

CP8-Comparación de metodologías para el análisis de residuos de pesticidas y drogas veterinarias en productos cárnicos.

Souza R.¹; Cesio M.V.²; Heinzen H.^{1,2}; Pareja L.^{1*}

1. Polo Agroalimentario y Agroindustrial de Paysandú, Centro Universitario de Paysandú, Universidad de la República, Paysandú, Uruguay.
2. Cátedra de Farmacognosia y Productos Naturales, Facultad de Química, Universidad de la República, Montevideo, Uruguay.

*lpareja@fq.edu.uy

Resumen

El desarrollo de métodos multi-residuo de amplio espectro para la determinación simultánea de residuos de pesticidas y drogas veterinarias constituye una herramienta fundamental para asegurar la calidad e inocuidad de los productos cárnicos, permitiéndole a la cadena agrícola-ganadera brindarle a sus productos un valor agregado a la hora de su comercialización. En el siguiente trabajo se compararon 4 metodologías de extracción y purificación para el análisis simultáneo de residuos de 38 pesticidas y 6 drogas veterinarias, en hígado y músculo bovino mediante un análisis por HPLC-QqQ/MS utilizando los parámetros establecidos por el documento DG-SANCO de la Unión Europea para análisis de alimentos y ración. La metodología más adecuada para cada matriz fue seleccionada con el fin de realizar su validación.

Introducción

Uruguay es uno de los principales productores cárnicos del mundo produciendo cerca de 55.0000 toneladas de carne vacuna al año. En los últimos años se ha producido un cambio en el manejo del ganado con la introducción de los feedlots, en esta etapa previa a la faena, al animal se le alimenta con ración de origen vegetal a destajo junto con un paquete de drogas veterinarias. Esto tiene como consecuencia un problema para la industria ganadera que debe asegurar la calidad de sus productos, asociado a la presencia/ausencia de residuos de pesticidas y drogas veterinarias.

El Programa Nacional de Residuos Biológicos del MGAP realiza un monitoreo de estos contaminantes en diferentes matrices, pero no cuenta con una metodología que permita determinarlos en un solo análisis [1].

En la actualidad se busca el desarrollo de metodologías económicas y ambientalmente amigables para el análisis de residuos de contaminantes orgánicos, que abarquen la mayor cantidad de compuestos en una única determinación.

En la literatura se reportan varias metodologías para el análisis de dichos compuestos en productos cárnicos, pero son escasos los reportes para la determinación simultánea de los mismos.

Objetivo

El objetivo del presente trabajo es la comparación de 4 métodos de extracción y purificación, para la determinación de 44 residuos de contaminantes; drogas veterinarias y pesticidas, en hígado y músculo, con el fin de obtener un método que permita el análisis de dichos compuestos en productos cárnicos buscando asegurar la inocuidad alimentaria, tomando como criterio los requisitos establecidos en el documento DG-SANCO [2].

Materiales y Métodos.

Las muestras de hígado y músculo bovino fueron obtenidas en carnicerías locales de la ciudad de Paysandú, las mismas fueron procesadas y guardadas en freezer a -20 °C.

Los estándares utilizados para el análisis fueron adquiridos en HPC Standards GmbH y Dr. Ehrenstorfer, mientras que los solventes y reactivos provinieron de proveedores locales.

La separación cromatográfica se realizó en un HPLC Agilent serie 1200 con una columna cromatográfica de tipo Eclipse XDB-C18 de 5 µm de tamaño de partícula y 4,6 mm de diámetro por 150 mm de largo.

Para el análisis por MS/MS se utilizó un espectrómetro de masas del tipo 4000 QTRAP de ABSciex mediante ionización por Electrospray.

V CONGRESO DE LA ASOCIACION URUGUAYA DE PRODUCCION ANIMAL (AUPA), Montevideo 3-4 diciembre 2014

Las metodologías desarrolladas consisten en extracciones con acetato de etilo (AcOEt) y AcOEt/H₂O (3:1) evaluando a su vez el control de pH a través del uso de buffer acetato. Para favorecer la extracción de los compuestos de interés se realizó un salting-out con acetato de sodio para la extracción con buffer y cloruro de sodio para la extracción sin el mismo. Con el fin de eliminar interferencias a la hora del análisis, se realizaron dos pasos de purificación; almacenamiento en freezer por 24 hs para eliminar los lípidos por precipitación y posteriormente adición de diferentes adsorbentes (MgSO₄, CaCl₂, PSA, C-18 y Al₂O₃) para eliminar otros interferentes. Finalmente una alícuota del extracto fue evaporada bajo atmósfera de N₂ y se retomó la muestra en acetonitrilo, para su análisis mediante HPLC-QqQ/MS en modo “multiple reaction monitoring”.

Resultados y Discusión.

Para hígado la extracción con AcOEt sin buffer y purificación utilizando MgSO₄, Al₂O₃ y C-18 como adsorbentes presentó los mejores resultados (88% de los compuestos presentaron recuperaciones entre 70-120% y una RSD <20%). Para la matriz músculo la extracción con AcOEt/H₂O y purificación con MgSO₄, Al₂O₃ y C-18 presentó el mejor desempeño, obteniendo resultados aceptables para el 90% de los compuestos evaluados. Se pudo constatar que el agregado de agua en la extracción es necesario para matrices de bajo porcentaje de humedad como el músculo, produciendo una matriz más homogénea, que disminuye la interacción entre los analitos y la matriz y aumenta la separación entre la fase orgánica y acuosa, aumentando de este modo el porcentaje de recuperación de los compuestos.

Ninguno de los métodos mencionados fue capaz de recuperar pesticidas ácidos, esto se debe a que el pKa de estos pesticidas se encuentra por debajo del pH del medio.

Es importante resaltar que los métodos que presentaron los mejores resultados son los mismos para ambas matrices y que la única diferencia es la adición de agua en músculo.

Conclusión.

Las metodologías evaluadas, permiten el control simultáneo de pesticidas y drogas veterinarias utilizadas en la cadena agrícola-ganadera en productos cárnicos.

El análisis de varios tipos de compuestos simultáneamente proporciona una disminución en el tiempo de análisis, resultando en una metodología sencilla aplicable para el aseguramiento de la calidad e inocuidad de productos de suma importancia en nuestro país.

El uso de AcOEt y Al₂O₃, en lugar de acetonitrilo y PSA respectivamente representa una disminución en el costo del análisis para los laboratorios.

Referencias

[1] Programa Nacional de Residuos biológicos

[2] European Commission DG-SANCO, Document No. N° SANCO/12751/2013.