

Una nueva Tecnología, Extracción por Energía Dispersiva, para Un Paso en Extracción y Limpieza de Matrices Complejas

# Alimentos: Complejos y Amplia Variedad de Aplicaciones



- **Pesticidas**
- Grasas
- Contaminantes
- Nutrientes
- Empaquetados



# Extracción de Pesticidas de los Alimentos

## QuEChERS

**Quick Easy Cheap Effective Rugged and Safe**

**Rápido Fácil Económico Efectivo Robusto y Seguro**

Matrices múltiples / Método Multi-residuos

- Extracción por partición de sales
- Limpieza dSPE

## EDGE

- Matrices múltiples / Método Multi-residuos
- Extracción por Fluidos Presurizados con Limpieza Interna de Celda

# Extracción de Pesticidas de Matrices de Alimentos

- **QuEChERS** es un procedimiento de extracción y limpieza de matriz. Aceptado para analitos de residuos múltiples en una gran variedad de matrices diferentes
  - Manual
  - Lento
  - Limitado
  - Costo por prueba \$3-\$5
- **EDGE** es un método alternativo al QuEChERS que es rápido, eficiente, y simple
  - Automatizado
  - 5 min de tiempo de ejecución
  - Versátil
  - Bajo costo

# Extracción de Pesticidas: Método QuEChERS

## Procedimiento del Método AOAC 2007.01

### Extracción de la muestra

1. Transferir 15 g de muestra homogeneizada a un tubo de centrifuga de 50 mL
2. Adicionar 15 mL de 1% ácido acético en acetonitrilo + 1.5 g NaAc + 6 g MgSO<sub>4</sub>
3. Agitar vigorosamente por 1 min
4. Centrifugar > 1500 U/min por 1 min

### Limpieza de la muestra

1. Transferir 1-8 mL de la capa de acetonitrilo a un tubo con 150 mg MgSO<sub>4</sub> + 50 mg PSA por mL de extracto
2. Agitar vigorosamente por 30 seg
3. Centrifugar > 1500 U/min por 1 min
4. Transferir el sobrenadante a un vial para el análisis concurrente

**\*Todo el proceso toma aprox 20 min de trabajo manual constante**

# Kits de QuEChERS y Sorbentes Disponibles



- Sigma Aldrich
- Thermo Fischer Scientific
- Agilent
- Waters
- Restek
- Phenomenex
- Silicycle
- United Chemical
- Thomas Scientific
- GL Sciences
- Environmental Express
- Etc.

**DISQUE™**  
Dispersive Sample Preparation



# Sales QuEChERS y Sorbentes

- Cloruro de Sodio: Reduce interferencias polares
- Acetato de Sodio: Protege los analitos sensibles a la base
- Sulfato de Magnesio: Remueve agua
- Amina Primaria Secundaria (PSA): Remueve azúcares y ácidos grasos
- C<sub>18</sub> : Remueve lípidos
- Negro de carbón: Remueve pigmentos

Cualquier combinación es compatible con el EDGE!



# Extracción de Pesticidas: Método EDGE

## Extracción de la muestra y limpieza junta

1. Adicionar el sorbente dSPE y transferir muestra de alimento homogeneizado al Q-Cup
2. Ponga el Q-Cup en el EDGE
3. Ejecute el método EDGE de 5 min
4. Transfiera el extracto al vial para el análisis concurrente

El proceso completo toma solo 5 min por muestra y es automatizado

# Método Pesticida

## Muestras Húmedas

**Edit Method - pesticide**

Settings	Solvent	Acetonitrile >
Cycles	Top Volume (mL)	20.0
	Bottom Volume (mL)	10.0
Parameters	Rinse Solvent	Acetonitrile >
Wash	Volume (mL)	0.0
	Temperature (°C)	100
	Hold Time	2:00 >

2:48 PM

**Edit Method - pesticide**

Settings	Wash	Solvent	Volume (mL)
Cycles	1	Water >	30.0
Parameters	2	Acetonitrile >	10.0
Wash			

2:48 PM

## Muestras Secas

Solvente: ACN, Temp: 100 °C, Tiempo Espera: 2:00 min, Máximo: 20 mL, **Mínimo: 5 mL, Enjuague: 5 mL**  
Lavado 1: 10mL ACN, Lavado 2: 20mL ACN

# Tips para muestras húmedas



Cuando se use sales para secado 30 mL de agua para lavado es ¡obligatorio!

Lavado 1: 30mL H<sub>2</sub>O

Lavado 2: 15mL Extracto de solvente

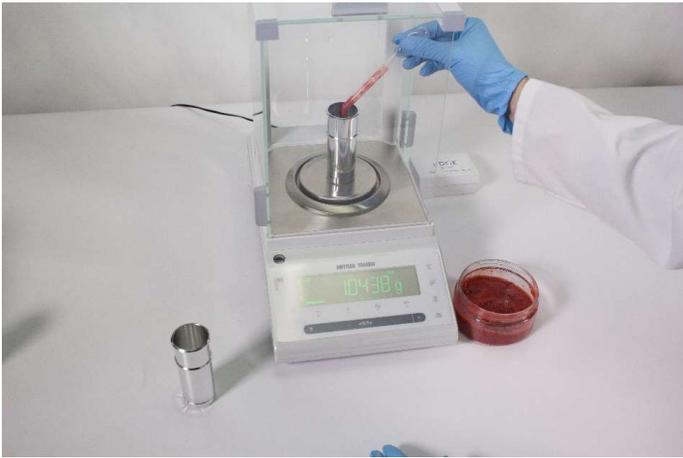
↑  
Tamaño  
de muestra

5g de muestra = 10g NaSO<sub>4</sub>  
10g de muestra = 15g NaSO<sub>4</sub>  
15g de muestra = 20g NaSO<sub>4</sub>

# Ensamble del Q-Cup



# Adicionar Sorbentes y Muestra



# Q-Cup Preparada



¡Sin empaquetar o Mezclar!

# Tips para Q-Cup Preparadas



↑  
Contenido  
de agua  
en la  
muestra

↑  
Cantidad de  
capa de sal

Compatible con  
Kits de QuEChERS

→ Capas limpias

→ Proteja el Q-Disc con  
suficiente sal y sorbente

Q-Disc Configuration



→ M2 texturizado hacia arriba (no caliente por encima de 100 °C)

→ Soporte C9

# Tips para Q-Disc

## Porosidad



Análisis por LC

Membrana

- M2

Análisis por GC

Celulosa

- C1
  - C3
  - C4
  - C7
  - C9
- H<sub>2</sub>O presente

# Tips para Q-Disc

## Matriz de la Muestra

Alimentos Secos   Polvos Finos   Alimentos Húmedos

All C  
M2

≥C4  
M2

M2

- 1) Porosidad                      Análisis por LC ó GC
- 2) Matriz de la muestra        Seco ó Húmedo, Polvo fino

# Método UPLC MS/MS

- Waters Acquity H Class, Xevo TQD
- Waters Acquity UPLC BEH C18 1.7  $\mu\text{m}$  2.1 x 50 mm columna
- 10  $\mu\text{l}$  inyección
- A: Agua con 10 mM de Acetato de Amonio, B: Metanol con 10 mM Acetato de Amonio
- Gradiente

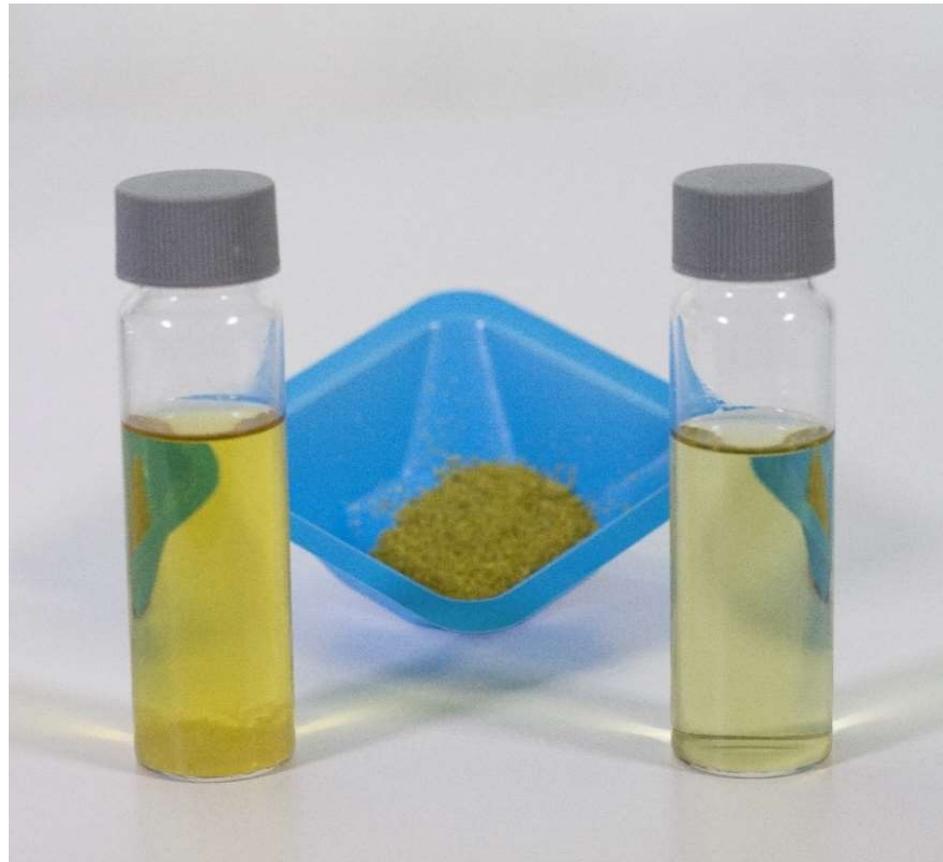
Tiempo (min)	Flujo (mL/min)	%A	%B
Inicial	0.45	95	5
4	0.45	5	95
5.5	0.45	5	95
5.75	0.45	95	5
6	0.45	95	5

- La cuantificación se basó en una curva de calibración multinivel de 6 puntos usado en el Monitoreo de Reacciones Múltiples

# Extractos de Fresas



# Extractos de Lúpulo



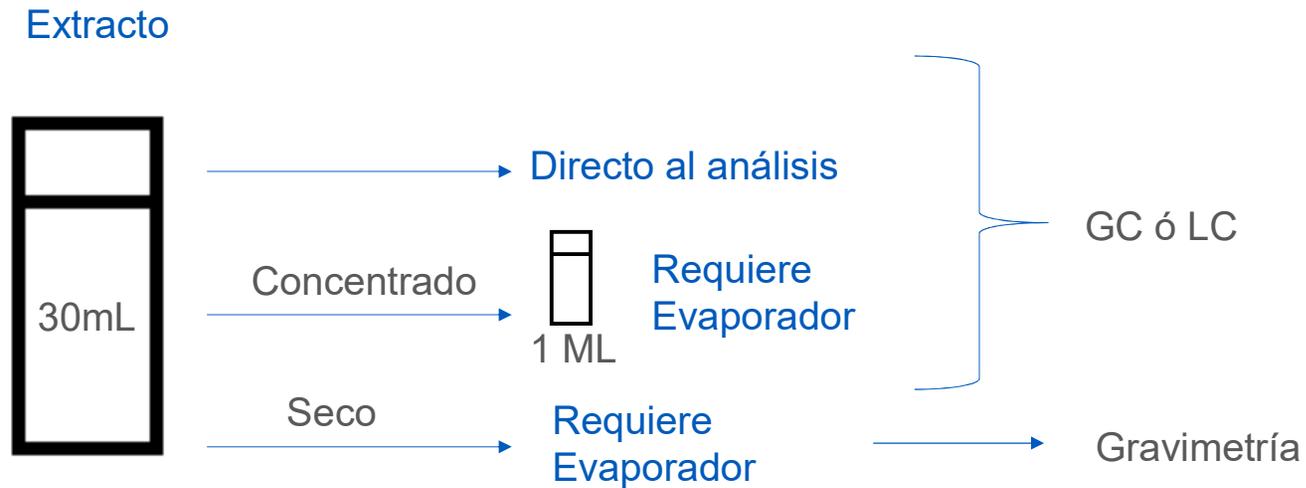
## Datos de %Recuperación de muestras dopadas de Arroz y Fresas

<b>Pesticida</b>	<b>Arroz</b>	<b>Fresas</b>
Tokuthion	87	93
Guthion	90	90
Dichlorvos	88	120
Methyl parathion	95	107
Dursban	89	100
Ronnel	90	102
Disulfoton	92	92
Mocap	94	109

## Datos de %Recuperación de muestras dopadas de Aguacate y Lúpulo

<b>Pesticida</b>	<b>Aguacate</b>	<b>Lúpulo</b>
Tokuthion	86	102
Guthion	85	102
Dichlorvos	116	98
Methyl parathion	107	98
Dursban	93	107
Ronnel	97	105
Disulfoton	89	101
Mocap	93	102

# Tips Después de la Extracción



# Sistemas Automáticos QuEChERS



Gerstel MPS3



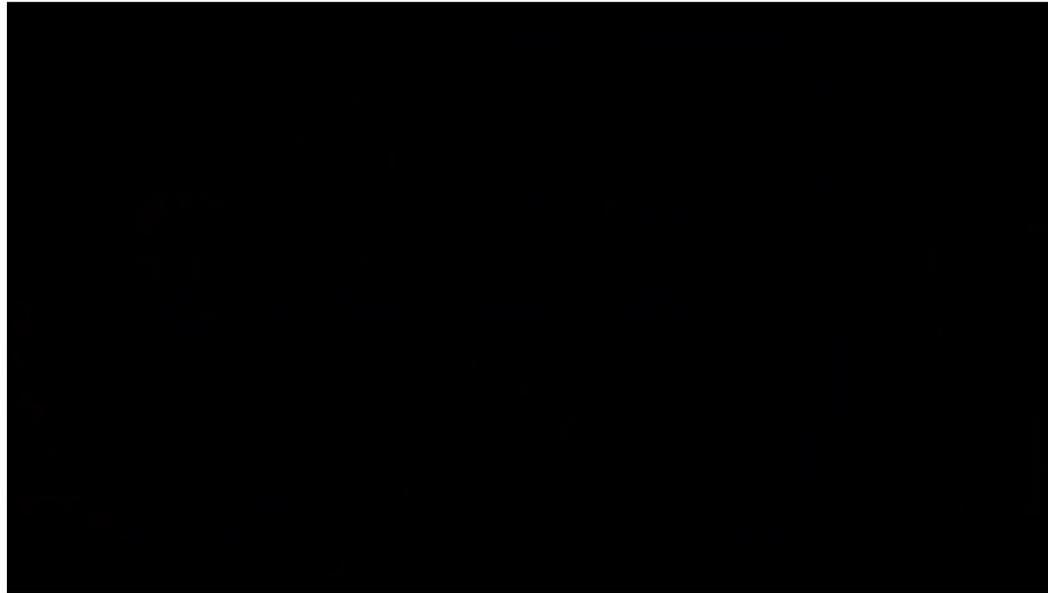
Teledyne Tekmar AutoMate-Q40

44"H x 64"W x 27"D

- J2 Scientific PrepLink
- Tecan Freedom EVO

# Video QuEChERS Automáticos

<https://www.youtube.com/watch?v=82OpFGSgBIQ>



# Sistemas Automáticos QuEChERS



Teledyne Tekmar AutoMate-Q40

El Sistema AutoMate-Q40 automatiza las siguientes funciones de preparación de muestras

- Dispensado/Pipeteado de Líquidos
- Mezclado por agitador vórtex
- Agitación de Viales
- Abrir/Cerrar viales de muestra
- Adición de reactivos sólidos (ej. sales, buffers)
- Identificación de niveles de líquido
- Decantación
- Centrifugación
- Dopaje de matrices
- Limpieza dSPE

# EDGE *Versus* QuEChERS Automáticos

- Los sistemas automatizados robóticamente automatizan el proceso QuEChERS
- EDGE es una nueva tecnología y alternativa a QuEChERS



¡Rápido, Simple y Eficiente!