

EVALUACIÓN DE PLAGUICIDAS ORGANOCORADOS POR HS-SPME - GC/ECD EN LECHE PASTEURIZADA COMERCIALIZADA EN LA CIUDAD DE CARTAGENA (COLOMBIA)

EVALUATION OF PESTICIDES BY HS-SPME ORGANOCHLORINE - GC / ECD IN PASTEURIZED MILK MARKETED IN THE CITY CARTAGENA (COLOMBIA)

A AVALIAÇÃO DOS PESTICIDAS ORGANOCORADOS POR HS-SPME - GC /ECD EM LEITE PASTEURIZADO COMERCIALIZADAS NA CIDADE CARTAGENA (COLÔMBIA)

DENILES DEL CARMEN DE ARCO R.¹, BEATRIZ EUGENIA JARAMILLO C.²

RESUMEN

Los plaguicidas han sido utilizados en todo el mundo desde mediados del siglo XX, en campañas de Salud Pública y en prácticas agrícolas. Los Plaguicidas Organoclorados (POCs) presentan mayor impacto sobre el ambiente porque no son biodegradables, son lipofílicos, tienen gran movilidad por todo el planeta y gran tendencia a la bioacumulación, a través de la cadena trófica.

Con el objetivo de identificar y cuantificar plaguicidas organoclorados en leche entera pasteurizada de dos marcas (A y B), que se comercializan en la ciudad de Cartagena de Indias, se realizó la presente investigación, utilizando Microextracción

Recibido para evaluación: 29/12/2010. **Aprobado para publicación:** 03/04/2011

1. Magister en Ciencias Ambientales, Facultad de Ciencias Farmacéuticas, Universidad de Cartagena.
2. Química PhD. Grupo de Agroquímica, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad de Cartagena.

Correspondencia: bjaramillo@unicartagena.edu.co, ddearcor@unicartagena.edu.co; deniles1959 yahoo.es

en Fase Sólida en Espacio de Cabeza y Cromatografía de Gases con Detector de Captura de Electrones (HS-SPME-GC/ECD).

Fueron analizadas 36 muestras ($n=36$), 18 de cada marca. El 100% de las muestras ($n=36$) resultaron positivas para el plaguicida lindano (γ -HCH), superando el Límite Máximo Residual (LMR) de 0,01 mg/kg, establecido por la Food and Agriculture Organization y la Organización Mundial de la Salud (FAO/OMS). Las concentraciones promedio de lindano obtenidas para la marca A fueron de $0,042 \text{ mg/kg} \pm 0,003$ y $0,062 \pm 0,0016 \text{ mg/kg}$ (base grasa) para la marca B, no superando la Ingesta Diaria Admisible (IDA) de 0,001 mg/kg de peso corporal.

ABSTRACT

Pesticides have been used worldwide since the mid-twentieth century, public health campaigns and agricultural practices. Organochlorine pesticides (POCs) have greater impact on the environment because they are not biodegradable, are lipophilic, have great mobility around the globe and greater tendency to bioaccumulate through the food chain. In order to identify and quantify organochlorine pesticides in pasteurized whole milk, two brands (A and B), sold in the city of Cartagena de Indias, the present investigation was carried out using Solid Phase Microextraction Headspace Chromatography Gas with Electron Capture Detector (HS-SPME-GC/ECD). 36 samples were analyzed ($n = 36$), 18 from each brand. 100% of the samples ($n = 36$) were positive for the pesticide lindane (γ -HCH), exceeding the Maximum Residual Limit (MRL) of 0.01 mg / kg, set by the Food and Agriculture Organization and the World Health Organization (FAO/WHO). The average concentrations obtained for brand A were of $0.042 \text{ mg / kg} \pm 0.003$ and $0.062 \pm 0.0016 \text{ mg / kg}$ (fat basis) for brand B, not exceeding the Acceptable Daily Intake (ADI) of 0.001 mg / kg body weight.

RESUMO

Os pesticidas têm sido usados em todo o mundo desde meados do século XX, as campanhas de saúde pública e práticas agrícolas. Os inseticidas organoclorados (AP) têm maior impacto sobre o meio ambiente porque não são biodegradáveis, são lipofílicas, têm grande mobilidade ao redor do mundo e maior tendência para a bioacumulação através da cadeia alimentar. A fim de identificar e quantificar pesticidas organoclorados em leite integral, duas marcas (A e B), comercializada na cidade de Cartagena das Índias, a presente investigação foi realizada por cromatografia em Fase Sólida, Microextração Headspace Gás com Detector de Captura de Elétrons (HS-SPME-GC/ECD). 36 amostras foram analisadas ($n = 36$), 18 de cada marca. 100% das amostras ($n = 36$) foram positivas para o pesticida lindano (γ -HCH), ultrapassando o limite máximo residual (LMR) de 0,01 mg / kg, definido pela Organização para a Alimentação e Agricultura eo Mundo Organização Mundial da Saúde (FAO / OMS). As concentrações médias obtidas para o tipo A foi de $0,042 \text{ mg / kg} \pm 0,003$ e $0,062 \pm 0,0016 \text{ mg / kg}$ B (gordura) Base para a marca, não superior a Ingestão Diária Aceitável (IDA) de 0,001 mg / kg de peso corporal.

PALABRAS CLAVES:

Pesticidas; Alimentos grasos; Identificación; Extracción; Cuantificación.

KEYWORDS:

Pesticides, Fatty foods, Identification, Extraction, Quantification.

PALAVRAS-CHAVE:

Pesticidas; Alimentos gordurosos; Identificação; Extração; Quantificação.

INTRODUCCIÓN

El desarrollo industrial y los avances tecnológicos han incorporado al ambiente una gran variedad de productos químicos de diversa naturaleza, tales como los Compuestos Orgánicos Persistentes (COPs). Dentro de este grupo se encuentran los denominados Plaguicidas Organoclorados (POCs), los cuales son contaminantes que ingresan al ambiente principalmente a través de deposición directa, corrientes oceánicas y transporte atmosférico; situación que facilita su depósito y fijación en cuerpos de agua y suelo, donde afectan severamente la flora y posteriormente la fauna a través de la cadena alimenticia [1].

Los Plaguicidas Organoclorados fueron utilizados intensamente a nivel mundial en la agricultura, en la industria y en la lucha contra vectores de enfermedades como la malaria [2,3,4]. Son considerados hoy en día fuertes contaminantes antropogénicos y uno de los grandes desafíos mundiales en materia de contaminación [5].

Las características físico químicas de los plaguicidas organoclorados favorecen la presencia de sus residuos en los alimentos, considerándolos una amenaza para la salud de los humanos principalmente cuando sobrepasan los Límites Máximos Residuales (LMR) [6]. Por ello, el uso indiscriminado de estos químicos, principalmente por exceso y/o aplicación en tiempos no apropiados, hacen que estas sustancias representen un riesgo potencial para la salud humana y para todos los ecosistemas [7,8].

Actualmente las directrices legislativas internacionales prohíben el uso de POCs, pero a pesar de las restricciones, muchos estudios reportan la presencia de sus residuos en diferentes alimentos [9], especialmente en los de origen animal como la leche y por ende en todos sus derivados [10,11].

La leche es un producto de gran valor nutricional y consumo masivo, sin embargo es considerada la mayor fuente de residuos de plaguicidas organoclorados en la alimentación humana [11,12,13].

Es una matriz demasiado compleja, por lo que los análisis rutinarios en búsqueda de plaguicidas organoclorados en leche resultan altamente costosos y complicados. Razones por las que en muchos países, en especial los que están en vías de desarrollo, no evalúan

los niveles residuales de este tipo de contaminantes en este alimento y se desconoce el grado de exposición del ser humano a los POCs [14]. Por lo tanto es necesaria la implementación de técnicas analíticas sensibles, rápidas, sencillas y menos costosas que permitan la cuantificación y cualificación de residuos de plaguicidas posiblemente existentes en alimentos como la leche, para evaluar la calidad y el grado de inocuidad de los productos que ingiere el consumidor en general [15].

En consideración a lo anterior, el objetivo de la presente investigación fue la evaluación de plaguicidas organoclorados en leche pasteurizada, utilizando una técnica de preparación de la muestra diferente a las tradicionales, que fuese rápida, sencilla y amigable con el ambiente, tal como la Microextracción en Fase Sólida (SPME). Esta es una técnica relativamente nueva, desarrollada por J. Pawlyszyn en la década de los noventa con amplia aplicación en el análisis medioambiental [16,17,18,19,20-22].

MÉTODO

Recolección de la muestra

Se usaron bolsas de leche entera pasteurizada de 450 mL y 900 mL de dos marcas (A y B), disponibles comercialmente en supermercados y tiendas ubicadas en la ciudad de Cartagena. El muestreo fue realizado durante un período de tres meses (Septiembre-Noviembre de 2009).

Cada mes fueron adquiridas 12 bolsas de leche, seis unidades del mismo lote de fabricación (día de procesamiento) para la marca A y seis para la marca B. Este proceso fue repetido durante tres meses para un total de 36 muestras analizadas.

Las 12 bolsas de leche fueron colocadas en nevera portátil con hielo y transportadas a los laboratorios de la Facultad de Ciencias Farmacéuticas de la Universidad de Cartagena, donde fueron conservadas en neveras a una temperatura promedio de 4°C, hasta su análisis.

Extracción de los plaguicidas

Esta etapa se realizó por HS-SPME, colocando 10 mL de muestra de leche en un vial de 20 mL con tapa rosca de aluminio, septum de PTFE/Silicona, sometiendo a

calentamiento a $96^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ y agitación continua. Tras pasando el septum de la tapa del vial se expuso la fibra de poliacrilato (PA) de $85\ \mu\text{m}$ de espesor previamente activada a 280°C por una hora, en el espacio de cabeza durante 60 minutos. Los compuestos extraídos sobre la fibra fueron desorbidos térmicamente en el puerto de inyección del cromatógrafo de gases [16].

Determinación de los POCs residuales por cromatografía de gases.

Para esta etapa fue utilizado un Cromatógrafo de Gases Agilent 4890 con Detector de Captura de Electrones (ECD), usando columna capilar (HP-5 30m x 0.32 mm ID x 0.25 μm df), helio como gas de arrastre y nitrógeno como gas auxiliar.

El método empleado consiste en colocar la fibra conteniendo los POCs en el puerto de inyección del Cromatógrafo de Gases a 270°C trabajando en el modo *splitless*, según la metodología usada por Röhrig, L y Ulrich, H., (2000) [22].

El programa de temperatura se inició a 80°C durante un minuto; con incremento de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ hasta 160°C ; después se incrementó de $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ hasta 240°C y luego $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ hasta 280°C , para una duración de la corrida cromatográfica de 53 minutos. La temperatura del detector fue de 310°C .

Se utilizó una solución patrón PP-HC5JM (Chem Service, Inc, (Tower Lane West Chester, PA, USA), constituida por una mezcla de 16 plaguicidas organoclorados en Hexano: Tolueno (1:1) $2000\ \mu\text{g}/\text{mL}$ de concentración. Los 16 plaguicidas se citan a continuación: Aldrín, α -HCH, β -HCH, γ -HCH, δ -HCH, dieldrín, endosulfán I, endosulfán II, endosulfán sulfato, endrin, endrin aldehído, 4,4'-DDD, 4,4'-DDE, 4,4'-DDT, heptacloro y epóxido de heptacloro. (Ver Tabla 1)

Fueron verificados parámetros de calidad del método como la linealidad, precisión, exactitud, nivel mínimo de detección y el nivel mínimo de cuantificación. [23,24].

Análisis Estadístico

Los resultados obtenidos son presentados como las medias \pm Error Estándar de la media (SEM). Comprobada la normalidad y homogeneidad de varianza de los

Tabla 1. Identificación de POCs en las Figuras 1 y 2.

Numero de pico	Plaguicida
1	α -HCH
2	β -HCH
3	γ -HCH
4	δ -HCH
5	Heptacloro
6	Aldrin
7	Heptacloro Epóxido
8	Endosulfan I
9	Dieldrin
10	DDE
11	Endrin
12	Endosulfan II
13	DDD
14	Endrin Aldehído
15	Endosulfan So_4
16	DDT

datos mediante el test de Kolmogorov-Smirnov y Bartlett, se realizó análisis mediante pruebas t para comparar los resultados entre las dos marcas y entre los valores de cada marca con el Límite Máximo Residual (LMR). Para establecer la variabilidad en las concentraciones de lindano entre los muestreos de una misma marca se aplicó una ANOVA de una vía seguido de un test de Tukey's para comparaciones múltiples. Para todos los casos el nivel de significancia a utilizar fue $p < 0,05$.

RESULTADOS

Para cada muestra se realizó la identificación de cada uno de los picos según el tiempo de retención y se comparó con el tiempo de retención de la mezcla del estándar de los 16 POCs, en la Figura 1 se muestra un perfil cromatográfico típico de estos y la Figura 2 el perfil cromatográfico de leche dopada con POCs.

Los resultados del presente estudio revelaron la presencia de lindano en el 100% de las muestras de leche analizadas, las Figuras 3 y 4 muestran el perfil cromatográfico correspondiente a las muestras analizadas.

En la Tabla 2 se muestra el Nivel Mínimo de Detección (NMD), Nivel Mínimo de Cuantificación (NMC) y el porcentaje de recuperación (%Re) para los POCs evaluados en la leche.

Figura 1. Perfil cromatográfico típico de la mezcla de los 16 estándares de POCs. Columna capilar (HP-5 30m x 0.32 mm ID x 0.25 μ m df), ECD. (Ver identificación de los picos en la Tabla 1).

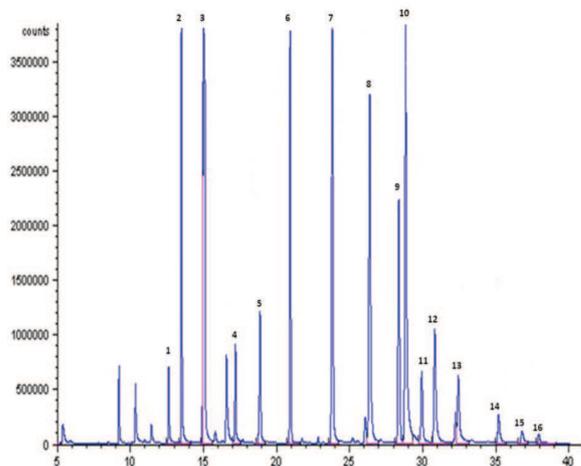
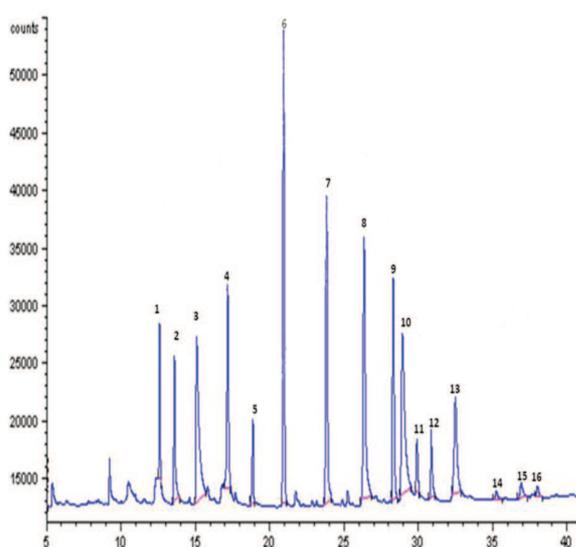


Figura 2. Perfil cromatográfico de leche dopada con estándares de plaguicidas organoclorados. Columna capilar (HP-5 30m x 0.32 mm ID x 0.25 μ m df), ECD. (Ver identificación de los picos en la Tabla 1).



Tomando en consideración lo establecido en la legislación vigente respecto a su prohibición [25], se puede deducir que su presencia en leche pasteurizada confirma la existencia de contaminantes ambientales, que en forma de residuos están presentes en leches disponibles para el consumo humano.

Los plaguicidas α -HCH; β -HCH; δ -HCH; heptacloro; aldrin; heptacloro epóxido; endosulfan I; dieldrin; DDE;

endrin; endosulfan II; DDD; endrin aldehído; endosulfan sulfato y el DDT no fueron detectados por esta metodología.

Las concentraciones promedio encontradas fueron de $0,042 \pm 0,003$ mg/kg y $0,062 \pm 0,0016$ mg/kg en base grasa para las marcas A y B respectivamente (Figura 5). Estos resultados son similares a los obtenidos en

Tabla 2. Parametros de validación cromatográficos de plaguicidas organoclorados.

Plaguicida	NMD mg/kg grasa	NMC mg/kg grasa	% Re
α -HCH	0,0005	0,0017	96
β -HCH	0,0005	0,0017	98
γ -HCH	0,0005	0,0017	98
δ -HCH	0,0005	0,0017	96
Heptacloro	0,0005	0,0017	97
Aldrin	0,0005	0,0017	96
Heptacloro Epox	0,0005	0,0017	97
Endosulfan I	0,0005	0,0017	97
Dieldrin	0,0005	0,0017	96
DDE	0,0005	0,0017	97
Endrin	0,0005	0,0017	98
Endosulfan II	0,005	0,017	97
DDD	0,005	0,017	96
Endrin Aldehído	0,005	0,017	96
Endosulfan So ₄	0,005	0,017	97
DDT	0,005	0,017	96

Figura 3. Perfil cromatográfico típico de las muestras analizadas de la marca A. Columna capilar (HP-5 30m x 0.32 mm ID x 0.25 μ m df), ECD.

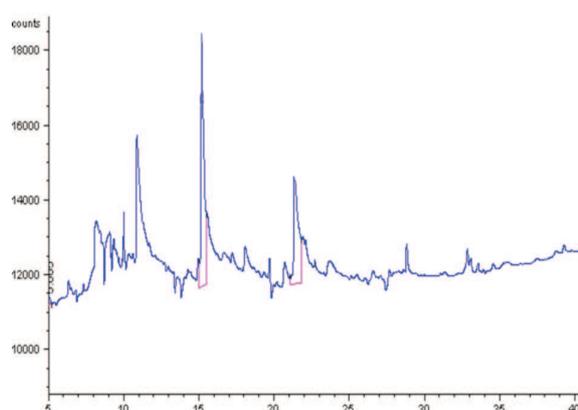
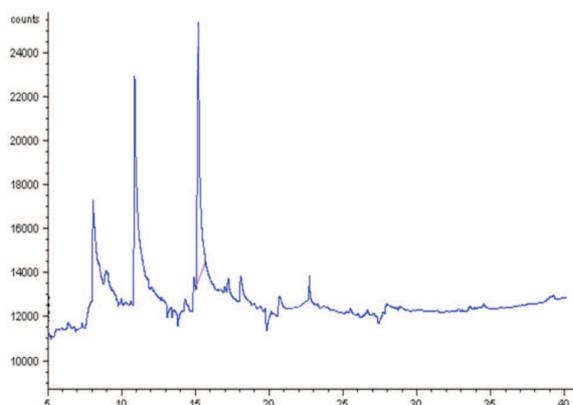


Figura 4. Perfil cromatográfico típico de las muestras analizadas de la marca B. Columna capilar (HP-5 30m x 0.32 mm ID x 0.25 μ m df), ECD.



estudios realizados en la India, donde se analizaron 92 muestras de leche y encontraron presencia de lindano en todas las muestras [26].

El análisis estadístico, mediante una prueba *t* con una significancia de $p < 0.05$, mostró diferencias significativas entre los niveles de plaguicidas organoclorados encontrados en las muestras de leche de la marca A con respecto a los hallados en la marca B.

Al comparar los niveles de plaguicidas organoclorados encontrados, se observó que no hubo diferencias significativas a nivel de muestreos de la misma marca para el plaguicida detectado (Figura 6), pero sí entre las dos marcas (Figura 5).

En este estudio todas las concentraciones de lindano encontradas en cada una de las muestras de leche analizadas ($n = 36$) superaron el LMR establecido por la FAO para este plaguicida (0,01 mg/kg), iguales resultados

Figura 5. Concentración de lindano (mg/kg base grasa), en las muestras de leche analizadas de las marcas A y B.

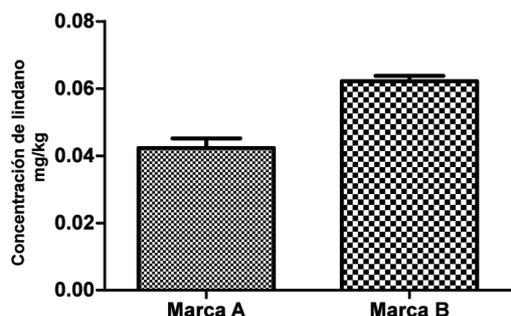
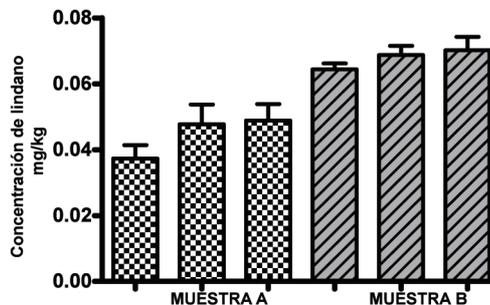


Figura 6. Niveles de lindano (mg/kg base grasa), por muestreos de las dos marcas analizadas.



obtuvieron otros investigadores después de analizar leche cruda, pasteurizada y en polvo provenientes de Bogotá y de la Sabana (Guamo y Espinal), explicado esto por la intensa aplicación de plaguicidas en la zona por los extensos cultivos de arroz, soya y algodón [27]. Estas concentraciones pueden considerarse como un potencial riesgo de exposición de los seres humanos y animales a POCs.

Por lo tanto la ingesta diaria admisible (IDA) tiene un papel muy importante, para el lindano el Codex Alimentarius en 1997 estableció 0,001 mg/kg de peso corporal, es decir que un adulto de 60 kg de peso no debe exceder los 0,06 mg de lindano por día. Haciendo cálculos con las concentraciones de lindano obtenidas en este estudio, un adulto de 60 kg de peso estaría ingiriendo 0,00036 mg de lindano siempre que consuma 250 mL de leche de la marca A y 0,00049 mg de lindano al consumir igual volumen de la marca B. Concluyendo que ninguna de las dos marcas superan el IDA.

CONCLUSIONES

La microextracción en fase sólida es una técnica rápida, amigable con el medio ambiente, y prometedora en la investigación de plaguicidas organoclorados en leche.

Se encontró lindano en el 100% de las muestras de leche pasteurizada analizadas correspondientes a las dos marcas.

Las concentraciones promedio de lindano detectadas superaron el Límite Máximo Residual (LMR) establecido para el lindano (0,01 mg/kg en base grasa).

Los niveles de POCs encontrados en muestras de leche

pasteurizada analizadas en este estudio, no representan un riesgo de intoxicación aguda para la población consumidora. Sin embargo, si se tiene en cuenta la extensa información bibliográfica existente respecto a los riesgos para la salud a largo plazo, especialmente para la población infantil, éste resulta ser un problema de salud pública aún no resuelto.

REFERENCIAS

- [1] MACDONALD, R., BARRIE, L., BIGLEMAN, T., DIAMOND, M., GREGOR, D., SEMKIN, R., STRACHAN, M., LI, Y., WANIA, F. Contaminants in the Canadian Arctic: 5 years of progress in understanding sources, occurrence and pathways. *Sci. of The Total Environ.*, 254 (2-3), 2000, p. 93-234.
- [2] ORGANIZACIÓN MUNDIAL DE LA SALUD (OMS). Consecuencias sanitarias del empleo de plaguicidas en la agricultura. Ginebra: 1992.
- [3] MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE, Colombia. 1998. Lineamientos de política ambiental para el subsector de los plaguicidas. Santa Fe de Bogotá (Colombia): 1998. Available: http://www.ideam.gov.co/apc-aa/img_upload/467567db4678d7b443628f8bc215f32d/Lineamientos_Plaguicidas.pdf. [citado 18 Julio de 2007].
- [4] MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL, Colombia, 2006. Enfermedades Transmitidas por Vectores (ETV). Dengue. *Inf Quinc Epidemia Nac. Bogotá (Colombia)*: 2006, 11 (3), p. 33-44.
- [5] MINISTERIO DE LA PROTECCIÓN SOCIAL. Situación de malaria en Colombia. Bogotá (Colombia): 2005. Available: <http://www.minproteccionsocial.gov.co/vbecontent/library/documents/DocNews-No15417DocumentN°2667.PDF>. [citado 18 de Julio de 2007].
- [6] CLEEMANNA, M; RIGETB, F; PAULSENA, G; KLUNGSØYRC, J; DIETZB. R. Organochlorines in Greenland marine fish, mussels and sediments. *The Sci. of the Total Environ.*, 245, 2000, p. 87-102.
- [7] FAO/WHO. Codex alimentarius. Official Standards [OnLine]. Available: <http://www.codexalimentarius.net>. [citado 4 de Diciembre de 2010].
- [8] SANG-AH L., QI DAI, WEI ZHENG, YU-TANG, G., BLAIR, A., JOHN D. TESSARI, J., BU TIAN JI AND XIAO-OU SHU. Association of serum concentration of organochlorine pesticides with dietary intake and other lifestyle factors among urban Chinese women. *Environ. International.*, 33 (2), 2007, p. 157-163.
- [9] MUÑOZ, V. Situación y perspectivas de la horticultura en Colombia. En: Primer curso de horticultura de clima frío. Conferencia. ICA. Tibaitatá (Mosquera): 1992.
- [10] SCHECTER, A., COLACINO, J., HAFFNER, D., PATEL, K., OPEL, M., PAPKE, O., BIMBAUM, L. Perfluorinated Compounds, Polychlorinated Biphenyl, and Organochlorine Pesticide Contamination in Composite Food Samples from Dallas, Texas. *Environ. Health. Perspect.*, 118 (6), 2010, p. 796-802.
- [11] WILLEITZ, L., O'DONNELL, H., DURST, M., KURZ, M. Mechanisms of Movement of Organochlorine Pesticides from Soils to Cows via Forages. *J. Dairy Sci.* 76(6), 1993. p. 1635-44.
- [12] SALEM N., AHMAD, R., ESTAITIEH, H. Organochlorine pesticide residues in dairy products in Jordan. *Chemosphere.*, 77 (5), 2009, p. 673-8.
- [13] PRADO, G., DÍAZ, G., VEGA Y LEÓN, GONZALEZ, M., PÉREZ, N., URBAN, G., GUTIERREZ, L., RAMIREZ, A., PINTO, M. Residuos de plaguicidas organoclorados en leche pasteurizada comercializada en Ciudad de México. *Archivos de Medicina Veterinaria.* 30 (1), 1998, p. 55-66.
- [14] FAO/OMS. 1992. Pesticida Residues in foods. Report of the Joint Meeting on Pesticide Residues. p. 4-8.
- [15] GUERRERO, A. Estudio de residuos de plaguicidas en frutas y hortalizas en áreas específicas de Colombia. *Agronomía Colombiana.* 21(3), 2003, p. 198-209.
- [16] PAWLISZYN, J. Solid Phase Microextraction Theory and Practice, New York. John Wiley-VCH, 1997, 264 p.
- [17] BELTRAN, J; LÓPEZ, F; HERNÁNDEZ, F. 2000. Solid-phase microextraction in pesticide residue analysis. *J. of Chromatography A.* 885 (1), 2000, p. 389-404.
- [18] MILLS, G Y WALKER, V. Headspace solid-phase microextraction procedures for gas chromatography analysis of biological fluids and materials. *J. of Chromatogr. A.*, 902 (1), 2000, p. 267-287.
- [19] RAPOSO, J Y RE-POPPI, N. Determination of organochlorine pesticides in ground water samples using solid phase microextraction by gas chromatography-electron capture detection. *Talanta.* 72 (5), 2007, p. 1833-1841.
- [20] PEÑALVER, A. 2002. Aplicación de la Microextrac-

- ción en Fase Sólida al Análisis Medio Ambiental. [Ph.D. Thesis Química]. Universidad de Tarragona, España. [online]. Available: <http://www.tesisenxarxa.net>. [citada 21 Octubre de 2007].
- [21] WANG, J; JIN, J; XONG, L; CHEN, J. 2010. Applications of microextraction techniques in environmental analysis. *Se. Pu.* 28 (1), 2010, p. 1-13.
- [22] RÖHRIG, L Y ULRICH, H. Application of solid phase micro extraction for the rapid analysis of chlorinated organics in breast milk. *Fresenius J. Anal. Chem.* 366, 2000, p. 106-111.
- [23] MILLER, J Y MILLER, J. 1993. *Estadística para Química Analítica*. 2 ed. Wilminton, Delaware, E.U.A: Addison-Wesley Iberoamerican, S.A. 1993, p. 3, 89, 96, 100-102.
- [24] QUINO, I., RAMOS, O., GUISBERT, E. Determinación del límite de detección instrumental (LDI) y límite de cuantificación instrumental (LCI) en elementos traza de agua subterránea. *Rev. Bol. Quim.* [online]. 24 (1), 2007, p. 53-57. Available: http://www.scielo.org.bo/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0250-54602007000100010&lng=es&nrm=iso. [citado 02 Noviembre 2010].
- [25] MINISTERIO DE SALUD. Prohibición, fabricación, comercialización y uso de lindano, solo o en combinaciones. Resolución 04166 de 1997.
- [26] BATTU, R., SINGH, B., KANG, B. Contamination of liquid milk and butter with pesticide residues in the Ludhiana district of Punjab state, India. *Ecotoxicol. Environ. Saf.* 59 (3), 2004, p. 324-31.
- [27] VARGAS, A Y VALLEJO, M. 1990. Residues of organochlorine insecticides in human and bovine milk in Colombia. *Bol. Oficina Sanit. Panam.* 108 (3), 1990, p. 220-8.