

# Los análisis de control de residuos de pesticidas

La utilización de pesticidas ha constituido una práctica habitual desde las primeras épocas de las labores agrícolas. Antiguamente, el uso de azufre procedente de los volcanes se utilizaba para evitar el ataque de las arañas. En la actualidad, su uso viene justificado por la necesidad de obtener, en primer lugar, producciones agrícolas económicamente rentables por su cantidad y, cada vez más, por la necesidad de que los productos dispongan de la calidad exigida por los consumidores.



Equipo para la extracción con disolventes orgánicos de residuos de pesticidas.



Cromatógrafo de gases con detector de espectrometría de masas capaz de detectar una parte en un trillón de partes de restos de pesticidas.

ÁNGEL BONILLA POLO (\*)

Las sustancias utilizadas para este fin han sufrido una gran evolución, desde el citado azufre hasta prácticamente el siglo XIX, pasando por el sulfato de cobre y el conocido «caldo bordelés». No obstante, el desarrollo de la síntesis en química orgánica en la primera mitad del siglo XX dio lugar a la aparición de gran cantidad de estos productos susceptibles de utilización como pesticidas y que pueden utilizarse para tratamientos generales o específicos de diversas plagas. Los más famosos de ellos son el D.D.T. y el 666 (exaclorociclohexano o lindano). Con su extensa utilización se consiguieron rendimientos agrícolas que paliaron las necesidades alimenticias de la población, fueron económicamente rentables para los agricultores e incrementaron los niveles de calidad exigida a los productos por los consumidores.

Pero, a partir de 1970, se comenzó a observar que la extensa utilización de estos productos, muy estudiados y ciertamente eficaces para el objetivo propuesto de tratamiento de las plagas en agricultura, permanecía en el

medio ambiente y se incorporaba en el ciclo alimenticio de ganadería y seres humanos provocando enfermedades por acumulación progresiva en diversos órganos del cuerpo como hígado y riñones. Debemos pensar en las precauciones que supone el manejo de estas sustancias en su aplicación y por ello el Departamento de Agricultura de la Diputación General de Aragón no deja de convocar cursos que pontan en conocimiento de los agricultores su uso adecuado para realizar una manipulación con los mínimos riesgos.

Estas obligaciones obligaron a los generadores de estas sustancias a conseguir que los nuevos productos químicos obtenidos tuvieran un doble objetivo: primero, que fueran eficaces en el tratamiento de las plagas, pero sólo durante un período de tiempo oportuno, para que, posteriormente, y segundo, se degradaran de forma natural a sustancias inocuas. Paralelamente a la generación de sustancias con estas dos características esenciales, se origina una legislación que establece unas normas de uso y una planificación reglamentaria de seguimiento técnico para

determinar el contenido, cualitativo y cuantitativo, de las sustancias activas que permanecen en los productos que posteriormente se comercializan y consecuentemente se consumen. Esta auténtica cadena de seguimiento, administrativa y técnica, cubre todos los aspectos, desde los estudios y controles de las sustancias iniciales, pasando por su degradación natural, hasta el control de los residuos de los productos que contienen los alimentos en origen y sus transformados posteriores.

A ello hay que añadir los controles que se realizan en productos procedentes de la agricultura ecológica, es decir, aquella que se realiza sin la utilización de pesticidas y que, hoy en día, tiene un comercio muy específico, de elevado valor añadido y que se encuentra en la actualidad en auténtica expansión.

Dentro de este esquema el Laboratorio Agroambiental (denominado en su origen Laboratorio Agrario del Ebro), dada su especialización en control analítico en todo el ciclo de la agricultura, desde suelos, aguas, fertilizantes, análisis foliar y productos agroalimentarios en origen, interviene desde 1990 en diversos programas nacionales, con implicaciones en la Unión Europea, de seguimiento de restos de pesticidas. Además, colabora con otros organismos de la Comunidad Autónoma de Aragón dentro del marco del Departamento de Agricultura y mantiene relaciones con otros laboratorios similares de otras Comunidades Autónomas y con el Laboratorio Agrario Central del Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación.

De los programas en los que participa, cabe citar los siguientes:

— Programa Coordinado de Vigilancia de Residuos, cuyo objetivo es dar cumplimiento a lo establecido por la Comisión de la Unión Europea sobre el programa coordinado de controles de residuos de pesticidas. Dentro de la DGA se coordinan en este programa el Servicio de Producción Vegetal y Regulación de Mercados Agroalimentarios, el Centro de Protección Vegetal y el propio Laboratorio Agroambiental.

— Plan Anual de Control del Uso de Productos Fitosanitarios, cuyo objetivo es dar cumplimiento a lo establecido por la normativa de la Unión Europea y española. Se trata de un programa desarrollado conjuntamente por el Servicio de Producción Vegetal y Regulación de Mercados Agroalimentarios, el Centro de Protección Vegetal y este Laboratorio Agroambiental.

— Programa Nacional de Vigilancia de Residuos de Productos Fitosanitarios en Origen, cuyo objetivo es dar cumplimiento al R.D. 280/1994, que se ha ido completando con distintos órdenes ministeriales (la última es la Orden de 22 de enero de 2001, por la que se establecen los límites máximos de residuos de plaguicidas y su control en determinados productos de origen vegetal) que garantizan la vigilancia de estos productos, evita la puesta en circulación de productos vegetales cuando sobrepasen los límites máximos de residuos establecidos y asesora para establecer los citados niveles en toda la Unión



Controles. Fachada del edificio del Laboratorio Agroambiental.

Europea. Este plan da cumplimiento a lo establecido por las directivas 90/642/CEE, 86/362/CEE y 76/895/CEE, de las que periódicamente se promulgan los correspondientes reglamentos (el último es el Reglamento 645/2000). Este programa se realiza anualmente de forma coordinada con el Servicio de Producción Vegetal y Regulación de Mercados Agroalimentarios, el Centro de Protección Vegetal y el propio Laboratorio Agroambiental.

Además de cubrir los contenidos analíticos de las muestras que suponen estos programas, se atiende a las determinaciones solicitadas por el Comité Aragonés de Agricultura Ecológica, los de diversas empresas envasadoras de productos agroalimentarios a nivel nacional e, incluso, de alguna Cooperativa Agrícola o agricultor interesados.

Sólo los citados programas suponen unas 250 muestras al año de diversos productos vegetales y, en ocasiones, también de suelos y aguas, esencialmente de la Comunidad Autónoma de Aragón como: col, coliflor, lechuga, cardo, acelga, guisantes, judías verdes, patatas, frutas de hueso y pepita, tomate, ajo, cebolla, cebada, trigo, pimiento, melón, uva, girasol y maíz.

Resumiendo la actuación de este laboratorio, una vez recibida la muestra (en cantidad suficiente, a veces varios kilos, y convenientemente refrigerada, situación en la que se conserva hasta la realización de las determinaciones y constatación de los resultados analíticos) y concretadas las determinaciones, se actúa de la forma siguiente:

1. Se procede a un cuarteo, de acuerdo con normas analíticas, para disponer de las cantidades adecuadas.

2. Se procede a la extracción a través de los disolventes prefijados en los métodos analíticos oficiales y posterior concentración del extracto en las condiciones idóneas, para disponer de una pequeña cantidad de volumen, donde los presumibles residuos de pesticidas se encuentren suficientemente concentrados para obtener resultados correctos.

3. Se procede a la determinación analítica a través de técnicas sofisticadas como cromatografía de gases con

detectores de distintos tipos, comparando los resultados con patrones de sustancias puras disponibles de todas las sustancias analizadas, llegando incluso al detector de espectrometría de masas, lo que permite unos límites de sensibilidad de partes por trillón, es decir, de una parte en un trillón de partes, que es lo actualmente exigido para determinar si los contenidos sobrepasan o no los límites prescritos por la legislación vigente.

4. Comprobados los resultados, se comunican al organismo encargado del programa o al solicitante.

En todos los procedimientos se siguen las prescripciones de los métodos oficiales de análisis de la legislación pertinente, las Normas de Buenas Prácticas de Laboratorio Prescritas por la Acreditación del mismo, en cuyo alcance se encuentran incluidas todas las determinaciones de los productos que se analizan de acuerdo con la Norma EN-45.001 y Guía ISO 25, en la que este Laboratorio se encuentra acreditado ante ENAC desde febrero de 1999 (Acreditación n.º 155/LE382), encontrándose actualmente en proceso de adaptación a la nueva Norma 17.025, que comenzará a tenerse que cumplir a partir de junio del 2000 y, naturalmente, las prescripciones de trabajo en laboratorio de la normativa de Riesgos Laborales.

Los medios puestos en juego en este proceso son variados, desde la actuación administrativa de recepción de muestras y previsiones de actualización de material fungible y reactivos, así como de los equipos inventariables de extracción y análisis, pasando por el equipo humano que

consiste en un doctor en Ciencias (sección Químicas) y un licenciado en Ciencias (sección Químicas), dos ingenieros técnicos químicos y un analista de laboratorio, todos ellos con extensa experiencia en las técnicas analíticas y las determinaciones prescritas, a los que se les exige una rápida y constante actualización, ya que los productos y límites exigidos para el cumplimiento de la normativa cada vez son más exigentes; los equipos instrumentales de análisis, además de los de preparación de las muestras, consisten en tres cromatógrafos de gases, uno de ellos dotado de detector de espectrometría de masas que tiene una antigüedad de tres años.

En cuanto a las determinaciones nos centraremos en el año 2000, en el que se dio salida a 630 muestras (lo que supuso el 11,41% de todas las muestras del Laboratorio) y se realizaron 20.012 determinaciones analíticas de productos (lo que supuso el 30,90% de todas las determinaciones del Laboratorio).

En cuanto a los resultados obtenidos, se puede comprobar en las diversas publicaciones del Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación, al que es preceptiva la comunicación de los resultados, que en ningún caso desde el comienzo de los seguimientos en 1990 se han sobrepasado los límites máximos prescritos por la legislación vigente.

(\*) JEFE DEL SERVICIO DE TRANSFERENCIA EN TECNOLOGÍA  
AGROALIMENTARIA.  
DIPUTACIÓN GENERAL DE ARAGÓN.

### Pesticidas que se determinan en el Laboratorio Agroambiental

#### SUSTANCIAS DETERMINADAS EN CADA ANÁLISIS DE MULTIRRESIDUOS (115)

Acefato	Demeton	Fenvalerato	Metribuzina	Propiconazol
Aldrin	Demeton-S-metil	Fluvalinato	Mevinfos	Quinalfos
Atrazina	Desmetrin	Folpet	Miclobutanil	Quinometionato
Azinfos-metil	Diazinon	Fonofos	Molinato	Simazina
Bifentrin	Diclofluanida	Forate	Monocrotofos	Sulfotep
Bitertamol	Dicloran	Fosalone	Naled	Temefos
Bromacil	Diclorvos	Fosmet	Nuarinol	Terbufos
Bromopropilato	Dicofol	HCH	Ometoato	Terbumetona
Bupirimato	Dieldrin	Heptaclor	Oxidemeton-metil	Terbutilazina
Captan	Difenilamina	Heptaclor-epoxido	Paration	Terbutrina
Cianazina	Dimetoato	Heptenofos	Paration-metil	Tetraclorvinfos
Ciflutrin	Endosulfan	Hexaclorobenceno	Pencinazol	Tetradifon
Cihalotrin	Endrin	Hexaconazol	Pendimotolina	Tatrametrina
Cimoxanilo	Etion	Imazalil	Pentaclorobenceno	Tiometon
Cipermetrin	Etoprofos	Iprodiona	Permetrina	Tolclofos-metil
Clordano	Etrimfos	Isofenfos	Pirazofos	Triadimefon
Clorfenvinfos	Fenamifos	Lindano	Piridafention	Triadimenol
Clorpirifos	Fenarimol	Malation	Pirimicarb	Triazofos
Clorpirifos-metil	Fenitrotion	Mecarban	Pirimifos-metil	Triclorfon
Clortalonil	Fenotrin	Metalaxil	Procimidona	Trifluralina
Clozolinato	Fensulfotion	Matamidofos	Profenofos	Vamidotion
DDT	Fention	Matolacior	Prometrin	Vinclozolin
Deltametrin	Fentoato	Metoxiclor	Propaclor	

#### BENCIMIDIAZOLES

Benomilo	Carbendazima	Ortofenilfenol	Tiabendazol
----------	--------------	----------------	-------------

#### DITIOCARBAMATOS

Ferbam	Maneb	Nabam	Tiram	Ziram
Mancoceb	Metiram	Propineb	Zineb	