

Determinación de pesticidas organoclorados y organofosforados en leche

Cornacchini Marina; Casá Nahuel; Raco Fernando y María Alejandra Rodríguez
INTI Lácteos - PTM (Instituto Nacional de Tecnología Industrial -
Centro de Investigaciones Tecnológicas de la Industria Láctea)
marinac@inti.gob.ar

Resumen del trabajo presentado en CYTAL 2013, llevado a cabo en Rosario (Santa Fe)
del 23 al 25 de octubre de 2013



Introducción

Los pesticidas se introdujeron en el medio ambiente con el propósito de eliminar insectos, hongos y otros organismos que disminuyen el rendimiento de la producción de alimentos. Constituyen una amplia familia de compuestos químicos que afectan indirectamente a numerosas especies a las que no van destinados, dado que actúan sobre sistemas bioquímicos y fisiológicos similares. La leche es uno de los alimentos más consumidos, siendo los niños y los lactantes los principales consumidores. Su contenido lipídico hace que sea una matriz con afinidad a los pesticidas, por tanto resulta imprescindible el control y monitoreo de dichas sustancias en este alimento. Se desarrolló y validó una metodología para la determinación de residuos de pesticidas en leche, la cual fue acreditada ante el Organismo Argentino de Acreditación (OAA). El objetivo de este trabajo fue demostrar el desempeño de la metodología para el análisis de pesticidas organoclorados y organofosforados en leche.

Material y métodos

En el presente estudio se utilizó la técnica QuEChERS, un método multiresiduo en el cual se utilizan menos solventes y materiales en comparación con la convencional Extracción por Fase Sólida (SPE). Esta técnica fue inicialmente ideada para el análisis de pesticidas en frutas, cereales y hortalizas; para utilizarla en leche se realizaron ciertas modificaciones en la metodología. El método consiste en una extracción en fase sólida, seguido de la limpieza de la muestra con PSA (amina primaria y secundaria) y $MgSO_4$. En la imagen 1 se muestra un esquema de la técnica empleada para la validación. Se estudiaron los siguientes pesticidas organoclorados: Alfa HCH, Gamma HCH, Endo alfa, ppDDE, Dieldrin, Endo, y organofosforados: Sulfotep, Metil Paratión, Pirimifos Metilo, Pirimifos Etilo, Carbofenotión.

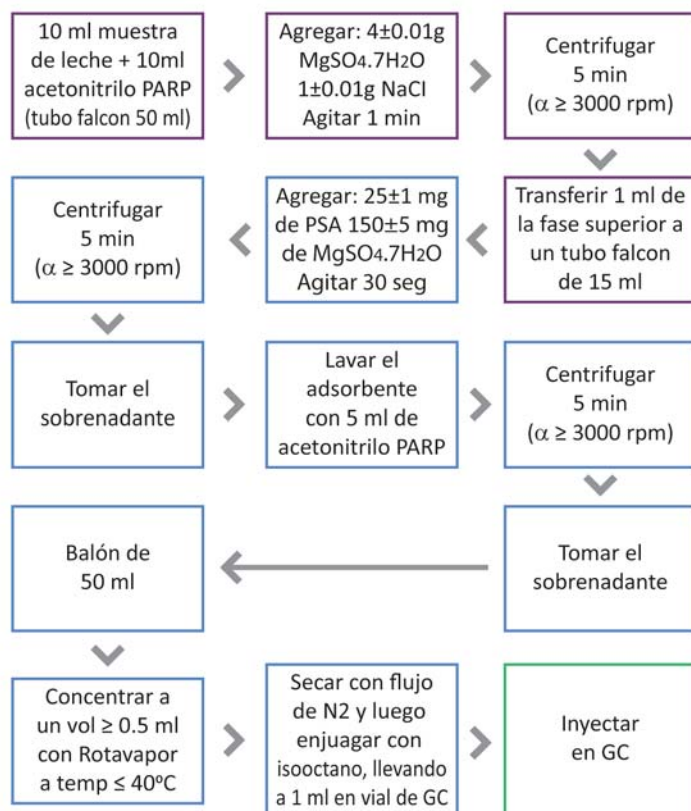
Para el análisis de los compuestos organoclorados, los extractos se analizaron por cromatografía gas-líquido con detector de microcaptura de electrones (GC- μ ECD), mientras que los organofosforados se analizaron con detector de Nitrógeno-Fósforo (GC-NPD).

Para la validación de la metodología se siguieron los lineamientos generales para compuestos a nivel de trazas determinados por la Guía de Validación de Métodos de Ensayo DC-LE-05 del Organismo Argentino de Acreditación (OAA) y el Documento de la guía SANCO N° 10684/2011. Los parámetros de validación evaluados fueron los siguientes: Veracidad, Repetibilidad, Precisión Intermedia, Selectividad, Linealidad (R^2), Recuperación, Límite de Detección, Límite de Cuantificación y Robustez.

Resultados

Siguiendo los criterios de aceptación de la Disposición 125/2006 del SENASA en cuanto a parámetros de validación, se obtuvieron los resultados que se presentan en las tablas 1 y 2.

Imagen 1 - Metodología desarrollada para la determinación de pesticidas



Conclusiones

El cumplimiento con los parámetros de validación establecidos, junto con los bajos límites de detección y cuantificación alcanzados y los valores de incertidumbre estimados, permiten demostrar que la metodología estudiada representa una alternativa viable para el análisis de residuos de pesticidas en leche.

Resulta imprescindible trabajar en el desarrollo de metodologías de análisis que permitan obtener resultados confiables en el menor tiempo posible para poder cumplir con las legislaciones nacionales e internacionales.

Tabla 1. Parámetros a evaluar en el ensayo de robustez

Variables evaluadas	Código	M	m	Unidad
Tiempo de agitación del tubo falcon de 50 ml	A	90	30	seg
Tiempo de agitación del tubo falcon de 15 ml	B	90	30	seg
Tiempo de centrifugado del falcon de 50 ml	C	7	3	min
Revoluciones de centrifugación falcon 50 ml	D	4000	200	rpm
Temperatura de evaporación en el rotavapor	E	45	35	°C
Tiempo de sonicación	F	45	15	seg

Tabla 2. Resultados del estudio de validación

Analito	Rango Lineal [µg/L]	Coefficiente R ²	LOD [µg/L]	LOQ [µg/L]	U rel (k=2)
Alfa-HCH	2,5 – 18,5	0,998	0,6	2,5	0,37
Gamma-HCH	2,6 – 19,7	0,996	0,7	2,6	0,45
Dieldrin	0,5 – 3,9	0,998	0,2	0,5	0,39
4,4'-DDE	0,6 – 4,2	0,998	0,1	0,6	0,45
Endosulfan-alfa	1,1 – 8,4	0,998	0,2	1,1	0,44
Endosulfan-beta	1,1 – 8,5	0,998	0,3	1,1	0,50
Sulfotep	10 - 120	0,999	1,9	10,0	0,37
Metil Paratión	10 - 120	0,995	5,3	10,0	0,39
Pirimifos Metilo	10 - 120	0,996	4,0	10,0	0,30
Pirimifos Etilo	10 - 120	0,999	4,4	10,0	0,40
Carbofenotión	10 - 120	0,997	3,2	10,0	0,32

LOD= Límite de detección; LOQ= Límite de cuantificación; U rel= Incertidumbre relativa con factor de cobertura k=2 para 95% de confianza.