

Comparación del desempeño de tres detectores ampliamente utilizados en el análisis multi-residuos de plaguicidas en cereales.

Puentes, Roberto¹; Alcarraz, Lucía¹; Torres, Marina¹; Torre, Alejandra¹

¹ Technological Laboratory of Uruguay (LATU) – Analytical Methods Development Department

rpuentes@latu.org.uy

RESUMEN

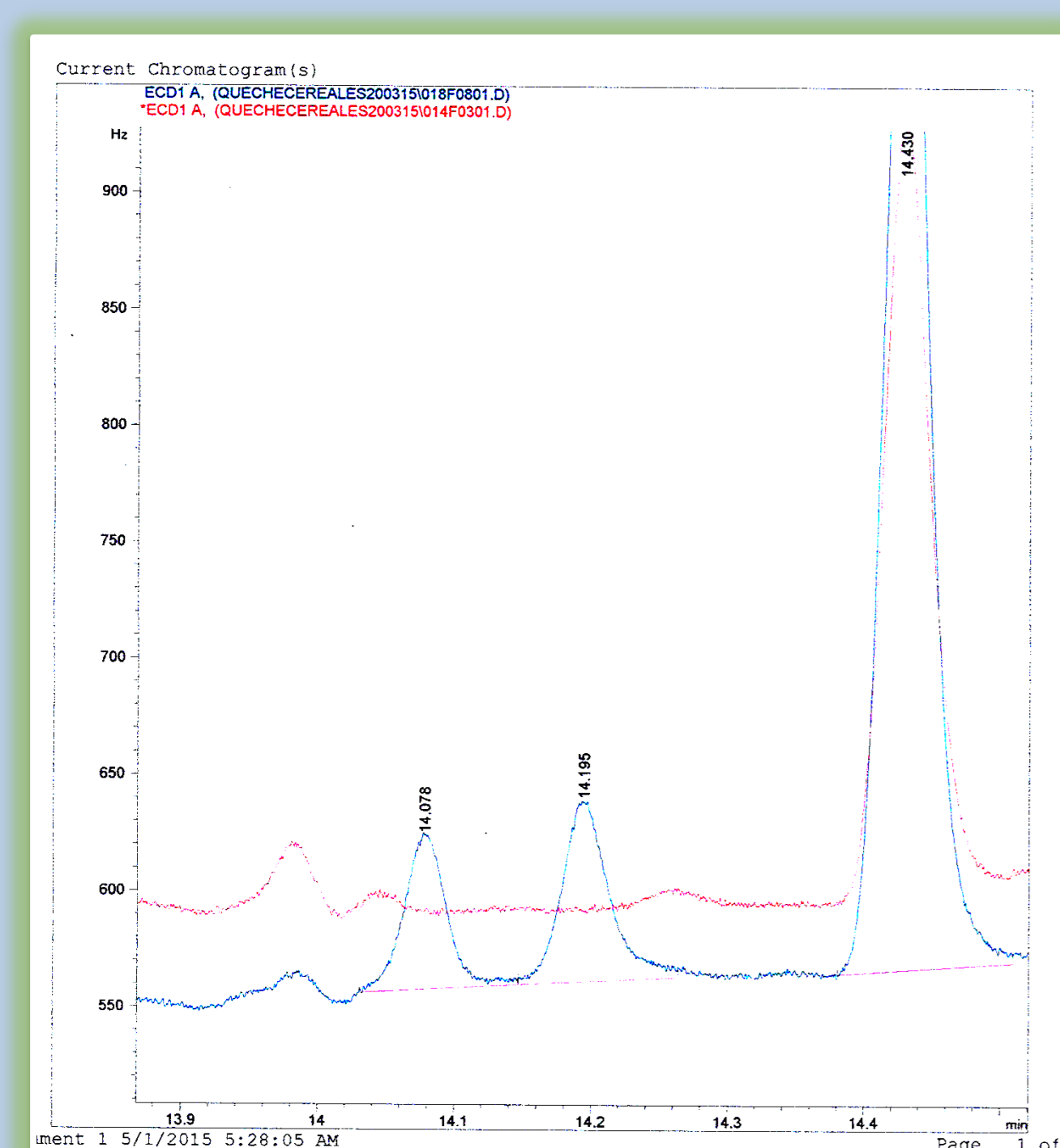
En los últimos tiempos, la legislación para residuos de plaguicidas se ha vuelto cada vez más exigente, lo que ha llevado a la necesidad de llegar a límites máximos de residuos menores (MRLs). Los cereales son un alimento que se encuentra en la base de la pirámide nutricional, constituyendo más del 60% de la producción agrícola del mundo. Debido a esto es de gran importancia el monitoreo de residuos de plaguicidas en este tipo de alimentos. Para alcanzar los requerimientos actuales es necesario contar con técnicas analíticas y equipamiento con el mejor desempeño posible.

En este trabajo hemos evaluado el desempeño de tres detectores diferentes utilizados en análisis multi-residuos de plaguicidas en cereales por cromatografía gaseosa. A modo representativo fueron analizadas tres familias de plaguicidas de gran relevancia, organoclorados, organofosforados y piretroides. Para ello fue utilizada como técnica de extracción QuEChERS modificado y los detectores comparados fueron: micro-captura de electrones (μ ECD), espectrómetro de masas-simple cuadrupolo (Q-MSD) y espectrómetro de masas-triple cuadrupolo (QqQ-MSD). Con este propósito, fueron evaluados diferentes parámetros de validación. Debido a que la veracidad de los tres detectores es similar, solamente se compararon la sensibilidad y la precisión entre ellos. La sensibilidad fue evaluada como el límite de detección (LOD) y límite de cuantificación (LOQ); y la precisión como la desviación estándar relativa (%RSD).

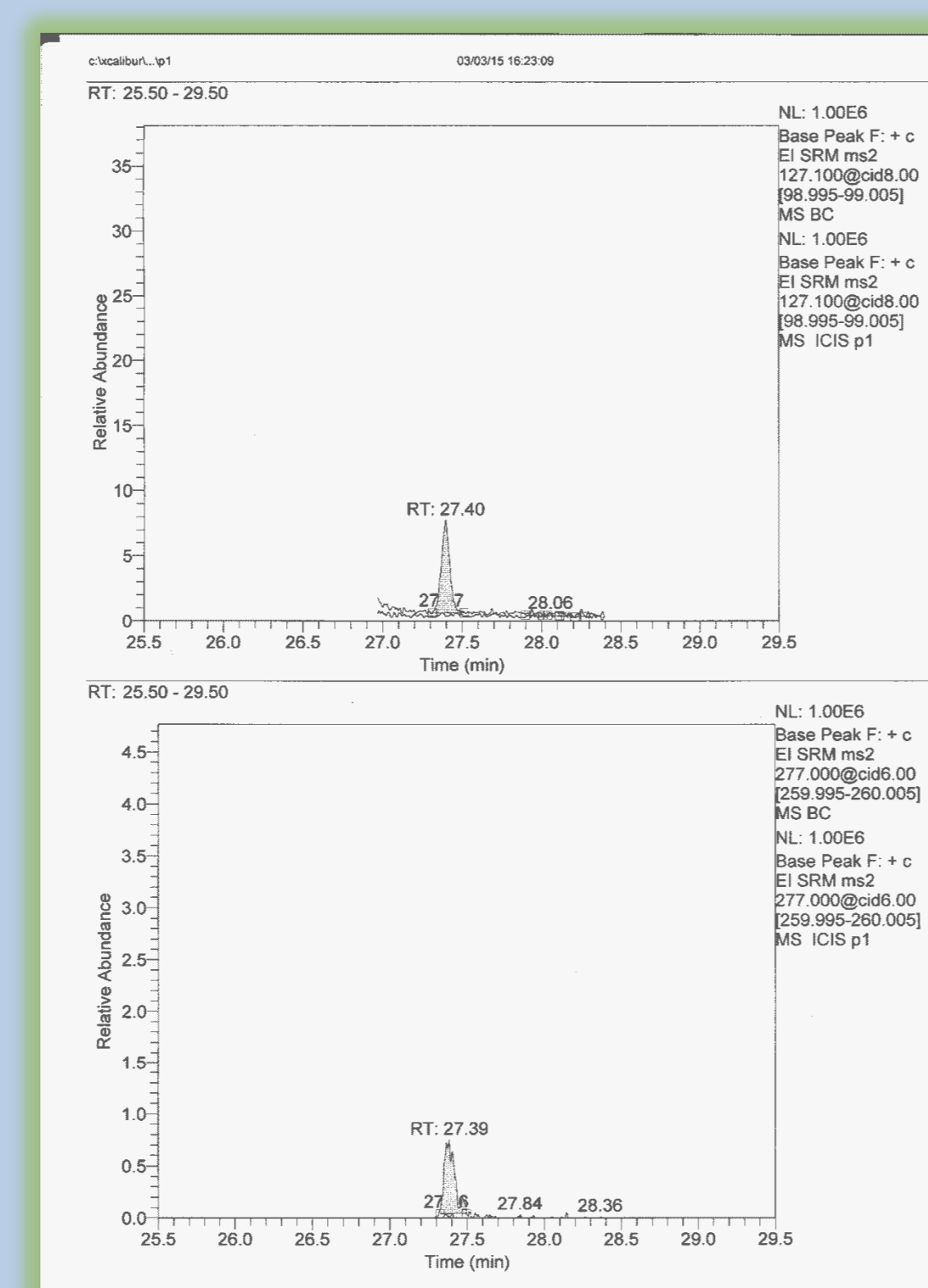
RESULTADOS

PLAGUICIDA	GC- μ ECD				GC-MS				GC-MS/MS			
	Sensibilidad		Precisión		Sensibilidad		Precisión		Sensibilidad		Precisión	
	LOD	LOQ	RSD _r	iRSD _R	LOD	LOQ	RSD _r	iRSD _R	LOD	LOQ	RSD _r	iRSD _R
Malatión	0,01	0,05	5,4	22,0	0,05	ND	4,3	ND	0,005	0,05	9,9	10,9
Clorpirifós	0,01	0,05	6,4	6,3	0,05	ND	10,8	14,8	0,01	0,05	13,2	20,1
Metil Clorpirifós	0,01	0,05	5,5	14,2	0,05	0,1	7,0	12,7	0,01	0,05	10,6	20,5
Fenitrotión	0,005	0,03	4,9	12	0,03	0,1	6,6	25,1	0,005	0,03	8,4	30,9
Fenvalerato	0,01	0,05	4,9	11,7	0,06	ND	4,4	27,2	0,01	0,05	14,4	22,1
Edifenós	0,008	0,05	1,3	26,2	ND	ND	ND	ND	0,01	0,05	19,1	13,9
Procloraz	0,01	0,05	4,0	30,3	ND	ND	ND	ND	0,05	0,05	20,9	16,4
λ -Cialotrina	0,01	0,05	7,1	9,7	ND	ND	ND	ND	0,01	0,05	9,0	15,9
Isodrin	0,02	0,04	2,3	5,4	ND	0,07	4,9	19,9	0,02	0,04	13,3	29,0

ND: no determinado



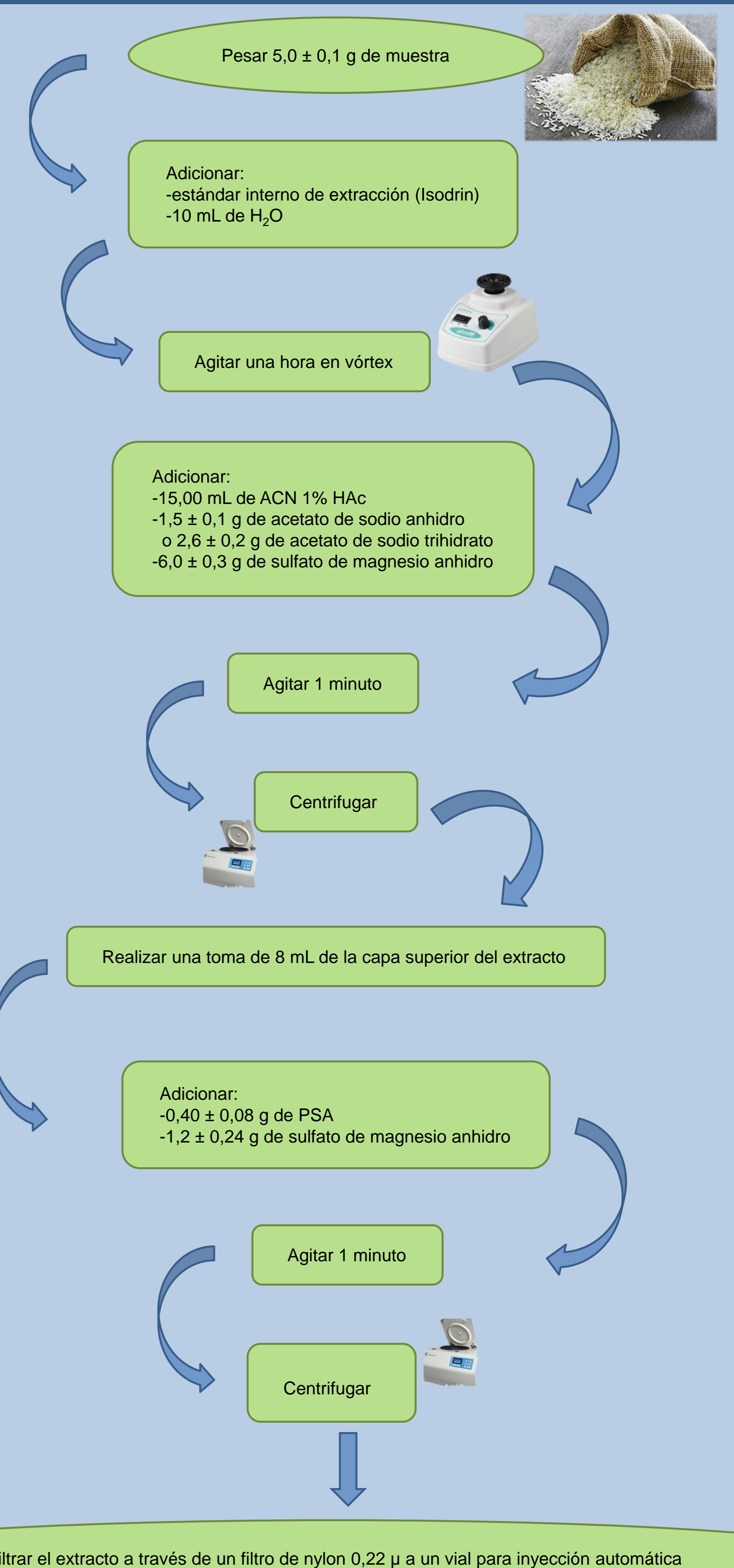
Cromatogramas de μ ECD superpuestos de muestra blanco y su fortificado de malatión (tr: 14,078) y fenitrotión (tr: 14,195), a nivel de LOD.



Cromatogramas de GC-MS/MS superpuestos de muestra blanco y su fortificado de malatión a nivel de LOD.

Cromatogramas de GC-MS/MS superpuestos de muestra blanco y su fortificado de fenitrotión a nivel de LOD.

PROCEDIMIENTO DE EXTRACCIÓN



DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

Se trabajó durante varios días analizando las muestras por duplicado, teniendo para algunos plaguicidas hasta 25 días de réplicas.

Se determinaron para cada plaguicida la repetibilidad y la reproducibilidad intermedia utilizando como referencia las fórmulas de las normas ISO 5725-2 y 5725-3. En base a los resultados presentados se puede observar a nivel general, que el detector μ ECD tiene la mejor precisión intra-día entre los detectores estudiados. En cuanto a la reproducibilidad intermedia, si bien se aprecia una tendencia similar a la repetibilidad, la diferencia entre los distintos detectores es menor. De todas maneras, se continúa trabajando para aumentar el número de datos para aquellos plaguicidas con los que se cuenta con menor cantidad de réplicas y así confirmar la tendencia aparente.

Se determinaron dos parámetros para evaluar la sensibilidad de cada detector, LOD y LOQ. En general se observa que el GC-MS es el menos sensible. En cuanto al GC- μ ECD tiene sensibilidad comparable respecto al GC-MS/MS tanto a nivel del LOD como del LOQ.

Los resultados obtenidos son los esperados debido al funcionamiento de cada detector empleado, sin embargo siempre que se cuenta con la posibilidad de trabajar con un GC-MS/MS será la opción utilizada, ya que cuenta con la posibilidad de confirmación. Sin embargo si no se cuenta con esta opción debido a su elevado costo, puede utilizarse un GC- μ ECD a modo de *screening* y un GC-MS a modo de confirmación, pudiendo alcanzar las exigencias de las normativas actuales.