DETERMINACION DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS EN BANANA POR QUECHERS y GCMSMS SHIMADZU

ELABORADO POR:	VERIFICADO POR:	APROBADO POR:
Nombre y Apellido: Lic. Leyla Díaz Lic. Laura Lezcano	**Nombre y Apellido:** Lic. Olga Pavón	**Nombre y Apellido:** Ing. Agr. Carmen Berni
Cargo: Jefa Técnico Departamento de Laboratorio Químicos (DLQ)	**Cargo:** Directora Dirección de Laboratorios (DL)	**Cargo:** Directora General Dirección General Técnica (DGT)
Firma: **Fecha:** 01/10/26	**Firma:** **Fecha:** 02/10/26	**Firma:** **Fecha:** 05/10/26

1. OBJETIVO

Establecer el procedimiento analítico para determinar residuos de plaguicidas en banana mediante el método QuEChERS y análisis por GC-MS/MS (Shimadzu).

2. ALCANCE

Aplica al análisis de muestras de banana con piel procesadas en el laboratorio, abarcando la preparación de muestras, extracción, limpieza, determinación instrumental por GC-MS/MS, hasta la emisión de los resultados.

3. DOCUMENTO DE REFERENCIA

3.1 Procedimiento AOAC 2007.1/ Quechers Methodology: AOAC Method

3.2 Method Validation and Quality Control Procedures for Pesticide Residues Analysis in Food and Feed (SANTE/12682/2019

4. SIGLAS

4.1. SIGLAS:

4.1.1. mg/kg y mg/L: Es el equivalente a ppm.

4.1.2. LRCV: Laboratorio de Residuos y Contaminantes en Productos y Subproductos Vegetales.

4.1.3. GC: Cromatógrafo Gaseoso.

4.1.4. GC-MS: Cromatógrafo Gaseoso con detector de Masas.

5. RESPONSABLE

El Departamento de Laboratorios Químicos es responsable de asegurar la correcta implementación del procedimiento. Los técnicos del área deben ejecutar cada etapa del método, registrar la información en los formularios correspondientes y garantizar el cumplimiento de los lineamientos técnicos establecidos.

6. ACTIVIDADES

Se describen los equipos y materiales a emplear en el ensayo:

6.1. Equipos:

a) Cromatógrafo Gaseoso GC-MS/MS

b) Agitador Vortex

c) Sonicador

d) Deionizador de agua

e) Balanza analítica

f) Balanza granataria

g) Centrifuga

h) Agitador de tubos falcon

6.2. Materiales:

a) Espátula de metal

b) Matraces vidrio con tapa de 10mL

c) Matraces vidrio con tapa de 100mL

d) Dosificador acoplable (Dispenser) a frascos

e) Pipeta automática o micropipeta 100 a 1000µL

f) Pipeta automática o micropipeta 1000 a 10000 µL

g) Vasos de precipitado 100mL

h) Viales silanizado de vidrio con tapa de 2mL

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Lic. Laura Lorena Lezcano
SENAVE

Msc. Leyla Sofía Díaz
Lic. Química - R.P.N° 497
Ing. Agrónoma- R.P.N° 8.54

i) Vial común con inserto silanizado

j) Inserto silanizado

6.3. Reactivos:

a) Material de Referencia Certificado.

b) Acetona GC/HPLC

c) Hexano GC/HPLC

d) Acetonitrilo GC/HPLC

e) Acido acetico HPLC

f) Acetona p.a

g) Cartuchos SPE

h) Sales de extraccion

6.4. Desarrollo del ensayo:

6.4.1 Preparación de la solución del estándar:

a) Solución madre

Pesar el material de referencia certificado para preparar una solución madre de concentración 1000mg/L, utilizando como disolvente Acetona, agitar por 1 minuto en el vortex, y enrasar a 10 mL, con Acetona etiquetar con el FOR-DLQ-013 Etiqueta de Preparación de Soluciones. Mantener refrigerado entre 2 a 8 ºC. El vencimiento de las soluciones madres es de 1 año.

Los datos se registran en el cuaderno de ensayos de laboratorio LRCV, Código FOR-DLQ-040.

b) Soluciones de Trabajo.

Se prepara cada estándar a partir de la solución madre 1000 mg/L a una concentración de aproximadamente 10 mg/L, tomar el volumen adecuado de estándar, llevar a volumen con acetona agitar en vortex 1min. Etiquetar con el FOR-DLQ-013 Etiqueta de Preparación de Soluciones, la etiqueta debe contar con fecha de preparación, solvente de dilución, vencimiento, concentración de la solución en mg/L y responsable de la preparación.

Se guarda a temperatura inferior a 10°C y tiene una validez máxima de 6 meses, y solo se puede utilizar dentro del periodo de validez de la Solución madre.

Se prepara una solución de trabajo intermedia de 0,1mg/Kg usando como solvente acetona esta solución de trabajo intermedia es utilizada para fortificar

Los datos se registran en el cuaderno de ensayos de laboratorio LRCV, Código FOR-DLQ-040.

c) Niveles

Se prepara cada estándar de concentracion requerida expresada en mg/L, se toma de la solución de trabajo intermedia un volumen conocido, se lleva a volumen con Acetona:Hexano (1:1),agitar y etiquetar. La etiqueta debe contar con fecha de preparación, solvente de dilución, vencimiento, concentración de la solución y responsable de la preparación.

Se guarda a temperatura inferior a 10 °C y tiene una validez máxima de 3 meses, y solo se pueden utilizar dentro del periodo de validez de la Solución madre.

Los datos se registran en el cuaderno de ensayos de laboratorio LRCV, Código FOR-DLQ-040.

6.4.2 Preparación de las muestras a ser ensayadas:

6.4.2.1 Molienda

Las muestras no se lavan para su procesamiento.

Moler uniformemente los productos con piel.

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Msc. Leyla Soria Díaz
Lic. Química- R.P.N° 497
Ing. Agrónoma- R.P.N° 8.544

Lic. Laura Lorena Lezcano
SENAVE

6.4.2.2 Extracción

a) Triturar y Homogeneizar la muestra.

b) Pesar 15 g de producto homogeneizado en un tubo tipo falcon de 50 mL limpio

c) Añadir 15 mL de ácido acético al 1% en acetonitrilo (v / v) y una cantidad apropiada de una solución de patrón interno.

d) Agregar el sulfato de magnesio 6 g ±0,3 g anhidro y 1,5 g ± 0,1 g de acetato de sodio, anhidro.

e) Agitar en Vortex o a mano durante 1 minuto.

6.4.2.3 Separación de Fases

Centrifugar durante 5 minutos a 2800 rpm para separar el material sólido.

6.4.2.3 Clean-up

a) Tomar 1 ml del sobrenadante colocar en el tubo de 2ml que contiene 50 mg de PSA, 150 mg de MgSO4,50mg C18,50mg GCB

b) Agitar a mano 30 segundos o con Vortex 1 minuto.

c) Centrifugar durante 2 minutos a 5500 rpm para separar el material sólido

d) Tomar 1ml de la muestra secar con nitrógeno y reconstituir con acetona:hexano (1:1),en un vial , se inyecta en el GC/MS/MS

6.4.3 Preparación de muestras fortificadas:

Para fortificar las muestras se debe agregar la Solución de trabajo, una vez agregado se homogeniza la muestra agitando manualmente el Tubo Falcon que contiene la muestra fortificada, dejar reposar unos minutos y proceder a la extracción descrita anteriormente.

6.5 Condiciones cromatográficas:

6.5.1 Condiciones para GC MSMS

6.5.2 Confirmación mediante GC-MS.

6.5.3 Columna: 5% de metilfenil silicona, 0,25 mm de diámetro interior, 30 m de longitud y 0,25 µm de espesor de película.

6.5.4 Temperatura de la columna: 50°C (1 min) - Calefacción 25°C/min - 125°C (0 min) - Calefacción 10°C/min - 300°C (10 minutos)

6.5.5 Temperatura de entrada: 250 ° C

6.5.6 Gas portador: Helio

6.5.7 Volumen de inyección: 1 µl

6.5.8 Modo de ionización (voltaje): EI (70 eV)

6.6 Cálculos:

6.6.1 Fortificación:

C1. V1 = C2. V2

Donde:

C1: concentración del Mix.

V1: Volumen con el cual fortificar

C2: concentración con la cual se desea fortificar

V2: Peso en mg

Ejemplo:

Msc. Leyla Sofía Díaz
Lic. Química - R.P.N° 497
Ing. Agrónoma- R.P.N° 8.544

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Lic. Laura Lorena Lezcano
SENAVE

C1: 0,1mg/Kg

V1: ?

C2: 0,01 mg/Kg

V2: 15ml

$$V1: \frac{0{,}01\text{mg/Kg} \times 15\text{ml}}{0{,}1\text{mg/Kg}} = 1{,}5\text{mL}$$

V1: 150 µl

6.6.2 Concentración

$$\text{Plag. En muestra} = \frac{\text{Conc. del Plaguicida en el vial} \times \text{Volumen Mtra} \times \text{Vol final} \times \text{Fd}}{\text{Volumen usado} \qquad \text{Peso de la muestra}}$$

Concentración del Plaguicida en el vial: se obtiene de la curva de calibración, por regresión lineal

$$\%\ R = \frac{\text{(Concentración Plaguicida en muestra)}}{\text{(LMR)}} \times 100$$

Notas: Los resultados se expresan en mg/kg, con 2 dígitos después de la coma

7 CONTROL DE CAMBIOS

Item	Página	Cambios

8 DOCUMENTOS

Nombre del Documento	Código	Área de archivo	Responsable	Tiempo de retención por dependencia	Disposición Final
Protocolo de trabajo LRCV	FOR- DLQ-014	Sala de archivos	Técnicos/Jefe	5 años	Eliminación
Cuaderno de Laboratorio LRCV	FOR-DLQ-040	Sala de Estándar	Técnicos	5 años	Eliminación
Registro de verificación diarias del GCMSMS	FOR- DLQ-030	Sala de Equipos	Técnicos	5 años	Eliminación
Esquema de inyecciones del GCMSMS	FOR- DLQ-031	Sala de Equipos	Técnicos	5 años	Eliminación
Informe de Resultados de Ensayo	FOR- DLQ-017	Sala de archivos	Técnicos/Jefe	5 años	Eliminación
Preparación de soluciones	FOR- DLQ-013	Sala de Equipos	Técnicos	5 años	Eliminación

Lic. Laura Lorena Lezcano
SENAVE

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Msc. Leyla Sofía Díaz
Lic. Química R.P.N° 497
Ing. Agrónoma R.P.N° 8.544

Historial de ensayos	FOR-DLQ-021	Silab	Técnicos	5 años	Eliminación

9 APROBACIÓN DEL DOCUMENTO

APROBACIÓN POR LA DGT	
Nombre y Apellido	Carmen Berni Ing. Agr. Reg. COSAVE PY-078
Fecha	05/10/26
Vigencia	El presente documento será de aplicación a partir del día hábil siguiente a la fecha de su aprobación.

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Lic. Laura Lorena Lezcano
SENAVE