

V Congreso Estudiantil de Investigación Científica y Tecnológica

Optimización del método QuEChERS AOAC 2007.01, para determinación de trazas de pesticidas en Zanahoria, *Daucus carota*

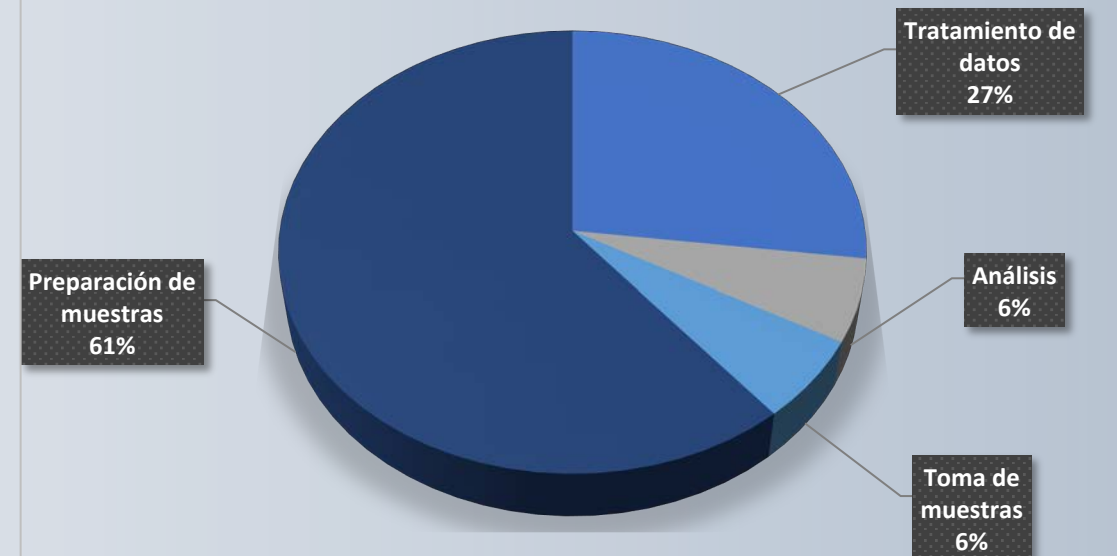
Estefania Almonte Gómez,
Universidad Nacional Pedro Henríquez Ureña (UNPHU)

Introducción

Los pesticidas son hallados en niveles traza en numerosas muestras, el procedimiento para llevar a cabo su análisis es con frecuencia muy complicado y consta de varias etapas, que por lo general la última de estas es una determinación cromatográfica, gaseosa o líquida con un detector apropiado.

La efectividad de este estudio no depende solo del instrumento cromatográfico de medición, sino que es el producto de todos los procedimientos intermedios a los que se somete la muestra.

Distribución del tiempo total de realización de un análisis



Objetivo general

Diseño y validación de un procedimiento multiresiduo para la optimización del método QuEChERS AOAC 2007.01, a fin de analizar pesticidas mediante la técnica GC-MS, en zanahorias

Objetivos específicos

- Diseñar un procedimiento multiresiduo para la optimización del método QuEChERS AOAC 2007.01 por medio de técnicas experimentales con muestras de zanahorias.
- Realizar la cuantificación y elucidación de las muestras preparadas por el procedimiento optimizado y comparar con el método sin modificar mediante la técnica GC-MS
- Evaluar los porcentajes de recuperación promedio de los pesticidas, los límites de detección, de cuantificación y el coeficiente de variación para obtener la exactitud, sensibilidad y precisión de los métodos.
- Validar el procedimiento con la técnica QuEChERS tradicional mediante la comparación de los parámetros de exactitud, sensibilidad y precisión.

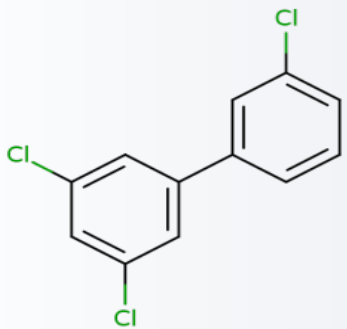
Pesticida

El término **pesticida** es un anglicismo procedente del latín, donde “Pest” se corresponde con el concepto español de plaga, que hace referencia a la aparición masiva y repentina de seres vivos de la misma especie que causan graves daños a poblaciones animales o vegetales, y “-cida”, matador o exterminador.

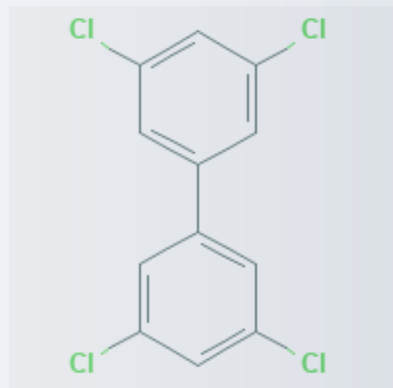


Pesticidas objeto de estudio

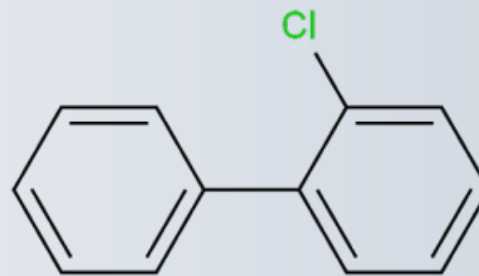
Los Bifenilos policlorados o PBC son mezclas de hidrocarburos clorados que han sido ampliamente usados desde 1930 para una gran variedad de aplicaciones industriales: pinturas, plásticos, papel de copia automática, transformadores eléctricos, intercambiadores de calor, entre otros.



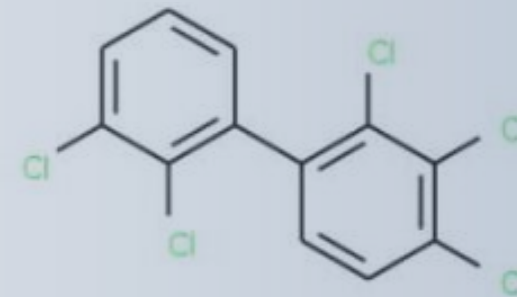
Aroclor 1016



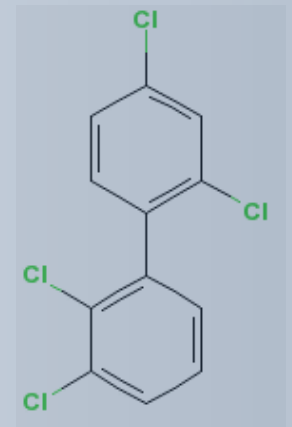
Aroclor 1248



Aroclor 1232



Aroclor 1254



Aroclor 1242

¿Qué es un QuEChERS?

QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, & Safe) es el método o el procedimiento más simple y rápido para determinar residuos de pesticidas en frutas, vegetales y otros alimentos.



¿Cómo funciona este método?



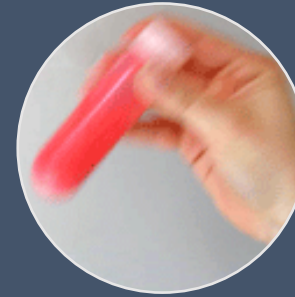
Homogeneizar el producto.
Pesar el homogeneizado (8-15g)



Agregar 15 mL de ácido acético al 1% en MeCN



Añadir + 1.5 g NaOAC + 0.4 g GCB + 6 g MgSO₄



Agitar a mano o en VORTEX durante 30-60"



Centrifugar a 3500 rpm durante 1 min para separar el material sólido.

Etapa de Extracción

¿Cómo funciona este método?



Transferir 8 mL
del
sobrenadante
a un vial



Transferir 1-8
mL a un tubo
con 150 mg
 $MgSO_4$ + 50
mg de PSA



Agitar a mano
o en VORTEX
durante 30-60"



Centrifugar a
3500 rpm
durante 1 min
para separar
el material
sólido



Transferir la
muestra a un
vial y analizar
por GC o LC

Etapa de Clean-up

Desventajas del método

Aunque esta técnica es sumamente eficiente se han detectado problemas en su uso como:

- Sensibilidad al pH
- Inestabilidad en el disolvente
- Degradación por compuestos alcalinos
- Retenciones por PSA
- Recuperación pobre de compuestos
- Pérdida potenciales de pesticidas planares

Implementación de mejora

En esta investigación se pretende realizar la optimización método QuEChERS AOAC 2007.01 por medio de la creación de un nuevo procedimiento multifactorial para la determinación de pesticidas en zanahoria. Para llevar a cabo este objetivo se utilizará el diseño experimental Taguchi con la finalidad de investigar el efecto de diferentes factores en la recuperación de plaguicidas en muestras fortificadas.

En el proceso de extracción se evalúan los efectos de: adición de carbón activado, filtración y tiempo de aplicación de ultrasonido.

Factor	Niveles
Filtración	N/A
Ultrasonido (min)	0, 5
Carbón activado (mg)	50, 100, 200, 400.

Muestras controladas

Se tomarán alícuotas de 15g de la matriz y fortificarán con los pesticidas objeto de estudio en concentración de 20ppm para evaluar la incidencia de los factores propuestos en esta investigación a partir del porcentaje de extracción. Teniendo en cuenta que las concentraciones a obtener al final del análisis deben concordar con concentraciones conocidas de la curva de calibración.

Resultados esperados

Lograr una mejora en los porcentajes de recuperación de los pesticidas planares para su posterior cuantificación.

Disminuir la presencia de coextraídos.

Reducir los costos de análisis por medio del cambio de reactivos.

Sesión de preguntas