

## Implementación de cromatografía de gases para cuantificación de plaguicidas organoclorados en agua potable

### Implementation of gas chromatography for quantification of pesticides in drinking water

Beltetón, Wilfredo R.; Argueta Hidalgo, José E.

 Wilfredo R. Beltetón

wilitin@yahoo.es

Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos y Toxicología, Ministerio de Salud, El Salvador

José E. Argueta Hidalgo

Laboratorio Nacional de Referencia, El Salvador

#### Alerta

Ministerio de Salud, El Salvador

ISSN-e: 2617-5274

Periodicidad: Semestral

vol. 1, núm. 2, 2018

[ralerta@salud.gob.sv](mailto:ralerta@salud.gob.sv)

Recepción: 25 Octubre 2018

Aprobación: 10 Diciembre 2018

Publicación: 12 Diciembre 2018

URL: <http://portal.amelica.org/ameli/journal/419/4191909008/>

DOI: <https://doi.org/10.5377/alerta.v1i2.7141>

Citación recomendada: Argueta Hidalgo J, Beltetón Martínez W. Implementación de cromatografía de gases para cuantificación de plaguicidas en agua potable. Alerta. 2018;1(2):62-66. DOI: 10.5377/alerta.v1i2.7141

## INTRODUCCIÓN

El uso de plaguicidas ha contribuido combatir las plagas de manera eficaz y, por ende, ha mejorado la seguridad alimentaria mundial. Pese a esto, debido a la contaminación generalizada y los efectos tóxicos de los plaguicidas, en especial los contaminantes orgánicos persistentes (COP), en los seres humanos y en la vida silvestre, han sido de atención especial durante las últimas cuatro décadas.

Con las investigaciones realizadas hasta la fecha, son evidentes los efectos indeseables de los plaguicidas sobre la salud del ser humano y sobre el medio ambiente. Independientemente de sus beneficios, estas son sustancias creadas para interferir algún sistema biológico en particular y carecen de selectividad real. Afectan simultáneamente tanto a la especie objetivo como a otras categorías de seres vivos, particularmente al ser humano<sup>1</sup>.

Según la Organización Mundial de la Salud (OMS), por plaguicida se define a la serie de sustancias o mezclas de sustancias que se utilizan para matar, reducir o repeler muchos tipos de plagas<sup>2</sup>. Por su estructura química tienen varias denominaciones, entre ellas plaguicidas organoclorados, que son resistentes a la degradación ambiental y metabólica, que facilitan su persistencia. Se almacenan principalmente en tejidos ricos en grasa y se transportan a través de las grasas y de las lipoproteínas circulantes del organismo<sup>3</sup>.

Bajo el nombre de plaguicidas organoclorados se han agrupado a un número de compuestos sintéticos considerados como hidrocarburos clorados, los cuales se dividen en:

- Derivados del etano (DDT).
- Hexaclorociclohexanos (Lindano).
- Ciclodienos clorados (Aldrín, Dieldrín, Endrín, Endosulfán).
- Canfeno clorados (Toxafeno).

Los plaguicidas organoclorados se acumulan en tejidos ricos en lípidos y se distribuyen entre el compartimento de transporte (sangre) y el compartimento de almacenamiento (tejido adiposo). En el organismo humano no se degrada ni metaboliza, solo se acumulan, razón para monitorear las posibles fuentes de ingesta como el agua y alimentos<sup>4</sup>.

La exposición a bajos niveles de plaguicidas organoclorados durante períodos prolongados puede tener efectos crónicos tales como: daños en el sistema nervioso central, malformaciones congénitas, efectos mutagénicos, cáncer, daños en piel, pulmones, ojos, sistema inmunológico y esterilidad masculina, entre otros<sup>5</sup>.

En el RTS 13.02.01:14 agua de consumo humano se establece como requisito la cuantificación de residuos de pesticidas organoclorados en agua potable de la red de distribución de El Salvador y que estos se encuentren bajo los límites máximos permisibles para que el agua se considere apta para consumo humano.

El laboratorio que utiliza un método es responsable de asegurar que el método esté validado adecuadamente y, si es necesario, de llevar a cabo trabajo adicional para complementar los datos ya existentes, estableciendo los datos de desempeño del método para su propio uso<sup>6</sup>.

## Objetivo

Implementar los métodos US EPA 608, US EPA 8081B y US EPA 3535A para la cuantificación de residuos de plaguicidas organoclorados en agua potable.

## METODOLOGÍA

Se pesaron los estándares y se disolvió cada uno, por separado, en metanol grado HPLC. Se preparó una curva de calibración de estándares (Tabla 1) en hexano grado HPLC (mezclando una alícuota de estándar en metanol con hexano) para: Endosulfán ( $\alpha$  y  $\beta$ ), 4,4'-DDE, Aldrín, 4,4'-DDD, 4,4'-DDT, Dieldrín, Lindano y Heptaclor, para establecer tiempos de retención. Después se extrajo en un cartucho de 6 mL con relleno C-18 de 500 mg marca JT Baker por la técnica SPE, 500 mL de agua fortificada a diferentes concentraciones de plaguicida en el instrumento Dionex™ AutoTrace™ 280, el cual fue previamente acondicionado con metanol grado HPLC y lavado con agua de conductividad menor a 0,5  $\mu$ S/cm, para luego eluir las moléculas retenidas en el relleno con Hexano grado HPLC. Luego se inyectó 2  $\mu$ L de extracto, utilizando una columna capilar DB-608 y gas Nitrógeno de 99,999 % de pureza para arrastrar la muestra, en un Cromatógrafo de Gases Agilent Technologies Modelo 6890N con Detector de Microcaptura de Electrones ( $\mu$ ECD)

programado bajo las condiciones descritas en la Tabla 2. Los resultados fueron procesados utilizando el software OpenLAB ChemStation.

## RESULTADOS

Se obtuvieron los siguientes tiempos de retención (Figura 1): Lindano-16,890 min, Heptaclor-18,378 min, Aldrín-19,868 min, Endosulfán  $\alpha$ -23,911 min, 4,4'-DDE-24,904 min, Dieldrín-25.307 min, 4,4'-DDD-27,852 min, Endosulfán  $\beta$ -28,284 min, 4,4'-DDT-29,888 min. Los rangos de recuperación promedio fueron (Tabla 3): Lindano-(94,4 %), Heptaclor-(117,7 %), Aldrín-(84,6 %), Endosulfán  $\alpha$ -(105,7 %), 4,4'-DDE-(89,3 %), Dieldrín-(103,1 %), 4,4'-DDD-(112,3 %), Endosulfán  $\beta$ -(120,0 %).

A partir de este ensayo el Laboratorio Nacional de Referencia cuenta con la implementación del método normalizado US EPA 608, US EPA 8081B y US EPA 3535A para el análisis de plaguicidas organoclorados. Los resultados obtenidos están conformes (rango de recuperaciones aceptable 70-120 %). Con esta determinación se puede dar cumplimiento al RTS 13.02.01:14 en el apartado de órgano clorados.

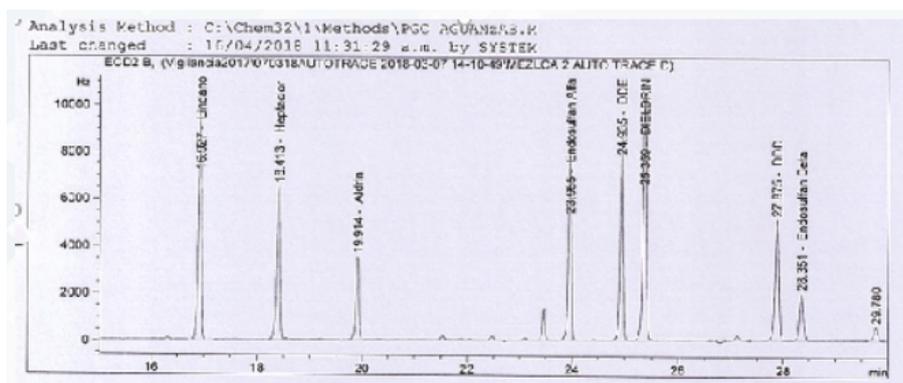


FIGURA 1

Fuentes de retención

*Elaboración propia a partir de datos del estudio*

TABLA 1

Concentración de Estándares de calibración (ppb)

Analito	Concentración Real (ppb)							R
	STD 1	STD 2	STD 3	STD 4	STD 5	STD 6	STD 7	
Heptaclor	0.406	1.014	2.028	4.056	8.112	10.140	----	0.9988
Lindano	1.153	2.305	4.610	6.915	9.220	11.525	----	0.9997
Endosulfán Alfa	3.765	7.530	15.059	22.589	30.118	37.648	----	0.9994
Endosulfán Beta	1.622	3.244	6.488	9.732	12.977	16.221	----	0.9995
4,4'-DDE	0.998	1.996	3.992	7.984	9.980	----	----	0.9997
4,4'-DDD	0.987	1.974	3.948	7.896	9.870	----	----	0.9986
Aldrín	0.026	0.264	1.056	2.112	3.168	5.280	----	0.9997
Dieldrín	0.031	0.307	0.767	1.534	3.067	4.600	7.668	0.9999
4,4'-DDT	2.042	4.083	8.166	10.208	----	----	----	0.9977

*Elaboración propia a partir de datos del estudio*

TABLA 2  
Condiciones cromatográficas

Flujo de gas Nitrógeno:	1.2 mL/min
Columna:	DB-608 Modo Presión constante, 13.5 psi Velocidad promedio: 30 cm/s
Volumen de Inyección:	2 µL
Solvente A:	Hexano grado HPLC.
Solvente B:	Metanol grado HPLC.
Lavados solvente A preinyección	2
Lavados solvente A postinyección	2
Lavados solvente B preinyección	4
Lavados solvente B postinyección	6
Lavados con muestra	2
<b>INLET</b>	
Temperatura:	250 °C
Presión:	13.5 psi
Flujo Total de Nitrógeno:	11.6 mL/min
Purge Flow:	7.9 mL/min hasta 0.75 min
Mode:	Splitless
Gas Saver	Off
<b>HORNO</b>	
Post Run:	60 °C
Temperature Program:	60°C por 1 min, calentar rápidamente hasta 180°C a 30°C/min por 5 min. Calentar a 250°C a 5°C/min por 5 min. Calentar a 280°C a 3°C/min por 10 min.
<b>DETECTOR</b>	
Temperatura:	330°C
Flujo:	60 mL/min
Detector:	Microcaptura de Electrones.

*Elaboración propia a partir de datos del estudio*

TABLA 3  
Recuperaciones

Analito	Porcentaje de Recuperación					Promedio	CV (%)
	Mx 1	Mx 2	Mx 3	Mx 4			
Heptaclor	109.5	121.1	128.0	112.4	117.7	7.1	
Lindano	81.2	92.8	98.5	105.1	94.4	10.8	
Endosulfán Alfa	97.0	106.6	109.9	109.3	105.7	5.7	
Endosulfán Beta	111.1	124.2	120.5	124.0	120.0	5.1	
4,4'-DDE	76.3	96.4	95.4	-	89.3	12.7	
4,4'-DDD	97.1	122.3	117.4	-	112.3	11.9	
Aldín	79.0	87.1	90.3	82.2	84.6	6.0	
Dieldrín	96.3	103.9	108.1	104.0	103.1	4.8	

*Elaboración propia a partir de datos del estudio*

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Ramírez J, Lacasaña M. Plaguicidas: clasificación, uso, toxicología y medición de la exposición. Arch Prev Riesgos Labor. 2001;4(2):67-75.
2. Fait A, Iversen B, Tiramani M, Visentin S, Maroni M, He F, *et al.* Prevención de los riesgos para la salud derivados del uso de plaguicidas en la agricultura. Serie protección de la salud de los trabajadores. 2004;1.
3. Waliszewski S, Caba M, Arroyo SG, Pietrini RV, Martínez A, Quintana RV, *et al.* Niveles de plaguicidas organoclorados en habitantes de México. Revista Internacional de Contaminación Ambiental. 2013;29:121-31.
4. Moraleda Muñoz. Niveles de Residuos de pesticidas organoclorados en leche pasteurizada UHT procedente de la IX y X Regiones de Chile. Facultad de Ciencias agrarias de la Universidad Austral de Chile; 2005. Disponible en: <http://cybertesis.uach.cl/tesis/uach/2005/fam828n/doc/fam828n.pdf>
5. Arbeláez MP, Henao H, Samuel. Vigilancia sanitaria de plaguicidas: experiencia de PLAGSALUD en Centroamérica. 2004. Disponible en: [http://cidbimena.desastres.hn/filemgmt/files/RA\\_VigilanciaSanitaria.pdf](http://cidbimena.desastres.hn/filemgmt/files/RA_VigilanciaSanitaria.pdf)
6. Magnusson B, Örnemark U. The fitness for purpose of analytical methods a laboratory guide to method validation and related topics. 2014. Consultado el 10 de diciembre de 2018. Disponible en: [https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MV\\_guide\\_2nd\\_ed\\_EN.pdf](https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MV_guide_2nd_ed_EN.pdf)