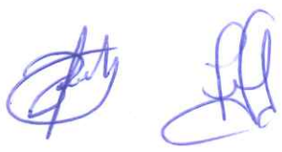
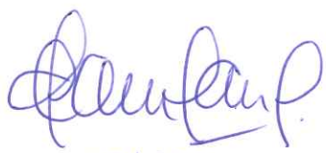
DETERMINACIÓN DE ATRAZINA EN CHIA POR MÉTODO QuPPe Y GC MS-MS

ELABORADO POR:	VERIFICADO POR:	VISTO BUENO DE:
Nombre y Apellido: Lic. Leyla Díaz Lic Fabian Nuñez	**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 para la determinación de residuos de atrazina y otros principios activos polares en semillas de chía mediante el método de extracción QuPPe y análisis por cromatografía gaseosa acoplada a espectrometría de masas en tándem (GC-MS/MS).

2. ALCANCE

Este método aplica a muestras de chía procesadas en el laboratorio para evaluar la presencia de residuos de plaguicidas polares. Comprende desde la preparación de muestras, su análisis instrumental por GC-MS/MS hasta la emisión de su resultado.

3. DOCUMENTO DE REFERENCIA

3.1 Quick Method for the Analysis of Residues of numerous Highly Polar Pesticides in Foods of Plant Origin involving Simultaneous Extraction with Methanol and LC-MS/MS Determination (QuPPe-Method) Version V 3.1 (Mayo 2019, Document History, see page 434) Authors: M. Anastassiades; D. I. Kolberg; D. Mack; C. Wildgrube; I. Sigalov; D. Dörk.

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 **ppm:** partes por millón.

4.1.3 **LMR:** Límite Máximo de Residuos

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

4.1.5 **GC-MS/MS:** Cromatografía Gaseosa con detector de Masa/Masa.

4.1.6 **QuPPe:** Método rápido de extracción para plaguicidas polares.

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 (sonicador)

d. Balanza analítica

e. Desionizador ultrapuro

f. Balanza granataria

g. Licuadora con alta capacidad de velocidad y potencia

h. Centrífuga

6.2 Materiales:

a. Espátula de metal

b. Matraz de vidrio con tapa de 10 ml

c. Jeringa de 5ml

Lic. Fabián Núñez
SENAVE

Lic. Olga Pavón
SENAVE

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

mecip 2015

d. Probeta de vidrio de 100 ml
e. Pipeta automática o micropipeta 100 a 1000µl
f. Vasos de precipitado 100 ml
g. Viales de vidrio con tapa de 2 ml
h. Tubos de plástico con tapa de 50 ml
i. Filtro minisart 0,2 µm

6.3 Reactivos:

a. Material de referencia certificado
b. Acetona grado HPLC
c. Acetona p.a
d. Ácido acético p.a
e. Hexano grado HPLC
f. Agua ultrapura, calidad cromatógrafica

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 1000 mg/L, utilizando como disolvente Acetona: Hexano (1:1) y etiquetar con el FOR-DLQ-013 - Preparación de Soluciones. Mantener refrigerado entre 2 a 8 ºC.

El vencimiento de las soluciones madres es de 1 año. Registrar los datos en el cuaderno de ensayos de laboratorio LRCV, Código FOR-DLQ-040.

b) Soluciones de Trabajo.

Preparar a partir de la solución madre 1000mg/L, tomar un volumen adecuado para obtener una concentración aproximadamente 10 mg/L, utilizar como disolvente Acetona: Hexano (1:1), etiquetar con el FOR-DLQ-013 Etiqueta de Preparación de Soluciones.

Almacenar 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. Registrar los datos en el cuaderno de ensayos de laboratorio LRCV, Código FOR-DLQ-040.

c) Niveles

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

Almacenar 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. Registrar los datos en el cuaderno de ensayos de laboratorio LRCV, Código FOR-DLQ-040.

6.4.2 Preparación de las muestras a ser ensayadas:

a) Procesamiento:

No se lava las muestras para su procesamiento. Procesar uniformemente las muestras con la licuadora.

b) Extracción:

Pesar 5 gramos de muestra procesada (molida) en un tubo de centrifuga, adicionar 10ml de agua. Adicionar 10ml de metanol acidificado al 1% con ácido fórmico.

Sonicar por 10 minutos. Centrifugar a 2500 rpm durante 5 minutos.

Secar una alícuota del líquido sobrenadante en un condensador con flujo de nitrógeno a una temperatura no mayor de 40 °C.

Lic. Fabián Núñez SENAVE

Msc. Leyla Soffa Díaz Lic. Olga Pavón
Lic. Química - R.P.N° 497 SENAVE
Ing. Agrónoma- R.P.N° 8.544

Reconstruir con Acetona: Hexano (1:1), utilizar el mismo volumen que fue previamente evaporado.

Filtrar el líquido sobrenadante con filtro minisart de 0,2µm e inyectar en el GC MSMS.

c) Preparación de curva matriz y muestras fortificadas

Preparar niveles para una curva de calibración/matriz a partir de una solución de trabajo, para ello realizar fortificaciones a muestras blanco de chía.

Para fortificar una muestra blanca, elegir un nivel de la curva y fortificar con una solución de trabajo, preparar el fortificado de la misma manera que la muestra.

6.5 Condiciones del Cromatógrafo Gaseoso GC- MS/MS

Confirmación mediante GC-MS.

a. Columna: 5% de metil fenil 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: 1 µl.

f. Modo de ionización (voltaje): EI (70 eV).

6.6 Cálculos:

Después de elaborar la curva de calibración con diferentes concentraciones apropiadas que incluyan el límite de cuantificación, por medio del método de altura de pico o método de área de pico, llevar a cabo la cuantificación.

Establecer una curva de calibración apropiada según el valor de la detección y la linealidad de la curva.

La concentración del plaguicida en la muestra se obtiene directamente en el software del equipo, comparando la señal de la muestra con la curva de calibración.

Porcentaje de Recuperación

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

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

7. CONTROL DE CAMBIOS

Item	Página	Cambios

Lic. Fabián Núñez
SENAVE

Lic. Olga Pavón
SENAVE

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

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
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. Fabián Núñez
SENAVE

Lic. Olga Pavón
SENAVE

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