

## VALIDACIÓN DE UN MÉTODO ANALÍTICO PARA LA DETERMINACIÓN DE FENTION EN LECHE BOVINA

### VALIDATION OF ANALYTICAL METHOD FOR THE ASSAY OF FENTION IN BOVINE MILK

Nicolás Ramírez-Vásquez<sup>1,3</sup>, María E. Betancur<sup>1,4</sup>, Jhon D. Ruiz<sup>1,5</sup>, Carlos López<sup>1,6</sup>,  
Luis F. Restrepo<sup>2,7</sup>, Mauren Zapata<sup>1,8</sup>

#### Resumen

Se realizó la validación de un método para la extracción y cuantificación del organofosforado fention en leche bovina. La medición se hizo por cromatografía de gases con detector de nitrógeno y fósforo (NPD). Con respecto a la validación del método se puede decir lo siguiente: el método analítico presentó selectividad para el organofosforado fenitrotion utilizado como estándar interno y para el analito de interés, fention. En lo concerniente a la precisión se observó que el coeficiente de variación en los resultados procedentes de tres inyecciones de los estándares de concentraciones de 0,025, 0,0625, 0,125, 0,1875, y 0,25 ppm fue menor del 5%. Los porcentajes de recuperación estuvieron entre el 92,8 y el 116% con un coeficiente de variación que fluctuó entre el 1,28 y el 6,62%. El límite de cuantificación fue de 0,025 ppm de fention. Con respecto a la linealidad del método el análisis de regresión lineal para la relación entre el cociente área fention/área fenitrotion (variable dependiente) y el cociente concentración de fention/concentración de fenitrotion (variable independiente) arrojó un coeficiente de correlación de 0,9996% y un R<sup>2</sup> de 99,92. El método analítico validado, es una técnica confiable para la determinación del fention en leche bovina y puede ser de gran aporte en el establecimiento de controles técnicos para la detección de residuos de organofosforados en leche para la industria láctea nacional.

*Palabras clave:* bovinos, calidad de leche, cromatografía de gas, residuos, organofosforados.

#### Abstract

It carried out the validation of a method for the extraction and quantification of the organophosphate fenthion in bovine milk. The measurement was done by gas chromatography with Nitrogen and Phosphorus (NPD) detector. The analytical method was selective for the organophosphate fenitrothion used as an internal standard and for the analyte of interest fenthion. Regarding the precision of the method, the coefficient of variation for the results of three injections of standards to the following concentrations 0.025, 0.0625, 0.125, 0.1875, and 0.25 ppm was less than 5%. Percentages of recuperation were between 92.8 and 116% with coefficient of variation between 1.28 and 6.62%. The limit of quantification was 0.025 ppm of fenthion. Concerning the linearity of the method the coefficient of correlation for the ratio area of fenthion/area of fenitrothion (dependent variable) and the ratio concentration of fenthion/concentration of fenitrothion (independent variable) gave a correlation coefficient of 0.9996% and R<sup>2</sup> of 99.92. This study showed that the analyzed method is an accurate technique for the determination of fenthion in bovine milk.

*Key words:* bovine, gas chromatography, milk, organophosphates, residues.

## INTRODUCCIÓN

La leche es uno de los productos de origen animal más importantes para el consumo humano. La

demanda actual por un producto de alta calidad, exige que su producción se haga procurando obtener una composición adecuada a las exigencias de los consumidores. Lo anterior significa sacar al

Recibido: enero de 2006; aceptado: diciembre de 2006.

<sup>1</sup> Grupo interdisciplinario en Análisis de Residuos (GIAR). Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Antioquia. A. A.1226. Medellín (Antioquia), Colombia.

<sup>2</sup> Facultad de Ciencias Agrarias. Universidad de Antioquia. A. A.1226. Medellín (Antioquia), Colombia.

Correos electrónicos: <sup>3</sup> <nr Ramirez@epm.net.co>, <sup>4</sup> <mariaelena.ba@gmail.com>, <sup>5</sup> <didierruiz@agronica.udea.edu.co>, <sup>6</sup> <carlopez@matematicas.udea.edu.co>, <sup>7</sup> <lusitano@agronica.udea.edu.co>, <sup>8</sup> <mzapata@matematicas.udea.edu.co>.

mercado leche con una buena composición de nutrientes, libre de bacterias, residuos de antibióticos y de otros contaminantes como los pesticidas.

La producción de leche en Colombia, según Fedegan (1999-2000), ha venido presentando desde inicios de la década del 90, una dinámica de crecimiento acelerado, es así como alcanzó en el 2000 los 5.486 millones de litros y el consumo de leche fluida los 130 kg/habitante y según la FAO, en el año 2004 la producción de leche entera en Colombia fue de 6.700.000 toneladas métricas, (FAO, 2005).

Pero si bien la producción de leche va en aumento y la suscripción del acuerdo de competitividad de la cadena láctea pretende integrar todos los eslabones de la cadena productiva y establecer reglas claras en varios aspectos entre ellos precios y calidad, el incremento en la producción trae consigo riesgos inmediatos, como la salida al mercado de leche que no cumple con los estándares establecidos.

Como parte del aseguramiento de la calidad de la leche, las empresas pasteurizadoras deben establecer programas bien estructurados de detección y control de los residuos de antibióticos y pesticidas usados comúnmente por los productores para el control de las diferentes enfermedades infecciosas y parasitarias (parásitos internos y externos). Tales controles se deben establecer desde los camiones recolectores, para así poder hacer detección oportuna de la leche contaminada, establecer responsabilidades y tomar las medidas pertinentes de acuerdo a la gravedad del problema.

En el momento actual y debido a que no existen programas de detección y control no se conoce la presencia de residuos de estos compuestos en la leche producida en el país. Uno de los principales problemas de salud que tiene el ganado productor de leche en Colombia es la presencia de ectoparásitos, entre ellos las moscas de los géneros

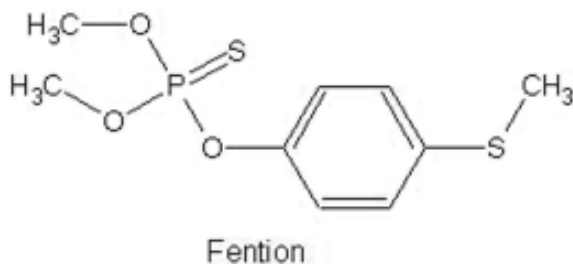
*Haematobia* y *Stomoxys*, las cuales se están controlando con varios grupos de pesticidas. El término pesticidas incluye algunos compuestos como los herbicidas, fungicidas e insecticidas que son sustancias químicas utilizadas en el control de poblaciones de determinadas especies nocivas. Los pesticidas son ampliamente usados en todo el mundo, y cada año se emplean millones de toneladas en la agricultura, la medicina y la industria (Wilkins et al., 2000). El valor del mercado global para los pesticidas se estimó, en el año 2000, en 32 billones de dólares y en los países en vías de desarrollo se consumieron 3 billones de dólares en ese año (FAO, 2001). Por otro lado, muchos de los pesticidas son altamente tóxicos, y su acumulación en el organismo puede causar enfermedades serias (Wilkins et al., 2000).

De acuerdo a Landy et al. (1999), en los Estados Unidos las plagas en los animales de consumo son un serio problema económico y de salud pública que afecta la producción de carne, huevos y leche, por lo cual es necesario el uso de pesticidas para asegurar la calidad, salubridad y rentabilidad de estos alimentos. Algunos estudios realizados en Colombia han tratado de establecer la gravedad del problema de ectoparásitos en el ganado. Según Cassalet (1996), la infestación por moscas hallada en un estudio de 27 meses realizado en el municipio de Palmira (Valle del Cauca) a una altura de 1.000 m ascendió a 27.763 moscas por animal y a una altura de 1.400-1.600 m fue de 2.731 por animal. Para controlar estos problemas son usadas grandes cantidades de pesticidas diariamente vía tópica, parenteral, y oral a través del agua o del alimento.

Es aceptado que el uso de pesticidas es conveniente para mantener un adecuado nivel de producción de alimentos de origen animal. Sin embargo, deben utilizarse siguiendo estrictamente las indicaciones del fabricante para así evitar o disminuir a niveles permitidos, los residuos tóxicos de dichos productos en los alimentos para el consumo humano. Un ejemplo de este manejo en el uso de pesticidas se

encuentra en los países europeos en los cuales los organofosforados, carbamatos y piretroides están ausentes normalmente en leche (Heeschen y Harding, 1995).

Uno de los principales grupos de pesticidas usados en el medio para el control de las moscas es el de los organofosforados, que actúan inhibiendo la acetilcolinesterasa e interfieren con la transmisión neuromuscular de los parásitos susceptibles (Muñoz, 2002). Un producto organofosforado usado en el ganado para el control de ectoparásitos es el fention (Plumb, 1999) (figura 1), el cual es un producto de color amarillo café, aceitoso, de uso tópico en el ganado. El fention se encuentra en el mercado en concentración del 20% y se recomienda para el control de moscas y piojos en bovinos, pero solo en aquellos destinados a la producción de carne o en ganado lechero, pero antes del primer parto. Una práctica común en las ganaderías de leche es el uso del fention para el control de la mosca en todos los períodos productivos del bovino, incluyendo la lactancia, con los consecuentes riesgos de salud pública que esto conlleva, debido a la presencia de residuos en concentraciones tóxicas en la leche para el consumo humano.



**Figura 1.** Fórmula estructural del fention según Plumb (1999)

El fention es termoestable por debajo de 210 °C, tiene una presión de vapor a 20 °C de 0,00003 mm de Hg, el punto de ebullición es 105 °C, si la presión es de 0,01 mm Hg y es resistente a los álcalis hasta un pH de 9, además es soluble en metanol, etanol, éter, acetona y muchos otros solventes orgánicos; prácticamente insoluble en agua Budavari et al. (1996).

De acuerdo con el Instituto Colombiano Agropecuario (ICA) (ICA, 2001), en 1999 se vendieron en Colombia 12.150 l de fention, y en los años 2000 y 2001 se comercializaron 13.187 y 13.396 l, respectivamente (ICA, 2003). Si bien los anteriores no son los datos más recientes, ellos denotan una tendencia de aumento en las ventas del mencionado compuesto en Colombia. Por otro lado, en un estudio realizado en Antioquia por Loaiza et al. (2000), en dos de las zonas de producción de leche más importantes como son el Norte y el Oriente antioqueños, uno de los productos veterinarios más utilizados para el control de la mosca es a base fention.

El uso del fention, para el control de la mosca en el período en producción de leche, conlleva riesgos de salud para el ser humano, debido a la posibilidad de presentar residuos de este compuesto en concentraciones tóxicas en la leche, por su alta liposolubilidad lo que le permite ser excretada con la grasa de ésta.

Con este trabajo se validó el método analítico para la determinación de organofosforados en leche propuesto por Dimuccio et al. (1996), el cual fue utilizado por otros investigadores en el medio (Hincapié, 1998). Dicha técnica se usó en el presente estudio para determinar los niveles de fention, molécula patrón, en la leche bovina, con el fin de proveer un método que sirva tanto en programas de detección y control de estos pesticidas en la leche comercial, como en proyectos de investigación que tengan como finalidad la comprensión de la cinética de eliminación de un producto de uso regular por los productores de leche en Colombia.

## MATERIALES Y MÉTODOS

Para la cuantificación del fention se siguió la metodología analítica propuesta por Dimuccio et al. (1996), a la cual fue necesario realizarle algunos ajustes y modificaciones. El analito, sustancia a cuantificar, es el fention (Chem Service®); el

fenitroton (Chem Service<sup>®</sup>) se utilizó como estándar interno, dada su similitud en relación con las características químicas del fention. Se prepararon estándares de concentraciones altas con el propósito de identificar, sin errores, los tiempos de retención de cada una de las sustancias a analizar. Los estándares de fention y fenitroton se analizaron en el cromatógrafo de gases Hewlett Packard, 5890 plus<sup>®</sup> Series II, con controlador electrónico de presión (EPC) y detector de Nitrógeno Fósforo (NPD), acoplado aun computador con el *software* ChemStation<sup>®</sup> de Agilent Technologies. El análisis estadístico de los datos se efectuó con el programa estadístico SAS versión 8.2<sup>®</sup>.

**Reactivos.** Las soluciones patrón se prepararon en acetona grado analítico, Mallinckrodt<sup>®</sup>, para las eluciones se utilizaron Etanol absoluto, Carlo Erba<sup>®</sup>, acetonitrilo, Em Science<sup>®</sup> y éter de petróleo grado analítico Mallinckrodt<sup>®</sup>.

**Método cromatográfico.** Se utilizó una columna con las siguientes características: Rtx-1<sup>®</sup> (Crossbond<sup>®</sup> 100% dimetil polisiloxano), 30 m de longitud por 0,25 mm de diámetro interno, por 1,0 micras de espesor de película. Las condiciones cromatográficas y la programación de temperaturas del horno son presentadas en la tabla 1, y el tiempo de análisis fue de 11,6 min.

**Tabla 1.** Condiciones cromatográficas y programación de temperaturas del horno de esta investigación

<b>Condiciones cromatográficas</b>	
Gas portador	Helio, V = 40 cm/s
Gas auxiliar	Helio
Flujo total a la salida del detector	125 ml/min
Flujo por columna	1 ml/min
Temperatura del detector	250 °C
Temperatura del inyector	250 °C
<b>Programación de temperaturas del horno</b>	
Temperatura inicial	150 °C cero (0) min
Temperatura final	250 °C
Incremento de la temperatura	15 °C/min
Modo de inyección de la muestra	Splitless
Volumen de inyección	2 $\mu$ l

**Procedimiento para el análisis de muestras de leche. Fortificación y extracción.** Para la preparación de la muestra de leche fortificada se colocaron en un balón 10 ml de leche con fention a las siguientes concentraciones: 0,01, 0,025, 0,05, 0,075 y 0,1 ppm; a cada una de las muestras de leche fortificada se le agregó 5 ml de acetonitrilo y 1 ml de etanol, luego de lo cual se homogenizaron en un equipo Polytron<sup>®</sup> a 7.000 rpm por 3 min. Un

volumen de 4 ml de ésta mezcla se depositó en un cartucho Chem Elut 1005<sup>®</sup> Varian (catálogo 1219-8006) de matriz sólida, se dejó drenar por 10 min permitiendo obtener una distribución homogénea, para lo cual se utilizó un equipo de procesamiento SPE para 12 Cartuchos, Supelco<sup>®</sup>. Un volumen de 5 ml de la fase superior de la mezcla de elución la cual se preparó mezclando éter de petróleo, acetonitrilo y etanol, en una relación de 20:5:1,

respectivamente; se adicionó a la columna, luego de 10 min la columna se eluyó 4 veces más con 5 ml de la fase superior antes mencionada. Los eluidos recuperados desde la primera adición del solvente se concentraron a un pequeño volumen por rotoevaporación en un equipo Heidolph WB 2000® a 40 °C y presión reducida hecha con un Bomba de vacío Gast® IDEX Corporation, luego se dejó secar a temperatura ambiente. El residuo se disolvió en 1 ml una solución de de fenitroion que se utilizó como estándar interno a una concentración de 0,1877 ppm y se analizó inyectando 2 µl al cromatógrafo GC-NPD a las condiciones cromatográficas descritas anteriormente.

**Preparación de la curva estándar.** Para realizar el proceso de cuantificación se prepararon

estándares de fention y un blanco de reactivos en una matriz similar a las muestras objeto de estudio (leche). Se midieron 10 ml de leche y se le adicionaron 5 ml de acetonitrilo y 1 ml de etanol se homogeniza por 3 min en un equipo Polytron® a 7.000 rpm, se sometió a rotoevaporación (40 °C, presión reducida), hasta concentración. El extracto obtenido se dividió en 6 alícuotas del mismo volumen, se empacaron en viales de vidrio de 2 ml, y se sometieron a secado al aire, se reconstituyó cada vial con 1 ml de estándar interno de fenitroion a una concentración de 0,1877 ppm y a seis niveles de concentración de fention (tabla 2), además del blanco de reactivos. Luego las diferentes concentraciones se analizaron por GC a las condiciones descritas en el método cromatográfico.

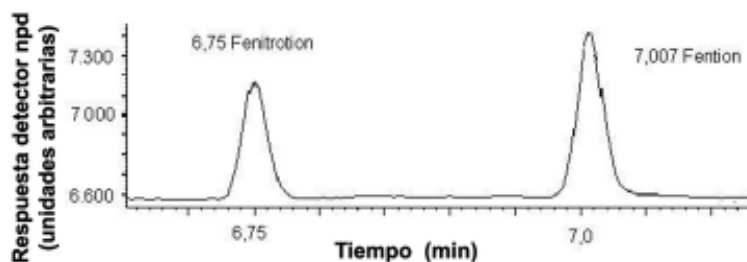
**Tabla 2.** Precisión del método cromatográfico. Promedio del cociente del área del fention sobre el área del fenitroion (**AFT/AFTT**), desviaciones estándar (**DS**) y coeficientes de variación (**CV**) a diferentes concentraciones del fention. Fenitroion a una concentración de 0,1877 ppm ( $X$  = Promedio)

<b>Fention ppm</b>	<b>0,025</b>	<b>0,0625</b>	<b>0,125</b>	<b>0,1875</b>	<b>0,25</b>	<b>0,312</b>
<b>XAFT/AFTT</b>	0,0997	0,2610	0,5340	0,8317	1,0943	1,3733
<b>DS</b>	0,0021	0,0098	0,0036	0,0101	0,0206	0,0202
<b>CV</b>	0,0209	0,0377	0,0068	0,0121	0,0188	0,0147
<b>CV (%)</b>	2,0886	3,7735	0,6752	1,2104	1,8779	1,4714

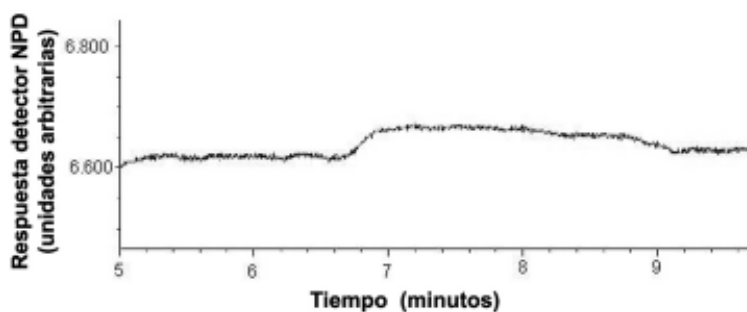
## RESULTADOS

La separación cromatográfica del analito de interés (fention) y el estándar interno (fenitroion), se logra con las condiciones cromatográficas descritas. En la figura 2, se muestra el cromatograma de fenitroion

y fention en acetona, los tiempos de retención obtenidos fueron 6,750 y 7,007 min, respectivamente. Luego, se realizó una inyección de acetona, con el fin de verificar que en ese tiempo no coeluyera ningún otro compuesto con los analitos de interés (figura 3).



**Figura 2.** Tiempos de retención de fenitrothion (estándar interno) 6,750 y fention 7,007 minutos en acetona

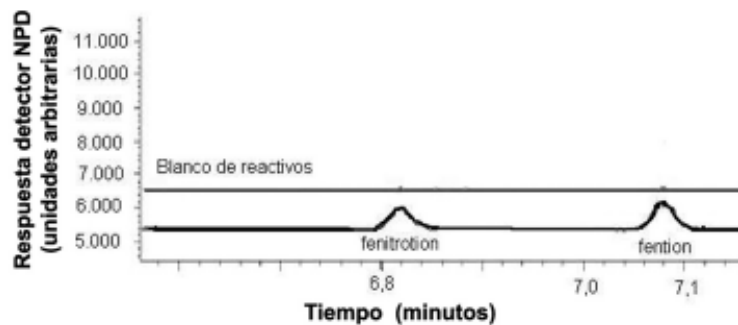


**Figura 3.** Cromatograma del Blanco de solvente (acetona)

No se observan en el cromatograma picos evidentes en los tiempos de retención del fention y del fenitrothion, solo se observa el nivel de ruido normal de la línea base.

En la figura 4, se superponen los cromatogramas de fention, fenitrothion y de blanco de reactivos, preparados en extracto de leche. Se observan en

los cromatogramas que los tiempos de retención permanecen constantes y que en el blanco de reactivos (acetona, acetonitrilo, etanol, éter de petróleo), y en la matriz (leche), no aparecen sustancias que coeluyan e interfieran con la cuantificación de las sustancias de interés, fention y fenitrothion, lo que permite concluir que la técnica cromatográfica es selectiva y específica.



**Figura 4.** Superposición de dos cromatogramas de fention, 0,25 ppm y fenitrothion, 0,1877 ppm preparados en extracto de leche, y blanco de leche y reactivos (acetona, acetonitrilo, etanol, éter de petróleo)

La evaluación de la precisión del método cromatográfico se realizó a las condiciones cromatográficas anteriormente descritas, utilizando los niveles de fention 0,025, 0,0625, 0,125, 0,1875, 0,25 y 0,312 ppm y el estándar interno fenitrotion a una concentración de 0,1877 ppm. Cada nivel se inyectó tres veces en el cromatógrafo de gases. La respuesta se midió como el promedio del cociente del área del fention sobre el área del fenitrotion, desviaciones estándar y coeficientes de variación (tabla 2).

El porcentaje del coeficiente de variación para las concentraciones de fention de 0,025, 0,0625, 0,125, 0,1875, 0,25, 0,312 ppm fueron de 2,0886, 3,7735, 0,6752, 1,2104, 1,8779 y 1,4714, respectivamente. De los datos se observa que el coeficiente de variación en los resultados procedentes de las tres inyecciones de los estándares de las concentraciones descritas es menor del 5% lo cual es lo aceptado en este tipo de trabajos.

La exactitud en el proceso de extracción, concentración y análisis cromatográfico de las muestras de leche fortificadas se realizó a diferentes concentraciones y se midió como el porcentaje de recuperación con su respectiva desviación estándar y coeficiente de variación (tabla 3). Los porcentajes de recuperación estuvieron entre el 92,8 y el 116% y los porcentajes de los coeficientes de variación entre el 1,28 y el 6,62%. Estos resultados permiten considerar que la exactitud del proceso de extracción, concentración y análisis cromatográfico es buena.

**Tabla 3.** Porcentajes de recuperación, desviación estándar (DS) y coeficientes de variación (CV) en leche bovina fortificada con fention a diferentes niveles de concentración

ppm	0,01	0,025	0,05	0,075	0,1
<b>Recuperación (%)</b>	116,0	105,6	92,8	101,8	102,8
<b>DS</b>	0,0050	0,0280	0,0240	0,0160	0,0330
<b>CV</b>	0,0253	0,0662	0,0327	0,0128	0,0200
<b>CV (%)</b>	2,53	6,62	3,27	1,28	2,00

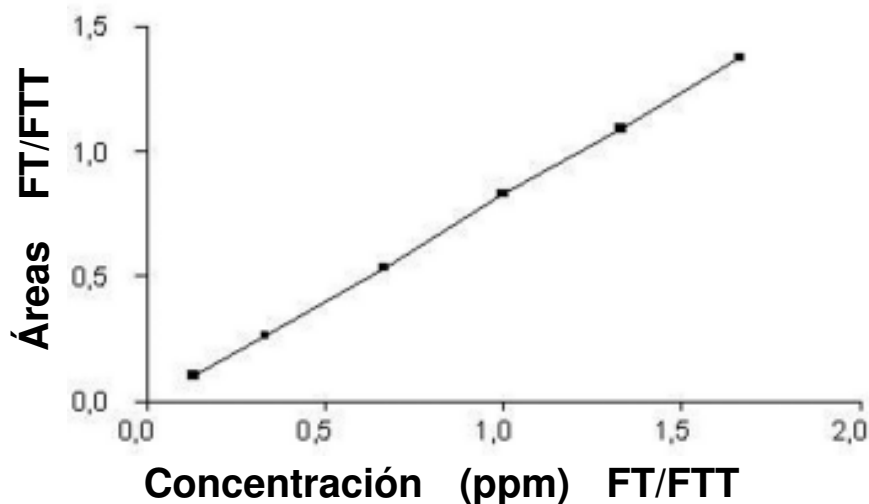
La linealidad se realiza mediante la inyección de muestras preparadas a partir de soluciones patrón de fention a las concentraciones de 0,025, 0,0625, 0,125, 0,1875, 0,25 y 0,312 ppm. Se efectúa un análisis de regresión lineal empleando el programa estadístico SAS versión 8.2; se determina la correlación entre el cociente de la concentración del fention y la del estándar interno (fenitrotion), el cual se encuentra a una concentración de 0,1877 ppm vs el cociente del área de fention y fenitrotion. Como se ilustra a continuación: Área de fention/Área de fenitrotion vs Concentración de fention/Concentración de fenitrotion (**AFT/AFTT** vs **CFT/CFTT** (**FT** = Fention, **FTT** = Fenitrotion)).

Análisis de regresión: Modelo lineal,  $y = a + bx$

Variable dependiente: Área FT/Área FTT

Variable independiente: Concentración FT/Concentración FTT

El análisis de regresión lineal para la relación entre el cociente área fention/área fenitrotion variable dependiente y el cociente concentración fention/concentración fenitrotion variable independiente arroja un coeficiente de correlación de 0,9996 y R-Squared de 99,92; lo que indica que el 99,92% de las variaciones en el cociente área del fention/área del fenitrotion medidas por el detector de nitrógeno-fósforo, se deben a cambios en el cociente concentración fention/concentración fenitrotion, dados por los cambios en la concentración del fention en la muestra. La ecuación que describe la relación planteada es lineal y se expresa como  $y = 0,8354 x - 0,0144$ ; donde “y” es el cociente del área de fention sobre el área del fenitrotion y “x” es el cociente de la concentración del fention sobre la concentración del fenitrotion (figura 5).



**Figura 5.** Análisis de regresión lineal AFT/AFTT vs CFT/CFTT (FT = Fention, FTT = Fenitrotion)

Con respecto al límite de detección, éste se halló calculando tres veces la relación señal a ruido, S/N, a partir del valor del nivel de ruido de la línea base del blanco de leche, en el tiempo de retención del fention, se determinó que el límite de detección fue de 0,0075 ppm. El límite de cuantificación se estableció teniendo en cuenta el Límite Máximo de Residuos (LMR), de fention en leche, establecido por la OMS-FAO, el cual es de 0,05 ppm; por este motivo, se definió como el límite de cuantificación 0,025 ppm, que corresponde al 50% del LMR en leche.

La estabilidad de los estándares de fention a una concentración de 0,025, 0,0625, 0,125, 0,1875 y 0,25 ppm y el fenitrotion una concentración de 0,1877 ppm en extracto de leche en almacenamiento a 0 °C, se evaluó en corridos seriados en el cromatógrafo a las condiciones cromatográficas descritas. Los estándares presentaron un máximo de almacenamiento de 101 días (véase, tabla 4).

**Tabla 4.** Coeficientes de correlación de los análisis cromatográficos de los estándares de fention y fenitrotion en extracto de leche.

Día	Coefficiente de correlación
1	0,999
2	0,997
3	0,996
5	0,995
10	0,996
16	0,995
30	0,994
36	0,998
43	0,999
60	0,998
72	0,996
80	0,994
93	0,996
101	0,994



## DISCUSIÓN

Los autores, hallaron pocos reportes en los cuales se describía la validación de métodos analíticos para la determinación de fention en leche bovina. Un trabajo que sirvió de guía al presente, fue el de Di Muccio et al. (1996), quien validó una técnica analítica para varios OP, diferentes al fention como el diazinon, dimetoato, metil clorpirifos, metil paration, malation, fenitrotion, paration, etion, entre otros. En él, se obtuvo un porcentaje de recuperación que osciló entre el 72 y el 109% con una desviación estándar relativa que varió entre el 1 y el 19% resultado de promediar cuatro replicas obtenidas para todas las concentraciones analizadas; ese resultado, no fue muy diferente al obtenido en el presente trabajo en el cual el porcentaje de recuperación osciló entre el 92,8 y el 116% con un coeficiente de variación que fluctuó entre el 1,28 y el 6,62%, también promedio de cuatro replicas para todas las concentraciones analizadas. Por otro lado, O'Keefe et al. (1983) reportaron un porcentaje de recuperación de fention entre el 85-94% el cual fue adicionado a leche entera en concentraciones que fluctuaron entre 0,01 a 0,1 mg kg<sup>-1</sup>.

El límite de detección para el fention en leche hallado en este estudio fue de 0,0075 ppm, que fue mayor al encontrado por O'Keefe et al. (1983), el cual fue de 0,002 ppm en leche entera y estuvo en el rango encontrado por Di Muccio et al. (1996), para varios OP diferentes al fention el cual fluctuó entre 0,003 y 0,066 ppm.

## REFERENCIAS

- Budavari S, O'Neil M, Smith A, Heckelman P, Kinneary J.** 1996. *The Merck Index*. 20<sup>th</sup> Ed. Merck Research Laboratories. U. S. A.
- Cassalet E.** 1996. Reconocimiento, dinámica y control de dípteros de importancia veterinaria. Pp. 63-77. En: Corpoica. *Epidemiología, diagnóstico y control de enfermedades*

De acuerdo a lo encontrado en este trabajo, se puede decir que el procedimiento analítico empleado para la determinación de fention en leche entera, puede ser considerado selectivo para el analito fention, ya que fue recuperado satisfactoriamente con un mínimo de coelución de sustancias grasas.

En conclusión, con el presente trabajo se logró optimizar un método de análisis por cromatografía gaseosa con detector NPD, para la determinación de fention en leche bovina, demostrándose que fue sensible y selectivo para el fention y el estándar interno utilizado y presentó porcentajes de recuperación y coeficientes de variación aceptables para las concentraciones estudiadas o evaluadas. Por lo anterior, el método analítico descrito en este trabajo es recomendado para la determinación de las concentraciones de fention en leche bovina en el rango evaluado y se constituye como una herramienta valiosa para la detección y el control del riesgo químico representado por la contaminación del fention en leche procedente del bovino. El procedimiento validado podría servir también de modelo para el análisis de otros OP diferentes al fention.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Comité para el Desarrollo de la Investigación (CODI) de la Vicerrectoría de Investigación de la Universidad de Antioquia (Medellín, Colombia), por la financiación de este proyecto.

*parasitarias en bovinos*. Editorial Corpoica. Medellín (Antioquia), Colombia.

- Di Muccio A, Pelosi P, Camoni I, Attard Barbini D, Dommarco R, Generali T, Ausili A.** 1996. Selective, solid-matrix dispersion extraction of organophosphate pesticide residues from milk. *Journal of Chromatography*, 754: 497-506.

- FAO.** 2001. *FAO/WHO: amount of poor-quality pesticides sold in developing countries alarmingly high*. Food and Agricultural Organization. Homepage. <[http://www.fao.org/WAICENT/OIS/PRESS\\_NE/PRESSENG/2001/pren0105.html](http://www.fao.org/WAICENT/OIS/PRESS_NE/PRESSENG/2001/pren0105.html)>. Fecha de consulta: 2 de enero de 2006.
- FAO.** 2005. *Colombia. Cow Milk, Whole, Fresh Production (Mt)*. Food and Agricultural Organization. Homepage. <<http://faostat.fao.org/faostat/servlet/XteServlet3?Areas=44&Items=882&Elements=51&Years=2004&Format=Table&Xaxis=Elements&Yaxis=Years&Aggregate=&Calculate=&Domain=SUA&ItemTypes=Production.Livestock.Primary&language=EN>>. Fecha de consulta: 29 de diciembre de 2005.
- Fedegan.** 1999-2000. *La ganadería bovina en Colombia. 1999-2000*. Sanmartín Obregón & Cia. LTDA. Bogotá, Colombia.
- Heeschen W, Harding F.** 1995. Contaminants. Pp. 133-150. *En: Harding F (ed.). Milk quality*. Blackie Academic & Profesional. Glasgow, United Kingdom.
- Hincapié M.** 1998. Análisis en leche de los niveles residuales de algunos pesticidas utilizados en hatos lecheros en el norte del departamento de Antioquia. Trabajo de investigación maestría. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad de Antioquia. Medellín (Antioquia), Colombia.
- ICA (Instituto Colombiano Agropecuario).** 2001. *Comercialización de plaguicidas en 1999*. ICA. Bogotá, Colombia.
- ICA (Instituto Colombiano Agropecuario).** 2003. *Comercialización de plaguicidas en 2000-2001*. ICA. Bogotá, Colombia.
- Landy R, Kim I, Lee Y, Hoffman M.** 1999. Regulatory approaches for controlling pesticide residues in food animals. *The Veterinary Clinics of North America. Food Animal Practice*, 15(1):89-107.
- Loaiza A, Jaramillo J, Tamayo F.** 2000. *Incidencia de factores sociales, económicos, culturales y técnicos en el uso de agroquímicos por pequeños productores del Departamento de Antioquia*. ICA-PRONATTA. Medellín (Antioquia), Colombia.
- Muñoz M.** 2002. Antiparasitarios externos. Pp. 505-516. *En: Botana L, Landoni F, Martín-Jiménez T (eds.). Farmacología y terapéutica veterinaria*. McGraw-Hill. Interamericana. Madrid, España.
- O'Keefe M, Eades J, Strickland K.** 1983. Fenthion residues in milk and milk products following treatment of dairy cows for warble-fly. *Journal Science of Food Agriculture*, 34:192-197.
- Plumb D.** 1999. *Veterinary Drug Handbook*. Third edition. Iowa, U. S. A.
- Wilkins E, Carter M, Voss J, Ivnitiski D.** A quantitative determination of organophosphate pesticides in organic solvents. *Electrochemistry Communications* 2000, 2:786-790.