

Trabajos Libres: Toxicología Analítica



Validación y control de calidad de un método analítico para la determinación de dialquilfosfatos en orina por cromatografía de gases-masas

Mejía-Saucedo R. L.¹, Rodríguez-López A. G.¹, Yáñez-Estrada L.^{1*}

¹Universidad Autónoma de San Luis Potosí. Av. Venustiano Carranza #2405, Col. Los Filtros, San Luis Potosí, SLP CP 78210. Tel. + 52 (444) 8262300 ext. 6636. +Correo electrónico: lyanez@uaslp.mx

Los plaguicidas son un grupo de compuestos químicos de preocupación mundial debido a los daños a la salud que ocasiona la exposición a los mismos. Por lo que la determinación de manera confiable de dichos compuestos en matrices biológicas es de gran relevancia. Según la Asociación Oficial de Química Analítica (AOAC, por sus siglas en inglés) el principal objetivo de validar un método de análisis es que éste sea específico para el analito de interés, además de ser confiable, reproducible y sensible (Horwitz, 2002). En este trabajo se muestran los resultados del proceso de Validación y del Control de Calidad de un método analítico desarrollado para cuantificar los 6 principales metabolitos de plaguicidas Organofosfo-

rados Dialquilfosfatos (DAPs) en orina. Éstos son: Dimetilfosfato (DMP), Dimetiltiofosfato (DMTP), Dimetilditiofosfato (DMDTP), Dietilfosfato (DEP), Dietiltiofosfato (DETP), Dietilditiofosfato (DEDTP). La determinación de estos compuestos provee información de la magnitud de la exposición a plaguicidas Organofosforados. Las complicaciones metodológicas con las que el analista se puede enfrentar al analizar este grupo de compuestos son: no obtener una reacción completa de derivatización, disminución de la abundancia del estándar (DETP-d10), pérdida de sensibilidad y achatamiento de los picos cromatográficos. En este trabajo se muestran las estrategias empleadas para lograr un método que cumple con los criterios de la AOAC.



Cite this paper/Como citar este artículo: Mejía-Saucedo R. L., Rodríguez-López A. G., Yáñez-Estrada L. (2016) Validación y control de calidad de un método analítico para la determinación de dialquilfosfatos en orina por cromatografía de gases-masas. *Revista Bio Ciencias* 3(4)(Supl): 56. <http://editorial.uan.edu.mx/BIOCIENCIAS/article/view/221/210>



Aplicación de la cromatografía en capa fina de alta resolución para la cuantificación de insecticidas botánicos

Angulo-Escalante M.A.¹, Salazar-Villa E.¹, Bastidas-Bastidas P.J.¹

¹Centro de Investigación en Alimentación y Desarrollo, A.C. Carretera a Eldorado Km. 5.5, Campo el Diez, Culiacán, Sinaloa, México. CP: 80111. Tel. + 52 (667)7605536 *Correo electrónico: mangulo@ciad.mx

La Cromatografía en Capa Fina de Alta Resolución (HPTLC, por sus siglas en inglés) se ha estado especializando en la cuantificación de moléculas de origen botánico con fines medicinales y/o plaguicidas. Las ventajas de utilizar este tipo de herramienta analítica son: el análisis simultáneo de distintos compuestos, como los limonoides y piretrinas, y un número elevado de análisis de muestras a bajos costos de operación. Los limonoides como la azadiractina, nimbina y salannina, que se obtienen de las semillas y hojas del árbol del Neem (*Azadiracta indica*), mientras que las piretrinas son obtenidas de las flores de plantas del género *Chrysanthemum*. El pri-

mer grupo de compuestos es aplicado, en la agricultura, para el control de plagas, mientras que el segundo, es usado, como insecticida doméstico. Recientemente se ha utilizado el sistema HPTLC para la cuantificación de los compuestos en cuestión (limonoides y piretrina), lo que lo hace una herramienta accesible para el control de calidad de las materias primas y en las formulaciones comerciales que contienen como principio activo limonoides y/o piretrinas. Por lo anterior, se estandarizarán las metodologías para la determinación de plaguicidas botánicos en materias primas y formulaciones con fines de investigación y/o servicios a empresas privadas.



Cite this paper/Como citar este artículo: Angulo-Escalante M.A., Salazar-Villa E., Bastidas-Bastidas P.J. (2016) Aplicación de la cromatografía en capa fina de alta resolución para la cuantificación de insecticidas botánicos. *Revista Bio Ciencias* 3(4) (Supl): 57. <http://editorial.uan.edu.mx/BIOCIENCIAS/article/view/221/210>



Aseguramiento de la calidad analítica de los datos generados en estudios de plaguicidas en alimentos y muestras ambientales

Bermúdez-Almada M.C.¹, Valenzuela-Quintanar A.I.¹, Gutiérrez-Coronado L.¹, Grajeda-Cota P.¹, Leal-Soto S.D.¹

¹Centro de Investigación en Alimentación y Desarrollo, A.C. Carretera a La Victoria Km 0.6 Ejido La Victoria. C.P. 83304. Hermosillo, Son. Tel +52 (662) 2892400 Ext. 228. *Correo electrónico: cbermudez@ciad.mx

Actualmente hay un gran interés en la estandarización de los sistemas de aseguramiento de calidad en los laboratorios, puesto que la aceptación y confiabilidad de sus resultados dependen de la identificación de las fuentes de variabilidad de su control y de la documentación que así lo demuestre. El aseguramiento de la calidad analítica forma parte imprescindible de los laboratorios; busca demostrar y evaluar de manera objetiva y documentada la validez de los procedimientos utilizados para generar datos confiables. Para ello se utilizan controles trazables a materiales de referencia certificados, validación de metodologías, participación en programas de control mediante comparaciones interlaboratorio,

además de los propios programas de garantía de calidad internos desarrollados e implantados por los laboratorios. Se desarrolló y validó un método para la determinación de plaguicidas en alimentos y suelos agrícolas mediante un proceso de extracción empleando dispersión de matriz en fase sólida y cuantificación por cromatografía de gases. Se estableció la linealidad del sistema y del método, precisión, exactitud y límites de detección y cuantificación. Los parámetros de validación analíticos determinados estuvieron dentro de los límites establecidos por el Departamento de Agricultura de los Estados Unidos lo cual indica la validez del método desarrollado para la determinación de plaguicidas.



Cite this paper/Como citar este artículo: Bermúdez-Almada M.C., Valenzuela-Quintanar A.I., Gutiérrez-Coronado L., Grajeda-Cota P., Leal-Soto S.D. (2016) Aseguramiento de la calidad analítica de los datos generados en estudios de plaguicidas en alimentos y muestras ambientales. *Revista Bio Ciencias* 3(4)(Supl): 58. <http://editorial.uan.edu.mx/BIOCIENCIAS/article/view/221/210>



Síntesis del metabolito M5 de la vinclozolina

Verdín-Betancourt F.A.¹, López-González, M.L.¹, Cruz-Hurtado M.¹, Galot-Linaldi J.², Rojas-Méndez, M.L.¹, Escobar-Wilches, D.C.¹, Sierra-Santoyo, A.^{1*}

¹Departamento de Toxicología. ²Laboratorio de Microscopía del LaNSE, Centro de investigación y estudios avanzados del Instituto Politécnico Nacional (CINVESTAV-IPN). Av. IPN No. 2508, Col. Zacatenco. México D.F. Tel. +52 (55) 5747 3800, Ext. 5420 *Correo electrónico: asierra@cinvestav.mx

La vinclozolina (V) es un fungicida autorizado en nuestro país para aplicarse en diversas frutas y verduras. La V se absorbe fácilmente y se metaboliza a por lo menos 9 metabolitos. El metabolito M5 es el principal producto metabólico detectado en el suero, órganos y tejidos, y representa más del 85% del total de los productos de eliminación en la orina. La V y sus metabolitos denominados M1 y M2 están clasificados como disruptores endocrinos debido a la inhibición competitiva del receptor de andrógenos (RA). Sin embargo, los efectos anti-androgénicos asociados a la V no pueden ser completamente explicados por estos compuestos. Debido a que el metabolito M5 no está disponible comercialmente para llevar a cabo su caracterización toxicológica, el objetivo de este trabajo fue sintetizar el metabolito M5, lo cual en un futuro permitirá evaluar su toxicidad y sus

propiedades anti-androgénicas. El metabolito M5 se sintetizó a partir de la V y el metabolito M2 por medio de la reacción de Sharpless con algunas modificaciones, esta reacción incluye el uso de OsO₄, diéter hidroquinidina-1,4-ftalazinedil, ferrocianuro de potasio, metilsulfonamida y carbonato de potasio, todo esto incubado en agua:butanol 1:1 durante 24 h a temperatura ambiente. Los productos de la reacción se analizaron por medio de HPLC/DAD/MSD, la identificación de M5 se realizó por medio del t_{ret} , el espectro UV y espectrometría de masas utilizando un estándar aislado y purificado. Estos resultados indican que el metabolito M5 se puede sintetizar a partir de V y M2 por medio de la reacción de Sharpless, lo cual representa una buena alternativa para sintetizar una cantidad elevada del compuesto para llevar a cabo la evaluación toxicológica.



Cite this paper/Como citar este artículo: Verdín-Betancourt F.A., López-González, M.L., Cruz-Hurtado M., Galot-Linaldi J., Rojas-Méndez, M.L., Escobar-Wilches, D.C., *et al.* (2016) Síntesis del metabolito M5 de la vinclozolina. *Revista Bio Ciencias* 3(4) (Supl): 59. <http://editorial.uan.edu.mx/BIOCIENCIAS/article/view/221/210>