

"2021, Año de la Independencia"

COMENTARIOS

Con fundamento en el numeral 6.3.3.1 de la Norma Oficial Mexicana NOM-001-SSA1-2020, se publica el presente proyecto a efecto de que los interesados, a partir del 1º de mayo y hasta el 30 de junio de 2021, lo analicen, evalúen y envíen sus observaciones o comentarios en idioma español y con el sustento técnico suficiente ante la CPFEUM, sito en Río Rhin número 57, colonia Cuauhtémoc, código postal 06500, Ciudad de México.

Correo electrónico: consultas@farmacopea.org.mx.

DATOS DEL PROMOVENTE

Nombre: _____
Institución o empresa: _____
Teléfono: _____

Cargo: _____
Dirección: _____
Correo electrónico: _____

EL TEXTO EN COLOR ROJO HA SIDO MODIFICADO

Dice	Debe decir	Justificación*
MGA-FH 0150. RESIDUOS DE PLAGUICIDAS		
Las plantas medicinales pueden contener residuos de plaguicidas que se acumulan cuando se rocía en los campos de cultivo, cuando la tierra es tratada durante el cultivo y a través de la aplicación de fumigantes durante el almacenamiento.		
Muchas preparaciones a partir de plantas que se consumen por periodos de tiempo prolongados, por lo que los límites para los residuos de plaguicidas se establecieron siguiendo las recomendaciones de la Organización para la Agricultura y la Alimentación (FAO) y Organización Mundial de la Salud (OMS).		
CLASIFICACIÓN DE PLAGUICIDAS		
Los plaguicidas, se pueden clasificar de varias maneras: una de ellas se basa en la composición química y la estructura del plaguicida, y otra, de acuerdo a su uso.		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
Por su composición química pueden ser:		
Organoclorados.		
Organofosforados.		
Carbamatos.		
Tiocarbamatos.		
Plaguicidas inorgánicos.		
Compuestos de arsénico		
Derivados del bupiridilio		
Derivados de la cumarina		
Compuestos de cobre		
Compuestos de mercurio		
Derivados del nitrofenol		
Derivados del ácido fenoxiacético		
Pirazoles		
Piretroides		
Derivados de triazina		
Organoestañosos		
De origen biológico.		
Plaguicidas de origen vegetal: hoja del tabaco y nicotina, flor de <i>pyrethrum</i> , extracto de piretroides.		
Solamente los hidrocarburos clorados y plaguicidas relacionados (por ejemplo: aldrin, BHC, clordano, dieldrin, DDT), y algunos plaguicidas organofosforados (por ejemplo: carbofenotión) tienen una larga acción residual. Muchos otros plaguicidas tienen una corta acción residual, por lo tanto, se sugiere que cuando la duración a la exposición del plaguicida es desconocida, el material de la planta medicinal debe ser probado		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
per para buscar la presencia de cloro y fósforo unido orgánicamente.		
De acuerdo a su uso, los plaguicidas pueden clasificarse en:		
Insecticidas.		
Fungicidas.		
Herbicidas.		
Bactericidas.		
Bacteriostático (suelo)		
Nematocidas.		
Acaricidas, moluscocidas, rodenticidas.		
Fumigantes (por ejemplo: óxido de etileno, clorohidrina de etileno, bromuro de metileno).		
Apicida		
Fumigante		
Regulador de crecimiento de insectos		
Ixodicida (para el control de garrapatas)		
Larvicida		
Moluscocida		
Rodenticidas		
Repelentes		
MÉTODOS PARA LA DETERMINACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS		
La cromatografía por líquidos-masas-masas columna y posteriormente por gases masas-masas, se recomienda, como el método principal para la determinación de los residuos de plaguicidas. Las muestras se extraen mediante un procedimiento estándar, las impurezas son retiradas mediante un procedimiento de partición o adsorción, y la presencia de un amplio espectro de		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>plaguicidas es identificada en una sola determinación. Sin embargo, estas técnicas no son aplicadas universalmente. Algunos plaguicidas son extraídos satisfactoriamente mediante los procesos de extracción y limpieza, otros son recuperados en pequeñas cantidades y algunos son completamente perdidos. En cromatografía, la separación puede no ser siempre completa, los plaguicidas pueden descomponerse o metabolizarse y muchos de los productos metabólicos aún son desconocidos. Consecuentemente, como resultado de las limitaciones en las técnicas analíticas y el poco conocimiento de la interacción de los plaguicidas con el medio ambiente, aún no es posible aplicarse un conjunto integral de métodos que sean satisfactorios en todas las situaciones. Por lo tanto, es recomendable analizar el material vegetal de procedencia desconocida, para la presencia de amplios grupos de compuestos en lugar de un plaguicida en forma individual. Una gran variedad de métodos reúnen estos requerimientos. Así, los hidrocarburos clorados y otros plaguicidas que contienen cloro en su molécula, pueden ser detectados por la determinación de cloro orgánico total; los insecticidas que contienen fosfatos pueden ser valorados determinándose el fósforo orgánico total; mientras que los plaguicidas que contienen arsénico y plomo pueden ser detectados mediante la determinación de arsénico total o plomo total, respectivamente. De la misma forma,</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>la determinación total de disulfuro total de unido a carbono ligado, proporcionará la información necesaria para determinar la presencia de los residuos de plaguicidas de tipo ditiocarbamato. Si se conoce el plaguicida al que ha sido expuesto el material vegetal o puede identificarse de manera adecuada, se debe emplear un método para la determinación del residuo para ese plaguicida en particular.</p>		
<p>ASPECTOS GENERALES PARA LA METODOLOGÍA ANALÍTICA</p>		
<p>Las muestras se deben analizar tan pronto como sea posible después de la colecta, antes de que algún cambio físico o químico ocurra. Si el almacenamiento es prolongado, las muestras se deben almacenar preferentemente en contenedores herméticos libres de aire y en refrigeración. Debido a que la luz puede causar degradación en muchos de los plaguicidas, es importante proteger las muestras, los extractos y las soluciones a su la-exposición a-ella. Se debe tener cuidado de que el tipo de contenedor o el material de envoltura utilizado no interfiera con la muestra o afecte el resultado analítico final.</p>		
<p>Los disolventes y los reactivos usados en el método analítico deben estar libres de sustancias que puedan interferir con la reacción, ya que pueden alterar el resultado o provocar una degradación de los residuos de los plaguicidas en la muestra. Generalmente, es necesario emplear</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>disolventes purificados, o destilarlos recientemente en aparatos completamente de vidrio. Deben realizarse determinaciones en blanco con disolventes que se emplearánan concentrando y probando como se especifica en el procedimiento para el análisis del material vegetal respectivo.</p>		
<p>Utilizar el procedimiento más rápido y sencillo para separar el material no deseado de las muestras de prueba (procedimiento de limpieza) con el objeto de ahorrar tiempo en el caso de que muchas muestras sean analizadas al mismo tiempo.</p>		
<p>La concentración de las soluciones se debe realizar con mucho cuidado, especialmente durante la evaporación de las últimas trazas del disolvente, con el objeto de evitar la pérdida de los residuos de plaguicidas. Por esta razón es aconsejable conservar los últimos restos del disolvente. Algunos agentes, como aceites minerales u otros tipos de aceites de baja volatilidad pueden ayudar a preservar la solución, y son adicionados para retardar la pérdida de los plaguicidas relativamente volátiles, especialmente cuando las últimas trazas de disolventes se evaporan. Para los compuestos que son lábiles por el calor se recomienda utilizar un rotavapor a presión reducida.</p>		
<p>LÍMITE MÁXIMO DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS PARA PLANTAS MEDICINALES. La evaluación toxicológica de los residuos de plaguicidas en las plantas medicinales se debe basar tomando en cuenta la cantidad que el</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>paciente va a ingerir. En general, la ingestión de residuos de plaguicidas a partir de plantas medicinales es del 1 % .0 por ciento del total ingerido por todas las fuentes, incluyendo alimentos y agua. A pesar de los altos niveles de plaguicidas presentes en ciertas plantas medicinales, solamente pequeñas cantidades permanecen después de un proceso de extracción debido a la baja solubilidad en agua o etanol. Sin embargo, es importante determinar la cantidad de residuos consumidos en la dosis final.</p>		
<p>Cuando la naturaleza del plaguicida al que el material vegetal ha sido expuesto se desconoce, es suficiente determinar el contenido total de cloro y basar el cálculo sobre el nivel residual aceptable (NRA, o en inglés ARL) del plaguicida clorado más tóxico (ejemplo: aldrín o dieldrín).</p>		
<p>Un NRA (en miligramos de plaguicidas por kilogramo de planta) puede ser calculado basándose en el máximo consumo diario máximo aceptable de plaguicidas para humanos (CDA), como recomiendan la FAO y la OMS, y la dosis media tomada diariamente de la planta medicinal (DMD) el consumo medio diario de material vegetal (CMD).</p>		
<p>Los límites máximos en las drogas vegetales a examinar se indican en la tabla 0150.1.</p>		
<p>Los límites que se aplican a los plaguicidas que no figuran en la tabla se calculan mediante la expresión:</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
$NRA = \frac{CDA \times E \times 60}{DMD \times 100}$		
Donde:		
CDA = máximo consumo diario máximo aceptable de plaguicidas para humanos (mg/kg de peso corporal).		
DMD = dosis media tomada diariamente de la planta medicinal. CMD= consumo medio diario de material vegetal, en kilogramos.		
E = factor de extracción, que determina la velocidad de transición del plaguicida en el material vegetal dentro de la dosis, determinado experimentalmente.		
60= peso corporal de un adulto promedio, en kilogramos:		
100= factor de consumo, no más del 1 % del residuo total de plaguicida consumido es derivado del material vegetal.		
Tabla 0150.1. Límites máximos en las drogas vegetales a examinar.		
Sustancias	mg/kg	
Acefato	0.1	
Alaclor	0.02	
Aldrín o Dieldrín (suma de ambos)	0.05	
Azinfos-metilo	1.0	
Bromo	50	
Bromofos-etilo	0.05	
Bromofos-metilo	0.05	

"2021, Año de la Independencia"

Dice		Debe decir	Justificación*
Bromopropilato	3.0		
Clordane (suma de isómeros <i>cis</i> -, <i>trans</i> - y oxiclordano)	0.05		
Clorfenvinfos	0.5		
Clorpirifos	0.2		
Clorpirifos-etilo	0.2		
Clorpirifos -metilo	0.1		
Clortal-dimetilo	0.01		
Ciflutrima (suma)	0.1		
Lamdacialotrina	1.0		
Cipermetrina (e isómeros)	1.0		
DDT (suma de <i>p,p'</i> -DDT, <i>o,p'</i> -DDT, <i>p,p'</i> -DDE y <i>p,p'</i> -TDE)	1.0		
Deltametrina	0.5		
Diazinon	0.5		
Diclofuanida	0.1		
Diclorvos	1.0		
Dicofol	0.5		
Dimetoato y ometoato (suma de ambos)	0.1		
Ditiocarbamatos (en CS ₂)	2.0		
Endosulfán (suma de los isómeros y del sulfato de endosulfán)	3.0		
Endrín	0.05		
Etión	2.0		
Fenclorofos (suma de fenclorofos y fenclorofos-oxon)	0.1		
Fenitrotión	0.5		
Fenpropatrin	0.03		
Fensulfotión (suma de fensulfotión, fensulfotión-oxo, fensulfotión-oxisulfón y fensulfotión-sulfón)	0.05		

"2021, Año de la Independencia"

Dice		Debe decir	Justificación*
Fenvalerato	1.5		
Flucitrinato	0.05		
T-fluvalinato	0.05		
Fonofos	0.05		
Heptaclor (suma de heptaclor, <i>cis</i> -heptaclor-epóxido y <i>trans</i> -heptaclor-epóxido)			
Heptaclor (suma de heptaclor y de haptaclor-epóxido)	0.05		
Hexaclorobenceno	0.1		
Hexaclorociclohexano (suma de isómeros α , β , γ y ϵ -hexaclorociclohexano)	0.3		
Hexaclorociclohexano (suma de isómeros α , β , γ y δ)	0.2		
Hexaclorociclohexano-isómeros (distintos del γ)	0.3		
Lindano (γ -hexaclorociclohexano)	0.6		
Malatión	1.0		
Malatión y malaoxón (suma de ambos)	1.0		
Mecarbam	0.05		
Metacrifos	0.05		
Metamidofos	0.05		
Metidatión	0.2		
Metoxiclor	0.05		
Mirex	0.01		
Monocrotophos	0.1		
Paratión	0.5		
Paratión-etilo y paraoxon-etilo (suma de ambos)	0.5		
Paratión – metilo	0.2		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
Paratión-metilo y paraoxon-metilo (suma de ambos)	0.2	
Pendimetalina	0.1	
Pentacloranisol	0.01	
Permetrina e isómeros (suma de ambos)	1.0	
Permetrina	1.0	
Fosalona	0.1	
Fosmet	0.05	
Butóxido de piperolino	3.0	
Pirimifos-etilo	0.05	
Pirimifos-metilo (suma de pirimifos-metilo y N-desetil-pirimifos-metilo)	4.0	
Pirimifos – metilo	4.0	
Procimidona	0.1	
Profenofos	0.1	
Protiofos	0.05	
Piretrinas (suma de cerina I, II, jasmolina I, II, piretrina I y II)	3.0	
Piretrinas (suma de)	3.0	
Quinalfos	0.05	
Quintoceno (suma de quintoceno, pentacloroanilina y pentaclorofenilsulfuro de metilo)	1.0	
s-421	0.02	
Tecnaceno	0.05	
Tetradifón	0.3	
Vinclozolina	0.4	
<i>Tabla 0150.2. Límites máximos de plaguicidas aprobados en drogas vegetales.</i>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice			Debe decir	Justificación*
Plaguicida	Grupo o subgrupo de especies	mg/kg		
Acefato	Todo el grupo 028 ^c	0.2*		
Azinfos-metilo	Todo el grupo 028 ^c	0.5*		
Clorpirifos	Semilla	5.0		
	Frutos o bayas	1.0		
	Raíz o rizoma	1.0		
Clorpirifos-metilo	Semilla	1.0		
	Fruto	0.3		
	Raíz o rizoma	5.0		
Cipermetrina	Frutos o bayas	0.1		
	Raíz o rizoma	0.2		
Diazinon	Semillas	5.0		
	Frutos	0.1*		
	Raíz y rizomas	0.5		
Diclorvos	Todo el grupo 028 ^c	0.1*		
Dicofol	Semillas	0.05*		
	Frutos o bayas	0.1		
	Raíz o rizoma	0.1		
Dimetoato	Semillas	5.0		
	Frutos o bayas	0.5		
	Raíz o rizoma	0.1*		
Disulfotón	Todo el grupo 028 ^c	0.05*		
Endosulfán	Semillas	1.0		
	Frutos o bayas	5.0		
	Raíz o rizoma	0.5		
Etión	Semillas	3.0		
	Frutos o bayas	5.0		
	Raíz o rizoma	0.3		
Fenitrotión	Semillas	7.0		
	Frutos o bayas	1.0		

"2021, Año de la Independencia"

Dice			Debe decir	Justificación*
	Raíz o rizoma	0.1*		
Iprodión	Semillas	0.05*		
	Raíz o rizoma	0.1*		
Malatión	Semillas	5.0		
	Frutos o bayas	1.0		
	Raíz o rizoma	0.5		
Metalaxilo	Semillas	5.0		
Metamidofos	Todo el grupo 028 ^c	0.1*		
Paratión	Semillas	0.1*		
	Frutos o bayas	0.2		
	Raíz o rizoma	0.2		
Paratión- metilo	Semillas	5.0		
	Frutos o bayas	5.0		
	Raíz o rizoma	3.0		
Permetrina	Todo el grupo 028 ^c	0.05*		
Pentoato	Semillas	7.0		
Forato	Semillas	0.5		
	Frutos o bayas	0.1*		
	Raíz o rizoma	0.1*		
Fosalona	Semillas	2.0		
	Frutos o bayas	2.0		
	Raíz o rizoma	3.0		
Pirimicarb	Semillas	5.0		
Pirimifos- metilo	Semillas	3.0		
	Frutos	0.5		
Quintoceno	Semillas	0.1		
	Frutos o bayas	0.02		
	Raíz o rizoma	2.0		
Vinclozolina	Todo el grupo de semillas ^c	0.05*		

*Cerca del límite de determinación

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>36 sección del Codex Comité de Residuos de Plaguicidas (CCPR). 028 Véase Codex Alimentario Estos límites se establecen en la directriz para la evaluación de la calidad de medicamentos a base de plantas con referencia a contaminantes y residuos de la Organización Mundial de la Salud.</p>		
<p>El número 60 en el numerador representa el peso corporal del adulto, mientras que el denominador incorpora un factor de 100 que refleja el hecho de que no más del 1.0 por ciento del residuo de plaguicidas consumido debe ser derivado del material vegetal.</p>		
<p>DETERMINACIÓN DE FÓSFORO Y CLORO TOTALES</p>		
<p>Muchos plaguicidas contienen orgánicamente unido cloro y fósforo.</p>		
<p>Preparación de la muestra. Reducir el material vegetal a polvo fino, extraer con una mezcla de agua y acetonitrilo. La mayoría de los plaguicidas son solubles en estas mezclas, mientras que muchos constituyentes celulares (ejemplo: celulosa, proteínas, aminoácidos, almidón, grasas y compuestos relacionados) son poco solubles y de este modo son separados. Una diversidad de compuestos polares y moderadamente polares también pueden ser disueltos, por lo tanto, es necesario transferir los plaguicidas a SR1 de éter dietílico-éter de petróleo. Para los plaguicidas que contienen cloro, raras veces es necesaria una purificación, pero para aquellos que contienen</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>fósforo es necesaria una purificación por columna cromatográfica, eluyendo con mezclas de SR1 de éter dietílico-éter de petróleo y éter dietílico.</p>		
<p>Preparación de la columna. Emplear como soporte florisil 60/100 PR (o equivalente), activado a 650 °C. Si el material se obtiene a granel en volumen transferir inmediatamente después de abrirlo a un frasco de vidrio con tapón de vidrio o tapa de rosca con revestimiento de aluminio. Guardarlo en la oscuridad. Antes de usarse, calentar a no menos de 130°C, enfriar en un desecador hasta temperatura ambiente y calentar de nuevo a 130°C después de 2 días.</p>		
<p>Preparar una columna que contenga florisil (con un diámetro externo de 22 mm), cargada de la cual contiene después de instalada, 10 cm de Florisil activado cubierto tapado con 1.0 cm de sulfato de sodio anhidro. Prehumedecer la columna con 40-mL a 50 mL de éter de petróleo. Colocar una probeta debajo de la columna para recibir el eluato.</p>		
<p>Procedimiento. Dejar pasar el material a través de un tamiz de número 710 u é 840 y mezclar vigorosamente fuertemente. Colocar de 20-g a 50 g de la muestra dentro de una licuadora, adicionar 350 mL de acetonitrilo con agua (350 mL de agua y llevar a volumen de 1 000 mL con acetonitrilo). Licuar Mezclar durante 5 min a alta velocidad. Filtrar al vacío a través de un embudo de 12 cm de diámetro, con papel filtro, y recibir en un matraz Kitasato con capacidad de 500 mL. Pasar el filtrado a una probeta de 250 mL y medir el volumen.</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>Transferir el filtrado medido a un embudo de separación de 1 000 mL y adicionar cuidadosamente 100 mL de éter de petróleo. Agitar vigoro dietílico samente vigorosamente durante 1 min a 2 min, adicionar 10 mL de cloruro de sodio al 40 % por ciento y 600 mL de agua. Colocar el embudo en posición horizontal y mezclar vigorosamente durante 30 s a 45 s. Dejar que se separen las fases, descartar la fase acuosa y lavar la fase orgánica con dos porciones de 100 mL de agua. Descartar los lavados y transferir la fase orgánica a una probeta de vidrio de 100 mL con tapón y medir el volumen. Adicionar aproximadamente 15 g de sulfato de sodio anhidro y agitar vigorosamente. El extracto no debe permanecer en contacto con este reactivo por más de una hora. Transferir el extracto directamente a la columna de florisil, si es necesario reducir el volumen entre 5 a 10 mL. La velocidad de elución de la muestra a través de la columna no debe ser mayor de 5.0 mL/min. Enjuagar cuidadosamente la probeta con dos porciones de éter de petróleo de 5.0 mL cada una y transferirlas a la columna, si es necesario enjuagar el matraz con pequeñas porciones de éter de petróleo y después eluir la columna a la misma velocidad con 200 mL de una mezcla de SR1 de éter dietílico-éter de petróleo. Cambiar el matraz en donde se recibe y eluir con 200 mL de SR2 de éter dietílico-éter de petróleo. Nuevamente cambiar el matraz y eluir con 200 mL de SR3 de éter dietílico-éter de petróleo. Evaporar</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>cada eluato a un volumen que se requiera para su estudio.</p>		
<ul style="list-style-type: none"> El primer eluato contiene plaguicidas clorados (aldrin, DDE, TDE (DDD), <i>o,p'</i>- y <i>p,p'</i>-DDT, hexaclorohexano, heptacloro, epóxido de heptacloro, lindano, metoxicloro), bifenilos policlorados (PCB), y plaguicidas fosforados (carbofenotión, etión y fenclorfos). 		
<ul style="list-style-type: none"> El segundo eluato contiene plaguicidas clorados (dieldrin y endrín) y plaguicidas fosfatados (metil paratión y paratión). 		
<ul style="list-style-type: none"> El tercer eluato contiene plaguicidas fosforados (malatión). 		
<p>Combustión de materia orgánica. La combustión de la materia orgánica en oxígeno es el paso preparatorio para la determinación de cloro y fósforo. El plaguicida se extrae de la muestra y si es necesario, se purifica. Concentrar y evaporar a sequedad el extracto y transferir a un portamuestra y quemar en presencia de un flujo de oxígeno. Absorber los gases producidos durante la combustión en una solución adecuada. El cloro absorbido se determina como cloruro y el fósforo absorbido como ortofosfato, ambos colorimétricamente.</p>		
<p>Aparato. La combustión se realiza en un matraz Erlenmeyer de vidrio de borosilicato de 1 000 mL, dentro del tapón del matraz se encuentra unida una punta de alambre de platino con un diámetro de 1.0 mm. La otra punta de alambre se encuentra unida a una malla de platino que mide alrededor de</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>1.5 cm × 2.0 cm que proporciona los medios para mantener la muestra libre de absorber el líquido durante la combustión.</p>		
<p>Contenedor para muestras con residuos de cloro. Para una cantidad pequeña de material sólido, usar un contenedor hecho a partir de una pieza de papel filtro libre de halogenuros con una longitud de 5.0 de longitud y 3.0 cm de ancho aproximadamente. Para volúmenes pequeños de líquidos, utilizar de preferencia como contenedor una hoja de acetato de celulosa en forma de cono. Preparar el cono como se indica a continuación sigue: Utilizar guantes de tela. Cortar la hoja de acetato de celulosa en círculos de 4.0 cm de radio, sobre una superficie de cartón. Unir los dos extremos para formar el cono. Sellar los bordes unidos con calor para formar una costura de 5.0 mm de ancho.</p> <p>Sumergir la unión en acetona por lo menos hasta la mitad durante 10 s, retirar y secar inmediatamente con corriente de aire caliente. Emplear pinzas, lavar el cono introduciéndolo durante 10 s, en un recipiente de 1 000 mL que contiene una solución de hidróxido de sodio al 24 % por ciento caliente a 60°C. Enjuagar el cono vigorosamente con agua y dejar escurrir hasta sequedad sobre una hoja de aluminio, colocar cada cono en un embudo limpio con un diámetro de 65 mm.</p>		
<p>Contenedor para muestras con residuos de fósforo. Emplear como contenedor una hoja de papel filtro libre de halogenuros de 4.0 cm².</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>Combustión de residuos que contienen cloro. Pasar una alícuota del extracto preparado a un contenedor que se coloca en un embudo utilizando un disolvente que no disuelva al contenedor. Evaporar el disolvente, Uutilizando guantes de hule, retirar el contenedor y su contenido del embudo y formar un pequeño paquete de alrededor de 1.0 cm² de área y colocarlo en el centro de la malla de platino. Insertar en forma de mecha una tira de papel filtro de 1.0 cm × 3.0 cm a través de los dobleces del paquete. Agregar 30 mL de agua al matraz de combustión. Humedecer el cuello del matraz con agua y llenar completamente el matraz con oxígeno con ayuda de un tubo que terminara en la superficie del líquido. Encender la mecha de la tira de papel filtro e inmediatamente insertar la tapa del matraz, mantener ésta firmemente en su lugar. Cuando comience a quemarse el paquete de manera intensa, inclinar el matraz para evitar un quemado incompleto del material que cae dentro del líquido. Inmediatamente después de que la combustión ha sido completada agitar el matraz vigorosamente durante 10 min, hasta disolver los productos de la combustión. Colocar una pequeña cantidad de agua alrededor del borde del matraz y con cuidado retirar la tapa. Enjuagar la tapa, el alambre de platino, la malla de platino y los lados del matraz con agua. Pasar los líquidos del enjuague a un matraz volumétrico de 50 mL y llevar al aforo con agua.</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>Combustión de residuos que contienen fósforo. Sumergir el contenedor de las muestras hecho de papel filtro dentro de una SR1 de solución metanólica de hidróxido de sodio, suspender el contenedor dentro de una corriente de aire caliente. Inmediatamente, transferir aproximadamente 0.2 mL de una alícuota del extracto, preparado anteriormente, al contenedor de la muestra con ayuda de porciones de 0.2 mL de cloroformo utilizando una micropipeta. Permitir que el disolvente se evapore del papel y posteriormente doblar el contenedor hasta formar un paquete de alrededor de 1.0 cm² de área y colocar este en el centro de la malla de platino. Insertar en forma de mecha una tira de papel filtro de 1.0 cm × 3.0 cm a través de los dobleces del paquete. Agregar 10 mL de SR3 de ácido sulfúrico al matraz de combustión y continuar con la combustión como se describió anteriormente. Transferir Pasar los líquidos la solución del enjuague a un matraz volumétrico de 25 50 mL y llevar al aforo con agua.</p>		
<p>Cloruros</p>		
<p>Aparato. Realizar la determinación en un espectrofotómetro capaz de medir la absorbancia a 460 nm empleando celdas de absorción de 2.0 cm y 10 cm.</p>		
<p>Procedimiento. Colocar 15 mL de la solución obtenida de la combustión en un matraz Erlenmeyer de 50 mL junto con 1.0 mL de una solución SV de sulfato férrico amoniacal 0.25 M SV y 3.0 mL de SR de tiocianato de mercurio. Mezclar</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>el contenido y dejar reposar durante 10 min. Transferir una porción de la solución a la celda de 2.0 cm y medir la absorbancia a 460 nm utilizando agua en la celda como blanco. Realizar rápidamente la lectura para minimizar la absorción de cloruros del aire.</p>		
<p>Preparar una solución estándar que contenga 5.0 µg/mL de cloruro de sodio. Transferir alícuotas de esta solución (0, 2, 4, 6, 8 y 10 mL) a matraces Erlenmeyer de 50 mL y diluir con 15 mL de agua. Desarrollar el color con la solución SV de sulfato férrico amoniacal y la SR de tiocianato de mercurio y medir las absorbancias como se describió anteriormente. Graficar las absorbancias contra la concentración de cloruros de las diluciones en microgramos por mililitro e interpolar la concentración de cloruros de la solución problema del material de prueba.</p>		
<p>Fosfatos</p>		
<p>El método de fosfomolibdato está basado en la reacción de los iones fosfatos con el molibdato de amonio para formar un complejo de fosfomolibdeno, el cual se reduce subsecuentemente a complejos de molibdeno de color azul fuerte. La intensidad del color azul se mide espectrofotométricamente. El método aplica para la determinación de fosfatos que han sufrido un proceso previo de separación.</p>		
<p>Naturalmente los fosfatos se encuentran en diversas muestras y por lo general no son retirados durante los procesos de limpieza. Con el objeto de tener</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>valores de referencia, se recomienda proceder con la determinación en todas las muestras, aún aquellas con plaguicidas sin fosfatos. Los valores de referencia deben ser restados de los valores obtenidos en las pruebas de residuos de plaguicidas. Los extractos de la mayoría de los materiales no contaminados contienen alrededor de 0.05 mg/kg a 0.1 mg/kg de fósforo, por lo que los extractos que no están contaminados con plaguicidas organofosforados caen dentro de este rango.</p>		
<p>Aparato. La determinación se hace con un espectrofotómetro capaz de medir absorbancias a 820 nm usando celdas de absorción de 1.0 cm.</p>		
<p>Procedimiento. Colocar 7.0 mL de la solución obtenida después de la combustión en un tubo de ensayo calibrado de 10 mL. Agregar 2.2 mL de SR4 de ácido sulfúrico y mezclar. Agregar 0.4 mL de una solución de molibdato de amonio con 40 g/L y agitar la mezcla. Agregar 0.4 mL de SR de ácido aminonaftolsulfónico y agitar. Calentar la solución a 100 °C durante 12 min, enfriar y transferir una porción a la celda de 1.0 cm, medir la absorbancia a 820 nm, utilizando agua como blanco. Preparar las diluciones de referencia con un contenido conocido de fosfatos y medir las absorbancias como se describe anteriormente. Graficar las absorbancias contra la concentración de fosfatos de las diluciones en microgramos por mililitro e interpolar la concentración de fosfatos de la solución problema del material de prueba.</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>DETERMINACIÓN CUALITATIVA Y CUANTITATIVA DE PLAGUICIDAS ORGANOCLORADOS</p>		
<p>Preparación de la muestra. Colocar 20.0 g del material vegetal pulverizado (malla 180) en un vaso de precipitado de 500 mL. Mezclar con 98 mL de agua y dejar macerar por lo menos 30 min. Agregar 200 mL de acetona; el volumen resultante de la extracción debe ser de 295 mL. Colocarla Colocar la mezcla en una parrilla, sin calentamiento y con agitación rápida durante 5.0 min mientras se mantiene en un baño de hielo. Filtrar la mezcla homogeneizada a través de un filtro de porcelana (embudo Büchner, de diámetro de 70 mm) con papel filtro, empleando vacío, en una probeta graduada de 250 mL permitiendo que el proceso no sea mayor a 1 min y luego medir el volumen (V) del filtrado en mililitros.</p>		
<p>Procedimiento. Transferir el filtrado anterior a un embudo de separación de 500 mL. Agregar una cantidad de cloruro de sodio en gramos equivalente a una décima parte del volumen del filtrado, adicionar 100 mL de diclorometano. Agitar vigorosamente durante 5.0 min, permitir la separación de fases y descartar la fase acuosa. Secar la fase de acetona-diclorometano y transferir a un matraz Erlenmeyer de 500 mL, agregar 25 g de sulfato de sodio anhidro y agitar ocasionalmente. Filtrar la solución en un matraz con tapón esmerilado de 500 mL a través de un embudo de vidrio (diámetro de 100 mm) que</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>contenga fibra de vidrio purificado y sulfato de sodio anhidro. Enjuagar el embudo de separación, el matraz y el embudo de vidrio dos veces con 10 mL de acetato de etilo. Agregar 5.0 mL de 2,2,4-trimetilpentano y concentrar el extracto crudo hasta 2.0 mL en rotavapor con baño de agua entre 30 y 40 °C. Eliminar el restante del disolvente con una suave corriente de aire.</p>		
<p>Para purificar mediante gel cromatográfico, macerar 50 g de perlas adecuadas (Ejemplo: S-X3) utilizar como fase móvil una mezcla de ciclohexano:acetato de etilo (1:1) y verterlas dentro de la columna cromatográfica (600 mm × 25 mm) adaptada para usarse con una bomba de vacío. Enjuagar el soporte con la fase móvil en un ambiente anaerobio. Disolver el extracto en un matraz con 5.0 mL de acetato de etilo. Adicionar 2.0 g de sulfato de sodio anhidro, agitar lentamente y adicionar 5.0 mL de ciclohexano. Filtrar el extracto crudo completamente disuelto a través de un embudo de filtración rápida, recibir el filtrado en un tubo de ensayo con tapa y cerrar inmediatamente. Posteriormente, transferir 5.0 mL del filtrado a la columna de gel. Eluir con la fase móvil a una velocidad promedio de 5.0 mL/min. Los componentes del material vegetal eluyen primero, seguidos de los componentes activos de los plaguicidas. El fraccionamiento debe determinarse para cada columna empleando las sustancias apropiadas de referencia.</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>Desechar la primera fracción (cerca de 100 mL), que contiene las impurezas. Colectar los plaguicidas organoclorados que aparecen en el siguiente eluato (cerca de 70 mL) en un matraz con tapón esmerilado. Adicionar 10 mL de 2,2,4-trimetilpentano y concentrar la solución aproximadamente a 5.0 mL en un evaporador rotatorio con vacío y un baño de agua a una temperatura de 30°C a 40 °C. Adicionar otros 5.0 mL de 2,2,4-trimetilpentano al matraz y evaporar cuidadosamente la solución a aproximadamente 1.0 mL (no permitir que llegue a sequedad).</p>		
<p>Calcular la cantidad del material vegetal en gramos del extracto purificado empleando la siguiente fórmula:</p>		
$\frac{V}{590} \times P$		
<p>Donde:</p>		
<p>V = volumen filtrado.</p>		
<p>P = peso de la muestra en gramos.</p>		
<p>Para una mejor purificación, transferir 1.0-g de gel de sílice previamente desactivado para cromatografía en columna (malla 70 a 230) conteniendo 1.5 % por ciento de agua. En una columna cromatográfica (25 cm × 7 mm) colocar 10 mm de sulfato de sodio anhidro en la parte superior del contenido de la columna y cubrir con fibra de vidrio. Antes de usarla, enjuagar la columna con 5.0 mL de hexano. Dejar que el</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>disolvente se deslice sobre la superficie de la columna, transferir cuantitativamente mediante una pipeta, el extracto purificado obtenido por cromatografía en gel, del matraz a la columna de gel de sílice preparada y enjuagar con 1.0 mL de hexano. Tener los matraces a la mano para las subsecuentes eluciones.</p>		
<p>Utilizar un matraz volumétrico de 10 mL como receptor, eluir cualquier residuo de bifenilos policlorados de la columna con 10 mL de hexano (eluato 0). Adicionar 2.0 mL de una mezcla de elución compuesta por tolueno:hexano (35:65) al matraz y agitar. Transferir cuantitativamente la solución a la columna. Usar otro matraz volumétrico de 10 mL como receptor, eluir la mayoría de los residuos de plaguicidas organoclorados de la columna de gel de sílice con 6.0 mL de la misma mezcla. Llevar al aforo los contenidos de los matraces con la mezcla de elución (eluato 1).</p>		
<p>Enjuagar el matraz con 2.0 mL de tolueno y transferirlo cuantitativamente a la columna. Colectar el eluato en un tercer matraz volumétrico de 10 mL. Adicionar 8.0 mL de tolueno al matraz, agitar y transferir la solución a la columna de gel de sílice; eluir el remanente de los plaguicidas organoclorados usando el mismo matraz y llevar al aforo con tolueno (eluato 2).</p>		
<p>Evaluar las soluciones de prueba por cromatografía de gases (MGA 0241, Gases) utilizando un detector de captura de electrones</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
(DCE). Confirmar lo encontrado en la columna principal (primer sistema de separación) con una segunda columna de capilaridad de diferente polaridad (segundo sistema de separación).		
Determinación por cromatografía de gases. <i>MGA 0241, gases.</i>		
<i>Gas acarreador.</i> Helio y utilizar una mezcla de argón:metano (95:5) como gas auxiliar en la detección.		
<i>Primer sistema de separación.</i> Utilizar una columna de sílice vitreoso, con una longitud de 30 m × 0.25 mm de diámetro interno, empacada con una fase químicamente unida de 5 % por ciento de fenilo y 95 % por ciento de metilpolisiloxano. Usar el siguiente programa de temperaturas:		
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Calentar a 60 °C durante 0.5 min. 		
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Incrementar la temperatura a una velocidad de 30 °C/min hasta 160 °C y mantener esta temperatura durante 2 min. 		
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Aumentar la temperatura a una velocidad de 2 °C/min hasta 250 °C y mantener esta temperatura durante 5 min. 		
Usar un inyector (<i>split/split-free</i> o <i>split/splitless</i>) para inyectar la solución de la muestra y mantener el puerto de inyección a una temperatura de 240 °C. Inyectar un volumen de 1.0 µL a una velocidad de 30 s (<i>split-free</i> o <i>splitless</i>). La temperatura del detector debe estar a 300°C.		
<i>Segundo sistema de separación.</i> Emplear una columna de sílice vitreoso, con una longitud de 15 m × 0.25 mm		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
de diámetro interno, empackada con una fase químicamente unida de 7 % por ciento de cianopropil, 7 % por ciento de fenilo y 86 % por ciento de metilpolisiloxano. Usar el siguiente programa de temperaturas:		
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Calentar a 60 °C durante por 0.2 min. 		
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Incrementar la temperatura a una velocidad de 30 °C/min hasta 180 °C y mantener esta temperatura durante por 1 min. 		
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Aumentar la temperatura a una velocidad de 2.0 °C/min hasta 250°C y mantener esta temperatura durante por 5 min. 		
Usar un inyector en columna (<i>on-column</i>) para inyectar un volumen de 1.0 µL de la solución problema. La temperatura del detector debe estar a una temperatura de 300 °C.		
Usar el método de "estándar externo" para la evaluación cualitativa y cuantitativa de los plaguicidas organoclorados en las soluciones de prueba con soluciones de referencia de los siguientes plaguicidas: α, β, γ y δ-hexaclorociclohexano (HCH); hexaclorobenceno, quintoceno, aldrín, dieldrín, endrín; α y β-endosulfan; sulfato de endosulfan; heptacloro; heptacloroepóxido; camfeclor; TDE; DDE y DDT y metoxicloro.		
Medir la altura del pico del plaguicida obtenido en los cromatogramas y calcular la concentración de los residuos en mg/kg usando la siguiente fórmula:		
$(h_t \times 10/p)(p_r/h_r)$		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
Donde:		
h_i = altura del pico obtenido de la solución de estudio en milímetros.		
p = cantidad del extracto purificado (gramos).		
p_r = cantidad de plaguicida en nanogramos en la solución de referencia inyectada.		
h_r = altura del pico obtenido por la solución de referencia en milímetros.		
ANÁLISIS DE ÉSTERES DE COMPUESTOS ORGANOFOSFORADOS. La extracción y los procesos de limpieza pueden ser desarrollados como se describió anteriormente, empleando un detector de ionización de flama de fósforo (P-FID).		
DETERMINACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS ESPECÍFICOS EN EL MATERIAL VEGETAL		
Recomendaciones generales.		
Para la determinación total, mezclar vigorosamente 1.0 kg de material vegetal.		
Para obtener resultados cromatográficos significativos, seguir uno o más de los pasos siguientes:		
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Repetir la separación usando otra columna. ▪ Usar un sistema de separación diferente. ▪ Usar un sistema de detección diferente. ▪ Aplicar una técnica de acoplamiento. ▪ Preparar una derivada. ▪ Desarrollar la cromatografía con una mezcla de la muestra y una sustancia de referencia. ▪ Cambiar la preparación de la muestra ▪ Usar una elución fraccionada durante el procedimiento de limpieza en la cromatografía 		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>en columna del extracto y estudiar todas las fracciones por cromatografía.</p>		
<ul style="list-style-type: none"> Comparar el coeficiente de distribución del material con la sustancia de referencia. 		
<p>Previo a la determinación cuantitativa del material vegetal ver si existe una relación lineal entre los valores obtenidos para la sustancia de referencia y su concentración en el intervalo de 0.1 a 2 veces la concentración estándar. De otra manera, preparar otro rango de concentraciones o evaluar los resultados empleando una curva de referencia. Emplear cualquier técnica mecánica o manual adecuada para la determinación cromatográfica.</p>		
<p>Guardar las soluciones de referencia protegidas de la luz para prevenir su descomposición. Emplear frascos con tapas de vidrio y guardarlas en un contenedor saturado con el solvente empleado para evitar cualquier incremento en la concentración por la evaporación. Revisar la pérdida por evaporación pesando provisionalmente los vasos.</p>		
<p>Las soluciones de referencia concentradas se usan en un periodo máximo de 6 meses y las soluciones de referencia diluidas en un periodo máximo de 4 semanas después de su preparación.</p>		
<p>Velocidad Tasa de recobro. La velocidad de recobro Es el porcentaje del material de referencia, originalmente agregado al material vegetal, que se determina utilizando el método que se describe más adelante.</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>Determinación de los residuos de desmetrina, prometrina y simacina.</p>		
<p>Preparación del extracto del material vegetal. Colocar 10.0 g de polvo del material vegetal pulverizado en un matraz de 500 mL y adicionar 125 mL de cloroformo. Agitar la mezcla durante 1 h y filtrar bajo presión reducida empleando papel filtro (grado medio) dentro de un matraz bola. Lavar los residuos con tres volúmenes sucesivos de 25 mL de cloroformo.</p>		
<p>Procedimiento. Concentrar los filtrados combinados hasta un volumen de 3.0 mL a 5.0 mL empleando un rotavapor con un baño de agua a una temperatura de 40 °C. Transferir el extracto a una columna cromatográfica como se indica a continuación, enjuagar el matraz bola dos veces con 5.0 mL de cloroformo.</p>		
<p><i>Preparación de la columna cromatográfica.</i> Usar una columna de vidrio (con diámetro interno de 20 mm a 22 mm) con un orificio restringido y protegido con un plato de vidrio sinterizado (por ejemplo: P10 o P16, filtro de vidrio G4 o P40, filtro de vidrio G3).</p>		
<p>Evaporar el eluato a sequedad con un evaporador rotatorio con vacío y un baño de agua a una temperatura de 40 °C, adicionar al residuo 10 mL de éter de petróleo y transferir la mezcla a una columna cromatográfica conteniendo una capa de óxido de aluminio purificado con 50 mm de espesor, en éter de petróleo. Eluir la mezcla con 90.0 mL de éter de petróleo, usando esté éste para</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>enjuagar el matraz bola, a una velocidad de 1 a 2 gotas por segundo. Descartar el eluato. Disolver cualquier residuo restante que no se haya disuelto en éter de petróleo, en 10 mL de una mezcla de cloroformo:éter de petróleo (60:40), y transferir la solución a la columna. Enjuagar el matraz de bola dos veces más con 10 mL de la mezcla de disolventes. Transferir el líquido usado para enjuagar a la columna. Eluir con 120 mL de la misma mezcla de disolventes a una velocidad de 1 a 2 gotas por segundo y colectar el eluato en un matraz de bola. El segundo proceso de purificación se completa cuando ya no gotea la columna. Evaporar el eluato a sequedad usando un evaporador rotatorio con vacío y un baño de agua a una temperatura de 40 °C. Para preparar el extracto purificado para la determinación por cromatografía de gases (MGA 0241), disolver el residuo en suficiente acetona hasta obtener un volumen de 10 mL. Si se requiere un extracto especial-mente especialmente purificado, proceder como se describe a continuación: Al residuo adicionar 10 mL de éter de petróleo y 10 mL de dimetilsulfóxido. Agitar la mezcla y transferir a un embudo de separación. Extraer la fase del dimetilsulfóxido dos veces con 10 mL de éter de petróleo. Descartar el extracto de éter de petróleo. Adicionar 100 mL de agua a la fase del dimetilsulfóxido y extraer tres veces, cada una con 20 mL de cloroformo. Extraer los extractos de cloroformo combinados dos veces con 20 mL de</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*														
<p>agua y evaporarlos a sequedad usando un evaporador rotatorio con vacío y baño de agua a una temperatura de 40 °C. Transferir el residuo a 20 mL de una mezcla de éter de petróleo:ácido clorhídrico 1.0 M (1:1) y transportarlo a un embudo de separación y extraerlo primero con 10 mL de la mezcla y después con 5.0 mL de ácido clorhídrico 1.0 M. Desechar la fase del éter dietílico-éter de petróleo y ajustar el pH de las soluciones acuosas combinadas a un valor entre 7 y 8 usando hidróxido de sodio 1.0 M. Extraer la solución tres veces, cada una con 20 mL de cloroformo. Secar los extractos clorofórmicos combinados con sulfato de sodio anhidro y filtrar en un matraz de bola, enjuagando el embudo tres veces con 10 mL de cloroformo cada una. Evaporar el filtrado a sequedad usando un rotavapor con un baño de agua a una temperatura de 40 °C. Disolver el residuo en suficiente acetona para producir 10 mL de extracto especialmente purificado para ser usado en la determinación por cromatografía de gases (MGA 0241). Usar el extracto como se indica a continuación para los siguientes materiales vegetales:</p>																
<table border="1"> <thead> <tr> <th data-bbox="113 1192 289 1247">No.</th> <th data-bbox="289 1192 737 1247">Material</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td data-bbox="113 1247 289 1284">1</td> <td data-bbox="289 1247 737 1284">Flores de caléndula</td> </tr> <tr> <td data-bbox="113 1284 289 1321">2</td> <td data-bbox="289 1284 737 1321">Flores de camomila</td> </tr> <tr> <td data-bbox="113 1321 289 1359">3</td> <td data-bbox="289 1321 737 1359">Hojas de melisa</td> </tr> <tr> <td data-bbox="113 1359 289 1396">4</td> <td data-bbox="289 1359 737 1396">Hojas de menta piperita</td> </tr> <tr> <td data-bbox="113 1396 289 1433">5</td> <td data-bbox="289 1396 737 1433">Hojas de salvia</td> </tr> <tr> <td data-bbox="113 1433 289 1461">6</td> <td data-bbox="289 1433 737 1461">Hojas tomillo</td> </tr> </tbody> </table>	No.	Material	1	Flores de caléndula	2	Flores de camomila	3	Hojas de melisa	4	Hojas de menta piperita	5	Hojas de salvia	6	Hojas tomillo		
No.	Material															
1	Flores de caléndula															
2	Flores de camomila															
3	Hojas de melisa															
4	Hojas de menta piperita															
5	Hojas de salvia															
6	Hojas tomillo															

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
7 Frutos de carvos 8 Frutos de cilantro 9 Frutos de cinosbati 10 Frutos de hinojo 11 Hierba de milenrama 12 Hierba de llantén 13 Raíz altea 14 Raíz de angélica 15 Raíz de levistico 16 Raíz de perejil 17 Raíz valeriana		
Para los materiales No. 1 y 2, usar extracto especialmente purificado, para los materiales No. 3 al 17, usar extracto purificado.		
Determinación de la velocidad tasa de recobro. Preparar cinco muestras individuales usando cada uno de los siguientes procedimientos:		
A4. Para preparar la solución S ₂ , Disolver separadamente, 0.040 g de cada sustancia de referencia, desmetrina, promectina y simacina en suficiente acetona para producir 100 mL. Colocar 5.0 mL de cada solución en un matraz volumétrico de 100 mL y diluir la mezcla al volumen con acetona (S ₂). Colocar 10 g del material vegetal pulverizado en un matraz Erlenmeyer de 500 mL y adicionar 1.0 mL de solución S ₂ . Agitar mecánicamente durante 60 min. S Si es necesario, repetir la operación manualmente y después proceder a como se describe en "preparación del extracto del material vegetal". Para la determinación por cromatografía de en gases, utilizar cualquiera de		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>las muestras de extractos: la purificada o la especialmente purificada, como se especifica en el procedimiento de análisis para el material vegetal en cuestión.</p>		
<p>B2. Tratar 10 g del material vegetal pulverizado como se describe en "preparación del extracto del material vegetal". Usar cualquiera de los extractos, el purificado o el especialmente purificado para la determinación por cromatografía de gases, como se especifica en los procedimientos de prueba para cada material vegetal.</p>		
<p>Calcular la velocidad tasa de recobro (<i>R</i>) en por ciento usando la siguiente fórmula:</p>		
$\frac{2(a - b)}{c}$		
<p>Donde:</p>		
<p><i>a</i> = la cantidad promedio en mg/kg de los cinco residuos obtenidos usando el procedimiento A4.</p>		
<p><i>b</i> = la cantidad promedio en mg/kg de los cinco residuos obtenidos usando el procedimiento B2.</p>		
<p><i>c</i> = la cantidad de sustancia de referencia en mg contenida en la solución <i>S</i>₂ durante el procedimiento A4.</p>		
<p>La porción debe estar en el intervalo de 70 a 120 % por ciento, específico para cada droga vegetal.</p>		
<p>Determinación por cromatografía de gases.</p>		
<p><i>Aparato.</i> El equipo consiste de:</p>		
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Una columna de vidrio de 1.2 m de largo, con un diámetro interno de 2 mm. 		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<ul style="list-style-type: none"> Una fase líquida estacionaria adecuada. 		
<ul style="list-style-type: none"> Un soporte diatomáceo adecuado. 		
<p><i>Condiciones del equipo.</i> Usar nitrógeno como el gas acarreador con una velocidad de flujo de 30 mL/min. El bloqueador de la inyección de la muestra debe ser mantenido a 230 °C, la columna a 190 °C y el detector, el cual debe ser selectivo a nitrógeno a 300 °C. Además:</p>		
<ul style="list-style-type: none"> El volumen de la solución de la muestra que debe ser inyectada es de 2.0 μL. 		
<ul style="list-style-type: none"> Las características de separación: $h \leq 1.2 \times 10^{-3}$ para desmetrina; $R_s \geq 1.2$ para prometrina y simacina. 		
<ul style="list-style-type: none"> La desviación estándar relativa (precisión del sistema cromatográfico): $S_r \leq 0.05$ para desmetrina, prometrina y simacina. 		
<p><i>Método.</i></p>		
<p><i>Cromatograma T.</i> Para determinar las características de separación inyectar la solución S₂ (para la preparación de la solución ver "determinación de la velocidad tasa de recobro").</p>		
<p><i>Cromatogramas A₁-A₅.</i> Para determinar la desviación estándar relativa, inyectar la solución S₂ y repetir la determinación 5 veces.</p>		
<p><i>Cromatograma S₂.</i> Inyectar 1.0 mL de la solución S₂ para la determinación de la velocidad tasa de recobro. Diluir 1.0 mL de la solución S₂ a 10 mL con acetona e inyectar esta para la determinación cromatográfica. Los picos de los cromatogramas aparecen en el siguiente orden: prometrina, simacina y desmetrina.</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p><i>Cromatograma P₂</i>. Inyectar el extracto purificado o el extracto especialmente purificado. Determinarlo usando estándar externo: a = 0.000 5. Para convertir los valores obtenidos a porcentajes por peso, multiplicar la concentración en miligramos por kilogramo por 10⁴.</p>		
<p>La cantidad total máxima permisible de residuos debidos a la desmetrina, prometrina y simacina es 2.0 mg/kg del material vegetal.</p>		
<p>Determinación de residuos de plaguicidas organoclorados, organofosforados y piretroides</p>		
<p>Dependiendo de las propiedades de la sustancia a examinar, puede modificarse el procedimiento, Por ejemplo: usar columnas con diferente polaridad, otro método de detección (espectrometría de masas) o algún método inmunoquímico.</p>		
<p>Este análisis solo aplica en drogas vegetales que tienen un contenido menor al 15 % de agua. Si contienen más del 15 % deben secarse.</p>		
<p>Preparación de la muestra.</p>		
<p>Extracción. A 10.0 g de la droga vegetal en polvo, añadir 100 mL de acetona y dejar reposar durante 20 min. Adicionar 1 mL de solución de carbofenotión en tolueno conteniendo 1.8 µg/mL. Homogenizar usando un vortex durante 3 min. Filtrar y lavar el filtro dos veces con 25 mL de acetona en cada lavado. Combinar el volumen filtrado y el de los lavados, posteriormente calentar usando un rotavapor a una temperatura que no exceda los 40 °C hasta que el disolvente se haya</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>evaporado. Añadir al residuo una pequeña cantidad de tolueno y volver a calentar hasta que la acetona se haya removido completamente y disolver el residuo en 8 mL de tolueno. Filtrar a través de una membrana de 45 µm, a un matraz volumétrico de 10 mL, lavar el recipiente y el filtro con tolueno y llevar al aforo con el mismo disolvente.</p>		
<p>Purificación plaguicidas organoclorados, organofosforados y piretroides</p>		
<p>Examinar por cromatografía de exclusión de tamaño como se menciona a continuación:</p>		
<p>Columna de acero inoxidable de 30 cm × 7.8 mm, empacada con Partículas esféricas rígidas de copolímero estirenodivinilbenceno L21</p>		
<p>Fase móvil. Tolueno. Velocidad de flujo 1 mL/min</p>		
<p>Preparación de la columna. Inyectar 100 µm de una solución que contenga 0.5 g/L de rojo de metilo y 0.5 g/L de azul de oracet en tolueno.</p>		
<p>La columna no es adecuada a menos que el color del eluato cambie de naranja a azul con un volumen de elución de alrededor de 10.3 mL. Si es necesario calibrar la columna usando una solución del plaguicida a analizar con menor peso molecular y con mayor peso molecular en tolueno. Realizar la determinación con el eluato que contenga ambos plaguicidas.</p>		
<p>Purificación de la preparación de la muestra.</p>		
<p>Inyectar de 100 a 500 µL de la preparación de la muestra y realizar la determinación cromatográfica. Recolectar la fracción determinada anteriormente</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
<p>(Solución B). Los plaguicidas organofosforados generalmente eluyen en un volumen entre 8.8 y 10.9 mL. Los plaguicidas organoclorados y los peritroides eluyen en un volumen entre 8.5 y 10.3 mL.</p>		
<p><i>Plaguicidas organoclorados y peritroides.</i></p>		
<p>En una columna cromatográfica de 10 cm x 5 mm, introducir un pedazo de algodón libre de grasas y 0.5 g de sílica gel tratada como se menciona a continuación: calentar la sílica gel para cromatografía en un horno a 150 °C durante 4 h. Dejar enfriar y añadir gota a gota una cantidad de agua grado reactivo correspondiente al 1.5 % de la masa de la sílica gel empleada, agitar vigorosamente hasta que los aglomerados hayan desaparecido y continuar agitando durante 2 h mediante agitación mecánica. Acondicionar la columna con 1.5 mL de hexano.</p>		
<p>Concentrar la Solución B en una corriente de helio para cromatografía o con nitrógeno libre de oxígeno hasta casi sequedad y diluir con un volumen pequeño de tolueno (200 µL a 1 mL) de acuerdo al volumen inyectado en la solución B. Transferir a la columna y realizar la determinación usando 1.8 mL de tolueno como fase móvil. Recolectar el eluato (Solución C).</p>		
<p>Análisis cuantitativo.</p>		
<p>Plaguicidas organofosforados.</p>		
<p>Examinar por cromatografía de gases usando carbofenotión como estándar interno. Si es necesario usar un segundo estándar para</p>		

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*
identificar las interferencias con el pico correspondiente al carbofenotión.		
Preparación de la muestra. Concentrar la Solución B en una corriente de helio para cromatografía hasta casi sequedad y llevar a volumen de 100 µL con tolueno.		
Preparación de referencia. Preparar al menos 3 soluciones en tolueno que contengan el plaguicida a determinar y carbofenitión a concentraciones adecuadas para realizar una curva patrón.		
Procedimiento. Columna de sílice fundida de 30 m × 0.32 mm, empacada con polidimetilsiloxano 0.25 µm. Utilizar hidrógeno para cromatografía como gas portador, pueden emplearse otros gases como helio o nitrógeno para cromatografía. Cromatógrafo de gases con detector de ionización de flama de fósforo-nitrógeno. Mantener la temperatura de la columna a 80 °C durante 1 min, después incrementar a una velocidad de 4 °C/min hasta 280 °C y mantener durante 1 min. Mantener la temperatura del puerto de inyección a 250 °C y el detector a 275 °C.		
Inyectar las muestras en los volúmenes elegidos. Cuando se registren los cromatogramas con las condiciones previamente establecidas, los tiempos de retención relativos son aproximadamente como se mencionan en la <i>tabla 0150.3</i> . Calcular el contenido de cada plaguicida de las áreas del pico y las concentraciones de las soluciones.		
<i>Tabla 0150.3.</i> Tiempos de retención relativos de los plaguicidas organofosforados.		

"2021, Año de la Independencia"

Dice		Debe decir	Justificación*
Sustancia	Tiempo de retención relativo		
Diclorvos	0.20		
Fonofos	0.50		
Diazinon	0.52		
Paratión-metilo	0.59		
Clorpirifos-metilo	0.60		
Pirimifos-metilo	0.66		
Malatión	0.67		
Paratión	0.69		
Clorpirifos	0.70		
Metidatión	0.78		
Etión	0.96		
Carbofenotión	1.00		
Azinfos-metilo	1.17		
Fosalón	1.18		
<i>Nota:</i> Los tiempos de retención son muy cerrados, si es necesario realizar un método adecuado para distinguir entre dos tiempos de retención relativos.			
Plaguicidas organoclorados y piretroides			
Examinar por cromatografía de gases usando carbofenotión como estándar interno. Si es necesario usar un segundo estándar para identificar las interferencias con el pico correspondiente al carbofenotión.			
Preparación de la muestra. Concentrar la Solución C en una corriente de aire de helio u nitrógeno libre de oxígeno para cromatografía hasta casi sequedad y diluir a 500 µL con tolueno.			
Preparación de referencia. Preparar al menos 3 soluciones en tolueno que contengan el plaguicida			

"2021, Año de la Independencia"

Dice	Debe decir	Justificación*										
<p>a determinar y carbofeniti3n a concentraciones adecuadas para realizar una curva patr3n.</p>												
<p>Utilizar hidr3geno para cromatograf3a como gas portador, pueden emplearse otros gases como helio o nitr3geno para cromatograf3a. Cromat3grafo de gases con detector captador de electrones. Dispositivo de inyecci3n directa en fri3 de la columna. Mantener la temperatura de la columna a 80 °C durante 1 min, despu3s incrementar a una velocidad de 30 °C/min hasta 150 °C y mantener durante 3 min, despu3s incrementar la temperatura a una velocidad de 4 °C/min hasta 280 °C y mantener la temperatura durante 1 min. Mantener la temperatura del puerto de inyecci3n a 250 °C y el detector a 275 °C.</p>												
<p>Inyectar las muestras en los vol3menes elegidos. Cuando se registren los cromatogramas con las condiciones previamente establecidas, los tiempos de retenci3n relativos son aproximadamente como se mencionan en la <i>tabla 0150.4</i>. Calcular el contenido de cada plaguicida de las 3reas del pico y las concentraciones de las soluciones.</p>												
<p><i>Tabla 0150.4. Tiempos de retenci3n relativos de los plaguicidas organoclorados y piretroides.</i></p> <table border="1" data-bbox="113 1198 737 1446"> <thead> <tr> <th>Sustancia</th> <th>Tiempo de retenci3n relativos</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>α-hexaclorociclohexano</td> <td>0.44</td> </tr> <tr> <td>Hexaclorobenceno</td> <td>0.45</td> </tr> <tr> <td>β-hexaclorociclohexano</td> <td>0.49</td> </tr> <tr> <td>Lindano</td> <td>0.49</td> </tr> </tbody> </table>	Sustancia	Tiempo de retenci3n relativos	α -hexaclorociclohexano	0.44	Hexaclorobenceno	0.45	β -hexaclorociclohexano	0.49	Lindano	0.49		
Sustancia	Tiempo de retenci3n relativos											
α -hexaclorociclohexano	0.44											
Hexaclorobenceno	0.45											
β -hexaclorociclohexano	0.49											
Lindano	0.49											

"2021, Año de la Independencia"

Dice		Debe decir	Justificación*
δ-hexaclorociclohexano	0.54		
ε-hexaclorociclohexano	0.56		
Heptaclor	0.61		
Aldrin	0.68		
cis-heptaclor-epóxido	0.76		
o, p'-DDE	0.87		
Endrin	0.91		
B-endosulfan	0.92		
o, p'-DDT	0.95		
Carbofenotión	1.00		
p, p'-DDT	1.02		
cis-permetrina	1.29		
Fenvalerato	1.47 a 1.49		
Deltametrina	1.54		

*Para una mejor comprensión de su solicitud adjunte bibliografía u otros documentos que sustenten sus comentarios.