



“Nuevas estrategias analíticas para la determinación de residuos de insecticidas y alcaloides ergóticos en muestras ambientales y alimentarias”

Autora: **Laura Carbonell Rozas**

Directores: Dra. Ana M^a García Campaña y Dr. Francisco J. Lara Vargas.
Grupo FQM 302-“Calidad en Química Analítica Alimentaria, Ambiental y Clínica”, Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias, Universidad de Granada, 22 de noviembre de 2021

Resumen:

En esta Tesis se han propuesto nuevas estrategias analíticas como alternativas eficientes para la determinación de compuestos considerados como agentes de riesgo químico de gran importancia en seguridad alimentaria y medioambiental. Por un lado, se han considerado insecticidas como los neonicotinoides (NNIs), el fipronil (FPN) y sus metabolitos (FPN-sulfuro, FPN-sulfona), así como el fungicida boscalid (BCL), los cuales han sido relacionados con el trastorno de colapso de colonias apícolas (CCD). Igualmente, se han considerado los alcaloides ergóticos del cornezuelo del centeno (EAs) que son micotoxinas producidas principalmente por hongos del género *Claviceps* que parasitan y contaminan los cereales. La Unión Europea ha establecido nuevas limitaciones en cuanto al uso de estos insecticidas revisando los límites máximos de residuo (LMRs) en un gran número de productos alimenticios, así como ha modificado recientemente la ingesta diaria tolerable de esclerocios del cornezuelo de centeno, estableciendo por primera vez en este año contenidos máximos de EAs en cereales.

Considerando esta problemática y la legislación vigente, en esta Tesis se han evaluado diferentes plataformas analíticas para la determinación de estos compuestos en muestras de interés. Para ello se han usado técnicas de separación miniaturizadas y eficaces como la electroforesis capilar (CE), la cromatografía líquida capilar (CLC) y UHPLC, que proporcionan un menor consumo de disolventes y tiempo de análisis en comparación con los métodos LC tradicionales. Además de la detección UV-Vis, se ha considerado la espectrometría de masas (MS) acoplada a CE y a UHPLC y se ha evaluado la incorporación de la espectrometría de movilidad iónica (IMS) en su modalidad de onda progresiva (TWIMS) a un flujo de trabajo basado en LC-MS-TOF para proporcionar información complementaria a los espectros de masas y el tiempo de retención mediante la denominada “sección transversal de colisión” (CCS). Es importante destacar que en esta Tesis se presenta por primera vez la aplicación de CLC y el uso de la cromatografía capilar electrocinética micelar (MEKC) acoplada a MS/MS para la determinación de NNIs. Además, es la primera vez que los principales EAs se han caracterizado en términos de su CCS. Igualmente, se han propuesto novedosos tratamientos de muestra que involucran diferentes metodologías de preconcentración *on-line* y *off-line* y técnicas de extracción miniaturizadas, las cuales han permitido mejorar la sensibilidad y la eficiencia de la extracción en matrices complejas.