

LABORATORIO DE ANÁLISIS DE RESIDUOS TÓXICOS
Analisis de Multiresiduos de plaguicidas por GC-MSMS
Hoja de Trabajo N° 114-2023

muestra fortificada 05192-001-2021	15.0105	-	15	-	1.00	-	Fecha de uso: 12-10-2023	M.L.S / L.A.A.
08465-001-2023	15.0053	-	15	-	1.00	-	Se adicionó a todas las muestras St bromofos metil 20 ppm y prometrina de 20 ppm , 75µl respectivamente., Fecha de pesada: 12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08485.001.2023	5.0028	-	15	-	0.33	-	13/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08497-001-2023	15.0035	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08500-001-2023	15.0165	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08516-001-2023	15.0162	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08522-001-2023	15.0084	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08530-001-2023	15.0005	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08562-001-2023	15.0144	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08575-001-2023	15.013	-	15	-	1.00	-	11/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08586-001-2023	15.0068	-	15	-	1.00	-	10/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08587-001-2023	15.0126	-	15	-	1.00	-	10/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08588-001-2023	15.0098	-	15	-	1.00	-	10/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08589-001-2023	15.0107	-	15	-	1.00	-	10/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08590-001-2023	15.0193	-	15	-	1.00	-	10/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08591-001-2023	15.0121	-	15	-	1.00	-	10/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08610-001-2023	15.0081	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08611-001-2023	15.0131	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08613-001-2023	15.0122	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08614-001-2023	15.007	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08617-001-2023	15.0000	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08618-001-2023	15.0113	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08620-001-2023	15.0109	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08621-001-2023	15.0045	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08623-001-2023	15.0076	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08625-001-2023	15.0081	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08627-001-2023	15.0146	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08628-001-2023	15.0162	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08629-001-2023	15.0191	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08630-001-2023	15.0109	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08631-001-2023	15.0159	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08633-001-2023	15.0099	-	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08634-001-2023	15.0003	15.0000	15	-	1.00	-	12/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08686-001-2023	15.0186	-	15	-	1.00	-	13/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08687-001-2023	15.0084	-	15	-	1.00	-	13/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08688-001-2023	15.0175	-	15	-	1.00	-	13/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08689-001-2023	15.0001	-	15	-	1.00	-	13/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08690-001-2023	15.0177	-	15	-	1.00	-	13/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08691-001-2023	15.0051	-	15	-	1.00	-	13/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08692-001-2023	15.0000	-	15	-	1.00	-	13/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08693-001-2023	15.0102	-	15	-	1.00	-	13/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08694-001-2023	15.0153	-	15	-	1.00	-	13/10/2023	M.L.S / L.A.A.
08696-001-2023	15.0073	-	15	-	1.00	-	13/10/2023	M.L.S / L.A.A.

CONDICIONES CROMATOGRÁFICAS

Columna:	HP-5M UI c/guardacolumna , flujo= 1.1 ml/min, (serie: US2349041A) 409 HP-5M UI c/guardacolumna , flujo= 1.3 ml/min, (serie: US2875515B) 408	Gas portador:	Helio, flujo total 30ml/min ahorrador
Inyector:	70°C,0.02 min;600°C/min a 325°C 5 min.	Modo Inyección:	MMI
Detector:	Espectrómetro de masas T= 150°C é interfase T=285°C	Equipo:	GCMSMS-8890
Horno:	60°C, 1 min; 40°C/min a 170°C, 0min; 10°C/min a 310 °C, 3min	Serie:	C70464300419

CÁLCULOS:

Donde:
 C mg/Kg: concentración de la muestra en mg/Kg
 C_{yg}/kg CC: concentración de la muestra derivada de la curva de calibración matriz
 fd: factor de dilución
 fm : concentración final de la muestra, g/ml
 fest: concentración final del extracto para la curva matriz, g/ml

$$C \text{ mg/kg} = (C_{yg} / \text{kg CC} \times f_d) / 1000$$

$$F_d = \text{fest(g/ml)} / \text{fm(g/ml)}$$

$$F_{conv} = \frac{PM_{Tetrahydroftalmida}}{PM_{captan}} = 0.503$$

$$C_{captan} = C_{Tetrahydroftalmida} \times F_{conv}$$

LABORATORIO DE ANÁLISIS DE RESIDUOS TÓXICOS
Analisis de Multiresiduos de plaguicidas por GC-MSMS
Hoja de Trabajo N° 114-2023

C captan (como Tetrahidroftalimida): concentracion en mg/kg de captan expresado como Tetrahidroftalimida
 C Tetrahidroftalimida : concentracion en mg/Kg de Tetrahidroftalimida
 Fconv. : factor de conversión
 PM Tetrahidroftalimida: Peso molecular de Tetrahidroftalimida
 PM Captan: Peso molecular de captan

CPermetrina = CPermetrina Cis + CPermetrina trans
 (suma de isómeros)

Cálculo para la corrección de muestras que contienen huesos o pepas

$$C \text{ corregida} = \frac{C \text{ mg/Kg}}{(1+Fpepa)}$$

$$F(pepa) = \frac{Wpepa}{Wtotal}$$

Código de Muestra UCCIRT	Resultado
08465-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método. A excepción de los listados a continuación
08485.001.2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08497-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08500-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08516-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08522-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08530-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08562-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08575-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08586-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08587-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08588-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08589-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08590-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08591-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08610-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método. A excepción de los listados a continuación
08611-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08613-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08614-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método. A excepción de los listados a continuación
08617-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08618-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método. A excepción de los listados a continuación
08620-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08621-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08623-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método. A excepción de los listados a continuación
08625-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08627-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08628-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08629-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08630-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08631-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08633-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08634-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08686-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08687-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08688-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08689-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08690-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08691-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08692-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08693-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
08694-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método. A excepción de los listados a continuación

LABORATORIO DE ANÁLISIS DE RESIDUOS TÓXICOS
Analisis de Multiresiduos de plaguicidas por GC-MSMS
Hoja de Trabajo N° 114-2023

08696-001-2023	Los resultados de los plaguicidas analizados son menores al límite de cuantificación del método.
----------------	--

Código de Muestra UCCIRT	Plaguicida	Resultado1	Resultado2	Promedio	±U (k=2 95%)	Unidad	RSD %	Observaciones
08465-001-2023	Permethrin, sum	110.610642	-	0.111	0.026	mg/kg	-	iones ratio confirmado
08610-001-2023	Chlorpyrifos	10.8247254	-	0.011	0.003	mg/kg	-	iones ratio confirmado
	Fipronil	19.3207919	-	0.019	0.004	mg/kg	-	iones ratio confirmado
08614-001-2023	Fipronil	6.63530627	-	0.007	0.002	mg/kg	-	iones ratio confirmado
08618-001-2023	Fipronil	6.81261404	-	0.007	0.002	mg/kg	-	iones ratio confirmado
08623-001-2023	Chlorpyrifos	27.8076304	-	0.028	0.006	mg/kg	-	iones ratio confirmado
08694-001-2023	Fipronil	5.18870839	-	0.005	0.002	mg/kg	-	iones ratio confirmado

Evaluación de la recuperación

Compuesto	concentración fortificada µg/kg	Concentración obtenida µg/kg	Recuperación %	Observaciones
Chlorpyrifos	10.7	9.59	90	
Fipronil	4.9	4.43	90	
Permethrin, sum	10.0	10.83	108	

Evaluación de la recuperación del estándar surrogado (Prometrina) aceptable de 50 a 130 %

Código de Muestra UCCIRT	Concentración adicionada µg/kg	Concentración obtenida M1 µg/kg	Concentración obtenida M2 µg/kg	Concentración promedio µg/kg	%Recuperación	Observaciones
08465-001-2023	100.1	83.387	-	83.4	83	
08485.001.2023	100.0	34.768	-	104.2	104	
08497-001-2023	100.1	97.992	-	98.0	98	
08500-001-2023	100.0	105.197	-	105.1	105	
08516-001-2023	100.0	111.455	-	111.3	111	
08522-001-2023	100.0	109.589	-	109.5	109	
08530-001-2023	100.1	266.377	-	266.4	97	
08562-001-2023	100.0	109.185	-	109.1	102	
08575-001-2023	100.0	104.520	-	104.4	115	
08586-001-2023	100.0	102.497	-	102.5	111	
08587-001-2023	100.0	104.355	-	104.3	110	
08588-001-2023	100.0	103.899	-	103.8	113	
08589-001-2023	100.0	102.988	-	102.9	107	
08590-001-2023	100.0	99.933	-	99.8	123	
08591-001-2023	100.0	98.645	-	98.6	114	
08610-001-2023	100.0	105.723	-	105.7	108	
08611-001-2023	100.0	103.467	-	103.4	116	
08613-001-2023	100.0	101.842	-	101.8	109	
08614-001-2023	100.0	105.788	-	105.7	103	
08617-001-2023	100.1	105.704	-	105.7	113	
08618-001-2023	100.0	105.355	-	105.3	117	
08620-001-2023	100.0	110.575	-	110.5	110	
08621-001-2023	100.1	109.463	-	109.4	109	
08623-001-2023	100.0	104.276	-	104.2	104	
08625-001-2023	100.0	113.677	-	113.6	114	
08627-001-2023	100.0	109.515	-	109.4	109	
08628-001-2023	100.0	109.287	-	109.2	109	
08629-001-2023	100.0	103.878	-	103.7	104	
08630-001-2023	100.0	107.719	-	107.6	108	
08631-001-2023	100.0	109.539	-	109.4	109	
08633-001-2023	100.0	95.157	-	95.1	95	
08634-001-2023	100.1	113.049	102.566	107.8	108	
08686-001-2023	100.0	107.799	-	107.7	108	
08687-001-2023	100.0	98.764	-	98.7	99	
08688-001-2023	100.0	102.789	-	102.7	103	
08689-001-2023	100.1	104.917	-	104.9	105	
08690-001-2023	100.0	103.694	-	103.6	104	
08691-001-2023	100.1	103.905	-	103.9	104	
08692-001-2023	100.1	93.267	-	93.3	93	
08693-001-2023	100.0	104.275	-	104.2	104	
08694-001-2023	100.0	114.341	-	114.2	114	
08696-001-2023	100.0	118.955	-	118.9	119	

Evaluación de la recuperación del estándar surrogado (Bromofos metil) aceptable de 50 a 130 %

LABORATORIO DE ANÁLISIS DE RESIDUOS TÓXICOS
Analisis de Multiresiduos de plaguicidas por GC-MSMS
Hoja de Trabajo N° 114-2023

Código de Muestra UCCIRT	Concentración adicionada µg/kg	Concentración obtenida M1 µg/kg	Concentración obtenida M2 µg/kg	Concentración promedio µg/kg	%Recuperación	Observaciones
08465-001-2023	100.1	93.124	-	93.1	93	
08485.001.2023	100.1	20.954	-	62.8	63	
08497-001-2023	100.2	70.408	-	70.4	70	
08500-001-2023	100.1	83.077	-	83.0	83	
08516-001-2023	100.1	80.208	-	80.1	80	
08522-001-2023	100.1	84.452	-	84.4	84	
08530-001-2023	100.2	1703.527	-	1703.5	1700	
08562-001-2023	100.1	85.075	-	85.0	85	
08575-001-2023	100.1	82.400	-	82.3	82	
08586-001-2023	100.1	69.573	-	69.5	69	
08587-001-2023	100.1	75.900	-	75.8	76	
08588-001-2023	100.1	76.286	-	76.2	76	
08589-001-2023	100.1	71.856	-	71.8	72	
08590-001-2023	100.1	65.411	-	65.3	65	
08591-001-2023	100.1	76.560	-	76.5	76	
08610-001-2023	100.1	79.323	-	79.3	79	
08611-001-2023	100.1	78.466	-	78.4	78	
08613-001-2023	100.1	87.209	-	87.1	87	
08614-001-2023	100.1	81.302	-	81.3	81	
08617-001-2023	100.2	79.525	-	79.5	79	
08618-001-2023	100.1	92.321	-	92.3	92	
08620-001-2023	100.1	81.958	-	81.9	82	
08621-001-2023	100.2	78.243	-	78.2	78	
08623-001-2023	100.1	73.356	-	73.3	73	
08625-001-2023	100.1	77.814	-	77.8	78	
08627-001-2023	100.1	78.946	-	78.9	79	
08628-001-2023	100.1	75.875	-	75.8	76	
08629-001-2023	100.1	81.579	-	81.5	81	
08630-001-2023	100.1	69.702	-	69.7	70	
08631-001-2023	100.1	70.150	-	70.1	70	
08633-001-2023	100.1	80.553	-	80.5	80	
08634-001-2023	100.2	70.864	77.350	74.1	74	
08686-001-2023	100.1	67.294	-	67.2	67	
08687-001-2023	100.1	67.307	-	67.3	67	
08688-001-2023	100.1	73.167	-	73.1	73	
08689-001-2023	100.2	64.237	-	64.2	64	
08690-001-2023	100.1	65.332	-	65.3	65	
08691-001-2023	100.1	65.738	-	65.7	66	
08692-001-2023	100.2	77.042	-	77.0	77	
08693-001-2023	100.1	63.632	-	63.6	64	
08694-001-2023	100.1	72.688	-	72.6	73	
08696-001-2023	100.1	74.515	-	74.5	74	

OBSERVACIONES:

* recuperación fuera del nivel de aceptación, no se repite análisis porque surrogado Bromofos metil esta dentro del rango de aceptación, o viceversa.

Se adjunta resultados de las muestras.

El certificado del estandar de la permetrina indica el porcentaje de Permetrina cis y Permetrina Trans, por tanto en los calculos se realizo la corrección ambas se calculan con estandar interno y se suman los resultados obtenidos.

Para ver las evaluaciones de recuperaciones de otros plaguicidas ver cartas control de fecha 16-10-2023 platano

Fecha de reporte: 18 de Octubre de 2023


 Cristina Toro
 Especialista responsable UCCIRT

 Orlando Lucas Aguirre
 Supervisor Técnico UCCIRT