

NORMA Oficial Mexicana NOM-028-ZOO-1995, Determinación de residuos de plaguicidas organofosforados, en hígado y músculo de bovinos, equinos, porcinos, ovinos, caprinos, cérvidos y aves, por cromatografía de gases.

Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 24 de enero de 1996

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.-
Secretaría de Agricultura, Ganadería y Desarrollo Rural.

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-028-ZOO-1995, DETERMINACION DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS ORGANOFOFORADOS, EN HIGADO Y MUSCULO DE BOVINOS, EQUINOS, PORCINOS, OVINOS, CAPRINOS, CERVIDOS Y AVES, POR CROMATOGRFIA DE GASES.

La Secretaría de Agricultura, Ganadería y Desarrollo Rural, por conducto de la Dirección General Jurídica, con fundamento en los artículos 1o., 3o., 4o. fracción III, 12, 13, 16 y 21 de la Ley Federal de Sanidad Animal; 1o., 38 fracción II, 40, 41, 43 y 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 35 fracción IV de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 10 fracción V del Reglamento Interior de la Secretaría de Agricultura y Recursos Hidráulicos, y

CONSIDERANDO

Que la determinación de residuos de plaguicidas organofosforados en hígado y músculo de bovinos, equinos, porcinos, ovinos, caprinos, cérvidos y aves por cromatografía de gases, se establece con el fin de asegurar a los consumidores, el suministro de alimentos que no rebasen los límites máximos permisibles de este tipo de productos.

Que el consumo de alimentos contaminados de origen animal, implica diversos riesgos para la salud que dependen de la presencia de los residuos nocivos.

Que entre los beneficios que reporta el hecho de aplicar las pruebas que permiten la detección de este tipo de residuos, se encuentra el de participar con mayor confianza en el comercio internacional de alimentos, contando de esta forma con las bases suficientes para certificar la inocuidad de los productos alimenticios cárnicos, tanto importados como exportados.

Que para alcanzar los objetivos señalados en los párrafos anteriores, con fecha 22 de junio de 1995, se publicó en el **Diario Oficial de la Federación** el Proyecto de Norma Oficial Mexicana NOM-034-ZOO-1995, denominada "Determinación de residuos de plaguicidas organofosforados, en hígado y músculo de bovinos, equinos, porcinos, ovinos y aves por cromatografía de gases", iniciando con ello el trámite a que se refieren los artículos 45, 46 y 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, por lo que con fecha 27 de noviembre del año en curso, se publicaron las respuestas a los comentarios recibidos en relación a dicho Proyecto.

Que en virtud del resultado del procedimiento legal antes indicado, se modificó la clave de la Norma, así como los diversos puntos que resultaron procedentes y por lo cual se expide la presente Norma Oficial Mexicana, para quedar como NOM-028-ZOO-1995, DETERMINACION DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS ORGANOFOSFORADOS, EN HIGADO Y MUSCULO DE BOVINOS, EQUINOS, PORCINOS, OVINOS, CAPRINOS, CERVIDOS Y AVES, POR CROMATOGRAFIA DE GASES.

INDICE

- 1. OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION**
- 2. REFERENCIAS**
- 3. DEFINICIONES**
- 4. SIMBOLOS Y ABREVIATURAS**
- 5. FUNDAMENTO**
- 6. EQUIPO**
- 7. REACTIVOS Y MATERIALES**
- 8. ESTANDARES**
- 9. PROCEDIMIENTO DE EXTRACCION**
- 10. PROCEDIMIENTO DE CUANTIFICACION**
- 11. RESULTADOS**
- 12. SANCIONES**
- 13. CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES**
- 14. BIBLIOGRAFIA**
- 15. DISPOSICIONES TRANSITORIAS**

1. Objetivo y campo de aplicación

1.1. Objetivo.

Esta Norma es de observancia obligatoria en todo el territorio nacional y tiene por objeto establecer el método de prueba para la cuantificación de residuos de plaguicidas organofosforados, en hígado y músculo de bovinos, equinos, porcinos, ovinos, caprinos, cérvidos y aves.

1.2. Campo de aplicación.

Esta Norma se aplica a los laboratorios de análisis de residuos tóxicos en tejidos alimenticios primarios de origen animal, aprobados por la Secretaría de Agricultura, Ganadería y Desarrollo Rural.

1.3. La vigilancia de esta Norma corresponde a la Secretaría de Agricultura, Ganadería y Desarrollo Rural, así como a los gobiernos de los estados en el ámbito de sus respectivas atribuciones y circunscripciones territoriales, de conformidad con los acuerdos de coordinación respectivos.

1.4. La aplicación de las disposiciones previstas en esta Norma compete a la Dirección General de Salud Animal, así como a las Delegaciones estatales de la Secretaría de Agricultura, Ganadería y Desarrollo Rural, en el ámbito de sus respectivas atribuciones y circunscripciones territoriales.

2. Referencias

Para la correcta aplicación de esta Norma deben consultarse las siguientes normas oficiales mexicanas:

NOM-003-ZOO-1994, Criterios para la operación de laboratorios de pruebas aprobados en materia zoosanitaria.

NOM-004-ZOO-1993, Control de residuos tóxicos en carne, grasa, hígado y riñón de bovinos, equinos, porcinos y ovinos.

NOM-008-SCFI-1993, Norma Oficial Mexicana. Sistema General de Unidades de Medida.

3. Definiciones

Para efectos de esta Norma, se entiende por:

3.1. Coeficiente de correlación: Es la relación nominal, teórica o de una unidad evidente, entre una variable y otra que hace mínima a la suma de los cuadrados de las desviaciones de la primera con respecto a su proporcionalidad con la segunda.

Con proporcionalidad exacta, el coeficiente es 1, si no existe ninguna relación es cero. La proporcionalidad inversa completa proporciona un valor de -1.

3.2. Cromatografía de gases: Es una técnica analítica que permite la separación física de dos o más compuestos, basada en la diferente distribución en dos fases, una de las cuales es estacionaria sólida o líquida y la otra móvil, en fase gaseosa.

3.3. Muestra fortificada: Es un tejido blanco que ha sido adicionado de una concentración conocida del analito.

3.4. Recuperación (R): Es el porcentaje del elemento o compuesto de interés (analito) obtenido en la muestra fortificada (MF), calculado en función de la cantidad real adicionada (C.A.)

$$R = \frac{MF}{CA} \times 100$$

CA

3.5. Tejido blanco: Es una muestra de tejido, previamente analizada, que no contiene al analito o puede contenerlo en cantidades menores al límite máximo de residuos.

3.6. Estándar interno: Es el compuesto que tiene una estructura química similar a la del compuesto a analizar, que se adiciona al juego de muestras problema y se somete al proceso de extracción normal, para efectos de cuantificación.

4. Símbolos y abreviaturas

CG cromatografía de gases

g gramo

G.R. grado reactivo

m metro

mg miligramo

min minuto

ml mililitro

mm milímetro

ppm partes por millón

rpm revoluciones por minuto

v/v volumen a volumen

μm micrómetros

μg microgramos

μl microlitros

°C grados Celsius o centígrados

% por ciento

5. Fundamento

La cuantificación de residuos de plaguicidas organofosforados se realiza por cromatografía de gases con detector termoiónico específico; el etilparatión se usa como estándar interno.

El tejido se pesa en un tubo de centrifuga y se fortifica con el estándar interno; simultáneamente se prepara una muestra de recuperación que se fortifica con la mezcla estándar de trabajo. El tejido se mezcla, centrifuga y filtra; el filtrado se extrae con una mezcla de acetato de etilo-hexano, agitando y centrifugando. El extracto se concentra, se reconstituye a un volumen específico y se extrae con acetonitrilo. Una limpieza posterior se realiza con una mezcla de carbón, celite y óxido de magnesio por cromatografía en columna utilizando una jeringa Pasteur. El eluato se concentra, para análisis por CG.

Por este procedimiento se analizan los siguientes organofosforados: diazinón, dioxatión, di-systón, metil paratión, etil paratión, malatión, fentión, metiltritión, DDVP, etión y fenitrotión.

6. Equipo

- Agitador mecánico horizontal.
- Agitador vórtex.
- Aparato múltiple de vacío.
- Balanza analítica.
- Balanza granataria.
- Baño de vapor.
- Bomba de vacío.
- Centrifuga de 5000 rpm.
- Evaporador de nitrógeno.
- Estufa con temperatura controlable.
- Homogeneizador de tejidos.
- Mufla.
- Picadora de alimentos.
- Platina de calentamiento y agitación.
- Rotavapor.

6.1. Instrumentos.

6.1.1. Cromatógrafo de gases equipado con un detector termoiónico específico.

7. Reactivos y materiales

7.1. Reactivos.

- Acido clorhídrico, G.R.
- Acetato de etilo, grado pesticida o cromatográfico.
- Acetonitrilo, grado pesticida o cromatográfico.
- Agua destilada.
- Carbón activado G.R.
- Celite 545 G.R.
- Cloruro de metileno, G.R.
- Eter de petróleo, grado pesticida o cromatográfico.
- Hexano, grado pesticida o cromatográfico.
- Metanol G.R.
- Oxido de magnesio G.R.

7.1.1. Preparación de reactivos.

- Acetonitrilo saturado con éter de petróleo: Mezclar 500 ml de acetonitrilo con 100 ml de éter de petróleo.
- Carbón activado: Tratar 200 g de carbón con 500 ml de ácido clorhídrico concentrado, cubrir con un vidrio de reloj, calentar a ebullición y agitar magnéticamente, durante una hora. Agregar 500 ml de agua, agitar y hervir otros 30 min. Colectar el carbón en un embudo Buchner y lavar con agua hasta que los lavados sean neutros al papel indicador universal. Secar en una estufa a 130 °C toda la noche.
- Celite 545: La celite deberá estar libre de sustancias que interfieran con las determinaciones por cromatografía gas líquido, para lo cual se remueven las sustancias que capturan electrones, tratando con partes iguales de ácido clorhídrico y agua destilada y calentando en un baño de vapor. Decantar y lavar con agua destilada hasta neutralizar. Lavar sucesivamente con metanol, acetato de etilo y hexano y secar durante toda la noche (16-18 horas) en la estufa a 80-90°C. Calentar en una mufla a 600 °C durante un tiempo mínimo de 4 horas.

Es recomendable que una vez activada la celite 545, se utilice a más tardar en un mes.

- Mezcla de acetato de etilo:hexano 70:30 v/v
- Óxido de magnesio: Mezclar 500 g con agua destilada y calentar en baño de vapor por 30 min y filtrar con vacío. Secar toda la noche a 105-130 °C y pulverizar para pasar a través de un tamiz número 60. Conservar en un contenedor cerrado dentro de un desecador.
- Mezcla adsorbente de carbón: Mezclar 1 parte de carbón tratado con ácido, 2 partes de óxido de magnesio hidratado y 4 partes de celite lavado con ácido. Guardar en un contenedor cerrado.

Es recomendable que el óxido de magnesio después de tratado, se utilice antes de un mes.

7.2. Materiales.

- Aire comprimido extraseco.
- Barras magnéticas para agitación.
- Botellas de plástico, para centrífuga de 250 ml.
- Columna para cromatografía de gases DB - 1701 de 30 m de longitud y 0.32 µm de diámetro interno o equivalente, o
- Columna para cromatografía de gases de 2 m de longitud, 4 mm de diámetro interno empacada con 10% de OV - 101 sobre Chromosorb WHP mallas 100/120.
- Cronómetro.
- Cuchillo o escalpelo con bisturí.
- Desecador.
- Embudo Buchner.
- Embudo de filtración de 5 ml.
- Espátulas.
- Fibra de vidrio.
- Frascos de boca ancha de 250 ml, con tapa de rosca.
- Gradillas para tubos de ensayo de 15 ml.
- Hidrógeno grado cromatográfico.
- Jeringas de 5 ml.
- Matraces Erlenmeyer de 50 ml.
- Matraces Kitasato de 500 ml.

- Matraces volumétricos de 10, 50 y 100 ml.
- Matraces redondos de fondo plano de 500 ml con junta 24/40.
- Microjeringas de 5 y 10 μ l.
- Micropipetas de 100 μ l.
- Nitrógeno grado cromatográfico.
- Papel indicador universal.
- Papel filtro Whatman número 2 y número 4.
- Pipetas graduadas de 5 y 10 ml.
- Pipetas Pasteur, con punta corta.
- Pipetas volumétricas de 1, 5 y 10 ml.
- Probetas de 100 y 500 ml.
- Propipetas.
- Tamiz del número 60.
- Tubos concentradores graduados, con tapón de rosca de 15 ml.
- Tubos concentradores graduados, con tapón esmerilado de 15 ml.
- Tubos de centrífuga de polipropileno de 50 ml.
- Vasos de precipitado de 1000 ml.
- Vidrios de reloj.

8. Estándares

Los estándares de referencia usados deberán ser de pureza certificada y son:

Pureza mínima

Diazinón	98 %
Dioxatión	70 %
Di-systón	99 %
Etil paratión	95 %
Metil paratión	99 %

Malatión 95 %
 Fentión 97 %
 Metiltritión 70 %
 DDVP 93 %
 Etión 95 %
 Fenitrotión 95 %

8.1. Soluciones Patrón 1 mg/ml.

Pesar de 40 a 50 mg de cada estándar en matraces volumétricos de 50 ml, disolver y diluir con acetato de etilo. Conservar en congelación.

8.2. Solución estándar de trabajo. Esta solución se usa para fortificar la muestra de recuperación.

Determinar los ml de cada solución patrón, necesarios para alcanzar las concentraciones aproximadas del estándar de trabajo, indicadas en la Tabla No. 1. En un matraz volumétrico de 100 ml, combinar cantidades adecuadas de cada estándar y diluir al volumen con acetato de etilo. Conservar en refrigeración, cuando no se est usando.

8.3. Estándar para cromatografía de gases.

Diluir 0.5 ml de la solución estándar de trabajo a 10 ml con acetato de etilo. Conservar en refrigeración.

TABLA No. 1

Concentración de las soluciones estándares µg/ml

	De trabajo	Para CG.
Diazinón	15.0	0.75
Dioxatión	30.0	1.50
Di-systón	11.0	0.55
Etil paratión	16.0	1.00
Metil paratión	40.0	2.00
Malatión	50.0	2.50
Fentión	52.0	2.60
Metiltritión	90.0	4.50

DDVP 16.0 0.80

Etión 20.0 1.00

Fenitrotión 16.0 0.80

Las concentraciones son aproximadas; si se requiere, el analista deberá ajustarlas para obtener una óptima respuesta y sensibilidad para el instrumento y detector que est usando.

Todas las soluciones estándares tienen una vida de anaquel de 6 meses.

9. Procedimiento de extracción

9.1. Preparación de las muestras.

9.1.1. Con el cuchillo o el bisturí, quitar la grasa del músculo y el tejido conectivo del hígado. Moler y homogeneizar los tejidos.

9.2. Extracción.

9.2.1. Pesar 50 0.1 g de hígado o músculo en un frasco de centrifuga de plástico de 250 ml.

9.2.2. De igual forma preparar con cada serie de muestras, un tejido blanco y una muestra de recuperación.

9.2.3. Adicionar a todas las muestras 1 ml de etilparatión, estándar interno.

9.2.4. Fortificar la muestra de recuperación, con 1 ml de la mezcla estándar de trabajo.

9.2.5. Adicionar a todas las muestras 100 ml de la mezcla de acetato de etilo:hexano 70:30.

9.2.6. Agitar mecánicamente por 10 min. Centrifugar a 2000 rpm durante 10 min.

9.2.7. Filtrar el extracto en un matraz redondo de fondo plano de 500 ml, usando dos hojas de papel filtro Wathman del número 2 y del número 4. Si se ha separado sangre durante la centrifugación, no permita que la sangre pase a través del filtro.

9.2.8. Agregar 100 ml de la mezcla de acetato de etilo:hexano 70:30 agitar mecánicamente por 10 min.

9.2.9. Centrifugar a 2000 rpm por 10 min.

9.2.10. Filtrar el extracto en el mismo matraz redondo de fondo plano de 500 ml, tomando las mismas precauciones.

9.2.11. Evaporar a 90 - 95 ml en un rotavapor a 50 - 60 °C.

- 9.2.12.** Transferir a un matraz volumétrico de 100 ml, enjuagar el matraz redondo de fondo plano con la mezcla de acetato de etilo:hexano 70:30 y agregar los lavados al matraz volumétrico, diluir al volumen, tapar y mezclar bien.
- 9.2.13.** Transferir el extracto a tubos de centrifuga de polipropileno de 50 ml o a botellas de plástico para centrifuga de 250 ml.
- 9.2.14.** Colocar 10 ml del extracto en tubos concentradores graduados de 15 ml, con tapón esmerilado. Poner los tubos o las botellas de plástico en un congelador.
- 9.2.15.** Evaporar a 0.5 ml en el evaporador de nitrógeno, a 60°C.
- 9.2.16.** Llevar a 3 ml con éter de petróleo. Para las muestras con un exceso de grasa, adicionar de 1 a 2 ml más de éter de petróleo. Mezclar bien.
- 9.2.17.** Adicionar 7 ml de acetonitrilo saturado con éter de petróleo. Tapar y mezclar suavemente con movimiento circular. Dejar reposar 5 min para permitir que las capas se separen.
- 9.2.18.** Aspirar y descartar la capa superior de éter de petróleo. Esto deberá eliminar algo de grasa.
- 9.2.19.** Agregar 5 ml de éter de petróleo y agitar manualmente. Dejar reposar 5 min para que las capas se separen; aspirar y descartar la capa superior.
- 9.2.20.** Concentrar en el evaporador de nitrógeno. Cuando el volumen alcance de 2 a 3 ml, lavar los lados con 5 ml de acetato de etilo y continuar la evaporación hasta que el volumen sea de un ml.
- 9.2.21.** Tapar los tubos y mezclar en vórtex.
- 9.2.22.** Para preparar las columnas, agitar bien la mezcla adsorbente de carbón antes de usar. Pesar de 0.3 a 0.4 g de la mezcla adsorbente de carbón, por cada muestra.
- 9.2.23.** A una pipeta Pasteur colocarle un tapón de fibra de vidrio; agregar la mezcla adsorbente a la pipeta, usando un embudo de filtración de 5 ml. Golpear suavemente para sedimentar y compactar la mezcla. Poner un tapón pequeño de fibra de vidrio sobre la cama adsorbente, para evitar la ruptura al agregar el solvente a la columna.
- 9.2.24.** Adicionar 20 ml del solvente de elución (cloruro de metileno), a un matraz.
- 9.2.25.** Lavar las columnas con 3 ml de cloruro de metileno, tomados del matraz que contiene 20 ml del cloruro de metileno, eluir y descartar el eluato, sin dejar secar la columna.
- 9.2.26.** Colocar matraces Erlenmeyer debajo de cada columna, para coleccionar los extractos.

9.2.27. Con una micropipeta, agregar 100 µl de la muestra a la columna. Lavar la punta de la micropipeta con 1 ml del solvente de elución, dentro de la columna.

9.2.28. Adicionar el solvente de elución a la columna, en porciones de 1 ml hasta que se terminen los 20 ml, no dejar que se seque la columna. Se requieren aproximadamente de 30 a 45 min.

9.2.29. Concentrar en un evaporador de nitrógeno a 40 -50°C hasta un volumen aproximado de 5 ml; transferir el extracto a un tubo concentrador con tapón de rosca; cuando el volumen sea de 1 a 2 ml, lavar el matraz con 2-3 ml de acetato de etilo y agregar al tubo concentrador; tapar, mezclar y continuar la evaporación.

9.2.30. Evaporar a 0.1 ml, no a sequedad. Para detector fotométrico de flama, llevar a 0.2 ml con acetato de etilo, mezclar en vórtex y tapar los tubos. Para detector de ionización de flama, agregar de 3 a 4 ml de hexano, reconcentrar a 0.1 ml, no evaporar a sequedad; llevar a 0.2 ml con hexano. Para inyectores automáticos se puede hacer una dilución mayor.

9.2.31. Inyectar un volumen apropiado, en el cromatógrafo de gases.

Antes de inyectar las muestras es aconsejable acondicionar la columna empacada, inyectando un estándar de alta concentración, seguido de 3 o 4 inyecciones del estándar para cromatografía de gases. Este procedimiento reduce el riesgo de adsorción de los compuestos a niveles bajos, especialmente compuestos polares.

9.3. Resumen del método.

El método anteriormente descrito se resume de la siguiente manera:

Pesar 50 0.1 g de tejido en un frasco de centrifuga de 250 ml.

Preparar un tejido blanco y una recuperación.

Adicionar 1 ml del estándar interno a las muestras y al tejido blanco.

Fortificar la muestra de recuperación con 1 ml de la mezcla estándar de trabajo.

Adicionar 100 ml de la mezcla de acetato de etilo:hexano.

Agitar 10 min, centrifugar a 2000 rpm por 10 min. Filtrar el extracto en un matraz redondo.

Adicionar 100 ml de la mezcla de acetato de etilo:hexano y agitar durante 10 min.

Centrifugar a 2000 rpm por 10 min y filtrar en el mismo matraz redondo.

Evaporar a 90-95 ml en un rotavapor a 50-60 °C.

Transferir a un matraz volumétrico de 100 ml; lavar el matraz redondo y agregar los lavados al matraz volumétrico, diluir al volumen y mezclar bien.

Colocar 10 ml del extracto en tubos concentradores y conservar el restante en botellas de plástico en un congelador.

Evaporar a 0.5 ml. Llevar a 3 ml con éter de petróleo, mezclar bien.

Agregar 7 ml de acetonitrilo saturado con éter de petróleo; mezclar y dejar reposar 5 min.

Aspirar y descartar el éter de petróleo.

Agregar 5 ml de éter de petróleo; agitar; dejar reposar 5 min; aspirar y descartar la capa superior.

Concentrar a 2-3 ml. Lavar los lados del tubo con 5 ml de acetato de etilo y evaporar a 1 ml. Mezclar en vórtex.

Preparar las columnas, adicionándoles la mezcla adsorbente de carbón y lavándolas con cloruro de metileno.

Colocar matraces Erlenmeyer debajo de cada columna para colectar los extractos.

Adicionar 100 µl de la muestra a la columna y agregar el solvente de elución.

Evaporar a 5 ml; transferir a un tubo concentrador, lavar el matraz con 3 ml de acetato de etilo y agregar al tubo concentrador; continuar la evaporación hasta 0.1 ml, no a sequedad.

Para detector termoiónico específico, llevar a 0.2 ml con acetato de etilo, mezclar y tapar los tubos.

Para detector de ionización de flama agregar de 3 a 4 ml de hexano, reconcentrar a 0.1 ml y llevar a 0.2 ml con hexano.

Injectar al cromatógrafo de gases.

10. Procedimiento de cuantificación

Las siguientes condiciones son para un cromatógrafo de gases con detector termoiónico específico y se dan como un ejemplo solamente. El analista deberá optimizar estos parámetros para el instrumento que est utilizando.

10.1. Gas acarreador: Nitrógeno con un flujo de 30 ml/min

10.2. Gases de la flama: * Hidrógeno a 4.5 ml/min

* Aire a 180.0 ml/min

10.3. Temperatura inicial de la columna: 170 °C por 1 min

10.4. Programación de temperatura: 10 °C/min hasta
215 °C por 28.5 min

10.5. Temperatura final de la columna: 255 °C por 15 min

10.6. Temperatura del inyector: 230 °C

10.7. Temperatura del detector: 300 °C

10.8. Sensibilidad: Rango 12

10.9. Atenuación: 32

10.10. Velocidad de la carta: 4 mm/min

10.11. Tiempo de corrida: 58 min

10.12. Volumen de inyección: 2 µl.

Injectar el tejido blanco, la solución estándar para cromatografía de gases, la recuperación y las muestras.

11. Resultados

11.1. Cálculos.

- Medir la altura del pico o área del pico, para cada compuesto en la solución estándar para cromatografía de gases, en la recuperación y en las muestras.

- Calcular el porcentaje de recuperación. El rango es el siguiente:

Diazinón 60 - 100 %

Dioxatión 60 - 110 %

Di-systón 60 - 110 %

Metil paratión 70 - 110 %

Malatión 70 - 110 %

Fentión 60 - 110 %

Metiltritión 60 - 110 %

DDVP 60 - 110 %

Clorpirifos 60 - 100 %

Etión 60 - 110 %

Fenitrotión 80 - 110 %

- Calcular la concentración del organofosforado presente, de acuerdo a:

$$\text{ppm} = \frac{A}{B} \times \text{Altura o área de la muestra} \times \text{Conc. estándar } \mu\text{g/ml}$$

$$B \quad \text{Altura o área del estándar} \quad 2.5 \text{ g/ml}$$

Donde:

A= µl de estándar inyectado

B= µl de muestra inyectada

- Corregir de acuerdo al % de recuperación del compuesto.

11.2. Informe de resultados

Estos se reportarán en ppm del compuesto encontrado.

12. Sanciones

El incumplimiento a las disposiciones contenidas en la presente Norma será sancionado conforme a lo establecido en la Ley Federal de Sanidad Animal y la Ley Federal sobre Metrología y Normalización.

13. Concordancia con normas internacionales

Esta Norma Oficial Mexicana no es equivalente con ninguna norma internacional.

14. Bibliografía

Bowman, M.C., and Beroza, M. "GLC Retention Times of Pesticides and Metabolites Containing Phosphorous and Sulfur on Four Thermally Stable Columns." JAOAC 53, 499-508 (1970).

"Determinación de residuos de plaguicidas fosforados en tejidos animales." Manual de Procedimientos del Laboratorio de Residuos Tóxicos y Contaminantes. Revisión 1992. Centro Nacional de Servicios de Constatación en Salud Animal. SARH.

"Determination of Organophosphate Pesticide Residue in liver and Muscle Tissues." Chemistry Laboratory Guidebook. July 1991 Revision. Food Safety and Inspection Service, Science USDA.

Ives, N. Fred, and Guiffrida, Laura "Gas-Liquid Chromatographic Column Preparation for Adsorptive Compounds." JAOAC 53, 973-977 (1970).

"Manual of Analytical Methods for the Analysis of Pesticide Residues in Human and Environmental Samples" U.S. Environmental Protection Agency Sections 4, B(1)-B(5).

"Pesticide Analytical Manual-Volume 1" Food and Drug Administration, Sections 230.00-2232.45, Table 334-A.

Storrher, R.W. "A General Method for Organophosphorous Pesticide Residues in Non-Fatty Foods" JAOAC 54, 513-516 (1971).

Watts, R.R., Storrher, R.W., and Pardue, J.R. "Charcoal Column Cleanup Methods for Many Organophosphorous Pesticide Residues in Crop Extracts" JAOAC 52, 522-526 (1969).

15. Disposiciones transitorias

La presente Norma Oficial Mexicana entrará en vigor al día siguiente de su publicación en el **Diario Oficial de la Federación**.

Atentamente

Sufragio Efectivo. No Reelección.

México, D.F., a 18 de diciembre de 1995.- El Director General Jurídico, **Roberto Zavala Echavarría**.- Rúbrica.