DETERMINACION DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS EN SEMILLAS OLEAGINOSAS POR QUECHERS Y GC MS/MS

ELABORADO POR:	VERIFICADO POR:	VISTO BUENO DE:
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

Determinar residuos de plaguicidas en semillas oleaginosas por método Quechers y GC MS/MS.

2. ALCANCE

Este método es aplicable a muestras de semillas oleaginosas analizadas en el laboratorio, el procesamiento 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-MS/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 con detector de Masa/Masa

b. Agitador Vortex

c. Baño Ultrasónico

d. Balanza analítica

e. Balanza granataria

f. Centrifuga

g. Trituradora Robo coup

h. Desionizador ultrapuro

6.2 Materiales:

a. Espátula de metal

b. Matraz de vidrio con tapa de 10 ml

c. Matraces de vidrio con tapa de 100ml

d. Probeta de vidrio de 1000 ml

e. Pipeta automática o micropipeta 100 a 1000µL

f. Tubos de plástico con tapa de 50ml

g. Viales de vidrio con tapa de 2 ml

h. Vaso de precipitado de 100 ml

i. Filtro minisart 0,2 µm

j. Jeringa descartable de 5 ml

Msc. Leyla Sofía Díaz
Lic. Química - M.P.N° 497
ma. Agrónoma- M.P.N° 0 5[illegible]

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Lic. Laura Lorena Lezcano
SENAVE

Carmen Berni
Ing. Agr.
Reg. COSAVE PY-078

k. Cartuchos de limpieza DSPE

6.3 Reactivos:

a. Material de referencia certificado
b. Acetona grado HPLC
c. Acetona p.a
d. Acetonitrilo grado HPLC
e. Acido acetico p.a
f. Metanol grado HPLC
g. Agua grado HPLC
h. Ácido Sulfúrico p.a.
i. Acetato de amonio p.a
j. Sales de extraccion
k. Hexano Hplc

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.

Para principios activos cuyo solvente de dilución sea diferente a Acetona ver ficha del material de referencia certificado, 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 partir de la solución madre 1000mg/L tomando un volumen adecuado para obtener una concentración aproximadamente 10 mg/L, utilizando como disolvente Acetona etiquetar con el FOR-DLQ-013 Etiqueta de Preparación de Soluciones.

Se guarda a temperatura inferior a 10ºC y tiene una validez máxima de 6 meses, y solo se puede 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.

c) Niveles

Se prepara cinco concentraciones que incluyan el valor de LMR del plaguicida en la matriz, dos puntos por arriba y dos puntos por debajo, se utiliza Acetona:Hexano (1:1), como solvente, agitar y etiquetar con el FOR-DLQ-013 Etiqueta de Preparación de Soluciones.

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:

a) Molienda

Las muestras no se lavan para su procesamiento. Se deben moler uniformemente los productos básicos.

b) Extracción

Homogeneizar la muestra. Pesar 5 g de producto homogeneizado en un tubo de 50 mL limpio plano, añadir 10 ml de agua y dejar reposar 10 minutos.

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

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

Lic. Laura Lorena Lezcano
SENAVE

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Carmen Berni
Ing. Agr.
Reg. COSAVE PY-078
2015

Agregar el sulfato de magnesio 6 g ±0,3 g anhidro y 1,5 g ± 0,1 g de acetato de sodio, anhidro y proceder a agitar en Vórtex o a mano durante 1 minuto.

c) Separación de Fases

Centrifugar durante 5 minutos a 2500 rpm para separar el material sólido.

d) Clean-up

Tomar 1 ml del extracto y colocar en un tubo de 2 ml de clean up con el relleno correspondiente a cada matriz. Agitar durante 1 minuto en Vortex.

Centrifugar durante 2 minutos a 5500rpm para separar el material sólido.Tomar 1ml de la muestra en un vial, se seca y se reconstituye con acetona:hexano(1:1), se inyecta en el GC/MS/MS

e) 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 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

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

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

c) Temperatura de entrada: 250 ° C

d) Gas portador: helio

e) Volumen de inyección: 2 µl

f) 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

6.6.2 Concentración

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

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

$$\%\ R = \frac{\text{(Concentracion Plaguicida en muestra) x 100}}{\text{(Concentración teórica de plaguicida en muestra)}}$$

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

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

Lic. Laura Lorena Lezcano
SENAVE

Lic. Olga Pavón
SENAVE

Carmen [illegible]
Ing.
Reg. [illegible]-078

mecip 2015

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
Etiqueta de Preparación de soluciones	FOR- DLQ-013	Sala de Equipos	Técnicos	5 años	Eliminación
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.

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

mecip 2015