

Elimine la grasa: eficaz extracción de lípidos con una recuperación de los analitos elevada para el análisis de muestras grasas

Los laboratorios de análisis alimentario deben satisfacer unos criterios de validación cada vez más estrictos para garantizar que el alimento sea seguro para el consumo. Muchos laboratorios utilizan el método “Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe” [rápido, sencillo, económico, eficaz, sólido y seguro] (QuEChERS) en la preparación de muestras para el análisis de contaminantes o residuos traza en los alimentos. Aunque el método es satisfactorio para diversas frutas y hortalizas, los



alimentos con un alto contenido de grasa tal como aguacate, nueces, y alimentos de origen animal suponen desafíos analíticos adicionales.

Unas pruebas de seguridad alimentaria fiables comienzan por una preparación de muestras fiable, especialmente al analizar muestras para determinar el contenido en pesticidas, fármacos de uso

veterinario, y otros compuestos potencialmente perjudiciales. La interferencia de la matriz debida a lípidos puede ocasionar problemas significativos cuando se analizan residuos a nivel de traza en muestras que contienen grasas. Sin embargo, los métodos actuales para extracción de lípidos con frecuencia sacrifican la recuperación de los analitos, al extraer los analitos objetivo junto con los lípidos. Esto puede afectar a la fiabilidad de los resultados y dificultar la consecución de los bajos límites de detección exigidos en el análisis de alimentos.

EL DESAFÍO DE LA INTERFERENCIA DE LA MATRIZ EN LAS PRUEBAS DE SEGURIDAD ALIMENTARIA

La preparación de muestras es una etapa esencial del proceso analítico, pero en matrices complejas tales como las muestras de alimentos, la preparación de muestras pueden ser un proceso laborioso que lleva mucho tiempo. Los lípidos son una matriz cuya extracción supone un desafío. Si no se extraen de forma eficaz, se pueden acumular en el instrumento y en la columna, contribuyendo al tiempo de inactividad y

reduciendo la vida útil de la columna y del instrumento. Los lípidos también pueden suprimir iones, lo que reduce la sensibilidad y reproducibilidad de los analitos en la espectrometría de masas. Debido a sus elevados niveles de sensibilidad, las técnicas de LC/MS y GC/MS se usan frecuentemente en el análisis de alimentos. Sin embargo, si los lípidos no se extraen correctamente, se pueden depositar en la fuente, aumentando la necesidad de realizar el mantenimiento del instrumento y dando como resultado un tiempo de inactividad innecesario. Finalmente, las interferencias de la matriz contribuyen al error analítico y a la variabilidad de los resultados. También afecta negativamente a la productividad del flujo de trabajo debido al tiempo perdido en la resolución de problemas y en la repetición de los análisis.

MÉTODOS ACTUALES PARA LA EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS

El análisis de contaminantes o residuos traza en muestras de alimentos se realiza frecuentemente mediante GC/MS o LC/MS, o ambos. Cada técnica tiene sus ventajas y desventajas en términos de cuantificación de analitos y efectos adversos derivados de la matriz extraída simultáneamente. Los absorbentes tales como C18/PSA y GCB se suelen utilizar para la eliminación de matrices extraídas simultáneamente para conseguir una cuantificación precisa en muestras alimentarias complejas. Sin embargo, estos absorbentes solamente proporcionan una extracción limitada de los lípidos extraídos simultáneamente y suelen ser no selectivos, dando como resultado también la pérdida de analitos.

Se comercializan otros materiales que contiene circonio, pero no son válidos para todos los tipos de lípidos y pueden retener algunos analitos de interés. Las muestras que tienen un elevado contenido en lípidos también pueden requerir limpieza usando cartuchos de extracción en fase sólida o cromatografía de permeación en gel, lo que añade tiempo y coste a lo que es, por otra parte, un análisis de rutina. En consecuencia, es necesario modificar las técnicas existentes para garantizar una extracción de lípidos eficaz de las muestras grasas antes del análisis.

EXTRACCIÓN DE LÍPIDOS: LA SOLUCIÓN

El sistema Bond Elut QuEChERS con extracción mejorada en matriz de lípidos (EMR—Lipid) de Agilent es un nuevo material absorbente que elimina selectivamente la mayoría de tipos de lípidos de la matriz de la muestra sin la indeseada pérdida de analitos, especialmente en muestras grasas (contenido en grasa > 5%). EMR—Lipid proporciona una preparación de muestras rápida sólida y eficaz para el análisis de muestras grasas usando LC/MS y GC/MS, y se utiliza en técnicas de extracción en fase sólida dispersiva (dSPE). En comparación con otros productos para limpiar la matriz, la dSPE con EMR-Lipid permite una extracción de la matriz más eficaz y una mejor recuperación de los analitos, lo que puede reducir el mantenimiento y el tiempo de inactividad de los instrumentos hasta en un 50%.

PREPARACIÓN DE MUESTRAS RÁPIDA, EFICAZ Y REPRODUCIBLE PARA MUESTRAS GRASAS

Los laboratorios de análisis alimentario se enfrentan a una presión cada vez mayor para analizar más muestras, más rápido y con más precisión que nunca anteriormente. Cuantas más muestras se inyecten en un sistema LC/MS o GC/MS sin suficiente extracción de la matriz, mayor será la posibilidad de que las interferencias de la matriz afecten al rendimiento del sistema. En última instancia, esto afectará negativamente a la productividad del laboratorio. Los siguientes ejemplos demuestran cómo el uso de EMR—Lipid puede ayudar a mejorar la productividad de los laboratorios de análisis alimentario con una preparación de muestras rápida, eficaz y reproducible.

En un estudio, se introdujo EMR—Lipid en el flujo de trabajo QuEChERS para el análisis de multiresiduos de pesticidas en aguacate mediante GC/MS/MS (<http://www.chem.agilent.com/Library/applications/5991-6097EN.pdf>). El aguacate es conocido como una matriz difícil debido a su elevado contenido en lípidos (15 a 20%). Los efectos de la matriz se evaluaron y compararon con la limpieza realizada con los absorbentes tradicionales C18/PSA y circonio, y los resultados obtenidos mediante GC/MS demostraron que EMR—Lipid proporciona una limpieza cromatográfica superior. La mayor ventaja de EMR—Lipid en esta aplicación se atribuyó al elevado grado de extracción de la matriz, que proporciona una destacada reproducibilidad al cabo de 100 inyecciones. Además, con una limpieza de muestras más eficaz, se reduce significativamente la necesidad de mantenimiento de la fuente de MS. Esto permitió analizar más muestras en lugar de tener que realizar costosos mantenimientos de instrumentos y procedimientos resolución de problemas. Estas ventajas proporcionan un valioso ahorro económico para los laboratorios que intentan reducir sus costes por análisis.

Cuando se utilizó en el análisis de multiresiduos de pesticidas en aguacate mediante LC/MS/MS (<http://www.chem.agilent.com/Library/applications/5991-6098EN.pdf>), la preparación de muestras con EMR—Lipid proporcionó una recuperación y precisión excelentes para la mayoría de pesticidas. Las recuperaciones fueron un 15% mayores para una amplia gama de analitos, con una extracción de la matriz mucho más significativa que con el absorbente de circonio. Esto demuestra la superior limpieza que se puede conseguir usando EMR—Lipid como absorbente dSPE en un flujo de trabajo QuEChERS.

La elevada selectividad de EMR—Lipid para los lípidos extraídos simultáneamente le convierte en el ideal para el análisis de muestras grasas, independientemente del contenido de grasa y del analito objetivo. Los analistas que trabajan en los exigentes laboratorios de análisis alimentario ya no tendrán que encontrar el equilibrio óptimo entre la extracción de lípidos y la recuperación de los analitos, y pueden agilizar sus procesos para conseguir mayor productividad y confianza en los resultados analíticos.