

ENSAYO DE APTITUD DE ACEFATO EN AGUACATE PARA EL FORTALECIMIENTO DE LA CAPACIDAD DE MEDICIÓN DE LABORATORIOS DE INOCUIDAD ALIMENTARIA

Ávila C. Marco A, Ramírez A. Diana G., Arce O. Mariana, Hernández M. Victor H., Sainz U. Judith.
Centro Nacional de Metrología
km 4.5 de la Carretera a los Cués, El Marqués, Qro.
442 2110500 ext. 3921, mavila@cenam.mx

Resumen: Mediante la organización de un ensayo de aptitud de acefato en aguacate liofilizado, se evaluó la competencia técnica de medición de los laboratorios que apoyan la inocuidad de los aguacates mexicanos. El ensayo consistió en comparar el valor de referencia asignado por el Centro Nacional de Metrología (CENAM), con los valores obtenidos por los laboratorios participantes. En esta prueba participaron un total de 11 laboratorios, de los cuales 7 obtuvieron resultados satisfactorios de acuerdo a los criterios establecidos para este ensayo. Los resultados recibidos se analizaron utilizando dos parámetros: Error cuadrático medio (ECM) y el error cuadrático medio relativo (ECMR).

1. INTRODUCCIÓN

México es el mayor productor de aguacate (*Persea americana* variedad *Hass*) en el mundo [1]. Este fruto es susceptible a plagas y enfermedades que pueden llegar a afectar considerablemente los niveles de producción; para combatirlo, los productores hacen uso de diversos plaguicidas, sin embargo, existen normatividades que especifican cuáles son permitidos para cada cultivo y en qué proporción. Japón ha rechazado embarques de aguacate debido a que permite el uso, como máximo, de acefato de 0.01 mg/kg [2]; Para evitar estos rechazos, es necesario demostrar que los laboratorios mexicanos son capaces de medir a esas fracciones de masa.

El presente ensayo de aptitud [3] se realizó con los MRC producidos dentro del proyecto FOMIX MICHOACÁN-CONACYT y en coordinación con el SENASICA para evaluar la capacidad de los laboratorios oficiales y auxiliares en la detección, identificación y cuantificación de plaguicidas.

2. DESARROLLO

2.1. Asignación del valor de referencia

El material de referencia utilizado fue el obtenido por medio de la exposición de las plantas de aguacate, con acefato, de una huerta localizada en la zona de Aputzio de Juárez, Michoacán, México. Preparado, liofilizado y molido a un tamaño de partícula menor de 300 μm en las instalaciones del CENAM.

Para la asignación del valor de referencia se utilizó el método primario de dilución isotópica para compuestos orgánicos por cromatografía de gases-espectrometría de masas, empleando un cromatógrafo de gases con espectrómetro de masas de triple cuadrupolo, CG-TQ, en modo de monitoreo de reacción múltiple, MRM. De este modo certificó el mensurando: Fracción de masa de acefato en de aguacate liofilizado en base seca, con valor asignado de $1933 \mu\text{g}/\text{kg} \pm 188 \mu\text{g}/\text{kg}$.

2.2. Organización del ensayo de aptitud

Se utilizó un protocolo en el que se establecieron las instrucciones del proceso de medición de los materiales de referencia enviados. Los laboratorios se inscribieron a través del portal del CENAM y recibieron dicho protocolo y los formatos para llenarse con los resultados de sus mediciones. En dicho documento, se estableció que los participantes realizarían las mediciones y extracciones del mensurando en estudio, de acuerdo con la metodología empleada en su propio laboratorio y reportando para cada uno de ellos, la fracción de masa y su incertidumbre asociada.

Este ensayo consistió en comparar el valor de referencia establecido por el CENAM para el acefato con el valor obtenido por el laboratorio.

A cada laboratorio participante se le enviaron 4 frascos ámbar, contenidos en bolsas metalizadas, selladas al vacío y elegidos de manera aleatoria.

Cada frasco contenía aproximadamente 10 g de aguacate liofilizado, de los cuales 3 pertenecían al lote de aguacate expuesto a acefato, en una fracción de masa esperada de 0.01 mg/ kg a 2

mg/kg en base seca y el otro para utilizarse como blanco, que no fue expuesto a algún plaguicida. Se les solicitó que de cada frasco se midieran al menos dos submuestras y se procesara en día diferente.

3. RESULTADOS

Los laboratorios participantes reportaron la fracción de masa de acefato incluyendo la estimación de su incertidumbre de medición y éstos se compararon con los valores de referencia establecidos por el Centro Nacional de Metrología (CENAM).

En la figura 1, se presentan los resultados reportados por los laboratorios identificados con un código, en fracción de masa de acefato en $\mu\text{g}/\text{kg}$ de muestra seca. Las líneas azules representan la incertidumbre establecida en la asignación del valor y las líneas verdes representan los intervalos de aceptación para los participantes.

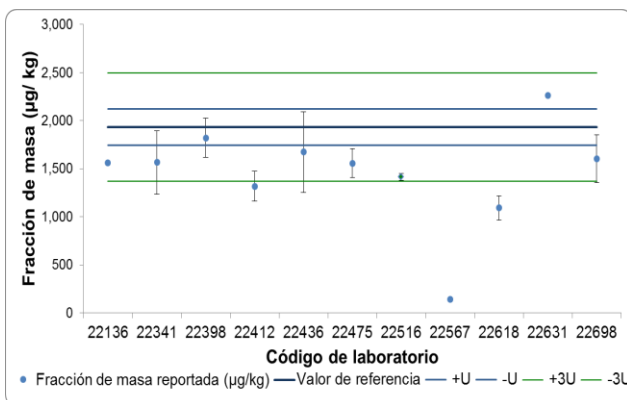


Fig. 1. Valores de fracción de masa reportados por los laboratorios comparados con el valor de referencia.

4. DISCUSIÓN

El valor fue asignado por la metodología primaria de dilución isotópica con cromatografía de gases-espectrometría de masas de triple cuadrupolo. Todos los laboratorios utilizaron cromatografía de líquidos con espectrometría de masas en cuatro variaciones: 8 laboratorios utilizaron cromatografía de líquidos con espectrómetro de masas de triple cuadrupolo, LC-TQ, 2 laboratorios utilizaron la variación de cromatografía de líquidos de ultra alta resolución, UPLC-TQ, un laboratorio utilizó cromatografía de líquidos con espectrometría de masas de cuadrupolo y tiempo de vuelo, LC-QToF, un laboratorio utilizó cromatografía de líquidos-espectrometría de masas de simple cuadrupolo, LC-MS.

De acuerdo a la figura 1, se observan que 7 laboratorios están dentro del intervalo de aceptación de 3 veces la incertidumbre expandida del valor de referencia, un laboratorio presenta un valor ligeramente debajo de este intervalo, pero su barra de error superior, entra en el intervalo y los laboratorios 3 laboratorios restantes se salen de este intervalo.

5. CONCLUSIONES

Con este ensayo de aptitud se evaluó la capacidad medición de los laboratorios, se observa que más del 70 % presentaron resultados satisfactorios en este ensayo de aptitud. A los laboratorios con resultados no satisfactorios se recomendó revisar su metodología, sobre todo poner énfasis en la evaluación de la recuperación a pesar de que la mayoría utiliza metodologías similares y revisar también si están utilizando el modelo matemático adecuado, así como los factores de dilución. En cuanto a la evaluación del presupuesto de incertidumbre, se recomendó a algunos laboratorios a que revisaran sus fuentes de incertidumbre y las unidades con las que está trabajando para evitar inconsistencias, así como poner trabajar más a detalle en la estimación de la misma.

AGRADECIMIENTOS

Al CONACYT de Michoacán por proporcionar los fondos necesarios para preparar y certificar el material de referencia. al SENASICA por el apoyo en la coordinación y la convocatoria a los laboratorios oficiales y auxiliares en la detección, identificación y cuantificación de plaguicidas.

REFERENCIAS

- [1] SIAP. (08 de 2014). Sistema de Información Agroalimentaria y Pesquera. (SAGARPA) Recuperado el 10 de septiembre de 2014, de <http://www.siap.gob.mx/cierre-de-la-produccion-agricola-por-cultivo/>; http://w6.siap.gob.mx/comercio/muestra_producto.php
- [2] Ministry of Health, Labour and Welfare, Japan, 2006. Analytical methods for residual compositional substances of agricultural chemicals, feed additives, and veterinary drugs in food.
- [3] Tholen, D. W. (2008). ISO/IEC 17043: the new International Standard for proficiency testing. Accreditation and quality assurance, 13(12), 727-730.