Determinación de residuos de plaguicidas organoclorados POR gc-µECD en frutos de PIÑA (*Ananas comosus L.*) variedad Golden MD2 en el departamento del Quindío

Determination of organochlorine pesticides residue by gc-µECD in pineapple fruits (*Ananas comosus L.*) variety golden MD2 in Quindio's Department

Pinzón Magda Ivonne[1]., Londoño Alfonso[2]., Blach Diana[1]., Gutiérrez Jorge Andres[2]., Rojas Andres Mauricio[2].

[1]Laboratorio de Investigaciones en Postcosecha, [2]Laboratorio Plaguicidas y Salud, Universidad del Quindío, Calle 12 N Carrera 15, Armenia, Colombia. Tel.: +57-6-7460196; fax: +57-6-7460152, Email: mipinzon@uniquindio.edu.co

RESUMEN

En este estudio se analizaron frutos de piña (*Ananas comosus L.)* variedad Golden MD2, procedentes del municipio de Montenegro, Quindío. Se realizó la caracterización fisicoquímica (pH, peso, % de humedad, color) de muestras de cuatro (4) diferentes lotes, escogidos previamente por su distribución y ubicación dentro de la plantación. Se identificaron muestras con una madurez intermedia. Se identificaron y cuantificaron residuos de plaguicidas organoclorados por cromatografía de gases con detector de microcaptura de electrones, en la metodología se uso una extracción liquido–liquido (ELL), eliminado posteriormente los compuestos interferentes en el análisis mediante un *clean up* usando florisil; los plaguicidas se analizaron mediante cromatografía de gases, evidenciando como resultado la presencia de plaguicidas organoclorados como beta BHC, delta BHC, gama BHC, Heptacloro, Heptacloro epóxido, Endosulfán I, Endosulfán II, 4,4 DDE, Endrín aldehído, Aldrín. Identificándose para todos los lotes analizados mayores concentraciones en la parte externa que la interna del fruto para los plaguicidas analizados.

Palabras clave: Cromatografía de Gases, Piña, plaguicidas organoclorados, *Ananas comosus.*

ABSTRACT

This study was based on the analysis of pineapple fruits (*Ananas comosus L*) variety Golden MD2, from Montenegro municipality of Quindío. The physiochemical characterization (pH, weight, % humidity, color) of samples was carried out for four (4) different lots, chosen previously for their distribution and location inside the plantation. Samples were identified with an intermediate maturity. The organochlorine pesticides residues were identified and quantified by gas chromatography with a micro electron capture detector, in methodology was used a liquid-liquid extraction (LLE); followed by the elimination of interference compound in the sample using a Clean Up with florisil. The analysis founded a relative high concentration of beta BHC, delta BHC, gama BHC, Heptachloro, Heptachlorine epóxide, Endosulfán I, Endosulfán II, 4,4 DDE, Endrín aldehyde, Aldrín; Identifying at all analyzed lots the higher pesticide concentrations at external part of fruit.

Keywords: Gas Chromatography, Pineapple, organochlorine pesticide, *Ananas comosus.*

Para citar este articulo: Pinzón MI, Londoño A, Blach D, Gutiérrez JA, Rojas A M. Determinación de residuos de plaguicidas organoclorados POR gc-µECD en frutos de PIÑA (*Ananas comosus L.*) variedad Golden MD2 en el departamento del Quindío. Bistua .2011;9(2):4-8

+Autor para el envio de correspondencia y la solicitud de separatas: Pinzón MI Laboratorio de Investigaciones en Postcosecha. Universidad del Quindío, Calle 12 N Carrera 15, Armenia, Colombia. Tel.: +57-6-7460196; fax: +57-6-7460152, Email: **mipinzon@uniquindio.edu.co**

Recibido: Febrero 20 2010 Aceptado: Abril 22 2011

INTRODUCCIÓN

La piña (*Ananas comosus L*) es originaria de una amplia zona de América tropical y una de las frutas tropicales más importantes en el mercado mundial.Colombia y otros países latinoamericanos, por sus características climáticas y la calidad de sus suelos tienen excelentes posibilidades para la producción de frutas tropicales como la piña (Universidad Nacional de Colombia, et al., 1993)

El uso de productos químicos de origen orgánico para el control de pestes en la agricultura se ha incrementado apreciablemente en Colombia desde su introducción alrededor de 1950 y un elevado porcentaje de los plaguicidas utilizados a nivel mundial corresponde a plaguicidas de origen orgánico. El empleo de plaguicidas de origen orgánico ha permitido obtener mejores calidades y mayores cosechas con respecto a la época en que se usaban solamente plaguicidas de origen inorgánico; sin embargo, los productos orgánicos son más difíciles de eliminar de los alimentos que las sales inorgánicas y por lo tanto han creado el problema potencial de residuos de plaguicidas altamente tóxicos para el ser humano y medio ambiente. La alta demanda en el uso de plaguicidas genera consecuencias que afectan los ecosistemas generando desequilibrios; no sólo afecta a los agricultores, sino también a los consumidores; esto se debe a la residualidad que se genera en los alimentos (Castro, *et al.,* 2005).

La piña (*Ananas comosus L*) es originaria de una amplia zona de América tropical y una de las frutas tropicales más importantes en el mercado mundial. Colombia y otros países latinoamericanos, por sus características climáticas y la calidad de sus suelos tienen excelentes posibilidades para la producción de frutas tropicales como la piña (Universidad Nacional de Colombia, et al., 1993)

El uso de productos químicos de origen orgánico para el control de pestes en la agricultura se ha incrementado apreciablemente en Colombia desde su introducción alrededor de 1950 y un elevado porcentaje de los plaguicidas utilizados a nivel mundial corresponde a plaguicidas de origen orgánico. El empleo de plaguicidas de origen orgánico ha permitido obtener mejores calidades y mayores cosechas con respecto a la época en que se usaban solamente plaguicidas de origen inorgánico; sin embargo, los productos orgánicos son más difíciles de eliminar de los alimentos que las sales inorgánicas y por lo tanto han creado el problema potencial de residuos de plaguicidas altamente tóxicos para el ser humano y medio ambiente. La alta demanda en el uso de plaguicidas genera consecuencias que afectan los ecosistemas generando desequilibrios; no sólo afecta a los agricultores, sino también a los consumidores; esto se debe a la residualidad que se genera en los alimentos (Castro, *et al.,* 2005).

Instrumental: La determinación de los plaguicidas se realizo en un cromatógrafo de gases HP 6890 N dotado con un detector de microcaptura de electrones µ-ECD, un inyector split/splitless, las temperaturas del inyector y del detector permanecieron a 250 y 300°C respectivamente, columna Supelco Equity-5 (0,25mm I.D x 0,25µm film x 30m) 95% polidimetilsiloxano, 5% polidifenilsiloxano. Rampa de temperatura: 110ºC (2min) hasta 163ºC (1min) a 7ºC/min., después a 1ºC/min., hasta 180ºC (1min), sube a 5ºC/min., hasta 209ºC (1min), luego hasta 225ºC(0min) a 2ºC/min. Y por ultimo sube a 7ºC/min., hasta 280ºC (4min), como gas de arrastre (fase móvil) se utilizo Nitrógeno grado UAP con un flujo de 1,7 ml/min.

Rotavapor Heidolph Laborota 4003, vortex IKA JK MS1, homogenizador IKA T25 digital ultraturrax.

Proceso de Limpieza (Clean up): La limpieza para este tipo de matriz se realizó mediante una columna empacada con sulfato de sodio anhidro para reducir el porcentaje de humedad y florisil para eliminar interferentes de alto peso molecular que contienen como pigmentos, ceras, proteínas entre otros.

Procedimiento de extracción: Para la identificación de plaguicidas en las diferentes muestras el fruto es separado en dos matrices de estudio (parte interior y exterior de la piña) (Fig 1).

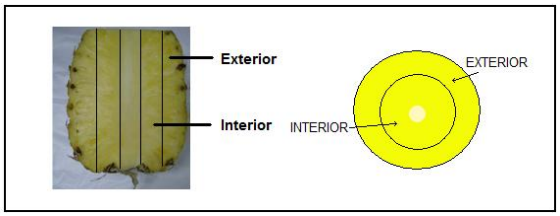


Figura 1. Matrices de estudio mostradas en un corte transversal del fruto.

La extracción se realizo por triplicado para cada muestra siguiendo el siguiente procedimiento (Figura 2):

ISSN 0120-4211 4-8

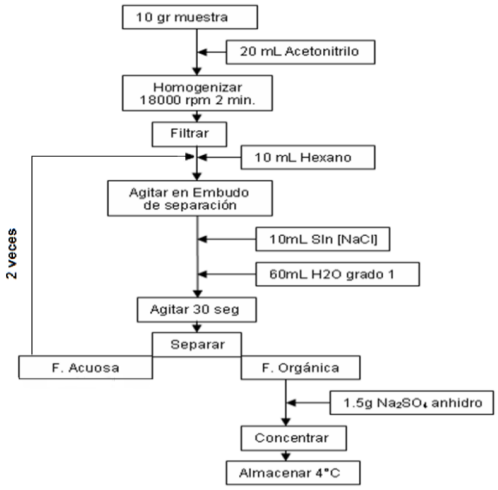


Figura 2. Procedimiento de extracción de plaguicidas en piña (Annas comosus L.)

Para evitar pérdidas de los analitos de interés las muestras no deben durar más de 20 días almacenadas en el refrigerador. Una vez "limpias" y concentradas se inyectan 1µl en el cromatografo de gases.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Análisis Fisicoquímicos

La materia prima obtenida (piñas Golden MD2) se clasifico fisicoquímicamente para obtener datos iniciales del producto estudiado, su estado de madurez y demás propiedades representativas del producto (tabla 1).

Tabla1. Características fisicoquímicas, piña Annas comosus L. variedad Golden MD2, en estado intermedio de madurez.

PIÑA	Peso (gr)	pH	Humedad (%)
1	1114,833	3,537	86,707
2	1309,367	3,810	83,797
3	1164,833	3,500	87,270
4	1122,800	3,747	83,557
Promedio	**1169,007**	**3,635**	**86,137**

Teniendo en cuenta el proceso de maduración del producto, los frutos recolectados se analizaron en un estado intermedio de madurez (madurez optima de consumo y comercialización), Esta se relaciona directamente con el color encontrado en la pulpa de los distintos frutos analizados mediante el uso de colorimetría, la figura 3 muestra la representación de este en el plano cromático a* - b* con una notable tendencia hacia el verde – amarillo claro.

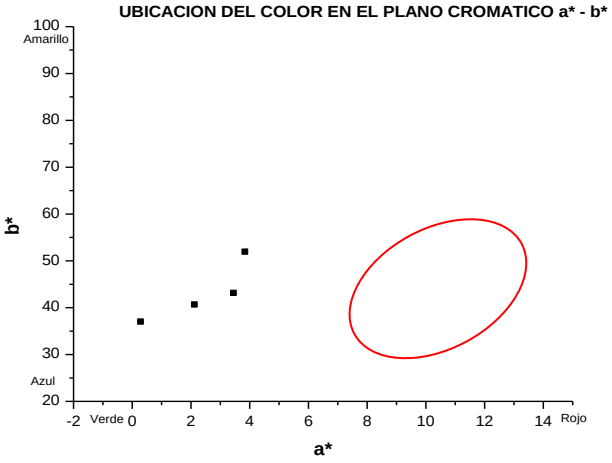


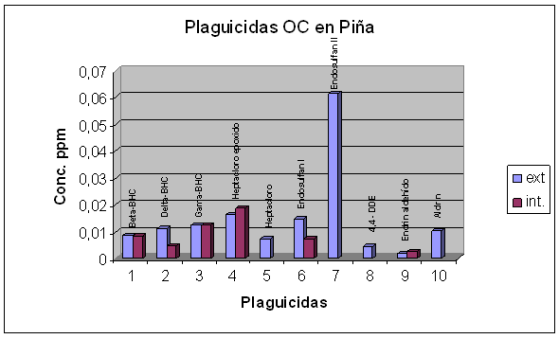
Figura 3. Ubicación del color de la piña(Annas comosus L.) variedad Golden MD2, en estado intermedio de madurez, en el plano cromático a* - b*.

Teniendo en cuenta su clasificación fisicoquímica se obtuvo como resultado (tabla1). Una identificación según el peso promedio del fruto en la categoría B que comprende frutos con peso comprendido entre 1 y 1.5 Kg. (INFOAGRO, 1997). Si comparamos los resultados obtenidos con estudios previos de otros autores comprobamos que estos datos de pH y Humedad están dentro de los valores normales para este tipo de fruto.

Análisis cromatográfico de plaguicidas

Para la identificación de plaguicidas en las diferentes muestras se separo el fruto en dos partes (interior y exterior).

El análisis cromatográfico realizado a las diferentes muestras evidencia la presencia de plaguicidas organoclorados (beta BHC, delta BHC, gama BHC, heptacloro, heptacloro epóxido, endosulfan I, endosulfan II, 4,4 DDE, endrin aldehído, aldrin), (figura 4)



ISSN 0120-4211 4-8

Figura 4. Concentración de plaguicidas organoclorados en la parte interior y exterior de la piña (Ananas comosus L.) variedad Golden MD2, en estado intermedio de madurez.

Los plaguicidas organoclorados en la figura 4 presentan grandes concentraciones, donde los más representativos son: gama-BHC (0,0124 ppm), heptacloro epoxido (0,0181 ppm), endosulfan I (0,0147 ppm), endosulfan II (0,0613 ppm), delta-BHC (0,0111ppm) y no se puede pasar por alto uno de los plaguicidas mas toxicos y que genera grandes daños a la salud pública y el medio ambiente como es el Aldrin con 0,01 ppm Identificados en la parte externa e interna del fruto.

Se puede observar que en la mayoría de las muestras analizadas la mayor concentración de los residuos de plaguicidas se encuentra en la parte exterior del fruto, este comportamiento muestra el movimiento de estos compuestos tóxicos a través de la pulpa generando residualidad ilimitada, ya que al realizar las correspondientes fumigaciones estos plaguicidas reposan sobre la cáscara del fruto para luego ser absorbidos y dirigidos al interior del fruto. Evidenciado de esta manera la necesidad de implementar normas de calidad que impidan el uso de estos compuestos o en su defecto reforzar los programas vigentes actualmente de vigilancia y monitoreo de plaguicidas en alimentos, al igual que nuevos métodos de control de plagas que no representa peligro a la salud humana, teniendo en cuenta que plaguicidas como el *Endosulfan* están prohibidos por la legislación nacional por la resolución 1311 de 21 de Junio de 2001 del ICA.

Según la legislación de la unión europea en la revisión de marzo del 2007 establece los límites máximos permitidos para contaminantes químicos en alimentos (piña), regidos por el CODEX ALIMENTARIUS, donde la comunidad andina se rige; en nuestro caso por la resolución Nº 2906 del ministerio de la protección social de la república de Colombia.

El Codex Alimentarius solo establece los límites de residualidad para dos de los 10 plaguicidas encontrados en este estudio (tabla 2):

*Tabla 2.Límites Máximos de Residuos de plaguicidas Organoclorados en piña (Ananas comosus L.) variedad Golden MD2. (*CODEX ALIMENTARIUS, 2008*)*

Plaguicida	***Valor***	
HEPTACLORO	*LMR (mg/kg)*	0.01
HEPTACLORO EPOXIDO	*LMR (mg/kg)*	0.01

7

Teniendo en cuenta este valor en comparación al encontrado en este estudio se puede observar que la concentración de el isómero Heptacloro epóxido supera lo establecido por el Codex alimentarius tanto en el interior como en el exterior del fruto; además de ello es alarmante las altas concentraciones que se encontraron de endosulfan y sus isómeros donde el más representativo es el Endosulfan II que tiene una concentración de casi 6 veces el heptacloro y sin dejar atrás que es de categoría toxicológica I (extremadamente toxico) es decir, que los frutos analizados no cumplen con los requisitos mínimos de salubridad para ser consumidos por la población humana.

De esta forma entonces se puede demostrar que existe fumigación desmesurada y con productos no permitidos en los principales alimentos de la dieta alimentaria; esta particular acción se ve reflejada en los resultados obtenidos por el análisis, evidenciado de esta manera por la permanencia de estos productos tóxicos en los cultivos a través del tiempo.

CONCLUSIONES

Se Identifico y cuantifico residuos de plaguicidas organoclorados en los frutos de piña variedad Golden MD2, analizando su residualidad en las diferentes partes del fruto evaluadas en este estudio.

Se encontró residualidad de 10 plaguicidas organoclorados: beta-BHC, delta-BHC, gama-BHC, Heptacloro, Heptacloro epóxido, Endosulfán I, Endosulfán II, 4,4-DDE, Endrín aldehído, Aldrín. Identificándose para la mayoría de los casos mayores concentraciones en la parte externa del fruto.

De los plaguicidas que se determinaron, los que presentan mayores concentraciones fueron gama-BHC (0,0124 ppm), heptacloro epoxido (0,0181 ppm), endosulfan I (0,0147 ppm), endosulfan II (0,0613 ppm) reflejando la alta residualidad que genera este tipo de fruto.

Referente a la comparación con la legislación establecida, solo se encuentra el límite máximo permitido para dos de los plaguicidas encontrados en este estudio, y es superado tanto en el interior como en el exterior y a demás de ello se determino la presencia en altas concentraciones de compuestos prohibidos por legislación nacional.

AGRADECIMIENTOS
Universidad del Quindío

ISSN 0120-4211 4-8

REFERENCIAS BIBLIOGRAFÍCAS

Castro PA, Ramos JP. (2005). Determinación de residuos de plaguicidas organofosforados en muestras de tomate de la ciudad de Bogotá (Universidad de los Andes, Bogotá, Colombia), Disponible en: http://www.guaica.uniandes.edu.co:5050/dspace/bitstream/1992/661/1/mi_1106.pdf.

Codex Alimentarius. (1996). Programa Conjunto FAO/OMS sobre normas alimentarías. 2 ed. Roma: Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación, Organización Mundial de la Salud. Roma. 473 p. Disponible en (www.codexalimentarius.net). Consultada el 6 de agosto de 2007.

Farias D, Guerrero J, Lozano A, y Piedrahita W. (2004). Estudio de residuos de permetrina en un cultivo de tomate. Rev. Agronomía Colombiana, 2004. 22 (1): 74-80

Guerrero JA. (2003). Estudio de residuos de plaguicidas en frutas y hortalizas en áreas especificas de Colombia. Facultad de Ciencias, Departamento de Química, Universidad Nacional de Colombia, Bogotá. Rev Agronomía Colombiana. 21(3): 198-209.

ICA. (1987). Resolución 366. Cancelan las Licencias de Venta de los insecticidas Organoclorados que contengan los ingredientes activos: Aldrin y Heptacloro en su composición. Disponible en: (www.ica.gov.co). Consultada el 28 de octubre de 2007.

ICA. (1988). Resoluciones 531, 540, 723, 724 y 874. Cancelan las Licencias de Venta de los insecticidas Organoclorados que contengan los ingredientes activos: Aldrin, Heptacloro, Dieldrin, Clordano y Canfecloro en su composición. Disponible en: (www.ica.gov.co). Consultada el 28 de octubre de 2007.

Martínez J, Egea F, y Martínez M. (1998). Disminution of chlorpyrifos and chlorpyrifos oxon in tomatoes and green beans grown in greenhouse, *J. Agric.Food Chem*, 46, 1440-1444.

Ministerio de la Protección Social. (2003). Instituto nacional de salud. Organización panamericana de la salud. Protocolo de vigilancia en salud pública de las intoxicaciones agudas y crónicas por plaguicidas. Bogotá. pp. 1-26.

Singh KS, Pandey, Khan M, y Singh S. (1983). Residues of aldicarb in coconut, *Pestic. Sci*, 14, 441-443.

Universidad Nacional de Colombia, Seccional Palmira., Instituto Colombiano Agropecuario ICA., Fundación Centro Frutícola Andino. (1993). Memorias Primer Simposio Latinoamericano de Piñicultura. Cali, Colombia.

ISSN 0120-4211 4-8