

### **NOTA IMPORTANTE:**

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

**ININ/ Oficina Nacional de Normalización**

---

**NORMA CUBANA**

**NC**

562: 2007

---

**PLAGUICIDAS — DIURÓN — DETERMINACIÓN DE RESIDUOS**

**Pesticides—Diuron—Determination of residues**

---

**ICS: 65.100**

**1. Edición Noviembre 2007  
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA**

**Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana. Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048; Correo electrónico: [nc@ncnorma.cu](mailto:nc@ncnorma.cu); Sitio Web: [www.nc.cubaindustria.cu](http://www.nc.cubaindustria.cu)**



**Cuban National Bureau of Standards**

## Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos normativos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

### Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el NC/ CTN 97 de Sanidad vegetal, integrado por las siguientes instituciones:
  - Instituto de Investigaciones de Sanidad Vegetal (INISAV)
  - Centro Nacional de Sanidad Vegetal (CNSV)
  - Instituto de Investigaciones Fundamentales en Agricultura Tropical (INIFAT)
  - Centro de Ingeniería e Investigaciones Químicas (CIIQ)
  - Centro Nacional de Sanidad Agropecuaria (CENSA)
  - Laboratorio Provincial de Sanidad Vegetal (LAPROSAV) en La Habana
  - Instituto de Investigaciones en Fruticultura Tropical (IIFT)
  - Instituto Nacional de Higiene y Epidemiología (INHEM)
  
- Se elaboró tomando en cuenta todos los elementos aplicables de los documentos siguientes:
  - Ricardo M. Métodos de análisis de residuos de plaguicidas, Primera edición. Editorial CIDISAV, La Habana. 2000.pp 30 -35
  
  - Directrices sobre buenas prácticas en el análisis de residuos de plaguicidas. Codex Alimentarius. CAC/GL 40-1993, rev.1-2003
  
- Sustituye a la NC 29-03: 1983. Plaguicidas. Diurón. Determinación de Residuos.

### © NC, 2007

**Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:**

**Oficina Nacional de Normalización (NC)**

**Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.**

**Impreso en Cuba.**

## PLAGUICIDAS —DIURÓN— DETERMINACIÓN DE RESIDUOS

### 1 Objeto

Esta norma especifica dos métodos de análisis para determinar residuos de diurón en suelo y material vegetal, por espectrofotometría y por cromatografía líquida de alta eficiencia (CLAE), como métodos alternativos. El Límite de Determinación es del orden de 0,05 mg/kg utilizando el método espectrofotométrico; mientras que si se lleva a cabo por el método de (CLAE) el Límite de Determinación será 0.005 mg/kg.

### 2 Referencias normativas

Los siguientes documentos de referencia son indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias fechadas, sólo es aplicable la edición citada. Para las referencias no fechadas, se aplica la última edición del documento de referencia (incluyendo cualquier enmienda).

NC 20-03: 1967 Productos químicos. Clasificación por calidades y definiciones.

NC 21-05:1972 Productos químicos analíticos. Especificaciones.

NC 70- 13: 1984 Agricultura. Sanidad vegetal. Términos, definiciones y símbolos.

### 3 Términos y definiciones

A los fines de este documento, se aplican los términos y definiciones establecidos en NC 70-13: 1984 y además los siguientes.

**3.1 Muestra control.-** Es aquella de igual naturaleza que la muestra de análisis, pero no ha sido tratada con el plaguicida cuya sustancia activa se pretende analizar.

**3.2 Recuperación.-** Relación entre la cantidad de sustancia activa determinada por análisis y la añadida previamente a una muestra control, expresada en por ciento.

### 4 Generalidades

**4.1** Todos los análisis señalados en esta norma se harán por duplicado.

**4.2** Se emplearán en los análisis productos químicos de calidad p.a. según NC 20-03:72 y la NC 21-05-72.

**4.3** Las pesadas de las muestras para la realización del análisis, se harán con aproximación de 0.1 g cuando la masa de las mismas se encuentre entre 25 g y 100 g.

## 5 Determinación de residuos de Diurón en suelo y material vegetal

### 5.1 Objetivo y alcance

Este método se establece para determinar el contenido de diurón en muestras de suelo y material vegetal por dos métodos alternativos: Espectrofotometría y CLAE.

### 5.2 Método espectrofotométrico

#### 5.2.1 Principio

Este método se basa en la extracción de 3-(3,4 diclorofenil)-N,N- dimetilurea (eliminación de las impurezas de origen vegetal), diazotación y destrucción de las anilinas libres, seguidas de la hidrólisis en extractor Bleidner y extracción de la anilina obtenida, que se diazota y se copula con N-1 naftiletildiamina, para determinar su concentración espectrofotométricamente.

En los casos en que se quieran evaluar las anilinas libres o los derivados desmetilados, se efectuará una separación previa, por cromatografía de capa delgada, antes de la hidrólisis en el extractor de Bleidner.

#### 5.2.2 Reactivos y materiales

- n- hexano o heptano p.a
- Acetona p.a
- Tolueno p.a
- Ácido clorhídrico 1 mol/L solución acuosa
- Nitrito de sodio 20 g/L, solución acuosa, se prepara diariamente
- Hidróxido de sodio 9 mol/L, solución acuosa
- N-1 naftiletildiamina 20 g/L, solución acuosa
- Sulfamato de amonio, solución acuosa 100 g/L, se prepara diariamente. Puede utilizarse solución de urea de igual concentración
- Metanol p.a
- Ácido acético p.a
- Cloroformo p.a
- Celite 545
- Cloruro férrico 50 g/L
- Sulfato cúprico 50 g/L
- Solución patrón de diurón 1 g/L, en acetona o etanol
- Solución patrón de 3,4 dicloroanilina. Se disuelven 0,1 g de 3,4 dicloroanilina en 100 ml de una mezcla de metanol y solución de ácido clorhídrico 1 mol/L en la proporción 98:2.

#### 5.2.3 Aparatos

- Balanza técnica con sensibilidad de 0,1g
- Bomba o trompa de vacío
- Zaranda reciprocante
- Plancha de calentamiento
- Evaporador rotatorio
- Espectrofotómetro para trabajar a una longitud de 540 nm
- Licuadora.

- Balón de boca esmerilada de 1000 mL
- Condensador de reflujo
- Extractor Bleidner
- Embudo separador de 1000 mL
- Matraz de un trazo 50 mL
- Matraz de un trazo 100 mL
- Pipeta de un trazo 1 mL
- Pipeta de un trazo 2 mL
- Pipeta de un trazo 5 mL
- Frasco cónico con tapa de rosca 1000 mL
- Embudo Buchner
- Kitasato
- Cilindro graduado 250 mL
- Cilindro graduado 25 mL
- Cilindro graduado 10 mL

#### **5.2.4 Preparación de la porción de ensayo.**

Se toman  $2 \pm 0,5$  kg de suelo seco, tamizado, homogeneizado y libre de materias extrañas. En el caso de material vegetal, se toman  $0,5 \pm 0,1$  kg de material congelado, se muele y se conserva en congelación ( $- 18^{\circ}\text{C}$ ) hasta el momento de realizar el análisis.

Paralelamente se precede tal como con la muestra de ensayo, con una muestra control, no tratada con ningún derivado de la fenilurea, de masa ( $1 \pm 0,5$ ) kg; se contamina con una cantidad conocida de diurón y se continúa con el procedimiento que se describe en los apartados siguientes.

#### **5.2.5 Procedimiento**

##### **5.2.5.1 Preparación de la porción de ensayo**

###### **5.2.5.1.1 Extracción de muestras de suelo**

Pese dos muestras de 50 a 100 g y deposítelas en dos frascos cónicos de 1000 mL con tapa, añada 250 mL de acetona a cada uno, tape y agite en zaranda recíprocante durante 4 h. Filtre a través de un embudo Buchner, lavando el filtrado con 50 mL de acetona. Transfiera el filtrado a un balón de boca esmerilada de 1000 mL y concentre casi a sequedad en evaporador rotatorio, a temperatura de  $(45 \pm 2)$  °C.

###### **5.2.5.1.2 Extracción de muestras de material vegetal.**

Añada a la licuadora 3 mL de acetona por cada gramo de la muestra y macere durante 5 min. a alta velocidad. Transfiera todo el contenido de la licuadora a un frasco cónico de 1000 mL con tapa y agite en zaranda durante 30 min. Decanta el solvente y repita la extracción, utilizando el mismo volumen de acetona. Filtre a través de un embudo Büchner, reúna los extractos acetónicos en un balón de boca esmerilada para concentrarlos en un evaporador rotatorio hasta obtener un residuo acuoso que se transfiera a un embudo separador. Lave el balón con 25 mL de acetona, después con 100 mL de cloroformo y en ambos casos vierta el contenido del balón en el embudo separador. Agite vigorosamente durante 1 min., drene la parte inferior a un balón de boca esmerilada de 1000 mL, extraiga nuevamente y concentre a sequedad los extractos clorofórmicos

reunidos, en el evaporador rotatorio.

#### **5.2.5.2 Eliminación de las impurezas de origen vegetal**

Disuelva el residuo obtenido en el apartado anterior, en 15 mL de metanol, añada 14 g de Celite y homogeneice la suspensión con la ayuda de una varilla de vidrio. Añada 285 mL de agua, 3 mL de solución de cloruro férrico y 3 mL de solución de sulfato cúprico, dejándose reposar 30 min. Filtre a través del embudo Buchner empleando una capa de 10 g de Celite sobre papel de filtro, lave el balón y el filtrado con una mezcla de 3 ml de metanol y 57 mL de agua. Seguidamente transfiera el filtrado a un embudo separador de 1000 mL y extraiga con tres porciones (100, 50 y 50) mL de cloroformo, reuniendo los extractos en un balón de boca esmerilada de 1000 mL y evapore en evaporador rotatorio hasta sequedad.

#### **5.2.5.3 Destrucción de las anilinas interferentes (para los dos tipos de matrices)**

Añada 40 mL de tolueno al residuo resultante de cualquiera de los apartados 5.2.5.1.2. y 5.2.5.2., disuelva empleando calor si fuera necesario; enfríe y añada 20 mL de ácido clorhídrico 1 mol/L y 2 mL de nitrito de sodio. Agite durante 15 min. Añada 2 mL de solución de sulfamato de amonio al 10% y caliente a ebullición.

#### **5.2.5.4 Hidrólisis y extracción continua de la 3,4 dicloroanilina**

Añada al balón 50 mL de hidróxido de sodio y 100 mL de agua, lubrique la unión esmerilada con silicona y adapte el extractor Bleidner por su parte inferior, después de haber llenado con agua la zona inferior (en forma de U para evitar que el solvente orgánico llegue al balón de reacción). Adapte en la rama superior un balón de 1000 mL conteniendo 250 mL de n-hexano y acople el condensador del equipo. Suministre calor a ambos balones, regulando la velocidad de calentamiento de modo que los condensados acuosos y orgánicos penetren por el capilar del extractor, en forma de pequeñas burbujas. Se desconecta el calentamiento, cuando hayan transcurrido 3 h desde el inicio del reflujo.

#### **5.2.5.5 Aislamiento de la anilina**

Transfiera el n-hexano a un embudo separador de 1000 mL. Extraiga con 3 porciones de 15 mL de ácido clorhídrico 1 mol/L, agitándolo vigorosamente durante 2 min. Colecte la fase acuosa de las 3 extracciones en un matraz de un trazo de 50 mL y enrase con ácido clorhídrico 1 mol/L.

#### **5.2.5.6 Determinación**

##### **5.2.5.6.1 Preparación de la solución de ensayo**

Tome una alícuota de la solución del apartado anterior no mayor que 40 mL, transfiera a un matraz de un trazo de 50 mL y diluya con ácido clorhídrico 1 mol/L hasta 40 mL de ser necesario, añada 5 mL de ácido acético, mezcle bien, añada 1 mL de solución de nitrito de sodio, tape, agite y deje en reposo 15 min. con agitación ocasional. Añada 1 mL de solución de sulfamato de amonio, agite y deje en reposo 10 min. con agitación ocasional. En el caso de usar solución de urea, caliente a 50 °C y mantenga la solución a esa temperatura durante 10 min. Agite bien para expulsar todo el nitrógeno liberado.

**5.2.5.6.2 Desarrollo de color**

Añada 2 mL de solución de N-1 naftiletilendiamina, enrase con ácido clorhídrico 1 mol/L. Tape y agite vigorosamente para que se desarrolle el color.

**5.2.5.6.3 Medición fotométrica**

Realice la medición fotométrica usando un espectrofotómetro ajustado a 450 nm, empleando cubetas de 1 cm de paso óptico y ajustando el cero del instrumento con el blanco.

**5.2.5.7 Ensayo en blanco**

Vierta en un matraz aforado de 50 mL, 40 mL de ácido clorhídrico 1 mol/L y proceda igual que en el apartado 5.2.5.6.1 a partir de "... añada 5 mL de ácido acético..." hasta el final del apartado.

**5.2.5.8 Gráfico de calibración****5.2.5.8.1. Preparación de las soluciones de comparación para fotometría.**

A cinco matraces de un trazo de 50 mL, transfiera las cantidades de solución patrón de 3-4 dicloroanilina y las cantidades de ácido clorhídrico 1 mol/L que aparecen indicadas en la tabla siguiente:

<b>Volumen de la solución patrón de 3-4 dicloroanilina de 10 µg/mL</b>	<b>Masa de 3-4 dicloroanilina</b>	<b>Volumen de ácido clorhídrico 1 mol/L</b>
<b>mL</b>	<b>µg</b>	<b>mL</b>
0,5	5	39,5
1,0	10	39,0
2,5	25	37,5
5,0	50	35,0
7,0	70	33,0

**5.2.5.8.2 Desarrollo de color**

Proceda igual que en el apartado 5.2.5.6.1. a partir de "... añada 5 mL de ácido acético..." y que en el apartado 5.2.5.6.2.

**5.2.5.8.3 Medición fotométrica**

Proceda igual que en el apartado 5.2.5.6.3.

**5.2.6 Cálculos**



### 5.2.6.1 Método para los cálculos

Calcule el contenido de diurón por la siguiente expresión:

$$\text{Concentración de diurón} = \text{mg/kg} = \frac{A \times M}{W \times F} \times 1,438$$

donde:

A: Absorbancia de la alícuota de la muestra

M: pendiente del gráfico de calibración; se plotean en las ordenadas las concentraciones y en las abscisas las absorbancias. Esta recta se ajusta por el método de los mínimos cuadrados.

W: masa en la alícuota de la muestra; se calcula por la fórmula:

$$W = \frac{P \times V}{50}$$

donde:

P: masa de la muestra (g)

V: volumen de la alícuota a la cual se le desarrolló color (mL)

1,438: factor de conversión de la anilina a diurón.

F: factor de recobrado unitario que se determina según los datos obtenidos de la muestra control mediante la fórmula siguiente:

$$F = \frac{\text{Cantidad de diurón detectada}}{\text{Cantidad de diurón añadida}}$$

En casos que el gráfico de calibración no pase por el origen, se emplea la expresión:

$$\text{Concentración de diurón} = \text{mg/kg} = \frac{(A \times M + b) 1,438}{W \times F}$$

donde:

b: intercepto calculado por mínimos cuadrados.

### 5.2.6.2 Aproximación de los resultados

Los resultados se aproximarán hasta la centésima.

### 5.3 Método de Cromatografía Líquida de Alta Eficiencia (CLAE) (Método de referencia)

#### 5.3.1 Principio

Las muestras de suelo, previamente humedecidas, se maceran con acetona y el diurón se aísla por extracción con diclorometano. Las muestras de material vegetal se maceran con metanol, el extracto orgánico se diluye con agua y se aísla el ingrediente activos también por extracción con diclorometano, se concentra el solvente orgánico y el residuo se disuelve en metanol para una posterior purificación por precipitación con soluciones férrico- cúpricas. Se realiza una purificación adicional por Extracción en Fase Sólida, mediante el uso de minicolumnas de Silica Gel de 500 mg. Los residuos se determinan por cromatografía líquida de alta eficiencia (CLAE), con detector UV.

#### 5.3.2 Reactivos y materiales

- Acetato de etilo para análisis orgánico de trazas.
- Acetona p.a.
- Acetonitrilo calidad HPLC
- Agua calidad HPLC.
- Celite 545
- Cloruro de sodio p.a. Solución saturada (en agua calidad HPLC)
- Cloruro férrico p.a. Solución acuosa al 5% (en agua calidad HPLC)
- Diclorometano para análisis orgánico de trazas
- Gel de sílice para SPE. Cartuchos de 500 mg para SPE
- Hexano para análisis orgánico de trazas.
- Metanol calidad HPLC
- Sulfato cúprico p.a. Solución acuosa al 5% (en agua calidad HPLC)
- Sulfato de sodio anhidro p.a

#### 5.3.3 Aparatos

- Balanza analítica con sensibilidad de 0,001g
- Balanza técnica con sensibilidad de 0,1g
- Cromatógrafo líquido de alta eficiencia con detector UV
- Distribuidor de vacío para extracción en fase sólida (SPE)
- Evaporador rotatorio con baño de agua termostatado.
- Homogeneizador Ultra-turrax
- Licuadora de alta velocidad.
- Molino para vegetales

#### 5.3.4. Preparación de la porción de ensayo.

Se toman  $2 \pm 0,5$  kg de suelo seco, tamizado, homogeneizado y libre de materias extrañas. En el caso de material vegetal, se toman  $0.5 \pm 0,1$  kg de material congelado, se muele y se conserva en congelación ( $- 18^{\circ}\text{C}$ ) hasta el momento de realizar el análisis.

Paralelamente se procede tal como con la muestra de ensayo, con una muestra control, no tratada con ningún derivado de la fenilurea, de masa ( $1 \pm 0,5$ ) kg; se contamina con una cantidad conocida de diurón y se continúa con el procedimiento que se describe en los apartados siguientes.

### 5.3.5 Procedimiento

#### 5.3.5.1.1 Extracción de muestras de suelo

Pese 100 g de una muestra representativa de suelo seco y tamizado, humedezca con 40 mL de agua calidad HPLC. Adicione 100 mL de acetona y macere durante 30 minutos en una zaranda. Deje decantar y filtre por papel de filtración rápida hacia un balón de 500 mL. Remacere la parte sólida con 100 mL de acetona y lave el papel de filtro con 25 mL del propio solvente. Reúna los filtrados en el balón y concentre hasta residuo acuoso. Pase dicho residuo a un embudo separador y extraiga con 3 porciones de 50 mL de diclorometano. Pase los extractos a través de sulfato de sodio anhidro hacia un balón. Lave el papel de filtro con 15 mL del solvente de extracción y concentre casi a sequedad en un evaporador rotatorio con temperatura del baño de 40 °C. Elimine los restos del solvente utilizando una corriente de nitrógeno o aire seco.

#### 5.3.5.1.2 Extracción de muestras de material vegetal.

Pese porciones de 50 g del material vegetal. Pase el material pesado a una licuadora, añada 200 mL de metanol y macere a alta velocidad durante 3 minutos. Filtre por decantación a través de lana de vidrio hacia una probeta graduada. Remacere el residuo sólido remanente en la licuadora con 50 mL de metanol y reúna los filtrados en la probeta. Lleve a un volumen exacto con metanol y tome una alícuota que represente 25 g de muestra. (Eventualmente puede filtrar el macerado a través de un embudo Büchner, provisto de un papel de filtro y una pequeña capa de medio filtrante y de este filtrado tomar la alícuota) Transfiera la alícuota a un embudo separador de 1000 mL. Adicione un volumen de agua igual al del extracto metanólico, así como 10 mL de la solución saturada de cloruro de sodio. Realice 3 extracciones sucesivas con diclorometano (100, 75 y 75 mL). Pase los extractos orgánicos a través de sulfato de sodio anhidro hacia un balón de 500 mL. Lave el papel de filtro con 15 mL de diclorometano y concentre casi a sequedad en un evaporador rotatorio con temperatura del baño de 40 °C. Hacia el final, retire el balón y seque completamente utilizando una corriente de aire seco o nitrógeno.

#### 5.3.5.2 Purificación del extracto de material vegetal mediante precipitación con soluciones férrico-cúpricas

Disuelva el residuo precedente de la muestra de material vegetal en 15 mL de metanol (si es necesario coloque el balón en un baño de agua a 45°C y ayude con una varilla de vidrio para lograr la total disolución del extracto adherido a las paredes del balón). Añada 14 g de medio filtrante (Celite), homogéinice con ayuda de la varilla de vidrio y adicione sucesivamente, 285 mL de agua calidad HPLC, 3 mL de la solución acuosa de cloruro férrico y 3 mL de la solución acuosa de sulfato cúprico. Mezcle y deje en reposo por 30 min. Filtre a través de un embudo Büchner cubierto con una ligera capa de medio filtrante (5 g de Celite aproximadamente suspendidos en agua calidad HPLC). Haga vacío después que haya añadido el extracto precipitado. Lave el frasco donde se llevó a cabo la precipitación con 3 mL de metanol. Diluya este lavado con 57 mL de agua calidad HPLC, agite y filtre a través del embudo Büchner. Lave el frasco y el Büchner 2 veces más del mismo modo. Pase de inmediato el filtrado anterior a un embudo separador de 1000 mL y aisle los ingredientes activos por extracción con diclorometano (3 extracciones con 75 mL cada una). Pase los extractos orgánicos a través de sulfato de sodio anhidro hacia un balón de 500 mL y concentre en un evaporador rotatorio con temperatura del baño de 40°C. Hacia el final, añada de 10 - 15 mL de acetona, dejándola caer por los bordes del balón y transfiera el extracto a un balón de 25 - 50 mL. Concentre casi a sequedad. Elimine los restos del solvente mediante una corriente de aire seco o nitrógeno.

### 5.3.5.3 Purificación por extracción en fase sólida

Disuelva el extracto proveniente del paso de extracción en 2 mL de n-hexano. Coloque el balón en un baño de agua a 45<sup>o</sup>C para facilitar la disolución del extracto adherido a las paredes del balón.

Coloque un cartucho de gel de sílice de 500 mg en el distribuidor de vacío para SPE y dentro del distribuidor un tubo o balón para recoger el lavado y otro para el eluado. Acondicione el cartucho con 8 mL de n-hexano presionando con una jeringuilla con adaptador para eliminar el aire. Sin dejar secar el cartucho, pase el extracto de la muestra regulando el goteo a 1-2 gotas /segundo, hasta que el solvente alcance el borde superior del adsorbente. Lave el balón que contenía el extracto con 4 mL de n-hexano y pase el lavado a través del cartucho. Cierre momentáneamente el vacío y cambie rápidamente la columnita hacia la posición del frasco colector. Eluya los ingredientes activos con 4 mL de una mezcla de n-hexano - acetato de etilo (1:9). Concentre el eluado utilizando una corriente de nitrógeno y disuelva en la fase móvil para determinar los residuos por HPLC.

(Con anterioridad a la purificación de los extractos de las muestras, debe probarse la eficiencia del proceso, contaminando un cartucho de gel de sílice con una concentración conocida de cada uno de los derivados de urea de interés, los cuales se pasan a un balón; se le adiciona 2 mL de n-hexano y se procede de la forma ya descrita, analizando en este caso también el lavado para detectar posibles pérdidas de los ingredientes activos).

### 5.3.5.4 Determinación por CLAE

Disuelva el residuo resultante del apartado anterior en un volumen conocido de fase móvil e inyecte 20 µl en un cromatógrafo líquido de alta eficiencia, operado bajo las siguientes condiciones:

Detector: UV

Longitud de onda: 254 nm

Columna: LiChrospher RP-18

Dimensiones: 250 x 4,6 mm (5 µm)

Fase Móvil: Metanol: Agua (85: 15)

Flujo: 0,5 mL/minutos

## 5.3.6 Cálculo

### 5.3.5.1 Método para los cálculos

El contenido de diurón se calcula por la siguiente expresión:

$$\text{mg/kg de diurón} = \frac{M_p \times D \times h_m}{\lambda \times W \times h_p \times F}$$

donde:

mg/kg de diurón: miligramos de diurón por cada kilogramo de muestra analizada.

M<sub>p</sub>: masa inyectada de patrón de diurón. Se expresa en nanogramos (ng).

D: volumen de la solución final que se lleva al cromatógrafo (mL).

$h_p$ : altura del pico cromatográfico correspondiente al patrón inyectado.

$\lambda$ : volumen inyectado de solución de la muestra. Se expresa en microlitros ( $\mu\text{L}$ ).

W: masa de muestra tomada para el análisis (g).

$h_m$ : altura del pico cromatográfico correspondiente a la muestra inyectada.

F: factor de recobrado unitario (se determina mediante la relación matemática existente entre la concentración de diurón detectada en la muestra y la concentración añadida).

$$F = \frac{\text{Concentración de diurón detectada}}{\text{Concentración de diurón añadida}}$$

**5.3.5.2. Aproximación de los resultados.** Los resultados se aproximarán hasta la milésima.

### Bibliografía

- [1] Dalton, R., L. y H. L Pease. AOAC. vol. 45 no. 2, 1962
- [2] NC 21- 02: 1967 Soluciones reactivo de concentración aproximada para uso general.
- [3] NC 21- 10: 1967 Productos químicos— Clasificación por calidades y definiciones.
- [4] NC 21- 03: 1968 Soluciones reactivo de concentración exacta para uso general.
- [5] NC 20-08:1975 Evaluación estadística de los métodos de ensayo o de análisis químicos
- [6] Carerl Y, D. J. y R. C. Denney. Determinación de residuos de ureas sustituidas y algunos herbicidas relacionados, en suelo por cromatografía de gas. El Analista. vol 103 no. 1225, page 368, 1978
- [7] Alfonso Margarita. Métodos Analíticos para determinar residuos de algunas fenilureas en suelo. Cien. Agric. 2 P 135-140. 1978.
- [8] NC- ISO 3696: 2004 Agua para uso en análisis de laboratorio— Especificaciones y método de ensayo.
- [9] NC ISO 78-2:2004. Química - Disposiciones para las normas. Parte 2: Métodos de análisis químico.
- [10] Directrices sobre la incertidumbre en la medición. Codex Alimentarius . CAC/GL 54-2004
- [11] Métodos de muestreo recomendados para la determinación de residuos de plaguicidas a efectos del cumplimiento de los LMR. Codex Alimentarius. CAC/GL 33-1999
- [12] Muestreo de residuos de plaguicidas: Métodos recomendados Codex Stan 229-1993, rev.1-2003