



“Nuevas aproximaciones para el análisis de contaminantes orgánicos en matrices alimentarias con elevado contenido graso”

Autor: **Delia Castilla Fernández**

Directores: Dr. Juan Francisco García Reyes y Dr. David Moreno González
Grupo de Investigación Química Analítica de la Universidad de Jaén (FQM-323), Departamento de Química Física y Analítica, Universidad de Jaén
Día y lugar defensa: 24 de enero de 2023. Universidad de Jaén.

Resumen:

Esta tesis se enfoca en el desarrollo de metodologías analíticas para la determinación de xenobióticos en matrices alimentarias complejas. La Unión Europea regula el contenido máximo de contaminantes y residuos en alimentos a niveles de $\mu\text{g kg}^{-1}$, por lo que son necesarias técnicas analíticas altamente sensibles y selectivas. Concretamente, en esta tesis doctoral se han desarrollado métodos para la cuantificación multiresiduo de diferentes familias de plaguicidas, medicamentos de uso veterinario, micotoxinas o contaminantes ambientales empleando cromatografía de líquidos de ultra elevada eficacia (UHPLC) o cromatografía de gases (GC) acopladas a espectrometría de masas (MS).

La fuente de ionización es el elemento clave en el acoplamiento entre el sistema cromatográfico y el espectrómetro de masas, sin embargo, es donde se origina el denominado efecto matriz. Éste consiste en un cambio de la señal instrumental del analito debido a compuestos co-eluyentes que compiten con él en el proceso de ionización. El efecto matriz es mucho más problemático en alimentos con un alto contenido graso, por encima de 2% de lípidos, ya que parte de los componentes de la matriz pueden ser co-extraídos con los analitos en la etapa de extracción.

Para minimizar el efecto matriz en alimentos grasos, en esta tesis se propusieron varias estrategias. En primer lugar, la inclusión de una etapa de limpieza basada en extracción en fase sólida (SPE) o en extracción en fase sólida dispersiva (d-SPE) empleando diferentes sorbentes. Tres de los trabajos evaluaron el uso de sorbentes específicos, los cuales fueron capaces de retirar los lípidos co-extraídos y minimizar el efecto matriz en el análisis de plaguicidas y/o medicamentos de uso veterinario en leche, huevo y salmón mediante UHPLC-MS/MS. Sin embargo, para la determinación de micotoxinas en nueces mediante UHPLC-MS/MS, la inclusión de una etapa de limpieza no fue efectiva, por lo que se estudió el efecto de una mayor dilución de un extracto, enfoque *Dilute-and-Shoot*. Se concluyó que si la separación cromatográfica tiene una resolución aceptable y la instrumentación es lo suficientemente sensible, un factor dilución alto es suficiente para eliminar el efecto matriz. Por último, para la determinación de hidrocarburos aromáticos monocíclicos en aceite de oliva mediante headspace-GC-MS se evaluó el empleo de una fuente de ionización suave basada en un diseño de descarga miniaturizado llamada *Controlled-Atmosphere Flexible Microtube Plasma* (CA-F μ TP) frente a la fuente por impacto electrónico (EI). Se demostró el potencial del sistema GC-CA-F μ TP-MS para la obtención de un efecto matriz despreciable y la cuantificación de estos compuestos muy por debajo de los límites europeos.