

See discussions, stats, and author profiles for this publication at: <https://www.researchgate.net/publication/297433886>

Organophosphorus pesticide residues determination in honey

Article · January 1992

CITATIONS

2

READS

18

4 authors:



Garcia Ma

University of Santiago de Compostela

51 PUBLICATIONS 1,605 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)



Carlos Herrero Latorre

University of Santiago de Compostela

87 PUBLICATIONS 2,735 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)



M. Isabel Fernandez- Garcia

University of Santiago de Compostela

124 PUBLICATIONS 1,179 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)



Maria Julia Melgar

University of Santiago de Compostela

98 PUBLICATIONS 2,035 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)

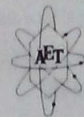
Some of the authors of this publication are also working on these related projects:



CienciaNOSA, Grupo de innovación docente en didáctica e divulgación científica [View project](#)



Elementos traza en hongos macromycetes. Trace elements in mushrooms [View project](#)



Determinación de plaguicidas organofosforados en mieles

M.A. García, C. Herrero, M.I. Fernández¹, M.J. Melgar²

Dpto. Química Analítica, Nutrición y Bromatología, Facultad de Ciencias de Lugo, 27002 Lugo

¹Dpto. Química Inorgánica, Facultad de Ciencias de Lugo, 27002 Lugo

²Dpto. de Toxicología, Facultad de Veterinaria, 27002 Lugo

Recibido 25 de junio 1992 / Aceptado 30 de septiembre 1992

Resumen. Se presentan los resultados acerca de la determinación de residuos de plaguicidas organofosforados en mieles durante un período de dos años. Los residuos fueron extraídos con disolución de acetonitrilo/agua (2:1) y posteriormente en éter de petróleo, el extracto se purificó en una columna de florisil, una vez concentrado se determinaron los niveles de plaguicidas mediante CGL con detector NP. Los análisis indican que de los 11 plaguicidas estudiados solamente se encontraron 6, en niveles considerados no perjudiciales para la salud humana.

Palabras clave: Plaguicidas organofosforados, miel, CGL, detección NP.

Abstract. Organophosphorus pesticide residues determination in honey. Results of two years study on the determination of organophosphorus pesticide residues in honey are reported. Residues were extracted with acetonitrile/water (2:1) solution, partitioned with petroleum ether, cleaned-up by florisil column, concentrated and then analysed by GLC with a NP detector. Residue analysis indicates that of these eleven substances only six can be found, but only at levels that could not be dangerous for human health.

Key words: Organophosphorus pesticide residues, Honey, GLC, NP detection.

Introducción

En los últimos años se han detectado diferentes niveles de contaminación en los alimentos y en particular en la

miel a causa de los plaguicidas organofosforados usados en el control de plagas de vegetales y de la *varroasis* [1-6]. Este estudio trata de establecer los niveles de 11 plaguicidas organofosforados en mieles de la provincia de Lugo con el fin de evaluar el posible impacto toxicológico de los mismos en la salud de los consumidores.

Material y métodos

El procedimiento de extracción utilizado para los plaguicidas organofosforados ha sido el propuesto por la A.O.A.C. [7] para muestras con alto contenido en azúcar con ligeras modificaciones, debido a que las mieles poseen un porcentaje en azúcar mayor del 75% y de agua menor de 15-30% se hizo la variación en la relación de acetonitrilo-agua de 4:1 por la de 2:1. A continuación se extrae con éter de petróleo y dicho extracto se concentra a 5 ml.

Para la determinación de los plaguicidas, el extracto etéreo se somete a una limpieza mediante cromatografía en columna de florisil eluyendo con éter de petróleo-éter etílico (15%). El extracto obtenido se concentra hasta 1 ml y se analiza mediante cromatografía de gases con columna capilar y detector NP.

Las condiciones cromatográficas empleadas fueron las siguientes: Aparato: Hewlett-Packard con detector de nitrógeno-fósforo e integrador HP-3394A, columna capilar HP-101 (metilsilicona) de 12 m × 0,2 mm × 0,2 μm y sistema de inyección splitless.

Gas portador: Nitrógeno (N-50).

Flujo split: 75 ml/min

Flujo purga: 1,05 ml/min

Flujo columna: 1,4 ml/min

Flujo make-up: 36 ml/min.

Flujo hidrógeno: 3,5 ml/min

Flujo aire: 100 ml/min

Presión en cabeza de columna: 9 psi

Relación split/columna: 53

Temperaturas: inicial 60°C (1 min); final 240°C (1 min) y rampa 30°C

Temperatura del inyector: 200°C y del detector: 250°C

Volumen de inyección: 2 μl

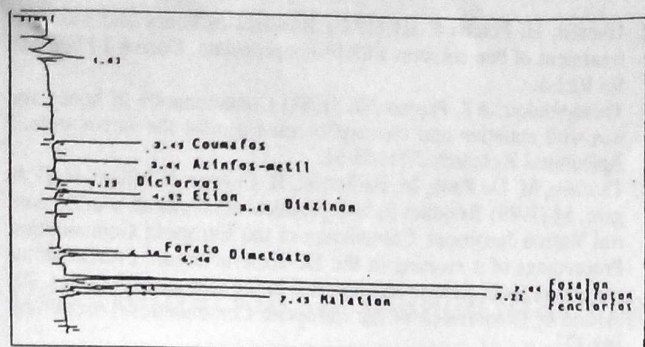


Fig. 1. Cromatograma de los plaguicidas estudiados.

En estas condiciones se logra una correcta separación de los plaguicidas por sus tiempos de retención, obteniéndose un cromatograma tipo como el que se muestra en la Figura 1.

Mediante el calibrado con patrón externo se han encontrado para estos plaguicidas unos límites de cuantificación entre 0,3 -7 ng.

Resultados y discusión

Los resultados obtenidos para el análisis de 104 muestras de miel en las que se han determinado los 11 plaguicidas organofosforados siguientes: azinfos-metil, coumafós, diazinon, diclorvos, dimetoato, disulfoton, etion, fenclorfos, forato, fosalon y malation se hallan recogidos en las Tablas 1 y 2, en las que figuran sólo los plaguicidas detectados, así como sus concentraciones.

En la actualidad, aunque en la Legislación de la CEE (D.C. 76/895/CEE, 86/362/CEE y 86/363/CEE) no existen valores de contenidos máximos de residuos en mieles, ni en la española (B.O.E. 21/3/87 y B.O.E. 9/5/90) algunos países europeos como Alemania, decreto 25/4/88 incluye la miel como producto animal y da para coumafós un valor de contenido máximo de residuos de 0,01 mg/kg y de bromopropilato 0,1 mg/kg, en Italia, según la Gazzetta Ufficiale 23/10/85 se consideran muestras no contaminadas los concentrados de alimentos con valores menores de 0,01 ppm, en Dinamarca [8] y refiriéndose a residuos de plaguicidas organofosforados en mieles fijaron en el Levnedsmiddelstyrelsen C. a. un contenido máximo de 0,01 mg/kg. Hemos considerado interesante realizar una investigación acerca de este tipo de contaminantes en la miel con el fin de establecer los contenidos habituales de los mismos.

El estudio, realizado a lo largo de un período de dos años en los que se analizaron 104 muestras de miel de la provincia de Lugo, indica la baja presencia de este tipo de contaminantes en la miel. Se encontraron concentraciones inferiores a 0,1 mg/kg en todas las muestras analizadas, con valores medios para cada plaguicida del orden 0,03 mg/kg e inferiores en la mayoría de los casos. Los datos son presentados en las Tablas 1 y 2 por el número de apariciones a cada intervalo de concentraciones, ya que es más ilustrativo al trabajar con un número tan bajo de muestras contaminadas y de concentraciones a nivel de ultratrazas.

Durante el año 1989 fue particularmente importante la incidencia de plagas en cultivos y de la varroasis, lo que lle-

Tabla 1. Número de apariciones (año 1988: 36 muestras)

µg de plaguicida por kg de miel	Azinfos-metil	Diazinon	Etion	Fosalon
0-1	—	—	2	—
1-2	2	—	1	—
2-3	—	—	1	1
3-4	—	—	—	2
4-5	—	—	—	2
5-6	—	—	—	1
6-13	1	—	—	5
13-20	—	—	—	4
21-55	—	—	—	—
>55	—	1	—	—

Tabla 2. Número de apariciones (año 1989: 68 muestras)

µg de plaguicida por kg de miel	Coumafós	Diazinon	Etion	Fosalon
0-1	1	—	2	—
1-2	6	—	4	—
2-3	1	—	—	—
3-4	4	—	1	2
4-5	—	—	—	—
5-6	—	—	—	—
6-13	1	—	—	—
13-20	—	2	—	—
21-55	1	4	—	1
>55	—	—	—	—

vó a un tratamiento con preparados conteniendo diversos tipos de plaguicidas. Este aspecto queda reflejado de forma clara en los valores hallados, los cuales son más elevados durante ese año con respecto al año 1988 (excepto una muestra que presenta una concentración de diazinon de 116 ppb) y en la detección de plaguicidas diferentes, así en el año 1988 el azinfos-metil y en el año 1989 el coumafós.

En el diagrama de la frecuencia de aparición de cada plaguicida en los años 1988 y 1989 de la Figura 2 se ob-

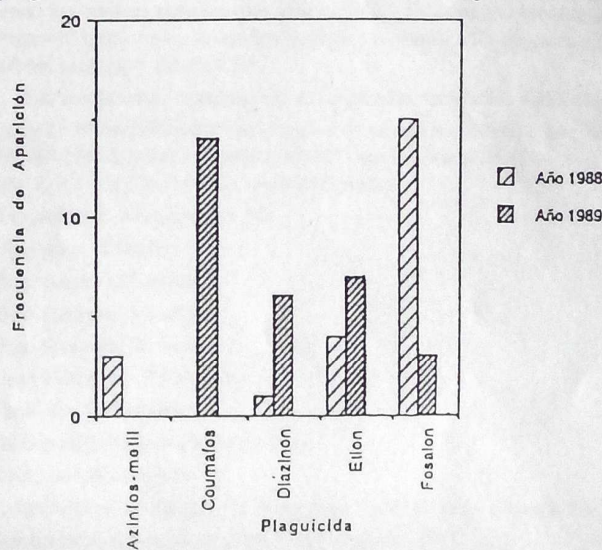


Fig. 2. Diagrama de frecuencia de aparición de los plaguicidas.

serva la variabilidad en el número de apariciones de cada plaguicida en los dos años, que es atribuible a las diferentes formulaciones que las casas comerciales ponen a la venta y están en función del tipo de plaga que se presenta cada año; así en el año 1988 el plaguicida más frecuente es el fosalon y en el año 1989 lo es el coumafós.

A la vista de los datos obtenidos y como se ha indicado anteriormente en ninguna muestra se superan los valores que se consideran aceptables en otros tipos de alimentos, puede concluirse que las concentraciones de plaguicidas organofosforados presentes en general en la miel no son tóxicos para el hombre. A pesar de ello es necesario realizar estudios monitorizados con el fin de conocer mejor los niveles de este tipo de contaminantes y poder contribuir así al establecimiento de unos valores de contenidos máximos de plaguicidas en mieles.

Bibliografía

1. Bigazzi, C (1983) Sulla presenza dei residui di insetticidi nel miele. *L'igiene Moderna* 80:3-8.
2. Hansen, H, Petersen, JH (1988) Residues in honey and wax after treatment of bee colonies with bromopropylate. *Danish J Plant Soil Sci* 92:1-6.
3. Thrasylvoulou, AT, Pappas NL (1988) Contamination of honey and wax with malation and coumaphos used against the varroa mite. *J Apicultural Research* 27(1):55-61.
4. Taccheo, M, De Paoli, M, Barbattini, R, Chiessa, F, Milani, N, D'Agaro, M (1989) Residues in hive products of chemicals used to control Varroa Jacobsoni. Commission of the European Communities, Proceedings of a meeting of the EC-Experts'Group: Present status of varroa mite in Europe and progress in the varroa mite control. Published by Commission of the European Communities. Luxemburg, 369-377.
5. Taccheo, M, De Paoli, M, Barbattini, R, Chiessa, F, Milani, N, D'Agaro, M (1989) Coumaphos decay and residues in honey samples. Commission of the European Communities, Proceedings of a meeting of the EC-Experts'Group: Present status of varroa mite in Europe and progress in the varroa mite control. Published by Commission of the European Communities. Luxemburg, 379-386.
6. Gnadinger, F (1989) The beekeeper and the residues in honey. Commission of the European Communities, Proceedings of a meeting of the EC-Experts'Group: Present status of varroa mite in Europe and progress in the varroa mite control. Published by Commission of the European Communities. Luxemburg, 365-368.
7. Horwitz, W (ed.) (1990): General Multiresidue methods for organophosphorus pesticides. A.O.A.C. Methods. 15 Ed., 466-473.
8. Wienberg, A, Guldborg, M, Honning, varestandard og uonskede stoffer (Honey, food standard and undesirable constituents). Publication 142, National Food Agency.