

Dorrego, Melina¹; Genolet, Romina¹; García, Isabel¹; Cesio, María Verónica^{1,2}; Heinzen, Horacio²; Niell, Silvina¹.

1. PDU Abordaje holístico al impacto de agroquímicos en alimentos y ambiente, CENUR Litoral Norte, Universidad de la República, Paysandú, Uruguay.
 2. GACT, Farmacognosia, Facultad de Química, Universidad de la República, Montevideo, Uruguay.

Introducción

Conocer el impacto que causa el uso de pesticidas en el ambiente y la presencia de estos en los distintos compartimentos ambientales genera una preocupación genuina en la sociedad. Por lo tanto, contar con metodologías analíticas para la extracción y determinación de residuos de pesticidas en diferentes matrices ambientales resulta cada vez más necesario.

Objetivo

Desarrollar una metodología rápida y sencilla de análisis multiresiduo de pesticidas utilizando una preparación de muestra dispersiva y LC-MS/MS para su determinación en suelo, que permita el procesamiento de un gran número de muestras con fines de monitoreo ambiental.

Metodología

Extracción

- 10 g de suelo + H₂O ISO grado 2
- Agitar en shaker 3 min y dejar reposar
- Agregar 10 mL de ACN y agitar
- Agregar mezcla sales buffer citrato y agitar
- Centrifugar 5 min a 4000 rpm



- Transferir sobrenadante a un tubo que contenga: MgSO₄:GCB (59:1) + C₁₈
- Agitar 1 min
- Centrifugar 5 min 5000 rpm

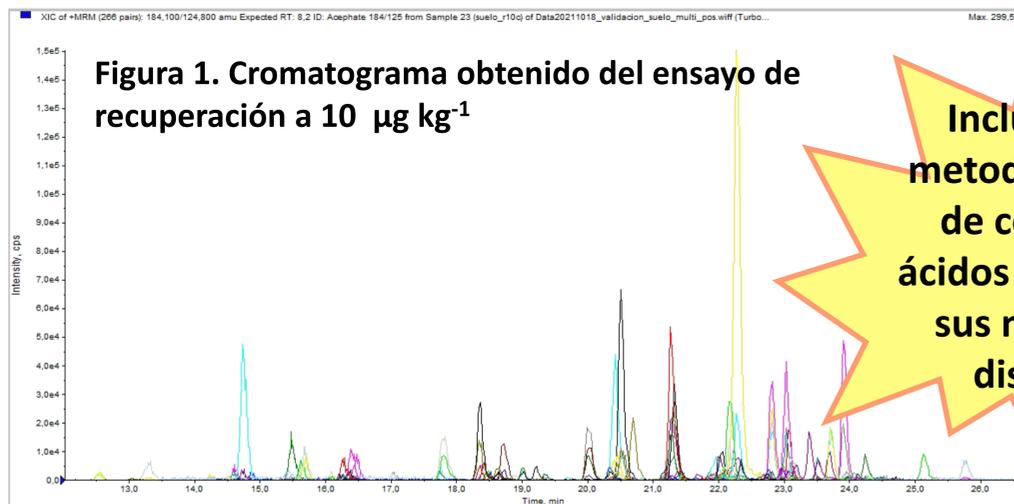
Clean Up

Instrumental

- Filtrar (0,45 µm) a vial de inyección.
- Equipo: Cromatógrafo líquido Agilent 1200 con detector de masas tandem 4000 QTRAP® (AB SCIEX™)
- Columna: ZORBAX Eclipse XDB-C18 (150 mm x 4,6 mm, 5 µm)



Resultados y discusión



Inclusión en la metodología MRM de compuestos ácidos y/o polares y sus metabolitos disponibles

Se validaron 82 pesticidas utilizados comunmente en la agricultura, incluyendo insecticidas, fungicidas, herbicidas y algunos posibles metabolitos de degradación

Veracidad

Recuperaciones (%) entre 70 y 120 al menos a dos niveles de concentración

Precisión

DERs menores a 20 %

VALIDACIÓN según guía SANTE/12682/2019

Efecto matriz

Supresión o incremento de la señal (< ± 20%) excepto un 10%

Linealidad

33% entre 10 y 100 µg kg⁻¹
 67% entre 5 y 100 µg kg⁻¹
 BCC (± 20%)

Tabla 1. Resultados obtenidos para compuestos ácidos y/o polares

Compuestos	%Rec 5 µg kg ⁻¹	DER 5 µg kg ⁻¹	%Rec 10 µg kg ⁻¹	DER 10 µg kg ⁻¹	%Rec 50 µg kg ⁻¹	DER 50 µg kg ⁻¹	EM	Linealidad (µg kg ⁻¹)	Límite cuantificación (µg kg ⁻¹)
Dicamba	51	29	75	13	99	3	9	10-100	10
Metolaclor ESA	59	4	73	5	72	2	-3	5-100	10
Cletodim	78	9	66	5	69	4	-18	5-100	5
Cletodim Sulfona	95	3	92	4	100	2	-15	5-100	5
Flumioxazin	83	14	90	16	105	6	-1	5-100	5
Dicamba	130	2	103	3	92	6	33	5-100	5
MCPA	128	5	101	3	89	1	-1	5-100	10
Imazapic	103	9	78	8	78	3	9	5-100	5
Imazapir	99	4	83	7	76	7	13	5-100	5
Imazetapir	95	9	81	11	86	7	11	5-100	5
Fomesafen	96	3	94	7	138	4	75	5- 20	5

Conclusión

La metodología analítica desarrollada contempló un amplio alcance para el análisis de residuos de pesticidas en suelo. Este resultado resulta de gran utilidad al momento de evaluar muestras de suelos para monitorear el estado del ambiente en los diferentes ecosistemas agrícolas del país.