encuentra el menisco del agua, para después determinar su volumen el cual debe ser de 1 L.

11.1.1 Transfiera la muestra al embudo de separación de 2 litros.

11.1.2 Adicionar de 30 a 60 mL de cloruro de metileno (diclorometano) (hexano o éter de petróleo) al recipiente de la muestra, cerrarlo herméticamente y agitar durante 10 min para enjuagar su superficie interna.

11.1.3 Transferir el disolvente al embudo de separación e iniciar la extracción de la muestra agitando el embudo durante 10 minutos con periódicas aperturas de la llave del embudo para liberar la presión ejercida por el diclorometano. Dejar en reposo el embudo hasta la separación de las fases durante al menos 5 minutos. En caso de que la emulsión en la interfase sea mayor de un tercio (20 mL aprox.) del volumen del diclorometano, el analista debe utilizar técnicas mecánicas para completar la separación. La técnica mecánica óptima depende del tipo de muestra. Puede utilizarse agitación circular, filtración de la emulsión a través de lana de vidrio, centrifugación u otro método físico. Colecte el extracto de cloruro de metileno en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.

- 11.1.4** Adicionar un sendo volumen de 30 a 60 mL de cloruro de metileno al recipiente de la muestra y repetir el procedimiento de extracción, combinando los extractos en el matraz Erlenmeyer. Realizar una tercera extracción siguiendo el mismo procedimiento.
- 11.1.5** Ensamble el equipo de concentración Kuderna-Danish, uniendo el tubo concentrador de 10 mL al matraz de evaporación de 500 mL. Puede utilizarse otro método de concentración.
- 11.1.6** Verter los extractos orgánicos combinados a través de la columna de secado (ver 3.2.2.) con aproximadamente 10 cm de sulfato de sodio anhidro y que se ha enjuagado previamente con diclorometano. Colectar el extracto en el equipo concentrador Kuderna-Danish. Para lograr una transferencia cuantitativa, enjuagar el matraz Erlenmeyer y la columna de secado con 20-30 mL de cloruro de metileno.
- 11.1.7** Adicionar una o dos perlas de ebullición limpias al equipo concentrador, colocar la columna Snyder y adicionar aprox. un mL de diclorometano por la parte superior de la columna que contiene tres esferas para evitar la evaporación de los extractos. Colocar el aparato Kuderna-Danish dentro del baño María (60-65)°C de suerte a que el tubo concentrador este parcialmente inmerso en el agua caliente y la parte redondeada inferior del matraz sea calentada por el vapor del agua. Ajustar la posición vertical del aparato concentrador y ajustar la temperatura del agua de tal suerte que la evaporación dure entre 15 y 20 minutos. Cuando el volumen del extracto alcanza cerca de un mL, retire el equipo y permita que se enfríe durante al menos 10 minutos.
- Incrementar la temperatura del baño María a cerca de 80 °C. Retirar momentáneamente la columna Snyder y adicionar 50 mL de Hexano y una perla de ebullición nueva, colocar nuevamente la columna Snyder y concentrar el extracto de la misma manera que en el numeral 8.1.6, a excepción que en la parte superior de la columna Snyder se adiciona aprox. un mL de hexano para prehumectar las esferas. El tiempo que tarde la concentración debe ser entre 5 y 10 minutos.

- 11.1.8** Retire la columna Snyder y enjuague el matraz y su conexión inferior con 1 – 2 mL de hexano. Se recomienda el uso de una jeringa de 5 mL. Tapar el tubo concentrador y refrigerar si no se continuará inmediatamente con el proceso. Si el extracto se almacenará por más de dos días, debe guardarse en un vial de tapa de rosca con sello interno recubierto de teflón. Si la muestra no requiere limpieza, proceder con el análisis cromatográfico (numeral 8.3). Si la muestra requiere de limpieza, proceder con numeral.

11.2 Extracción de muestra Sólido-Líquido

- 11.2.1** Mida 1 L de muestra con probeta, tenga cuidado en minimizar las pérdidas de muestra durante éste paso.
- 11.2.2** Adicione a las muestras y blancos 5.0 mL de metanol y adicione el estándar o estándares surrogados según lo mencione el método cromatográfico específico.
- 11.2.3** Prepare las muestras fortificadas y sus réplicas con los analitos de interés o los mencionados por el método cromatográfico específico, la frecuencia con la cual debe preparar las muestras fortificadas depende del número de muestras analizadas, del método específico o del control de calidad.
- 11.2.4** Si sospecha que la concentración de los analitos a medir es elevada, tome menor volumen para su extracción.
- 11.2.5** Verifique que el valor de pH se encuentre en el intervalo requerido (ver tabla 1), de no ser así, ajuste el valor.
- 11.2.6** Ensamble el sistema de extracción usando los discos de 47 mm y/o 90 mm, filtre la muestra previamente si estas contienen cantidades significativas de partículas C18.
- 11.2.7** Hacer una extracción pasando a través del disco 10 mL de acetato de etilo deje humedecer y deje pasar el disolvente completo.
- 11.2.8** Pasar nuevamente a través del disco 10 mL de cloruro de metileno y dejar pasar el disolvente completamente.

- 11.2.9** Repita la operación pero ahora con 10 mL de metanol dejándolo un minuto después de haber pasado a través del disco unas pequeñas gotas del disolvente (auxiliarse con el vacío), apague el vacío y permita que el disco se remoje.
- NOTA 3:** A partir de éste momento y hasta completar la extracción el disco debe permanecer húmedo; ya que este es un paso crítico para poder obtener una buena recuperación.
- 11.2.10** Repita la operación con 10 mL de agua libre de orgánicos, desecando una pequeña cantidad de metanol e ir agregando poco a poco el agua libre de orgánicos hasta dejar un minuto humedecido el disco.
- 11.2.11** Adicione la muestra, blanco o muestra fortificada (ver 11.1.1) y encienda el vacío y extraiga de 3 a 5 minutos por litro de muestra (esto debe realizarse a un flujo constante).
- 11.2.13** Después que haya pasado la muestra a través del medio de la fase sólida, seque el disco manteniendo el vacío de 10 segundos a 1 minuto, para evitar la degradación, por el paso de aire, de los compuestos adsorbidos.
- 11.2.14** Remueva la entrada del filtro estándar (no lo desensamble) del múltiple e inserte el tubo de recolección. El tubo de recolección debe tener la suficiente capacidad para contener los disolventes de elución
- 11.2.15** Adicione al disco 5,0 mL de acetato de etilo, permita que el acetato de etilo se difunda por el disco, encienda entonces el vacío y apáguelo cuando las primeras gotas de acetato de etilo pasen a través del disco, dejarlo 1 minuto y posteriormente encienda el vacío cerrándolo antes de que se seque.
- NOTA 4:** La elución inicial con un disolvente miscible en agua mejora la recuperación de los analitos atrapados en los poros llenos de agua del disolvente
- 11.2.16** Adicione 6 mL de una mezcla de acetato de etilo y de cloruro de metileno 1:1 (u otro disolvente de elución ver Tabla 1) para enjuagar, dejarlo un minuto antes de abrir el vacío.

11.3 Limpieza

- 11.3.1** La limpieza puede no ser necesaria para matrices de muestra relativamente limpias, su objetivo es eliminar las interferencias y depende de la naturaleza de las muestras y la calidad del objetivo a medir, la guía general para limpieza del extracto de muestra se puede consultar en los métodos de las series 3600 de la EPA, específicamente como sigue:

Método EPA 3610 (Alúmina)

Método EPA 3620 (Florisil)

Método EPA 3630 (Silica-gel)

- 11.3.2** Poner en una columna el Florisil (cerca de 20 g, la cantidad se calcula como se indica en 8.5) en una columna como la indicada en 3.2.2 y en la parte superior colocar entre 1 y 2 cm de sulfato de sodio anhidro.

- 11.3.3** Humectar y enjuagar la columna con 60 mL de hexano.

- 11.3.4** Ajustar con hexano el volumen del extracto a 10 mL y transferir del tubo concentrador a la columna. Enjuagar el tubo con 1-2 mL de hexano y adicionar el disolvente a la columna.

- 11.3.5** Concentrar los eluatos a 1 mL utilizando cualquier técnica como rotavapor, Kuderna Danish (K-D), o con gas nitrógeno ultrapuro.

11.4 Análisis de extractos de muestras

11.4.1 Cuando se requiera de mayor resolución cromatográfica se recomienda columnas de diámetros estrechos (≤ 0.32 mm diámetro interno DI). A continuación se mencionan las columnas a utilizar y sus condiciones de operación:

11.4.1.1 Condiciones para la columna 1 (ver sección 5.2.1.2)

Gas acarreador	Helio
Velocidad lineal	20 cm/s
Temperatura del horno	80 °C
Programa 1 de temperatura	30 °C/min
Temperatura final 1	190 °C
Programa 2 de temperatura	6 °C/min
Temperatura final 2	300 °C
Tiempo final	Hasta la elución de todos los compuestos esperados
Temperatura de Inyector	250 °C
Temperatura de Detector	330 °C
Modo split	20:1

11.4.1.2 Condiciones para la Columna 2 (ver sección 5.2.1.1)

Gas acarreador	Helio
Velocidad lineal	20 cm/s
Temperatura del horno	180 °C
Programa de temperatura	4 °C/min
Temperatura final	260 °C
Tiempo final	Hasta la elución de todos los compuestos esperados
Temperatura de Inyector	330 °C
Temperatura de Detector	290 °C
Modo split	20:1

11.4.1.3 Columna 3 (ver sección 5.2.1.2)

Gas acarreador	Helio
Velocidad lineal	20 cm/s
Temperatura del horno	100 °C

Programa 1 de temperatura	8 °C/min
Temperatura final 1	210 °C
Programa 2 de temperatura	8 °C/min
Temperatura final 2	240 °C
Tiempo final	Hasta la elusión de todos compuestos esperados
Temperatura de Inyector	250 °C
Temperatura de Detector	330 °C
Modo split	20:1

Esta última columna se recomienda utilizarla como una columna alternativa de confirmación de los plaguicidas.

- 11.4.2** En el procedimiento de análisis con el método de estándar interno, agregue el estándar al extracto de la muestra antes de aforar.
- 11.4.3** Inyecte un volumen adecuado (1 a 2 μL) del extracto de la muestra o estándar en el cromatógrafo de gases. Registre el volumen total del extracto y el área del pico resultante.
- 11.4.4** Identifique los plaguicidas en la muestra comparando los tiempos de retención de los picos en el cromatograma de muestra con los tiempos de retención de los picos en los cromatogramas de los estándares.
- 11.4.5** Si la respuesta del pico sobrepasa el intervalo de concentración de la curva patrón, diluya el extracto y analice nuevamente.
- 11.4.6** Si en la muestra no puede medirse correctamente la respuesta del pico del plaguicida de interés debido a la presencia de interferencias, tome las medidas pertinentes.

12 CÁLCULOS

- 12.1** Determine la concentración de compuestos individuales en la muestra.
- 12.1.1** Calcule la concentración en la muestra utilizando el factor de respuesta (FR) para estándar externo en la Sección 9.3.1.

$$\text{Ecuación 8} \quad \text{Concentración} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) = \left(\frac{AP}{FR} \right) \times FD$$

Donde:

AP Área del plaguicida a medir
FR Factor de respuesta del plaguicida promedio de curva
FD Factor de dilución si la muestra o el extracto fue diluido

- 12.1.2** Calcule la concentración en la muestra utilizando el factor de respuesta relativo (FRR) para estándar interno determinado en la sección 9.3.2.

$$\text{Ecuación 9} \quad \text{Concentración} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) = \left(\frac{A_c \times C_{ei}}{A_{ei} \times \overline{FRR}} \right) \times FD$$

Donde:

A_c Respuesta (área o altura del pico del plaguicida a medir.)
FD Factor de dilución si la muestra o el extracto fue diluido
FRR Factor de respuesta de calibración promedio
 A_{ei} Respuesta (área o altura del pico del plaguicida a medir.)
 C_{ei} Concentración del estándar interno

El resultado de concentración está en unidades de mg/L.

- 12.2** Para las muestras de varios componentes (clordano y toxafeno) promedie los tiempos de retención de los picos en los estándares con los picos en la muestra. Cuantifique cada pico identificable a menos que después de la limpieza persista la interferencia con los picos individuales. Aumente la altura o el área del pico de cada pico identificado en el cromatograma. Calcule la respuesta total en la muestra contra la respuesta total en el estándar.

- 12.3** Informe los resultados en mg/L sin corrección para la recuperación de datos con valor de incertidumbre. Todos los datos de control de calidad obtenido deberán ser informados junto con los resultados de la muestra.

13 DESEMPEÑO DEL MÉTODO

- 13.1 Límite de Detección: Ver Tabla 1
- 13.2 Límite Práctico de Cuantificación: No Documentado
- 13.3 Intervalo de Trabajo: No Documentado
- 13.4 Precisión del Método: No Documentado
- 13.5 Exactitud del Método: No documentado

14 MANEJO DE RESIDUOS

- 14.1 Es la responsabilidad del laboratorio cumplir con todos los reglamentos federales, estatales y locales referentes al manejo de residuos, particularmente las reglas de identificación, almacenamiento y disposición de residuos peligrosos.
- 14.2 Confinamiento: El laboratorio debe contar con áreas especiales, que tengan señalamientos adecuados, para almacenar temporalmente las soluciones contaminadas.
- 14.3 Todas las muestras que cumplan con la Norma de descarga al sistema alcantarillado pueden descargarse en el mismo.

15 APÉNDICE NORMATIVO

TABLA.2 LÍMITES DE DETECCIÓN DEL MÉTODO

Parámetro	Límite de Detección del Método	Límite de Detección del Método
	µg/L Agua Subterránea	µg/L Agua Residual
a-BHC	N.D	N.D
γ-BHC	0.93	0.35
B-BHC	0.91	0.20
Heptacloro	1.3	0.56
Lindano	1.4	0.32

Aldrin	1.4	0.83
Heptacloro epoxido	1.5	0.34
Endosulfan I	1.3	0.51
4,4'-DDE	1.0	0.59
Dieldrin	0.90	0.49
Endrin	1.70	0.82
4,4'-DDD	1.40	0.85
Endosulfan II	0.90	0.54
4,4'-DDT	0.60	0.71
Endrin aldehido	0.80	0.36
Endosulfan sulfato	N.D	N.D
γ -Clordano	1.8	0.58
α -Clordano	1.50	0.58
Toxafeno	N.D	N.D

NOTA 5: 1) Los resultados fueron determinados con 7 réplicas de cada tipo de matriz.

TABLA.3 NIVELES PARA LA PREPARACIÓN DE LA MEZCLA DE EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO (DED)

Compuesto	Concentración (ng/mL)
Gama-BHC	10.0
4,4-DDT	10.0
Endrin	10.0
Metoxicloro	10.0
Decaclorobifenil	10.0

TABLA. 4 CONCENTRACIONES PARA LA PREPARACIÓN DE LA MEZCLA DE VERIFICACIÓN DE RESOLUCIÓN.

Compuesto	Concentración (ng/mL)
Endosulfan I	10.0
p,p-DDE	10.0

Dieldrin		10.0
Sulfato	de	10.0
Endosulfan		
Endrin cetona		10.0
Metoxicloro		10.0
Decaclorobifenilo		10.0

16 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

17 BIBLIOGRAFÍA

- 17.1** “Ley Federal de Derechos, tabla de Lineamientos de Calidad del Agua, Capítulo XI, Título II, Art. 224. Diario Oficial de la Federación, diciembre de 1997.
- 17.2** “Norma Oficial Mexicana NOM-127-SSAI-1994, Salud ambiental, agua para uso y consumo humano. Límites Permisibles de calidad y tratamientos a que debe someterse el agua para su potabilización. Diario Oficial de la Federación, agosto de 1994.
- 17.3** Method 608, “Organochlorine Pesticides and PCBs”, EPA 600, Environmental Protection Agency, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio, December 1996.
- 17.4** Method 8081^a “Organochlorine Pesticides by Gas Chromatography”, EPA 8000, Environmental Protection Agency, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio, December 1996.
- 17.5** Method 3510C “Separatory Funnel Liquid-Liquid Extraction”, EPA 3500, Environmental Protection Agency, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio, December 1996.

- 17.6** Method 3610B "Alumina Cleanup", EPA 3600, Environmental Protection Agency, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio, Decembre 1996.
- 17.7** Method 3620B "Florisil Cleanup", EPA 3600, Environmental Protection Agency, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio, Decembre 1996.
- 17.9** Method 3630C "Silica-Gel Cleanup (florisil)", EPA 3600, Environmental Protection Agency, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio, Decembre 1996.
- 17.10** Method 3535A "Solid-Phase Extraction (SPE) EPA 3500 Enironmental Protection Agency, Office of Research and Development, Cincinnati, Ohio, January 1998
- 17.11** ISO-6468(E) "Water quality - Determination of certain organochlorine insecticides, polychlorinated biphenyls and chlorobenzenes - Gas chromatographic method after liquid-liquid extraction". International Organization for Standardization, Switzerland1996

18 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no coincide con ninguna norma internacional debido a que el método actual es tecnológicamente más adecuado que el propuesto por la ISO 6468-Water quality - Determination of certain organochlorine insecticides, polychlorinated biphenyls and chlorobenzenes - Gas chromatographic method after liquid-liquid extraction.

México D.F., a

**DR. FRANCISCO RAMOS GÓMEZ
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**