**Aplicación analítica de microextracción asistida por ultrasonido de muestras empaquetadas con membrana porosa para la determinación de clorpirifos en vegetales**

Reynals Marcángeli A (1), Robles A (1), Iurlina M (1), Saiz I (1).

(1) Laboratorio de Bromatología, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad Nacional de Mar del Plata, Mar del Plata (7600), Buenos Aires, Argentina.

Dirección de e-mail: aliciadrobles@gmail.com

El insecticida organofosforado de amplio espectro, clorpirifos, es utilizado para el control de plagas en la producción de verduras, frutas y cereales. Es altamente tóxico para humanos, y las vías de exposición más comunes son residuos en los alimentos o agua potable contaminada. La intoxicación aguda puede causar convulsiones, parálisis respiratoria y muerte, y la exposición prenatal puede causar daños en el desarrollo del feto. Asimismo, puede actuar como disruptor endócrino. A pesar de estar prohibido por la Agencia de Protección Ambiental (EPA) y la Unión Europea (UE), su uso sigue siendo extendido en países de América Latina. Se han detectado residuos de este pesticida en vegetales de hojas verdes, frutas e incluso, en café. Para el análisis de este compuesto en matrices sólidas como alimentos, una de las técnicas más utilizadas por su sencillez y efectividad es la extracción sólido-líquido por el método de Soxhlet. Sin embargo, esta técnica requiere una gran cantidad de energía, tiempo, volumen de solventes orgánicos, y posibles pasos adicionales de limpieza. La alternativa investigada en este trabajo implica la extracción con disolventes asistida por ultrasonido de muestras empaquetadas en una membrana porosa (UASE-PMPS, por sus siglas en ingles). De esta manera, el proceso de extracción es limpio, rápido y fácil de acoplar a GC-MS, minimizando la generación de residuos y la cantidad de disolvente utilizado. La comparación entre los 2 tipos de extracción se enfocó desde la perspectiva de la química analítica verde, cuyos objetivos generales son el empleo de procedimientos analíticos más respetuosos con el medio ambiente y más seguros para los analistas. Se aplicaron 2 metodologías semi-cuantitativas para evaluar la calidad del impacto de los procedimientos llevados a cabo sobre el medio ambiente: el Índice de Procedimientos Verdes Analíticos (GAPI) y la calculadora Analítica Greeness (AGREE). Las muestras analizadas fueron vegetales de hoja verde, incluyendo espinaca (*Spinacia oleracea L.*), lechuga (*Lactuca sativa L.*), perejil (*Petroselinum crispum*) y acelga (*Beta vulgaris var. cicla*), obtenidas de mercados locales de Mar del Plata. Comparando ambos métodos, el gasto de hexano en la UASE-PMPS fue menor a 5 mL y el tiempo de preparación y extracción fue menor a 2 horas, mientras que para el Soxhlet se usaron 160 mL de solvente y el tiempo fue mayor a 4 horas, por cada muestra. Por otra parte, se validó la UASE-PMPS determinando linealidad (r = 0.9858), límite de detección (LOD = 2.2 µg/L), límite de cuantificación (LOQ = 6.6 µg/L), repetibilidad intra e inter-día y recuperación. Con respecto a los índices verdes, la UASE-PMPS puede ser considerada “más amigable con el ambiente o verde”, con un puntaje AGREE de 0,56 y solo 5 cajas rojas en GAPI, mientras el Soxhlet tiene un puntaje AGREE de 0,28 y 7 cajas rojas en GAPI. La técnica UASE-PMPS tiene muchas ventajas, como el proceso de extracción (rápido y sencillo), la cantidad de disolvente utilizado (mínimo), la no generación de residuos, así como su fácil implementación y bajo costo, y su aplicación en todo tipo de muestras de alimentos, tanto sólidos como líquidos.

Palabras Clave: Organofosforados, Vegetales de hojas verdes, escala micro, índices verdes.