UNIVERSIDAD NACIONAL DE MOQUEGUA

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA AMBIENTAL

FACULTAD DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA

DESARROLLO Y VALIDACIÓN DE UN MÉTODO POR UHPLC-MS/MS PARA LA DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PESTICIDAS EN SUELOS AGRÍCOLAS

PRESENTADO POR:

Bach. JOSUE SADOC CALCINA FUENTES

ASESOR:

DR. FRANZ ZIRENA VILCA

CO - ASESOR:

MSC. ELVIS JACK COLQUE AYMA

LÍNEA DE INVESTIGACIÓN:

CIENCIAS AMBIENTALES - CONTAMINANTES ORGÁNICOS Y AMBIENTE

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO AMBIENTAL

ILO – PERÚ

2026

UNAM
UNIVERSIDAD NACIONAL DE MOQUEGUA

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA AMBIENTAL

Folio Nº 080

ACTA DE SUSTENTACIÓN

I. Modalidad:

Tesis : [X]
Trabajo de Suficiencia Profesional : [ ]
Otro: ..... : [ ]

II. Documento de aprobación para la sustentación:

Resolución de Consejo de Facultad Nº 276-2026-CF-FAIN-UNAM

Fecha: 12/06/2026

III. El jurado ha dictaminado la (el) tesis, TITULADO:

Desarrollo y validación de un método por UHPLC-MS/MS para la datacción y cuantificación de residuos de pesticidas en suelos agrícolas

Bachiller: Josue Sadoc Calcina Fuentes

Asesor Principal: Dr. Franz Zirana Vilca

Co-Asesor: MSc. Elvis Jack Colqua Ayma

IV. Se dictamina:

Como: aprobado por unanimidad la sustentación de manera:

Presencial [X] Virtual [ ]

Con nota: dieciséis (16) por lo que; Sí [X] No [ ]

Opta el Título Profesional de INGENIERO AMBIENTAL.

Siendo las 11:00 horas, del 26 de junio del año 2026 se procede con la firma en conformidad de lo dictaminado por el Jurado.

Edgar W. Beduya Justo
Presidente

Paulino Rus Zapana
Primer Miembro
Secretario

Nilton Beltrán Rojas Briceño
Segundo Miembro

Josue S. Calcina Fuentes
Bachiller

DEDICATORIA

A Dios, primeramente, la fuente inagotable de sabiduría por darme la persistencia y la capacidad para concluir una carrera profesional y quien se encargó de abrirme puertas. A mis padres quienes me formaron para triunfar y estuvieron conmigo durante todo el proceso con su aliento incondicional y su apoyo invaluable. A mi hermano quien fue mi ejemplo profesional. Y a quienes depositaron su confianza en mí, gracias de corazón.

AGRADECIMIENTOS

Expreso mi más profundo agradecimiento a Dios, por concederme la fortaleza, la perseverancia y la determinación necesarias para alcanzar este importante logro de mi vida. A mi familia, por ser mi apoyo incondicional, por brindarme siempre su amor y confianza, y por acompañarme en todo, especialmente en los momentos más difíciles.

A la Universidad Nacional de Moquegua y a la Escuela Profesional de Ingeniería Ambiental, por proporcionarme una sólida formación académica, un espacio para mi crecimiento personal y profesional, así como los valores que hoy forman parte de mi desarrollo como futuro profesional. A mis docentes, por compartir sus conocimientos y experiencias, por su dedicación y exigencia, y por contribuir significativamente a mi formación durante mi etapa universitaria.

Así también, manifiesto mi sincero agradecimiento a mi asesor, el Dr. Franz Zirena Vilca, por su permanente orientación, apoyo y acompañamiento durante el desarrollo de este proyecto. Su experiencia, pasión y compromiso fueron fundamentales para la culminación de esta tesis. Asimismo, expreso mi especial agradecimiento al Msc. Nilton Rojas Briceño, por haberme considerado para formar parte de este proyecto y por depositar su confianza en mí. Su capacidad de gestión y su dedicación en la elaboración de proyectos son cualidades que admiro profundamente.

Al Laboratorio de Contaminantes Orgánicos y Ambiente del IINDEP de la Universidad Nacional de Moquegua, por haberme brindado las instalaciones y los recursos necesarios para llevar a cabo esta investigación. Al proyecto titulado: “Residuos de pesticidas en suelos agrícolas de los valles de Moquegua: Detección precisa por cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas (UHPLC-MS/MS) y predicción espacial del riesgo ambiental mediante GIS y sensores remotos (RPAS)” con numero de contrato PE501087668-2024-PROCIENCIA.

Su apoyo y colaboración fueron esenciales para lograr la culminación satisfactoria de este proyecto.

RESUMEN

La creciente utilización de pesticidas en actividades agrícolas ha generado preocupación ambiental debido a la posible acumulación de residuos en suelos, lo que representa un riesgo para los ecosistemas y la salud humana. La determinación simultánea de múltiples residuos requiere métodos analíticos sensibles, selectivos y reproducibles que permitan su detección a niveles traza. La preparación de muestras se realizó mediante el método QuEChERS. El sistema analítico empleó ionización por electrospray con conmutación de polaridad y monitoreo de múltiples reacciones (MRM) específico para cada compuesto. Los límites de detección (LOD) oscilaron entre 0,0001 y 2,78 ng/g, mientras que los límites de cuantificación (LOQ) se situaron entre 0,0002 y 9,17 ng/g; estos valores fueron determinados en soluciones estándar preparadas en disolvente, por lo que corresponden a límites instrumentales. Asimismo, la mayoría de los compuestos presentó coeficientes de determinación (R^2) iguales o superiores a 0,99 evidenciando adecuada linealidad. La evaluación de la repetibilidad (intra-día) y la reproducibilidad (inter-día) mostró coeficientes de variación (CV) ≤ 20 % para la mayoría de los analitos, confirmando la consistencia del método bajo condiciones operativas variables. En conclusión, el método desarrollado demostró ser lineal, sensible, preciso y selectivo para la determinación simultánea de residuos de pesticidas en suelos agrícolas.

Palabras Clave: pesticidas, multiresiduo, suelo agrícola, QuEChERS, LC-MS/MS

ABSTRACT

The increasing use of pesticides in agricultural activities has raised environmental concerns due to the potential accumulation of residues in soils, posing risks to ecosystems and human health. The simultaneous determination of multiple residues requires analytical methods that are sensitive, selective, and reproducible, enabling their detection at trace levels. Sample preparation was carried out using the QuEChERS method. The analytical system employed electrospray ionization with polarity switching and multiple reaction monitoring (MRM) specific for each compound. Limits of detection (LOD) ranged from 0.0001 to 2.78 ng/g, while limits of quantification (LOQ) ranged from 0.0002 to 9.17 ng/g; these values were determined in standard solutions prepared in solvent and therefore correspond to instrumental limits. In addition, most compounds showed coefficients of determination (R^2) equal to or higher than 0.99, indicating adequate linearity. The evaluation of repeatability (intra-day) and intermediate precision (inter-day) showed coefficients of variation (CV) $\leq$ 20% for most analytes, confirming the consistency of the method under variable operating conditions. In conclusion, the developed method proved to be linear, sensitive, precise, and selective for the simultaneous determination of pesticide residues, demonstrating its potential applicability to matrices such as agricultural soils.

Keywords : pesticides, multiresidue, agricultural soil, QuEChERS, LC-MS/MS

ÍNDICE

INTRODUCCIÓN **1**

I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA **2**

1.1 Descripción y formulación del problema 2

1.1.1 Interrogante general 4

1.1.2 Interrogantes específicas 5

1.2 Objetivos 5

1.2.1 Objetivo general 5

1.2.2 Objetivos específicos 5

1.3 Justificación 6

1.4 Importancia 6

1.5 Variables 7

II. MARCO TEÓRICO **9**

2.1 Antecedentes 9

2.1.1 Nacionales 9

2.1.2 Internacionales 9

2.2 Bases teóricas 11

2.2.1 Validación de un método 12

2.2.2 Cromatografía 12

2.2.3 Cromatografía líquida de ultra alta resolución (UHPLC) 14

2.2.4 Suelos agrícolas 14

2.2.5 Límite de detección 15

2.2.6 Límite de cuantificación 16

2.2.7 Precisión 16

2.2.8 Selectividad 16

2.2.9 Linealidad 16

2.2.10 Reproducibilidad 17
2.3 Definición de términos 17
2.3.1 Pesticidas 11
2.3.2 Cromatografía de gases 17
2.3.3 Materia orgánica del suelo 17
2.3.4 Contaminantes emergentes 18
2.3.5 Análisis multiresiduo 18
2.3.6 Cromatografía líquida de ultra alta presión (UHPLC) 18
2.3.7 Espectrometría de masas (MS/MS) 18
2.3.8 Bioacumulación 19
2.3.9 Agricultura sostenible 19
III. METODOLOGÍA 20
3.1 Tipo y nivel de investigación 20
3.1.1 Tipo de investigación 20
3.1.2 Nivel de investigación 20
3.2 Técnicas e instrumentos para la recolección de datos 20
3.2.1 UHPLC-MS/MS 20
3.2.2 Materiales, equipos y reactivos 20
3.3 Métodos y técnicas para la ejecución de la investigación 21
3.3.1 Procedimientos 21
3.3.2 Sensibilidad 23
3.3.3 Linealidad 24
3.3.4 Precisión 25
3.3.5 Selectividad 25
3.3.6 Reproducibilidad 25
3.3.7 Evaluación de efecto matriz a través de la extracción por QuEChERS 26

3.3.8 Preparación, extracción y análisis de muestra en UHPLC 26
3.4 Análisis de datos 27
IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN 28
4.1 Resultados 28
4.1.1 Sensibilidad del método 28
4.1.2 Linealidad del método y efecto matriz 33
4.1.3 Selectividad 57
4.1.4 Precisión 102
4.1.5 Reproducibilidad 111
V. CONCLUSIONES 117
VI. RECOMENDACIONES 118
VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....119
VIII. ANEXOS 130
Anexo 1. Panel fotográfico 130
Anexo 2. Precisión del método 134

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 *Operacionalización de variables* 7
Tabla 2 *Evaluación para determinar el límite de detección* 15
Tabla 3 *Evaluación para determinar el límite de cuantificación* 16
Tabla 4 *Parámetros y valores para el análisis en el cromatógrafo* 22
Tabla 5 *Límites de detección y cuantificación para acaricidas* 28
Tabla 6 *Límite de detección y cuantificación para fungicidas* 28
Tabla 7 *Límite de detección y cuantificación para herbicidas* 29
Tabla 8 *Límite de detección y cuantificación para insecticidas* 30
Tabla 9 *Límite de detección y cuantificación para nematicidas y alguicida* 31
Tabla 10 *Linealidad del método analítico para acaricidas* 33
Tabla 11 *Linealidad de método analítico para fungicidas* 34

Tabla 12 *Linealidad del método analítico para herbicidas* 36
Tabla 13 *Linealidad del método analítico para insecticidas* 36
Tabla 14 *Linealidad de método analítico para nematicidas y alguicida* 38
Tabla 15 *Porcentaje de efecto matriz en acaricidas* 47
Tabla 16 *Porcentaje de efecto matriz en fungicidas* 47
Tabla 17 *Porcentaje de efecto matriz en herbicidas* 51
Tabla 18 *Porcentaje de efecto matriz en insecticidas* 54
Tabla 19 *Resultado de los efectos de la matriz por variación de los coeficientes angulares de las curvas en disolvente y matriz* 56
Tabla 20 *Especificaciones de transición MRM y TR para acaricidas evaluados por LC-MS/MS* 97
Tabla 21 *Especificaciones de transición MRM y TR para fungicidas evaluados por LC-MS/MS* 97
Tabla 22 *Especificaciones de transición MRM y TR para herbicidas evaluados por LC-MS/MS* 98
Tabla 23 *Especificaciones de transición MRM y TR para insecticidas evaluados por LC-MS/MS* 99
Tabla 24 *Especificaciones de transición MRM y TR para nematicidas y alguicidas evaluados por LC-MS/MS* 100
Tabla 25 *Porcentaje de precisión para acaricidas* 104
Tabla 26 *Porcentaje de precisión para fungicidas* 104
Tabla 27 *Porcentaje de precisión para herbicidas* 104
Tabla 28 *Porcentaje de precisión para insecticidas* 106
Tabla 29 *Porcentaje de precisión para nematicidas y alguicidas* 108
Tabla 30 *%CV en acaricidas, evaluados en días distintos de análisis y distintos analistas.* 112
Tabla 31 *%CV en fungicidas, evaluados en días distintos de análisis y distintos analistas.* 112
Tabla 32 *%CV en herbicidas, evaluados en días distintos de análisis y distintos analistas.* 113
Tabla 33 *%CV en insecticidas, evaluados en días distintos de análisis y distintos analistas.* 114
Tabla 34 *%CV en alguicidas y nematicidas, evaluados en días distintos de análisis y distintos analistas.* 115

Tabla 35 *Evaluación de la precisión intradía en 5 réplicas* 134
Tabla 36 *Reproducibilidad intermedia en 5 réplicas, expresada como porcentaje de recuperación, desviación estándar y coeficiente de variación en distintos días de análisis.* 141

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 *Parámetros de la validación* 12
Figura 2 *Diagrama de un cromatógrafo de gases* 13
Figura 3 *Componentes básicos de un sistema para HPLC*..... 13
Figura 4 *Diagrama del sistema UHPLC* 14
Figura 5 *Ejemplo de pico cromatográfico con buena resolución*..... 25
Figura 6 *Proceso preparación extracción de muestra*..... 27
Figura 7 *Influencia de la matriz del suelo en acefato*..... 40
Figura 8 *Influencia de la matriz del suelo en cimoxanilo*..... 43
Figura 9 *Influencia de la matriz del suelo en metomilo*..... 43
Figura 10 *Influencia de la matriz del suelo en azametifos* 44
Figura 11 *Influencia de la matriz del suelo en pirimicarb*..... 44
Figura 12 *Influencia de la matriz del suelo en tiacloprid*..... 45
Figura 13 *Influencia de la matriz del suelo en tifensulfurón-metilo*..... 45
Figura 14 *Influencia de la matriz del suelo en Oxamil*..... 46
Figura 15 *Influencia de la matriz del suelo en Quinoclamina*..... 46
Figura 16 *Cromatograma de separación de compuestos analizados por UHPC MS-MS*..... 57
Figura 17 *Transiciones por cada compuesto evaluado* 59
Figura 18 *Porcentaje de recuperación obtenido para acaricidas en 2 niveles de fortificación diferentes (5 y 100 ng/g)* 108
Figura 19 *Porcentaje de recuperación obtenido para fungicidas en 2 niveles de fortificación diferentes (5 y 100 ng/g)* 109
Figura 20 *Porcentaje de recuperación obtenido para herbicidas en 2 niveles de fortificación diferentes (5 y 100 ng/g)* 110
Figura 21 *Porcentaje de recuperación obtenido para insecticidas en 2 niveles de fortificación diferentes (5 y 100 ng/g)* 111
Figura 22 *Porcentaje de recuperación obtenido para nematicidas y alguicidas en 2 niveles de fortificación diferentes (5 y 100 ng/g)* 111

Figura 23 *Acondicionamiento del equipo* 130
Figura 24 *Tamizado de muestras de suelo* 130
Figura 25 *Pesado 5 gramos de suelo agrícola* 131
Figura 26 *Preparación de solución extractora en tubos para pruebas de recuperación* 131
Figura 27 *Homogenización de muestras en el vortex* 132
Figura 28 *Adición de sales QUECHERS* 132
Figura 29 *Sonicación de muestras de suelo* 133
Figura 30 *Colocación de muestras para el proceso de centrifugado* 133

INTRODUCCIÓN

Durante la última década, el uso de pesticidas a nivel mundial ha experimentado un incremento significativo. Estos compuestos son comúnmente aplicados para el control de diversas plagas, como roedores, malezas, hongos, parásitos y vectores de enfermedades, con el propósito de proteger y optimizar la producción agrícola a escala global (Serasinghe et al., 2024). Sin embargo, su aplicación intensiva y prolongada en suelos agrícolas ha generado crecientes preocupaciones ambientales, debido a su persistencia en el medio y su impacto negativo en los ecosistemas terrestres (Sabzevari & Hofman, 2022).

El suelo, debido a su capacidad para retener pesticidas, actúa como un sumidero de estos compuestos, convirtiéndose en el principal reservorio ambiental de residuos de pesticidas (Tudi et al., 2021). No obstante, las prácticas agrícolas modernas han deteriorado significativamente su calidad. El uso excesivo de pesticidas y fertilizantes alteran la estabilidad del ecosistema edáfico y compromete sus funciones esenciales (da Silva Júnior et al., 2022). Asimismo, la resistencia de los pesticidas a la degradación favorece su acumulación en el ambiente y su concentración en la cadena alimentaria, lo que, a su vez, contribuye a la pérdida de biodiversidad, al aumento de la resistencia en plagas y a riesgos para la salud humana (Souza et al., 2023).

Frente a esta situación, la cuantificación precisa de residuos de pesticidas en suelos agrícolas ha impulsado el desarrollo de métodos analíticos altamente sensibles y específicos. La técnica más empleada para el análisis de pesticidas es la cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas con ionización por electrospray (ESI), debido a su alta sensibilidad y eficacia (Brinco et al., 2023). Es en ese sentido que se desarrolló y validó un método basado en UHPLC-MS/MS para la detección y cuantificación de residuos de pesticidas en suelo agrícola. La validación del método, garantiza la confiabilidad de los resultados en términos de sensibilidad, precisión, especificidad, linealidad y reproducibilidad proporcionando una herramienta analítica robusta para el monitoreo ambiental de pesticidas en suelos agrícolas.

I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1.1 Descripción y formulación del problema

La agricultura es esencial para satisfacer las necesidades básicas de la humanidad, ya que provee recursos indispensables como alimentos, fibra y energía, actividades que dependen casi por completo de este sector (Castillo et al., 2024). En los últimos cincuenta años, la agricultura ha tenido que intensificarse para responder al constante crecimiento de la población mundial (McDowell & Haygarth, 2024), y debido a todo ello, el uso de pesticidas en la agricultura ha aumentado considerablemente, especialmente en el cultivo de frutas y hortalizas. Actualmente, se estima que un tercio de la producción agrícola global depende del uso de pesticidas (Ahmadi et al., 2024). Este incremento ha llevado a que, entre 1990 y 2020, el uso global de pesticidas se elevara en un 80%, pasando de 2 285 881 a 4 113 591 toneladas (Hagner et al., 2024). Si bien estas prácticas han permitido a muchos países cubrir las necesidades alimentarias de su población, también han generado preocupaciones ambientales, particularmente en relación con el deterioro de la calidad del suelo, ya que el uso intensivo de pesticidas contribuye a la degradación del suelo, alterando su estructura y reduciendo su fertilidad (Akbar et al., 2024). En consecuencia, el uso excesivo o frecuente de pesticidas puede dañar el suelo, el ambiente circundante e incluso contaminar las fuentes de agua. Estos productos no se limitan a las plantas donde se aplican, sino que se dispersan por el ecosistema, afectando a la vegetación y a otros organismos no objetivo. Uno de los problemas más comunes de los pesticidas es su capacidad para trasladarse de un lugar a otro, generando un impacto más amplio (Swathy et al., 2024).

Una de las formas más comunes de aplicación de pesticidas es la pulverización, el cual es un método comúnmente utilizado para aplicar estos productos en grandes extensiones de cultivo. No obstante, factores como el viento, la escorrentía del agua y la meteorización atmosférica pueden hacer que una gran cantidad de pesticidas aplicados no lleguen a las plagas objetivo, sino que se dispersen en los ecosistemas circundantes (Orou-Seko et al., 2024). Estos pesticidas se acumulan en el suelo, provocando cambios en sus propiedades fisicoquímicas y biológicas, lo que afecta negativamente a la flora y fauna, y deteriora la salud del suelo, que es fundamental para la calidad de los cultivos y el correcto funcionamiento de los servicios ecosistémicos (Zhou et al., 2025). Por otro lado, la creciente dependencia de fertilizantes y pesticidas para aumentar los rendimientos y mejorar las cosechas ha

generado preocupaciones sobre los niveles de residuos de pesticidas en los productos agrícolas (Zeng et al., 2024). Por ejemplo, en China se reportó que la aplicación de pesticidas en la ciudad de Tianjin fue la principal causa de la acumulación de estas sustancias en el suelo (Chen et al., 2024). En Argentina, se encontró que el 100% de los suelos analizados en la región sur de Buenos Aires contenían más de un pesticida. Además, el ácido aminometilfosfónico (AMPA), principal metabolito del glifosato fue detectado en la totalidad de los suelos agrícolas y en el 66% de los pastizales permanentes (Ramirez et al., 2024). En Colombia, se llevó a cabo una evaluación del río Sinú, los resultados destacaron el impacto humano en el aumento de ciertos metales, como Cu, Zn, Cd y Pb, en los suelos agrícolas, atribuible al uso de fertilizantes y productos químicos, como pesticidas y fungicidas, que contienen estos metales (Marrugo-Negrete et al., 2017).

Es así como, una vez en el agroecosistema, los pesticidas pueden generar alteraciones en las comunidades microbianas del suelo y afectar sus funciones, lo que conlleva un deterioro en su calidad y salud. Esta forma de contaminación implica riesgos significativos para los ecosistemas circundantes, los organismos y la cadena trófica, impactando directamente en la salud humana (Romero et al., 2024). Algunos pesticidas, como los organoclorados, tienen la capacidad de bioacumularse en los tejidos adiposos de los organismos a lo largo de la cadena alimentaria, alcanzando concentraciones más altas a medida que ascienden en los niveles tróficos. Esta bioacumulación supone un riesgo considerable para los organismos situados en los niveles tróficos superiores, incluidos los seres humanos (Mitra et al., 2024). Investigaciones previas han demostrado que los residuos de pesticidas alteran los microorganismos del suelo, afectando la microecología de los suelos agrícolas. El impacto de estos residuos en el microbioma del suelo es mayor que el causado por el propio sistema de cultivo, debido a la frecuente aplicación de pesticidas en grandes cantidades (Lu et al., 2024). Es debido a la presencia constante de residuos de pesticidas en los suelos, que las lombrices de tierra pueden estar expuestas a estos contaminantes, ya sea por contacto directo a través de la piel o al ingerir partículas de suelo contaminado. Esto afecta negativamente distintas fases de su ciclo de vida. Se ha observado un incremento en sus poblaciones cuando se reduce el uso de pesticidas (Elhamalawy et al., 2024). Asimismo, los pesticidas a menudo se aplican de manera imprecisa, lo que puede provocar diversos efectos perjudiciales para la salud humana, que van desde intoxicaciones agudas hasta enfermedades crónicas, como distintos

tipos de cáncer (cerebral, de mama, próstata, vejiga y colon), además de Alzheimer, Parkinson, neurotoxicidad, infertilidad, leucemia y diabetes (Ahmad et al., 2024).

Frente a esta problemática, el análisis de pesticidas en suelos está vinculado a varios de los Objetivos de Desarrollo Sostenible, ya que contribuye a garantizar la seguridad y calidad de la producción agrícola, la seguridad alimentaria y la implementación de prácticas agrícolas sostenibles (Brinco et al., 2024). Se identificaron cuatro pesticidas comunes en tomates (benzoato de emamectina, α-cipermetrina, λ-cihalotrina e imidacloprid) los cuales reducen la germinación y el crecimiento de las plantas cuando se aplican en dosis superiores a las recomendadas (Li, 2024). En Estocolmo, un estudio reveló que, al analizar 536 pesticidas en flores, hojas, raíces y suelo de 54 plantas ornamentales perennes (46 de las cuales tenían flores), todas contenían al menos un pesticida, y algunas muestras presentaron hasta 19 sustancias diferentes. Además, se encontraron residuos de pesticidas en 65 bolsas de semillas (Porseryd et al., 2024). En una granja de horticultura intensiva en Sandy Beach, Australia se identificaron dos insecticidas (imidacloprid y fipronil) y nueve fungicidas en las muestras de suelo. Se observó una disminución general en la concentración de la mayoría de los pesticidas a medida que aumentaba la distancia desde los invernaderos (Ewere et al., 2024). En el noreste de China, se recolectaron 62 muestras de suelo negro para evaluar las relaciones entre la multifuncionalidad del suelo y las comunidades microbianas en relación con las concentraciones residuales de herbicidas (Wang et al., 2024), todos estos resultados dependieron de métodos analíticos desarrollados y validados bajo estándares internacionales y guías pre establecidas, esto con el fin de poder reportar resultados válidos y confiables, siendo la validación de los métodos una etapa fundamental y clave en el monitoreo de residuos de pesticidas. Debido a estos hallazgos, se desarrolló y validó un método de análisis multiresiduo empleando un sistema de UHPLC-MS/MS para para detectar y cuantificar residuos de pesticidas en suelos agrícolas.

1.1.1 Interrogante general

¿Es posible desarrollar y validar un método de análisis multiresiduo mediante UHPLC-MS/MS para la detección y cuantificación de pesticidas en suelos agrícolas, que cumpla con los criterios de: sensibilidad, precisión, especificidad, linealidad y reproducibilidad para el control ambiental?

1.1.2 Interrogantes específicas

¿Cuál será el límite de detección (LOD) y el límite de cuantificación (LOQ) para los principales pesticidas en suelos agrícolas?

¿El método propuesto asegurará una adecuada precisión intradía en la detección y cuantificación de los residuos de pesticidas, indicando un coeficiente de variación (CV) inferior al 20%?

¿Puede el método de análisis multiresiduo mediante UHPLC-MS/MS distinguir y cuantificar de manera específica los principales pesticidas en presencia de sustancias interferentes en suelos agrícolas?

¿El método de análisis multiresiduo mediante UHPLC-MS/MS para la detección y cuantificación de residuos de pesticidas en suelos agrícolas es lineal, y muestra un coeficiente de determinación $R^2 \geq 0.99$?

¿El método de análisis multiresiduo mediante UHPLC-MS/MS presenta una adecuada reproducibilidad al ofrecer resultados consistentes en la detección y cuantificación de residuos de pesticidas en suelos agrícolas en análisis realizados en diferentes días?

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo general

Desarrollar y validar un método de análisis multiresiduo mediante UHPLC-MS/MS para la detección y cuantificación de residuos de pesticidas en suelos agrícolas.

1.2.2 Objetivos específicos

Determinar el límite de detección (LOD) y el límite de cuantificación (LOQ) de los principales pesticidas en suelos agrícolas, a fin de establecer la sensibilidad del método analítico propuesto.

Evaluar la precisión del método de análisis multiresiduo para la detección y cuantificación de los residuos de pesticidas, asegurando que el coeficiente de variación (CV) sea inferior al 20%, para garantizar la fiabilidad de los resultados en un mismo día.

Evaluar la capacidad del método de análisis multiresiduo mediante UHPLC-MS/MS para distinguir y cuantificar de manera específica los principales pesticidas en presencia de sustancias interferentes en suelos agrícolas.

Analizar la linealidad del método de análisis multiresiduo, asegurando que se muestre un coeficiente de determinación R^2 mayor o igual a 0.99 en la detección y cuantificación de residuos de pesticidas.

Determinar la reproducibilidad del método de análisis multiresiduo mediante UHPLC-MS/MS, para la detección y cuantificación de residuos de pesticidas en suelos agrícolas en análisis realizados en diferentes días.

1.3 Justificación

El uso intensivo de pesticidas en la agricultura ha generado una creciente preocupación debido a su persistencia y acumulación en matrices ambientales como el suelo, donde pueden afectar la calidad de los cultivos, la salud humana y la sostenibilidad de los ecosistemas. En el Perú, los estudios relacionados con residuos de pesticidas en suelos agrícolas son escasos, lo que limita la generación de información confiable para el monitoreo y control de estos contaminantes. Si bien existen metodologías consolidadas para el análisis de residuos alimentos y piensos, el suelo representa una matriz compleja que demanda métodos de análisis más sensibles, selectivos y robustos. La validación de un método multiresiduo mediante UHPLC-MS/MS resulta esencial, ya que permite garantizar la precisión, reproducibilidad y confiabilidad de los resultados obtenidos. Asimismo, este trabajo se enmarca en los Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS), especialmente en el ODS 2 (Hambre cero), ODS 3 (Salud y bienestar), ODS 12 (Producción y consumo responsables) y ODS 15 (Vida de ecosistemas terrestres). De este modo, la investigación no solo contribuye al fortalecimiento científico, sino que también responde a la búsqueda de una agricultura sostenible, el resguardo de la salud pública y la protección del ambiente.

1.4 Importancia

La validación de un método analítico multiresiduo para la detección y cuantificación de pesticidas en suelos agrícolas tiene una relevancia que trasciende el ámbito científico, impactando también en las dimensiones social, económica y ambiental. Desde el plano social, contar con herramientas analíticas confiables permite proteger la salud de las comunidades rurales y urbanas, al reducir los riesgos derivados de la exposición a contaminantes que pueden transferirse desde el suelo a los alimentos y al agua. En el plano económico, la disponibilidad de un método validado facilita estudios de monitoreo que respaldan una producción agrícola más segura y competitiva, fortaleciendo la confianza de los mercados nacionales e internacionales en los productos agrícolas peruanos. Desde la perspectiva ambiental, este método

constituye un recurso clave para diagnosticar y controlar la contaminación del suelo, asegurando un manejo más sostenible de los recursos naturales. Además, genera una base técnica sólida para diseñar políticas de gestión y regulación del uso de pesticidas, promoviendo una agricultura que mantenga el equilibrio entre productividad, salud pública y preservación de la biodiversidad. En conjunto, esta investigación se convierte en un aporte fundamental para avanzar hacia un modelo de desarrollo agrícola sostenible e integrado, donde la ciencia y la tecnología cumplen un rol estratégico en beneficio de la sociedad y el ambiente. Dado lo anteriormente expuesto, se desarrolló y validó un método de análisis multiresiduo empleando un sistema de UHPLC-MS/MS para detectar y cuantificar residuos de los principales pesticidas en suelos agrícolas. Asimismo, se evaluó si cumple con los siguientes parámetros para su validación: sensibilidad, precisión, especificidad, linealidad y reproducibilidad.

1.5 Variables

Tabla 1

Operacionalización de variables

Variables	Indicadores	Unidad de medida	Instrumento de medición
Sensibilidad	Límite de detección	ng/g	Equipo UHPLC-MS/MS $LOD = 3{,}3\ x\ \frac{s}{S}$
	Límite de cuantificación	ng/g	Equipo UHPLC-MS/MS $LOQ = 10\ x\ \frac{s}{S}$
Precisión	Coeficiente de variación	% (porcentaje)	Réplicas de muestras y post análisis con UHPLC-MS/MS $CV = \frac{S}{\bar{x}}\ x\ 100$
Selectividad	Interferencias cromatográficas	Presencia/ausencia	UHPLC-MS/MS

Linealidad	Coeficiente de determinación (R^2)	Adimensional	Curvas de calibración mediante creación de la curva de calibración definida por: $y = a + bx$
Reproducibilidad	Coeficiente de variación (C.V. inter-día)	% (porcentaje)	Réplicas de muestras y post análisis con UHPLC-MS/MS

II. MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes

2.1.1 Nacionales

SENASA (2023), realizó un monitoreo de residuos de pesticidas en alimentos agropecuarios primarios y piensos, considerando factores como patrones de consumo, antecedentes de monitoreo y evaluación de riesgos. Para el análisis, se emplearon técnicas instrumentales como la cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas en tándem (LC-MS/MS), la cromatografía de gases con espectrometría de masas (GC-MS) y la cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas en tándem (GC-MS/MS), las cuales permiten la detección de compuestos residuales con alta sensibilidad y selectividad. A nivel nacional, se analizaron 4 902 muestras de alimentos de origen vegetal, de las cuales 3 836 (78,25 %) cumplieron con los límites máximos de residuos (LMR), mientras que 1 066 (21,75 %) los excedieron. En la región de Moquegua, se evaluaron 10 muestras, de las cuales 7 (70 %) fueron conformes y 3 (30 %) no conformes, correspondientes a palta, tomate y pepinillo, evidenciando la presencia de residuos de pesticidas en productos agrícolas.

Bedoya-Perales et al. (2023), evaluaron la variación de metales pesados y residuos de pesticidas en cultivares nativos y modernos de papa (*Solanum tuberosum* L.) cultivados a diferentes altitudes en una región minera del Perú. Se analizaron 160 muestras de papa y suelo entre 58 y 3 934 msnm en la región de Moquegua, empleando técnicas como ICP-MS e ICP-OES para metales, y el método QuEChERS para la determinación de residuos de pesticidas. Los resultados mostraron mayores concentraciones de As, Cr, Ni y Al en papas cultivadas a menor altitud, así como valores superiores en cultivares modernos respecto a los nativos. Se observó además una correlación positiva significativa entre el contenido de As en suelo y en las papas. En cuanto a residuos de pesticidas, el 90 % de las muestras no presentó niveles detectables, mientras que en el 10 % restante se identificaron siete compuestos, de los cuales 15 análisis superaron los límites máximos de residuos (LMR) internacionales. El clorpirifos fue el pesticida más frecuente, con concentraciones entre 0,01 y 0,21 mg/kg.

2.1.2 Internacionales

Acosta-Dacal et al. (2021), desarrollaron y validaron un método multiresiduo basado en QuEChERS para la determinación simultánea de 218 pesticidas en suelos

agrícolas de tipo franco arcilloso en las Islas Canarias. El procedimiento incluyó una extracción en una sola etapa sin limpieza adicional, empleando calibración en matriz y técnicas complementarias de cromatografía líquida y de gases acopladas a espectrometría de masas en tándem (LC-MS/MS y GC-MS/MS). Durante la optimización se evaluaron variables como la composición de sales, la acidez del solvente, la humedad de la muestra y condiciones mecánicas del proceso, con el objetivo de mejorar la eficiencia de extracción. El método fue validado en términos de linealidad, exactitud y precisión, obteniéndose coeficientes de determinación ($R^2 \geq 0,99$) para todos los analitos. Los límites de cuantificación fueron inferiores a 50 ng/g para el 100% de los compuestos, mientras que el 92% presentó valores al menos diez veces menores a este umbral. Los LOD oscilaron entre 0,024 y 6,25 ng/g. Finalmente, el método fue aplicado en muestras reales de suelo, evidenciando su aplicabilidad en el monitoreo ambiental.

Bakanov et al. (2023), desarrollaron un método para la determinación de 98 pesticidas en suelo y vegetación herbácea mediante HPLC-MS/MS, empleando una extracción basada en acetonitrilo. La preparación de muestras fue optimizada evaluando el tiempo de extracción, la proporción de tampón (formiato de amonio) y la cantidad de negro de carbón grafitizado (GCB) para la limpieza de la matriz vegetal. El método fue validado en términos de exactitud y precisión, obteniéndose recuperaciones entre 71 y 125 % en suelo y entre 70 y 117 % en vegetación. La precisión, expresada como desviación estándar relativa, varió entre 1 y 14 % en suelo y entre 1 y 13 % en vegetación. Las curvas de calibración en matriz presentaron adecuada linealidad ($R^2 > 0,99$). Los límites de cuantificación oscilaron entre 0,008 y 21,5 µg/kg para ambas matrices. El método fue aplicado en muestras provenientes de 13 sitios agrícolas en Alemania, detectándose 44 de los 98 pesticidas evaluados, con niveles superiores al promedio reportado en suelos agrícolas de la Unión Europea. Estos resultados evidencian la aplicabilidad de métodos multiresiduo basados en LC-MS/MS para el monitoreo ambiental en matrices complejas, en concordancia con el enfoque metodológico de la presente investigación.

Hasnaki et al. (2023), evaluaron la presencia de residuos de pesticidas en muestras de maíz y suelo provenientes de campos agrícolas en la provincia de Juzestán (Irán), empleando un método de extracción QuEChERS acoplado a técnicas cromatográficas. Se analizaron 49 pesticidas en 34 muestras de maíz y 9 de suelo, utilizando calibración tanto en solvente como en matriz para evaluar el efecto matriz.

La validación del método se realizó conforme a las directrices SANTE, estableciendo el límite de cuantificación (LOQ) en función de recuperaciones ≥ 70% y una desviación estándar relativa (RSD) ≤ 20%. Las recuperaciones se evaluaron a niveles de 0,1 y 0,5 mg/kg, cumpliendo con los criterios establecidos. En las muestras analizadas se detectaron diversos pesticidas, como indoxacarb, metribuzin, propamocarb y tiabendazol en maíz, así como atrazina y cimoxanilo en suelo. El 35 % de las muestras de maíz presentó al menos un residuo, generalmente por debajo de los límites máximos permitidos, con excepción del tiabendazol en algunos casos.

Nguyen y Baduel (2023), desarrollaron y validaron un método analítico para la determinación de 90 contaminantes orgánicos emergentes multiclase en suelo y sedimentos, utilizando UPLC-MS/MS en combinación con una estrategia de extracción basada en QuEChERS. Durante la optimización se evaluaron diferentes condiciones, incluyendo el uso de tampones, acidificación, adición de EDTA y etapas de limpieza mediante SPE dispersivo, considerando matrices con distinto contenido de materia orgánica. El método fue validado en términos de linealidad, precisión, repetibilidad y sensibilidad, obteniéndose recuperaciones entre 70 y 120 % y desviaciones estándar relativas inferiores al 20 %. Las curvas de calibración mostraron adecuada linealidad ($R^2 \geq 0,991$), mientras que los límites de cuantificación (MLOQ) oscilaron entre 0,25 y 10 µg/kg. La aplicabilidad del método fue confirmada mediante el análisis de muestras reales de diferentes países, detectándose 33 de los compuestos objetivo. Estos resultados evidencian la robustez de los métodos multiresiduo basados en LC-MS/MS para el análisis de matrices ambientales complejas, lo cual respalda el enfoque metodológico empleado en la presente investigación.

2.2 Bases teóricas

2.2.1 Pesticidas

El término " pesticida" engloba una amplia variedad de sustancias, como fungicidas, insecticidas, rodenticidas y desinfectantes, utilizadas para controlar plagas. Se clasifican según su nivel de toxicidad, su composición y el propósito de su aplicación. Están compuestos por pesticidas sintéticos, diseñados específicamente para las plantas. Los insecticidas, herbicidas y fungicidas son los más comunes y contienen los compuestos pesticidas más abundantes. Los herbicidas regulan la fotosíntesis de las plantas, los insecticidas alteran el equilibrio del bioma, y los fungicidas destruyen las esporas de hongos dentro de las células vegetales. Sin embargo, el almacenamiento

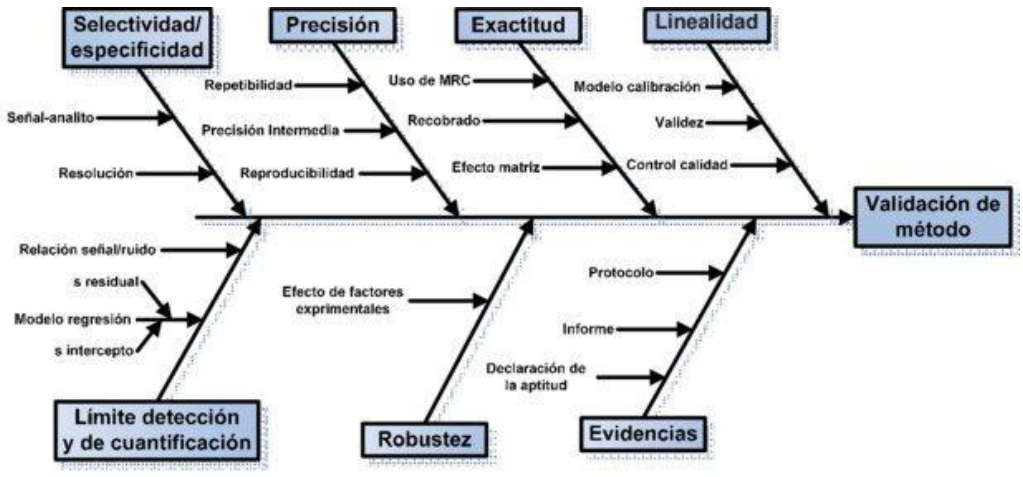
y uso incorrecto de estos pesticidas puede generar contaminación en la cadena alimentaria y la red trófica (Dhiman et al., 2024).

2.2.2 Validación de un método

Los métodos para controlar impurezas deben cumplir con ciertos parámetros que incluyen selectividad, especificidad, linealidad, robustez, límites de cuantificación (LOQ), límite de detección (LOD), exactitud y precisión. En la figura 1 se detallan los parámetros a la hora de validar un método analítico según Delgado (2009). Por ejemplo, para evaluar la linealidad señala que se debe realizar un modelo de calibración y llevar un control de calidad para proporcionar su validez.

Figura 1

Parámetros de la validación



Nota. Adaptado de *Validación y verificación de métodos de ensayos*, por G. Delgado, 2009, *Universitas (León)*, 3, p. 14.

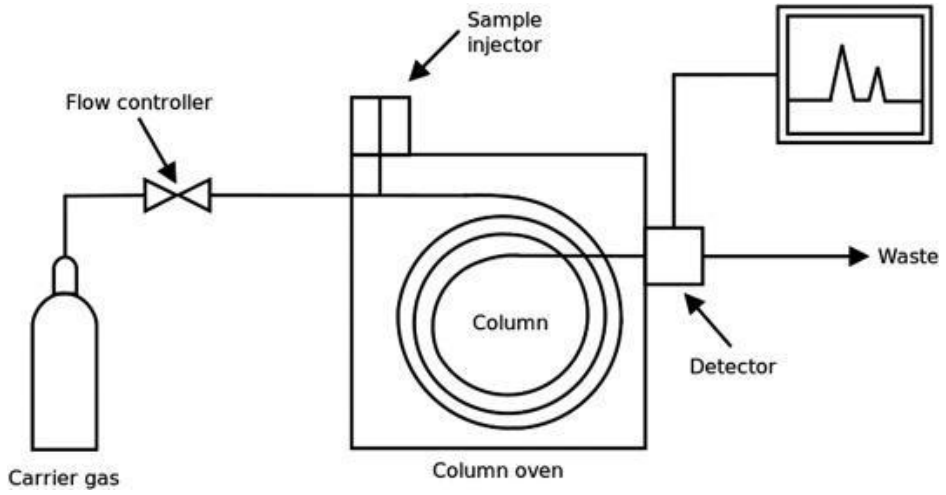
2.2.3 Cromatografía

La cromatografía es una técnica ampliamente usada para separar los diferentes compuestos que forman parte de una mezcla. Funciona de manera bastante sencilla: la mezcla de la muestra se disuelve en un líquido o gas (fase móvil) y luego pasa por un medio poroso (fase estacionaria), que puede ser un lecho, capa o película. Al interactuar con las fases, cada compuesto se desplaza a diferentes velocidades, lo que permite su separación. Gracias a su alta eficiencia, la cromatografía es clave en análisis, purificación e incluso procesos industriales. Además, existen muchas variantes de esta técnica, como la cromatografía de gases (GC), la cromatografía líquida de alta presión (HPLC) o la cromatografía de fluidos supercríticos (SFC), cada

una adaptada para distintos tipos de moléculas y procesos de detección (Gonçalves et al., 2022). En la figura 2 se muestra un diagrama de un sistema de cromatografía de gases, inicia con el gas portador, después de pasar por un regulador de flujo, llega a la columna cromatográfica, donde la muestra se introduce mediante un inyector. La columna, ubicada en un horno que controla la temperatura, permite la separación de los componentes de la muestra, los cuales son detectados y enviados a un sistema de monitoreo, mientras que los residuos son eliminados. En tanto en la figura 3 se señala los componentes de un sistema de HPLC.

Figura 2

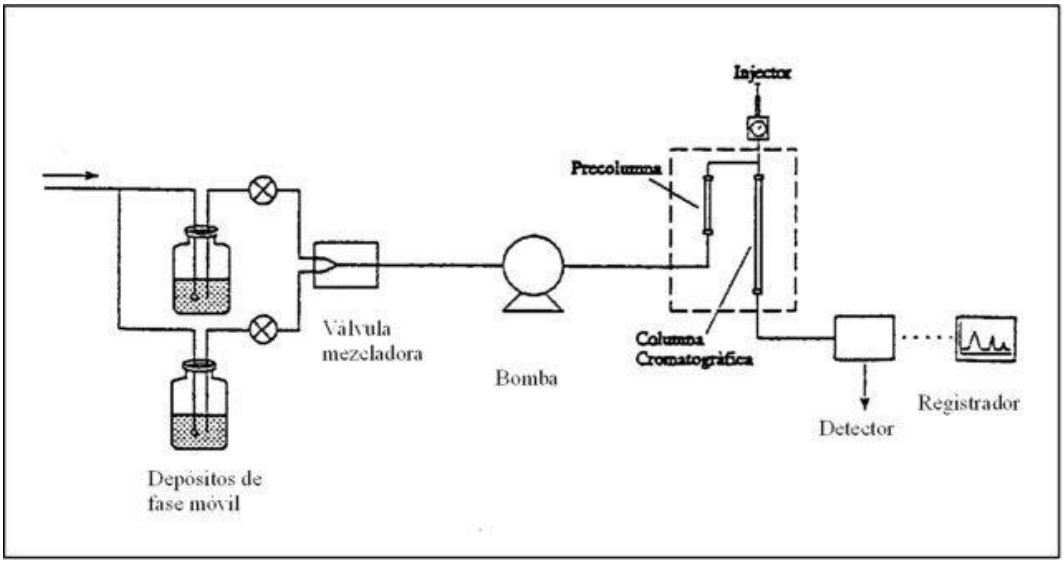
Diagrama de un cromatógrafo de gases



Nota. Adaptado de Filigenzi (2018).

Figura 3

Componentes básicos de un sistema para HPLC



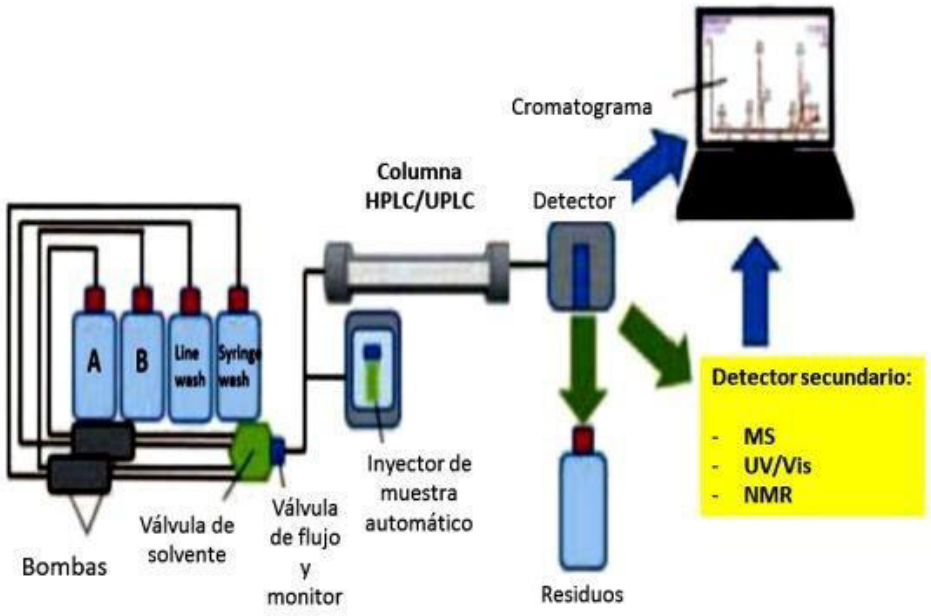
Nota. Adaptado de Rodríguez y García-Cortés (2006).

2.2.4 Cromatografía líquida de ultra alta resolución (UHPLC)

Es una técnica derivada de la HPLC, pero con una mayor sensibilidad y capacidad de resolución. Esto permite reducir considerablemente el tiempo de análisis y generar picos más definidos en los resultados (He et al., 2021). Además, ofrece mejoras significativas en comparación con la HPLC tradicional, como una menor dispersión y volúmenes de permanencia, lo que la hace ideal para el desarrollo de métodos que requieren tiempos de ejecución rápidos y respuestas ágiles a los cambios en las condiciones de la columna o la fase móvil. Es común lograr una reducción del tiempo de análisis de 3 a 10 veces, manteniendo un alto nivel de resolución, sensibilidad y precisión. Estas ventajas son especialmente relevantes en análisis de alto rendimiento, donde la detección rápida de columnas y la optimización de métodos son esenciales (Dong & Zhang, 2014). En la figura 4 se detallan los componentes comúnmente utilizados en un sistema UHPLC.

Figura 4

Diagrama del sistema UHPLC



Nota. Adaptado de Saavedra-Charca et al. (2015).

2.2.5 Suelos agrícolas

Los suelos agrícolas son quienes constituyen el mayor uso de la tierra a nivel mundial, ocupando cerca del 38 % de la superficie terrestre del planeta (He et al., 2021). Estos suelos son muy cambiantes, tanto en el espacio como en el tiempo. Algunas de sus propiedades, como el contenido de humedad y los nutrientes, varían significativamente con el tiempo, mientras que otras, como la textura, lo hacen según

la ubicación, o incluso pueden cambiar en ambos aspectos. Esta variabilidad en el tiempo y el espacio influye directamente en la productividad y el rendimiento de los cultivos. El grado de esta variabilidad puede diferir de un campo a otro, dependiendo de factores como las características del terreno, las condiciones heredadas del suelo y las prácticas agrícolas utilizadas (Munnaf et al., 2020).

2.2.6 Límite de detección

Es la menor cantidad de analito presente en una muestra que puede ser detectada con un nivel específico de confianza, aunque no necesariamente cuantificada con precisión (Magnusson & Örnemark, 2014). En la tabla 2 se muestra los pasos necesarios para hallar el límite de detección.

Tabla 2

Evaluación para determinar el límite de detección

Actividad	Número de repeticiones	Qué calcular	Comentarios
Medición de muestras con baja concentración del analito (o blancos, según corresponda).	3	Para determinar el LOD se emplea la siguiente fórmula: $LOD = C \times \frac{3}{S/N}$ donde: C corresponde a la concentración del analito evaluada a un nivel bajo, utilizada para la estimación del límite de detección y S/N corresponde a la relación señal/ruido obtenida experimentalmente para dicha concentración.	El LOD representa la mínima concentración detectable bajo las condiciones experimentales del método.

Nota. Adaptado de Magnusson y Örnemark (2014)

2.2.7 Límite de cuantificación

La concentración mínima de analito que puede ser medida de manera cuantitativa con exactitud y precisión aceptables bajo condiciones experimentales específicas (Magnusson & Örnemark, 2014). En la tabla 3 se muestra los pasos necesarios para hallar el límite de cuantificación.

Tabla 3

Evaluación para determinar el límite de cuantificación

Actividad	Numero de repeticiones	Qué calcular	Comentarios
Medición de una solución con baja concentración del analito.	-	El límite de cuantificación se calcula de la siguiente manera: LOQ=3.3*LOD	El LOQ corresponde a la concentración mínima que puede cuantificarse con precisión y exactitud aceptables.

Nota. Adaptado de Magnusson y Örnemark (2014)

2.2.8 Precisión

La precisión de la medición indica cuán consistentes son los resultados obtenidos en mediciones repetidas. Se expresa mediante parámetros estadísticos, como la desviación estándar y el coeficiente de variación, y depende de las condiciones específicas bajo las cuales se realizan las mediciones, las cuales afectan la estimación de la precisión (Magnusson & Örnemark, 2014). El coeficiente de variación (CV) debe ser ≤ 20 % para cumplir con los criterios de aceptación de la precisión, según lo establecido por la Comisión Europea (2021), en la guía SANTE/11312/2021 para métodos multiresiduo.

2.2.9 Selectividad

El nivel en el que un método es capaz de identificar analitos específicos en mezclas o matrices sin la interferencia de otros componentes con comportamientos similares. Las interferencias pueden generar un sesgo al aumentar o reducir la señal correspondiente al analito que se está midiendo (Magnusson & Örnemark, 2014).

2.2.10 Linealidad

Es la capacidad del método analítico para generar resultados que se correlacionan de manera proporcional a la concentración o cantidad del analito dentro

de un rango específico. Esta capacidad se evalúa mediante el análisis matemático de los resultados obtenidos al analizar el analito en diferentes concentraciones o cantidades. La definición del rango y la cantidad de puntos experimentales se seleccionan de acuerdo con la aplicación específica del método (Castillo & González, 1996).

2.2.11 Reproducibilidad

Es una medida de la precisión de los resultados de los ensayos realizados sobre una muestra homogénea, ejecutados por el mismo analista en distintos días. En el estudio de la reproducibilidad, el coeficiente de variación debe ser igual o mayor al obtenido en el estudio de repetibilidad para la misma cantidad o concentración, debido a la mayor fuente de error presente en la reproducibilidad (Castillo & González, 1996)

2.3 Definición de términos

2.3.1 Cromatografía de gases

La cromatografía de gases (GC) es una técnica comúnmente utilizada para el análisis de compuestos volátiles y semivolátiles. Los detectores más frecuentes, como el de ionización de llama (FID), conductividad térmica (TCD), nitrógeno-fósforo (NPD) y captura de electrones (ECD), generalmente no brindan información estructural sobre los analitos. Por esta razón, aunque estos detectores son útiles, es esencial contar con muestras estándar para identificar compuestos desconocidos en mezclas. En el análisis de mezclas complejas, la capacidad de los detectores para ofrecer información cualitativa se vuelve especialmente relevante, dado que las sustancias pueden ser desconocidas y los estándares de referencia pueden no estar disponibles. La incorporación de la espectrometría de masas (MS) a la GC supuso un avance significativo, ya que MS proporciona no solo una alta sensibilidad, sino también la capacidad de ofrecer información estructural detallada (Aslani & Armstrong, 2022).

2.3.2 Materia orgánica del suelo

La materia orgánica del suelo (MOS) es un recurso renovable clave que contribuye a diversos servicios ecosistémicos. Principalmente, proviene de las plantas, a través de la liberación continua de exudados radiculares, el recambio de tejido de las raíces y la acumulación de residuos de las partes aéreas. Estas cantidades varían considerablemente según el espacio, el tiempo y el tipo de ecosistema. La MOS juega un papel esencial en la provisión de alimentos y fibras, la regulación de los ciclos

climáticos e hídricos, la restauración de la fertilidad del suelo y el mantenimiento de la biodiversidad en los ecosistemas terrestres (Cotrufo & Lavallee, 2022).

2.3.3 Contaminantes emergentes

Los contaminantes emergentes (CE) son un grupo diverso de sustancias químicas que se encuentran en el medio ambiente como resultado de diversas actividades humanas cotidianas, como los procesos domésticos, agrícolas e industriales. Aunque estos compuestos no son necesariamente nuevos, han ganado mayor atención recientemente debido al desarrollo de técnicas analíticas más avanzadas y sensibles, que han permitido detectar su presencia en el aire, agua y suelo, incluso en concentraciones tan bajas como partes por billón. Los contaminantes emergentes abarcan más de 3 000 compuestos y sus derivados, tales como pesticidas, fertilizantes, metales pesados, microplásticos, compuestos farmacéuticos activos (PhAC), productos de cuidado personal y hormonas, tanto naturales como sintéticas, que suelen terminar en el medio ambiente (Puri et al., 2023).

2.3.4 Análisis multiresiduo

Los enfoques multiresiduo y multiclase suelen ser los más eficientes en cuanto a costos para el análisis de pesticidas en alimentos, agua y suelo. Los métodos regulatorios generalmente se centran en la determinación de múltiples residuos bajo condiciones estandarizadas (Ruzo, 2010).

2.3.5 Cromatografía líquida de ultra alta presión (UHPLC)

La cromatografía líquida de ultra alta presión (UHPLC) es una evolución de la HPLC, que utiliza presiones mucho más altas (15 000 a 20 000 psi) y columnas con partículas más pequeñas, lo que mejora la eficiencia de separación. Los sistemas tradicionales de HPLC emplean una fase móvil líquida y columnas que varían entre 10 y 20 cm de longitud, a su vez operan a una presión de 6 000 psi y utilizan columnas con partículas de mayor tamaño. También existen sistemas híbridos de UHPLC que funcionan a presiones intermedias, ofreciendo una opción más accesible (Robards & Ryan, 2022).

2.3.6 Espectrometría de masas (MS/MS)

La espectrometría de masas es una técnica analítica que permite la identificación y cuantificación de compuestos mediante la medición de la relación masa-carga (m/z) de los iones generados, proporcionando información sobre el peso molecular y las características estructurales de los analitos. El resultado se expresa como un espectro de masas, que representa la abundancia relativa de los iones en

función de su m/z (Kumar, 2024). En el análisis de residuos de pesticidas, el uso de cromatografía acoplada a espectrometría de masas (GC-MS y LC-MS) ha evolucionado significativamente, destacándose los sistemas de triple cuadrupolo operando en modo de monitoreo de reacciones múltiples (MRM) por su alta selectividad y sensibilidad. En particular, la combinación de cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas en tándem (UHPLC-MS/MS) con métodos de preparación de muestra como QuEChERS permite el análisis simultáneo de compuestos químicamente diversos (Wong et al., 2018). En estos sistemas, la ionización se realiza mediante electrospray (ESI), un proceso suave que genera iones con mínima fragmentación. El análisis se lleva a cabo en un sistema de triple cuadrupolo, donde el primer cuadrupolo (Q1) selecciona el ion precursor, el segundo (Q2) induce su fragmentación por colisión, y el tercero (Q3) analiza los iones producto. La detección en modo MRM, basada en transiciones precursor → producto, incrementa la selectividad y sensibilidad, siendo especialmente adecuada para el análisis de pesticidas en matrices complejas.

2.3.7 Bioacumulación

La bioacumulación se refiere al proceso en el cual las sustancias químicas se acumulan en un organismo con el tiempo, esto ocurre cuando una sustancia se absorbe tanto del ambiente (bioconcentración) como de los alimentos (biomagnificación). La bioacumulación solo sucede cuando la tasa de absorción de una sustancia supera a la de su eliminación, y esta diferencia depende de las propiedades químicas de la sustancia y las características del organismo. Este fenómeno se utiliza en biomonitoreo para evaluar la biodisponibilidad de las sustancias químicas, ya que puede causar efectos adversos y enfermedades. La bioacumulación afecta principalmente a los tejidos diana, y la medición de la sustancia en estos sitios permite evaluar el grado de acumulación (Chojnacka & Mikulewicz, 2014).

2.3.8 Agricultura sostenible

La agricultura sostenible se entiende como un enfoque que busca satisfacer las necesidades humanas actuales y futuras sin comprometer el medio ambiente, la viabilidad económica ni la justicia social. Esta práctica debe ser técnicamente adecuada, económicamente viable y socialmente aceptable, asegurando que no se genere degradación ambiental. La sostenibilidad agrícola se mide desde una perspectiva multidimensional, abarcando los aspectos ambientales, económicos y sociales, con un énfasis particular en la conservación del medio ambiente. Este enfoque

integral y holístico es clave para evaluar la sostenibilidad de las actividades agrícolas y garantizar su capacidad para perdurar a lo largo del tiempo (Liu, 2023).

III. METODOLOGÍA

3.1 Tipo y nivel de investigación

3.1.1 Tipo de investigación

El tipo de investigación es aplicada, ya que tiene como objetivo aplicar los conocimientos teóricos para resolver problemas prácticos y específicos (Hernández et al., 2014). Para este caso, desarrollar y validar un método específico (UHPLC-MS/MS) para la detección y cuantificación de residuos de pesticidas.

3.1.2 Nivel de investigación

En cuanto a su alcance, la investigación se enmarca en un nivel descriptivo, ya que se centra en la evaluación y caracterización del desempeño del método a través de parámetros como linealidad, precisión, exactitud y sensibilidad, sin establecer relaciones de causalidad entre variables. Asimismo, el estudio presenta un enfoque experimental, debido a la manipulación controlada de condiciones analíticas durante las etapas de optimización y validación del método.

3.2 Técnicas e instrumentos para la recolección de datos

3.2.1 UHPLC-MS/MS

La cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas en tándem es ideal para la detección y cuantificación de pesticidas, ya que se caracteriza por su alta sensibilidad, selectividad y capacidad para realizar análisis de alto rendimiento (Meng et al., 2024). El sistema UHPLC es esencial para identificar y cuantificar los residuos en la muestra procesada; además, nos permitirá identificar los picos cromatográficos, el tiempo de retención, la temperatura del equipo y la presión.

3.2.2 Materiales, equipos y reactivos

a. Materiales

- Columna Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 2,1 × 150 mm; 1,8 µm
- Tubos de centrífuga de 50 mL
- Tamiz (180 um)
- Agua Milli-Q (Synergy Ultrapure Water System, Millipore, Francia)
- Pipetas
- Filtros de PET Chromafil de 0,20 µm
- Viales de 2mL

- Fiolas (500mL)
- Cinta y rotulador
- Vaso precipitado

b. Equipos

- Agilent 1290 Infinity III UHPLC acoplado a un espectrómetro de masas Triple Quad 6475
- Balanza analítica con sensibilidad de 0,0001g y con una capacidad de 200 g-mettler Toledo XSE 105
- Vortex
- Equipo de ultrasonido de 6,5 litros FAITHFUL FSF-031S
- Agitador magnético digital con calentador rpm 200-1500 modelo ms-h380-pro
- Centrífuga eppendorf 5910 Ri
- Campana extractora
- Mezclador Vortex multiusos de Heathrow Scientific

c. Insumos y reactivos

- Metanol grado MS
- Acetato de amonio
- Acetonitrilo grado MS
- Ácido fórmico
- Agua grado MS
- Sales QuEChERS (6 g de $MgSO_4$ y 1,5 g de CH_3COONa)

3.3 Métodos y técnicas para la ejecución de la investigación

3.3.1 Procedimientos

Se comenzó con el acondicionamiento de la columna del equipo utilizando acetonitrilo grado MS (ACN) y agua grado MS acidificada al 0,1% con ácido fórmico, durante 4 horas a un flujo de 0,1 mL/min. La columna empleada fue una Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 de 2,1 × 150 mm y 1,8 µm. Al día siguiente antes de utilizar el equipo se hizo un acondicionamiento durante 15 minutos con solvente a un flujo de 0,2 mL/min, y luego se aumentó el flujo a 0,5 mL/min. Antes de proceder con la preparación de la fase móvil, se realizó una purga, y se actualizó el volumen contenido en cada botella de fase móvil en el software de Acquisition Agilent Mass Hunter.

A continuación, se realizó la preparación de las fases A y B en fiolas de 500 mL, la fase A contenía: MeOH (metanol grado LC-MS/MS) + 0,1% CH_2O_2 (ácido fórmico) + 5mM de $C_2H_7NO_2$ (acetato de amonio), mientras la fase B contenía: H_2O (Agua grado LC-MS/MS) + 0,1% CH_2O_2 (ácido fórmico) + 5mM de $C_2H_7NO_2$ (acetato de amonio). Para preparar la solución de acetato de amonio se pesó 3,85 gramos y se vertió en un vaso de 50 mL, a continuación, se añadió agua grado masas, prosiguiendo con la preparación se determinó que para 500 mL era necesario 2,53 mL de solución de acetato de amonio. Tanto la fase A como la fase B, antes de ser colocadas al equipo pasaron por un sistema de filtrado y por el equipo de ultrasonido durante 5 minutos para eliminar burbujas de aire en el solvente. Así también se preparó la fase C compuesta por MeOH + H_2O (50/50) para realizar la limpieza del equipo.

Se preparó una mezcla de pesticidas a partir de 8 ampollas de 100 ppm de la marca Agilent. Cada ampolla se transfirió a viales de 2 mL, y luego se realizó una dilución en un vial nuevo para obtener una concentración final de 10 ppm.

Durante el desarrollo del presente trabajo, se implementó una metodología analítica basada en la cromatografía líquida de ultra alta resolución (UHPLC) acoplada a espectrometría de masas (MS/MS), como técnica instrumental para la detección de residuos de pesticidas. Para la etapa de preparación de muestras, se utilizó el método de extracción QuEChERS, ampliamente aceptado por su eficiencia y simplicidad. Asimismo, el proceso de validación del método se llevó a cabo siguiendo los principios establecidos en varios artículos y guías (Bakanov et al., 2023b; Ribani et al., 2004; Dagadu & Mahendra, 2022; INMETRO, 2020) Considerando los parámetros fundamentales recomendados para este tipo de estudios.

Se acondicionó el equipo con los parámetros necesarios para identificar y cuantificar los residuos de pesticidas, según el método. En la tabla 4, se observan las condiciones utilizadas tanto para el cromatógrafo como para el espectrómetro de masas:

Tabla 4

Parámetros y valores para el análisis en el cromatógrafo

Agilent 1290 Infinity III	
Parámetro	Valor
Columna	Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 de 2,1 × 150 mm y 1,8 μm

Temperatura de la muestra	4°C	
Fases móviles	Fase A: MeOH + 0,1% CH_2O_2 + 5mM de $C_2H_7NO_2$ Fase B: H2O + 0,1% CH_2O_2 + 5mM de $C_2H_7NO_2$	
Tasa de flujo	0,4 mL/min	
Volumen de inyección	5uL	
Programación de gradiente	Tiempo (min)	B (%)
	3	30
	17	100
	24	100
	24.1	5
Post corrida	3 min	

3.3.2 Sensibilidad

La sensibilidad describe la capacidad de un método analítico para responder ante cambios mínimos en la concentración del analito, reflejándose en variaciones detectables en la señal instrumental, para este estudio la sensibilidad se evaluó mediante el límite de detección y el límite de cuantificación obtenidos.

a. Límite de detección

De acuerdo a lo establecido por (INMETRO, 2020), hay varias formas establecidas para determinar el límite de detección, a continuación, se detallan las siguientes:

- Evaluación / percepción visual.
- Relación señal / ruido.
- Estimación a partir de la curva analítica.
- Estimación de la desviación estándar

Para este estudio se utilizó la relación señal/ruido. Se hicieron pruebas a diferentes concentraciones (0,001; 0,005; 0,01; 0,05; 0,1) con el objetivo de identificar el nivel más bajo de analito que pudiera ser detectado con claridad. El LOD se calculó utilizando la siguiente fórmula:

$$LOD = 3 * \frac{C}{SN}$$

Donde:

- C es la concentración mínima conocida del estándar de pesticidas.
- S/N es la relación señal/ruido proporcionado por el software del equipo.

b. Límite de cuantificación

Existen diversas formas para determinar el límite de cuantificación, por ejemplo:

- Evaluación / percepción visual.
- Relación señal / ruido.
- Estimación a partir de la curva analítica.
- Estimación de la desviación estándar de blanco.
- Estimar usando la curva de desviación estándar.
- Consideraciones de LOQ

Para el procedimiento de relación señal/ruido, el límite de cuantificación (LOQ) se estableció como la concentración en la cual la respuesta analítica es al menos diez veces superior al nivel de ruido de la señal. Se utilizo la siguiente fórmula para calcular el LOQ

$$LOQ=3,3*LOD$$

3.3.3 Linealidad

La linealidad de un método analítico se refiere a su capacidad para generar resultados proporcionales a la concentración del analito, dentro de un intervalo de trabajo definido. En este estudio, para evaluar la linealidad del método y detectar un posible efecto matriz, se construyeron dos curvas de calibración: una en solvente puro y otra en una muestra de suelo fortificada (curva en matriz). Ambas curvas se realizaron con los mismos niveles de concentración: 0,001; 0,02; 0,05; 0,1 y 0,2 µg/mL. Esta curva se obtuvo mediante diluciones preparadas a partir del mix estándar previamente elaborado de 10 ppm. La relación entre la concentración del analito (x) y la respuesta instrumental (y) se describe mediante la ecuación de la recta, la cual refleja la proporcionalidad entre ambos parámetros. El coeficiente de correlación debe ser $R^2 \geq 0,99$.

La ecuación de la recta está reflejada por la siguiente ecuación:

$$y = ax + b$$

Adicionalmente, se evaluó el efecto matriz (EM) comparando las pendientes de ambas curvas. El EM se calculó aplicando la siguiente fórmula:

Efecto matriz (%) = [(pendiente X_1 − pendiente X_2) / pendiente X_2] × 100

Donde:

- X_1 es la pendiente de la curva obtenida a partir de soluciones analíticas preparadas en extracto blanco de la matriz (suelo fortificado).
- X_2) es la pendiente de la curva obtenida a partir de soluciones analíticas preparadas en solvente puro.

3.3.4 Precisión

Se define como el grado de concordancia entre una serie de mediciones realizadas sobre una misma muestra, bajo condiciones controladas en el mismo día. En el presente estudio, la precisión fue evaluada en términos de repetibilidad, y se cuantificó mediante el cálculo de la desviación estándar y el coeficiente de variación. Un coeficiente de variación menor indica una alta precisión. Para determinar el coeficiente de variación se empleó la siguiente formula:

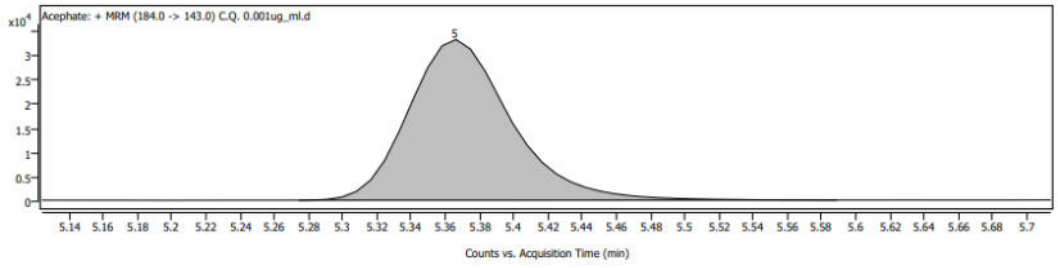
Coeficiente de variación (%) = (desviación estándar / concentración media) × 100

3.3.5 Selectividad

Un método se considera selectivo si puede distinguir correctamente la señal de cada analito, incluso cuando analiza varios simultáneamente. En el presente estudio, la selectividad fue evaluada mediante la inspección visual de los cromatogramas generados por el software, observándose que cada pico cromatográfico se presentó con buena resolución, sin interferencias significativas con otros analitos. En la Figura 5, se indica la resolución adecuada que debe tener un pico cromatográfico que sea distinguible de interferentes y demás analitos.

Figura 5

Ejemplo de pico cromatográfico con buena resolución



Nota. Cromatograma de acefato (MRM) obtenido por UHPLC-MS/MS

3.3.6 Reproducibilidad

La reproducibilidad fue evaluada mediante la repetición del mismo procedimiento por un mismo analista, utilizando el mismo equipo y en condiciones

similares, pero en días distintos. Se llevó a cabo el procedimiento de extracción QuEChERS en cinco repeticiones y se realizaron las lecturas correspondientes en el equipo. Los cálculos se basaron en la desviación estándar y el coeficiente de variación (CV). Para que el método fuera considerado reproducible, se estableció como criterio un coeficiente de variación inferior al 20%.

3.3.7 Evaluación de efecto matriz a través de la extracción por QuEChERS

Luego de verificar el desempeño del método en solución estándar (disolvente), se procedió a evaluarlo en una matriz real. Para ello, se utilizó una muestra de suelo agrícola libre de residuos de pesticidas, la cual fue fortificada con un volumen de 50 µL del mix estándar. Esta fortificación se realizó con el objetivo de evaluar dos niveles de concentración: uno bajo (5 ng/g) y uno alto (100 ng/g), ambos comprendidos dentro del rango de la curva de calibración, para ello se realizaron 5 repeticiones para cada nivel de concentración tanto alta como baja. Esta evaluación permitió comprobar la eficiencia del proceso de extracción y cuantificación en condiciones más cercanas al análisis real de muestras.

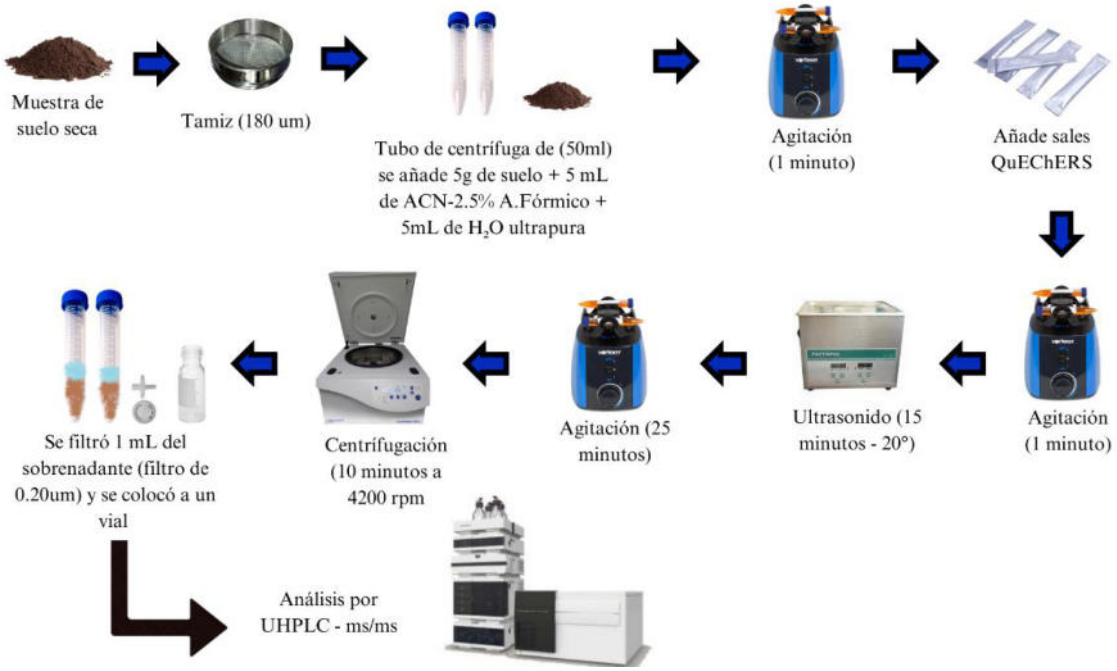
Para la extracción se utilizó el método QuEChERS, este método es muy popular debido a su flexibilidad, facilidad de uso y sus muchas ventajas, que se resumen en palabras como: rápido, fácil, barato, eficaz, robusto y seguro.

3.3.8 Preparación, extracción y análisis de muestra en UHPLC

Para la preparación de las muestras de suelo tal como se detalla en la figura 6, se utilizó un tamiz de 180 µm con el fin de eliminar residuos no deseados como rastrojos y materia orgánica. Luego del tamizado, se pesaron 5 gramos de suelo y se transfirieron a un tubo de centrífuga de 50 mL, donde se añadieron 5 mL de agua ultrapura y 5 mL de acetonitrilo (ACN) acidificado al 2,5%. La mezcla fue agitada durante 1 minuto en un agitador vórtex para lograr una homogeneización adecuada. Posteriormente, se incorporaron las sales correspondientes al método QuEChERS, consistentes en 6 g de sulfato de magnesio ($MgSO_4$) y 1,5 g de acetato de sodio ($C_2H_3NaO_2$), agitándose nuevamente durante 1 minuto en el vórtex. A continuación, los tubos fueron sometidos a un baño de ultrasonido durante 15 minutos, seguido de una nueva agitación en vórtex por 25 minutos. Finalizado este proceso, las muestras fueron centrifugadas a 4 200 rpm durante 10 minutos. Finalmente, se recuperó el sobrenadante y se filtró a través de filtros de 0,2 µm, transfiriéndose a viales para su posterior análisis instrumental.

Figura 6

Proceso preparación extracción de muestra



3.4 Análisis de datos

El procesamiento y análisis estadístico de los datos se realizaron empleando el software Microsoft Excel en un sistema operativo Windows. Se aplicaron análisis descriptivos que incluyeron el cálculo de medidas de tendencia central (media y mediana), dispersión (desviación estándar) y coeficiente de variación, con el objetivo de evaluar la consistencia de los resultados experimentales asociados a las variables analizadas, tales como precisión y reproducibilidad. Adicionalmente, se calcularon los porcentajes de recuperación, verificando que se encuentren dentro del rango aceptable de 70 a 120 %, conforme a los criterios establecidos para métodos analíticos. Finalmente, se determinaron los límites de detección (LOD) y cuantificación (LOQ) en función de la mínima concentración detectable, establecida en 1 ng/g, utilizando la metodología basada en la relación señal-ruido y la pendiente de la curva de calibración.

IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Resultados

4.1.1 Sensibilidad del método

Los límites de detección (LOD) y de cuantificación (LOQ) instrumentales para los 145 pesticidas analizados fueron determinados mediante el criterio de relación señal/ruido (signal-to-noise, S/N), de acuerdo con las orientaciones establecidas por el Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (INMETRO, 2020). Para este propósito, se evaluaron soluciones estándar preparadas en disolvente, estableciendo como concentración mínima inyectada aquella que generó una señal cromatográfica claramente diferenciable del ruido de fondo.

El LOD y el LOQ se definieron como las concentraciones que produjeron relaciones señal/ruido aproximadas de 3 y 10, respectivamente, en concordancia con los criterios comúnmente aceptados para la validación de métodos (INMETRO, 2020). En las Tablas 5, 6, 7, 8 y 9 se presentan los valores de LOD y LOQ obtenidos, clasificados por tipo de pesticida. Es importante destacar que los valores determinados en el presente estudio corresponden exclusivamente a la sensibilidad instrumental del sistema UHPLC-MS/MS, dado que fueron evaluados en disolvente y no en matriz. En consecuencia, estos valores reflejan el desempeño analítico intrínseco del sistema de detección, sin considerar posibles efectos de matriz asociados a la preparación de muestras reales.

Tabla 5

Límites de detección y cuantificación para acaricidas

Compuesto	LD (ng/g)	LOQ (ng/g)	Compuesto	LD (ng/g)	LOQ (ng/g)
Aldicarb	0,0100	0,0330	Fipronil	0,0012	0,0040
Azinfos-etilo (Guthion etilo)	1,1450	3,7786	Metiocarb	0,0011	0,0035
Azinfos-metilo (Guthion)	0,0089	0,0295	Pirimifos-metilo	0,0346	0,1143
Benzoximato	0,0107	0,0353	Propoxur	0,0303	0,1000
Carbaril	0,0019	0,0063	Piridaben	0,0160	0,0530
Carbofurano	0,0005	0,0016	Triazofos	0,0021	0,0070

Tabla 6

Límite de detección y cuantificación para fungicidas

Compuesto	LD (ng/g)	LOQ (ng/g)	Compuesto	LD (ng/g)	LOQ (ng/g)
Azaconazol	0,1200	0,3960	Furalaxil	0,0097	0,0320
Azoxistrobina	0,0130	0,0428	Hexaconazol	0,0020	0,0065
Benalaxil	0,0002	0,0007	Imazalil (Enilconazol)	0,0232	0,0766
Bitertanol	0,4658	1,5373	Isoprotiolano	0,0248	0,0817
Bromuconazol	0,1784	0,5886	Mandipropamida	0,0021	0,0070
Bromuconazol 2	1,5385	5,0769	Mecarbam	0,0556	0,1835
Bupirimato	0,0449	0,1480	Mepanipirim	0,1223	0,4038
Carboxina	0,0052	0,0172	Metconazol	0,0012	0,0039
Ciazofamida	0,0127	0,0419	Metrafenona	0,0113	0,0373
Cimoxanilo (Curzate)	0,0105	0,0345	Miclobutanil	0,0518	0,1708
Ciprocónazol	0,1332	0,4396	Oxadixil	0,0418	0,1380
Ciprodinil	0,2000	0,6600	Penconazol	0,0878	0,2898
Dietofencarb	0,1972	0,6509	Pencicurón	0,0005	0,0016
Dimetomorf(E)	0,0317	0,1045	Picoxistrobina	0,0002	0,0007
Dimetomorf(E)	0,0158	0,0522	Procloraz	0,1368	0,4514
Dimoxistrobina	0,0040	0,0133	Proquinazid	0,0303	0,0999
Epoxiconazol (BAS 480F)	0,2366	0,7808	Piracarbolida	0,0003	0,0010
Fenamidona	0,0410	0,1351	Piraclostrobina	0,0103	0,0341
Fenarimol	0,8152	2,6902	Pirimetanil	1,8750	6,1875
Fenbuconazol	0,5952	1,9643	Quinoxifeno	0,0058	0,0191
Fludioxonil	0,0001	0,0003	Silthiofam	0,0224	0,0740
Fluopicólido	0,0012	0,0039	Tebuconazol	0,2009	0,6631
Fluoxastrobina	0,0966	0,3189	Tetraconazol	0,1772	0,5848
Fluquinconazol	0,2473	0,8162	Triadimenol	0,1339	0,4418
Flusilazol	0,0619	0,2043	Trifloxistrobina	0,0124	0,0410
Flutriafol	0,0520	0,1716	Triflumizol	0,0066	0,0218
Fuberidazol	0,0001	0,0002			

Tabla 7

Límite de detección y cuantificación para herbicidas

Compuesto	LD (ng/g)	LOQ (ng/g)	Compuesto	LD (ng/g)	LOQ (ng/g)
Amidosulfurón	0,0691	0,2279	Lenacil	0,0020	0,0065
Bispiribac	0,0264	0,0871	Linurón	0,5714	1,8857
Carbendazim (Azol)	0,0001	0,0003	Mesosulfurón-metilo	0,0387	0,1278
Carfentrazona-etilo	0,2725	0,8992	Metazacloro	0,0037	0,0121
Cloroxurón	0,0196	0,0647	Metabenztiazurón	0,0058	0,0191

Clorsulfurón	0,0335	0,1107	Metoprotina	0,0107	0,0353
Clortolurón (Clorotolurón)	0,0656	0,2166	Metobromurón	0,0699	0,2308
Clethodim	0,0034	0,0112	Metolacloro	0,0874	0,2885
Clethodim 2	2,7778	9,1667	Metribuzina	0,7752	2,5581
Clomazona	0,0005	0,0018	Metsulfurón-metilo	0,0014	0,0047
Ciclurón	0,0171	0,0565	Oxsasulfurón	0,0019	0,0063
Etidimurón (Sulfadiazol)	0,0026	0,0086	Prometón	0,0016	0,0052
Etofumesato	0,5618	1,8539	Propizamida (Pronamida)	0,0030	0,0098
Fluazinam (Shirlan)	0,0063	0,0206	Prosulfocarb	0,0197	0,0649
Flufenacet (Flutiamida)	0,0025	0,0082	Sulfentrazona	0,0440	0,1452
Flumetsulam	0,0024	0,0080	Tebutiurón	0,0109	0,0358
Fluometurón	0,0008	0,0026	Tepraloxydim	0,1653	0,5455
Halosulfurón-metilo	0,0015	0,0050	Tifensulfurón-metilo	0,0121	0,0399
Isoxaben	0,0068	0,0223	Trietazina	0,2123	0,7006

Tabla 8

Límite de detección y cuantificación para insecticidas

Compuesto	LD (ng/g)	LOQ (ng/g)	Compuesto	LD (ng/g)	LOQ (ng/g)
Acefato	0,0016	0,0052	Metidatión	0,0940	0,3101
Alanycarb	0,0010	0,0033	Metomilo	0,0019	0,0064
Azametifos	0,0051	0,0169	Metoxifenozida	0,0152	0,0503
Buprofezina	0,0289	0,0952	Mevinfos (Phosdrin)	0,0002	0,0008
Clorantraniliprol	0,2913	0,9612	Fosfamidón	0,0651	0,2149
Clorfenvinfos	0,1976	0,6522	Pirimicarb	0,0014	0,0048
Clorfenvinfos	0,2335	0,7704	Promecarb	0,0084	0,0276
Diazinón (Dimpilato)	0,0470	0,1552	Piriproxifen	0,0002	0,0008
Dioxacarb	0,0027	0,0091	Quinalfos	0,4559	1,5046
Etoprofos	0,1597	0,5272	Rotenona	0,1350	0,4455
Fenamefos	0,0059	0,0195	Espinosina A	0,0052	0,0171
Fenobucarb (Baycarb)	0,1342	0,4428	Espinosina D	0,0039	0,0127
Fenoxicarb	0,0757	0,2497	Tebufenoxida	0,0522	0,1723
Forclorfenurón	0,0011	0,0037	Tiacloprid	0,0027	0,0090
Furatiocarb	0,0247	0,0816	Tiametoxam	0,0019	0,0063
Imidacloprid	0,0146	0,0483	Tiocarb	0,0111	0,0366

Indoxacarb	0,3891	1,2840	Tralkoxydim	0,0100	0,0331
Isocarbofos	0,0910	0,3004	Trimetacarb	0,0054	0,0179
Malaoxón	0,0014	0,0045	Uniconazol-P	0,0021	0,0068
Malatión	0,0291	0,0960			

Tabla 9

Límite de detección y cuantificación para nematicidas y alguicida

Tipo	Compuesto	LD (ng/g)	LOQ (ng/g)
Nematicida	Fostiazato	0,0029	0,0096
Nematicida	Oxamil	0,0005	0,0017
Alguicida	Quinoclamina	0,0563	0,1858

Los límites de cuantificación (LOQ) obtenidos en el presente estudio se situaron en el orden de ng/g, valores que se consideran adecuados para el desarrollo de métodos analíticos orientados a la determinación de residuos de pesticidas en matrices complejas. Este desempeño es coherente con el uso de la técnica UHPLC-MS/MS, la cual se caracteriza por una elevada eficiencia cromatográfica, reducción de los tiempos de análisis y un incremento en la respuesta analítica del sistema, aspectos ampliamente documentados en la literatura (Matos et al., 2024). Asimismo, el empleo de un analizador de masas de triple cuadrupolo contribuye de manera significativa a la alta sensibilidad observada, particularmente en el análisis de matrices complejas, debido a su elevada selectividad y a su capacidad para minimizar interferencias de la matriz mediante el monitoreo de transiciones específicas, mejorando la relación señal-ruido (Li et al., 2021)

No obstante, es importante señalar que la sensibilidad analítica en la determinación de residuos de pesticidas puede variar de forma considerable dependiendo tanto de la tecnología instrumental empleada como de las propiedades fisicoquímicas de cada analito. En este sentido, los valores de LOD y LOQ obtenidos reflejan no solo el desempeño del sistema UHPLC-MS/MS, sino también las limitaciones inherentes a la ionización y detección de determinados compuestos bajo las condiciones analíticas seleccionadas.

Dentro del grupo de los acaricidas (Tabla 5), el azinfos-etilo presentó los valores más elevados de LOD y LOQ, con 1,1450 y 3,7786 ng/g, respectivamente. Este compuesto, perteneciente al grupo de los organofosforados, mostró una sensibilidad analítica inferior en comparación con otros acaricidas evaluados. Este

comportamiento puede atribuirse, en parte, a las características estructurales de los organofosforados y a su respuesta diferencial frente a las técnicas de ionización empleadas en espectrometría de masas. Diversos estudios han demostrado que técnicas basadas en cromatografía de gases acoplada a detectores selectivos de fósforo, como el detector de nitrógeno-fósforo (NPD) o el detector fotométrico de llama (FPD), ofrecen una mayor sensibilidad para este tipo de compuestos debido a la afinidad específica de estos detectores por estructuras que contienen fósforo. En contraste, en métodos basados en HPLC o UHPLC acoplados a espectrometría de masas, la sensibilidad depende de manera crítica de la eficiencia de ionización y de la influencia de la matriz, lo que puede resultar en valores de LOD y LOQ relativamente más elevados para ciertos organofosforados (Saad et al., 2025; Valdez & Leif, 2021).

En el caso de los fungicidas (Tabla 6), el pirimetanil presentó los valores más altos de LOD y LOQ, con 1,8750 y 6,1875 ng/g, respectivamente. Este resultado puede explicarse a partir de las propiedades fisicoquímicas del analito y de su comportamiento en la fuente de ionización por electrospray (ESI). Si bien la optimización de los parámetros del espectrómetro de masas incluyendo el uso de gases de nebulización, interfaces calentadas y condiciones de pH ácido favorece la desolvatación y la generación de iones, la eficiencia de estos procesos depende en gran medida de la afinidad del compuesto por la fase gaseosa. En este sentido, la baja volatilidad y la elevada afinidad del pirimetanil por la fase líquida limitan la eficiencia de desolvatación, reduciendo la fracción de analito efectivamente ionizada y transmitida al analizador de masas. Como consecuencia, la intensidad de la señal obtenida es menor en comparación con analitos de mayor carácter volátil lo que se traduce en una relación señal-ruido menos favorable y, por ende, en valores de LOD y LOQ más elevados (Cech & Enke, 2001; Kebarle & Verkcerk, 2009; Kiontke et al., 2016). Estos resultados ponen de manifiesto una limitación del método bajo las condiciones analíticas empleadas, sugiriendo que la sensibilidad para compuestos como el pirimetanil podría mejorarse mediante la evaluación de fuentes de ionización alternativas o mediante una optimización más específica de los parámetros de la fuente ESI.

Por su parte, en el grupo de los herbicidas (Tabla 7), el cletodim presentó los valores más elevados de LOD y LOQ entre los compuestos evaluados. Sin embargo, los valores obtenidos resultan comparables con los reportados por Alder et al. (2006), quienes realizaron una comparación sistemática entre GC-MS y LC-MS para el

análisis de más de 500 pesticidas. En dicho estudio, el cletodim fue cuantificado adecuadamente mediante LC-ESI-MS/MS con un LOQ de 10 ng/mL, mientras que no se obtuvo una señal suficiente mediante GC-MS a una concentración de 100 ng/mL. Estos resultados respaldan la idoneidad de la cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas para la determinación de este herbicida, y confirman que, a pesar de presentar valores de LOD y LOQ relativamente elevados, el método desarrollado en el presente estudio ofrece una sensibilidad comparable a la reportada en la literatura.

De manera general, se ha demostrado que los espectrómetros de masas de triple cuadrupolo presentan una sensibilidad significativamente superior frente a otros analizadores, como la trampa de iones lineal, en el análisis multiresiduo de pesticidas (Anđelković & Branković, 2022). No obstante, la variabilidad observada en los límites de detección, particularmente para pesticidas organofosforados, está fuertemente influenciada por la complejidad de la matriz analizada y por las estrategias de preparación de muestra empleadas. En matrices complejas como el suelo, la presencia de compuestos coextraídos puede generar efectos de supresión o realce de la señal, afectando negativamente la relación señal-ruido y contribuyendo al incremento de los valores de LOD y LOQ (Hernández-Mesa & Moreno-González, 2022).

4.1.2 Linealidad del método y efecto matriz

Los resultados mostraron que la mayoría de los analitos presentaron una buena correlación lineal dentro del rango evaluado, tal como se observa en la tabla 10, 11, 12, 13 y 14 con valores de R^2 superiores a 0,99 tanto para la curva en solvente como la curva en la matriz cumpliendo así de alguna forma con el criterio de aceptación recomendado.

Tabla 10

Linealidad del método analítico para acaricidas

Compuesto	R^2	Ecuación de la curva (matriz) Y=	R^2	Ecuación de la curva (solvente) Y=
Aldicarb	0,9996	1609944,046790x - 2458,900044	0,9998	1526465,823013x - 2030,651962
Azinfos-etilo (Guthion etilo)	0,9999	2738767,156357x - 865,752776	0,9985	2516141,117493x + 5137,469138
Azinfos-metilo (Guthion)	0,9999	1721915,162499x - 175,505688	0,9999	127156958,722543x + 466143,615646

Benzoximato	0,9996	11563443,777302x - 10098,425515	0,9998	11100961,685031x + 2363,936600
Carbaril	0,9999	8329345,998199x + 924,632442	0,9996	7802405,460334x + 7998,803183
Carbofurano	0,9999	28689469,924007x + 29607,833228	0,9999	27625448,623997x + 25752,298554
Fipronil	0,9989	45398372,746462x + 138136,762617	0,9990	43207131,689041x + 133040,462220
Metiocarb	0,9999	13672082,015245x - 229,461262	0,9997	12690271,995641x + 15321,623952
Pirimifos-metilo	0,9999	18141028,990399x - 866,683023	0,9998	17858684,189924x - 18529,850973
Propoxur	0,9999	5012447,413033x - 1691,583939	0,9999	4753563,480542x - 1321,747646
Piridaben	0,9999	15440163,299179x - 7529,125078	0,9999	14804230,945371x - 8931,759393
Triazofos	0,9996	87019041,636490x - 67896,224218	0,9998	84720881,938871x - 80178,621551

Tabla 11

Linealidad de método analítico para fungicidas

Compuesto	**R^2**	**Ecuación de la curva (matriz) Y=**	**R^2**	**Ecuación de la curva (solvente) Y=**
Azaconazol	0,9997	10742135,758510x + 17894,241690	0,9997	10146267,148192x + 21796,576081
Azoxistrobina	0,9999	103253083,814671x - 44654,313304	0,9999	1634193,517639x - 595,332896
Benalaxil	0,9999	65734213,419046x - 29443,684245	0,9999	62949581x - 39224,220260
Bitertanol	0,9999	4410646,201052x - 4017,384375	0,9999	4113407,459008x - 2888,151953
Bromuconazol	0,9993	1571400,312190x - 684,456969	0,9993	1531106,939430x + 1500,993671
Bromuconazol	0,9993	1060772,288264x + 389,439755	0,9997	998434,501377x + 1272,685498
Bupirimato	0,9999	24192579,510520x + 14998,143142	0,9998	23599354,309334x + 16735,219350
Carboxina	0,9997	43395591,643824x - 33705,837331	0,9999	41832865,046531x + 2371,873384
Ciazofamida	0,9995	6318362,911049x + 14148,075430	0,9995	5908293,419866x + 9716,217753
Cimoxanilo (Curzate)	0,9998	3257013,713685x - 4617,495235	0,9999	14515927,294403x + 1701,211412
Ciprocónazol	0,9998	4204529,176376x - 2522,044273	0,9999	4000655,564287x - 2270,454069
Ciprodinil	0,9999	9315647,560109x + 11503,888700	0,9999	9173904,113693x + 4807,585094

Dietofencarb	0,9999	15213682,590379x + 16875,029592	0,9991	14080687,853356x + 24432,259008
Dimetomorf(E)	0,9999	7856397,271059x - 5627,853041	0,9999	7608666,309683x - 8620,368304
Dimetomorf(E)	0,9999	19588618,627907x + 2016,155541	0,9999	18704170,370798x + 2945,920613
Dimoxistrobina	0,9998	90829516,329103x - 36719,464914	0,9999	86815360,134591x - 9469,753969
Epoxiconazol (BAS 480F)	0,9999	8596348,962960x + 3554,892057	0,9999	8208273,968710x + 3474,874465
Fenamidona	0,9999	19454543,884080x - 5869,442446	0,9999	18453848,863719x + 2015,191664
Fenarimol	0,9994	1121348,058547x - 476,268446	0,9996	1030392,263667x + 2271,883219
Fenbuconazol	0,9999	4242814,434133x + 3771,304759	0,9989	4130550,118978x + 1920,879256
Fludioxonil	0,9985	3343383,893666x + 9302,352949	0,9992	3164237,044623x + 8617,424412
Fluopicólido	0,9998	10753224,675276x + 14817,856986	0,9995	10437543,133867x + 20117,763718
Fluoxastrobina	0,9999	34449489,921218x - 11384,637420	0,9998	32819349,452169x - 17849,187278
Fluquinconazol	0,9999	1509259,932133x + 694,914098	0,9998	1465061,384900x - 1717,042111
Flusilazol	0,9994	5440660,991265x + 13466,366255	0,9993	5264289,125996x + 10438,847353
Flutriafol	0,9999	9601186,416693x - 3857,328266	0,9999	9123453,749244x - 144,276642
Fuberidazol	0,9999	206917255,797987x + 143374,835793	0,9952	203431356,582438x + 1006211,025265
Furalaxil	0,9999	124293421,274662x + 39099,916817	0,9998	118159302,095686x + 73712,868455
Hexaconazol	0,9999	6037261,827817x - 1277,869737	0,9998	5652944,524830x + 4485,691965
Imazalil (Enilconazol)	0,9999	12902785,019819x - 4132,498157	0,9999	12341328,312119x + 403,138823
Isoprotiolano	0,9999	65579196,177041x + 64102,058403	0,9999	64734918,880455x + 48011,257176
Mandipropamida	0,9999	16363823,105828x - 3013,990326	0,9999	15615701,851865x - 10393,659285
Mecarbam	0,9999	20408442,366434x + 4140,153088	0,9995	18781792,412847x + 8408,783639
Mepanipirim	0,9999	16943300,963949x + 16749,581783	0,9995	16497179,717491x + 28305,514978
Metconazol	0,9999	11972263,319823x - 1787,938592	0,9999	11488868,037357x - 2553,184122
Metrafenona	0,9999	y=16593943,715518x + 11530,718045	0,9997	15793123,254364x + 16864,384458
Miclobutanil	0,9999	7741518,909791x - 178,525452	0,9999	7368236,619886x + 101,682262

Oxadixil	0,9999	24877490,415649x + 14477,759312	0,9998	24010013,306808x + 24405,645856
Penconazol	0,9999	7973141,410241x - 2639,999911	0,9999	7545253,982473x + 939,172661
Pencicurón	0,9997	25448986,491899x + 4175,203744	0,9999	24683190,041430x + 17053,804251
Picoxistrobina	0,9999	111018109,500447x - 75479,643109	0,9995	100914058,486479x + 152049,286960
Procloraz	0,9997	9496226,474472x + 17471,487135	0,9986	9068501,846906x + 23945,375279
Proquinazid	0,9999	2421217,228468x - 1353,635471	0,9998	2371029,885716x - 2637,399724
Piracarbolida	0,9999	53680263,294874x - 24199,239401	0,9999	50662603,176157x + 14614,037829
Piraclostrobina	0,9995	36348040,023806x + 74584,935909	0,9995	34905220,447672x + 65991,444120
Pirimetanil	0,9999	4936388,458265x + 11252,181747	0,9999	4625750,981544x + 11989,479107
Quinoxifeno	0,9998	2141563,464262x - 2107,969150	0,9998	2083913,522178x - 2232,062352
Silthiofam	0,9994	20238523,841102x + 36321,665325	0,9991	19429389,676778x + 44034,355164
Tebuconazol	0,9999	10022585,876249x - 6894,392841	0,9999	9390344,302499x + 1527,736448
Tetraconazol	0,9998	3532305,268563x + 5446,309340	0,9994	3488159,699512x + 2718,558570
Triadimenol	0,9998	5870701,620648x - 5799,620920	0,9998	5482844,337483x + 1677,340305
Trifloxistrobina	0,9997	34725706,574147x - 23651,783441	0,9998	33850094,775183x - 20936,256439
Triflumizol	0,9999	33716959,082797x - 10717,968554	0,9998	33050445,741884x - 29290,833332

Tabla 12

Linealidad del método analítico para herbicidas

Compuesto	**R^2**	**Ecuación de la curva (matriz) Y=**	**R^2**	**Ecuación de la curva (solvente) Y=**
Amidosulfurón	0,9998	3256751,918376x - 3859,952815	0,9997	3114314,511055x - 3369,728393
Bispiribac	0,9999	10761760,409772x - 6089,952325	0,9996	10460999,052514x - 12229,091779
Carbendazim (Azol)	0,9999	152314457,775687x + 33420,241020	0,9988	14589839,217624x + 416800, 185844
Carfentrazona-etilo	0,9995	4099231,338449x + 6312,181032	0,9992	3841596,966358x + 7605,910187
Cloroxurón	0,9999	38369007,663436x + 20745,895634	0,9997	36282339,095399x + 49554,417919

Clorsulfurón	0,9999	3124879,349679x - 1496,430100	0,9999	3051400,497792x - 1906,969001
Clortolurón (Clorotolurón)	0,9997	33376637,482647x + 68159,033829	0,9981	30883406,606274 x + 113355,086638
Clethodim	0,9999	3173097,486612x - 3189,092332	0,9998	3036372,185524x - 2283,219347
Clethodim	0,9992	840270,902980x + 133,315660	0,9997	883686,163080x - 686,764076
Clomazona	0,9999	13413711,028776x - 1959,011620	0,9999	12791011,158010x + 2255,841528
Ciclurón	0,9999	35027991,950487x + 20261,545765	0,9998	32946922,180478x + 43239,976714
Etidimurón (Sulfadiazol)	0,9994	34933028,807437x + 76415,535384	0,9997	34500399,318410x + 59804,402721
Etofumesato	0,9991	3093018,057514x + 5279,938358	0,9994	2969728,985598x + 4763,889054
Fluazinam (Shirlan)	0,9997	20282252,076663x + 33411,917638	0,9996	19712504,039913x + 28939,397968
Flufenacet (Flutiamida)	0,9995	20954998,145664x + 42962,501096	0,9996	20356769,250669x + 27588,638260
Flumetsulam	0,9999	22761624,070289x + 25710,472061	0,9998	21408468,424855x + 23600,327543
Fluometurón	0,9997	22302205,519942x + 42895,981272	0,9993	21192193,391065x + 57111,150716
Halosulfurón-metilo	0,9999	4245951,575932x - 2146,432527	0,9999	4158140,924248x - 3054,736865
Isoxaben	0,9998	71488879,442930x - 42440,868347	0,9998	69225505,339650x - 57242,118081
Lenacil	0,9998	7803005,856904x + 9691,531917	0,9998	7694185,047829x + 4898,191562
Linurón	0,9999	4329178,366678x - 1311,608702	0,9999	4282212,297255x - 1247,128882
Mesosulfurón-metilo	0,9998	8157581,777267x - 643,606879	0,9998	7766264,954901x + 5138,957060
Metazacloro	0,9998	78143703,413650x - 53710,350217	0,9999	73579780,028069x + 10290,234141
Metabenztiazurón	0,9997	31042049,633962x - 21205,151488	0,9998	29444210,311925x + 1089,005958
Metoprotina	0,9999	96064760,682939x + 40513,804054	0,9999	91672425,072795x + 48236,362977
Metobromurón	0,9999	2889242,774582x - 583,984261	0,9999	2785843,656377x - 691,298153
Metolacloro	0,9989	39174249,403139x + 116625,045070	0,9997	38687254,368673x + 74604,708880
Metribuzina	0,9993	1840836,897970x + 249,275365	0,9999	1742217,152057x + 1431,495840
Metsulfurón-metilo	0,9999	5515466,902789x - 5224,276787	0,9999	5257116,349454x - 2911,057807
Oxsasulfurón	0,9999	32842614,751643x + 225,252449	0,9999	34821146,969507x + 6731,418824

Prometón	0,9999	134449333,185504x + 47693,178687	0,9999	129049154,155593x + 45186,932992
Propizamida (Pronamida)	0,9999	4981791,672892x + 3417,768561	0,9997	4778376,635948x + 4279,587013
Prosulfocarb	0,9999	12654256,801204x - 1730,635005	0,9999	12337105,844170x + 78,475522
Sulfentrazona	0,9999	1100373,470846x - 674,144803	0,9999	1072632,076338x - 772,693264
Tebutiurón	0,9999	33262328,237858x + 3640,372252	0,9999	32031909,503160x + 24769,553370
Tepraloxydim	0,9999	3238983,697473x + 2814,507012	0,9989	3086715,524508x + 4669,898892
Tifensulfurón-metilo	0,9999	4630392,647570x - 3795,123953	0,9998	6401271,842593x + 6156,027068
Trietazina	0,9999	8457494,806019x + 4737,663952	0,9996	7997463,617930x + 12299,543514

Tabla 13

Linealidad del método analítico para insecticidas

Compuesto	**R^2**	**Ecuación de la curva (matriz) Y=**	**R^2**	**Ecuación de la curva (solvente) Y=**
Acefato	0,9999	25137461,285644x + 15343,537624	0,9983	127156958,722543x + 466143,615637
Alanycarb	0,9994	3372226,304459x - 4839,901148	0,9995	3511675,138139x - 2717,013518
Azametifos	0,9999	8369556,725222x - 415,823893	0,9994	22021099,697064x + 31192,632633
Buprofezina	0,9999	16800266,982292x + 6155,675433	0,9999	16583729,395830x - 3728,669908
Clorantraniliprol	0,9998	4428200,050817x + 4701,824002	0,9995	4133353,823648x + 6047,393381
Clorfenvinfos	0,9998	7263465,298510x + 8842,669059	0,9993	6758549,118306x + 13024,910388
Clorfenvinfos	0,9998	7197997,063799x + 8931,115184	0,9998	6824574,371181x + 8021,555106
Diazinón (Dimpilato)	0,9999	18700243,069568x + 28749,624952	0,9999	17981561,666289x + 30516,859324
Dioxacarb	0,9994	73107244,739258x + 169865,358753	0,9992	69362565,107143x + 192960,740509
Etoprofos	0,9997	13274464,941608x + 13502,465579	0,9991	12459310,630080x + 24346,860269
Fenamefos	0,9998	36719056,137374x + 50208,339499	0,9998	35515899,885273x + 44829,970931
Fenobucarb (Baycarb)	0,9998	7058296,255762x + 7212,422379	0,9995	6546482,237906x + 13109,313924
Fenoxicarb	0,9994	12136530,988694x + 29312,921833	0,9993	11601626,823539x + 26212,260928

Forclorfenurón	0,9999	12965029,208576x + 9605,039460	0,9998	12479669,291758x + 11655,985049
Furatiocarb	0,9997	33555279,454373x - 33916,704040	0,9998	32414937,953648x - 27510,574728
Imidacloprid	0,9996	11159215,415852x + 18223,688682	0,9998	10792010,486603x + 13821,594901
Indoxacarb	0,9999	1816555,762684x - 1260,139337	0,9998	1742997,234356x - 2541,416199
Isocarbofos	0,9999	9676088,197024x + 6603,635293	0,9994	9123582,392195x + 17662,878308
Malaoxón	0,9999	11622345,009889x - 6528,972993	0,9999	10924222,975933x - 79,157377
Malatión	0,9995	9167433,921186x + 16548,880496	0,9991	8818555,743287x + 13254,372358
Metidatión	0,9999	9384546,428376x - 630,253729	0,9997	8854186,971232x + 9630,924100
Metomilo	0,9997	66787468,760309x + 120979,992224	0,9999	22014715,518131x + 21993,250880
Metoxifenozida	0,9995	33111631,106917x + 4226,720267	0,9999	33387742,801475x - 5764,438852
Mevinfos (Phosdrin)	0,9996	52594179,026071x + 115510,887357	0,9994	52953471,321247x + 110025,840435
Fosfamidón	0,9997	16396108,063179x + 6296,739314	0,9986	15273529,124165x + 21404,629038
Pirimicarb	0,9999	60698230,113591x - 17937,750572	0,9969	155074897,820590x + 634820,486093
Promecarb	0,9998	17704143,719613x + 14190,228061	0,9999	17456613,585698x + 4889,672634
Piriproxifen	0,9998	33277120,367771x + 1770,934329	0,9997	32563850,467426x - 12465,279037
Quinalfos	0,9993	4216820,643539x + 10108,945674	0,9986	4017134,470605x + 10061,828138
Rotenona	0,9994	2670278,873246x + 5711,469412	0,9996	2634816,971777x + 3403,167332
Espinosina A	0,9995	56362074,382497x - 99598,212082	0,9997	51740776,783025x - 77297,821546
Espinosina D	0,9996	12190574,282651x - 14450,335439	0,9997	11327244,028955x - 15766,285047
Tebufenoxida	0,9987	31684363,460543x - 374,559880	0,9967	28901791,762429x + 69600,035688
Tiacloprid	0,9999	8611069,033376x - 2914,767955	0,9999	44897362,102705x + 25830,449602
Tiametoxam	0,9999	7666304,372890x + 276,628315	0,9999	8034089,911386x + 1059,120513
Tiocarb	0,9999	17481362,481144x - 9107,743329	0,9999	16373370,059495x - 6145,462079
Tralkoxydim	0,9999	5268298,929538x - 3994,157128	0,9999	5032915,147814x - 2510,942362
Trimetacarb	0,9999	25354344,510372x + 13131,182702	0,9997	24527918,721274x + 18888,647823

Uniconazol-P	0,9992	6074293,345271x + 16016,898187	0,9992	5902970,363702x + 13732,158964

Tabla 14

Linealidad de método analítico para nematicidas y alguicida

Compuesto	R^2	Ecuación de la curva (matriz) Y=	R^2	Ecuación de la curva (solvente) Y=
Fostiazato	0,9999	86624716,961703x - 4902,112322	0,9999	82123197,996155x + 54282,537434
Oxamil	0,9999	265317664,754495x + 165330,043434	0,9812	219986751,964912x + 2252701,275467
Quinoclamina	0,9998	3005176,790393x + 2529,055659	0,9998	3840619,794449x + 5572,030083

En este estudio, el efecto matriz (EM) se evaluó mediante la comparación de las pendientes de las curvas de calibración preparadas en disolvente y en matriz, con el objetivo de identificar posibles interferencias derivadas de los componentes del suelo. De manera general, el método mantuvo un desempeño analítico adecuado; sin embargo, se evidenció la presencia de efectos de matriz de tipo supresor en un conjunto específico de pesticidas. En particular, se observó una supresión notable de la señal en la mayoría de los compuestos evaluados, con excepción del metomilo y el oxamil, tal como se muestra en las Figuras 7 a 15. Este comportamiento indica una interferencia significativa en la respuesta analítica y, por ende, en la cuantificación de determinados analitos. Entre los compuestos que presentaron este efecto se encuentran el acefato, azametifos, cimoxanilo, tiacloprid, quinoclamina, pirimicarb y tifensulfurón-metilo.

Este fenómeno se encuentra ampliamente documentado en la literatura, donde se reporta que los efectos de matriz, ya sean de supresión o de realce, pueden alterar la sensibilidad del método e influir en parámetros analíticos clave como los límites de detección y cuantificación, la linealidad y la precisión (S. H. Kim et al., 2023). Los componentes endógenos presentes en matrices complejas pueden interferir en el proceso de ionización por electrospray, actuando como supresores de iones. Entre estos interferentes se incluyen sales y electrolitos inorgánicos, compuestos altamente polares y diversas moléculas orgánicas, tales como carbohidratos, aminas, lípidos y péptidos, así como compuestos análogos o metabolitos con estructuras químicas similares a las de los analitos objetivo. La coelución de estas especies con los analitos favorece la

competencia por la ionización, lo que se traduce en una disminución de la respuesta analítica y en fenómenos de supresión de señal característicos del efecto (Furey et al., 2013). En este contexto, la quinoclamina, un herbicida derivado de las quinonas, presentó un efecto matriz moderado, como se observa en la Tabla 19. Este comportamiento puede atribuirse en parte a su estructura aromática conjugada y a la presencia de grupos funcionales carbonilo, los cuales favorecen interacciones con la fracción orgánica del suelo y aumentan la probabilidad de coelución con compuestos orgánicos de la matriz, comprometiendo así su eficiencia de ionización en sistemas LC-ESI-MS/MS.

En el caso del acefato y el azametifos, ambos pertenecientes al grupo de los pesticidas organofosforados, se registraron efectos de matriz de - 61.99 y - 80 %, respectivamente. Estos valores son consistentes con lo reportado por Zorzella Fontana et al. (2024)quienes observaron un comportamiento similar durante el desarrollo y validación de un método analítico aplicado a matrices vegetales como Melissa officinalis y M. sylvestris. La marcada supresión observada puede atribuirse a la elevada polaridad de estos analitos, lo que los hace particularmente susceptibles a la coelución con compuestos polares de la matriz y, en consecuencia, a una disminución en su eficiencia de ionización en la fuente ESI. En matrices complejas, los coextractivos compiten directamente con los analitos por el proceso de ionización en el espectrómetro de masas, reduciendo la intensidad de la señal detectada, fenómeno conocido como supresión iónica (Keršňáková et al., 2024)

De manera similar, el cimoxanilo presentó un efecto matriz negativo de - 77.86 %, el cual puede estar relacionado con el modo de ionización empleado. En sistemas LC-ESI-MS/MS operados en modo de ionización positiva, se ha reportado que predomina la supresión de la señal, atribuida a la competencia entre el analito y los componentes de la matriz por los protones disponibles en la fase móvil. Este comportamiento ha sido confirmado en estudios multiresiduo realizados en suelos franco-limosos, donde la mayoría de los analitos presentó efectos de matriz negativos, aunque de menor magnitud (Tsiantas et al., 2023).

Asimismo, el pirimicarb mostró un efecto matriz considerable (- 60.86 %), consistente con lo reportado para pesticidas del grupo de los carbamatos analizados mediante LC-ESI-MS/MS en matrices complejas. De igual forma, los neonicotinoides, como el tiacloprid, presentan una alta susceptibilidad a efectos de matriz intensos (superiores al 50 %) en suelos francos, debido a su naturaleza polar. En estos casos, la

polaridad del analito y su coelución con compuestos polares de la matriz favorecen la aparición de fenómenos de supresión de señal durante la ionización. La magnitud del efecto matriz también se encuentra estrechamente relacionada con las propiedades fisicoquímicas de los analitos, tales como la masa molecular y la presencia de grupos funcionales específicos, las cuales condicionan su comportamiento durante el proceso de ionización (Colazzo et al., 2019; Wu & Ding, 2023). Para mitigar estos efectos, numerosos métodos validados recurren a la calibración en matriz o al uso de estándares internos isotópicamente marcados, estrategias que permiten compensar la pérdida de sensibilidad analítica (Zhang et al., 2023).

En el caso del tifensulfurón-metilo, se observó un efecto matriz moderado, consistente con las características fisicoquímicas de las sulfonilureas, grupo al que pertenece este pesticida. Estas se caracterizan por su elevada polaridad y la presencia de grupos funcionales ionizables, como la sulfonamida y la urea, propiedades que favorecen la coelución con compuestos polares de la matriz del suelo y aumentan la competencia por la ionización en la fuente de electrospray, dando lugar a fenómenos de supresión iónica (Wang et al., 2023)

En técnicas LC-ESI-MS/MS, el efecto matriz no se manifiesta exclusivamente como supresión de la señal, sino que también puede dar lugar a fenómenos de realce iónico, dependiendo del entorno de coelución del analito. Las matrices complejas contienen numerosas especies químicas que pueden interferir con la eficiencia de ionización mediante distintos mecanismos, como la competencia por la carga iónica y la modificación del proceso de formación y evaporación de las gotas de electrospray (Bowman et al., 2023). En este contexto, los compuestos coeluidos pueden aumentar o disminuir el potencial de ionización del analito objetivo, dando lugar a efectos de realce o supresión iónica, respectivamente. Para analitos altamente polares que eluyen en etapas tempranas del gradiente cromatográfico, como el oxamil y el metomilo, la coelución se produce generalmente en regiones dominadas por compuestos de bajo peso molecular y elevada polaridad. En este entorno, determinados coextractivos de la matriz pueden favorecer el proceso de ionización por electrospray al mejorar la eficiencia de transferencia de carga durante la formación de iones, dando lugar a un incremento de la respuesta analítica. Este fenómeno podría explicar, al menos en parte, los elevados porcentajes de efecto matriz de tipo realce observados para estos compuestos.

Figura 7

Influencia de la matriz del suelo en acefato

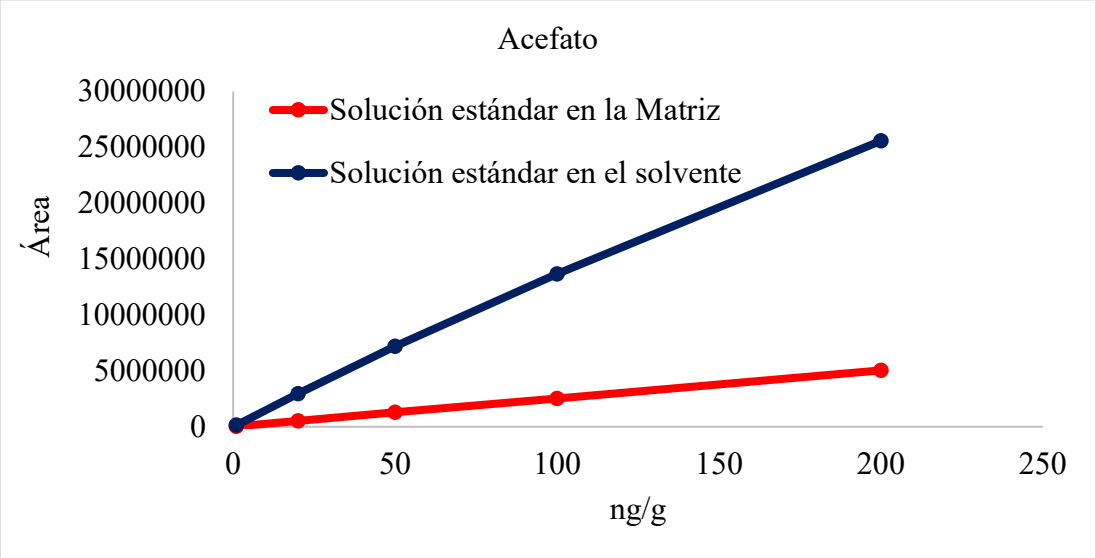


Figura 8

Influencia de la matriz del suelo en cimoxanilo

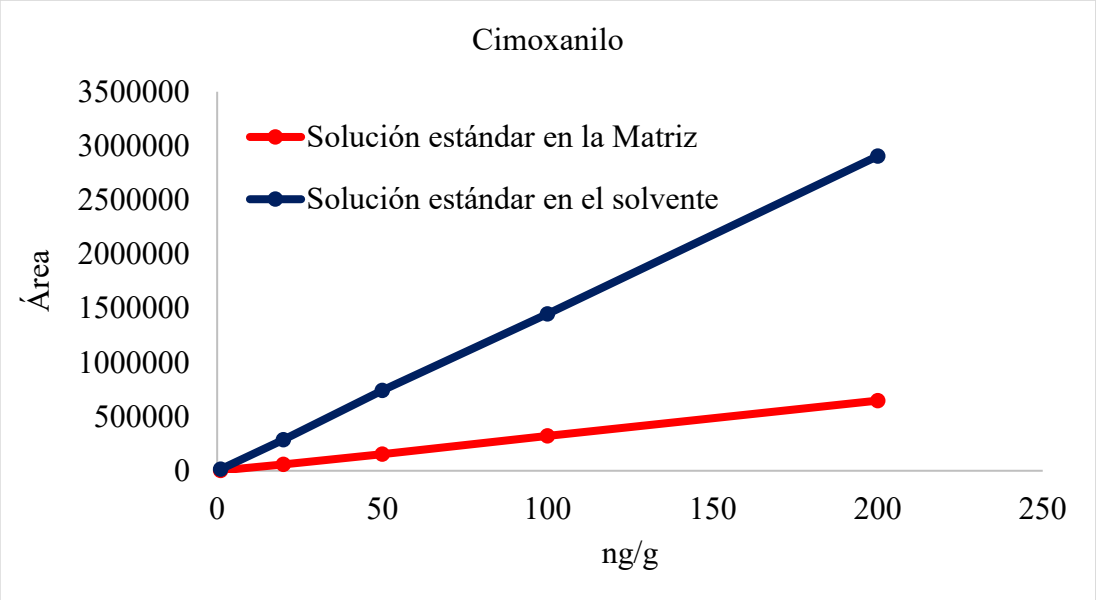


Figura 9

Influencia de la matriz del suelo en metomilo

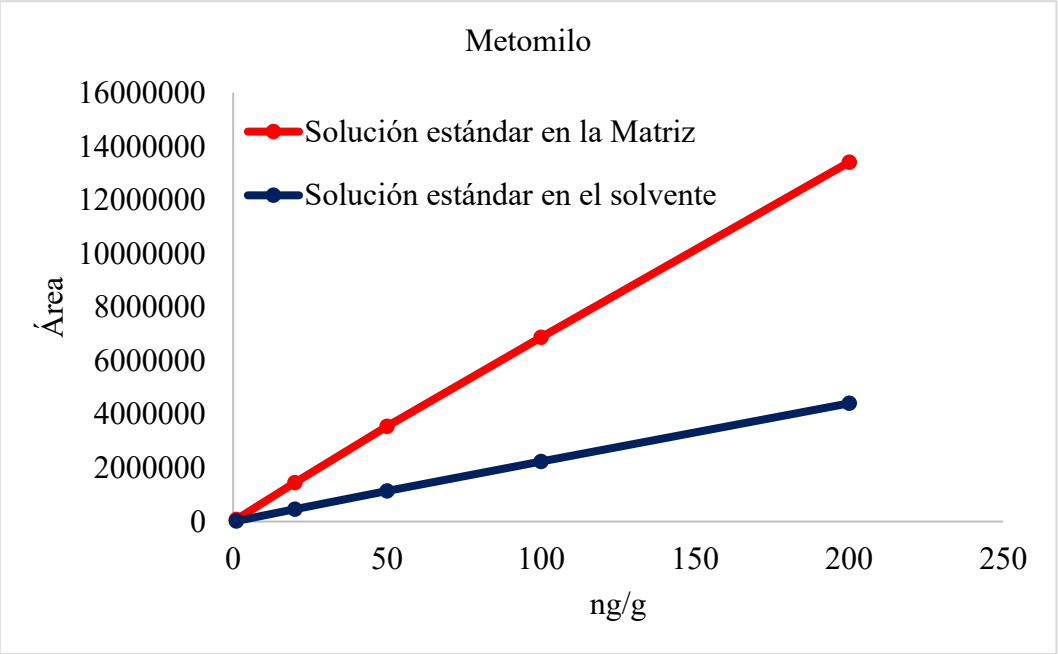


Figura 10

Influencia de la matriz del suelo en azametifos

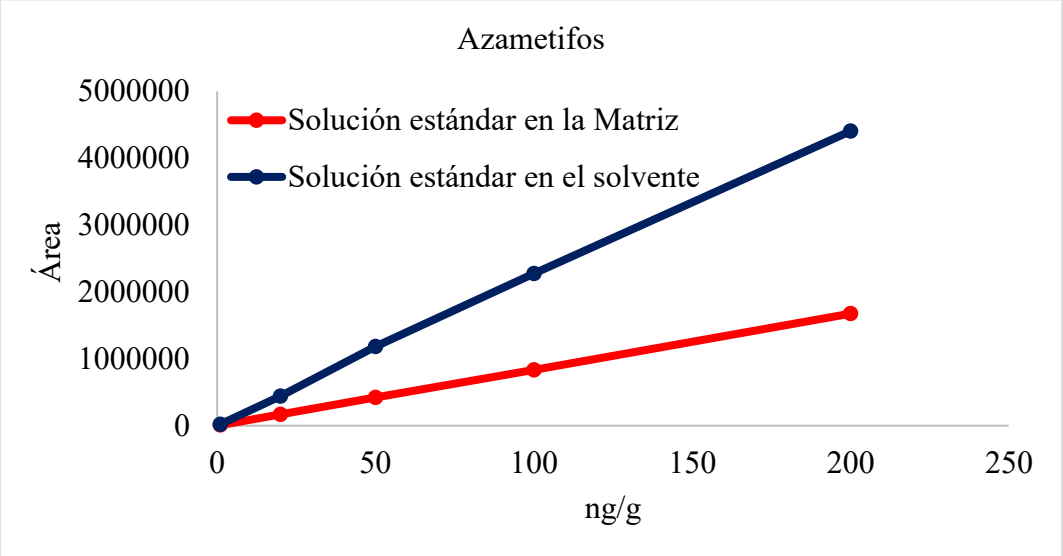


Figura 11

Influencia de la matriz del suelo en pirimicarb

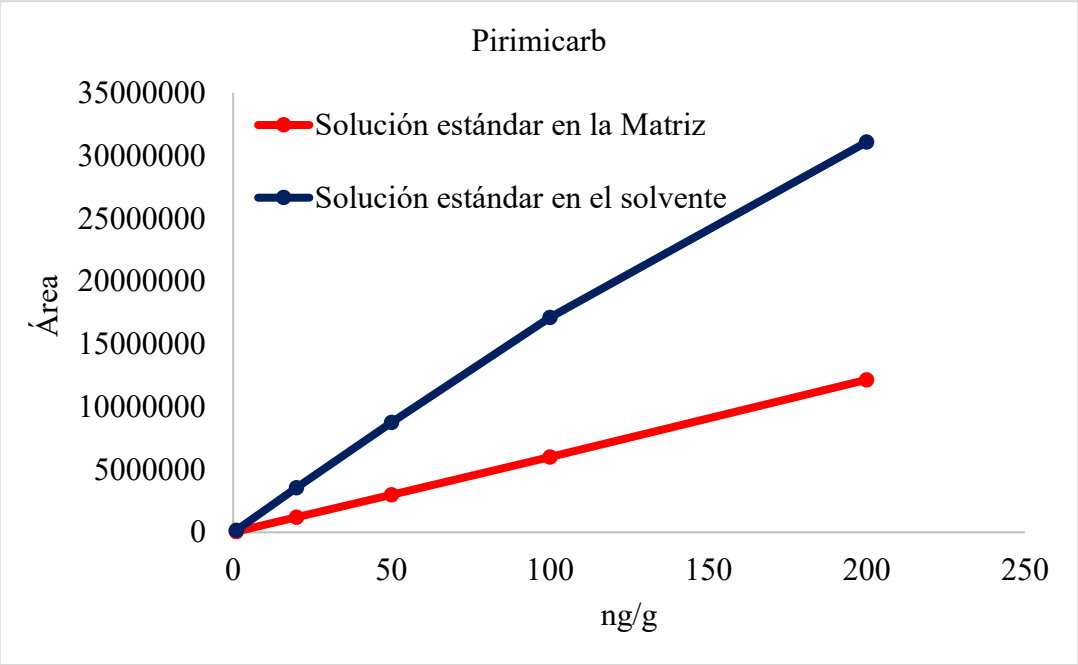


Figura 12

Influencia de la matriz del suelo en tiacloprid

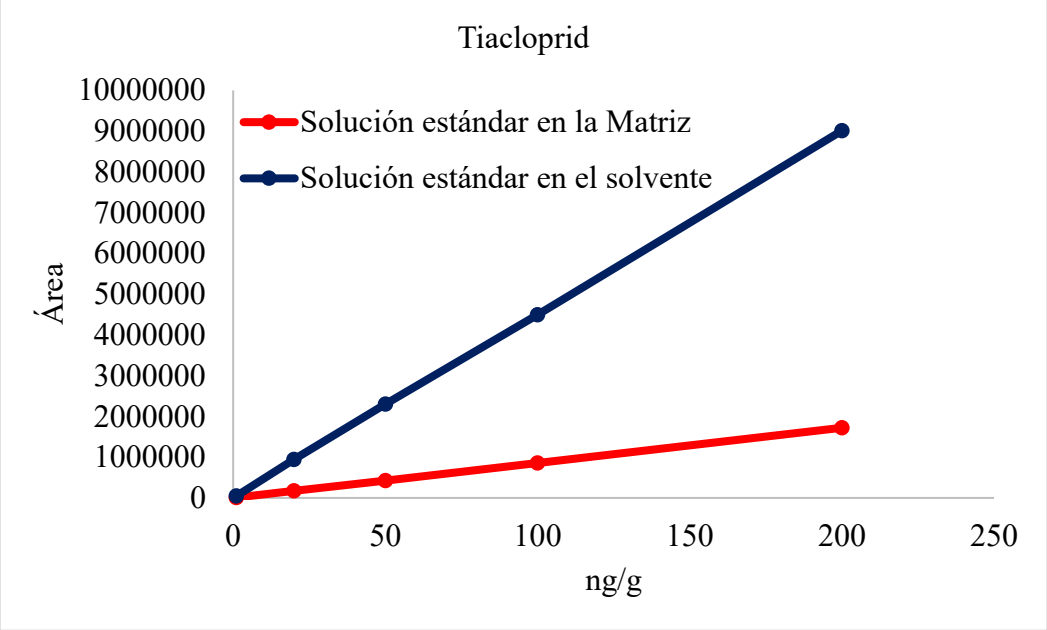


Figura 13

Influencia de la matriz del suelo en tifensulfurón-metilo

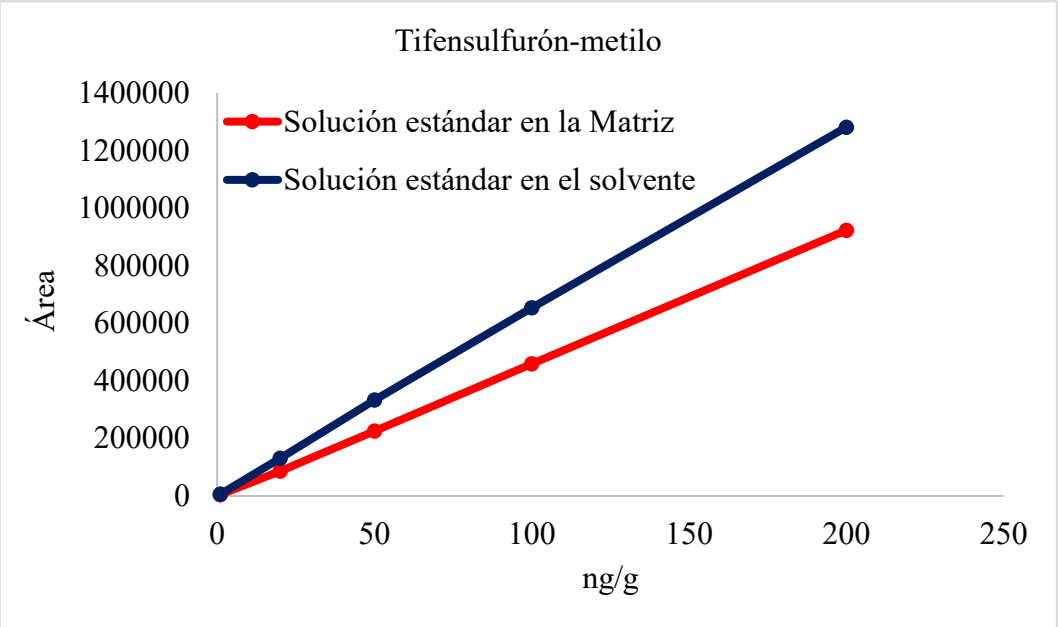


Figura 14

Influencia de la matriz del suelo en Oxamil

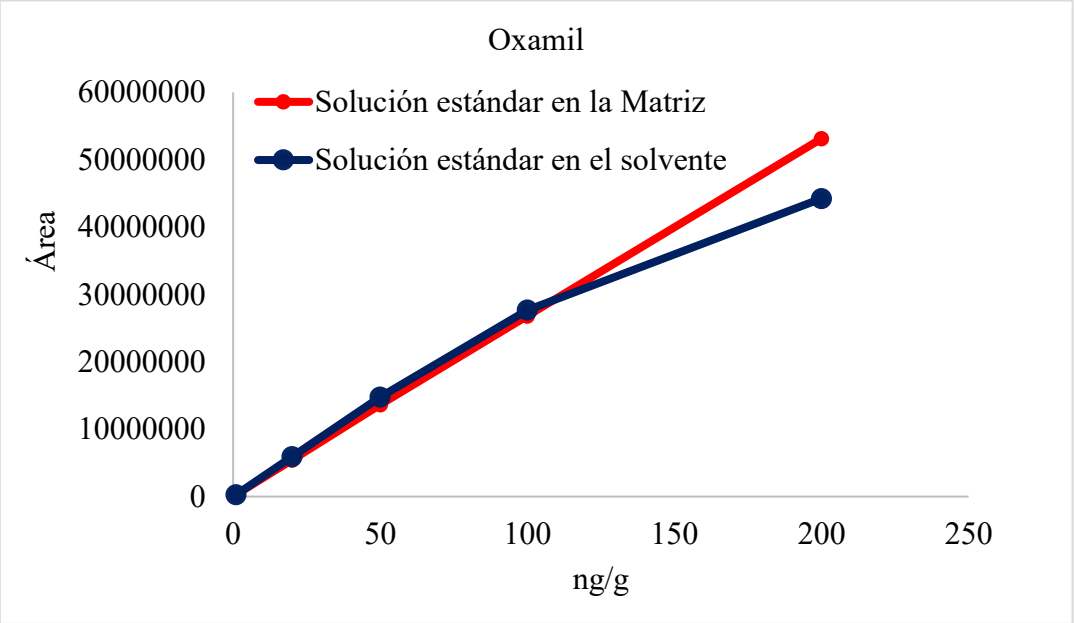
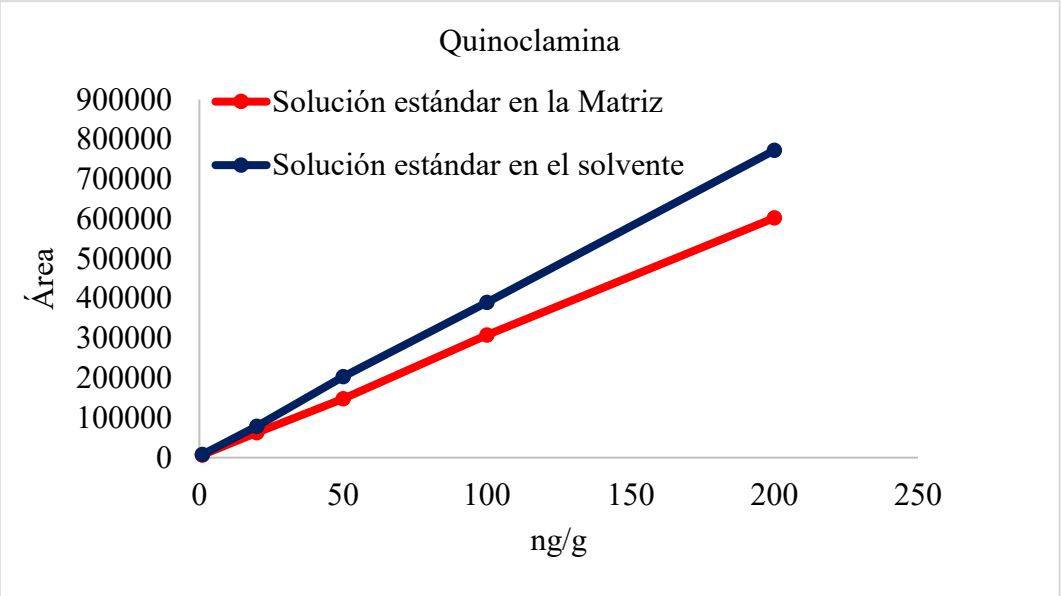


Figura 15

Influencia de la matriz del suelo en Quinoclamina



Diversos autores han evaluado el efecto matriz (ME) mediante la comparación de las pendientes de las curvas de calibración obtenidas en disolvente y en matriz, con el fin de determinar la magnitud de la supresión o el realce de la señal. Según Kmellár et al. (2008) y Kim et al. (2025), el cálculo del efecto matriz se basa en la relación entre ambas pendientes, expresada como porcentaje de variación. En sus estudios, los autores clasificaron el efecto matriz como leve o insignificante (- 20 % a + 20 %), moderado (- 50 % a - 20 % o + 20 % a + 50 %) y fuerte (< − 50 % o > + 50 %). En el caso de D. J. Kim et al. (2025) esta metodología se aplicó a distintas matrices biológicas, como almeja, algas secas, algas frescas, camarones y calamares, donde se evidenció la variabilidad según la naturaleza de la matriz.

Tabla 15

Porcentaje de efecto matriz en acaricidas

Compuestos	Área en extracto matriz	Área en solución solvente	Variación de coeficiente angular (%)
Aldicarb	1688;28718;78243;155021;321326	1266;26371;75459;149173;303896	5,47
Azinfos-etilo (Guthion etilo)	2987;53925;136152;270649;548042	2180;53334;132441;269226;501994	8,85
Azinfos-metilo (Guthion)	1914;34043;87398;169463;345135	1451;31660;81607;162037;326554	5,37
Benzoximato	10837;229430;564971;1117382;2316925	9821;219369;576617;1099928;2224541	4,17

Carbaril	9379;166530;416576;836603;1665724	7287;164400;416459;777038;1569503	6,75
Carbofurano	38199;598049;1485380;2916230;5753975	29344;589287;1422230;2793471;5543472	3,85
Fipronil	53648;1038396;2488124;4830220;9123091	53735;979797;2403190;4564159;8694167	5,07
Metiocarb	13896;269136;693304;1358519;2736340	11302;263907;670107;1296590;2542793	7,74
Pirimifos-metilo	20554;366962;896184;1812695;3629592	17035;336932;870379;1741222;3567354	1,58
Propoxur	5330;95710;249225;500239;1000656	4329;95858;232846;473720;950211	5,45
Piridaben	13356;305204;766971;1514838;3090285	13395;287422;729613;1458537;2958744	4,30
Triazofos	86561;1719244;4297286;8394294;17447199	73468;1613827;4157303;8253333;16932623	2,71

Tabla 16

Porcentaje de efecto matriz en fungicidas

Compuestos	Área en extracto matriz	Área en solución solvente	Variación de coeficiente angular (%)
Azaconazol	11933;232456;563514;1113084;2153817	10612;220004;551402;1053925;2037304	5,87
Azoxistrobina	106273;2056469;5109359;10133833;20677689	91739;1961111;4839824;9764538;19585180	5,40
Benalaxil	65140;1307898;3258630;6443737;13164768	54340;1228945;3107254;6179791;12587843	4,42
Bitertanol	4441;82058;217098;431964;880701	3300;79711;202413;404283;821927	7,23
Bromuconazol	2738;31572;78164;150863;316230	1673;29566;79708;159444;305156	2,63
Bromuconazol 2	938;20658;52612;110416;210871	925;20759;52618;102528;199953	6,24
Bupirimato	23900;503044;1234071;2442971;4846453	22835;477127;1220628;2396478;4721968	2,51

Carboxina	45323;863154;2111092;4220309;8691357	40397;855428;2106077;4145626;8384325	3,74
Ciazofamida	7621;137490;344050;656015;1269676	5729;123739;317513;609123;1184455	6,94
Cimoxanilo (Curzate)	2841;59636;153645;321200;647942	13455;287242;741255;1446755;2905208	-77,56
Ciproconazol	4687;81359;208562;411042;841620	3290;75316;200692;394663;798929	5,10
Ciprodinil	14332;199310;480722;948139;1871123	10165;188885;468971;920511;1839024	1,55
Dietofencarb	16443;321671;792435;1546125;3051978	12632;293013;744309;1483699;2812443	8,05
Dimetomorfo	8150;149079;388853;770095;1570407	6472;140980;369691;745168;1517403	3,26
Dimetomorfo 2	19226;390454;986314;1964313;3917151	11954;373465;953745;1875688;3739125	4,73
Dimoxistrobina	94269;1817487;4515205;8882935;18204258	84843;1755030;4367592;8551958;17401726	4,62
Epoxiconazol (BAS 480F)	10094;174536;440063;858948;1723378	9671;163193;418425;829508;1641848	4,73
Fenamidona	20879;386655;955558;1935838;3889358	16877;370722;928352;1849750;3690754	5,42
Fenarimol	22894;56620;108418;225062	2649;21576;54861;107353;207196	8,83
Fenbuconazol	5188;86760;221159;429169;850665	4111;84971;209766;416070;827120	2,72
Fludioxonil	3848;73714;180788;359094;669463	3387;72693;172060;332477;636402	5,66
Fluopicolida	12877;229182;559087;1106749;2155640	10230;224521;561770;1082483;2093914	3,02
Fluoxastrobina	34216;680455;1725204;3385073;6898890	29872;651332;1626976;3205615;6572938	4,97
Fluquinconazol	1861;30422;77084;151740;302303	1172;26417;72051;143284;292029	3,02

Flusilazol	8197;119174;293667;572183;1092595	8297;108982;280919;552842;1054204	3,35
Flutriafol	10208;188402;474146;950037;1919960	7781;178852;461109;913215;1823123	5,24
Fuberidazol	232935;4271161;10605401;20913403;41460277	231402;4707696;11827341;22982558;40755091	1,71
Furalaxil	134459;2527195;6225168;12564916;24856620	115281;2389468;6027284;12059026;23614606	5,19
Hexaconazol	5867;119974;301894;597370;1208331	6503;116468;286826;579413;1130461	6,80
Imazalil (Enilconazol)	12357;254323;640604;1278893;2580094	11686;242393;625291;1233617;2467662	4,55
Isoprotiolano	74543;1370687;3422448;6621666;13161048	65222;1342024;3331309;6547483;12970673	1,30
Mandipropamida	15205;329152;812574;1624780;3274197	13208;298851;776119;1532219;3121061	4,79
Mecarbam	21033;417721;1019660;2049592;4084227	19296;346126;978708;1923737;3742222	8,66
Mepanipirim	20044;357289;885038;1703545;3403797	13846;353204;877029;1712911;3304991	2,70
Metconazol	11882;242171;602463;1175479;2400775	10248;222935;581270;1137373;2297778	4,21
Metrafenona	15259;343572;848215;1685754;3321206	13865;324451;820888;1626918;3157448	5,07
Miclobutanil	7870;152359;391034;771284;1548664	6041;146477;369963;739376;1472268	5,07
Oxadixil	18676;507674;1266745;2538626;4970217	18633;511047;1259396;2421346;4819321	3,61
Penconazol	7490;158562;396283;786854;1595647	6377;148069;387699;752207;1509632	5,67
Pencycurón	38485;518125;1299324;2488445;5118070	41218;516107;1262385;2459948;4963075	3,10
Picoxistrobina	106592;2173112;5383304;10972304;22175008	91362;2082152;5394514;10428620;20202714	10,01

Procloraz	12168;206630;505598;977953;1908109	11100;196731;489418;971785;1815107	4,72
Proquinazid	2405;47127;118781;239395;483796	2140;44317;115028;231845;473135	2,12
Piracarbolida	57380;1066134;2645269;5280015;10745583	47231;1036366;2562929;5078708;10143662	5,96
Piraclostrobina	39179;801119;1932500;3792178;7293072	33844;756424;1856624;3635701;6997201	4,13
Pirimetanil	15440;105540;263684;505954;997043	15113;102304;248944;473016;936725	6,72
Quinoxifeno	2073;41598;103228;209029;428052	1937;38159;102184;203996;415695	2,77
Siltiofam	21414;431186;1065444;2122151;4049905	16776;419390;1058677;2038939;3894693	4,16
Tebuconazol	10799;198952;484910;984375;2004871	8259;187895;476189;940727;1878385	6,73
Tetraconazol	4947;73935;187282;362753;708800	3938;71450;173973;362635;695703	1,27
Triadimenol	5380;112519;286768;570529;1173836	4579;107759;283572;549907;1096706	7,07
Trifloxistrobina	31612;690454;1712270;3373326;6957315	29392;666372;1673797;3309387;6774756	2,59
Triflumizol	33514;672826;1685132;3308481;6755449	30716;633208;1616808;3229063;6605466	2,02

Tabla 17

Porcentaje de efecto matriz en herbicidas

Compuestos	Área en extracto matriz	Área en solución solvente	Variación de coeficiente angular (%)
Amidosulfuron	2937;61549;156733;317645;650092	2880;59057;151991;302102;622532	4,57
Bispiribac	11666;211054;525970;1061775;2151699	8787;199399;510275;1009350;2092074	2,88

Carbendazim (Azol)	182520;3097403;7680862;15191836;30523144	167756;3302321;7903272;15553310;29267632	4,43
Carfentrazona-etilo	4435;87427;212942;427192;820380	4258;80683;206679;402341;769301	6,71
Cloroxurón	44908;804738;1963540;3819502;7705944	35859;762077;1922872;3712067;7275645	5,75
Clorsulfurón	3333;60848;151773;312338;623557	3296;57316;149873;303386;608664	2,41
Clortolurón (Clorotolurón)	41257;737119;1797696;3432150;6715305	34393;708400;1741434;3335147;6205145	8,07
Cletodim	2723;59585;155738;309500;633727	3505;58583;148593;297042;607355	4,50
Cletodim 2	835;18254;42891;80953;169474	1361;15166;43628;88447;175811	-4,91
Clomazona	15176;267527;670866;1326616;2686506	12697;260077;644206;1278833;2560932	4,87
Ciclurón	37666;721277;1797085;3519176;7021489	34796;698754;1734777;3360178;6611003	6,32
Etidimurón (Sulfadiazole)	39021;766371;1874717;3651846;7010277	34013;756110;1840899;3534377;6933271	1,25
Etofumesato	2309;65316;162300;326379;617605	2726;62777;163034;299514;597539	4,15
Fluazinam (Shirlan (VAN)	21154;432501;1080136;2089276;4068708	19818;411959;1043897;2033786;3948576	2,89
Flufenacet (Flutiamida)	22475;462287;1110344;2191081;4202930	19062;422190;1085630;2082999;4080423	2,94
Flumetsulam	25325;480175;1180629;2324062;4562924	20731;450462;1116263;2181757;4291332	6,32
Fluometurón	26986;488197;1195189;2294723;4483503	21656;483656;1164057;2213193;4265298	5,24
Halosulfurón-metilo	4779;78743;211095;422953;846945	3709;79961;204996;407624;831107	2,11
Isoxaben	71741;1415879;3545013;6950598;14326939	62174;1341519;3382467;6772126;13838166	3,27

Lenacil	7125;163557;414733;792242;1565717	6732;155064;396518;782306;1538414	1,41
Linurón	5573;86788;210604;430606;865996	4610;84058;212950;424321;856527	1,10
Mesosulfurón-metilo	9211;163352;415540;797760;1637381	6865;157027;401342;788138;1553607	5,04
Metazacloro	83528;1546797;3820392;7624945;15647099	70295;1479233;3714908;7361614;14723499	6,20
Metabenztiazurón	34314;622905;1516249;3014376;6222729	27877;596838;1495269;2905486;5903778	5,43
Metoprotina	105496;1979094;4870540;9637547;19249917	88424;1883716;4697193;9216275;18366044	4,79
Metobromurón	3276;59128;142996;284262;579327	2519;53465;141397;275663;557047	3,71
Metolacloro	58351;871130;2147244;4172277;7867770	49482;845591;2087765;3957081;7786076	1,26
Metribuzina	6512;34722;92590;179305;371068	4133;36230;88069;174537;350551	5,66
Metsulfurón-metilo	5596;104661;267142;541640;1101078	4700;101728;257879;522121;1049407	4,91
Oxasulfurón	35176;659027;1642435;3276664;6572434	32077;709938;1766414;3467553;6976320	-5,68
Prometón	146980;2732567;6839718;13465667;26934237	123828;2633254;6553462;12953937;25838690	4,18
Propizamida (Pronamida)	5247;101370;258956;501228;998532	3989;96951;247413;491095;954727	4,26
Prosulfocarb	12484;252396;636625;1250251;2534320	11733;239899;617175;1247245;2461407	2,57
Sulfentrazona	1207;21237;53448;109327;219649	943;20244;52669;106279;213947	2,59
Tebutiuron	34750;668417;1674700;3323088;6657571	29630;674665;1637182;3249142;6417066	3,84
Tepraloxydim	4743;65953;167407;328311;649322	5218;61510;159052;327134;615607	4,93

Tifensulfurón-metilo	4346;86655;225590;459343;922966	6078;131045;333593;653762;1281173	-27,66
Trietazina	9212;175452;434723;844933;1697100	9180;165527;429829;819784;1604237	5,75

Tabla 18

Porcentaje de efecto matriz en insecticidas

Compuestos	Extracto matriz	Solución solvente	Variación de coeficiente angular (%)
Acefato	34084;519249;1283031;2523517;5042835	137797;2944270;7190431;13655655;25577796	-80,23
Alanycarb	2807;64292;163824;320760;675213	2919;66637;177815;338386;703491	-3,97
Azametifos	8639;166610;420622;831993;1675162	21901;440842;1182257;2275991;4404800	-61,99
Buprofezina	21260;340449;862456;1668209;3371304	19191;325354;833664;1634393;3321319	1,31
Clorantraniliprol	3756;92727;230122;453170;886596	3784;85501;219537;427664;827225	7,13
Clorfenvinfos	7519;154111;383786;734624;1458919	6848;141400;365548;704962;1353789	7,47
Clorfenvinfos 3	7533;153479;371711;740458;1441931	6915;144800;355101;696969;1368239	5,47
Diazinón (Dimpilato)	22695;409849;975440;1917750;3755805	22575;387324;967830;1827993;3618023	4,00
Dioxacarb	81060;1629529;3923461;7659914;14678152	72976;1574281;3823317;7273350;13954390	5,40
Etoprofos	13105;285440;700343;1321874;2671577	8917;267103;666040;1309261;2492818	6,54
Fenamifos	37234;779278;1946097;3740660;7370542	34526;767086;1853534;3616749;7128653	3,39
Fenobucarb (Baycarb)	8230;144910;364430;724852;1412268	6656;144357;347128;683012;1313138	7,82
Fenoxicarb	13994;266764;668683;1258290;2441486	13244;250054;635674;1205941;2330352	4,61

Forclorfenurón	14554;268213;669785;1305414;2600085	12143;255636;655124;1264367;2500968	3,89
Furatiocarb	32633;657793;1626371;3245079;6717549	30116;622744;1589689;3165612;6480228	3,52
Imidacloprid	13351;238567;583760;1159799;2235710	10558;229224;565271;1104009;2163882	3,40
Indoxacarb	1465;34248;90736;178316;362876	1408;32195;81547;172182;346613	4,22
Isocarbofos	10354;203858;495455;971714;1941465	8617;195087;494182;944754;1830524	6,06
Malaoxón	12972;224388;573362;1144622;2323902	9646;214954;553589;1089756;2184546	6,39
Malatión	10839;195946;483697;956846;1836534	8508;180919;459790;929363;1759375	3,96
Metidatión	8548;187089;477791;924391;1880695	8594;179270;470570;900787;1773836	5,99
Metomilo	80075;1452012;3558504;6875301;13417159	21120;465907;1138752;2238463;4413184	203,38
Metoxifenozida	36556;681464;1706824;3219415;6661290	27902;672293;1640966;3347898;6668973	-0,83
Mevinfos (Phosdrin)	61677;1173772;2838581;5435198;10580766	52917;1153366;2862893;5494919;10631772	5,87
Fosfamidón	16723;341370;849307;1610109;3296931	14618;317894;818770;1558290;3063931	7,35
Pirimicarb	64645;1217348;3000558;5994581;12152223	167331;3563378;8765332;17127356;31083492	-60,86
Promecarb	20465;359889;931934;1773634;3553265	15368;346206;900250;1744712;3494316	1,42
Piriproxifen	54070;685564;1662179;3263951;6688903	52773;647556;1603218;3181922;6533393	2,19
Quinalfos	4937;94788;224789;444099;846372	3307;84803;223275;424759;804522	4,97
Rotenona	3615;58725;140949;280345;535597	2881;53910;138131;272628;526983	1,35
Espinosina A	47766;1065697;2637295;5408834;11252746	42301;972923;2461098;5006977;10326040	8,93

Espinosina D	10960;231332;596327;1172878;2438954	9241;210305;549088;1092849;2262093	7,62
Tebufenoxida	31215;631701;1489914;3312045;6288150	24850;647501;1462728;3184532;5750954	9,63
Tiacloprid	8859;171323;421234;857876;1720841	44393;942491;2300680;4489317;9009193	-80,82
Tiametoxam	8214;151260;385269;768067;1532771	7432;161632;405270;804211;1607398	-4,58
Tiodicarb	16400;345255;861991;1718987;3497414	14093;324276;810166;1621720;3273539	6,77
Tralkoxydim	5936;101565;257404;516235;1053428	4503;100002;246511;497436;1006205	4,68
Trimetacarb	26926;525277;1311406;2516626;5091882	22992;507903;1295279;2440114;4928014	3,37
Uniconazol-P	6530;136514;329570;641437;1219598	5775;128296;324500;614474;1185618	5,87

En la Tabla 19 se observa que, en términos generales, la mayoría de los compuestos evaluados presentaron un efecto matriz de tipo supresor de la señal, con porcentajes de variación comprendidos entre - 60 y - 81 %. La quinoclamina y el tifensulfurón-metilo mostraron un efecto matriz de supresión de magnitud moderada. En contraste, el metomilo y el oxamil fueron los únicos compuestos que evidenciaron un efecto matriz de tipo realce, siendo este fuerte para el metomilo y moderado para el oxamil.

Tabla 19

Resultado de los efectos de la matriz por variación de los coeficientes angulares de las curvas en disolvente y matriz

Compuestos	**Variación entre coef. Angulares (%)**	**Conclusión**
Acefato	-80,23	Efecto matriz de supresión fuerte
Cimoxanilo	-77,56	Efecto matriz de supresión fuerte
Metomilo	203,38	Efecto matriz de realce fuerte
Azametifos	-61,99	Efecto matriz de supresión fuerte
Pirimicarb	-60,86	Efecto matriz de supresión fuerte

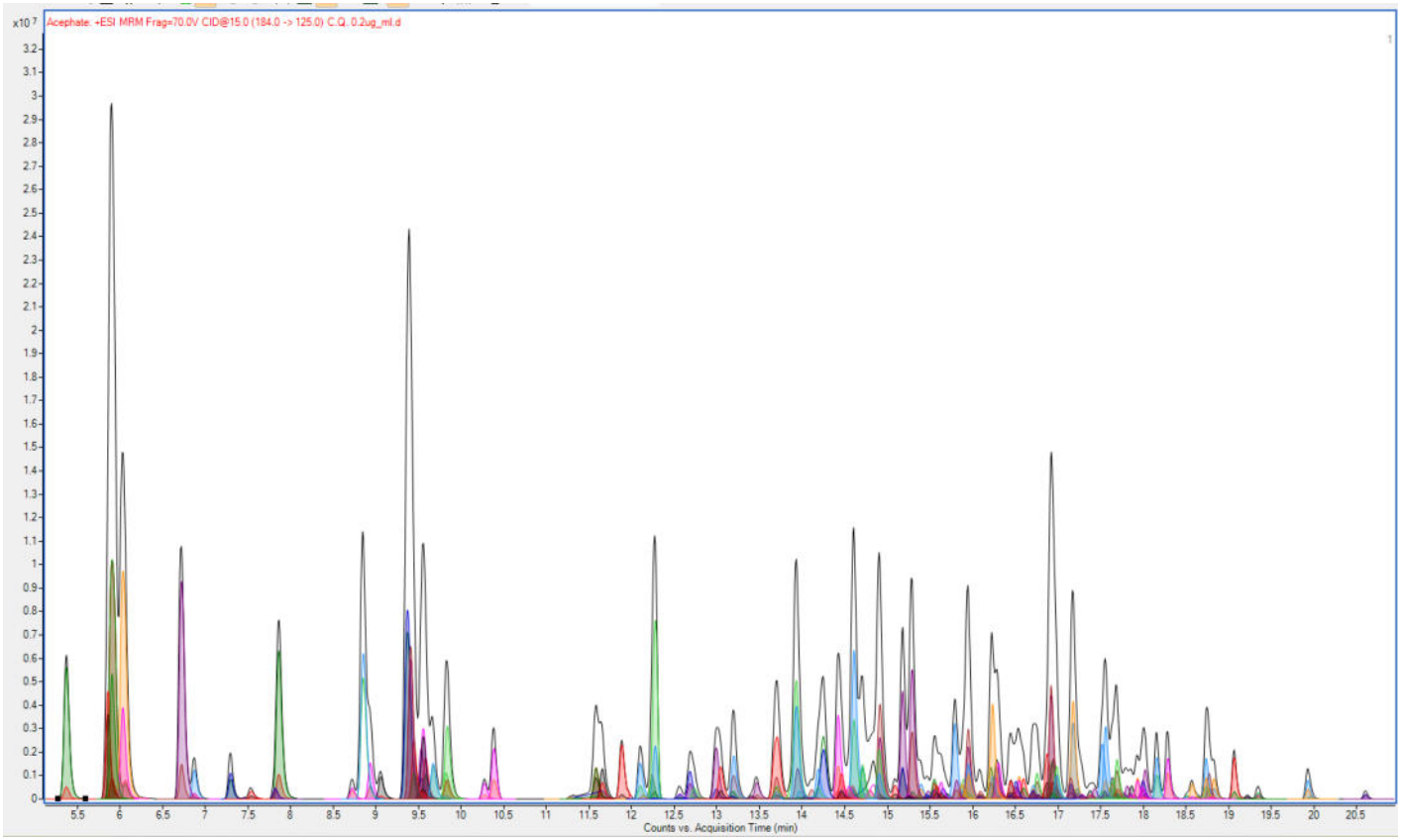
Tiacloprid	-80,82	Efecto matriz de supresión fuerte
Oxamil	20,61	Efecto matriz de realce moderado
Quinoclamina	-21,75	Efecto matriz de supresión moderado
Tifensulfurón-metilo	-27,66	Efecto matriz de supresión moderado

4.1.3 Selectividad

La selectividad del método se evaluó mediante la inspección visual de los cromatogramas obtenidos para cada analito, verificando la adecuada separación a lo largo del tiempo de retención y la presencia de las transiciones confirmatorias correspondientes sin observarse señales interferentes que pudieran comprometer la identificación o cuantificación de los compuestos. En las tablas 20 al 24 se identifica las transiciones y los tiempos de retención de cada compuesto, mientras en la figura 16 se grafica las curvas generadas en distintos tiempos de retención, en tanto en la figura 17 se detallan las transiciones confirmatorias para cada compuesto analizado.

Figura 16

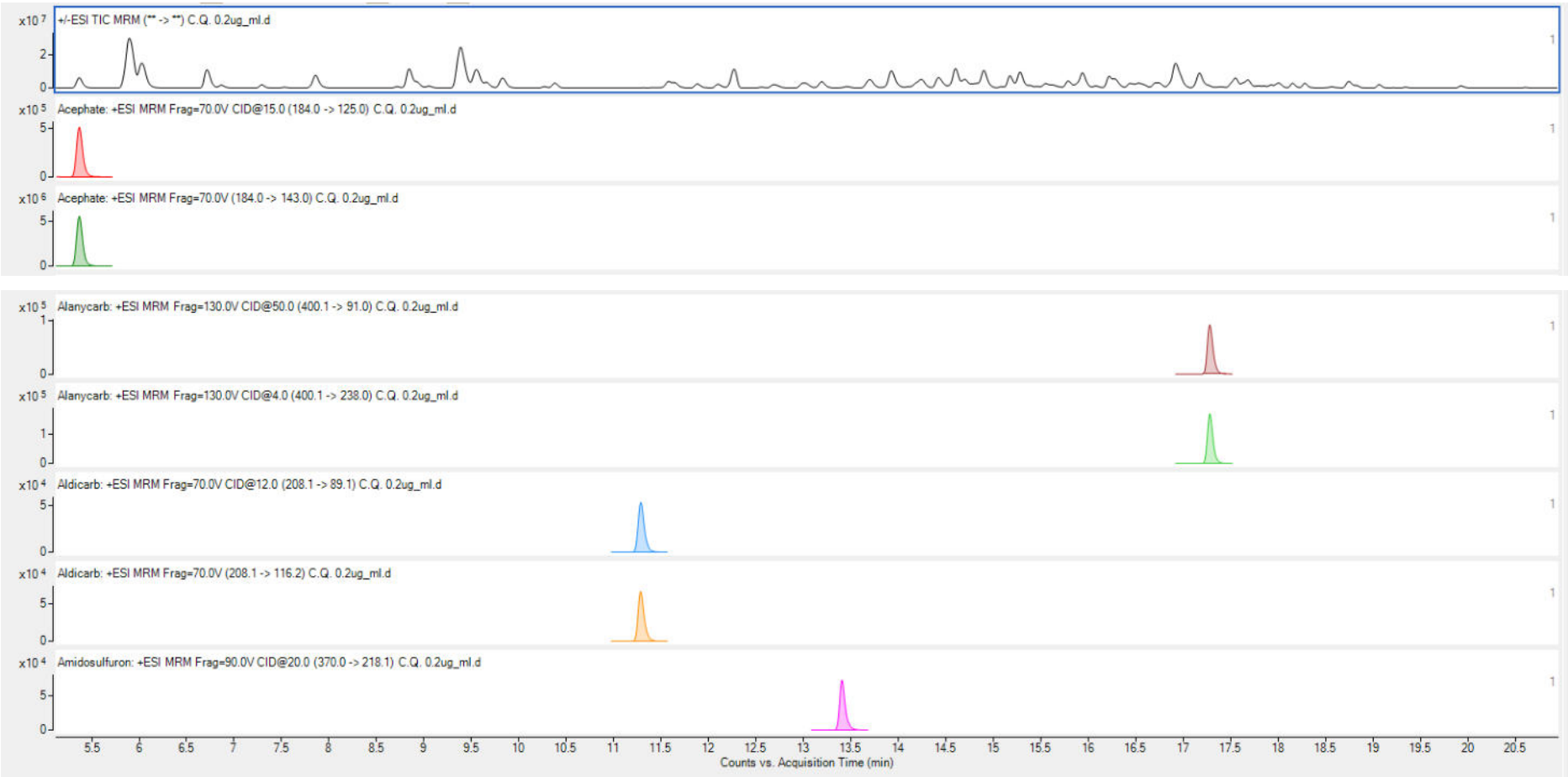
Cromatograma de separación de compuestos analizados por UHPC MS-MS

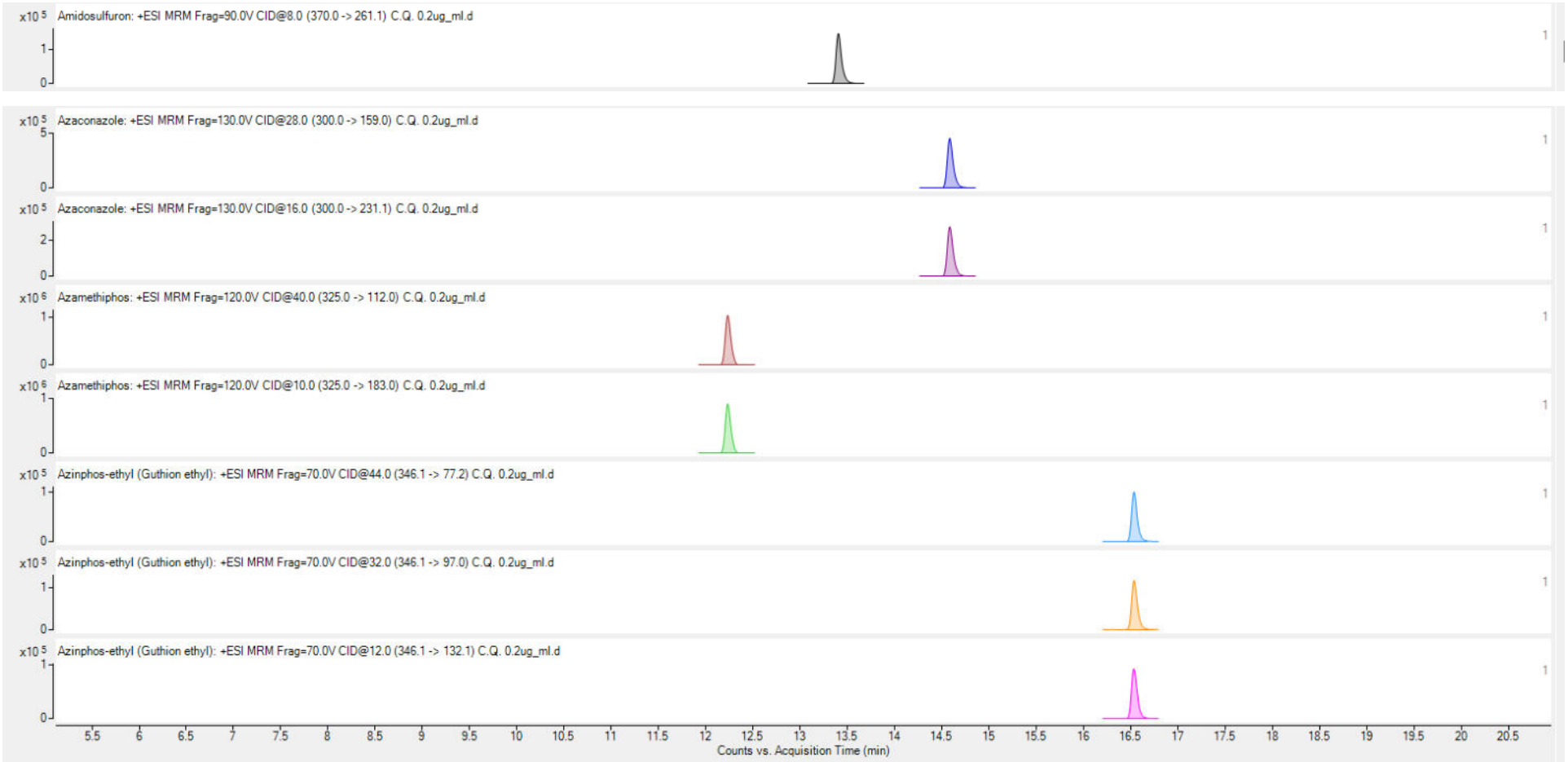


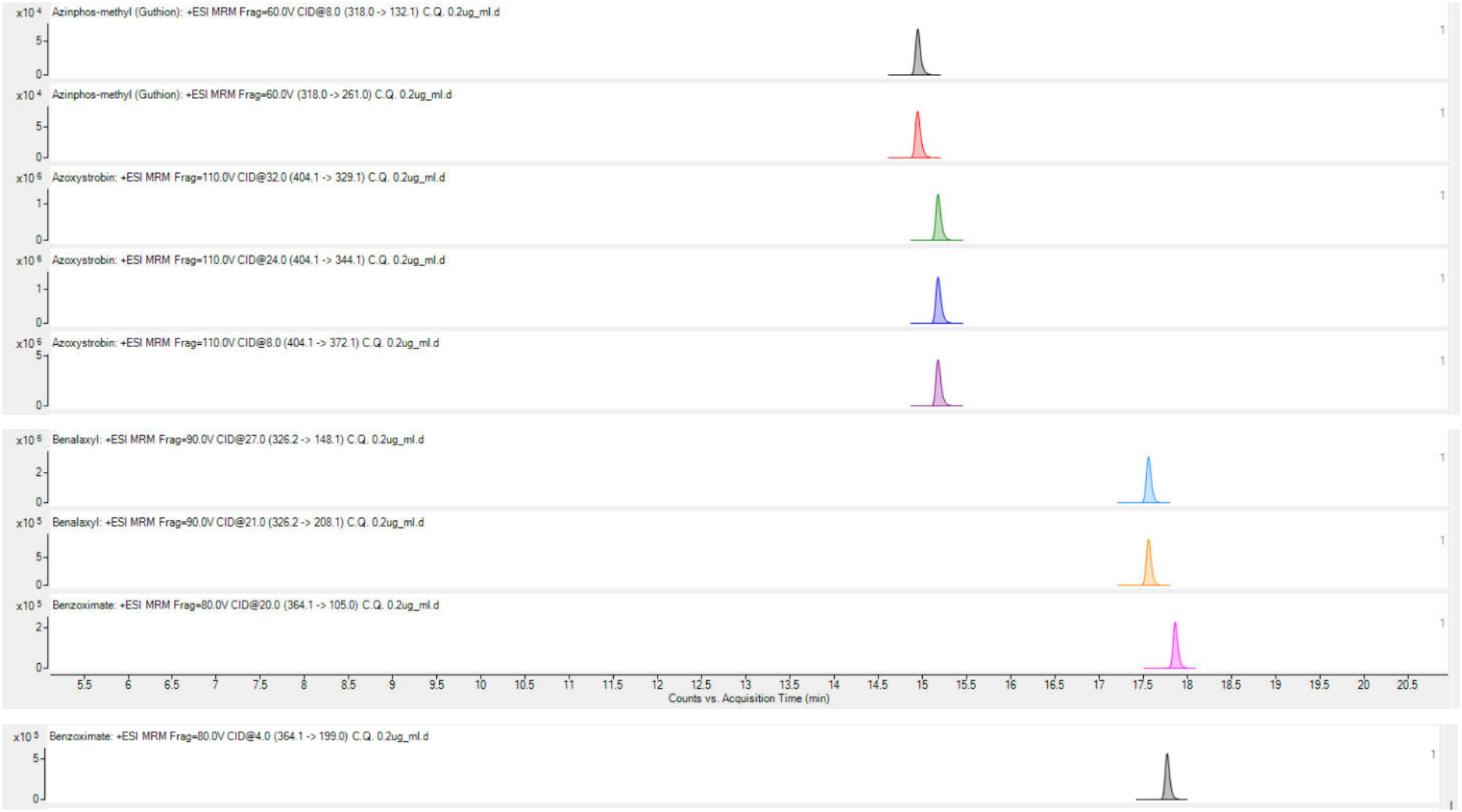
Nota. Picos cromatográficos (MRM) obtenidos durante el tiempo de corrida.

Figura 17

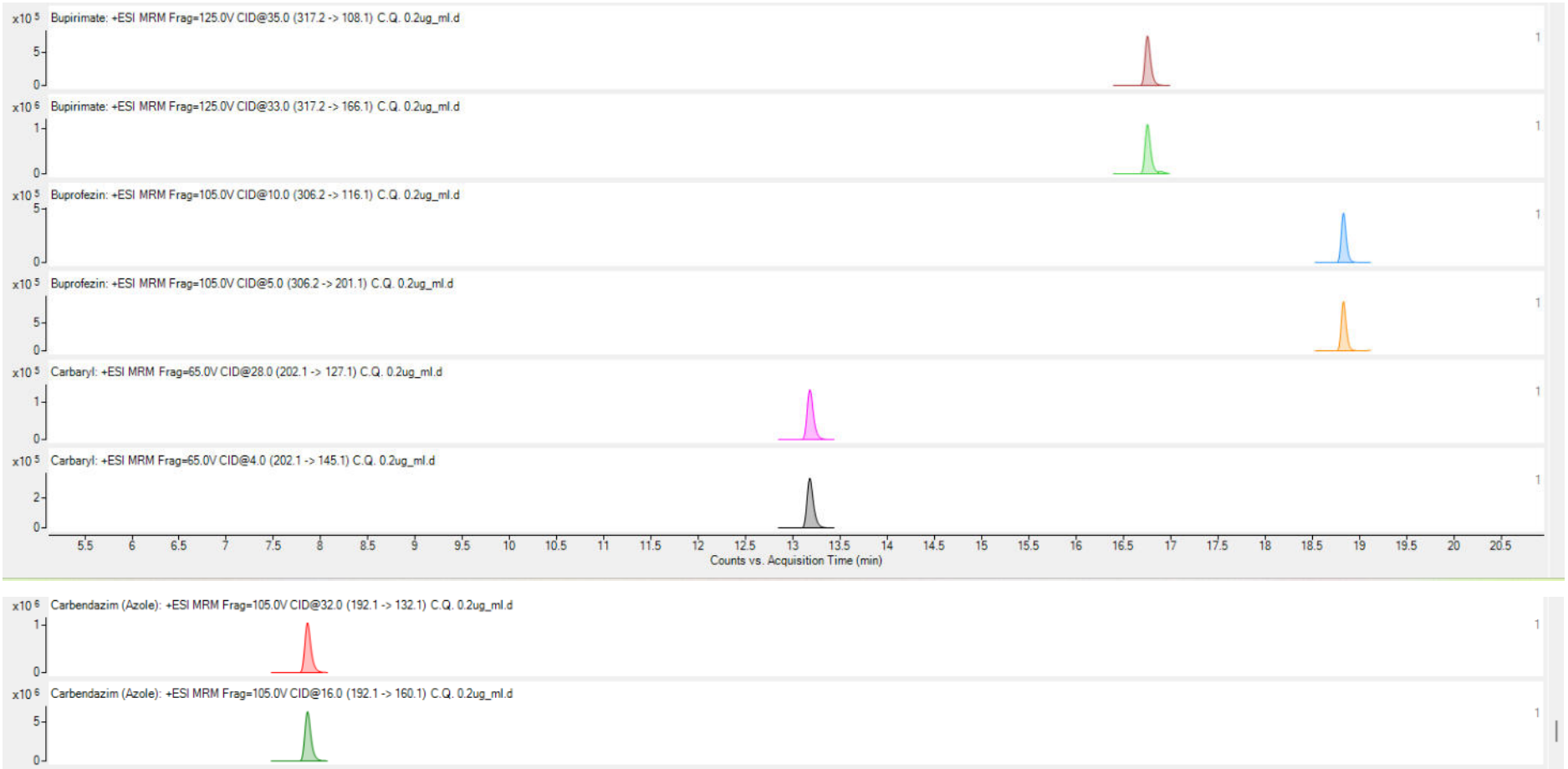
Transiciones por cada compuesto evaluado

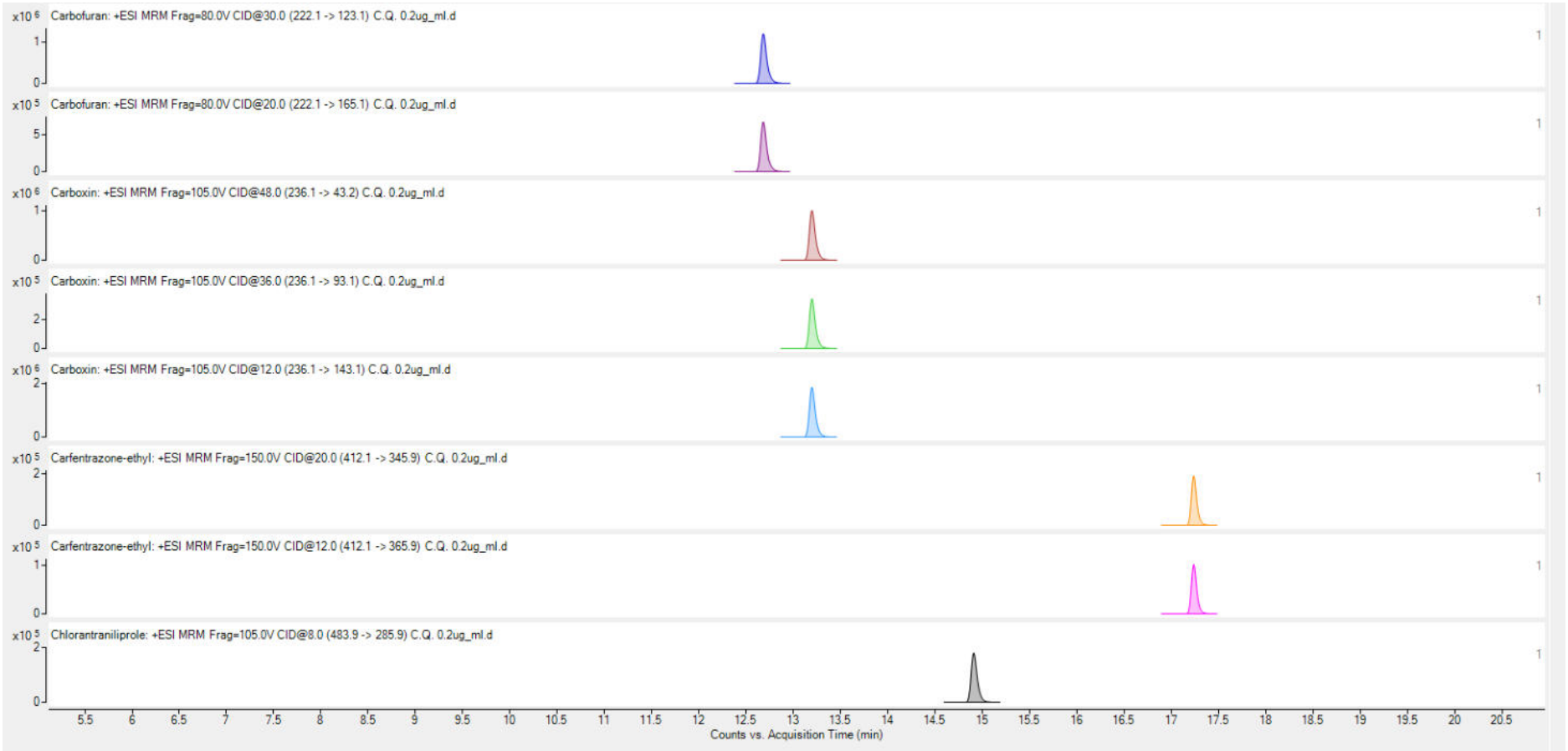


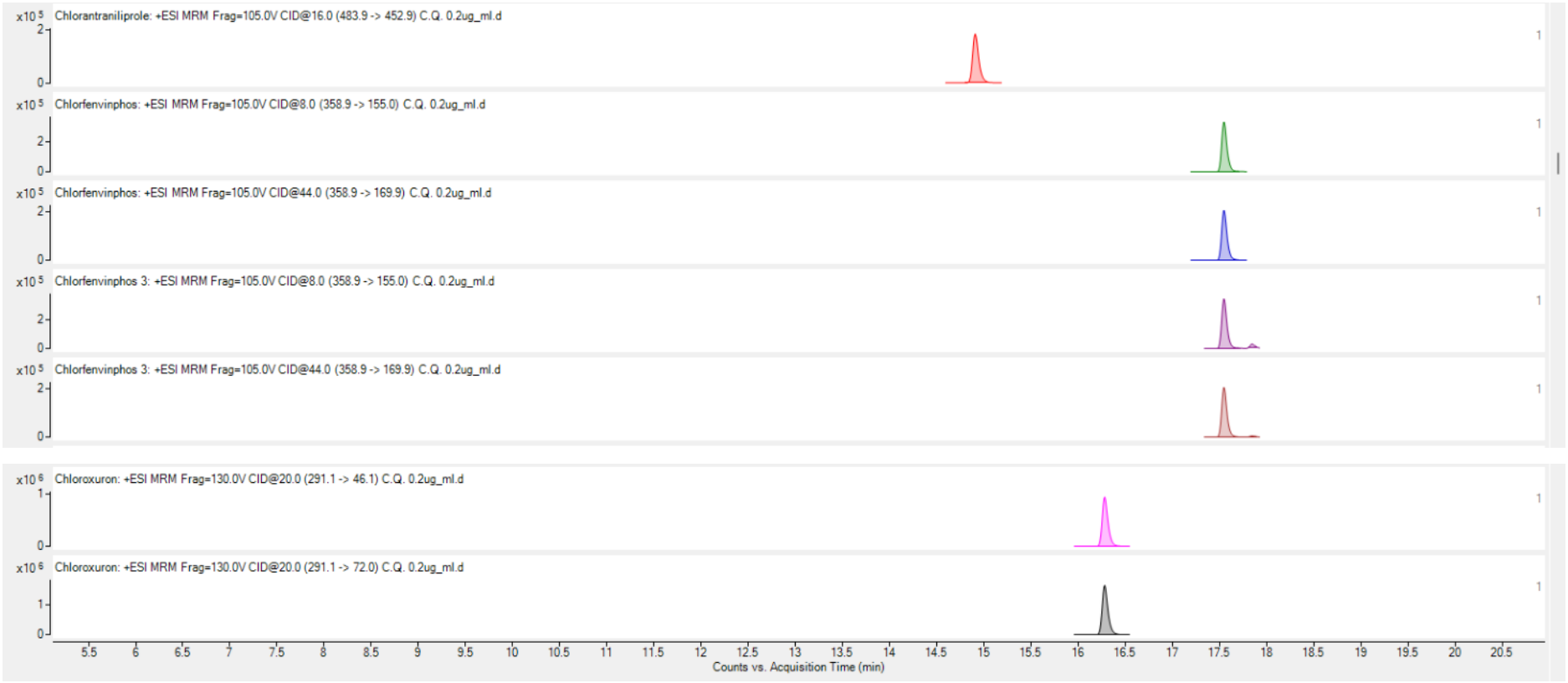

x10 5 Amidosulfuron: +ESI MRM Frag=90.0V CID@8.0 (370.0 -> 261.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Azaconazole: +ESI MRM Frag=130.0V CID@28.0 (300.0 -> 159.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Azaconazole: +ESI MRM Frag=130.0V CID@16.0 (300.0 -> 231.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Azamethiphos: +ESI MRM Frag=120.0V CID@40.0 (325.0 -> 112.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Azamethiphos: +ESI MRM Frag=120.0V CID@10.0 (325.0 -> 183.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Azinphos-ethyl (Guthion ethyl): +ESI MRM Frag=70.0V CID@44.0 (346.1 -> 77.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Azinphos-ethyl (Guthion ethyl): +ESI MRM Frag=70.0V CID@32.0 (346.1 -> 97.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Azinphos-ethyl (Guthion ethyl): +ESI MRM Frag=70.0V CID@12.0 (346.1 -> 132.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)


x10 4 Azinphos-methyl (Guthion): +ESI MRM Frag=60.0V CID@8.0 (318.0 -> 132.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Azinphos-methyl (Guthion): +ESI MRM Frag=60.0V (318.0 -> 261.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Azoxystrobin: +ESI MRM Frag=110.0V CID@32.0 (404.1 -> 329.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Azoxystrobin: +ESI MRM Frag=110.0V CID@24.0 (404.1 -> 344.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Azoxystrobin: +ESI MRM Frag=110.0V CID@8.0 (404.1 -> 372.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Benalaxyl: +ESI MRM Frag=90.0V CID@27.0 (326.2 -> 148.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Benalaxyl: +ESI MRM Frag=90.0V CID@21.0 (326.2 -> 208.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Benzoximate: +ESI MRM Frag=80.0V CID@20.0 (364.1 -> 105.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)
x10 5 Benzoximate: +ESI MRM Frag=80.0V CID@4.0 (364.1 -> 199.0) C.Q. 0.2ug_ml.d

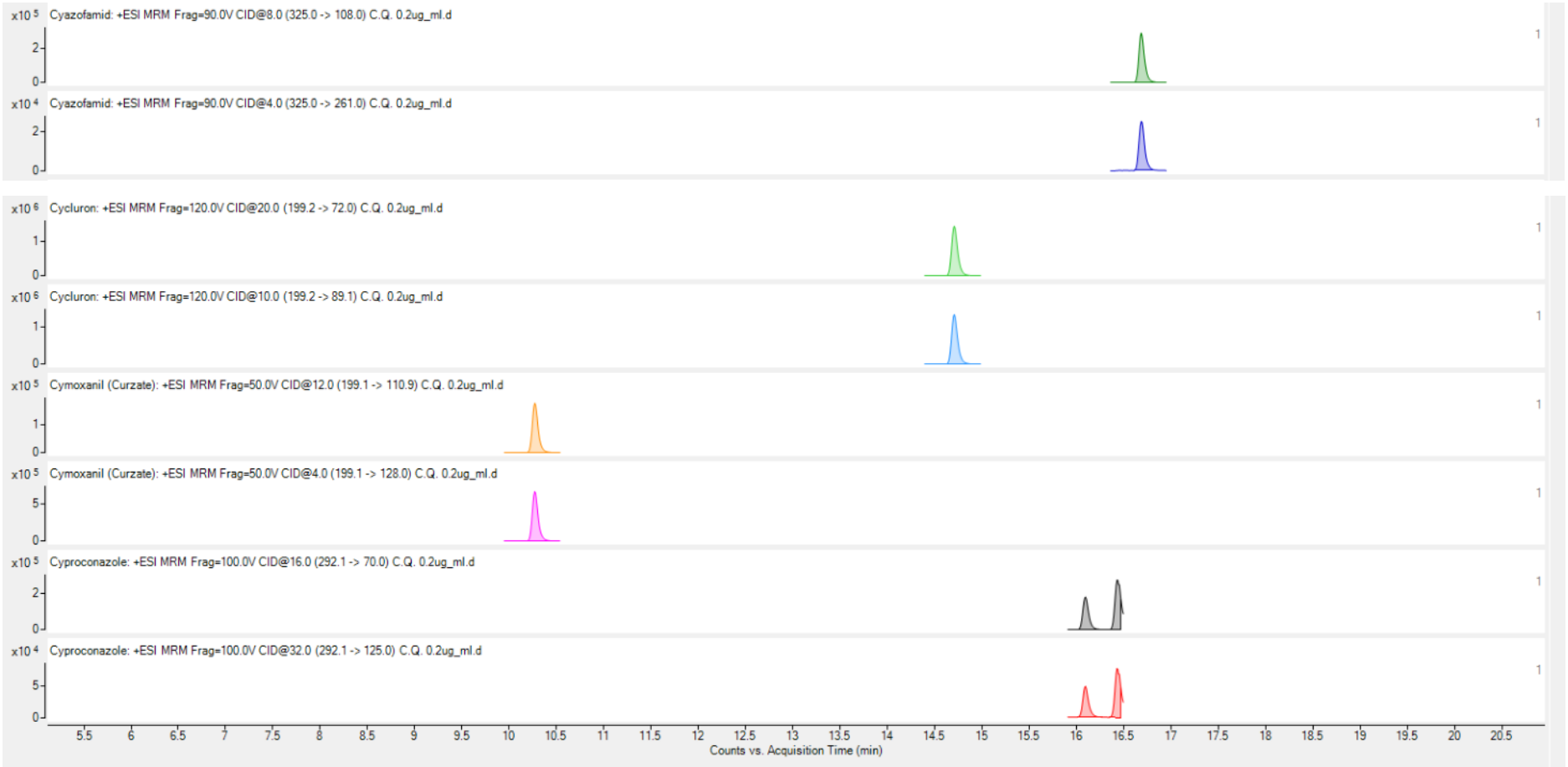

x10 5 Bispyribac: +ESI MRM Frag=115.0V CID@8.0 (431.1 -> 275.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 5 Bispyribac: +ESI MRM Frag=115.0V CID@16.0 (431.1 -> 413.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
1
0
1
x10 5 Bitertanol: +ESI MRM Frag=70.0V CID@4.0 (338.2 -> 70.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
2
0
1
x10 5 Bitertanol: +ESI MRM Frag=70.0V CID@10.0 (338.2 -> 99.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
1
0
1
x10 5 Bitertanol: +ESI MRM Frag=70.0V CID@5.0 (338.2 -> 269.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
1
0
1
x10 4 Bromuconazole: +ESI MRM Frag=115.0V CID@35.0 (378.0 -> 70.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
2
0
1
x10 4 Bromuconazole: +ESI MRM Frag=115.0V CID@32.0 (378.0 -> 159.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 4 Bromuconazole 2: +ESI MRM Frag=115.0V CID@35.0 (378.0 -> 70.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
2
0
1
x10 4 Bromuconazole 2: +ESI MRM Frag=115.0V CID@32.0 (378.0 -> 159.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1

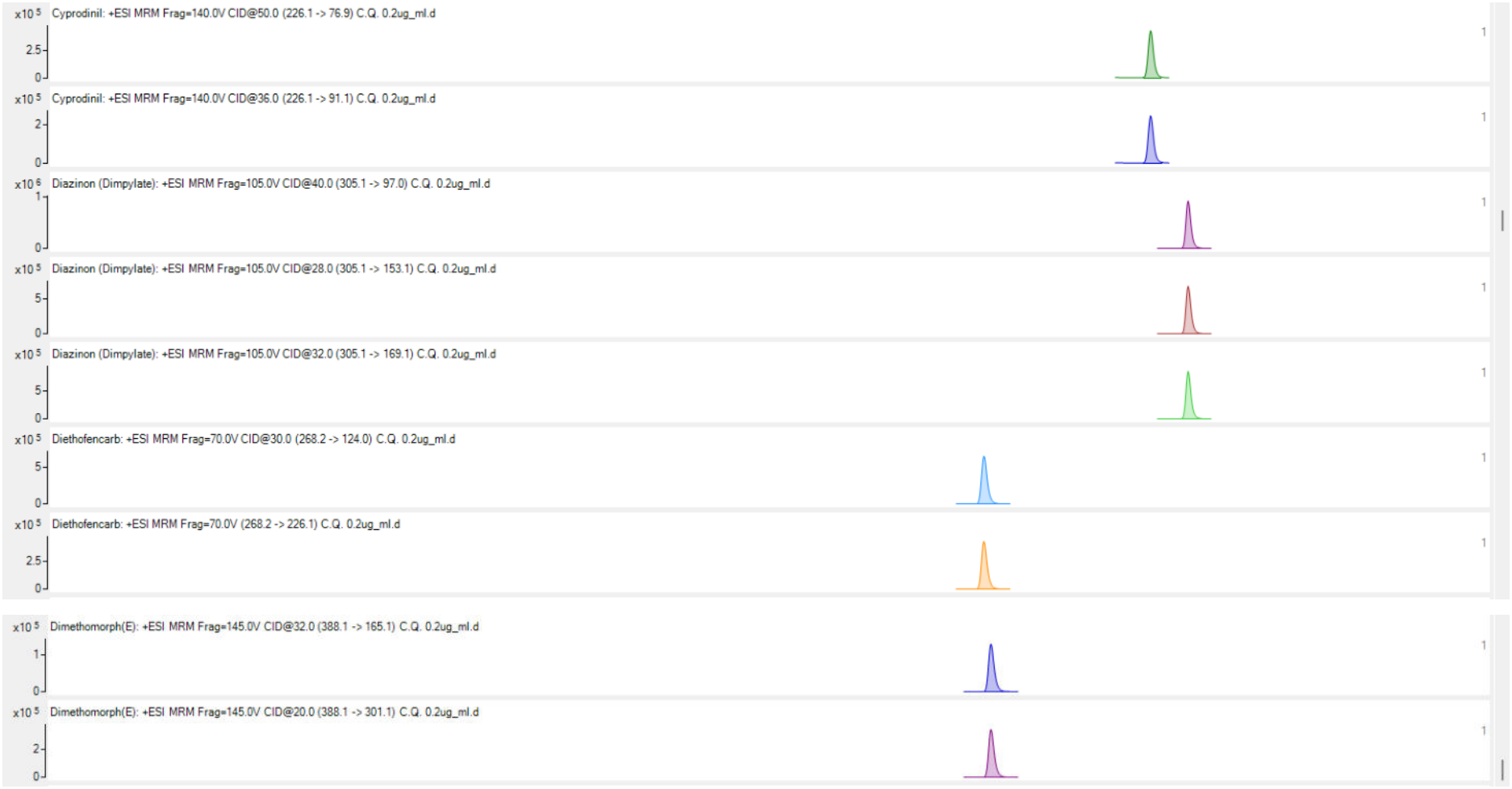

Bupirimate: +ESI MRM Frag=125.0V CID@35.0 (317.2 -> 108.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
Bupirimate: +ESI MRM Frag=125.0V CID@33.0 (317.2 -> 166.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
Buprofezin: +ESI MRM Frag=105.0V CID@10.0 (306.2 -> 116.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
Buprofezin: +ESI MRM Frag=105.0V CID@5.0 (306.2 -> 201.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
Carbaryl: +ESI MRM Frag=65.0V CID@28.0 (202.1 -> 127.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
Carbaryl: +ESI MRM Frag=65.0V CID@4.0 (202.1 -> 145.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
Counts vs. Acquisition Time (min)
Carbendazim (Azole): +ESI MRM Frag=105.0V CID@32.0 (192.1 -> 132.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
Carbendazim (Azole): +ESI MRM Frag=105.0V CID@16.0 (192.1 -> 160.1) C.Q. 0.2ug_ml.d


x10 6 Carbofuran: +ESI MRM Frag=80.0V CID@30.0 (222.1 -> 123.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Carbofuran: +ESI MRM Frag=80.0V CID@20.0 (222.1 -> 165.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Carboxin: +ESI MRM Frag=105.0V CID@48.0 (236.1 -> 43.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Carboxin: +ESI MRM Frag=105.0V CID@36.0 (236.1 -> 93.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Carboxin: +ESI MRM Frag=105.0V CID@12.0 (236.1 -> 143.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Carfentrazone-ethyl: +ESI MRM Frag=150.0V CID@20.0 (412.1 -> 345.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Carfentrazone-ethyl: +ESI MRM Frag=150.0V CID@12.0 (412.1 -> 365.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Chlorantraniliprole: +ESI MRM Frag=105.0V CID@8.0 (483.9 -> 285.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)

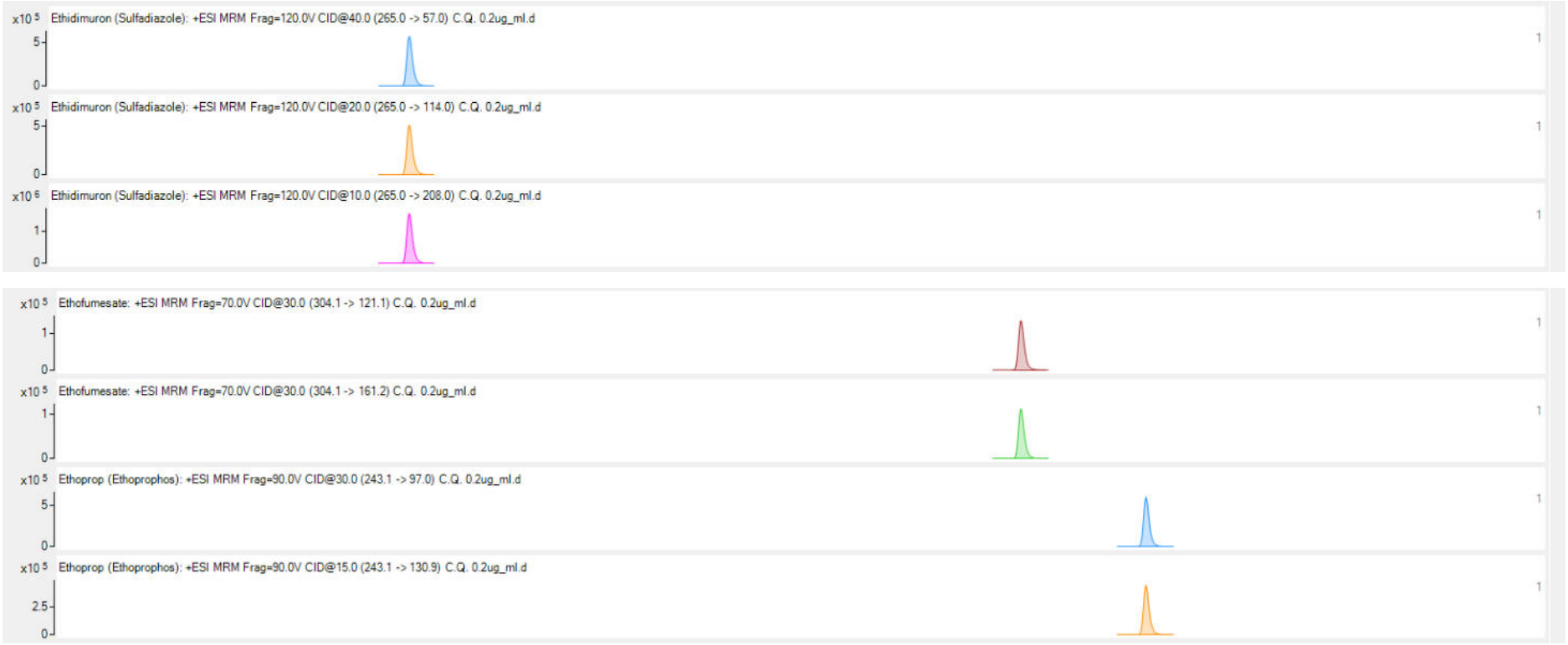

x10 5 Chlorantraniliprole: +ESI MRM Frag=105.0V CID@16.0 (483.9 -> 452.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Chlorfenvinphos: +ESI MRM Frag=105.0V CID@8.0 (358.9 -> 155.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Chlorfenvinphos: +ESI MRM Frag=105.0V CID@44.0 (358.9 -> 169.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Chlorfenvinphos 3: +ESI MRM Frag=105.0V CID@8.0 (358.9 -> 155.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Chlorfenvinphos 3: +ESI MRM Frag=105.0V CID@44.0 (358.9 -> 169.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Chloroxuron: +ESI MRM Frag=130.0V CID@20.0 (291.1 -> 46.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Chloroxuron: +ESI MRM Frag=130.0V CID@20.0 (291.1 -> 72.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)

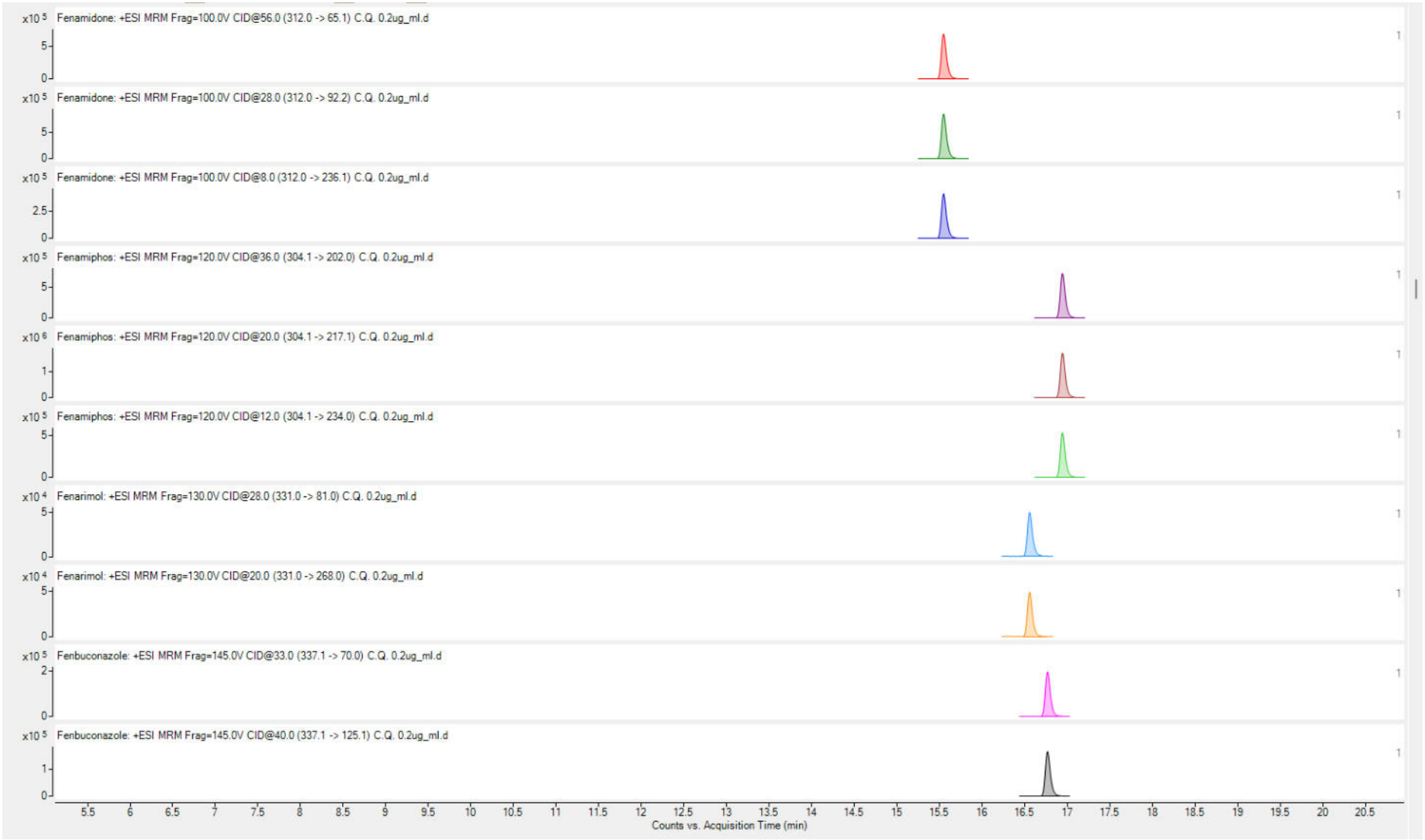

x10 5 Chlorsulfuron: +ESI MRM Frag=120.0V CID@15.0 (358.0 -> 141.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Chlorsulfuron: +ESI MRM Frag=120.0V CID@15.0 (358.0 -> 167.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Chlortoluron (Chlorotoluron): +ESI MRM Frag=120.0V CID@20.0 (213.1 -> 72.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Chlortoluron (Chlorotoluron): +ESI MRM Frag=120.0V CID@28.0 (213.1 -> 140.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Clethodim: +ESI MRM Frag=100.0V CID@16.0 (360.1 -> 164.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Clethodim: +ESI MRM Frag=100.0V CID@8.0 (360.1 -> 268.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Clethodim 2: +ESI MRM Frag=100.0V CID@16.0 (360.1 -> 164.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Clethodim 2: +ESI MRM Frag=100.0V CID@8.0 (360.1 -> 268.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Clomazone: +ESI MRM Frag=70.0V CID@56.0 (240.1 -> 89.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Clomazone: +ESI MRM Frag=70.0V CID@20.0 (240.1 -> 125.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)

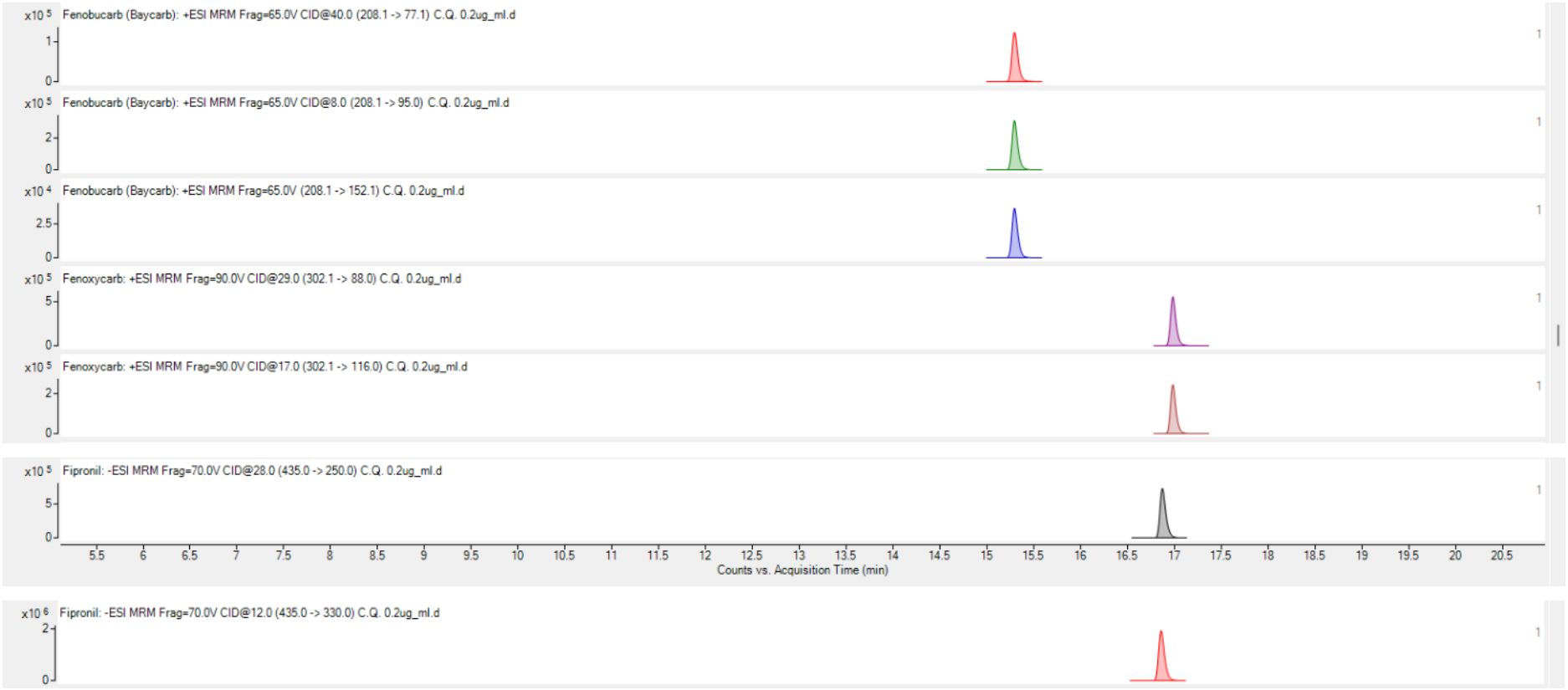

x10 5 Cyazofamid: +ESI MRM Frag=90.0V CID@8.0 (325.0 -> 108.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Cyazofamid: +ESI MRM Frag=90.0V CID@4.0 (325.0 -> 261.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Cycluron: +ESI MRM Frag=120.0V CID@20.0 (199.2 -> 72.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Cycluron: +ESI MRM Frag=120.0V CID@10.0 (199.2 -> 89.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Cymoxanil (Curzate): +ESI MRM Frag=50.0V CID@12.0 (199.1 -> 110.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Cymoxanil (Curzate): +ESI MRM Frag=50.0V CID@4.0 (199.1 -> 128.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Cyproconazole: +ESI MRM Frag=100.0V CID@16.0 (292.1 -> 70.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Cyproconazole: +ESI MRM Frag=100.0V CID@32.0 (292.1 -> 125.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)

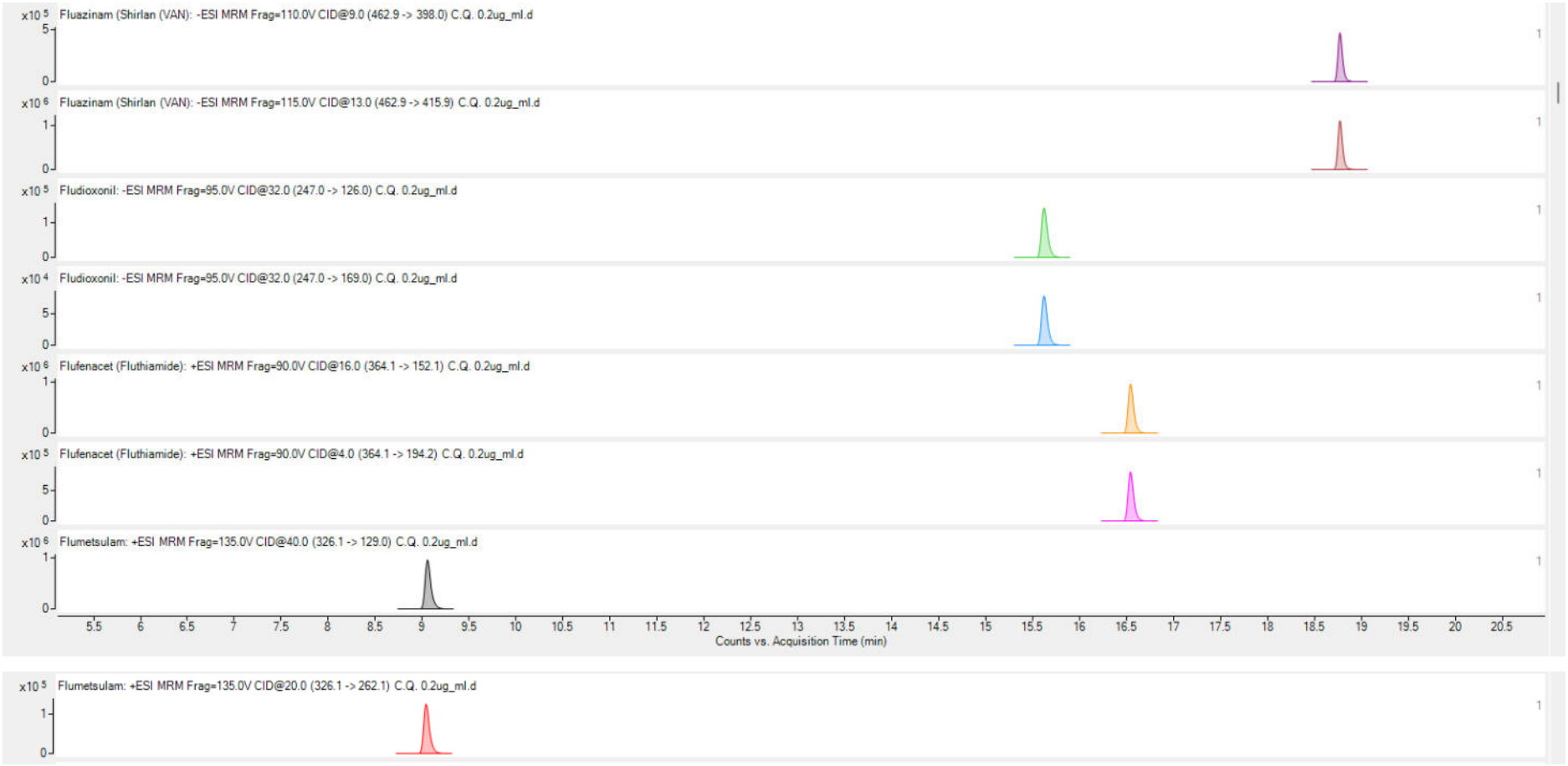

x10 5 Cyprodinil: +ESI MRM Frag=140.0V CID@50.0 (226.1 -> 76.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
2.5
0
1
x10 5 Cyprodinil: +ESI MRM Frag=140.0V CID@36.0 (226.1 -> 91.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
2
0
1
x10 6 Diazinon (Dimpylate): +ESI MRM Frag=105.0V CID@40.0 (305.1 -> 97.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
1
0
1
x10 5 Diazinon (Dimpylate): +ESI MRM Frag=105.0V CID@28.0 (305.1 -> 153.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 5 Diazinon (Dimpylate): +ESI MRM Frag=105.0V CID@32.0 (305.1 -> 169.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 5 Diethofencarb: +ESI MRM Frag=70.0V CID@30.0 (268.2 -> 124.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 5 Diethofencarb: +ESI MRM Frag=70.0V (268.2 -> 226.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
2.5
0
1
x10 5 Dimethomorph(E): +ESI MRM Frag=145.0V CID@32.0 (388.1 -> 165.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
1
0
1
x10 5 Dimethomorph(E): +ESI MRM Frag=145.0V CID@20.0 (388.1 -> 301.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
2
0
1

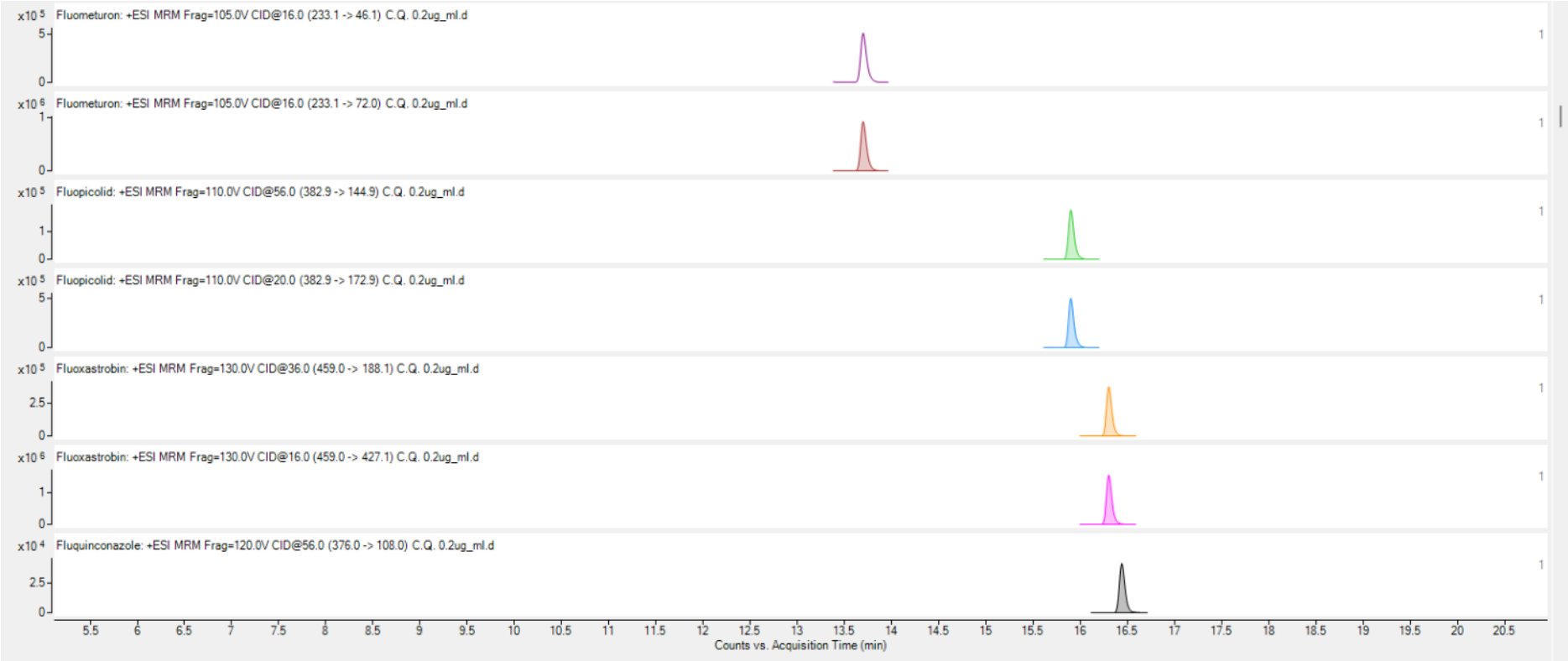

x10 5 Dimethomorph(E) 2: +ESI MRM Frag=145.0V CID@32.0 (388.1 -> 165.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
2
0
1
x10 5 Dimethomorph(E) 2: +ESI MRM Frag=145.0V CID@20.0 (388.1 -> 301.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 6 Dimoxystrobin: +ESI MRM Frag=115.0V CID@20.0 (327.2 -> 116.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
2
0
1
x10 6 Dimoxystrobin: +ESI MRM Frag=115.0V CID@12.0 (327.2 -> 205.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
2.5
0
1
x10 6 Dioxacarb: +ESI MRM Frag=80.0V CID@10.0 (224.0 -> 123.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
2
0
1
x10 6 Dioxacarb: +ESI MRM Frag=80.0V CID@10.0 (224.0 -> 167.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
2
0
1
x10 5 Epoxiconazole (BAS 480F): +ESI MRM Frag=100.0V CID@52.0 (330.1 -> 101.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
2
0
1
x10 5 Epoxiconazole (BAS 480F): +ESI MRM Frag=100.0V CID@16.0 (330.1 -> 121.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
2.5
0
1

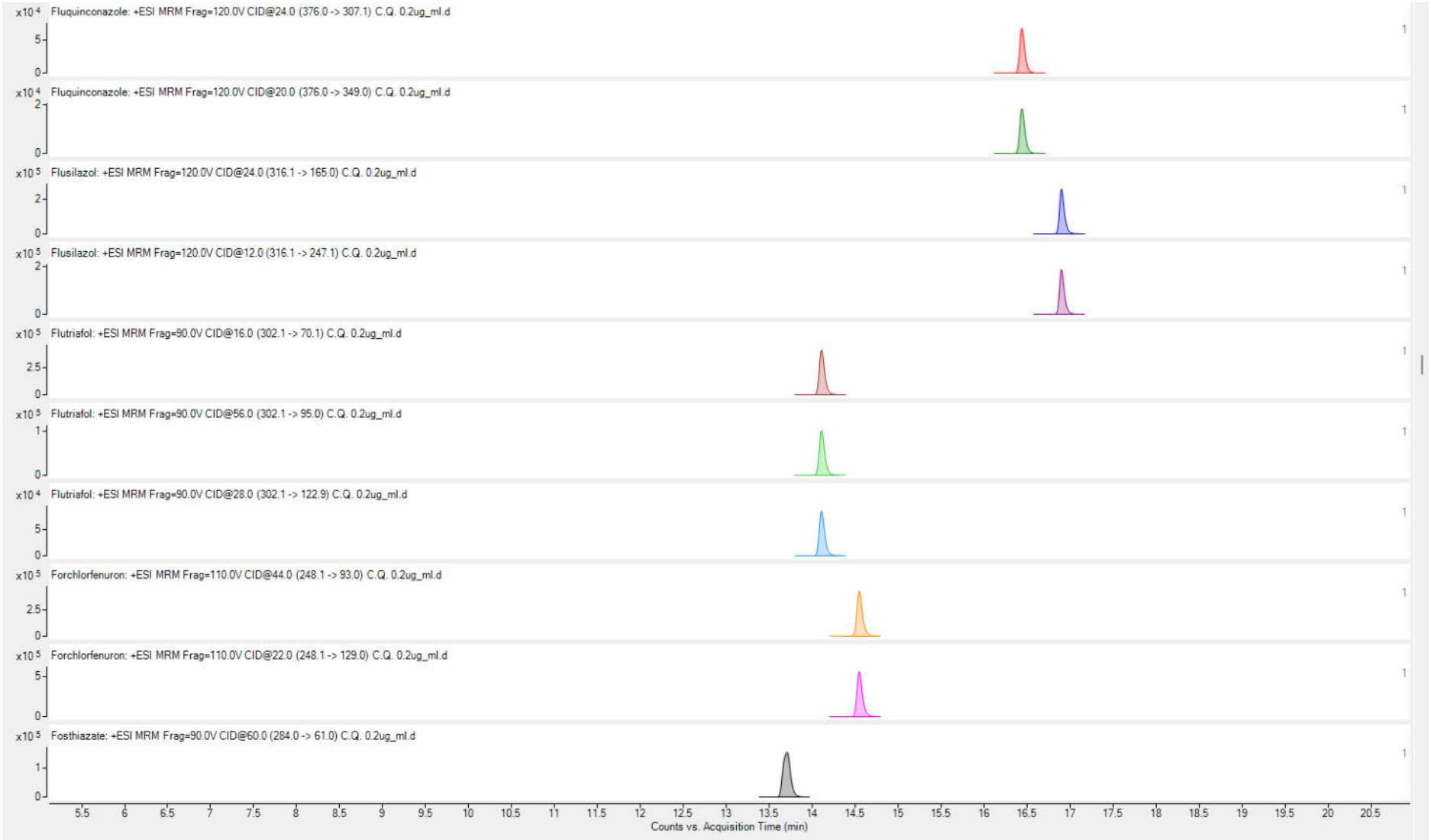

x10 5 Ethidimuron (Sulfadiazole): +ESI MRM Frag=120.0V CID@40.0 (265.0 -> 57.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 5 Ethidimuron (Sulfadiazole): +ESI MRM Frag=120.0V CID@20.0 (265.0 -> 114.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 6 Ethidimuron (Sulfadiazole): +ESI MRM Frag=120.0V CID@10.0 (265.0 -> 208.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
1
0
1
x10 5 Ethofumesate: +ESI MRM Frag=70.0V CID@30.0 (304.1 -> 121.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
1
0
1
x10 5 Ethofumesate: +ESI MRM Frag=70.0V CID@30.0 (304.1 -> 161.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
1
0
1
x10 5 Ethoprop (Ethoprophos): +ESI MRM Frag=90.0V CID@30.0 (243.1 -> 97.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 5 Ethoprop (Ethoprophos): +ESI MRM Frag=90.0V CID@15.0 (243.1 -> 130.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
2.5
0
1


x10 5 Fenamidone: +ESI MRM Frag=100.0V CID@56.0 (312.0 -> 65.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Fenamidone: +ESI MRM Frag=100.0V CID@28.0 (312.0 -> 92.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Fenamidone: +ESI MRM Frag=100.0V CID@8.0 (312.0 -> 236.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Fenamiphos: +ESI MRM Frag=120.0V CID@36.0 (304.1 -> 202.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Fenamiphos: +ESI MRM Frag=120.0V CID@20.0 (304.1 -> 217.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Fenamiphos: +ESI MRM Frag=120.0V CID@12.0 (304.1 -> 234.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Fenarimol: +ESI MRM Frag=130.0V CID@28.0 (331.0 -> 81.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Fenarimol: +ESI MRM Frag=130.0V CID@20.0 (331.0 -> 268.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Fenbuconazole: +ESI MRM Frag=145.0V CID@33.0 (337.1 -> 70.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Fenbuconazole: +ESI MRM Frag=145.0V CID@40.0 (337.1 -> 125.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
Counts vs. Acquisition Time (min)


x10 5 Fenobucarb (Baycarb): +ESI MRM Frag=65.0V CID@40.0 (208.1 -> 77.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Fenobucarb (Baycarb): +ESI MRM Frag=65.0V CID@8.0 (208.1 -> 95.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Fenobucarb (Baycarb): +ESI MRM Frag=65.0V (208.1 -> 152.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Fenoxycarb: +ESI MRM Frag=90.0V CID@29.0 (302.1 -> 88.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Fenoxycarb: +ESI MRM Frag=90.0V CID@17.0 (302.1 -> 116.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Fipronil: -ESI MRM Frag=70.0V CID@28.0 (435.0 -> 250.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)
x10 6 Fipronil: -ESI MRM Frag=70.0V CID@12.0 (435.0 -> 330.0) C.Q. 0.2ug_ml.d

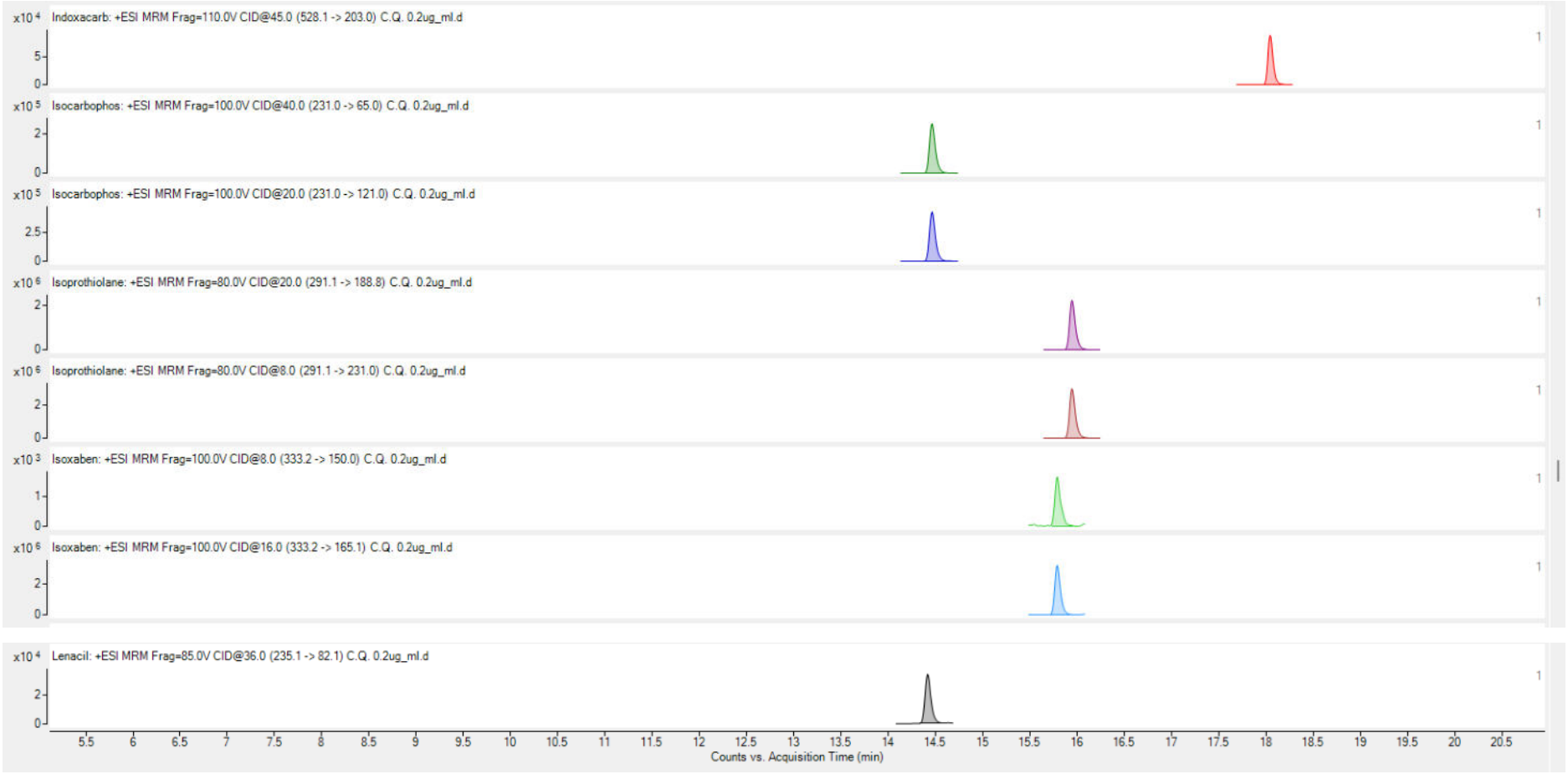

x10 5 Fluazinam (Shirlan (VAN): -ESI MRM Frag=110.0V CID@9.0 (462.9 -> 398.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Fluazinam (Shirlan (VAN): -ESI MRM Frag=115.0V CID@13.0 (462.9 -> 415.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Fludioxonil: -ESI MRM Frag=95.0V CID@32.0 (247.0 -> 126.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Fludioxonil: -ESI MRM Frag=95.0V CID@32.0 (247.0 -> 169.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Flufenacet (Fluthiamide): +ESI MRM Frag=90.0V CID@16.0 (364.1 -> 152.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Flufenacet (Fluthiamide): +ESI MRM Frag=90.0V CID@4.0 (364.1 -> 194.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Flumetsulam: +ESI MRM Frag=135.0V CID@40.0 (326.1 -> 129.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)
x10 5 Flumetsulam: +ESI MRM Frag=135.0V CID@20.0 (326.1 -> 262.1) C.Q. 0.2ug_ml.d

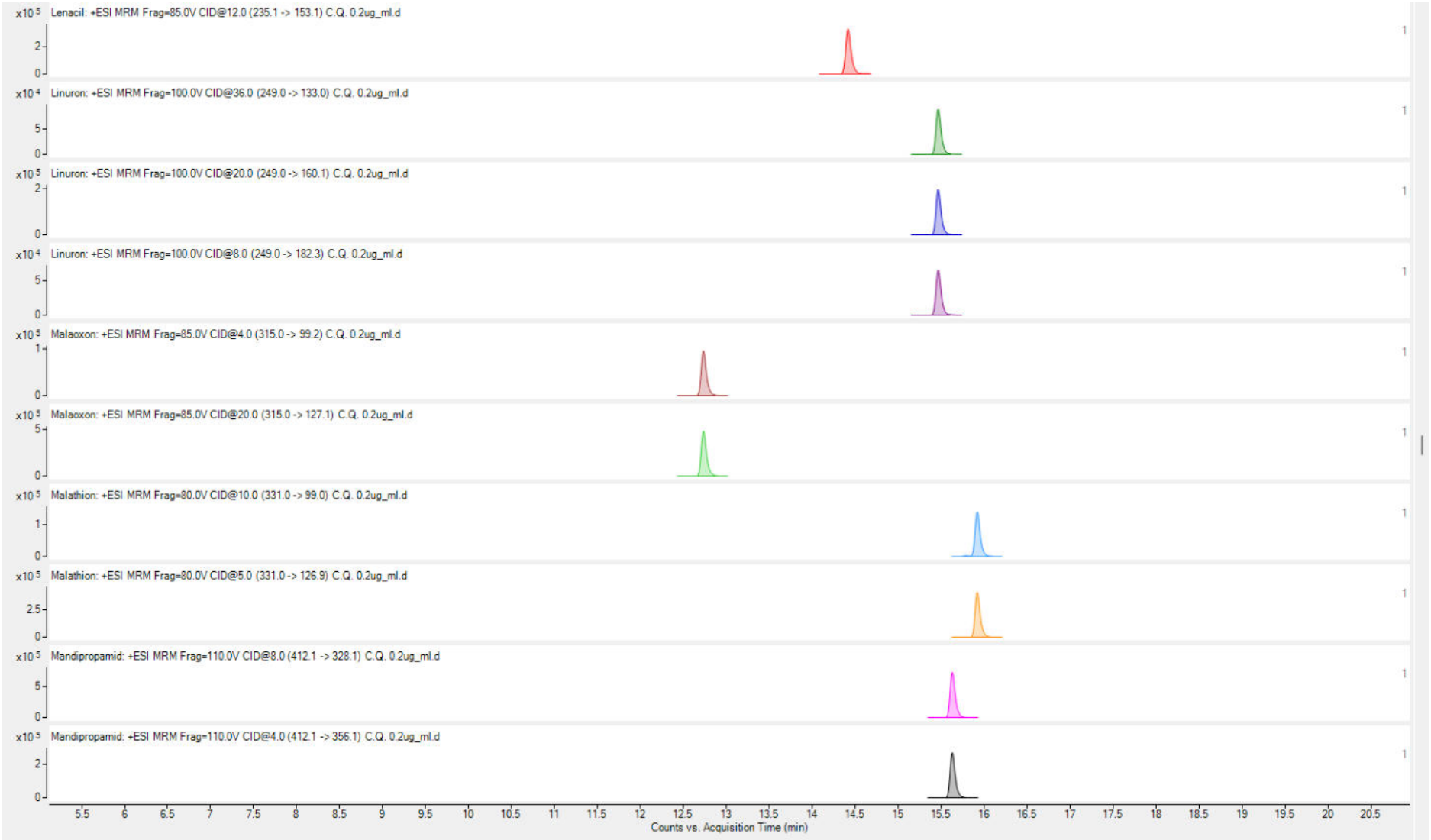

x10 5 Fluometuron: +ESI MRM Frag=105.0V CID@16.0 (233.1 -> 46.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Fluometuron: +ESI MRM Frag=105.0V CID@16.0 (233.1 -> 72.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Fluopicolid: +ESI MRM Frag=110.0V CID@56.0 (382.9 -> 144.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Fluopicolid: +ESI MRM Frag=110.0V CID@20.0 (382.9 -> 172.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Fluoxastrobin: +ESI MRM Frag=130.0V CID@36.0 (459.0 -> 188.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Fluoxastrobin: +ESI MRM Frag=130.0V CID@16.0 (459.0 -> 427.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Fluquinconazole: +ESI MRM Frag=120.0V CID@56.0 (376.0 -> 108.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
Counts vs. Acquisition Time (min)


x10 4 Fluquinconazole: +ESI MRM Frag=120.0V CID@24.0 (376.0 -> 307.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Fluquinconazole: +ESI MRM Frag=120.0V CID@20.0 (376.0 -> 349.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Flusilazol: +ESI MRM Frag=120.0V CID@24.0 (316.1 -> 165.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Flusilazol: +ESI MRM Frag=120.0V CID@12.0 (316.1 -> 247.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Flutriafol: +ESI MRM Frag=90.0V CID@16.0 (302.1 -> 70.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Flutriafol: +ESI MRM Frag=90.0V CID@56.0 (302.1 -> 95.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Flutriafol: +ESI MRM Frag=90.0V CID@28.0 (302.1 -> 122.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Forchlorfenuron: +ESI MRM Frag=110.0V CID@44.0 (248.1 -> 93.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Forchlorfenuron: +ESI MRM Frag=110.0V CID@22.0 (248.1 -> 129.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Fosthiazate: +ESI MRM Frag=90.0V CID@60.0 (284.0 -> 61.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)

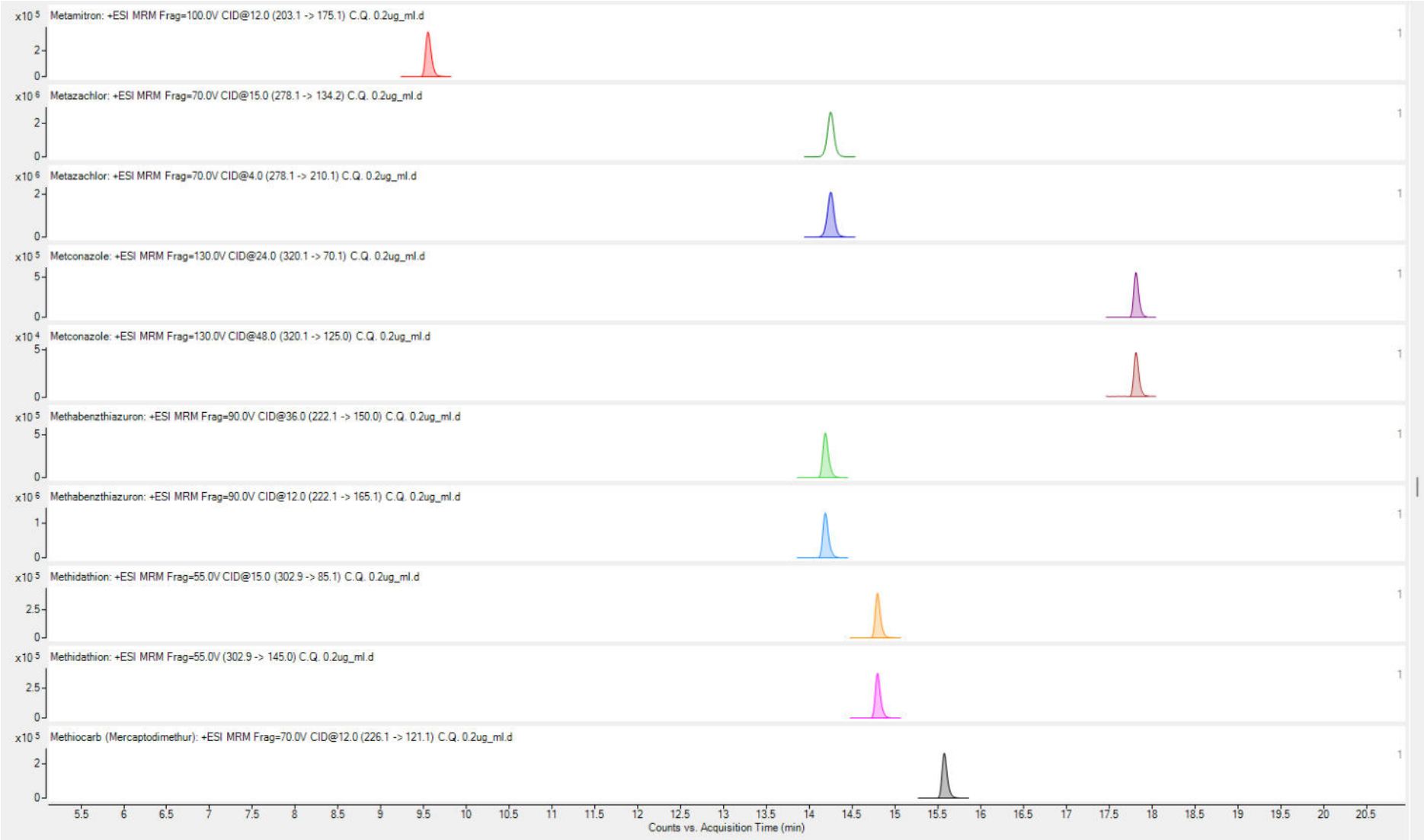

x10 6 Fosthiazate: +ESI MRM Frag=90.0V CID@20.0 (284.0 -> 104.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Fuberidazole: +ESI MRM Frag=145.0V CID@32.0 (185.1 -> 156.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Fuberidazole: +ESI MRM Frag=145.0V CID@20.0 (185.1 -> 157.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Furalaxyl: +ESI MRM Frag=110.0V CID@27.0 (302.1 -> 95.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Furalaxyl: +ESI MRM Frag=110.0V CID@10.0 (302.1 -> 242.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Furathiocarb: +ESI MRM Frag=110.0V CID@24.0 (383.2 -> 167.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Furathiocarb: +ESI MRM Frag=110.0V CID@16.0 (383.2 -> 195.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Furathiocarb: +ESI MRM Frag=110.0V CID@8.0 (383.2 -> 251.9) C.Q. 0.2ug_ml.d

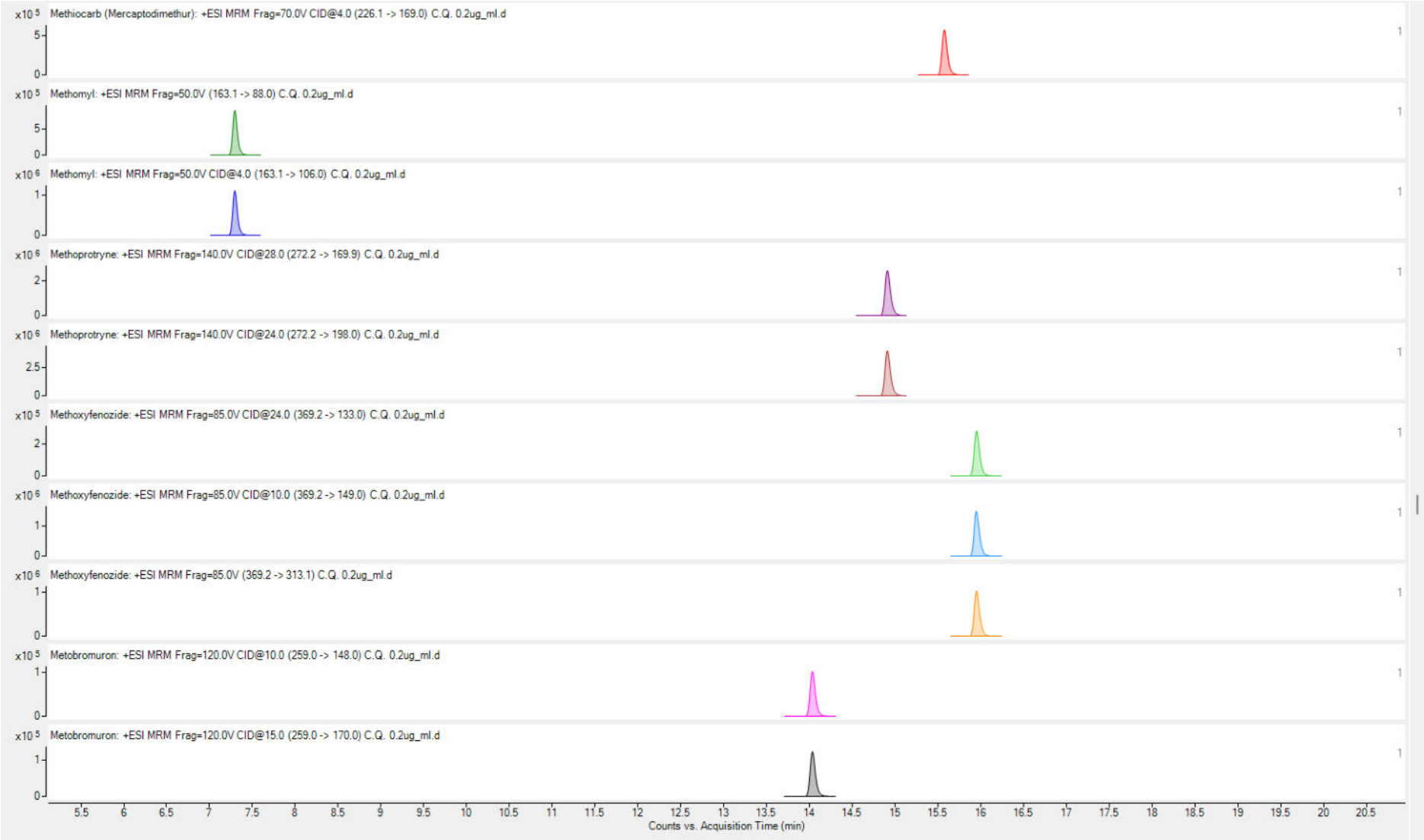

x10 4 Halosulfuron-methyl: +ESI MRM Frag=110.0V CID@56.0 (435.1 -> 83.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Halosulfuron-methyl: +ESI MRM Frag=110.0V CID@52.0 (435.1 -> 139.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Halosulfuron-methyl: +ESI MRM Frag=110.0V CID@16.0 (435.1 -> 182.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Hexaconazole: +ESI MRM Frag=95.0V CID@20.0 (314.1 -> 70.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Hexaconazole: +ESI MRM Frag=95.0V CID@30.0 (314.1 -> 159.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Imazalil (Enilconazole): +ESI MRM Frag=115.0V CID@20.0 (297.1 -> 159.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Imazalil (Enilconazole): +ESI MRM Frag=115.0V CID@15.0 (297.1 -> 201.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Imidacloprid: +ESI MRM Frag=80.0V CID@12.0 (256.0 -> 175.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Imidacloprid: +ESI MRM Frag=80.0V CID@12.0 (256.0 -> 208.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Indoxacarb: +ESI MRM Frag=110.0V CID@20.0 (528.1 -> 150.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
Counts vs. Acquisition Time (min)

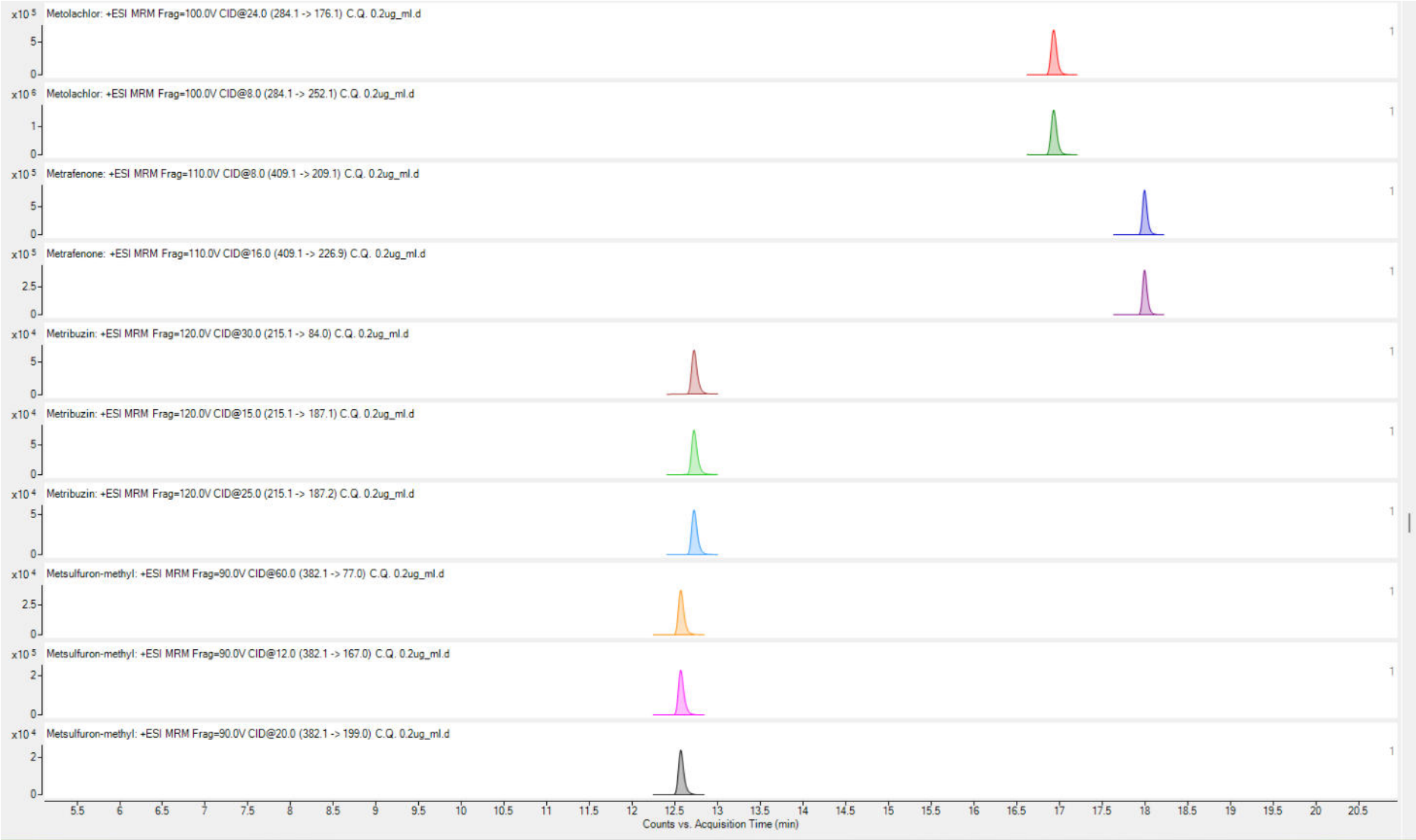

x10 4 Indoxacarb: +ESI MRM Frag=110.0V CID@45.0 (528.1 -> 203.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Isocarbophos: +ESI MRM Frag=100.0V CID@40.0 (231.0 -> 65.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Isocarbophos: +ESI MRM Frag=100.0V CID@20.0 (231.0 -> 121.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Isoprothiolane: +ESI MRM Frag=80.0V CID@20.0 (291.1 -> 188.8) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Isoprothiolane: +ESI MRM Frag=80.0V CID@8.0 (291.1 -> 231.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 3 Isoxaben: +ESI MRM Frag=100.0V CID@8.0 (333.2 -> 150.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Isoxaben: +ESI MRM Frag=100.0V CID@16.0 (333.2 -> 165.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Lenacil: +ESI MRM Frag=85.0V CID@36.0 (235.1 -> 82.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)

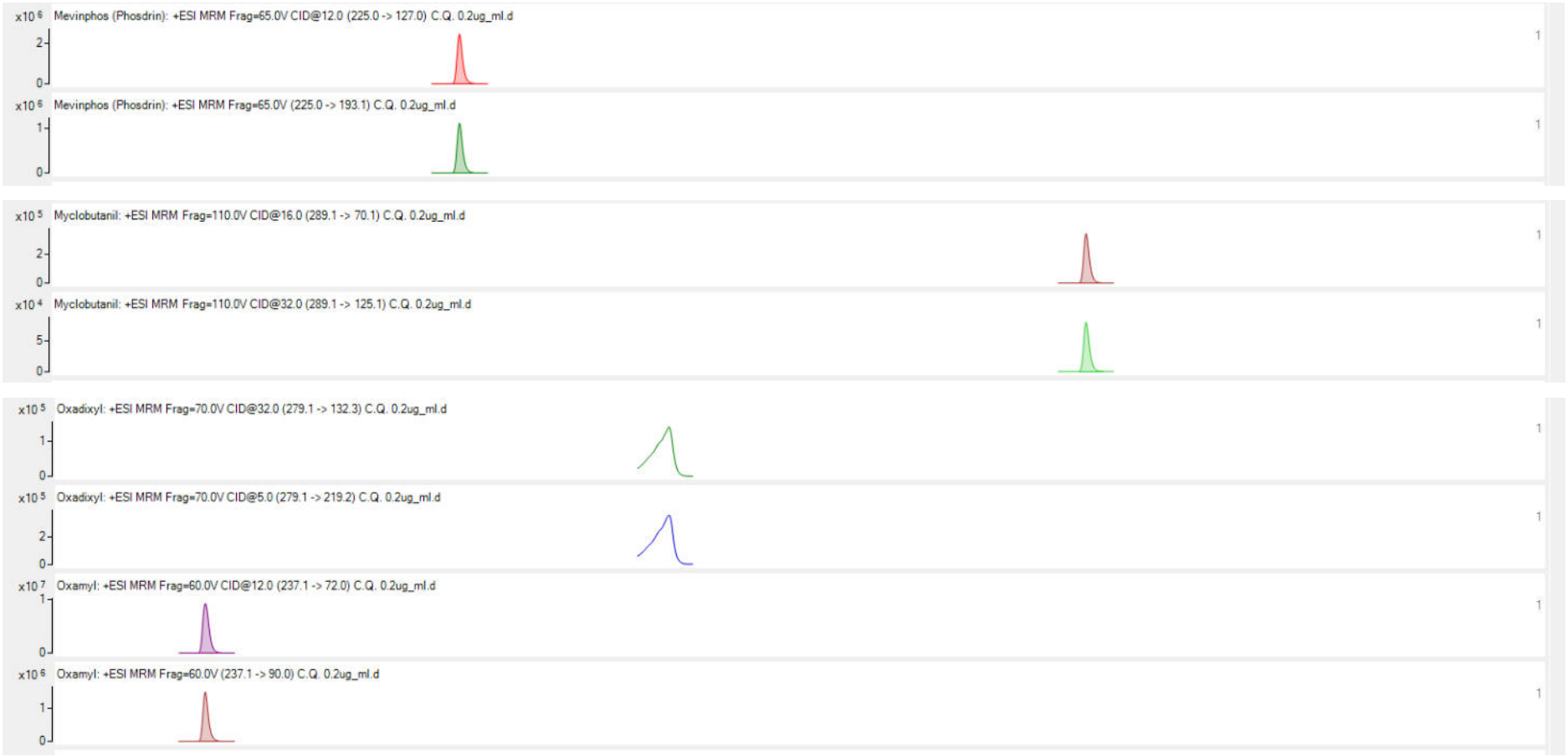

x10 5 Lenacil: +ESI MRM Frag=85.0V CID@12.0 (235.1 -> 153.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Linuron: +ESI MRM Frag=100.0V CID@36.0 (249.0 -> 133.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Linuron: +ESI MRM Frag=100.0V CID@20.0 (249.0 -> 160.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Linuron: +ESI MRM Frag=100.0V CID@8.0 (249.0 -> 182.3) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Malaoxon: +ESI MRM Frag=85.0V CID@4.0 (315.0 -> 99.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Malaoxon: +ESI MRM Frag=85.0V CID@20.0 (315.0 -> 127.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Malathion: +ESI MRM Frag=80.0V CID@10.0 (331.0 -> 99.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Malathion: +ESI MRM Frag=80.0V CID@5.0 (331.0 -> 126.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Mandipropamid: +ESI MRM Frag=110.0V CID@8.0 (412.1 -> 328.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Mandipropamid: +ESI MRM Frag=110.0V CID@4.0 (412.1 -> 356.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)

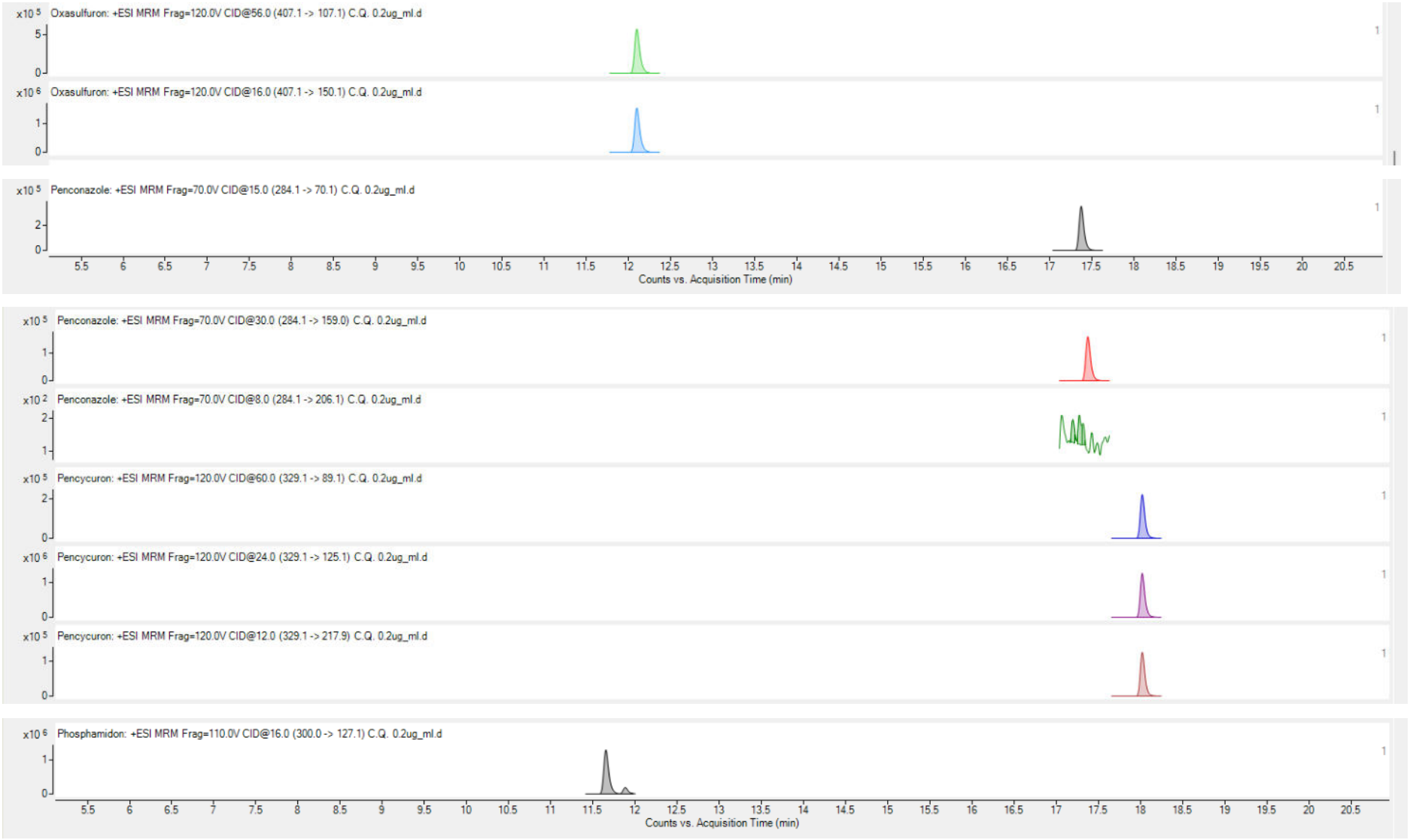

x10 5 Mecarbam: +ESI MRM Frag=70.0V CID@45.0 (330.0 -> 97.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 5 Mecarbam: +ESI MRM Frag=70.0V CID@15.0 (330.0 -> 227.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 5 Mepanipyrim: +ESI MRM Frag=140.0V CID@40.0 (224.1 -> 77.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 5 Mepanipyrim: +ESI MRM Frag=140.0V CID@24.0 (224.1 -> 106.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 4 Mesosulfuron-methyl: +ESI MRM Frag=125.0V CID@60.0 (504.1 -> 83.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 4 Mesosulfuron-methyl: +ESI MRM Frag=125.0V CID@60.0 (504.1 -> 139.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 5 Mesosulfuron-methyl: +ESI MRM Frag=125.0V CID@24.0 (504.1 -> 182.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
2
0
1

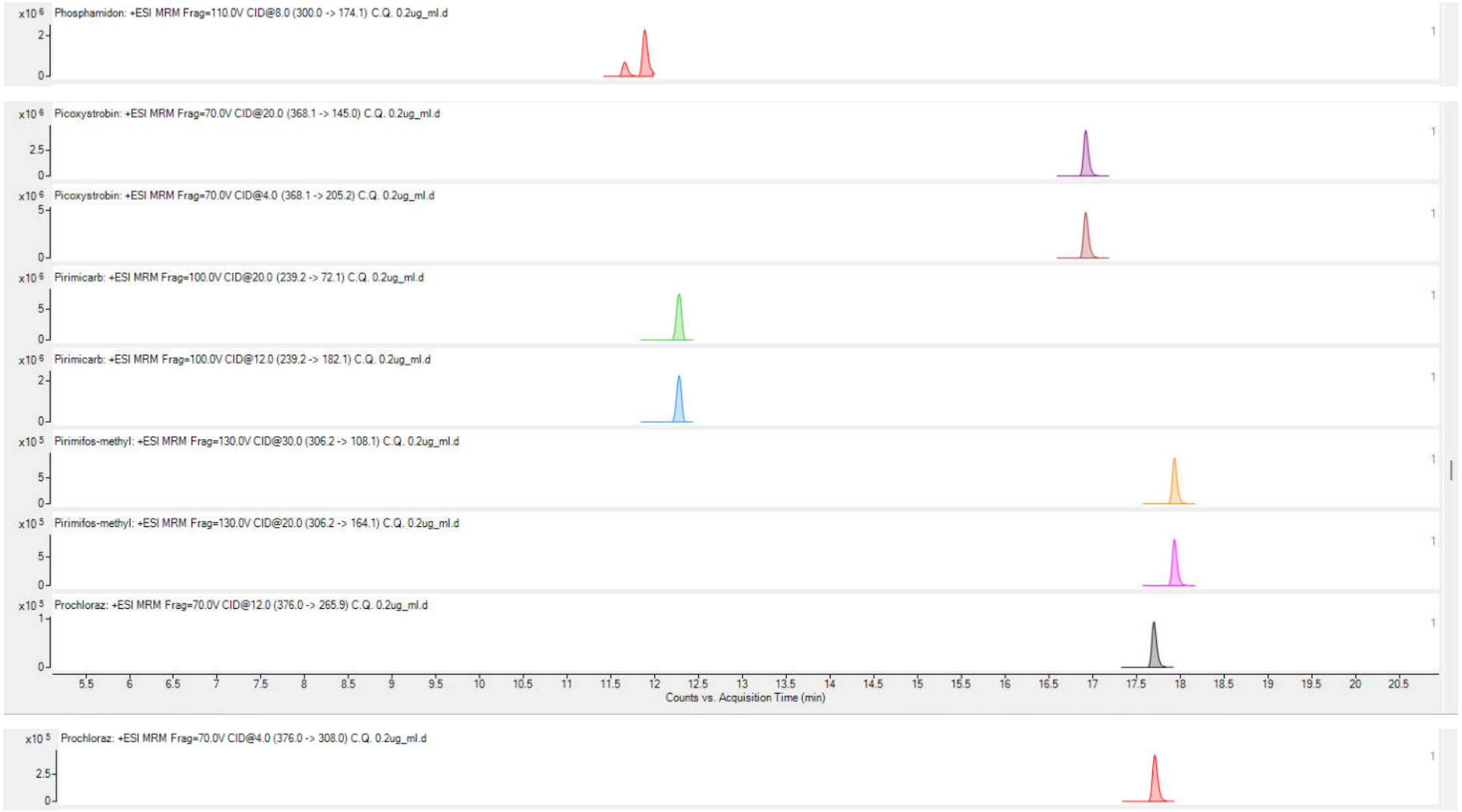

x10 5 Metamitron: +ESI MRM Frag=100.0V CID@12.0 (203.1 -> 175.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Metazachlor: +ESI MRM Frag=70.0V CID@15.0 (278.1 -> 134.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Metazachlor: +ESI MRM Frag=70.0V CID@4.0 (278.1 -> 210.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Metconazole: +ESI MRM Frag=130.0V CID@24.0 (320.1 -> 70.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Metconazole: +ESI MRM Frag=130.0V CID@48.0 (320.1 -> 125.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Methabenzthiazuron: +ESI MRM Frag=90.0V CID@36.0 (222.1 -> 150.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Methabenzthiazuron: +ESI MRM Frag=90.0V CID@12.0 (222.1 -> 165.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Methidathion: +ESI MRM Frag=55.0V CID@15.0 (302.9 -> 85.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Methidathion: +ESI MRM Frag=55.0V (302.9 -> 145.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Methiocarb (Mercaptodimethur): +ESI MRM Frag=70.0V CID@12.0 (226.1 -> 121.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)

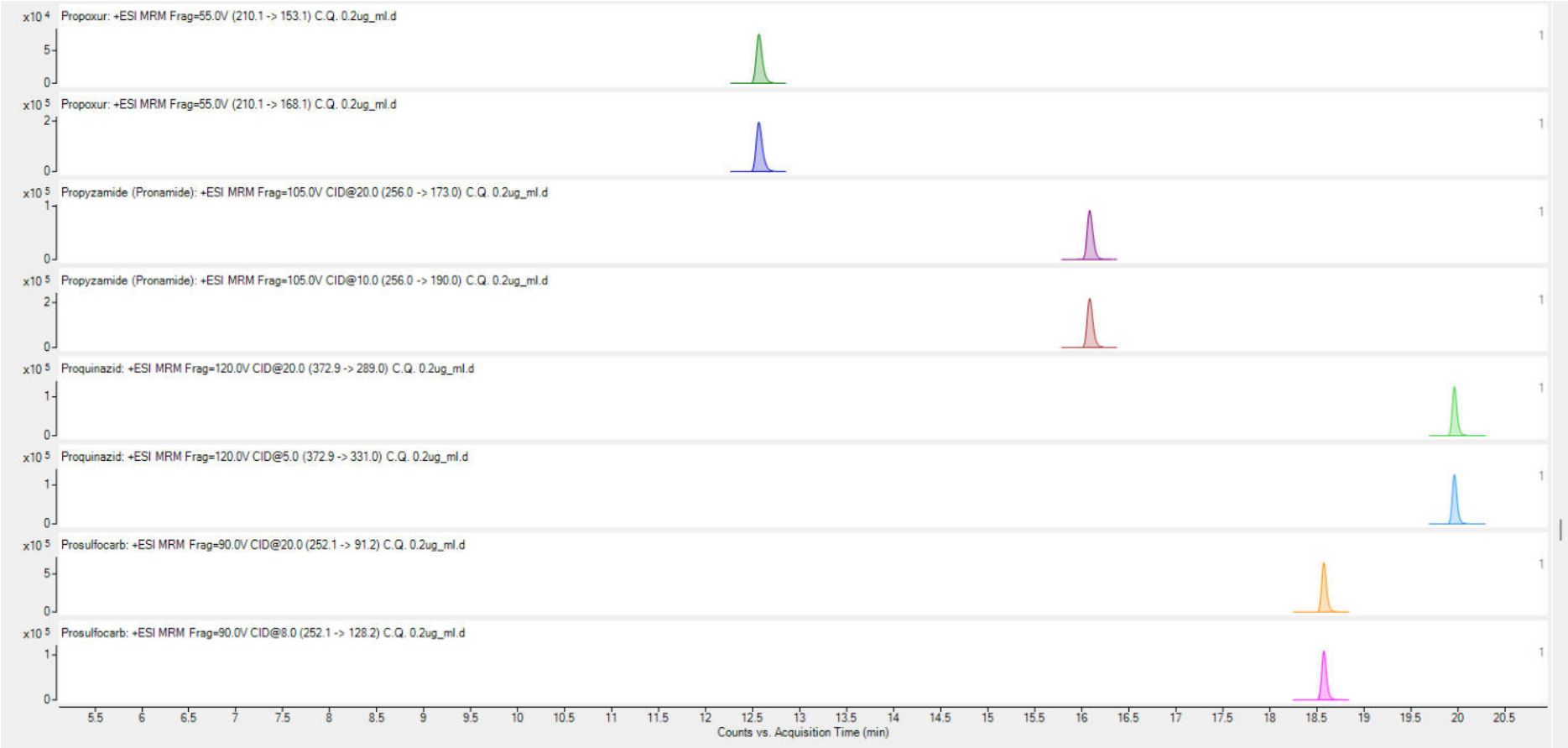

x10 5 Methiocarb (Mercaptodimethur): +ESI MRM Frag=70.0V CID@4.0 (226.1 -> 169.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Methomyl: +ESI MRM Frag=50.0V (163.1 -> 88.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Methomyl: +ESI MRM Frag=50.0V CID@4.0 (163.1 -> 106.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Methoprotryne: +ESI MRM Frag=140.0V CID@28.0 (272.2 -> 169.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Methoprotryne: +ESI MRM Frag=140.0V CID@24.0 (272.2 -> 198.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Methoxyfenozide: +ESI MRM Frag=85.0V CID@24.0 (369.2 -> 133.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Methoxyfenozide: +ESI MRM Frag=85.0V CID@10.0 (369.2 -> 149.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Methoxyfenozide: +ESI MRM Frag=85.0V (369.2 -> 313.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Metobromuron: +ESI MRM Frag=120.0V CID@10.0 (259.0 -> 148.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Metobromuron: +ESI MRM Frag=120.0V CID@15.0 (259.0 -> 170.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
Counts vs. Acquisition Time (min)

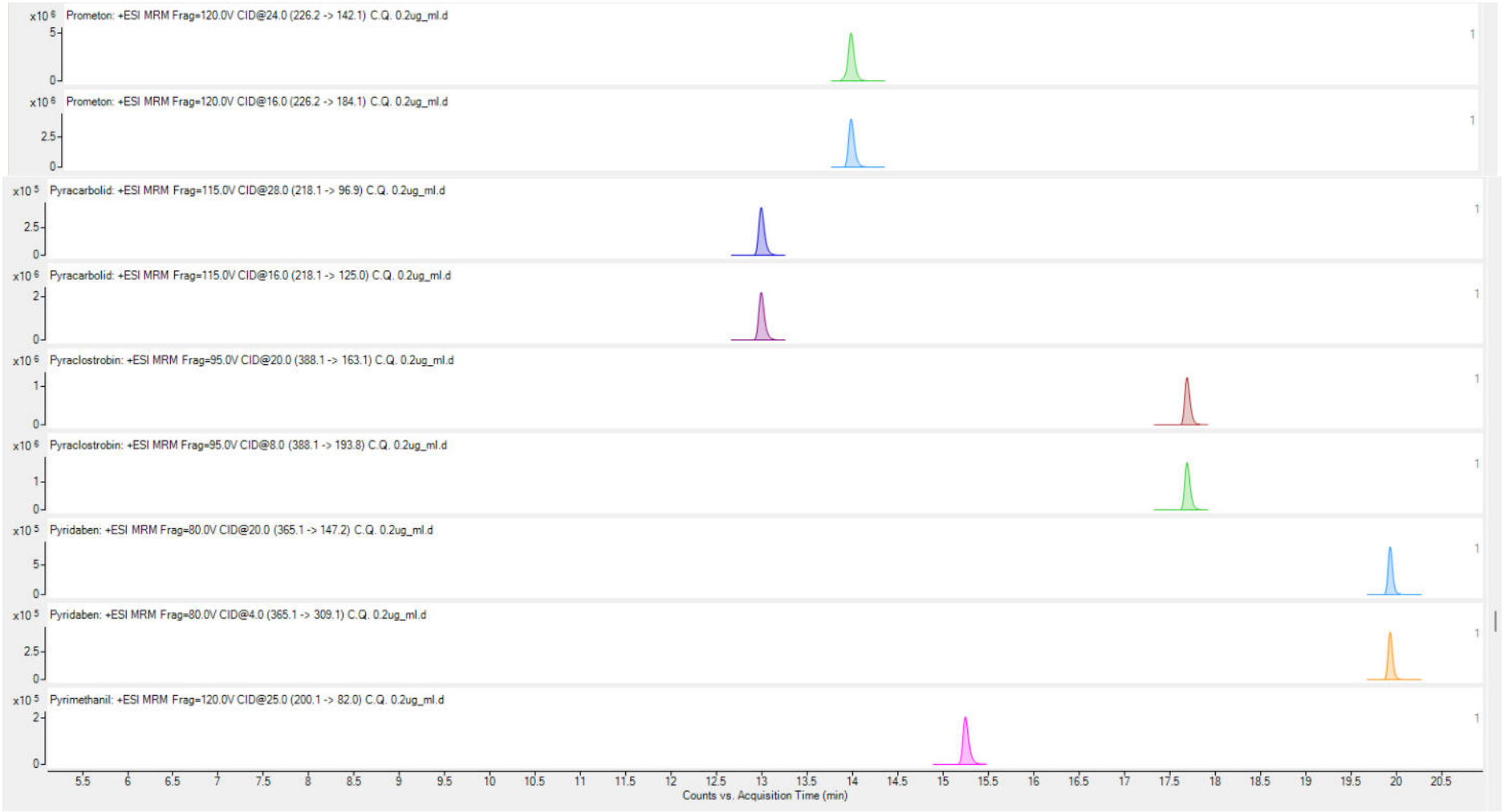

x10 5 Metolachlor: +ESI MRM Frag=100.0V CID@24.0 (284.1 -> 176.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Metolachlor: +ESI MRM Frag=100.0V CID@8.0 (284.1 -> 252.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Metrafenone: +ESI MRM Frag=110.0V CID@8.0 (409.1 -> 209.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Metrafenone: +ESI MRM Frag=110.0V CID@16.0 (409.1 -> 226.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Metribuzin: +ESI MRM Frag=120.0V CID@30.0 (215.1 -> 84.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Metribuzin: +ESI MRM Frag=120.0V CID@15.0 (215.1 -> 187.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Metribuzin: +ESI MRM Frag=120.0V CID@25.0 (215.1 -> 187.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Metsulfuron-methyl: +ESI MRM Frag=90.0V CID@60.0 (382.1 -> 77.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Metsulfuron-methyl: +ESI MRM Frag=90.0V CID@12.0 (382.1 -> 167.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Metsulfuron-methyl: +ESI MRM Frag=90.0V CID@20.0 (382.1 -> 199.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
Counts vs. Acquisition Time (min)

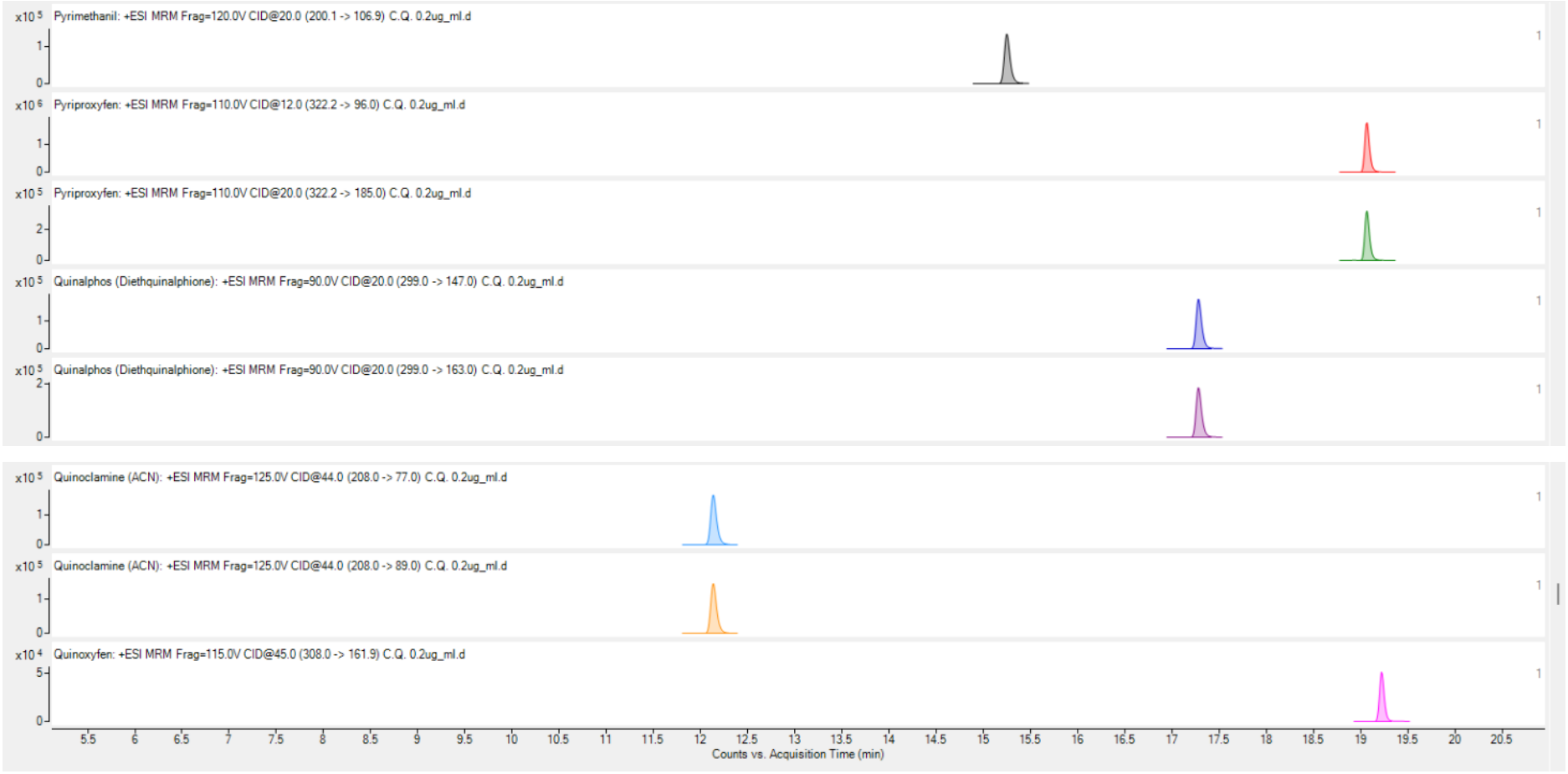

x10 6 Mevinphos (Phosdrin): +ESI MRM Frag=65.0V CID@12.0 (225.0 -> 127.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Mevinphos (Phosdrin): +ESI MRM Frag=65.0V (225.0 -> 193.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Myclobutanil: +ESI MRM Frag=110.0V CID@16.0 (289.1 -> 70.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Myclobutanil: +ESI MRM Frag=110.0V CID@32.0 (289.1 -> 125.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Oxadixyl: +ESI MRM Frag=70.0V CID@32.0 (279.1 -> 132.3) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Oxadixyl: +ESI MRM Frag=70.0V CID@5.0 (279.1 -> 219.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 7 Oxamyl: +ESI MRM Frag=60.0V CID@12.0 (237.1 -> 72.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Oxamyl: +ESI MRM Frag=60.0V (237.1 -> 90.0) C.Q. 0.2ug_ml.d

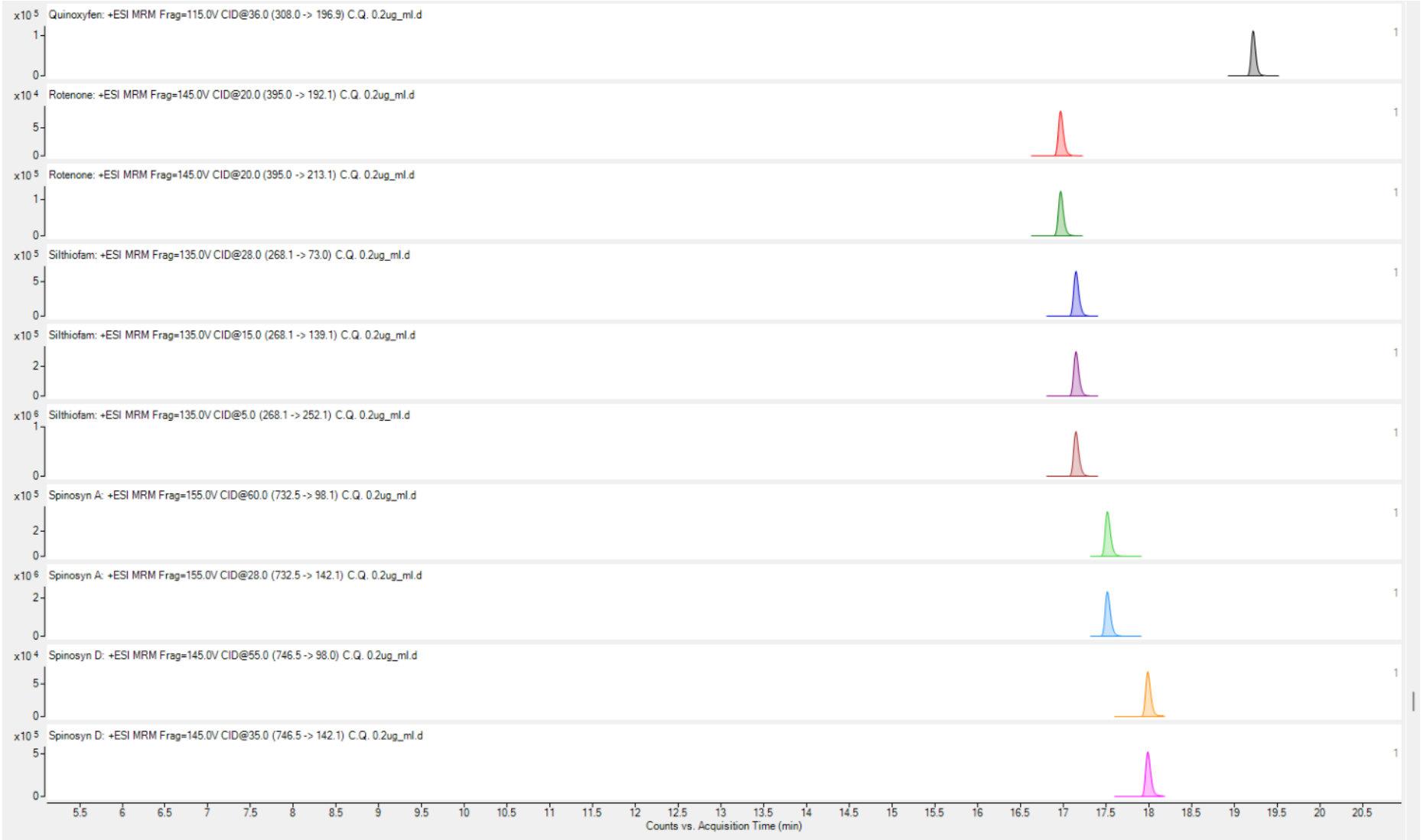

x10 5 Oxasulfuron: +ESI MRM Frag=120.0V CID@56.0 (407.1 -> 107.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Oxasulfuron: +ESI MRM Frag=120.0V CID@16.0 (407.1 -> 150.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Penconazole: +ESI MRM Frag=70.0V CID@15.0 (284.1 -> 70.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
Counts vs. Acquisition Time (min)
x10 5 Penconazole: +ESI MRM Frag=70.0V CID@30.0 (284.1 -> 159.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 2 Penconazole: +ESI MRM Frag=70.0V CID@8.0 (284.1 -> 206.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Pencycuron: +ESI MRM Frag=120.0V CID@60.0 (329.1 -> 89.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Pencycuron: +ESI MRM Frag=120.0V CID@24.0 (329.1 -> 125.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Pencycuron: +ESI MRM Frag=120.0V CID@12.0 (329.1 -> 217.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Phosphamidon: +ESI MRM Frag=110.0V CID@16.0 (300.0 -> 127.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
Counts vs. Acquisition Time (min)

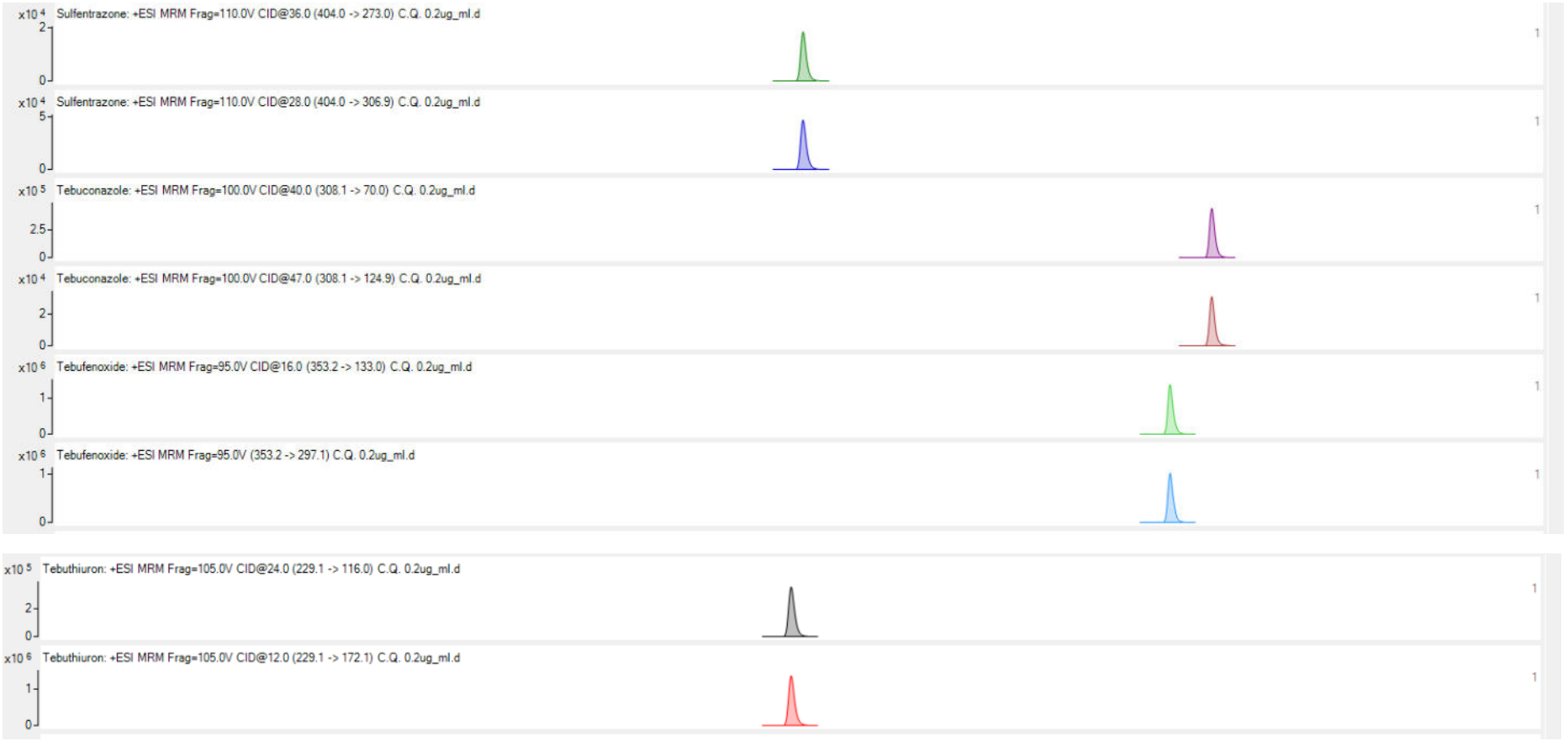

x10 6 Phosphamidon: +ESI MRM Frag=110.0V CID@8.0 (300.0 -> 174.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Picoxystrobin: +ESI MRM Frag=70.0V CID@20.0 (368.1 -> 145.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Picoxystrobin: +ESI MRM Frag=70.0V CID@4.0 (368.1 -> 205.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Pirimicarb: +ESI MRM Frag=100.0V CID@20.0 (239.2 -> 72.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Pirimicarb: +ESI MRM Frag=100.0V CID@12.0 (239.2 -> 182.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Pirimifos-methyl: +ESI MRM Frag=130.0V CID@30.0 (306.2 -> 108.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Pirimifos-methyl: +ESI MRM Frag=130.0V CID@20.0 (306.2 -> 164.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Prochloraz: +ESI MRM Frag=70.0V CID@12.0 (376.0 -> 265.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
Counts vs. Acquisition Time (min)
x10 5 Prochloraz: +ESI MRM Frag=70.0V CID@4.0 (376.0 -> 308.0) C.Q. 0.2ug_ml.d


x10 4 Propoxur: +ESI MRM Frag=55.0V (210.1 -> 153.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Propoxur: +ESI MRM Frag=55.0V (210.1 -> 168.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Propyzamide (Pronamide): +ESI MRM Frag=105.0V CID@20.0 (256.0 -> 173.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Propyzamide (Pronamide): +ESI MRM Frag=105.0V CID@10.0 (256.0 -> 190.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Proquinazid: +ESI MRM Frag=120.0V CID@20.0 (372.9 -> 289.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Proquinazid: +ESI MRM Frag=120.0V CID@5.0 (372.9 -> 331.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Prosulfocarb: +ESI MRM Frag=90.0V CID@20.0 (252.1 -> 91.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Prosulfocarb: +ESI MRM Frag=90.0V CID@8.0 (252.1 -> 128.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)

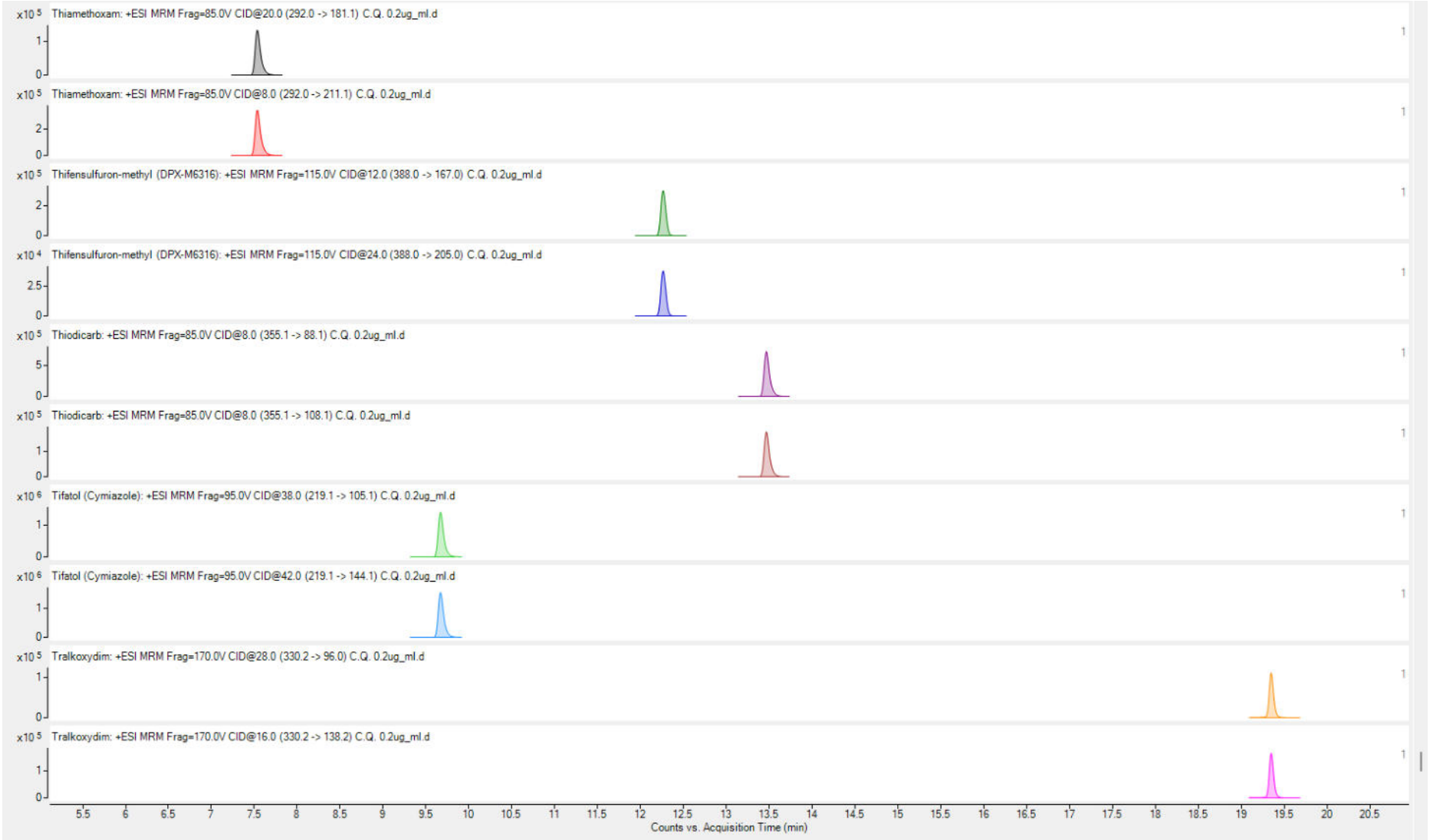

x10 6 Prometon: +ESI MRM Frag=120.0V CID@24.0 (226.2 -> 142.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Prometon: +ESI MRM Frag=120.0V CID@16.0 (226.2 -> 184.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Pyracarbolid: +ESI MRM Frag=115.0V CID@28.0 (218.1 -> 96.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Pyracarbolid: +ESI MRM Frag=115.0V CID@16.0 (218.1 -> 125.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Pyraclostrobin: +ESI MRM Frag=95.0V CID@20.0 (388.1 -> 163.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Pyraclostrobin: +ESI MRM Frag=95.0V CID@8.0 (388.1 -> 193.8) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Pyridaben: +ESI MRM Frag=80.0V CID@20.0 (365.1 -> 147.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Pyridaben: +ESI MRM Frag=80.0V CID@4.0 (365.1 -> 309.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Pyrimethanil: +ESI MRM Frag=120.0V CID@25.0 (200.1 -> 82.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
Counts vs. Acquisition Time (min)

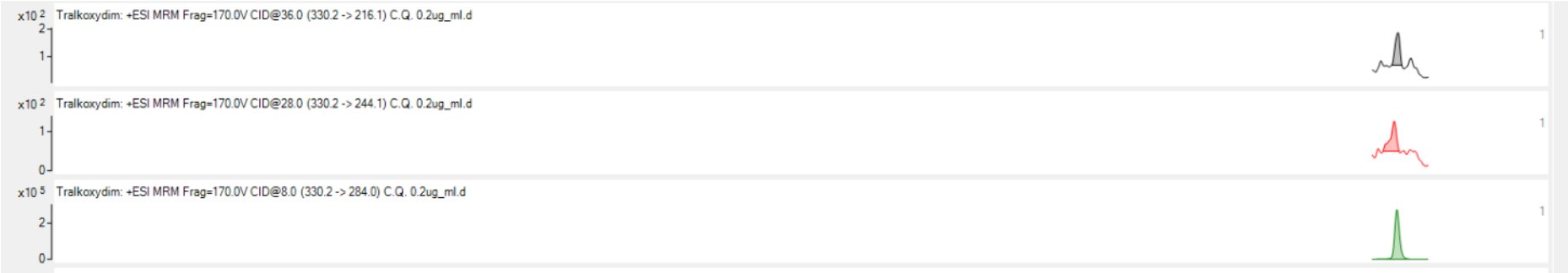

x10 5 Pyrimethanil: +ESI MRM Frag=120.0V CID@20.0 (200.1 -> 106.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Pyriproxyfen: +ESI MRM Frag=110.0V CID@12.0 (322.2 -> 96.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Pyriproxyfen: +ESI MRM Frag=110.0V CID@20.0 (322.2 -> 185.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Quinalphos (Diethquinalphione): +ESI MRM Frag=90.0V CID@20.0 (299.0 -> 147.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Quinalphos (Diethquinalphione): +ESI MRM Frag=90.0V CID@20.0 (299.0 -> 163.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Quinoclamine (ACN): +ESI MRM Frag=125.0V CID@44.0 (208.0 -> 77.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Quinoclamine (ACN): +ESI MRM Frag=125.0V CID@44.0 (208.0 -> 89.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Quinoxyfen: +ESI MRM Frag=115.0V CID@45.0 (308.0 -> 161.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)


x10 5 Quinoxyfen: +ESI MRM Frag=115.0V CID@36.0 (308.0 -> 196.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Rotenone: +ESI MRM Frag=145.0V CID@20.0 (395.0 -> 192.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Rotenone: +ESI MRM Frag=145.0V CID@20.0 (395.0 -> 213.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Silthiofam: +ESI MRM Frag=135.0V CID@28.0 (268.1 -> 73.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Silthiofam: +ESI MRM Frag=135.0V CID@15.0 (268.1 -> 139.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Silthiofam: +ESI MRM Frag=135.0V CID@5.0 (268.1 -> 252.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Spinosyn A: +ESI MRM Frag=155.0V CID@60.0 (732.5 -> 98.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Spinosyn A: +ESI MRM Frag=155.0V CID@28.0 (732.5 -> 142.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Spinosyn D: +ESI MRM Frag=145.0V CID@55.0 (746.5 -> 98.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Spinosyn D: +ESI MRM Frag=145.0V CID@35.0 (746.5 -> 142.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)


x10 4 Sulfentrazone: +ESI MRM Frag=110.0V CID@36.0 (404.0 -> 273.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Sulfentrazone: +ESI MRM Frag=110.0V CID@28.0 (404.0 -> 306.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Tebuconazole: +ESI MRM Frag=100.0V CID@40.0 (308.1 -> 70.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Tebuconazole: +ESI MRM Frag=100.0V CID@47.0 (308.1 -> 124.9) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Tebufenoxide: +ESI MRM Frag=95.0V CID@16.0 (353.2 -> 133.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Tebufenoxide: +ESI MRM Frag=95.0V (353.2 -> 297.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Tebuthiuron: +ESI MRM Frag=105.0V CID@24.0 (229.1 -> 116.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Tebuthiuron: +ESI MRM Frag=105.0V CID@12.0 (229.1 -> 172.1) C.Q. 0.2ug_ml.d


x10 4
Tepraloxydim: +ESI MRM Frag=130.0V CID@20.0 (342.1 -> 166.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 5
Tepraloxydim: +ESI MRM Frag=130.0V CID@8.0 (342.1 -> 250.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
1
0
1
x10 5
Tetraconazole: +ESI MRM Frag=130.0V CID@20.0 (372.0 -> 70.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
1
0
1
x10 5
Tetraconazole: +ESI MRM Frag=130.0V CID@36.0 (372.0 -> 159.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
1
0
1
x10 5
Thiacloprid: +ESI MRM Frag=100.0V CID@40.0 (253.0 -> 90.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
5
0
1
x10 6
Thiacloprid: +ESI MRM Frag=100.0V CID@16.0 (253.0 -> 126.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
2
0
1


x10 5 Thiamethoxam: +ESI MRM Frag=85.0V CID@20.0 (292.0 -> 181.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Thiamethoxam: +ESI MRM Frag=85.0V CID@8.0 (292.0 -> 211.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Thifensulfuron-methyl (DPX-M6316): +ESI MRM Frag=115.0V CID@12.0 (388.0 -> 167.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 4 Thifensulfuron-methyl (DPX-M6316): +ESI MRM Frag=115.0V CID@24.0 (388.0 -> 205.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Thiodicarb: +ESI MRM Frag=85.0V CID@8.0 (355.1 -> 88.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Thiodicarb: +ESI MRM Frag=85.0V CID@8.0 (355.1 -> 108.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Tifatol (Cymiazole): +ESI MRM Frag=95.0V CID@38.0 (219.1 -> 105.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Tifatol (Cymiazole): +ESI MRM Frag=95.0V CID@42.0 (219.1 -> 144.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Tralkoxydim: +ESI MRM Frag=170.0V CID@28.0 (330.2 -> 96.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Tralkoxydim: +ESI MRM Frag=170.0V CID@16.0 (330.2 -> 138.2) C.Q. 0.2ug_ml.d
5.5 6 6.5 7 7.5 8 8.5 9 9.5 10 10.5 11 11.5 12 12.5 13 13.5 14 14.5 15 15.5 16 16.5 17 17.5 18 18.5 19 19.5 20 20.5
Counts vs. Acquisition Time (min)


x10 2 Tralkoxydim: +ESI MRM Frag=170.0V CID@36.0 (330.2 -> 216.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 2 Tralkoxydim: +ESI MRM Frag=170.0V CID@28.0 (330.2 -> 244.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Tralkoxydim: +ESI MRM Frag=170.0V CID@8.0 (330.2 -> 284.0) C.Q. 0.2ug_ml.d


x10 5 Triadimenol: +ESI MRM Frag=70.0V CID@8.0 (296.1 -> 70.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 3 Triadimenol: +ESI MRM Frag=70.0V CID@8.0 (296.1 -> 99.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Triazophos: +ESI MRM Frag=110.0V CID@36.0 (314.1 -> 119.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Triazophos: +ESI MRM Frag=110.0V CID@16.0 (314.1 -> 162.1) C.Q. 0.2ug_ml.d


x10 5 Trietazine: +ESI MRM Frag=105.0V CID@32.0 (230.1 -> 99.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Trietazine: +ESI MRM Frag=105.0V CID@25.0 (230.1 -> 132.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 5 Trietazine: +ESI MRM Frag=105.0V CID@20.0 (230.1 -> 202.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Trifloxystrobin: +ESI MRM Frag=110.0V CID@52.0 (409.1 -> 145.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Trifloxystrobin: +ESI MRM Frag=110.0V CID@12.0 (409.1 -> 186.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Triflumizol: +ESI MRM Frag=85.0V CID@20.0 (346.1 -> 43.1) C.Q. 0.2ug_ml.d
x10 6 Triflumizol: +ESI MRM Frag=85.0V CID@4.0 (346.1 -> 278.0) C.Q. 0.2ug_ml.d
Counts vs. Acquisition Time (min)



Nota. Se evaluaron 2 transiciones por cada compuesto analizado. Extraído del sistema MassHunter Qualitative.

Tabla 20

Especificaciones de transición MRM y TR para acaricidas evaluados por LC-MS/MS

Compuesto	Transición	TR
Aldicarb	208,1 -> 89,1;208,1->116,2	5,904
Azinfos-etilo (Guthion etilo)	346,1 -> 77,2;346,1 -> 97;346,1 -> 132,1	7,459
Azinfos-metilo (Guthion)	318 -> 132,1;318 -> 261	7,533
Benzoximato	364,1 -> 105;364,1 -> 199	8,849
Carbaril	202,1 -> 127,1;202,1 -> 145,1	9,552
Carbofurano	222,1 -> 123,1;222,1 -> 165,1	9,579
Fipronil	435 -> 250,0;435 -> 330	14,556
Metiocarb	226,1 -> 121,1;226,1 -> 169	16,121
Pirimifos-metilo	306,2 -> 108,1;306,2 -> 164,1	16,935
Propoxur	210,1 -> 153,1;210,1 -> 168,1	17,152
Piridaben	365,1 -> 147,2;365,1 -> 309,1	17,286
Triazofos	314,1 -> 119,1;314,1 -> 162,1	18,733

Nota. TR: Tiempo de retención

Tabla 21

Especificaciones de transición MRM y TR para fungicidas evaluados por LC-MS/MS

Compuesto	Transición	TR
Azaconazol	300,0 -> 159,0;300,0 -> 231,1;	6,870
Azoxistrobina	404,1 -> 329,1;404,1 -> 344,1;404,1 -> 372,1	7,815
Benalaxil	326,2 -> 148,1;326,2 -> 208,1	8,721
Bitertanol	338,2 -> 70,0;338,2 -> 99,1;338,2 -> 269,2	9,365
Bromuconazol	378,0 -> 70;378,0 -> 159,0	9,403
Bromuconazol 2	378,0 -> 70,0;378,0 -> 159,0	9,443
Bupirimato	317,2 -> 108,1;317,2 -> 166,1	9,530
Carboxina	236,1 -> 43,2;236,1 -> 93,1;236,1 -> 143,1;	9,671
Ciazofamida	325,0 -> 108,0;325,0 -> 261,0	12,267
Cimoxanilo (Curzate)	199,1 -> 110,9;199,1 -> 128,0	12,568
Ciprocónazol	292,1 -> 70,0;292,1 -> 125,0	12,687
Ciprodinil	226,1 -> 76,9;226,1 -> 91,1	12,723
Dietofencarb	268,2 -> 124,0;268,2 -> 226,1	12,995
Dimetomorf(E)	388,0 -> 165,1;388,0 -> 301,1	13,169
Dimetomorf(E) 2	388,1 -> 165,1;388,1 -> 301,1	13,183
Dimoxistrobina	327,2 -> 116,0;327,2 -> 205,1	13,201
Epoxiconazol (BAS 480F)	330,1 -> 101,2;330,1 -> 121,0	13,703
Fenamidona	312,0 -> 65,1;312,0 -> 92,2;312,0 -> 236,1	14,104
Fenarimol	331,0 -> 81,0;331,0 -> 268,0	14,187
Fenbuconazol	337,1 -> 70,0;337,1 -> 125,1	14,253
Fludioxonil	247,0 -> 126,0;247,0 -> 169,0	14,615
Fluopicólido	382,9 -> 144,9;382,9 -> 172,9	14,909
Fluoxastrobina	459,0 -> 188,1;459,0 -> 427,1	14,914
Fluquinconazol	376,0 -> 108,0;376,0 -> 307,1;376,0 -> 349,0	14,929
Flusilazol	316,1 -> 165,0;316,1 -> 247,1	14,949

Flutriafol	302,1 -> 70,1;302,1 -> 95,0;302,1 -> 122,9	15,095
Fuberidazol	185,1 -> 156,0;185,1 -> 157,1	15,265
Furalaxil	302,1 -> 95,0;302,1 -> 242,1	15,293
Hexaconazol	314,1 -> 70,1;314,1 -> 159,0	15,470
Imazalil (Enilconazol)	297,1 -> 159,0;297,1 -> 201,0	15,484
Isoprotiolano	291,1 -> 188,8;291,1 -> 231,0	15,625
Mandipropamida	412,1 -> 328,1;412,1 -> 356,1	15,900
Mecarbam	330,0 -> 97,1;330,0 -> 227,0	15,910
Mepanipirim	224,1 -> 77,0;224,1 -> 106,1	15,920
Metconazol	320,1 -> 70,1;320,1 -> 125,0	16,084
Metrafenona	409,1 -> 209,1;409,1 -> 226,9	16,349
Miclobutanil	289,1 -> 70,1;289,1 -> 125,1;	16,476
Oxadixil	279,1 -> 132,3;279,1 -> 219,2	16,540
Penconazol	284,1 -> 70,1;284,1 -> 159,0;284,1 -> 206,1	16,706
Pencicurón	329,1 -> 89,1;329,1 -> 125,1;329,1 -> 217,9	16,709
Picoxistrobina	368,1 -> 145,0;368,1 -> 205,2	16,900
Procloraz	376,0 -> 265,9;376,0 -> 308,0	16,942
Proquinazid	372,9 -> 289,0;372,9 -> 331,0	17,223
Piracarbolida	218,1 -> 96,9;218,1 -> 125,0	17,279
Piraclostrobina	388,1 -> 163,1;388,1 -> 193,1	17,284
Pirimetanil	200,1 -> 82,0;200,1 -> 106,9	17,377
Quinoxifeno	308,0 -> 161,9;308,0 -> 196,9	17,560
Silthiofam	268,1 -> 73,0;268,1 -> 139,1;268,1 -> 252,1	17,684
Tebuconazol	308,1 -> 70,0;308,1 -> 124,9	17,790
Tetraconazol	746,5 -> 142,1	17,990
Triadimenol	296,1 -> 70,0;296,1 -> 99,1	18,634
Trifloxistrobina	409,1 -> 145,0;409,1 -> 186,0	19,070
Triflumizol	346,1 -> 43,1;346,1 -> 278,0	19,220

Nota. TR: Tiempo de retención

Tabla 22

Especificaciones de transición MRM y TR para herbicidas evaluados por LC-MS/MS

Compuesto	**Transición**	**TR**
Amidosulfurón	370,0 -> 218,1;370,0 -> 261,1	6,028
Bispiribac	431,1 -> 275,1;431,1 -> 413,1	9,055
Carbendazim (Azol)	192,1 -> 132,1;192,1 -> 160,1	9,574
Carfentrazona-etilo	412,1 -> 345,9;412,1 -> 365,9	9,817
Cloroxurón	291,1 -> 46,1;291,1 -> 72,0	11,583
Clorsulfurón	358,0 -> 141,1;358,0 -> 167,1	11,644
Clortolurón (Clorotolurón)	213,1 -> 72,0;213,1 -> 140,0	11,654
Clethodim	360,1 -> 164,1;360,1 -> 268,1	12,102
Clethodim 2	360,1 -> 164,1;360,1 -> 268,1	12,131
Clomazona	240,1 -> 89,1;240,1 -> 125,0	12,235
Ciclurón	199,2 -> 72,0;199,2 -> 89,1	12,567
Etidimurón (Sulfadiazol)	265,0 -> 57,0;265,0 -> 114,0;265,0 -> 208,0	13,713

Etofumesato	304,1 -> 121,1;304,1 -> 161,2	13,974
Fluazinam (Shirlan)	462,9 -> 398,0;462,9 -> 415,9	14,598
Flufenacet (Flutiamida)	364,1 -> 152,1;364,1 -> 194,2	14,707
Flumetsulam	326,1 -> 129,0;326,1 -> 262,1	14,796
Fluometurón	233,1 -> 46,1;233,1 -> 72,0	14,906
Halosulfurón-metilo	435,1 -> 83,1;435,1 -> 139,0	15,399
Isoxaben	333,2 -> 150,0;333,2 -> 165,1	15,632
Lenacil	235,1 -> 82,1;235,1 -> 153,1	15,703
Linurón	249,0 -> 133,0;249,0 -> 160,1	15,791
Mesosulfurón-metilo	504,1 -> 83,0;504,1 -> 139,1;504,1 -> 182,1	15,944
Metazacloro	278,1 -> 134,2;278,1 -> 210,1	16,084
Metabenztiazurón	222,1 -> 150,0;222,1 -> 165,1	16,091
Metoprotina	272,2-> 169,9;272,2-> 198,0	16,230
Metobromurón	259,0 -> 148,0;259,0 -> 170,0	16,300
Metolacloro	284,1 -> 176,1;284,1 -> 252,1	16,302
Metribuzina	215,1 -> 84,0;215,1 -> 187,1;215,1 -> 187,2	16,440
Metsulfurón-metilo	382,1 -> 77,0;382,1 -> 167,0;382,1 -> 199,0;	16,440
Oxsasulfurón	407,1 -> 107,1;407,1 -> 150,1	16,601
Prometón	302,1 -> 88,0	16,985
Propizamida (Pronamida)	256,0 -> 173,0;256,0 -> 190,0	17,179
Prosulfocarb	252,1 -> 91,2;252,1 -> 128,2	17,238
Sulfentrazona	404,0 -> 273,0;404,0 -> 306,9	17,766
Tebutiurón	229,1 -> 116,0;229,1 -> 172,1	17,865
Tepraloxydim	342,1 -> 166,1;342,1 -> 250,1	17,930
Tifensulfurón-metilo	388,0 -> 167,0;388,0 -> 205,0	18,158
Trietazina	230,1 -> 99,1;230,1 -> 132,0;230,1 -> 202,1	18,832

Nota. TR: Tiempo de retención

Tabla 23

Especificaciones de transición MRM y TR para insecticidas evaluados por LC-MS/MS

Compuesto	**Transición**	**TR**
Acefato	184,0 -> 125,0;184,0 -> 143,0	5,366
Alanycarb	400,1 -> 91,0;400,1 -> 238,0	5,898
Azametifos	325,0 -> 112,0;325,0 -> 183,0	7,295
Buprofezina	306,2 -> 116,1;306,2 -> 201,1	9,550
Clorantraniliprol	483,9 -> 285,9;483,9 -> 452,9	9,829
Clorfenvinfos	358,9 -> 155,0;358,9 -> 169,9	10,269
Clorfenvinfos 3	358,9 -> 155,0;358,9 -> 169,9	10,382
Diazinón (Dimpilato)	305,1 -> 97,0;305,1 -> 153,1	12,738
Dioxacarb	224,0 -> 123,0;224,0 -> 167,0	13,409
Etoprofos	243,1 -> 97,0;243,1 -> 130,9	14,035
Fenamefos	304,1 -> 202,0;304,1 -> 217,1;304,1 -> 234,0	14,116

Fenobucarb (Baycarb)	208,1 -> 77,1;208,1 -> 95,0;208,1 -> 152,1	14,423
Fenoxicarb	302,1 -> 88,0;302,1 -> 116,0	14,423
Forclorfenurón	248,1 -> 93,0;248,1 -> 129,0	15,178
Furatiocarb	383,2 -> 167,0;383,2 -> 195,0;383,2 -> 251,9	15,299
Imidacloprid	256,0 -> 175,0;256,0 -> 208,9;	15,552
Indoxacarb	528,1 -> 150,0;528,1 -> 203,0	15,562
Isocarbofos	231,0 -> 65,0;231,0 -> 121,0	15,581
Malaoxón	315,0 -> 99,2;315,0 -> 127,1	15,811
Malatión	331,0 -> 99,0;331,0 -> 126,9	15,878
Metidatión	302,9 -> 85,1;302,9 -> 145,0	16,096
Metomilo	163,1 -> 88,0;163,1 -> 106,0	16,214
Metoxifenozida	369,2 -> 133,0;369,2 -> 313,1	16,283
Mevinfos (Phosdrin)	225,0 -> 127,0;225,0 -> 193,1	16,450
Fosfamidón	300,0 -> 127,1;300,0 -> 174,1	16,869
Pirimicarb	239,2 -> 72,1;239,2 -> 182,1	16,918
Promecarb	395,0 -> 213,1	16,970
Piriproxifen	322,2 -> 96,0;322,2 -> 185,0	17,431
Quinalfos	299,0 -> 147,0;299,0 -> 163,0	17,516
Rotenona	395,0 -> 192,1;395,0 -> 213,1	17,639
Espinosina A	732,5 -> 98,1;732,5 -> 142,1	17,694
Espinosina D	746,5 -> 98,0;746,5 -> 142,1	17,702
Tebufenoxida	353,2 -> 133,0;353,2 -> 297,1	17,809
Tiacloprid	253,0 -> 90,0;253,0 -> 126,0	18,021
Tiametoxam	292,0 -> 181,1;292,0 -> 211,1	18,044
Tiodicarb	355,1 -> 88,1;355,1 -> 108,1	18,285
Tralkoxydim	330,2 -> 96,0;330,2 -> 138,2	18,513
Trimetacarb	194,1 -> 122,1;194,1 -> 137,0	19,347
Uniconazol-P	292,1 -> 70,0;292,1 -> 125,0	19,927

Nota. TR: Tiempo de retención

Tabla 24

Especificaciones de transición MRM y TR para nematicidas y alguicidas evaluados por LC-MS/MS

Compuesto	**Transición**	**TR**
Fostiazato	284,0 -> 61,0;284,0 -> 104,0	15,253
Oxamil	237,1 -> 72,0;237,1 -> 90,0	16,556
Quinoclamina	208,0 -> 77,0;208,0 -> 89,0	17,554

Nota. TR: Tiempo de retención

Las técnicas cromatográficas acopladas a espectrometría de masas en tándem, como GC-MS/MS y LC-MS/MS, han sido ampliamente utilizadas para la identificación y cuantificación de residuos de pesticidas en diversas matrices debido a su elevada selectividad, sensibilidad y rendimiento analítico. Sin embargo, la literatura señala que, incluso con el uso de espectrometría de masas en tándem, pueden

presentarse interferencias de origen endógeno o exógeno, asociadas a la complejidad de la matriz y a fenómenos de coelución cromatográfica o efectos sobre la ionización (Uclés et al., 2017). Las Tablas 20 a 24 presentan las transiciones MRM seleccionadas junto con los tiempos de retención obtenidos para los acaricidas, fungicidas, insecticidas, herbicidas, nematicidas y alguicidas analizados. Para cada compuesto se emplearon dos transiciones precursor–producto, lo que permitió una identificación selectiva basada en el patrón de fragmentación característico de cada pesticida y aportó un criterio adicional de discriminación más allá de la separación cromatográfica. En este enfoque, la primera transición iónica, seleccionada por presentar la mayor intensidad de señal, se utilizó para la cuantificación del analito objetivo, mientras que la segunda transición se empleó con fines confirmatorios y de identificación (Acosta-Dacal et al., 2021; Shin et al., 2018). Incluso en aquellos casos en los que algunos analitos presentaron tiempos de retención próximos, la diferenciación mediante transiciones MRM específicas aseguró una correcta identificación, reforzando la selectividad global del método. Este comportamiento es coherente con lo reportado por Liao et al. (2022), quienes señalaron que la espectrometría de masas en tándem permite distinguir compuestos con tiempos de retención similares mediante la selección de iones precursores y sus correspondientes iones producto, incrementando significativamente la especificidad analítica.

De manera complementaria, Sabatino et al. (2012) indicaron que esta discriminación basada en transiciones MRM contribuye a reducir el riesgo de errores analíticos. Asimismo, se ha reportado que la monitorización de múltiples reacciones (MRM) disminuye la probabilidad de interferencias y mejora la relación señal/ruido, lo que facilita la detección de pesticidas a niveles traza (An et al., 2020; Rodrigues et al., 2007). Con el fin de mejorar la calidad de los cromatogramas y optimizar la respuesta de señal, en el presente estudio se empleó también el modo de adquisición dinámico de monitoreo de reacciones múltiples (dMRM). A diferencia del modo convencional el dMRM asocia automáticamente cada transición MRM con su tiempo de retención (RT) esperado y la supervisa únicamente dentro de una ventana temporal específica, en lugar de monitorear todas las transiciones durante toda la corrida cromatográfica. Este enfoque reduce el número de transiciones concurrentes en cada instante, permitiendo aumentar los tiempos de permanencia (dwell time) y, en consecuencia, mejorar la sensibilidad y la relación señal/ruido (Dong et al., 2015).

4.1.4 Precisión

En este estudio, la precisión bajo condiciones de repetibilidad (precisión intradía) se evaluó en dos niveles de concentración, una concentración baja de 5 ng/g y un alta de 100 ng/g, mediante el análisis de cinco réplicas en cada nivel (Eyring et al., 2021). Los coeficientes de variación (CV) obtenidos oscilaron entre 1,29 y 9,69 % para los diferentes pesticidas analizados, como se observa en las tablas 25 a 29 lo que evidencia una baja variabilidad y un comportamiento analítico consistente en ambos niveles de concentración. En todos los casos, los valores de CV fueron inferiores al 20 %, cumpliendo ampliamente con el criterio de aceptación establecido para la validación de métodos analíticos multiresiduo. El valor promedio de CV fue de 3,50 %, lo que indica una adecuada precisión intradía y un desempeño analítico muy por debajo del límite máximo recomendado por la normativa vigente (INMETRO, 2020). Este comportamiento es coherente con lo reportado en estudios previos, en los que se han validado métodos para la determinación de pesticidas en distintas matrices, tales como suelos, sedimentos y matrices biológicas, obteniéndose coeficientes de variación iguales o inferiores al 20 % bajo condiciones de repetibilidad (Leyva-Morales et al., 2023; Pourhossein et al., 2023; Shin et al., 2018). Asimismo, la tendencia a valores de CV ligeramente superiores en concentraciones cercanas al límite de cuantificación es consistente con lo descrito para métodos multiresiduo (Łozowicka et al., 2017) lo que explica la mayor dispersión observada a bajo nivel de fortificación sin comprometer la aceptabilidad del método. En conjunto, estos resultados respaldan la fiabilidad y consistencia del método desarrollado en términos de precisión intradía. Si bien el objetivo principal de esta sección fue evaluar la precisión del método, los resultados de recuperación complementan la evaluación de su desempeño analítico. En este estudio, se obtuvieron recuperaciones comprendidas entre 71,10 y 130,04 % para la concentración alta, y entre 63,30 y 132,40 % para la concentración baja, valores comparables con los reportados en estudios previos realizados en suelos y vegetación herbácea (71–125 %) y en frutas y hortalizas (71,1–114 %) (Bakanov et al., 2023; Wang et al., 2025). Cabe destacar que, para fludioxonil, los valores obtenidos fueron similares a los reportados en la literatura (63,6 % frente a 66 %), lo que refuerza la estabilidad del método frente a distintas matrices.

De acuerdo con la guía SANTE/11312/2021, el rango objetivo de recuperación para métodos multiresiduo se sitúa entre 70 y 120 %; no obstante, pueden aceptarse recuperaciones fuera de este intervalo siempre que la variabilidad sea baja (CV ≤ 20

%) y que los valores no excedan el rango ampliado de 30 - 140 % (Wenio et al., 2024; Comisión Europea, 2021). Las Figuras 18 a 22 muestran los porcentajes de recuperación obtenidos para los 145 pesticidas evaluados. A un nivel de fortificación de 100 ng/g, 135 de los 145 pesticidas (93,1 %) presentaron recuperaciones dentro del rango aceptable. No se registraron compuestos con valores inferiores al 70 %, mientras que únicamente 10 analitos superaron el 120 %. Este comportamiento evidencia un desempeño analítico adecuado y consistente a esta concentración, lo cual indica que el método mantiene una eficiencia de extracción y respuesta instrumental estable en el nivel medio evaluado. En contraste, a la concentración de 5 ng/g, 124 compuestos (85,5 %) cumplieron el criterio establecido, mientras que 3 presentaron recuperaciones inferiores al 70 % y 18 superaron el 120 %, evidenciando una mayor dispersión de los resultados. Esta tendencia es coherente con lo descrito en la literatura para métodos multiresiduo evaluados en niveles cercanos al límite de cuantificación, donde la menor intensidad de señal incrementa la variabilidad relativa y amplifica el impacto de los efectos de matriz, especialmente en sistemas UHPLC-MS/MS. Las recuperaciones inferiores al 70 % pueden asociarse a pérdidas durante el proceso de extracción, adsorción del analito o fenómenos de supresión de señal, mientras que los valores superiores al 120 % pueden atribuirse a efectos de realce de señal (Łozowicka et al., 2017). No obstante, considerando que la gran mayoría de los compuestos cumplen con los criterios establecidos y que las desviaciones observadas se concentran principalmente en el nivel bajo, el desempeño global del método puede considerarse satisfactorio para su propósito como método multiresiduo. En este contexto, los compuestos que presentaron recuperaciones superiores al 120 % o inferiores al 70 % fueron mantenidos dentro del método validado debido a que mostraron coeficientes de variación aceptables, evidenciando un comportamiento analítico consistente. Considerando que el método cumple globalmente con los criterios de precisión establecidos y que las variaciones observadas no exceden los límites aceptables definidos por la normativa aplicable, estas no comprometen la fiabilidad del procedimiento. Asimismo, su inclusión resulta relevante para el monitoreo ambiental, dado que su exclusión podría limitar el alcance del método como herramienta multiresiduo. Este criterio es concordante con lo reportado en estudios donde se observa precisión satisfactoria aun cuando la recuperación no se sitúa estrictamente en el intervalo ideal (Acosta-Dacal et al., 2021).

Tabla 25

Porcentaje de precisión para acaricidas

Compuesto	Nivel de fortificación			
	100ng/g		5 ng/g	
	Rec. Media (%)	CV (%)	Rec. Media (%)	CV (%)
Aldicarb	111,58	0,96	132,4	3,10
Azinfos-etilo (Guthion etilo)	109,88	1,61	113,6	5,34
Azinfos-metilo (Guthion)	111,96	1,29	108,8	5,45
Benzoximato	115,66	3,57	124,4	2,38
Carbaril	103,76	3,06	96,4	4,50
Carbofurano	128,22	0,64	107,2	4,87
Fipronil	113,16	1,01	70	6,70
Metiocarb	112,66	1,30	104,4	5,65
Pirimifos-metilo	112,96	1,54	111,6	1,96
Propoxur	114,62	1,35	110,4	2,36
Piridaben	110,18	0,92	114,4	2,59
Triazofos	112,44	1,54	123,2	3,16

Tabla 26

Porcentaje de precisión para fungicidas

Compuesto	Nivel de fortificación			
	100ng/g		5 ng/g	
	Rec. Media (%)	CV (%)	Rec. Media (%)	CV (%)
Azaconazol	117,5	1,97	79,6	4,49
Azoxistrobina	113,84	1,14	119,2	2,54
Benalaxil	113,3	1,79	118,8	3,88
Bitertanol	111,94	1,66	122,8	5,23
Bromuconazol	116,98	2,60	110	8,13
Bromuconazol	118,06	1,86	104,8	14,57
Bupirimato	111,54	1,47	97,2	4,51
Carboxina	105,32	1,35	114,4	3,79
Ciazofamida	130,04	2,34	81,6	5,85
Cimoxanilo (Curzate)	99,36	2,47	121,6	4,41
Ciprocónazol	112	1,21	117,6	5,56
Ciprodinil	111,38	0,41	87,2	12,20

Dietofencarb	117,26	1,82	92,8	4,47
Dimetomorf(E)	109,52	0,96	114,4	3,99
Dimetomorf(E)	112,54	1,21	106,8	4,10
Dimoxistrobina	113,74	1,40	120	3,12
Epoxiconazol (BAS 480F)	114,58	1,71	102	6,65
Fenamidona	111,26	1,85	114,4	3,13
Fenarimol	112,26	2,95	126	6,04
Fenbuconazol	117,88	1,39	100	9,70
Fludioxonil	110,94	1,01	63,6	12,46
Fluopicólido	115,24	0,85	88	3,21
Fluoxastrobina	113,18	2,27	116,4	3,72
Fluquinconazol	121,18	4,60	105,6	5,74
Flusilazol	117,64	1,97	77,2	11,82
Flutriafol	112,26	0,87	114,4	3,13
Fuberidazol	88,02	6,03	71,2	9,02
Furalaxil	116,78	1,08	106,4	3,62
Hexaconazol	113,76	1,61	112	3,34
Imazalil (Enilconazol)	88,22	2,60	87,2	2,62
Isoprotiolano	111,96	0,99	95,2	4,36
Mandipropamida	110,54	0,97	109,2	4,22
Mecarbam	116,62	1,11	112	4,55
Mepanipirim	110,72	2,35	94	3,98
Metconazol	111,92	1,13	110,8	4,16
Metrafenona	117,88	1,16	96	3,29
Miclobutanil	110,72	1,55	111,6	5,29
Oxadixil	103,54	1,10	67,2	12,38
Penconazol	115,42	1,58	112	2,82
Pencicurón	111,14	1,75	117,2	5,06
Picoxistrobina	113,08	1,75	123,2	4,68
Procloraz	113	0,85	76,8	11,59
Proquinazid	116,54	1,41	116,8	2,30
Piracarbolida	112,5	1,13	118,4	2,51
Piraclostrobina	116,02	1,29	78,4	3,78
Pirimetanil	113,02	2,12	88,8	7,57
Quinoxifeno	108,5	0,43	114	2,15
Silthiofam	118,46	1,67	82,8	4,04
Tebuconazol	113,1	1,16	120,4	2,46
Tetraconazol	117,12	2,62	82,8	7,94
Triadimenol	113,62	1,69	128	4,28
Trifloxistrobina	113,56	1,14	122	2,59
Triflumizol	111,3	1,47	113,2	3,21

Tabla 27

Porcentaje de precisión para herbicidas

Compuesto	Nivel de fortificación			
	100ng/g		5 ng/g	
	Rec. Media (%)	CV (%)	Rec. Media (%)	CV (%)
Amidosulfurón	95,96	1,87	118,4	3,25
Bispiribac	103,64	1,48	107,2	5,04
Carbendazim (Azol)	92,86	1,62	89,2	4,07
Carfentrazona-etilo	118,94	2,14	80,4	5,67
Cloroxurón	113,00	1,36	104,4	4,96
Clorsulfurón	102,02	2,69	106,8	4,88
Clortolurón (Clorotolurón)	114,92	1,04	82,8	7,17
Clethodim	107,58	2,25	121,2	6,86
Clethodim 2	116,52	3,98	91,2	15,40
Clomazona	112,12	1,89	109,6	3,51
Ciclurón	111,02	0,75	100	5,83
Etidimurón (Sulfadiazol)	117,62	0,92	76,8	5,71
Etofumesato	119,96	1,61	85,6	10,50
Fluazinam (Shirlan)	110,3	1,85	81,6	6,10
Flufenacet (Flutiamida)	118,92	2,25	77,6	3,82
Flumetsulam	109,24	0,64	87,6	4,39
Fluometurón	117,64	1,37	84	4,45
Halosulfurón-metilo	103,12	1,24	113,2	6,44
Isoxaben	112,84	0,89	121,2	3,00
Lenacil	113,52	1,79	82,4	4,67
Linurón	111,86	0,84	111,6	7,10
Mesosulfurón-metilo	103,26	0,90	103,6	3,45
Metazacloro	114,04	1,44	124,4	3,49
Metabenztiazurón	114,36	0,82	116,4	3,31
Metoprotina	116,24	1,14	102	4,38
Metobromurón	114,4	2,11	110	3,40
Metolacloro	113,84	1,40	72	5,20
Metribuzina	113,5	1,37	121,2	6,35
Metsulfurón-metilo	115,28	1,05	117,2	4,28
Oxsasulfurón	107,36	1,77	102,4	4,00
Prometón	113,6	1,38	106,4	4,08
Propizamida (Pronamida)	123,3	1,39	102	1,96
Prosulfocarb	122,28	2,61	114,8	1,99
Sulfentrazona	110,96	1,89	114,8	4,54
Tebutiurón	111,26	1,50	105,2	3,18
Tepraloxydim	111,8	2,94	91,2	6,12

Tifensulfurón-metilo	106,72	1,63	114,8	3,16
Trietazina	116	0,84	103,6	9,30

Tabla 28

Porcentaje de precisión para insecticidas

Compuesto	Nivel de fortificación			
	100ng/g		5 ng/g	
	Rec. Media (%)	CV (%)	Rec. Media (%)	CV (%)
Acefato	92,36	1,76	104	3,60
Alanycarb	78,78	7,39	126	5,38
Azametifos	116,68	2,02	104,8	4,39
Buprofezina	108,64	1,41	99,6	1,68
Clorantraniliprol	115,46	1,75	94,8	13,88
Clorfenvinfos	124,74	0,93	98,4	6,65
Clorfenvinfos 2	126,92	2,06	96	6,91
Diazinón (Dimpilato)	114,84	1,45	89,6	5,78
Dioxacarb	112,84	1,04	73,2	6,29
Etoprofos	113,96	2,59	98,8	6,34
Fenamefos	115,66	1,81	90,4	4,53
Fenobucarb (Baycarb)	110,16	1,92	89,6	6,95
Fenoxicarb	128,98	2,25	82	2,99
Forclorfenurón	108,78	1,50	88,4	4,64
Furatiocarb	112,44	1,14	127,6	2,80
Imidacloprid	110,48	0,66	80,8	3,75
Indoxacarb	123,68	2,06	127,2	6,35
Isocarbofos	113,78	2,33	93,6	3,51
Malaoxón	114,3	1,31	117,2	3,10
Malatión	112,9	1,90	76,4	10,70
Metidatión	111,72	1,78	102,8	6,68
Metomilo	105,8	1,67	82,4	5,79
Metoxifenozida	112,28	0,47	111,6	5,44
Mevinfos (Phosdrin)	106,48	1,35	72,4	6,30
Fosfamidón	113,3	0,55	100,4	4,76
Pirimicarb	102,48	3,78	102,8	4,03
Promecarb	113,6	1,90	97,2	5,75
Piriproxifen	112,56	1,60	120,4	2,73
Quinalfos	121,68	2,25	73,2	13,05
Rotenona	116	1,66	71,2	15,07
Espinosina A	71,1	3,28	97,6	5,69

Espinosina D	72,26	3,27	85,2	6,56
Tebufenoxida	113,82	3,81	117,6	6,95
Tiacloprid	114,5	1,42	110,4	3,48
Tiametoxam	105,92	2,77	97,2	4,01
Tiocarb	110,02	1,33	114,4	2,59
Tralkoxydim	110,44	0,96	119,6	2,18
Trimetacarb	111,58	1,55	96,4	4,50
Uniconazol-P	118,14	1,11	65,2	7,06

Tabla 29

Porcentaje de precisión para nematicidas y alguicidas

Compuesto	**Nivel de fortificación**			
	100ng/g		**5 ng/g**	
	Rec. Media (%)	**CV (%)**	**Rec. Media (%)**	**CV (%)**
Fostiazato	110,56	1,18	111,2	2,73
Oxamil	107,94	1,85	96	3,29
Quinoclamina	109,88	3,32	104,8	7,22

En el caso de aldicarb, benzoximato, triazofos, bitertanol, cimoxanilo, fludioxonil, picoxistrobina, triadimenol, trifloxistrobina, clethodim, isoxaben, metazacloro, metribuzina, alanycarb y furatiocarb a una concentración baja de 5 ng/g se obtuvieron recuperaciones comprendidas entre 121,2 a 132,4 % acompañadas de coeficientes de variación inferiores al 15 %, lo que indica una respuesta analítica consistente y reproducible. Este comportamiento puede atribuirse principalmente a un efecto de realce de señal asociado a la matriz, fenómeno frecuentemente observado en análisis por LC-MS/MS a concentraciones cercanas al límite de cuantificación. Dicho efecto ocurre cuando componentes coeluyentes de la matriz alteran el proceso de ionización del analito, aumentando la intensidad de la señal y generando una sobreestimación en la cuantificación (Trufelli et al., 2011). La magnitud del realce depende de múltiples factores, como las propiedades químicas del analito, la naturaleza y concentración relativa de la matriz, el método de extracción, las condiciones cromatográficas y los parámetros del espectrómetro de masas (Gosetti et al., 2010).

Figura 18

Porcentaje de recuperación obtenido para acaricidas en 2 niveles de fortificación diferentes (5 y 100 ng/g)

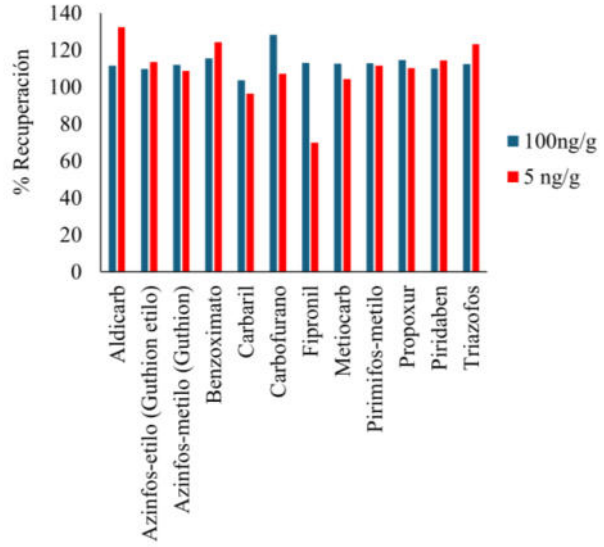


Figura 19

Porcentaje de recuperación obtenido para fungicidas en 2 niveles de fortificación diferentes 5 y 100 ng/g)

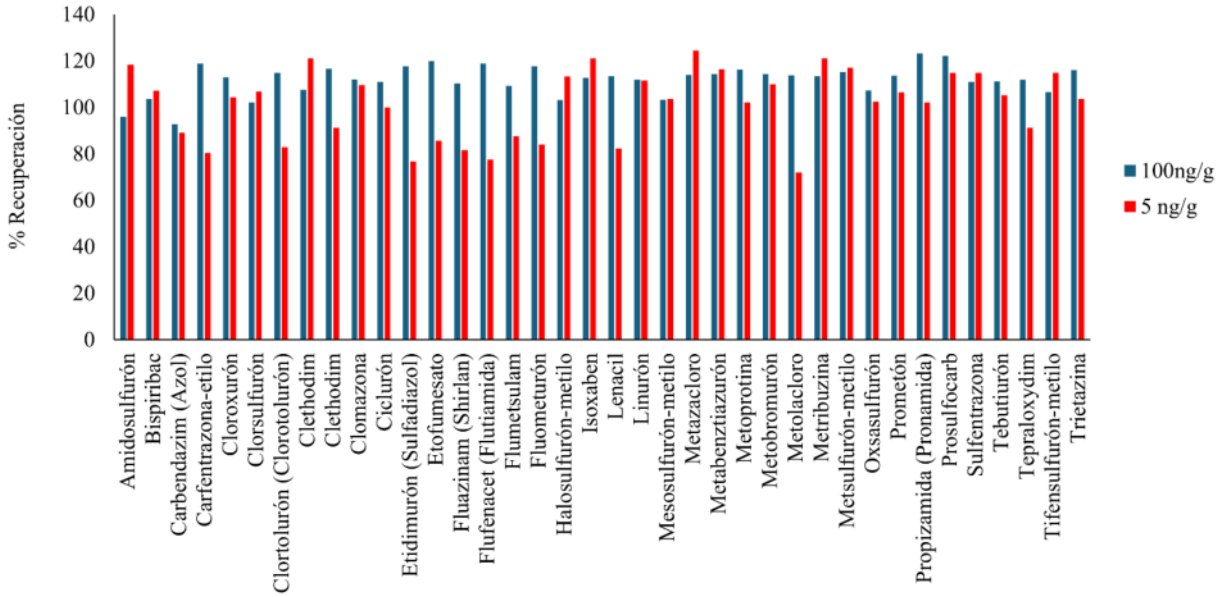


Figura **20**

Porcentaje de recuperación obtenido para herbicidas en 2 niveles de fortificación diferentes (5 y 100 ng/g)

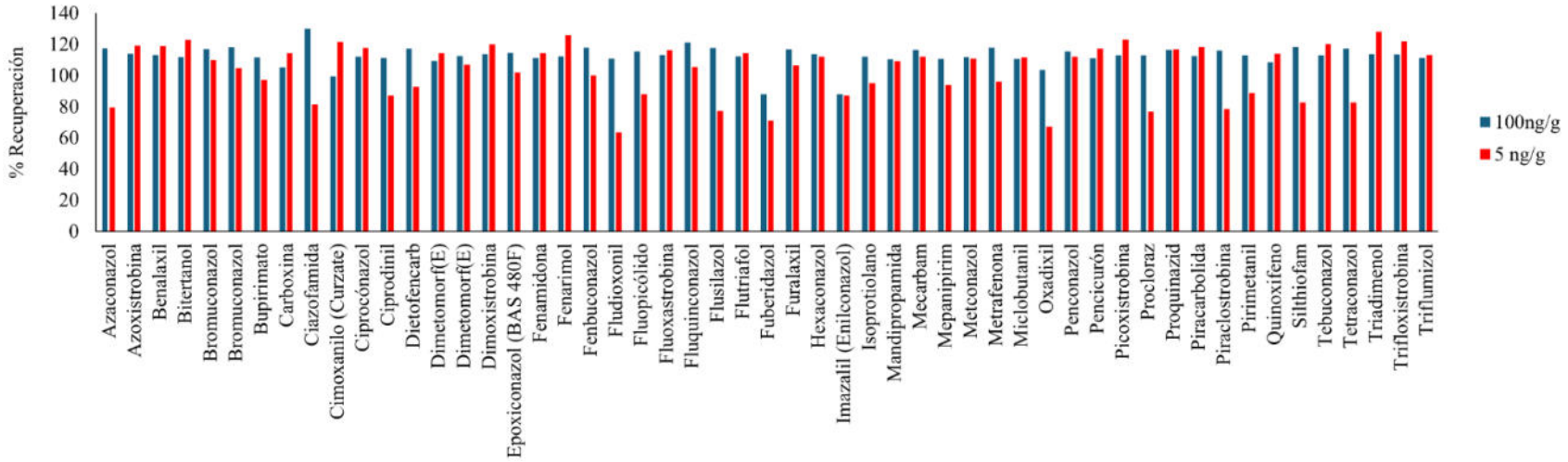


Figura 21

Porcentaje de recuperación obtenido para insecticidas en 2 niveles de fortificación diferentes (5 y 100 ng/g)

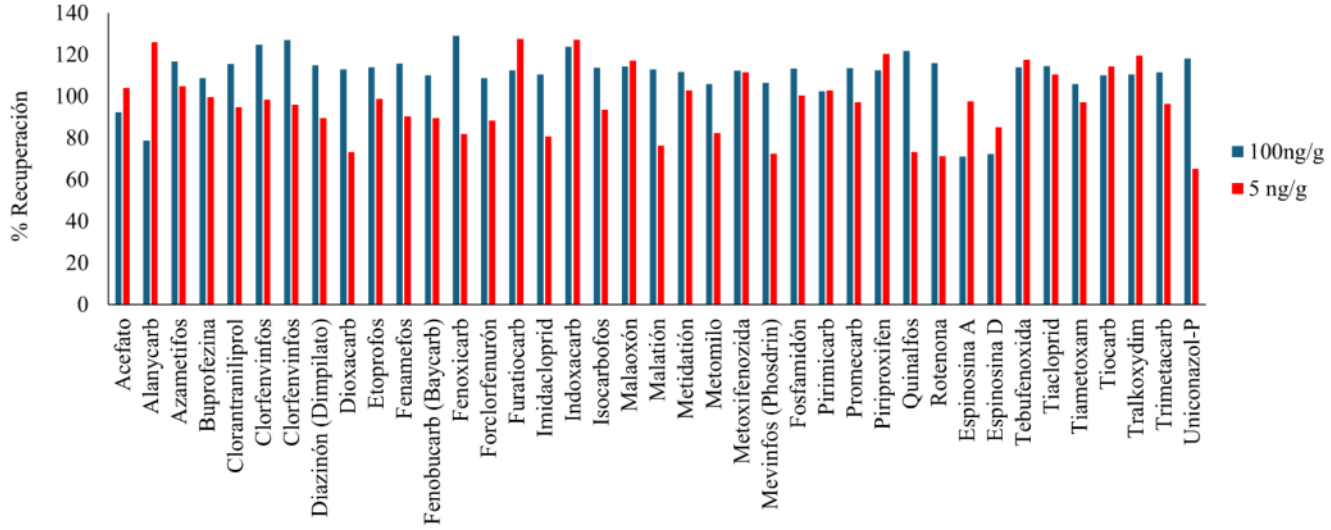
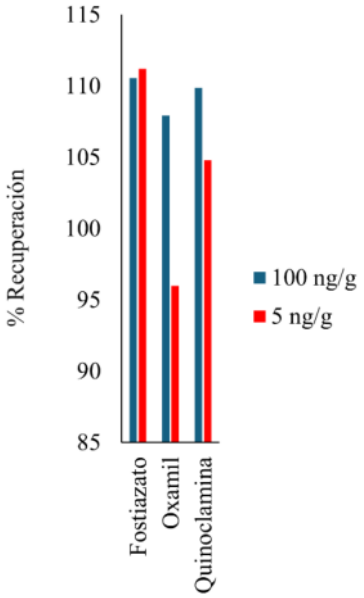


Figura 22

Porcentaje de recuperación obtenido para nematicidas y alguicidas en 2 niveles de fortificación diferentes (5 y 100 ng/g)



4.1.5 Reproducibilidad

En el presente estudio se evaluó la reproducibilidad en términos de precisión intermedia del método desarrollado para la detección y cuantificación de 145 pesticidas en suelos agrícolas, a una concentración de fortificación de 100 ng/g. Este parámetro se define como la precisión obtenida al analizar una muestra homogénea

bajo condiciones variables dentro de un mismo laboratorio, considerando en este caso la variación inter-día, manteniéndose constantes el analista, el equipamiento y las condiciones instrumentales. De acuerdo con las guías internacionales de validación, en métodos multiresiduo es aceptable que el coeficiente de variación (CV) sea inferior al 20 %, y que los valores obtenidos sean superiores a los registrados en condiciones de repetibilidad, debido a la incorporación de fuentes adicionales de variación, tales como la fecha de análisis y las condiciones ambiental (Barbieri et al., 2019; Comisión Europea, 2021). Para la evaluación de este parámetro, el desempeño del método fue analizado en días distintos mediante la construcción de curvas de calibración tanto en disolvente como en matriz, así como mediante ensayos de recuperación. Posteriormente, los valores de coeficiente de variación obtenidos bajo condiciones de precisión intermedia fueron comparados con aquellos determinados en repetibilidad, observándose que los CV correspondientes al segundo día de análisis presentaron valores ligeramente superiores, aunque siempre dentro de los límites de aceptación establecidos. Este comportamiento, evidenciado en las Tablas 30 a 34, refleja la influencia de factores operativos adicionales y, al mismo tiempo, confirma la robustez del método frente a variaciones temporales controladas, en concordancia con lo reportado en estudios similares (Rupprecht et al., 2022). Los coeficientes de variación se situaron en un rango de 2,22 a 13,29 %, lo que confirma la adecuada precisión del método y su idoneidad para aplicaciones analíticas rutinarias.

Tabla 30

%CV en acaricidas, evaluados en días distintos de análisis y un mismo analista.

Compuestos	**Día 1**		**Día 2**	
	Recuperación prom (%)	C.V	Recuperación prom (%)	C.V
Aldicarb	112%	0,96	101%	4,31
Azinfos-etilo (Guthion etilo)	110%	1,61	116%	4,90
Azinfos-metilo (Guthion)	112%	1,29	115%	4,09
Benzoximato	116%	3,57	108%	5,67
Carbaril	104%	3,06	101%	3,95
Carbofurano	128%	0,64	124%	5,01
Fipronil	113%	1,01	103%	4,19
Metiocarb	106%	1,67	99%	3,85
Pirimifos-metilo	113%	1,54	106%	4,79
Propoxur	115%	1,35	114%	4,79
Piridaben	110%	0,92	99%	4,54

Triazofos	112%	1,54	105%	4,75

Tabla 31

%CV en fungicidas, evaluados en días distintos de análisis y un mismo analista.

Compuestos	Día 1		Día 2	
	Recuperación prom (%)	C.V	Recuperación prom (%)	C.V
Azaconazol	118%	1,97	120%	4,41
Azoxistrobina	114%	1,14	102%	4,18
Benalaxil	113%	1,79	113%	4,90
Bitertanol	112%	1,66	105%	4,57
Bromuconazol	117%	2,60	117%	3,78
Bromuconazol 2	118%	1,86	117%	5,60
Bupirimato	112%	1,47	112%	5,11
Carboxina	105%	1,35	95%	3,93
Ciazofamida	130%	2,34	115%	4,33
Cimoxanilo (Curzate)	99%	2,47	117%	3,66
Ciproconazol	112%	1,21	115%	4,98
Ciprodinil	111%	0,41	119%	4,15
Dietofencarb	117%	1,82	115%	4,44
Dimetomorfo	110%	0,96	99%	4,43
Dimetomorfo 2	113%	1,21	102%	4,20
Dimoxistrobina	114%	1,40	115%	4,78
Epoxiconazol (BAS 480F)	115%	1,71	113%	4,41
Fenamidona	111%	1,85	100%	4,28
Fenarimol	112%	2,95	112%	4,94
Fenbuconazol	118%	1,39	117%	4,18
Fludioxonil	111%	1,01	109%	4,70
Fluopicolida	115%	0,85	118%	4,33
Fluoxastrobina	113%	2,27	120%	4,34
Fluquinconazol	121%	4,60	122%	4,64
Flusilazol	118%	1,97	118%	4,88
Flutriafol	112%	0,87	120%	4,26
Fuberidazol	88%	6,03	80%	4,62
Furalaxil	117%	1,08	108%	4,77
Hexaconazol	114%	1,61	114%	4,56
Imazalil (Enilconazol)	88%	2,60	93%	3,21
Isoprotiolano	112%	0,99	114%	3,14
Mandipropamida	111%	0,97	102%	5,09
Mecarbam	117%	1,11	107%	4,43
Mepanipirim	111%	2,35	104%	4,62

Metconazol	114%	0,82	115%	4,65
Metrafenona	114%	1,37	104%	4,71
Miclobutanil	115%	1,29	118%	5,06
Oxadixil	108%	1,85	91%	14,10
Penconazol	111%	1,75	104%	4,56
Pencycurón	107%	1,09	108%	4,38
Picoxistrobina	113%	1,75	101%	5,26
Procloraz	113%	0,85	117%	3,65
Proquinazid	117%	1,41	120%	4,72
Piracarbolida	113%	1,13	105%	4,65
Piraclostrobina	116%	1,29	105%	4,46
Pirimetanil	113%	2,12	111%	6,48
Quinoxifeno	109%	0,43	102%	4,74
Siltiofam	118%	1,67	107%	4,42
Tebuconazol	113%	1,16	114%	4,84
Tetraconazol	117%	2,62	118%	4,77
Triadimenol	114%	1,69	115%	5,44
Trifloxistrobina	114%	1,14	103%	4,20
Triflumizol	111%	1,47	104%	4,53

Tabla 32

%CV en herbicidas, evaluados en días distintos de análisis y un mismo analista.

Compuestos	**Día 1**		**Día 2**	
	Recuperación prom (%)	C.V	Recuperación prom (%)	C.V
Amidosulfuron	96%	1,87	94%	3,61
Bispiribac	104%	1,48	97%	3,71
Carbendazim (Azol)	93%	1,62	97%	5,33
Carfentrazona-etilo	119%	2,14	108%	5,69
Cloroxurón	113%	1,36	105%	4,48
Clorsulfurón	102%	2,69	92%	4,04
Clortolurón (Clorotolurón)	115%	1,04	108%	3,94
Cletodim	108%	2,25	100%	4,80
Cletodim 2	117%	3,98	117%	7,44
Clomazona	112%	1,89	120%	3,60
Ciclurón	111%	0,75	104%	3,54
Etidimurón (Sulfadiazole)	118%	0,92	124%	4,19
Etofumesato	120%	1,61	109%	5,48
Fluazinam (Shirlan (VAN)	110%	1,85	116%	4,34
Flufenacet (Flutiamida)	119%	2,25	124%	4,44

Flumetsulam	109%	0,64	117%	3,17
Fluometurón	118%	1,37	125%	3,93
Halosulfurón-metilo	103%	1,24	115%	4,29
Isoxaben	113%	0,89	102%	4,12
Lenacil	114%	1,79	63%	2,79
Linurón	112%	0,84	105%	4,45
Mesosulfurón-metilo	103%	0,90	105%	2,88
Metazacloro	112%	1,13	104%	4,81
Metabenztiazurón	112%	1,78	100%	4,08
Metoprotina	112%	0,47	104%	5,28
Metobromurón	114%	1,40	122%	4,61
Metolacloro	118%	1,16	110%	5,60
Metribuzina	115%	1,05	105%	5,49
Metsulfurón-metilo	106%	1,35	106%	1,35
Oxasulfurón	94%	1,59	96%	3,28
Prometón	115%	1,38	105%	4,87
Propizamida (Pronamida)	123%	1,39	117%	4,60
Prosulfocarb	122%	2,61	112%	5,12
Sulfentrazona	111%	1,89	110%	3,76
Tebutiuron	111%	1,50	104%	4,19
Tepraloxydim	112%	2,94	103%	5,08
Tifensulfurón-metilo	107%	1,63	95%	2,71
Trietazina	116%	0,84	114%	5,58

Tabla 33

%CV en insecticidas, evaluados en días distintos de análisis y un mismo analista.

Compuestos	**Día 1**		**Día 2**	
	Recuperación prom (%)	C.V	Recuperación prom (%)	C.V
Acefato	92%	1,76	97%	2,87
Alanycarb	79%	7,39	98%	5,47
Azametifos	117%	2,02	113%	3,62
Buprofezina	109%	1,41	114%	4,96
Clorantraniliprol	115%	1,75	123%	4,25
Clorfenvinfos	125%	0,93	126%	4,49
Clorfenvinfos 3	127%	2,06	125%	4,87
Diazinón (Dimpilato)	115%	1,45	114%	4,34
Dioxacarb	113%	1,04	105%	4,22
Etoprofos	114%	2,59	115%	3,36
Fenamifos	116%	1,81	119%	4,49

Fenobucarb (Baycarb)	110%	1,92	98%	3,58
Fenoxicarb	129%	2,25	129%	4,67
Forclorfenurón	109%	1,50	101%	3,20
Furatiocarb	112%	1,14	111%	4,29
Imidacloprid	110%	0,66	100%	4,27
Indoxacarb	124%	2,06	117%	5,00
Isocarbofos	114%	2,33	103%	4,53
Malaoxón	114%	1,31	106%	4,53
Malatión	113%	1,90	105%	3,52
Metidatión	113%	1,30	105%	4,02
Metomilo	116%	1,14	95%	5,13
Metoxifenozida	114%	2,11	104%	2,69
Mevinfos (Phosdrin)	111%	1,55	103%	3,58
Fosfamidón	113%	0,55	105%	4,09
Pirimicarb	102%	3,78	89%	6,87
Promecarb	114%	1,90	106%	3,72
Piriproxifen	113%	1,60	101%	4,15
Quinalfos	122%	2,25	113%	4,25
Rotenona	116%	1,66	111%	5,05
Espinosina A	71%	3,28	69%	6,39
Espinosina D	72%	3,27	69%	5,86
Tebufenoxida	114%	3,81	102%	8,44
Tiacloprid	115%	1,42	89%	4,53
Tiametoxam	106%	2,77	94%	4,34
Tiodicarb	110%	1,33	98%	3,69
Tralkoxydim	110%	0,96	113%	5,43
Trimetacarb	112%	1,55	110%	3,53
Uniconazol-P	118%	1,11	119%	5,11

Tabla 34

%CV en alguicidas y nematicidas, evaluados en días distintos de análisis y un mismo analista.

Compuestos	**Día 1**		**Día 2**	
	Recuperación prom (%)	C.V	Recuperación prom (%)	C.V
Fostiazato	111%	1,18	112%	3,17
Oxamil	107%	1,77	101%	3,74
Quinoclamina	110%	3,32	115%	2,40

V. CONCLUSIONES

En general el método multiresiduo desarrollado y validado mediante UHPLC-MS/MS demostró ser una herramienta analítica robusta y confiable para la determinación de residuos de pesticidas en suelos agrícolas.

1. En cuanto a la sensibilidad, los límites de detección oscilaron entre 0,0001 y 2,78 ng/g, mientras que los límites de cuantificación se situaron entre 0,0002 y 9,167 ng/g para el conjunto de compuestos evaluados. Estos valores fueron determinados a partir de soluciones estándar preparadas en disolvente, por lo que corresponden a límites instrumentales, los cuales reflejan la sensibilidad del sistema analítico bajo dichas condiciones y constituyen una referencia para su futura aplicación en matrices reales como el suelo.
2. Respecto a la precisión, las réplicas evaluadas bajo condiciones de repetibilidad intradía presentaron coeficientes de variación (CV) entre 0,41 y 7,39 % para la concentración de 100 ng/g, y entre 1,68 y 15,40 % para 5 ng/g. En cuanto a la recuperación, el método mostró porcentajes de recuperación dentro del intervalo de 70-120 % para 135 de los 145 pesticidas (93,1 %) a 100 ng/g, y para 124 compuestos (85,5 %) a 5 ng/g. Estos resultados cumplen con el criterio de aceptación de CV $\leq$ 20 %, lo que evidencia una precisión aceptable y una consistencia en las mediciones realizadas bajo las mismas condiciones operativas.
3. En cuanto a la selectividad, el método demostró una adecuada capacidad para diferenciar y cuantificar específicamente los pesticidas evaluados, sin interferencias significativas provenientes de la matriz del suelo. Este comportamiento confirma su idoneidad para el análisis en matrices agrícolas complejas, donde la coextracción de compuestos orgánicos puede comprometer la identificación y cuantificación analítica.
4. La mayoría de los analitos presentó coeficientes de determinación (R^2) superiores a 0,99. En disolvente, los valores oscilaron entre 0,9812 y 0,9999, mientras que en matriz se situaron entre 0,9985 y 0,9999. Estos resultados cumplen con los criterios de aceptación establecidos y confirman una adecuada linealidad del método, garantizando una

respuesta instrumental proporcional a la concentración en el rango evaluado.

5. Finalmente, el método presentó coeficientes de variación inferiores al límite establecido (CV ≤ 20 %) en los análisis realizados en días distintos, evidenciando una adecuada reproducibilidad y consistencia frente a variaciones operativas.

VI. RECOMENDACIONES

1. Se recomienda aplicar el método validado en muestras reales de suelo agrícola, con el fin de evaluar la presencia y concentración de residuos de pesticidas en condiciones ambientales reales, ampliando así la utilidad del método desarrollado.
2. Se sugiere evaluar el efecto matriz en diferentes tipos de suelo con variabilidad en contenido de materia orgánica, textura y composición, a fin de verificar la robustez del método en distintas condiciones ambientales.
3. Se recomienda profundizar en la optimización de la sensibilidad del método en condiciones de análisis multiresiduo, considerando que la determinación simultánea de un elevado número de pesticidas puede generar compromisos en la respuesta instrumental y en los límites de detección y cuantificación de determinados analitos. En este sentido, se sugiere evaluar estrategias como la optimización de transiciones MRM, condiciones de ionización y calibración en matriz, con el fin de mejorar la respuesta analítica y garantizar la confiabilidad del método a niveles traza.
4. En el mismo sentido buscar optimizar parámetros adicionales del método, como la eficiencia de extracción y limpieza de la muestra, con el propósito de mejorar la recuperación y reducir posibles interferencias.
5. Se recomienda realizar estudios de validación interlaboratorio para mejorar la reproducibilidad del método en diferentes condiciones analíticas, fortaleciendo su aplicabilidad y confiabilidad.

VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Acosta-Dacal, A., Rial-Berriel, C., Díaz-Díaz, R., Bernal-Suárez, M. del M., & Luzardo, O. P. (2021). Optimization and validation of a QuEChERS-based method for the simultaneous environmental monitoring of 218 pesticide residues in clay loam soil. *Science of the Total Environment*, *753,* 142015. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.142015

Ahmad, M. F., Ahmad, F. A., Alsayegh, A. A., Zeyaullah, M., AlShahrani, A. M., Muzammil, K., Saati, A. A., Wahab, S., Elbendary, E. Y., Kambal, N., Abdelrahman, M. H., & Hussain, S. (2024). Pesticides impacts on human health and the environment with their mechanisms of action and possible countermeasures. *Heliyon 10*(7). https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e29128

Ahmadi, S., Khazaei, S., & mehri, F. (2024). The concentration of pesticide residues in vegetables: A systematic review and meta-analyses. *Journal of Agriculture and Food Research,* 15, 101027. https://doi.org/10.1016/J.JAFR.2024.101027

Akbar, W. A., Rahim, H. U., & Rutigliano, F. A. (2024). Microbial- and seaweed-based biopolymers: Sources, extractions and implications for soil quality improvement and environmental sustainability - A review. *Journal of Environmental Management*, 359, 20964. https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2024.120964

Alder, L., Greulich, K., Kempe, G., & Vieth, B. (2006). Residue analysis of 500 high priority pesticides: Better by GC-MS or LC-MS/MS?. *Mass Spectrometry Reviews*, *25*(6), 838-865. https://doi.org/10.1002/mas.20091

An, G., Bach, T., Abdallah, I., & Nalbant, D. (2020). Aspects of matrix and analyte effects in clinical pharmacokinetic sample analyses using LC-ESI/MS/MS – Two case examples. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, *183*. https://doi.org/10.1016/j.jpba.2020.113135

Anđelković, D., & Branković, M. (2022). Triple quadrupole vs ion trap sensitivity in a multiresidue pesticides analysis in selected fruit and vegetables. *Advanced Technologies*, *11*(1), 45-52. https://doi.org/10.5937/savteh2201045A

Aslani, S., & Armstrong, D. W. (2022). High information spectroscopic detection techniques for gas chromatography. *Journal of Chromatography, 1676*, 463255. https://doi.org/10.1016/j.chroma.2022.463255

Bakanov, N., Honert, C., Eichler, L., Lehmann, G. U. C., Schulz, R., & Brühl, C. A. (2023). A new sample preparation approach for the analysis of 98 current-use pesticides in soil

and herbaceous vegetation using HPLC-MS/MS in combination with an acetonitrile-based extraction. *Chemosphere*, *331*. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2023.138840

Barbieri, M. V., Postigo, C., Monllor-Alcaraz, L. S., Barceló, D., & López de Alda, M. (2019). A reliable LC-MS/MS-based method for trace level determination of 50 medium to highly polar pesticide residues in sediments and ecological risk assessment. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, *411*(30), 7981-7996. https://doi.org/10.1007/s00216-019-02188-0

Bowman, B. A., Ejzak, E. A., Reese, C. M., Blount, B. C., & Bhandari, D. (2023). Mitigating Matrix Effects in LC–ESI–MS-MS Analysis of a Urinary Biomarker of Xylenes Exposure. *Journal of Analytical Toxicology*, *47*(2), 129-135. https://doi.org/10.1093/jat/bkac046

Brinco, J., Carvalho, R., da Silva, M. G., Guedes, P., B. Ribeiro, A., & P. Mateus, E. (2024). Extraction of pesticides from soil using direct-immersion SPME LC-Tips followed by GC–MS/MS: Evaluation and proof-of-concept. *Journal of Chromatography A*, *1735*. https://doi.org/10.1016/j.chroma.2024.465295

Brinco, J., Guedes, P., Gomes da Silva, M., Mateus, E. P., & Ribeiro, A. B. (2023). Analysis of pesticide residues in soil: A review and comparison of methodologies. *Microchemical Journal*, 195, 109465. https://doi.org/10.1016/j.microc.2023.109465

Castillo, B., & González, R. (1996). Protocolo de validación de métodos analíticos para la cuantificación de fármacos. *Revista Cubana de Farmacia, 30*(1). http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0034-75151996000100009&lng=es&nrm=iso&tlng=es

Castillo, L., Rebagliatti, C., Esenarro, D., Mendez, R., & Cobeñas, P. (2024). Agroindustrial Complex to Promote the Economic and Social Development of Agricultural Producers of the Callejon de Huaylas, Ancash, Peru 2023. *Sustainability (Switzerland), 16*(13). https://doi.org/10.3390/su16135744

Cech, N. B., & Enke, C. G. (2001). Practical implications of some recent studies in electrospray ionization fundamentals. *Mass Spectrometry Reviews*, *20*(6), 362-387. https://doi.org/10.1002/mas.10008

Chen, S., Bo, X., & Xu, Z. (2024). Mapping pesticide residues in soil for China: Characteristics and risks. *Journal of Hazardous Materials*, *479*. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2024.135696

Chojnacka, K., & Mikulewicz, M. (2014). Bioaccumulation. *Encyclopedia of Toxicology: Third Edition*, 456-460. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-386454-3.01039-3

Colazzo, M., Alonso, B., Ernst, F., Cesio, M. V., Perez-Parada, A., Heinzen, H., & Pareja, L. (2019). Determination of multiclass, semi-polar pesticide residues in fatty fish muscle tissue by gas and liquid chromatography mass spectrometry. *MethodsX*, *6*, 929-937. https://doi.org/10.1016/j.mex.2019.04.014

European Commission. (2021). Analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed. SANTE/11312/2021, 1-51. https://www.eurl-pesticides.eu/docs/public/tmplt_article.asp?CntID=727

Cotrufo, M. F., & Lavallee, J. M. (2022). Soil organic matter formation, persistence, and functioning: A synthesis of current understanding to inform its conservation and regeneration. *Advances in Agronomy*, *172,* 1-66. https://doi.org/10.1016/bs.agron.2021.11.002

da Silva Júnior, A. H., Mulinari, J., de Oliveira, P. V., de Oliveira, C. R. S., & Reichert Júnior, F. W. (2022). Impacts of metallic nanoparticles application on the agricultural soils microbiota. *Journal of Hazardous Materials Advances*, *7*. https://doi.org/10.1016/j.hazadv.2022.100103

Delgado, G. (2009). Validación y verificación de métodos de ensayos. Un dilema en los laboratorios de ensayos y en las auditorías de la acreditación. *Universitas (León), 3*(2), 14–21. https://doi.org/10.5377/universitas.v3i2.1661

Dagadu S., & Mahendra D. (2022). Analytical method validation: A brief review. *World Journal of Advanced Research and Reviews*, *16*(2), 389-402. https://doi.org/10.30574/wjarr.2022.16.2.1165

Dhiman, S., Kour, J., Singh, A. D., Devi, K., Tikoria, R., Ali, Mohd., Kumar, D., Ohri, P., & Bhardwaj, R. (2024). Impact of pesticide application on the food chain and food web. *Pesticides in the Environment*, 87-118. https://doi.org/10.1016/b978-0-323-99427-9.00005-7

Dong, M. W., & Zhang, K. (2014). Ultra-high-pressure liquid chromatography (UHPLC) in method development. *TrAC - Trends in Analytical Chemistry*, *63*, 21-30. https://doi.org/10.1016/j.trac.2014.06.019

Dong, Y., Yan, K., Ma, Y., Wang, S., He, G., Deng, J., & Yang, Z. (2015). A sensitive dilute-and-shoot approach for the simultaneous screening of 71 stimulants and 7 metabolites in human urine by LC-MS-MS with dynamic MRM. *Journal of Chromatographic Science*, *53*(9), 1528-1535. https://doi.org/10.1093/chromsci/bmv048

Elhamalawy, O., Bakr, A., & Eissa, F. (2024). Impact of pesticides on non-target invertebrates in agricultural ecosystems. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 202, 105974. https://doi.org/10.1016/j.pestbp.2024.105974

Ewere, E. E., White, S., Mauleon, R., & Benkendorff, K. (2024). Soil microbial communities and degradation of pesticides in greenhouse effluent through a woodchip bioreactor. *Environmental Pollution*, *359*. https://doi.org/10.1016/j.envpol.2024.124561

Eyring, P., Tienstra, M., Mol, H., Herrmann, S. S., Rasmussen, P. H., Frandsen, H. L., & Poulsen, M. E. (2021). Development of a new generic extraction method for the analysis of pesticides, mycotoxins, and polycyclic aromatic hydrocarbons in representative animal feed and food samples. *Food Chemistry*, *356*. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.129653

Filigenzi, M. (2018). Analytical Toxicology and Sample Submission Requirements. *Veterinary Toxicology*, 1119-1137. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811410-0.00081-7

Furey, A., Moriarty, M., Bane, V., Kinsella, B., & Lehane, M. (2013). Ion suppression; A critical review on causes, evaluation, prevention and applications. *Talanta*, *115*, 104-122. https://doi.org/10.1016/j.talanta.2013.03.048

Gonçalves, R. F. S., Madalena, D. A., Fernandes, J. M., Marques, M., Vicente, A. A., & Pinheiro, A. C. (2022). Application of nanostructured delivery systems in food: From incorporation to detection and characterization. *Trends in Food Science and Technology*, *129*, 111-125. https://doi.org/10.1016/j.tifs.2022.09.016

Gosetti, F., Mazzucco, E., Zampieri, D., & Gennaro, M. C. (2010). Signal suppression/enhancement in high-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*, *1217*(25), 3929-3937. https://doi.org/10.1016/j.chroma.2009.11.060

Hagner, M., Rämö, S., Soinne, H., Nuutinen, V., Muilu-Mäkelä, R., Heikkinen, J., Hyvönen, J., Ohralahti, K., Silva, V., Osman, R., Geissen, V., Ritsema, C. J., & Keskinen, R. (2024). Pesticide residues in boreal arable soils: Countrywide study of occurrence and risks. *Environmental Pollution*, *357*. https://doi.org/10.1016/j.envpol.2024.124430

He, D., Zhang, Y., & Gao, W. (2021). Micro(nano)plastic contaminations from soils to plants: human food risks. *Current Opinion in Food Science*, 41, 116-121. https://doi.org/10.1016/j.cofs.2021.04.001

He, M., Wan, Z., Tsang, D. C. W., Sun, Y., Khan, E., Hou, D., & Graham, N. J. D. (2021). Performance indicators for a holistic evaluation of catalyst-based degradation—A case study of selected pharmaceuticals and personal care products (PPCPs). *Journal of Hazardous Materials*, *402*, 123460. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.123460

Hernández, R., Fernández, C., Baptista, M. del P., Méndez, S., & Mendoza, P. (2014). *Metodología de la Investigación*. Mc Graw-Hill.

Hernández-Mesa, M., & Moreno-González, D. (2022). Current Role of Mass Spectrometry in the Determination of Pesticide Residues in Food. *Separations*, *9*(6). https://doi.org/10.3390/separations9060148

INMETRO. (2020). *Orientação sobre validação de métodos analíticos - DOQ-CGCRE-008*. http://www.inmetro.gov.br/credenciamento/organismos/doc_organismos.asp?torganismo=calibensaios

Kebarle, P., & Verkcerk, U. H. (2009). Electrospray: From Ions in solution to Ions in the gas phase, what we know now. *Mass Spectrometry Reviews*, *28*(6), 898-917. https://doi.org/10.1002/mas.20247

Keršňáková, Z., Lemak, I., Bajtoš, P., Vabcová, J., & Hrouzková, S. (2024). Occurrence and Consequences of Matrix Effects in Simultaneous Multi-class LC-MS/MS Determination of Pesticides, Pharmaceuticals and Perfluoroalkylsubstances in Different Types of Groundwater. *Water, Air, and Soil Pollution*, *235*(6). https://doi.org/10.1007/s11270-024-07221-2

Kim, D. J., Oh, E. B., Moon, J. H., Choi, J. W., Kim, T. H., Lee, S. H., Park, J. Y., Kwon, C. H., & Kyung, K. S. (2025). Monitoring and Risk Assessment of Pesticide Residues in Seafood Using LC-MS/MS. *Foods*, *14*(18). https://doi.org/10.3390/foods14183198

Kim, S. H., Lee, Y. H., Jeong, M. J., Gwon, D. Y., Lee, J. H., Shin, Y., & Choi, H. (2023). LC-MS/MS Method Minimizing Matrix Effect for the Analysis of Bifenthrin and Butachlor in Chinese Chives and Its Application for Residual Study. *Foods*, *12*(8). https://doi.org/10.3390/foods12081683

Kiontke, A., Oliveira-Birkmeier, A., Opitz, A., & Birkemeyer, C. (2016). Electrospray ionization efficiency is dependent on different molecular descriptors with respect to solvent pH and instrumental configuration. *PLoS ONE*, *11*(12). https://doi.org/10.1371/journal.pone.0167502

Kmellár, B., Fodor, P., Pareja, L., Ferrer, C., Martínez-Uroz, M. A., Valverde, A., & Fernandez-Alba, A. R. (2008). Validation and uncertainty study of a comprehensive

list of 160 pesticide residues in multi-class vegetables by liquid chromatography-tandem mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*, *1215*(1-2), 37-50. https://doi.org/10.1016/j.chroma.2008.10.121

Kumar, A. (2024). Navigating Mass Spectrometry: A Comprehensive Guide to Basic Concepts and Techniques. *International Journal of Scientific Development and Research (IJSDR)*, *9*(6). https://ssrn.com/abstract=4879107

Leyva-Morales, J. B., Cabrera, R., Bastidas-Bastidas, P. de J., Valenzuela-Quintanar, A. I., Pérez-Camarillo, J. P., González-Mendoza, V. M., Perea-Domínguez, X. P., Márquez-Pacheco, H., Amillano-Cisneros, J. M., Badilla-Medina, C. N., Ontíveros-García, L. A., & Cruz-Acevedo, E. (2023). Validation and application of liquid chromatography coupled with tandem mass spectrometry method for the Analysis of glyphosate, aminomethylphosphonic acid (AMPA), and glufosinate in soil. *Agriculture (Switzerland)*, *13*(6). https://doi.org/10.3390/agriculture13061131

Li, C., Chu, S., Tan, S., Yin, X., Jiang, Y., Dai, X., Gong, X., Fang, X., & Tian, D. (2021). Towards Higher Sensitivity of Mass Spectrometry: A Perspective from the mass analyzers. *Frontiers in Chemistry*, 9, 813359. https://doi.org/10.3389/FCHEM.2021.813359/FULL

Li, Z. (2024). Assessing potential soil pollution from plant waste disposal: A modeling analysis of pesticide contamination. *Science of the Total Environment*, *907*. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.167859

Liao, W. R., Wu, K. L., Chiang, K. H., Teng, C. E., & Chen, S. F. (2022). Analysis of highly polar pesticides in foods by LC-MS/MS. *Journal of Food and Drug Analysis*, *30*(4), 538-548. https://doi.org/10.38212/2224-6614.3420

Liu, S. (2023). Towards a sustainable agriculture: Achievements and challenges of sustainable development goal indicator 2.4.1. *Global Food Security*, 37, 100694. https://doi.org/10.1016/j.gfs.2023.100694

Łozowicka, B., Rutkowska, E., & Jankowska, M. (2017). Influence of QuEChERS modifications on recovery and matrix effect during the multi-residue pesticide analysis in soil by GC/MS/MS and GC/ECD/NPD. *Environmental Science and Pollution Research*, *24*(8), 7124-7138. https://doi.org/10.1007/s11356-016-8334-1

Lu, T., Lei, C., Gao, M., Lv, L., Zhang, C., Qian, H., & Tang, T. (2024). A risk entropy approach for linking pesticides and soil bacterial communities. *Journal of Hazardous Materials*, *469*. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2024.133970

Magnusson, B., & Örnemark, U. (Eds.). (2014). The fitness for purpose of analytical methods: A laboratory guide to method validation and related topics (2.ª ed.). Eurachem. https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MV_guide_2nd_ed_EN.pdf

Marrugo-Negrete, J., Pinedo-Hernández, J., & Díez, S. (2017). Assessment of heavy metal pollution, spatial distribution and origin in agricultural soils along the Sinú River Basin, Colombia. *Environmental Research, 154,* 380–388. https://doi.org/10.1016/j.envres.2017.01.021

Matos, F., Castanheira, F., Barroso, M., Antunes, M., Franco, J., & Fonseca, S. (2024). Development and validation of a multi-substance method for routine analysis of pesticides in post-mortem samples by Ultra-High Performance Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, *245*. https://doi.org/10.1016/j.jpba.2024.116176

McDowell, R. W., & Haygarth, P. M. (2024). Reducing phosphorus losses from agricultural land to surface water. *Current Opinion in Biotechnology*, 89, 103181. https://doi.org/10.1016/j.copbio.2024.103181

Meng, L., Yao, W., Wen, L., Fu, X., Qi, Y., & Volmer, D. A. (2024). Optimized liquid chromatography–tandem mass spectrometry protocol for enhanced detection of 45 pesticides in water and soil samples. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, *38*(21). https://doi.org/10.1002/rcm.9904

Mitra, S., Saran, R. K., Srivastava, S., & Rensing, C. (2024). Pesticides in the environment: Degradation routes, pesticide transformation products and ecotoxicological considerations. *Science of the Total Environment*, 935, 173026. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2024.173026

Munnaf, M. A., Haesaert, G., Van Meirvenne, M., & Mouazen, A. M. (2020). Site-specific seeding using multi-sensor and data fusion techniques: A review. *Advances in Agronomy*, 161, 241-323. https://doi.org/10.1016/bs.agron.2019.08.001

Orou-Seko, A., Chirawurah, D., Ndago, J. A., Nkansah-Baido, M., Pwatirah, D., Kolekang, A. S., & Adokiya, M. N. (2024). Farmers' pesticide uses and knowledge of aquatic ecosystem contamination with its perceived health risk from contaminated fish consumption in northern Ghana. *Scientific African*, 26, e02351. https://doi.org/10.1016/j.sciaf.2024.e02351

Porseryd, T., Hellström, K. V., & Dinnétz, P. (2024). Pesticide residues in ornamental plants marketed as bee friendly: Levels in flowers, leaves, roots and soil. *Environmental Pollution*, *345*. https://doi.org/10.1016/j.envpol.2024.123466

Pourhossein, M., Khadem, M., Omidi, F., Heravizadeh, R., & Jamaleddin Shahtaheri, S. (2023). Development of a green single drop microextraction based on deep eutectic solvent and HPLC-UV for trace residue analysis of three frequent-used pesticides. *Iran J Public Health*, *52*(11). https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/

Puri, M., Gandhi, K., & Kumar, M. S. (2023). Emerging environmental contaminants: A global perspective on policies and regulations. *Journal of Environmental Management*, 332, 117344. https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2023.117344

Ramirez Haberkon, N. B., Aparicio, V. C., De Gerónimo, E., & Mendez, M. J. (2024). Multiresidues of pesticides in the particulate matter (PM10) emitted by rural soils of the semiarid pampas, Argentina. A potential source of air pollution. *Environmental Pollution*, *360*. https://doi.org/10.1016/j.envpol.2024.124617

Ribani, M., Beatriz, C., Bottoli, G., Collins, C. H., Sales, I. C., & Jardim, F. (2004). Validação em métodos cromatográficos e eletroforéticos. *Química Nova*, *27*(5), 771-780. https://doi.org/10.1590/S0100-40422004000500017

Robards, K., & Ryan, D. (2022). High performance liquid chromatography: Instrumentation and techniques. *Principles and Practice of Modern Chromatographic Methods*, 247-282. https://doi.org/10.1016/b978-0-12-822096-2.00009-8

Rodrigues, A. M., Ferreira, V., Cardoso, V. V., Ferreira, E., & Benoliel, M. J. (2007). Determination of several pesticides in water by solid-phase extraction, liquid chromatography and electrospray tandem mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*, *1150*(1-2), 267-278. https://doi.org/10.1016/j.chroma.2006.09.083

Rodríguez, R., & García-Cortés, A. (2006). *Los residuos minero-metalúrgicos en el medio ambiente editores, Roberto Rodríguez, Angel García-Cortés*. Instituto Geológico y Minero de España.

Romero, E., Castillo, J. M., & Nogales, R. (2024). Field-scale assessment of vermicompost amendments for diuron-contaminated soil: Implications for soil quality and pesticide fate. *Applied Soil Ecology*, *201*. https://doi.org/10.1016/j.apsoil.2024.105516

Rupprecht, F., Enge, S., Schmidt, K., Gao, W., & Miller, R. (2022). Automating LC–MS/MS mass chromatogram quantification: Wavelet transform based peak detection and automated estimation of peak boundaries and signal-to-noise ratio using signal

processing methods. *Biomedical Signal Processing and Control*, *71*, 103211. https://doi.org/10.1016/J.BSPC.2021.103211

Ruzo, L. O. (2010). Modern approaches to analysis of pesticide residues in foods and the environment. *Hayes' Handbook of Pesticide Toxicology, Third Edition,* 1, 1117-1126. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-374367-1.00051-3

Saad, H., Elfeky, S. A., El-Gamel, N. E. A., & Abo Dena, A. S. (2025). Organophosphate pesticides: a review on classification, synthesis, toxicity, remediation and analysis. *RSC Advances*, *15*(48), 40802-40822. https://doi.org/10.1039/d5ra05552k

Saavedra-Charca, W., Vásquez-Villalobos, V., & Rojas-Padilla, C. (2015). Analytical techniques used in food metabolomics. *Agroindustrial science*, 191-210. https://doi.org/10.17268/agroind.science.2015.02.11

Sabatino, L., Scordino, M., Caruso, R., Chiappara, E., Traulo, P., Belligno, A., & Gagliano, G. (2012). LC/MS/MS detection of short-chain aliphatic amines in glazing agents for fruit coating. *European Food Research and Technology*, *235*(1), 177-184. https://doi.org/10.1007/S00217-012-1749-0/FIGURES/2

Sabzevari, S., & Hofman, J. (2022). A worldwide review of currently used pesticides' monitoring in agricultural soils. *Science of the Total Environment*, 812, 152344. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.152344

SENASA. (2023). Informe de resultados del monitoreo de residuos químicos y otros contaminantes en alimentos agropecuarios primarios y piensos, 2023. 511. https://cdn.www.gob.pe/uploads/document/file/6318148/5553168-informe-2023-monitoreo-contaminantes.pdf?v=1715187053

Serasinghe, P., Taleski, D., Nguyen, H. T. K., Nugegoda, D., & Pettigrove, V. (2024). Development and validation of a novel method using QuEChERS and UHPLC-MS-MS for the determination of multiple emerging fungicides in surface waters. *Separations*, *11*(10). https://doi.org/10.3390/separations11100279

Shin, Y., Lee, J., Lee, J., Lee, J., Kim, E., Liu, K. H., Lee, H. S., & Kim, J. H. (2018). Validation of a multiresidue analysis method for 379 pesticides in human serum using Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *66*(13), 3550-3560. https://doi.org/10.1021/acs.jafc.8b00094

Souza, M. C. O., Cruz, J. C., Cesila, C. A., Gonzalez, N., Rocha, B. A., Adeyemi, J. A., Nadal, M., Domingo, J. L., & Barbosa, F. (2023). Recent trends in pesticides in crops: A critical review of the duality of risks-benefits and the Brazilian legislation issue. *Environmental Research*, 228, 115811. https://doi.org/10.1016/j.envres.2023.115811

Swathy, K., Vivekanandhan, P., Yuvaraj, A., Sarayut, P., Kim, J. S., & Krutmuang, P. (2024). Biodegradation of pesticide in agricultural soil employing entomopathogenic fungi: Current state of the art and future perspectives. *Heliyon*, *10*(1). https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e23406

Trufelli, H., Palma, P., Famiglini, G., & Cappiello, A. (2011). An overview of matrix effects in liquid chromatography-mass spectrometry. *Mass Spectrometry Reviews*, *30*(3), 491-509. https://doi.org/10.1002/mas.20298

Tsiantas, P., Bempelou, E., Doula, M., & Karasali, H. (2023). Validation and simultaneous monitoring of 311 pesticide residues in loamy sand agricultural soils by LC-MS/MS and GC-MS/MS, Combined with QuEChERS-Based Extraction. *Molecules*, *28*(11). https://doi.org/10.3390/molecules28114268

Tudi, M., Ruan, H. D., Wang, L., Lyu, J., Sadler, R., Connell, D., Chu, C., & Phung, D. T. (2021). Agriculture development, pesticide application and its impact on the environment. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, *18*(3), 1-24. https://doi.org/10.3390/ijerph18031112

Uclés, S., Lozano, A., Sosa, A., Parrilla Vázquez, P., Valverde, A., & Fernández-Alba, A. R. (2017). Matrix interference evaluation employing GC and LC coupled to triple quadrupole tandem mass spectrometry. *Talanta*, *174*, 72-81. https://doi.org/10.1016/j.talanta.2017.05.068

Valdez, C. A., & Leif, R. N. (2021). Analysis of organophosphorus-based nerve agent degradation products by gas chromatography-mass spectrometry (Gc-ms): Current derivatization reactions in the analytical chemist's toolbox. *Molecules*, *26*(15). https://doi.org/10.3390/molecules26154631

Wang, H., Ren, W., Xu, Y., Wang, X., Ma, J., Sun, Y., Hu, W., Chen, S., Dai, S., Song, J., Jia, J., & Teng, Y. (2024). Long-term herbicide residues affect soil multifunctionality and the soil microbial community. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 283, 116783. https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2024.116783

Wang, J., Feng, J., Lian, Y., Sun, X., Wang, M., & Sun, M. (2023). Advances of the functionalized covalent organic frameworks for sample preparation in food field. *Food Chemistry*, 405, 134818. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.134818

Wenio, I., Derewiaka, D., Majewska, E., Bartosiewicz, I., & Ryszkowska, E. (2024). Development of a rapid method for simultaneous determination of pesticides in plant oil using GC-MS/MS. *Applied Sciences (Switzerland)*, *14*(11). https://doi.org/10.3390/app14114923

Wong, J. W., Wang, J., Zhang, K., Hayward, D. G., Yang, P., & Wittenberg, J. B. (2018). Pesticides: An update on mass spectrometry approaches. *Encyclopedia of Food Chemistry*, 433-448. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100596-5.21813-1

Wu, X., & Ding, Z. (2023). Evaluation of matrix effects for pesticide residue analysis by QuEChERs coupled with UHPLC-MS/MS in complex herbal matrix. *Food Chemistry*, *405*. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.134755

Zeng, Y., Lan, T., Li, X., Chen, Y., Yang, Q., Qu, B., Zhang, Y., & Pan, C. (2024). A comparison of the determination of multiple pesticide residues in fruits, vegetables, and edible fungi using gas chromatography combined with filtration purification and solid-phase extraction. *RSC Advances*, *14*(24), 16898-16911. https://doi.org/10.1039/d3ra07584b

Zhang, S., He, Z., Zeng, M., & Chen, J. (2023). Impact of Matrix Species and mass spectrometry on matrix effects in multi-residue pesticide analysis based on QuEChERS-LC-MS. *Foods*, *12*(6). https://doi.org/10.3390/foods12061226

Zhou, W., Li, M., & Achal, V. (2025). A comprehensive review on environmental and human health impacts of chemical pesticide usage. *Emerging Contaminants*, *11*(1). https://doi.org/10.1016/j.emcon.2024.100410

Zorzella Fontana, M. E., Caiel da Silva, R., Duarte dos Santos, I., Neu, J. P., Wouters, R. D., Babinski, P. J., Hoffmann, J. F., Rossi, R. C., Essi, L., & Pizzutti, I. R. (2024). Comprehensive assessment of clean-up strategies for optimizing an analytical multi-method to determine pesticides and mycotoxins in Brazilian medicinal herbs using QuEChERS-LC-TQ-MS/MS. *Analytical Methods*, *16*(29), 5082-5104. https://doi.org/10.1039/d4ay00599f

VIII. ANEXOS

Anexo 1. Panel fotográfico

Figura 23

Acondicionamiento del equipo




Figura 24

Tamizado de muestras de suelo




Figura 25

Pesado 5 gramos de suelo agrícola



Figura 26

Preparación de solución extractora en tubos para pruebas de recuperación



Figura 27

Homogenización de muestras en el vortex



Figura 28

Adición de sales QUECHERS

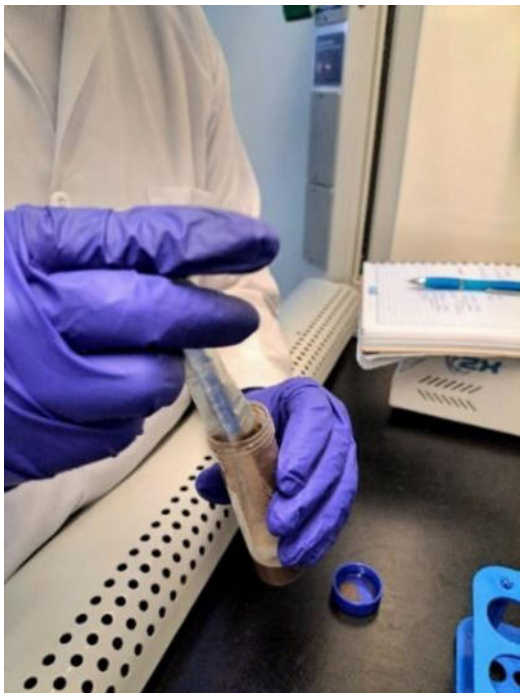


Figura 29

Sonicación de muestras de suelo



Figura 30

Colocación de muestras para el proceso de centrifugado



Anexo 2. Precisión del método

Tabla 35

Evaluación de la precisión intradía en 5 réplicas a un nivel de 5ng/g

Compuestos	Concentraciones	% Recuperación	Promedio (%)	SD	C.V
Acefato	0,0055;0,0052;0,0052;0,005;0,0051	110;104;104;100;102	104%	0,0002	3,6
Alanycarb	0,0067;0,0064;0,006;0,0065;0,0059	134;128;120;130;118	126%	0,0003	5,38
Aldicarb	0,0067;0,0068;0,0064;0,0068;0,0064	134;136;128;136;128	132%	0,0002	3,1
Amidosulfuron	0,0061;0,0059;0,006;0,006;0,0056	122;118;120;120;112	118%	0,0002	3,25
Azaconazol	0,004;0,004;0,004;0,0042;0,0037	80;80;80;84;74	80%	0,0002	4,49
Azametifos	0,0055;0,0054;0,0052;0,0052;0,0049	110;108;104;104;98	105%	0,0002	4,39
Azinfos-etilo (Guthion etilo)	0,0061;0,0053;0,0057;0,0058;0,0055	122;106;114;116;110	114%	0,0003	5,34
Azinfos-metilo (Guthion)	0,0053;0,0057;0,0053;0,0058;0,0051	106;114;106;116;102	109%	0,0003	5,45
Azoxistrobina	0,0061;0,006;0,006;0,006;0,0057	122;120;120;120;114	119%	0,0002	2,54
Benalaxil	0,0062;0,0059;0,0059;0,0061;0,0056	124;118;118;122;112	119%	0,0002	3,88
Benzoximato	0,0062;0,0064;0,0062;0,0063;0,006	124;128;124;126;120	124%	0,0001	2,38
Bispiribac	0,0057;0,0049;0,0061;0,0055;0,0053	108;102;116;104;106	107%	0,0003	5,04
Bitertanol	0,0064;0,0057;0,0061;0,0065;0,006	128;114;122;130;120	123%	0,0003	5,23
Bromuconazol	0,0057;0,0049;0,0061;0,0055;0,0053	114;98;122;110;106	110%	0,0004	8,13
Bromuconazol 2	0,0065;0,0054;0,0048;0,0049;0,0046	130;108;96;98;92	105%	0,0008	14,57
Bupirimato	0,0051;0,0047;0,0047;0,0051;0,0047	102;94;94;102;94	97%	0,0002	4,51
Buprofezina	0,005;0,0051;0,0049;0,005;0,0049	100;102;98;100;98	100%	0,0001	1,68
Carbaril	0,0048;0,0049;0,0051;0,0048;0,0045	96;98;102;96;90	96%	0,0002	4,5
Carbendazim (Azol)	0,0047;0,0046;0,0043;0,0044;0,0043	94;92;86;88;86	89%	0,0002	4,07
Carbofurano	0,0057;0,0053;0,0053;0,0055;0,005	114;106;106;110;100	107%	0,0003	4,87
Carboxina	0,0059;0,0058;0,0059;0,0056;0,0054	118;116;118;112;108	114%	0,0002	3,79

Carfentrazona-etilo	0,0037;0,0041;0,0043;0,0041;0,0039	74;82;86;82;78	80%	0,0002	5,67
Clorantraniliprol	0,0055;0,0046;0,0044;0,0053;0,0039	110;92;88;106;78	95%	0,0007	13,88
Clorfenvinfos	0,0054;0,0049;0,0048;0,005;0,0045	108;98;96;100;90	98%	0,0003	6,65
Clorfenvinfos 3	0,0045;0,0048;0,0045;0,0053;0,0049	90;96;90;106;98	96%	0,0003	6,91
Cloroxurón	0,0056;0,0051;0,0052;0,0053;0,0049	112;102;104;106;098	104%	0,0003	4,96
Clorsulfurón	0,0054;0,0054;0,0057;0,0052;0,005	108;108;114;104;100	107%	0,0003	4,88
Clortolurón (Clorotolurón)	0,0046;0,0042;0,004;0,0041;0,0038	92;84;80;82;76	83%	0,0003	7,17
Cletodim	0,0066;0,0057;0,0064;0,0059;0,0057	132;114;128;118;114	121%	0,0004	6,86
Cletodim 2	0,0044;0,0056;0,004;0,0039;0,0049	88;112;80;78;98	91%	0,0007	15,4
Clomazona	0,0057;0,0055;0,0054;0,0056;0,0052	114;110;108;112;104	110%	0,0002	3,51
Ciazofamida	0,0042;0,0042;0,004;0,0043;0,0037	84;84;80;86;74	82%	0,0002	5,85
Ciclurón	0,0054;0,0049;0,005;0,0051;0,0046	108;98;100;102;92	100%	0,0003	5,83
Cimoxanilo (Curzate)	0,0065;0,0061;0,0059;0,0058;0,0061	130;122;118;116;122	122%	0,0003	4,41
Ciproconazol	0,0059;0,0056;0,0059;0,0064;0,0056	118;112;118;128;112	118%	0,0003	5,56
Ciprodinil	0,0048;0,0041;0,0044;0,0049;0,0036	96;82;88;98;72	87%	0,0005	12,2
Diazinón (Dimpilato)	0,0048;0,0044;0,0045;0,0046;0,0041	96;88;90;92;82	90%	0,0003	5,78
Dietofencarb	0,0048;0,0048;0,0047;0,0046;0,0043	96;96;94;92;86	93%	0,0002	4,47
Dimetomorfo	0,006;0,0056;0,0058;0,0058;0,0054	120;112;116;116;108	114%	0,0002	3,99
Dimetomorfo 2	0,0056;0,0054;0,0053;0,0054;0,005	112;108;106;108;100	107%	0,0002	4,1
Dimoxistrobina	0,0062;0,006;0,006;0,0061;0,0057	124;120;120;122;114	120%	0,0002	3,12
Dioxacarb	0,0039;0,0038;0,0036;0,0037;0,0033	78;76;72;74;66	73%	0,0002	6,29
Epoxiconazol (BAS 480F)	0,0052;0,0053;0,0053;0,0052;0,0045	104;106;106;104;90	102%	0,0003	6,65
Etidimurón (Sulfadiazole)	0,0041;0,0039;0,0038;0,0039;0,0035	82;78;76;78;70	77%	0,0002	5,71
Etofumesato	0,0045;0,0042;0,0037;0,0049;0,0041	90;84;74;98;82	86%	0,0004	10,5

Etoprofos	0,005;0,005;0,0051;0,0052;0,0044	100;100;102;104;88	99%	0,0003	6,34
Fenamidona	0,0059;0,0056;0,0059;0,0057;0,0055	118;112;118;114;110	114%	0,0002	3,13
Fenamifos	0,0047;0,0047;0,0045;0,0045;0,0042	94;94;90;90;84	90%	0,0002	4,53
Fenarimol	0,0059;0,0059;0,0067;0,0064;0,0066	118;118;134;128;132	126%	0,0004	6,04
Fenbuconazol	0,0049;0,0053;0,0054;0,0052;0,0042	98;106;108;104;84	100%	0,0005	9,7
Fenobucarb (Baycarb)	0,0047;0,0042;0,0048;0,0046;0,0041	94;84;96;92;82	90%	0,0003	6,95
Fenoxicarb	0,0042;0,0042;0,0041;0,0041;0,0039	84;84;82;82;78	82%	0,0001	2,99
Fipronil	0,0037;0,0035;0,0036;0,0036;0,0031	74;70;72;72;62	70%	0,0002	6,7
Fluazinam (Shirlan (VAN)	0,0044;0,0041;0,0041;0,0041;0,0037	88;82;82;82;74	82%	0,0002	6,1
Fludioxonil	0,0038;0,0028;0,0031;0,0033;0,0029	76;56;62;66;58	64%	0,0004	12,46
Flufenacet (Flutiamida)	0,0041;0,0038;0,0039;0,0039;0,0037	82;76;78;78;74	78%	0,0001	3,82
Flumetsulam	0,0046;0,0045;0,0044;0,0043;0,0041	92;90;88;86;82	88%	0,0002	4,39
Fluometurón	0,0045;0,0041;0,0042;0,0042;0,004	90;82;84;84;80	84%	0,0002	4,45
Fluopicolida	0,0045;0,0043;0,0045;0,0045;0,0042	90;86;90;90;84	88%	0,0001	3,21
Fluoxastrobina	0,0061;0,0059;0,0058;0,0058;0,0055	122;118;116;116;110	116%	0,0002	3,72
Fluquinconazol	0,0057;0,0051;0,0053;0,0054;0,0049	114;102;106;108;98	106%	0,0003	5,74
Flusilazol	0,0042;0,004;0,0043;0,0036;0,0032	84;80;86;72;64	77%	0,0005	11,82
Flutriafol	0,006;0,0057;0,0057;0,0057;0,0055	120;114;114;114;110	114%	0,0002	3,13
Forclorfenurón	0,0046;0,0046;0,0044;0,0044;0,0041	92;92;88;88;82	88%	0,0002	4,64
Fostiazato	0,0057;0,0056;0,0056;0,0056;0,0053	114;112;112;112;106	111%	0,0002	2,73
Fuberidazol	0,0037;0,0036;0,004;0,0033;0,0032	74;72;80;66;64	71%	0,0003	9,02
Furalaxil	0,0055;0,0054;0,0053;0,0054;0,005	110;108;106;108;100	106%	0,0002	3,62
Furatiocarb	0,0066;0,0064;0,0064;0,0064;0,0061	132;128;128;128;122	128%	0,0002	2,8
Halosulfurón-metilo	0,0059;0,0058;0,0055;0,006;0,0051	118;116;110;120;102	113%	0,0004	6,44

Hexaconazol	0,0055;0,0055;0,0058;0,0058;0,0054	110;110;116;116;108	112%	0,0002	3,34
Imazalil (Enilconazol)	0,0044;0,0045;0,0044;0,0043;0,0042	88;90;88;86;84	87%	0,0001	2,62
Imidacloprid	0,0042;0,0041;0,0041;0,004;0,0038	84;82;82;80;76	81%	0,0002	3,75
Indoxacarb	0,007;0,006;0,0065;0,0061;0,0062	140;120;130;122;124	127%	0,0004	6,35
Isocarbofos	0,0046;0,0048;0,0049;0,0046;0,0045	92;96;98;92;90	94%	0,0002	3,51
Isoprotiolano	0,0049;0,0048;0,0048;0,0049;0,0044	98;96;96;98;88	95%	0,0002	4,36
Isoxaben	0,0063;0,006;0,0061;0,0061;0,0058	126;120;122;122;116	121%	0,0002	3
Lenacil	0,0044;0,0041;0,0042;0,004;0,0039	88;82;84;80;78	82%	0,0002	4,67
Linurón	0,0061;0,0053;0,0056;0,0058;0,0051	122;106;112;116;102	112%	0,0004	7,1
Malaoxón	0,0061;0,0059;0,0058;0,0059;0,0056	122;118;116;118;112	117%	0,0002	3,1
Malatión	0,0041;0,0036;0,0041;0,0041;0,0032	82;72;82;82;64	76%	0,0004	10,7
Mandipropamida	0,0057;0,0055;0,0054;0,0056;0,0051	114;110;108;112;102	109%	0,0002	4,22
Mecarbam	0,0057;0,0058;0,0055;0,0058;0,0052	114;116;110;116;104	112%	0,0003	4,55
Mepanipirim	0,0047;0,0046;0,0047;0,005;0,0045	94;92;94;100;90	94%	0,0002	3,98
Mesosulfurón-metilo	0,0053;0,0053;0,0053;0,0051;0,0049	106;106;106;102;98	104%	0,0002	3,45
Metazacloro	0,0065;0,0062;0,0063;0,0062;0,0059	130;124;126;124;118	124%	0,0002	3,49
Metconazol	0,0057;0,0053;0,0056;0,0058;0,0053	114;106;112;116;106	111%	0,0002	4,16
Metabenztiazurón	0,0061;0,0058;0,0057;0,0059;0,0056	122;116;114;118;112	116%	0,0002	3,31
Metidatión	0,0052;0,0053;0,0048;0,0056;0,0048	104;106;96;112;96	103%	0,0003	6,68
Metiocarb	0,0054;0,0049;0,0055;0,0054;0,0049	108;98;110;108;98	104%	0,0003	5,65
Metomilo	0,0044;0,0041;0,004;0,0043;0,0038	88;82;80;86;76	82%	0,0002	5,79
Metoprotina	0,0054;0,0051;0,005;0,0052;0,0048	108;102;100;104;96	102%	0,0002	4,38
Metoxifenozida	0,0056;0,006;0,0057;0,0054;0,0052	112;120;114;108;104	112%	0,0003	5,44
Metobromurón	0,0057;0,0053;0,0057;0,0054;0,0054	114;106;114;108;108	110%	0,0002	3,4

Metolacloro	0,0038;0,0036;0,0036;0,0037;0,0033	76;72;72;74;66	72%	0,0002	5,2
Metrafenona	0,005;0,0048;0,0047;0,0049;0,0046	100;96;94;98;92	96%	0,0002	3,29
Metribuzina	0,0061;0,0058;0,0062;0,0066;0,0056	122;116;124;132;112	121%	0,0004	6,35
Metsulfurón-metilo	0,0062;0,0059;0,0059;0,0058;0,0055	124;118;118;116;110	117%	0,0003	4,28
Mevinfos (Phosdrin)	0,0039;0,0037;0,0037;0,0035;0,0033	78;74;74;70;66	72%	0,0002	6,3
Miclobutanil	0,006;0,0057;0,0055;0,0055;0,0052	120;114;110;110;104	112%	0,0003	5,29
Oxadixil	0,0034;0,004;0,0034;0,0029;0,0031	68;80;68;58;62	67%	0,0004	12,38
Oxamil	0,005;0,0048;0,0047;0,0049;0,0046	100;96;94;98;92	96%	0,0002	3,29
Oxasulfurón	0,0053;0,0051;0,0053;0,0051;0,0048	106;102;106;102;96	102%	0,0002	4
Penconazol	0,0058;0,0056;0,0057;0,0055;0,0054	116;112;114;110;108	112%	0,0002	2,82
Pencycurón	0,0056;0,0058;0,0063;0,006;0,0056	112;116;126;120;112	117%	0,0003	5,06
Fosfamidón	0,0052;0,0051;0,0051;0,0051;0,0046	104;102;102;102;92	100%	0,0002	4,76
Picoxistrobina	0,0064;0,0061;0,006;0,0065;0,0058	128;122;120;130;116	123%	0,0003	4,68
Pirimicarb	0,0053;0,0054;0,0051;0,0049;0,005	106;108;102;98;100	103%	0,0002	4,03
Pirimifos-metilo	0,0057;0,0054;0,0056;0,0056;0,0056	114;108;112;112;112	112%	0,0001	1,96
Procloraz	0,004;0,0039;0,0043;0,0031;0,0039	80;78;86;62;78	77%	0,0004	11,59
Promecarb	0,0051;0,0048;0,005;0,005;0,0044	102;96;100;100;88	97%	0,0003	5,75
Prometón	0,0056;0,0053;0,0053;0,0054;0,005	112;106;106;108;100	106%	0,0002	4,08
Propoxur	0,0056;0,0056;0,0055;0,0056;0,0053	112;112;110;112;106	110%	0,0001	2,36
Propizamida (Pronamida)	0,005;0,0052;0,0052;0,0051;0,005	100;104;104;102;100	102%	0,0001	1,96
Proquinazid	0,006;0,0059;0,0057;0,0059;0,0057	120;118;114;118;114	117%	0,0001	2,3
Prosulfocarb	0,0057;0,0057;0,0058;0,0059;0,0056	114;114;116;118;112	115%	0,0001	1,99
Piracarbolida	0,0061;0,0059;0,006;0,0059;0,0057	122;118;120;118;114	118%	0,0001	2,51
Piraclostrobina	0,0041;0,004;0,0039;0,0039;0,0037	82;80;78;78;74	78%	0,0001	3,78

Piridaben	0,0059;0,0057;0,0057;0,0058;0,0055	118;114;114;116;110	114%	0,0001	2,59
Pirimetanil	0,0048;0,0047;0,0042;0,004;0,0045	96;94;84;80;90	89%	0,0003	7,57
Piriproxifen	0,0061;0,0061;0,0059;0,0062;0,0058	122;122;118;124;116	120%	0,0002	2,73
Quinalfos	0,0033;0,0031;0,0039;0,0043;0,0037	66;62;78;86;74	73%	0,0005	13,05
Quinoclamina	0,0051;0,0048;0,0051;0,0058;0,0054	102;96;102;116;108	105%	0,0004	7,22
Quinoxifeno	0,0057;0,0058;0,0057;0,0058;0,0055	114;116;114;116;110	114%	0,0001	2,15
Rotenona	0,0044;0,0035;0,0031;0,0037;0,0031	88;70;62;74;62	71%	0,0005	15,07
Siltiofam	0,0044;0,0041;0,004;0,0042;0,004	88;82;80;84;80	83%	0,0002	4,04
Espinosina A	0,0049;0,0046;0,0051;0,0052;0,0046	98;92;102;104;92	98%	0,0003	5,69
Espinosina D	0,0042;0,004;0,0045;0,0046;0,004	84;80;90;92;80	85%	0,0003	6,56
Sulfentrazona	0,0059;0,0059;0,0059;0,0057;0,0053	118;118;118;114;106	115%	0,0003	4,54
Tebuconazol	0,0062;0,0061;0,006;0,006;0,0058	124;122;120;120;116	120%	0,0001	2,46
Tebufenoxida	0,0063;0,0054;0,006;0,0062;0,0055	126;108;120;124;110	118%	0,0004	6,95
Tebutiuron	0,0054;0,0053;0,0054;0,0052;0,005	108;106;108;104;100	105%	0,0002	3,18
Tepraloxydim	0,0048;0,0043;0,0049;0,0045;0,0043	96;86;98;90;86	91%	0,0003	6,12
Tetraconazol	0,0046;0,0042;0,0042;0,004;0,0037	92;84;84;80;74	83%	0,0003	7,94
Tiacloprid	0,0057;0,0056;0,0055;0,0056;0,0052	114;112;110;112;104	110%	0,0002	3,48
Tiametoxam	0,0051;0,0048;0,0048;0,005;0,0046	102;96;96;100;92	97%	0,0002	4,01
Tifensulfurón-metilo	0,0059;0,0058;0,0059;0,0056;0,0055	118;116;118;112;110	115%	0,0002	3,16
Tiodicarb	0,0059;0,0058;0,0057;0,0057;0,0055	118;116;114;114;110	114%	0,0001	2,59
Tralkoxydim	0,0061;0,006;0,0059;0,0061;0,0058	122;120;118;122;116	120%	0,0001	2,18
Triadimenol	0,0064;0,0065;0,0062;0,0068;0,0061	128;130;124;136;122	128%	0,0003	4,28
Triazofos	0,0064;0,0061;0,0061;0,0063;0,0059	128;122;122;126;118	123%	0,0002	3,16
Trietazina	0,006;0,005;0,0048;0,0052;0,0049	120;100;96;104;98	104%	0,0005	9,3

Trifloxistrobina	0,0063;0,006;0,0061;0,0062;0,0059	126;120;122;124;118	122%	0,0002	2,59
Triflumizol	0,0059;0,0057;0,0056;0,0057;0,0054	118;114;112;114;108	113%	0,0002	3,21
Trimetacarb	0,005;0,0049;0,005;0,0047;0,0045	100;98;100;94;90	96%	0,0002	4,5
Uniconazol-P	0,0035;0,0033;0,0032;0,0034;0,0029	70;66;64;68;58	65%	0,0002	7,06

Nota. CV: Coeficiente de variación. SD: Desviación estándar

Tabla 36

Reproducibilidad intermedia en 5 réplicas evaluada a 100ng/g en distintos días de análisis y analistas diferentes.

Compuestos	Día 1					Día 2				
	Conc.	% Recup.	Promedio (%)	SD	C.V	Conc.	% Recup.	Promedio (%)	SD	C.V
Acefato	0,0901	90,1%	92%	0,0016	1,76	0,0985	98,5%	97%	0,0028	2,87
	0,0924	92,4%				0,0998	99,8%			
	0,0922	92,2%				0,0931	93,1%			
	0,0924	92,4%				0,0949	94,9%			
	0,0947	94,7%				0,0981	98,1%			
Alanycarb	0,088	88,0%	79%	0,0058	7,39	0,0981	98,1%	98%	0,0053	5,47
	0,0721	72,1%				0,0972	97,2%			
	0,0778	77,8%				0,0987	98,7%			
	0,0766	76,6%				0,0894	89,4%			
	0,0794	79,4%				0,1043	104,3%			
Aldicarb	0,1111	111,1%	112%	0,0011	0,96	0,1014	101,4%	101%	0,0044	4,31
	0,1126	112,6%				0,1018	101,8%			
	0,1117	111,7%				0,0977	97,7%			
	0,11	110,0%				0,0972	97,2%			
	0,1125	112,5%				0,1081	108,1%			
Amidosulfuron	0,0971	97,1%	96%	0,0018	1,87	0,0949	94,9%	94%	0,0034	3,61
	0,0945	94,5%				0,0966	96,6%			
	0,0984	98,4%				0,091	91,0%			
	0,0957	95,7%				0,0905	90,5%			

	0,0941	94,1%				0,0982	98,2%			
	0,1166	116,6%				0,1206	120,6%			
	0,1147	114,7%				0,1212	121,2%			
Azaconazol	0,1169	116,9%	118%	0,0023	1,97	0,1163	116,3%	120%	0,0053	4,41
	0,1184	118,4%				0,1129	112,9%			
	0,1209	120,9%				0,1268	126,8%			
	0,1172	117,2%				0,1106	110,6%			
	0,1138	113,8%				0,1167	116,7%			
Azametifos	0,1147	114,7%	117%	0,0024	2,02	0,1105	110,5%	113%	0,0041	3,62
	0,1185	118,5%				0,1104	110,4%			
	0,1192	119,2%				0,119	119,0%			
	0,1118	111,8%				0,1208	120,8%			
	0,1094	109,4%				0,1181	118,1%			
Azinfos-etilo (Guthion etilo)	0,1071	107,1%	110%	0,0018	1,61	0,1128	112,8%	116%	0,0057	4,90
	0,1104	110,4%				0,1081	108,1%			
	0,1107	110,7%				0,1215	121,5%			
	0,1122	112,2%				0,1165	116,5%			
	0,1126	112,6%				0,1119	111,9%			
Azinfos-metilo (Guthion)	0,1108	110,8%	112%	0,0014	1,29	0,1142	114,2%	115%	0,0047	4,09
	0,1103	110,3%				0,1098	109,8%			
	0,1139	113,9%				0,122	122,0%			
	0,114	114,0%				0,1026	102,6%			
	0,112	112,0%				0,1032	103,2%			
Azoxistrobina	0,1135	113,5%	114%	0,0013	1,14	0,099	99,0%	102%	0,0043	4,18
	0,1141	114,1%				0,0966	96,6%			
	0,1156	115,6%				0,1077	107,7%			

	0,1145	114,5%				0,1151	115,1%			
	0,1118	111,8%				0,1128	112,8%			
Benalaxil	0,1117	111,7%	113%	0,0020	1,79	0,1092	109,2%	113%	0,0055	4,90
	0,1122	112,2%				0,1056	105,6%			
	0,1163	116,3%				0,12	120,0%			
	0,1191	119,1%				0,1084	108,4%			
	0,1105	110,5%				0,107	107,0%			
Benzoximato	0,1141	114,1%	116%	0,0041	3,57	0,1074	107,4%	108%	0,0061	5,67
	0,114	114,0%				0,0996	99,6%			
	0,1206	120,6%				0,1168	116,8%			
	0,1033	103,3%				0,0979	97,9%			
	0,1018	101,8%				0,098	98,0%			
Bispiribac	0,1049	104,9%	104%	0,0015	1,48	0,0933	93,3%	97%	0,0036	3,71
	0,1027	102,7%				0,0938	93,8%			
	0,1055	105,5%				0,1021	102,1%			
	0,1129	112,9%				0,1064	106,4%			
	0,1103	110,3%				0,1032	103,2%			
Bitertanol	0,1104	110,4%	112%	0,0019	1,66	0,1026	102,6%	105%	0,0048	4,57
	0,1114	111,4%				0,0992	99,2%			
	0,1147	114,7%				0,1119	111,9%			
	0,115	115,0%				0,1189	118,9%			
	0,1127	112,7%				0,1175	117,5%			
Bromuconazol	0,1182	118,2%	117%	0,0030	2,60	0,1154	115,4%	117%	0,0044	3,78
	0,119	119,0%				0,1109	110,9%			
	0,12	120,0%				0,1229	122,9%			
Bromuconazol 2	0,1192	119,2%	118%	0,0022	1,86	0,1173	117,3%	117%	0,0066	5,60

	0,1146	114,6%				0,1191	119,1%			
	0,119	119,0%				0,1141	114,1%			
	0,1173	117,3%				0,1091	109,1%			
	0,1202	120,2%				0,1269	126,9%			
	0,1114	111,4%				0,1152	115,2%			
	0,1129	112,9%				0,1111	111,1%			
Bupirimato	0,1094	109,4%	112%	0,0016	1,47	0,1094	109,4%	112%	0,0057	5,11
	0,1106	110,6%				0,1056	105,6%			
	0,1134	113,4%				0,1206	120,6%			
	0,1072	107,2%				0,1172	117,2%			
	0,1102	110,2%				0,1127	112,7%			
Buprofezina	0,1093	109,3%	109%	0,0015	1,41	0,1128	112,8%	114%	0,0057	4,96
	0,1068	106,8%				0,1071	107,1%			
	0,1097	109,7%				0,1223	122,3%			
	0,1045	104,5%				0,099	99,0%			
	0,0987	98,7%				0,1038	103,8%			
Carbaril	0,1063	106,3%	104%	0,0032	3,06	0,0959	95,9%	101%	0,0040	3,95
	0,1064	106,4%				0,0997	99,7%			
	0,1029	102,9%				0,1059	105,9%			
	0,094	94,0%				0,1013	101,3%			
	0,0923	92,3%				0,0967	96,7%			
Carbendazim (Azol)	0,0934	93,4%	93%	0,0015	1,62	0,0936	93,6%	97%	0,0052	5,33
	0,0905	90,5%				0,0899	89,9%			
	0,0941	94,1%				0,1021	102,1%			
Carbofurano	0,1282	128,2%	128%	0,0008	0,64	0,1262	126,2%	124%	0,0062	5,01
	0,1271	127,1%				0,1249	124,9%			

	0,1284	128,4%				0,122	122,0%			
	0,128	128,0%				0,1157	115,7%			
	0,1294	129,4%				0,1328	132,8%			
	0,1059	105,9%				0,0947	94,7%			
	0,103	103,0%				0,0978	97,8%			
Carboxina	0,1057	105,7%	105%	0,0014	1,35	0,0902	90,2%	95%	0,0037	3,93
	0,1068	106,8%				0,0927	92,7%			
	0,1052	105,2%				0,0994	99,4%			
	0,1159	115,9%				0,1121	112,1%			
	0,1184	118,4%				0,1073	107,3%			
Carfentrazona-etilo	0,1174	117,4%	119%	0,0025	2,14	0,106	106,0%	108%	0,0061	5,69
	0,1208	120,8%				0,0995	99,5%			
	0,1222	122,2%				0,1156	115,6%			
	0,1142	114,2%				0,1254	125,4%			
	0,1128	112,8%				0,1237	123,7%			
Clorantraniliprol	0,1155	115,5%	115%	0,0020	1,75	0,1219	121,9%	123%	0,0052	4,25
	0,1171	117,1%				0,1149	114,9%			
	0,1177	117,7%				0,129	129,0%			
	0,1238	123,8%				0,1238	123,8%			
	0,1237	123,7%				0,1264	126,4%			
Clorfenvinfos	0,1245	124,5%	125%	0,0012	0,93	0,1231	123,1%	126%	0,0056	4,49
	0,1252	125,2%				0,1202	120,2%			
	0,1265	126,5%				0,135	135,0%			
	0,125	125,0%				0,1281	128,1%			
Clorfenvinfos 3	0,1247	124,7%	127%	0,0026	2,06	0,1261	126,1%	125%	0,0061	4,87
	0,1259	125,9%				0,1212	121,2%			

	0,128	128,0%				0,1178	117,8%			
	0,131	131,0%				0,1335	133,5%			
	0,112	112,0%				0,1055	105,5%			
	0,1117	111,7%				0,1049	104,9%			
Cloroxurón	0,1129	112,9%	113%	0,0015	1,36	0,1019	101,9%	105%	0,0047	4,48
	0,1128	112,8%				0,0993	99,3%			
	0,1156	115,6%				0,1118	111,8%			
	0,1003	100,3%				0,0895	89,5%			
	0,0987	98,7%				0,0947	94,7%			
Clorsulfurón	0,1053	105,3%	102%	0,0027	2,69	0,0873	87,3%	92%	0,0037	4,04
	0,1043	104,3%				0,0927	92,7%			
	0,1015	101,5%				0,0964	96,4%			
	0,1158	115,8%				0,1082	108,2%			
	0,1135	113,5%				0,1095	109,5%			
Clortolurón (Clorotolurón)	0,1138	113,8%	115%	0,0012	1,04	0,1061	106,1%	108%	0,0042	3,94
	0,1154	115,4%				0,1019	101,9%			
	0,1161	116,1%				0,1134	113,4%			
	0,1078	107,8%				0,102	102,0%			
	0,1065	106,5%				0,0997	99,7%			
Cletodim	0,106	106,0%	108%	0,0024	2,25	0,0973	97,3%	100%	0,0048	4,80
	0,1059	105,9%				0,0935	93,5%			
	0,1117	111,7%				0,1062	106,2%			
	0,1229	122,9%				0,1202	120,2%			
	0,118	118,0%				0,1236	123,6%			
Cletodim 2	0,1177	117,7%	117%	0,0046	3,98	0,102	102,0%	117%	0,0087	7,44
	0,1114	111,4%				0,1219	121,9%			

	0,1126	112,6%				0,1173	117,3%			
	0,1111	111,1%				0,1224	122,4%			
	0,1092	109,2%				0,1193	119,3%			
Clomazona	0,1129	112,9%	112%	0,0021	1,89	0,1184	118,4%	120%	0,0043	3,60
	0,1125	112,5%				0,1146	114,6%			
	0,1149	114,9%				0,1261	126,1%			
	0,1322	132,2%				0,1161	116,1%			
	0,1274	127,4%				0,1163	116,3%			
Ciazofamida	0,1267	126,7%	130%	0,0030	2,34	0,1136	113,6%	115%	0,0050	4,33
	0,1301	130,1%				0,1084	108,4%			
	0,1338	133,8%				0,1222	122,2%			
	0,1108	110,8%				0,1047	104,7%			
	0,11	110,0%				0,1044	104,4%			
Ciclurón	0,1108	110,8%	111%	0,0008	0,75	0,1014	101,4%	104%	0,0037	3,54
	0,1112	111,2%				0,099	99,0%			
	0,1123	112,3%				0,1087	108,7%			
	0,0984	98,4%				0,1226	122,6%			
	0,0968	96,8%				0,1195	119,5%			
Cimoxanilo (Curzate)	0,0989	98,9%	99%	0,0025	2,47	0,1128	112,8%	117%	0,0043	3,66
	0,0993	99,3%				0,1155	115,5%			
	0,1034	103,4%				0,113	113,0%			
	0,1115	111,5%				0,1155	115,5%			
	0,1119	111,9%				0,1153	115,3%			
Ciproconazol	0,1101	110,1%	112%	0,0014	1,21	0,1132	113,2%	115%	0,0057	4,98
	0,1128	112,8%				0,1081	108,1%			
	0,1137	113,7%				0,124	124,0%			

	0,111	111,0%				0,1204	120,4%			
	0,1108	110,8%				0,118	118,0%			
Ciprodinil	0,1116	111,6%	111%	0,0005	0,41	0,1171	117,1%	119%	0,0049	4,15
	0,1116	111,6%				0,113	113,0%			
	0,1119	111,9%				0,1264	126,4%			
	0,1139	113,9%				0,1164	116,4%			
	0,1144	114,4%				0,1122	112,2%			
Diazinón (Dimpilato)	0,1129	112,9%	115%	0,0017	1,45	0,1126	112,6%	114%	0,0050	4,34
	0,1171	117,1%				0,1084	108,4%			
	0,1159	115,9%				0,1215	121,5%			
	0,1161	116,1%				0,1157	115,7%			
	0,1141	114,1%				0,1146	114,6%			
Dietofencarb	0,118	118,0%	117%	0,0021	1,82	0,1136	113,6%	115%	0,0051	4,44
	0,119	119,0%				0,1085	108,5%			
	0,1191	119,1%				0,1227	122,7%			
	0,1081	108,1%				0,0992	99,2%			
	0,1087	108,7%				0,0986	98,6%			
Dimetomorfo	0,1105	110,5%	110%	0,0011	0,96	0,0959	95,9%	99%	0,0044	4,43
	0,1101	110,1%				0,0946	94,6%			
	0,1102	110,2%				0,1059	105,9%			
	0,112	112,0%				0,102	102,0%			
	0,1108	110,8%				0,1025	102,5%			
Dimetomorfo 2	0,1133	113,3%	113%	0,0014	1,21	0,0988	98,8%	102%	0,0043	4,20
	0,1122	112,2%				0,0976	97,6%			
	0,1144	114,4%				0,1086	108,6%			
Dimoxistrobina	0,1138	113,8%	114%	0,0016	1,40	0,1162	116,2%	115%	0,0055	4,78

	0,1115	111,5%				0,115	115,0%			
	0,1133	113,3%				0,1116	111,6%			
	0,1142	114,2%				0,1084	108,4%			
	0,1159	115,9%				0,123	123,0%			
	0,1132	113,2%				0,1065	106,5%			
	0,1117	111,7%				0,1066	106,6%			
Dioxacarb	0,1121	112,1%	113%	0,0012	1,04	0,1021	102,1%	105%	0,0044	4,22
	0,1125	112,5%				0,099	99,0%			
	0,1147	114,7%				0,1104	110,4%			
	0,1129	112,9%				0,1148	114,8%			
	0,1135	113,5%				0,1148	114,8%			
Epoxiconazol (BAS 480F)	0,1133	113,3%	115%	0,0020	1,71	0,1098	109,8%	113%	0,0050	4,41
	0,1157	115,7%				0,1071	107,1%			
	0,1175	117,5%				0,12	120,0%			
	0,1184	118,4%				0,1255	125,5%			
	0,1174	117,4%				0,125	125,0%			
Etidimurón (Sulfadiazole)	0,1175	117,5%	118%	0,0011	0,92	0,1225	122,5%	124%	0,0052	4,19
	0,116	116,0%				0,1175	117,5%			
	0,1188	118,8%				0,1319	131,9%			
	0,1199	119,9%				0,1128	112,8%			
	0,1171	117,1%				0,1074	107,4%			
Etofumesato	0,1198	119,8%	120%	0,0019	1,61	0,1051	105,1%	109%	0,0060	5,48
	0,1205	120,5%				0,1037	103,7%			
	0,1225	122,5%				0,1182	118,2%			
Etoprofos	0,1129	112,9%	114%	0,0029	2,59	0,1164	116,4%	115%	0,0039	3,36
	0,1101	110,1%				0,1144	114,4%			

	0,1148	114,8%				0,1145	114,5%			
	0,1138	113,8%				0,1099	109,9%			
	0,1182	118,2%				0,1206	120,6%			
	0,1111	111,1%				0,1003	100,3%			
	0,1084	108,4%				0,1008	100,8%			
Fenamidona	0,1112	111,2%	111%	0,0021	1,85	0,0988	98,8%	100%	0,0043	4,28
	0,1114	111,4%				0,0948	94,8%			
	0,1142	114,2%				0,1067	106,7%			
	0,1145	114,5%				0,1217	121,7%			
	0,115	115,0%				0,1192	119,2%			
Fenamifos	0,1137	113,7%	116%	0,0021	1,81	0,1165	116,5%	119%	0,0054	4,49
	0,116	116,0%				0,1125	112,5%			
	0,1191	119,1%				0,1267	126,7%			
	0,114	114,0%				0,1118	111,8%			
	0,108	108,0%				0,1115	111,5%			
Fenarimol	0,1113	111,3%	112%	0,0033	2,95	0,1151	115,1%	112%	0,0055	4,94
	0,1112	111,2%				0,1027	102,7%			
	0,1168	116,8%				0,1171	117,1%			
	0,1171	117,1%				0,1184	118,4%			
	0,1169	116,9%				0,1161	116,1%			
Fenbuconazol	0,1168	116,8%	118%	0,0016	1,39	0,1163	116,3%	117%	0,0049	4,18
	0,1179	117,9%				0,1114	111,4%			
	0,1207	120,7%				0,1249	124,9%			
	0,1077	107,7%				0,0976	97,6%			
Fenobucarb (Baycarb)	0,1094	109,4%	110%	0,0021	1,92	0,0984	98,4%	98%	0,0035	3,58
	0,1095	109,5%				0,0976	97,6%			

	0,1108	110,8%				0,0939	93,9%			
	0,1134	113,4%				0,1037	103,7%			
	0,1283	128,3%				0,1321	132,1%			
	0,1258	125,8%				0,128	128,0%			
Fenoxicarb	0,1274	127,4%	129%	0,0029	2,25	0,1257	125,7%	129%	0,0060	4,67
	0,13	130,0%				0,1224	122,4%			
	0,1334	133,4%				0,138	138,0%			
	0,1128	112,8%				0,1043	104,3%			
	0,1126	112,6%				0,1024	102,4%			
Fipronil	0,1126	112,6%	113%	0,0011	1,01	0,1014	101,4%	103%	0,0043	4,19
	0,1126	112,6%				0,0966	96,6%			
	0,1152	115,2%				0,1084	108,4%			
	0,112	112,0%				0,1183	118,3%			
	0,1096	109,6%				0,1164	116,4%			
Fluazinam (Shirlan (VAN)	0,1085	108,5%	110%	0,0020	1,85	0,1133	113,3%	116%	0,0050	4,34
	0,1085	108,5%				0,1085	108,5%			
	0,1129	112,9%				0,1217	121,7%			
	0,1118	111,8%				0,1101	110,1%			
	0,1109	110,9%				0,1103	110,3%			
Fludioxonil	0,11	110,0%	111%	0,0011	1,01	0,1075	107,5%	109%	0,0051	4,70
	0,1097	109,7%				0,1023	102,3%			
	0,1123	112,3%				0,1165	116,5%			
	0,1182	118,2%				0,1269	126,9%			
	0,1169	116,9%				0,123	123,0%			
Flufenacet (Flutiamida)	0,1163	116,3%	119%	0,0027	2,25	0,1218	121,8%	124%	0,0055	4,44
	0,1204	120,4%				0,1175	117,5%			

	0,1228	122,8%				0,1321	132,1%			
	0,1096	109,6%				0,1169	116,9%			
	0,1083	108,3%				0,1187	118,7%			
Flumetsulam	0,1099	109,9%	109%	0,0007	0,64	0,1134	113,4%	117%	0,0037	3,17
	0,1087	108,7%				0,1125	112,5%			
	0,1097	109,7%				0,1214	121,4%			
	0,1182	118,2%				0,1244	124,4%			
	0,1148	114,8%				0,1274	127,4%			
Fluometurón	0,1181	118,1%	118%	0,0016	1,37	0,1213	121,3%	125%	0,0049	3,93
	0,1183	118,3%				0,1189	118,9%			
	0,1188	118,8%				0,1313	131,3%			
	0,1159	115,9%				0,118	118,0%			
	0,1143	114,3%				0,1158	115,8%			
Fluopicolida	0,1141	114,1%	115%	0,0010	0,85	0,1149	114,9%	118%	0,0051	4,33
	0,1156	115,6%				0,1147	114,7%			
	0,1163	116,3%				0,1269	126,9%			
	0,1143	114,3%				0,1207	120,7%			
	0,1106	110,6%				0,1201	120,1%			
Fluoxastrobina	0,1105	110,5%	113%	0,0026	2,27	0,1171	117,1%	120%	0,0052	4,34
	0,1141	114,1%				0,1139	113,9%			
	0,1164	116,4%				0,1279	127,9%			
	0,1158	115,8%				0,1214	121,4%			
	0,1202	120,2%				0,1232	123,2%			
Fluquinconazol	0,1165	116,5%	121%	0,0056	4,60	0,1193	119,3%	122%	0,0057	4,64
	0,1243	124,3%				0,1148	114,8%			
	0,1291	129,1%				0,1302	130,2%			

	0,1157	115,7%				0,1208	120,8%			
	0,1168	116,8%				0,1205	120,5%			
Flusilazol	0,1176	117,6%	118%	0,0023	1,97	0,1129	112,9%	118%	0,0057	4,88
	0,1165	116,5%				0,1102	110,2%			
	0,1216	121,6%				0,1236	123,6%			
	0,1114	111,4%				0,121	121,0%			
	0,1117	111,7%				0,1209	120,9%			
Flutriafol	0,1122	112,2%	112%	0,0010	0,87	0,1174	117,4%	120%	0,0051	4,26
	0,1121	112,1%				0,1137	113,7%			
	0,1139	113,9%				0,1275	127,5%			
	0,1091	109,1%				0,0998	99,8%			
	0,106	106,0%				0,1027	102,7%			
Forclorfenurón	0,1097	109,7%	109%	0,0016	1,50	0,0971	97,1%	101%	0,0032	3,20
	0,1102	110,2%				0,0982	98,2%			
	0,1089	108,9%				0,1049	104,9%			
	0,1111	111,1%				0,1129	112,9%			
	0,1086	108,6%				0,1138	113,8%			
Fostiazato	0,1109	110,9%	111%	0,0013	1,18	0,1086	108,6%	112%	0,0035	3,17
	0,1101	110,1%				0,1073	107,3%			
	0,1121	112,1%				0,1156	115,6%			
	0,0873	87,3%				0,0794	79,4%			
	0,0805	80,5%				0,0785	78,5%			
Fuberidazol	0,0942	94,2%	88%	0,0053	6,03	0,0745	74,5%	80%	0,0037	4,62
	0,0918	91,8%				0,0818	81,8%			
	0,0863	86,3%				0,0843	84,3%			
Furalaxil	0,1158	115,8%	117%	0,0013	1,08	0,1084	108,4%	108%	0,0051	4,77

	0,1161	116,1%				0,1085	108,5%			
	0,1158	115,8%				0,1048	104,8%			
	0,1176	117,6%				0,1015	101,5%			
	0,1186	118,6%				0,1153	115,3%			
	0,1118	111,8%				0,1139	113,9%			
	0,1114	111,4%				0,1116	111,6%			
Furatiocarb	0,1118	111,8%	112%	0,0013	1,14	0,1088	108,8%	111%	0,0048	4,29
	0,1126	112,6%				0,1048	104,8%			
	0,1146	114,6%				0,1173	117,3%			
	0,1031	103,1%				0,1171	117,1%			
	0,1012	101,2%				0,1168	116,8%			
Halosulfurón-metilo	0,1046	104,6%	103%	0,0013	1,24	0,1124	112,4%	115%	0,0049	4,29
	0,1039	103,9%				0,1076	107,6%			
	0,1028	102,8%				0,1203	120,3%			
	0,1129	112,9%				0,1149	114,9%			
	0,1136	113,6%				0,1133	113,3%			
Hexaconazol	0,1122	112,2%	114%	0,0018	1,61	0,1106	110,6%	114%	0,0052	4,56
	0,1132	113,2%				0,1075	107,5%			
	0,1169	116,9%				0,1213	121,3%			
	0,091	91,0%				0,0933	93,3%			
	0,087	87,0%				0,0939	93,9%			
Imazalil (Enilconazol)	0,0865	86,5%	88%	0,0023	2,60	0,0909	90,9%	93%	0,0030	3,21
	0,0862	86,2%				0,0898	89,8%			
	0,0904	90,4%				0,0975	97,5%			
Imidacloprid	0,1102	110,2%	110%	0,0007	0,66	0,101	101,0%	100%	0,0043	4,27
	0,11	110,0%				0,1005	100,5%			

	0,1106	110,6%				0,0977	97,7%			
	0,1099	109,9%				0,0944	94,4%			
	0,1117	111,7%				0,1059	105,9%			
	0,1235	123,5%				0,1187	118,7%			
	0,1239	123,9%				0,1161	116,1%			
Indoxacarb	0,1198	119,8%	124%	0,0025	2,06	0,1129	112,9%	117%	0,0058	5,00
	0,1243	124,3%				0,11	110,0%			
	0,1269	126,9%				0,1252	125,2%			
	0,1134	113,4%				0,0997	99,7%			
	0,111	111,0%				0,1076	107,6%			
Isocarbofos	0,1161	116,1%	114%	0,0027	2,33	0,0974	97,4%	103%	0,0047	4,53
	0,1169	116,9%				0,1018	101,8%			
	0,1115	111,5%				0,1077	107,7%			
	0,1111	111,1%				0,1136	113,6%			
	0,1108	110,8%				0,1155	115,5%			
Isoprotiolano	0,1117	111,7%	112%	0,0011	0,99	0,112	112,0%	114%	0,0036	3,14
	0,1128	112,8%				0,111	111,0%			
	0,1134	113,4%				0,1201	120,1%			
	0,1133	113,3%				0,1022	102,2%			
	0,1123	112,3%				0,1014	101,4%			
Isoxaben	0,1117	111,7%	113%	0,0010	0,89	0,1007	100,7%	102%	0,0042	4,12
	0,1126	112,6%				0,0983	98,3%			
	0,1143	114,3%				0,1095	109,5%			
	0,1114	111,4%				0,0643	64,3%			
Lenacil	0,1124	112,4%	114%	0,0020	1,79	0,0641	64,1%	63%	0,0018	2,79
	0,1125	112,5%				0,0619	61,9%			

	0,1151	115,1%				0,061	61,0%			
	0,1162	116,2%				0,0652	65,2%			
	0,1116	111,6%				0,1031	103,1%			
	0,1105	110,5%				0,1054	105,4%			
Linurón	0,1119	111,9%	112%	0,0009	0,84	0,1029	102,9%	105%	0,0047	4,45
	0,1122	112,2%				0,1019	101,9%			
	0,1131	113,1%				0,1134	113,4%			
	0,1157	115,7%				0,1069	106,9%			
	0,1127	112,7%				0,1067	106,7%			
Malaoxón	0,1131	113,1%	114%	0,0015	1,31	0,103	103,0%	106%	0,0048	4,53
	0,114	114,0%				0,0992	99,2%			
	0,116	116,0%				0,112	112,0%			
	0,115	115,0%				0,1047	104,7%			
	0,1094	109,4%				0,1035	103,5%			
Malatión	0,1141	114,1%	113%	0,0021	1,90	0,1027	102,7%	105%	0,0037	3,52
	0,1134	113,4%				0,1028	102,8%			
	0,1126	112,6%				0,1115	111,5%			
	0,11	110,0%				0,1012	101,2%			
	0,1092	109,2%				0,102	102,0%			
Mandipropamida	0,1103	110,3%	111%	0,0011	0,97	0,0994	99,4%	102%	0,0052	5,09
	0,1113	111,3%				0,0956	95,6%			
	0,1119	111,9%				0,1097	109,7%			
	0,1162	116,2%				0,1095	109,5%			
	0,1162	116,2%				0,1063	106,3%			
Mecarbam	0,1149	114,9%	117%	0,0013	1,11	0,105	105,0%	107%	0,0048	4,43
	0,1177	117,7%				0,1018	101,8%			

	0,1181	118,1%				0,1143	114,3%			
	0,1102	110,2%				0,1055	105,5%			
	0,1092	109,2%				0,1023	102,3%			
Mepanipirim	0,1075	107,5%	111%	0,0026	2,35	0,1022	102,2%	104%	0,0048	4,62
	0,1137	113,7%				0,0986	98,6%			
	0,113	113,0%				0,1114	111,4%			
	0,1035	103,5%				0,1075	107,5%			
	0,1027	102,7%				0,1059	105,9%			
Mesosulfurón-metilo	0,102	102,0%	103%	0,0009	0,90	0,1025	102,5%	105%	0,0030	2,88
	0,1044	104,4%				0,1013	101,3%			
	0,1037	103,7%				0,1081	108,1%			
	0,1121	112,1%				0,1045	104,5%			
	0,1108	110,8%				0,1045	104,5%			
Metazacloro	0,1116	111,6%	112%	0,0013	1,13	0,1019	101,9%	104%	0,0050	4,81
	0,1111	111,1%				0,0986	98,6%			
	0,114	114,0%				0,1122	112,2%			
	0,1141	114,1%				0,116	116,0%			
	0,114	114,0%				0,1147	114,7%			
Metconazol	0,1141	114,1%	114%	0,0009	0,82	0,1124	112,4%	115%	0,0053	4,65
	0,1136	113,6%				0,1076	107,6%			
	0,116	116,0%				0,1222	122,2%			
	0,1104	110,4%				0,1003	100,3%			
	0,1091	109,1%				0,102	102,0%			
Metabenztiazurón	0,1119	111,9%	112%	0,0020	1,78	0,097	97,0%	100%	0,0041	4,08
	0,1133	113,3%				0,0954	95,4%			
	0,1139	113,9%				0,1057	105,7%			

	0,1121	112,1%				0,1052	105,2%			
	0,1118	111,8%				0,1044	104,4%			
Metidatión	0,1113	111,3%	113%	0,0015	1,30	0,1038	103,8%	105%	0,0042	4,02
	0,1131	113,1%				0,0989	98,9%			
	0,115	115,0%				0,1107	110,7%			
	0,1054	105,4%				0,0978	97,8%			
	0,1042	104,2%				0,1008	100,8%			
Metiocarb	0,1041	104,1%	106%	0,0018	1,67	0,0976	97,6%	99%	0,0038	3,85
	0,1078	107,8%				0,0957	95,7%			
	0,1075	107,5%				0,1055	105,5%			
	0,116	116,0%				0,0986	98,6%			
	0,117	117,0%				0,095	95,0%			
Metomilo	0,1148	114,8%	116%	0,0013	1,14	0,0929	92,9%	95%	0,0049	5,13
	0,1153	115,3%				0,0885	88,5%			
	0,1181	118,1%				0,101	101,0%			
	0,113	113,0%				0,1053	105,3%			
	0,1116	111,6%				0,1054	105,4%			
Metoprotina	0,112	112,0%	112%	0,0005	0,47	0,1015	101,5%	104%	0,0055	5,28
	0,1123	112,3%				0,0972	97,2%			
	0,1125	112,5%				0,1121	112,1%			
	0,116	116,0%				0,1074	107,4%			
	0,1119	111,9%				0,1028	102,8%			
Metoxifenozida	0,1126	112,6%	114%	0,0024	2,11	0,1035	103,5%	104%	0,0028	2,69
	0,1138	113,8%				0,0998	99,8%			
	0,1177	117,7%				0,1049	104,9%			
Metobromurón	0,1151	115,1%	114%	0,0016	1,40	0,1223	122,3%	122%	0,0056	4,61

	0,1124	112,4%				0,1242	124,2%			
	0,1124	112,4%				0,1195	119,5%			
	0,1134	113,4%				0,1144	114,4%			
	0,1159	115,9%				0,1296	129,6%			
	0,118	118,0%				0,1116	111,6%			
	0,1174	117,4%				0,1102	110,2%			
Metolacloro	0,1164	116,4%	118%	0,0014	1,16	0,1083	108,3%	110%	0,0062	5,60
	0,1175	117,5%				0,1013	101,3%			
	0,1201	120,1%				0,1184	118,4%			
	0,1127	112,7%				0,1064	106,4%			
	0,1134	113,4%				0,1032	103,2%			
Metrafenona	0,1123	112,3%	114%	0,0016	1,37	0,1025	102,5%	104%	0,0049	4,71
	0,1129	112,9%				0,0973	97,3%			
	0,1162	116,2%				0,1105	110,5%			
	0,1159	115,9%				0,1047	104,7%			
	0,1142	114,2%				0,105	105,0%			
Metribuzina	0,1152	115,2%	115%	0,0012	1,05	0,103	103,0%	105%	0,0058	5,49
	0,117	117,0%				0,0986	98,6%			
	0,1141	114,1%				0,1144	114,4%			
	0,1047	104,7%				0,1047	104,7%			
	0,1053	105,3%				0,1053	105,3%			
Metsulfurón-metilo	0,107	107,0%	106%	0,0014	1,35	0,107	107,0%	106%	0,0014	1,35
	0,1072	107,2%				0,1072	107,2%			
	0,1082	108,2%				0,1082	108,2%			
	0,11	110,0%				0,1037	103,7%			
Mevinfos (Phosdrin)	0,1083	108,3%	111%	0,0017	1,55	0,1029	102,9%	103%	0,0037	3,58

	0,1109	110,9%				0,0994	99,4%			
	0,1115	111,5%				0,0991	99,1%			
	0,1129	112,9%				0,1081	108,1%			
	0,1153	115,3%				0,1183	118,3%			
	0,1143	114,3%				0,118	118,0%			
Miclobutanil	0,1137	113,7%	115%	0,0015	1,29	0,1178	117,8%	118%	0,0060	5,06
	0,1155	115,5%				0,1103	110,3%			
	0,1176	117,6%				0,1272	127,2%			
	0,1068	106,8%				0,1001	100,1%			
	0,1052	105,2%				0,1024	102,4%			
Oxadixil	0,1085	108,5%	108%	0,0020	1,85	0,0751	75,1%	91%	0,0128	14,10
	0,1104	110,4%				0,0966	96,6%			
	0,1088	108,8%				0,0785	78,5%			
	0,1079	107,9%				0,1039	103,9%			
	0,107	107,0%				0,1006	100,6%			
Oxamil	0,1053	105,3%	107%	0,0019	1,77	0,0983	98,3%	101%	0,0038	3,74
	0,1063	106,3%				0,0959	95,9%			
	0,1103	110,3%				0,1049	104,9%			
	0,0953	95,3%				0,098	98,0%			
	0,0926	92,6%				0,0973	97,3%			
Oxasulfurón	0,0951	95,1%	94%	0,0015	1,59	0,0925	92,5%	96%	0,0031	3,28
	0,096	96,0%				0,0919	91,9%			
	0,093	93,0%				0,0983	98,3%			
	0,1109	110,9%				0,1056	105,6%			
Penconazol	0,1095	109,5%	111%	0,0019	1,75	0,1037	103,7%	104%	0,0048	4,56
	0,1105	110,5%				0,1006	100,6%			

	0,1103	110,3%				0,1	100,0%			
	0,1145	114,5%				0,1118	111,8%			
	0,107	107,0%				0,109	109,0%			
	0,1052	105,2%				0,1083	108,3%			
Pencycurón	0,1084	108,4%	107%	0,0012	1,09	0,1048	104,8%	108%	0,0047	4,38
	0,1067	106,7%				0,1026	102,6%			
	0,1074	107,4%				0,115	115,0%			
	0,1139	113,9%				0,1045	104,5%			
	0,1124	112,4%				0,1072	107,2%			
Fosfamidón	0,1137	113,7%	113%	0,0006	0,55	0,1035	103,5%	105%	0,0043	4,09
	0,1136	113,6%				0,1002	100,2%			
	0,1129	112,9%				0,1117	111,7%			
	0,1152	115,2%				0,1038	103,8%			
	0,1113	111,3%				0,101	101,0%			
Picoxistrobina	0,1129	112,9%	113%	0,0020	1,75	0,0965	96,5%	101%	0,0053	5,26
	0,111	111,0%				0,0963	96,3%			
	0,115	115,0%				0,109	109,0%			
	0,1083	108,3%				0,0849	84,9%			
	0,1014	101,4%				0,0891	89,1%			
Pirimicarb	0,1025	102,5%	102%	0,0039	3,78	0,0877	87,7%	89%	0,0061	6,87
	0,1027	102,7%				0,0828	82,8%			
	0,0975	97,5%				0,0986	98,6%			
	0,1139	113,9%				0,1076	107,6%			
	0,1104	110,4%				0,1062	106,2%			
Pirimifos-metilo	0,112	112,0%	113%	0,0017	1,54	0,1022	102,2%	106%	0,0051	4,79
	0,1138	113,8%				0,1008	100,8%			

	0,1147	114,7%				0,1137	113,7%			
	0,1119	111,9%				0,1182	118,2%			
	0,1136	113,6%				0,1164	116,4%			
Procloraz	0,1121	112,1%	113%	0,0010	0,85	0,1151	115,1%	117%	0,0043	3,65
	0,1133	113,3%				0,1121	112,1%			
	0,1141	114,1%				0,1236	123,6%			
	0,1159	115,9%				0,1048	104,8%			
	0,1107	110,7%				0,1082	108,2%			
Promecarb	0,1122	112,2%	114%	0,0022	1,90	0,1053	105,3%	106%	0,0040	3,72
	0,1153	115,3%				0,1016	101,6%			
	0,1139	113,9%				0,1121	112,1%			
	0,1161	116,1%				0,1066	106,6%			
	0,1137	113,7%				0,1058	105,8%			
Prometón	0,1135	113,5%	115%	0,0016	1,38	0,1033	103,3%	105%	0,0051	4,87
	0,114	114,0%				0,0984	98,4%			
	0,117	117,0%				0,1125	112,5%			
	0,1142	114,2%				0,1152	115,2%			
	0,114	114,0%				0,1159	115,9%			
Propoxur	0,1131	113,1%	115%	0,0015	1,35	0,1102	110,2%	114%	0,0054	4,79
	0,1146	114,6%				0,1066	106,6%			
	0,1172	117,2%				0,1207	120,7%			
	0,1229	122,9%				0,1185	118,5%			
	0,1207	120,7%				0,117	117,0%			
Propizamida (Pronamida)	0,1238	123,8%	123%	0,0017	1,39	0,1145	114,5%	117%	0,0054	4,60
	0,1237	123,7%				0,111	111,0%			
	0,1254	125,4%				0,1255	125,5%			

	0,1176	117,6%				0,1227	122,7%			
	0,1154	115,4%				0,1196	119,6%			
Proquinazid	0,1146	114,6%	117%	0,0016	1,41	0,1165	116,5%	120%	0,0056	4,72
	0,1164	116,4%				0,1121	112,1%			
	0,1187	118,7%				0,1268	126,8%			
	0,1183	118,3%				0,1144	114,4%			
	0,1215	121,5%				0,1102	110,2%			
Prosulfocarb	0,121	121,0%	122%	0,0032	2,61	0,109	109,0%	112%	0,0057	5,12
	0,1238	123,8%				0,1061	106,1%			
	0,1268	126,8%				0,1209	120,9%			
	0,1139	113,9%				0,1059	105,9%			
	0,1108	110,8%				0,106	106,0%			
Piracarbolida	0,1117	111,7%	113%	0,0013	1,13	0,1034	103,4%	105%	0,0049	4,65
	0,1126	112,6%				0,0992	99,2%			
	0,1135	113,5%				0,1127	112,7%			
	0,1174	117,4%				0,1042	104,2%			
	0,1171	117,1%				0,1045	104,5%			
Piraclostrobina	0,1136	113,6%	116%	0,0015	1,29	0,103	103,0%	105%	0,0047	4,46
	0,1158	115,8%				0,0993	99,3%			
	0,1162	116,2%				0,1121	112,1%			
	0,1101	110,1%				0,1015	101,5%			
	0,1093	109,3%				0,1	100,0%			
Piridaben	0,1096	109,6%	110%	0,0010	0,92	0,0975	97,5%	99%	0,0045	4,54
	0,11	110,0%				0,0931	93,1%			
	0,1119	111,9%				0,1052	105,2%			
Pirimetanil	0,1111	111,1%	113%	0,0024	2,12	0,1114	111,4%	111%	0,0072	6,48

	0,1116	111,6%				0,1144	114,4%			
	0,1114	111,4%				0,1072	107,2%			
	0,1144	114,4%				0,1014	101,4%			
	0,1166	116,6%				0,1204	120,4%			
	0,1113	111,3%				0,1034	103,4%			
	0,112	112,0%				0,1013	101,3%			
Piriproxifen	0,1115	111,5%	113%	0,0018	1,60	0,0997	99,7%	101%	0,0042	4,15
	0,1123	112,3%				0,0957	95,7%			
	0,1157	115,7%				0,107	107,0%			
	0,1215	121,5%				0,114	114,0%			
	0,1186	118,6%				0,1131	113,1%			
Quinalfos	0,1194	119,4%	122%	0,0027	2,25	0,1097	109,7%	113%	0,0048	4,25
	0,1245	124,5%				0,1073	107,3%			
	0,1244	124,4%				0,1199	119,9%			
	0,1089	108,9%				0,1181	118,1%			
	0,1049	104,9%				0,1155	115,5%			
Quinoclamina	0,1087	108,7%	110%	0,0036	3,32	0,1117	111,7%	115%	0,0027	2,40
	0,1129	112,9%				0,1121	112,1%			
	0,114	114,0%				0,1162	116,2%			
	0,1082	108,2%				0,1054	105,4%			
	0,1079	107,9%				0,1013	101,3%			
Quinoxifeno	0,1085	108,5%	109%	0,0005	0,43	0,098	98,0%	102%	0,0048	4,74
	0,109	109,0%				0,0958	95,8%			
	0,1089	108,9%				0,1072	107,2%			
Rotenona	0,1135	113,5%	116%	0,0019	1,66	0,1134	113,4%	111%	0,0056	5,05
	0,1145	114,5%				0,1133	113,3%			

	0,1179	117,9%				0,1071	107,1%			
	0,1165	116,5%				0,1027	102,7%			
	0,1176	117,6%				0,1165	116,5%			
	0,1195	119,5%				0,1079	107,9%			
	0,118	118,0%				0,1069	106,9%			
Siltiofam	0,1163	116,3%	118%	0,0020	1,67	0,1045	104,5%	107%	0,0048	4,42
	0,1172	117,2%				0,1027	102,7%			
	0,1213	121,3%				0,1151	115,1%			
	0,0678	67,8%				0,0692	69,2%			
	0,0712	71,2%				0,0762	76,2%			
Espinosina A	0,0711	71,1%	71%	0,0023	3,28	0,0661	66,1%	69%	0,0044	6,39
	0,071	71,0%				0,0693	69,3%			
	0,0744	74,4%				0,0648	64,8%			
	0,0687	68,7%				0,0696	69,6%			
	0,0726	72,6%				0,0759	75,9%			
Espinosina D	0,0733	73,3%	72%	0,0024	3,27	0,0662	66,2%	69%	0,0041	5,86
	0,0716	71,6%				0,0695	69,5%			
	0,0751	75,1%				0,0657	65,7%			
	0,11	110,0%				0,1082	108,2%			
	0,1081	108,1%				0,1115	111,5%			
Sulfentrazona	0,1136	113,6%	111%	0,0021	1,89	0,1055	105,5%	110%	0,0041	3,76
	0,1122	112,2%				0,1091	109,1%			
	0,1109	110,9%				0,1165	116,5%			
	0,1133	113,3%				0,1141	114,1%			
Tebuconazol	0,1121	112,1%	113%	0,0013	1,16	0,1137	113,7%	114%	0,0055	4,84
	0,1124	112,4%				0,1129	112,9%			

	0,1124	112,4%				0,1059	105,9%			
	0,1153	115,3%				0,1214	121,4%			
	0,1186	118,6%				0,0976	97,6%			
	0,1155	115,5%				0,1028	102,8%			
Tebufenoxida	0,112	112,0%	114%	0,0043	3,81	0,0957	95,7%	102%	0,0086	8,44
	0,1073	107,3%				0,0983	98,3%			
	0,1157	115,7%				0,117	117,0%			
	0,1124	112,4%				0,1037	103,7%			
	0,1084	108,4%				0,1053	105,3%			
Tebutiuron	0,1124	112,4%	111%	0,0017	1,50	0,1002	100,2%	104%	0,0043	4,19
	0,1118	111,8%				0,099	99,0%			
	0,1113	111,3%				0,1099	109,9%			
	0,1118	111,8%				0,1031	103,1%			
	0,1072	107,2%				0,1014	101,4%			
Tepraloxydim	0,1103	110,3%	112%	0,0033	2,94	0,1028	102,8%	103%	0,0052	5,08
	0,1141	114,1%				0,0972	97,2%			
	0,1156	115,6%				0,1116	111,6%			
	0,1154	115,4%				0,119	119,0%			
	0,1167	116,7%				0,1191	119,1%			
Tetraconazol	0,1132	113,2%	117%	0,0031	2,62	0,1162	116,2%	118%	0,0056	4,77
	0,1195	119,5%				0,1109	110,9%			
	0,1208	120,8%				0,1265	126,5%			
	0,1164	116,4%				0,089	89,0%			
	0,1123	112,3%				0,0919	91,9%			
Tiacloprid	0,1137	113,7%	115%	0,0016	1,42	0,0892	89,2%	89%	0,0040	4,53
	0,1157	115,7%				0,0831	83,1%			

	0,1144	114,4%				0,0938	93,8%			
	0,1047	104,7%				0,0964	96,4%			
	0,1053	105,3%				0,0949	94,9%			
Tiametoxam	0,1041	104,1%	106%	0,0029	2,77	0,0912	91,2%	94%	0,0041	4,34
	0,1044	104,4%				0,0882	88,2%			
	0,1111	111,1%				0,0983	98,3%			
	0,1045	104,5%				0,0959	95,9%			
	0,1054	105,4%				0,0978	97,8%			
Tifensulfurón-metilo	0,107	107,0%	107%	0,0017	1,63	0,092	92,0%	95%	0,0026	2,71
	0,1083	108,3%				0,0937	93,7%			
	0,1084	108,4%				0,0979	97,9%			
	0,1106	110,6%				0,0998	99,8%			
	0,1087	108,7%				0,0999	99,9%			
Tiodicarb	0,109	109,0%	110%	0,0015	1,33	0,0957	95,7%	98%	0,0036	3,69
	0,1095	109,5%				0,0939	93,9%			
	0,1123	112,3%				0,103	103,0%			
	0,1095	109,5%				0,1154	115,4%			
	0,1094	109,4%				0,1131	113,1%			
Tralkoxydim	0,1106	110,6%	110%	0,0011	0,96	0,1094	109,4%	113%	0,0061	5,43
	0,1107	110,7%				0,1048	104,8%			
	0,112	112,0%				0,121	121,0%			
	0,1136	113,6%				0,1166	116,6%			
	0,1122	112,2%				0,1137	113,7%			
Triadimenol	0,1117	111,7%	114%	0,0019	1,69	0,1127	112,7%	115%	0,0062	5,44
	0,114	114,0%				0,1068	106,8%			
	0,1166	116,6%				0,1239	123,9%			

	0,1123	112,3%				0,1049	104,9%			
	0,111	111,0%				0,1052	105,2%			
Triazofos	0,1114	111,4%	112%	0,0017	1,54	0,1035	103,5%	105%	0,0050	4,75
	0,1121	112,1%				0,0992	99,2%			
	0,1154	115,4%				0,113	113,0%			
	0,116	116,0%				0,1147	114,7%			
	0,1147	114,7%				0,1126	112,6%			
Trietazina	0,1157	115,7%	116%	0,0010	0,84	0,1145	114,5%	114%	0,0064	5,58
	0,1162	116,2%				0,1062	106,2%			
	0,1174	117,4%				0,124	124,0%			
	0,114	114,0%				0,1033	103,3%			
	0,1122	112,2%				0,1025	102,5%			
Trifloxistrobina	0,1126	112,6%	114%	0,0013	1,14	0,1014	101,4%	103%	0,0043	4,20
	0,1135	113,5%				0,0969	96,9%			
	0,1155	115,5%				0,1089	108,9%			
	0,1123	112,3%				0,1046	104,6%			
	0,1094	109,4%				0,1028	102,8%			
Triflumizol	0,1102	110,2%	111%	0,0016	1,47	0,1017	101,7%	104%	0,0047	4,53
	0,1111	111,1%				0,0978	97,8%			
	0,1135	113,5%				0,1106	110,6%			
	0,1109	110,9%				0,1082	108,2%			
	0,1091	109,1%				0,1122	112,2%			
Trimetacarb	0,1134	113,4%	112%	0,0017	1,55	0,1059	105,9%	110%	0,0039	3,53
	0,113	113,0%				0,1071	107,1%			
	0,1115	111,5%				0,1152	115,2%			
Uniconazol-P	0,1169	116,9%	118%	0,0013	1,11	0,1206	120,6%	119%	0,0061	5,11

0,1168	116,8%	0,1171	117,1%
0,1181	118,1%	0,1153	115,3%
0,1192	119,2%	0,1119	111,9%
0,1197	119,7%	0,1278	127,8%

Nota. CV: Coeficiente de variación. SD: Desviación estándar

"UNIVERSIDAD NACIONAL DE MOQUEGUA"

VICERRECTORADO DE INVESTIGACIÓN

FORMATO DE AUTORIZACIÓN DE PUBLICACIÓN EN EL REPOSITORIO INSTITUCIONAL UNAM

Formulario de autorización para la publicación electrónica en la página web del Repositorio Institucional de la Universidad Nacional de Moquegua, de conformidad con la Ley N° 30035 Ley que regula el Repositorio Nacional Digital de Ciencia, Tecnología e Innovación de Acceso Abierto y Resolución de Comisión Organizadora N° 041-2022-UNAM que aprueba el Reglamento que regula el Repositorio Institucional Digital de la UNAM.

1. DATOS DEL AUTOR

Nombres y Apellidos : Josue Sadoc Calcina Fuentes
DNI/Carnet de Extranjería/Pasaporte N° : 74621393
Correo electrónico : josue.calcina@gmail.com
Teléfono/Celular : 974431387

2. GRADO, TITULO O ESPECIALIZACIÓN (Marque con una X)

Bachiller	Título Profesional	Magister	Doctor	Segunda Especialidad
	X			

3. TIPO DE PUBLICACIÓN (Marque con una X)

a) Articulo ( )
b) Tesis de pregrado (X)
c) Tesis de Maestría ( )
d) Tesis de Doctorado ( )
e) Monografía ( )
f) Reporte de caso científico o hallazgos ( )
g) Libro ( )
h) Parte de un libro ( )
i) Revisión ( )
j) Conferencia ( )
k) Presentación ( )
l) Artículo preliminar ( )
m) Articulo antes de ser publicado ( )
n) Artículo de prensa ( )
o) Documentos internos ( )
p) Imagen ( )
q) Documentos técnicos ( )
r) Ponencias presentadas en eventos científicos (Jornada, Congreso, Simposio Conferencias, etc.) ( )
s) Informes de suficiencia profesional ( )
t) Patentes producidas por académicos/as ( )

"UNIVERSIDAD NACIONAL DE MOQUEGUA"

VICERRECTORADO DE INVESTIGACIÓN

4. TIPO DE TRABAJO DE INVESTIGACIÓN (Marque con una X)

a) Tesis (X)
b) Trabajo de Investigación ( )
c) Trabajo de suficiencia profesional ( )
d) Trabajo académico ( )

5. DATOS DE LA PUBLICACION

a) Título : DESARROLLO Y VALIDACIÓN DE UN MÉTODO POR UHPLC - MS/MS PARA LA DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PESTICIDAS EN SUELOS AGRÍCOLAS
b) Campo del conocimiento OCDE (Indicar el código de clasificación OCDE de la obra : https://catalogos.concytec.gob.pe/vocabulario/ocde_ford.html) : 1.05.08
c) Fecha de publicación : 26/06/2026

6. DATOS DEL ASESOR:

a) Nombres y Apellidos : FRANZ ZIRENA VILCA
b) DNI/Pasaporte/Cédula : 01341834
c) ORCID : 0000-0002-4534-0733

FIRMA : 

DOCUMENTO DE IDENTIDAD : 74621393
NOMBRES Y APELLIDOS : Josue Sadoc Calcina Fuentes

"UNIVERSIDAD NACIONAL DE MOQUEGUA"

VICERRECTORADO DE INVESTIGACIÓN

LICENCIAS

Licencia Estándar

Bajo los siguientes términos, autorizo el depósito de mi trabajo de investigación en el Repositorio Institucional Digital de la UNAM.

Con la autorización de depósito da mi trabajo de investigación, otorgo a la Universidad Nacional de Moquegua, una Licencia No Exclusiva para reproducir. distribuir, comunicar al público, transformar (únicamente mediante su traducción a otros idiomas) y poner a disposición del público mi trabajo de investigación (incluido el resumen), en formato físico o digital, en cualquier medio, conocido o por conocerse, a través de los diversos servicios provistos por la Universidad, creados o por crearse, tales como el Repositorio Institucional Digital de la UNAM, Colección de Tesis, entre otros, en el Perú y en el extranjero, por el tiempo y veces que considere necesarias, y libre de remuneraciones.

En virtud de dicha Licencia, la UNIVERSIDAD NACIONAL DE MOQUEGUA, podrá reproducir mi trabajo de investigación en cualquier tipo de soporte y en más de un ejemplar, sin modificar su contenido, solo con los propósitos de seguridad, respaldo y preservación.

Declaro que el trabajo de investigación es una creación de mi autoría y exclusiva titularidad, o coautoría con titularidad compartida, y me encuentro facultado a conceder la presente licencia y, asimismo, garantizo que dicho trabajo de investigación no infringe derechos de autor de terceras personas.

La UNIVERSIDAD NACIONAL DE MOQUEGUA consignara el nombre del/los autor/es del trabajo de investigación, y no le hará ninguna modificación más de la permitida en la presente licencia.

Autorizo el depósito (marque con una X).

(X) **SI autorizo que se deposite inmediatamente.**

FIRMA : .....

DOCUMENTO DE IDENTIDAD : 74621393

NOMBRES Y APELLIDOS : Josue Sadoc Calcina Fuentes

FECHA : 20 de agosto del 2026



DECLARACIÓN JURADA DE ORIGINALIDAD DE TRABAJO DE INVESTIGACIÓN / TESIS / TRABAJO DE SUFICIENCIA PROFESIONAL

Yo, JOSUE SADOC CALCINA FUENTES,
bachiller de la Escuela Profesional de: INGENIGRÍA AMBIENTAL,
de la Universidad Nacional de Moquegua, identificado(a) con DNI Nº 74621393, autor(a) del Trabajo de Investigación / Tesis / Trabajo de suficiencia profesional, denominado:
DESARROLLO Y VALIDACIÓN DE UN MÉTODO POR UHPLC - MS/MS PARA LA DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PESTICIDAS EN SUELOS AGRÍCOLAS

Declaro bajo juramento que:

1. El trabajo de investigación es auténtico, siendo resultado de mi trabajo personal, que no se ha copiado, que no se ha utilizado ideas, formulaciones, citas integrales e ilustraciones diversas, sacadas de cualquier tesis, obra, artículo, memoria, etc., (en versión digital o impresa), sin mencionar de forma clara y exacta su origen o autor, tanto en el cuerpo del texto, figuras, cuadros, tablas u otros que tengan derechos de autor. Por tanto, el trabajo de investigación no ha sido plagiado total ni parcialmente.
2. El trabajo de investigación no ha sido autoplagiada, es decir, no ha sido publicada ni presentada anteriormente para obtener algún grado académico previo o título profesional.
3. Los datos presentados en los resultados son reales, no han sido falseados, ni duplicados, ni copiados y por tanto los resultados que se presentan en el trabajo de investigación constituirán aporte a la realidad investigada.

Soy consciente de que, el hecho de no respetar los derechos de autor y hacer plagio, es objeto de sanciones universitarias y/o legales, por lo que asumo cualquier responsabilidad que pudiera derivarse de irregularidades en el trabajo de investigación, así como de los derechos sobre la obra presentada.

Moquegua, 20 de agosto del 2026



Huella digital

Nombres y Apellidos: JOSUE CALCINA FUENTES
DNI: 74621393

Firmado digitalmente por ZIRENA VILCA Franz FAU 20449347448 soft
Motivo: Soy el autor del documento
Fecha: 27.08.2026 09:35:02 -05:00

JOSUE SADOC CALCINA FUENTES

tesis

PROYECTOS DE TESIS

tesis

Universidad Nacional de Moquegua

Detalles del documento

Identificador de la entrega
trn:oid:::1:3634484415

Fecha de entrega
27 ago 2026, 9:31 a.m. GMT-5

Fecha de descarga
27 ago 2026, 9:34 a.m. GMT-5

Nombre del archivo
ESARROLLO_Y_VALIDACI_N_DE_UN_M_TODO_JOSUE_CALCINA_FUENTES_2.pdf

Tamaño del archivo
3.7 MB

161 páginas

34.002 palabras

158.108 caracteres

9% Similitud general

El total combinado de todas las coincidencias, incluidas las fuentes superpuestas, para ca...

Fuentes principales

8% Fuentes de Internet
3% Publicaciones
2% Trabajos entregados (trabajos del estudiante)

Marcas de integridad

N.º de alertas de integridad para revisión

No se han detectado manipulaciones de texto sospechosas.

Los algoritmos de nuestro sistema analizan un documento en profundidad para buscar inconsistencias que permitirían distinguirlo de una entrega normal. Si advertimos algo extraño, lo marcamos como una alerta para que pueda revisarlo.

Una marca de alerta no es necesariamente un indicador de problemas. Sin embargo, recomendamos que preste atención y la revise.

Fuentes principales

8% Fuentes de Internet
3% Publicaciones
2% Trabajos entregados (trabajos del estudiante)

Fuentes principales

Las fuentes con el mayor número de coincidencias dentro de la entrega. Las fuentes superpuestas no se mostrarán.

1 Internet
hdl.handle.net 1%

2 Internet
repositorio.unjbg.edu.pe <1%

3 Internet
repositorio.unam.edu.pe <1%

4 Internet
repositorio.unal.edu.co <1%

5 Internet
www.campustudionline.com <1%

6 Internet
cai2026.es <1%

7 Internet
oai.e-spacio.uned.es <1%

8 Internet
www.coursehero.com <1%

9 Internet
core.ac.uk <1%

10 Internet
tesisenred.net <1%

11 Trabajos del estudiante
Unidad Publicaciones <1%

12	Internet	
bdigital.unal.edu.co		<1%
13	Internet	
www.slideshare.net		<1%
14	Internet	
riaa.uaem.mx:8080		<1%
15	Internet	
MARTA GALLEGO IBÁÑEZ. "PÉPTIDOS GENERADOS EN JAMÓN CURADO COMO MA...		<1%
16	Publicación	
Pedro José Navarro Gázquez. "Desarrollo de nuevos electrodos basados en nanoe...		<1%
17	Internet	
issuu.com		<1%
18	Internet	
patents.google.com		<1%
19	Internet	
revistas.unfv.edu.pe		<1%
20	Internet	
idoc.pub		<1%
21	Publicación	
Ravelo Perez, Lidia Maria. "Metodologias analiticas alternativas para la determin...		<1%
22	Trabajos del estudiante	
urjc		<1%
23	Trabajos del estudiante	
Universidad ISA		<1%
24	Trabajos del estudiante	
Universitat Autonoma de Barcelona		<1%
25	Trabajos del estudiante	
Universidad Continental		<1%

26 Internet
digibug.ugr.es <1%

27 Internet
es.slideshare.net <1%

28 Internet
fcf.unse.edu.ar <1%

29 Trabajos del estudiante
Desarrollo Educativo S.A. Instituto Toulouse Lautrec <1%

30 Internet
repositorio.unap.edu.pe <1%

31 Internet
www.notijenck.com.ar <1%

32 Internet
www.tdx.cat <1%

33 Internet
eprints.ucm.es <1%

34 Internet
www.researchgate.net <1%

35 Trabajos del estudiante
Universidad Nacional de Moquegua <1%

36 Trabajos del estudiante
Universidad Politecnica Salesiana del Ecuador <1%

37 Internet
dokumen.pub <1%

38 Publicación
Asensio Ramos, Maria del Cristo. "Nuevos Procedimientos de Extraccion Y Deter... <1%

39 Publicación
Júlia Soares Melo. "Exposição fetal a drogas de abuso: estudo comparativo entre ... <1%

40 Trabajos del estudiante
Universidad Anahuac México Sur <1%

41 Internet
creativecommons.org <1%

42 Internet
gredos.usal.es <1%

43 Internet
repositorio.uct.edu.pe <1%

44 Publicación
Espinoza Tituana, Lupe Carolina. "Estrategias terapéuticas basadas en micro y na... <1%

45 Internet
repositorio.ual.es <1%

46 Internet
repositorio.uchile.cl <1%

47 Internet
seqa.es <1%

48 Trabajos del estudiante
Universidad de Sevilla <1%

49 Internet
idus.us.es <1%

50 Internet
udes.edu.co <1%

51 Internet
repositorio.unah.edu.pe <1%

52 Trabajos del estudiante
Escuela Superior Politécnica del Litoral <1%

53 Internet
intekgroup.com.co <1%

54 Internet
lume.ufrgs.br <1%

55 Internet
repositorio.unfv.edu.pe <1%

56 Internet
www.secyta.es <1%

57 Trabajos del estudiante
Universidad de San Buenaventura <1%

58 Internet
id.scribd.com <1%

59 Internet
repositorio.ucsm.edu.pe <1%

60 Internet
tesis.usat.edu.pe <1%

61 Internet
www.cej-mjusticia.es <1%

62 Publicación
María Gabriela Albán, Clara Elena Villacrés Poveda, Diego Geovanny Rodriguez Or... <1%

63 Internet
aphisweb.aphis.usda.gov <1%

64 Internet
news.un.org <1%

65 Internet
riubu.ubu.es <1%

66 Internet
www.galaexportec.com <1%

67 Internet
www.scholarsresearchlibrary.com <1%

68 Trabajos del estudiante
Politécnico Colombiano Jaime Isaza Cadavid <1%

69 Trabajos del estudiante
Universidad de Almeria <1%

70 Internet
api.index-360.com <1%

71 Internet
bffrepositorio.unal.edu.co <1%

72 Publicación
da Silva, Marta Sofia Dores. "Polycyclic Aromatic Hydrocarbons Analysis by Aceto... <1%

73 Internet
mulpix.com <1%

74 Internet
prezi.com <1%

75 Internet
repositorio.esup.edu.pe <1%

76 Internet
riunet.upv.es <1%

77 Internet
www.edomex.gob.mx <1%

78 Internet
www.rlc.fao.org <1%

79 Internet
www.uma.es <1%

80 Internet
yeswelab.fr <1%

81 Publicación
Fuentes Lemus, Eduardo Felipe. "Oxidacion De caseinas Inducida Por Radicales P... <1%

82	Publicación	
Mary Luz Gallego-Díez, Mauricio Andrés Correa-Ochoa, Julio César Saldarriaga-Mo...		<1%
83	Publicación	
R. M. Uresti-Marín, R. Santiago-Adame, N. E. Díaz-Moroles, J. Gutiérrez-Lozano, M. ...		<1%
84	Internet	
documents.mx		<1%
85	Internet	
dspace.cuni.cz		<1%
86	Internet	
elar.tsatu.edu.ua		<1%
87	Internet	
eprints.whiterose.ac.uk		<1%
88	Internet	
mail.ues.edu.sv		<1%
89	Internet	
repositorio.untumbes.edu.pe		<1%
90	Internet	
tdx.cat		<1%
91	Internet	
www.agrariamanresa.org		<1%
92	Internet	
www.marshall.org		<1%
93	Internet	
www.mysciencework.com		<1%
94	Internet	
www.scielo.br		<1%
95	Internet	
www.smuhta.org		<1%

96 Publicación
Franco Antonio Rocha-Díaz, María Adela Monreal-Gómez, Erik Coria-Monter, Davi... <1%

97 Publicación
Javier Gerardo Zuzunaga Rosas. "Evaluación del producto bioestimulante BALOX ... <1%

98 Publicación
Rocío García Aboal. "Propiedades optoelectrónicas en perovskitas halogenadas y ... <1%

99 Trabajos del estudiante
Universidad TecMilenio <1%

100 Internet
alicia.concytec.gob.pe <1%

101 Internet
api.jenck.com <1%

102 Internet
assets.zyrosite.com <1%

103 Internet
bibliotecadigital.udea.edu.co <1%

104 Internet
catalogoeditorial.udlap.mx <1%

105 Internet
es.wikipedia.org <1%

106 Internet
mithrasext.azdelta.be <1%

107 Internet
pdffox.com <1%

108 Internet
pinpdf.com <1%

109 Internet
riull.ull.es <1%

110 Internet
www.actaodontologica.com <1%

111 Internet
www.astrazeneca.es <1%

112 Internet
www.grafiati.com <1%

113 Internet
www.investigarmqr.com <1%

114 Internet
www.studocu.com <1%

115 Publicación
Ana Paula Ferreirade Souza, Mateus Henrique Petrarca, Patrícia Aparecida de Ca... <1%

116 Publicación
Bériot, Nicolas. "Plastic Mulch and Pesticide Residues in Intensive Agriculture", W... <1%

117 Internet
tesis.ucsm.edu.pe <1%

RESOLUCIÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO
N° 712-2026-CU

Moquegua, 14 de octubre de 2026

VISTOS:

La Resolución de Consejo de Facultad N° 523-2026-CF-FAIN-UNAM, de la Facultad de Ingenierías; el Informe N° D0547-2026-UNAM-R-FAIN, emitido por la Decana de la Facultad de Ingenierías; el Informe Técnico N° D0157-2026-UNAM-SG-GT, emitido por la Especialista Administrativo II de Grados y Títulos; el Informe N° D0537-2026-UNAM-R-SG, emitido por el Secretario General de la UNAM; el Proveído N° 5190-2026-R, emitido por el señor Rector; el Acuerdo del Pleno del Consejo Universitario de Sesión Extraordinaria N° 40-2026-SE-CU-UNAM, de fecha 14 de octubre de 2026; y,

CONSIDERANDO:

Que, conforme al 4.° párrafo del artículo 18 de la Constitución Política del Perú, dispone que cada universidad es autónoma en su régimen normativo, de gobierno, académico, administrativo y económico. Y el artículo 8 de la Ley N° 30220-Ley Universitaria, establece que la referida autonomía inherente a las universidades se ejerce de conformidad con la Constitución y demás normativa aplicable. Concordante con el artículo 1 de la Ley N° 31520, Ley que establece la autonomía y la institucionalidad de las universidades peruanas, así como la Ley N° 32141, Ley que modifica la Ley N° 30220-Ley Universitaria, a fin de fortalecer la institucionalidad de las universidades públicas licenciadas;

Que, el numeral 59.14 del artículo 59 de la Ley N° 30220-Ley Universitaria, establece como una de las atribuciones del Consejo Universitario la de conocer y resolver todos los demás asuntos que no estén encomendados a otras autoridades universitarias, en concordancia con el numeral 28 del artículo 20 del Estatuto de la Universidad Nacional de Moquegua;

Que, el artículo 59 de la Ley Universitaria-Ley N° 30220, establece las atribuciones del Consejo Universitario, y específicamente el numeral 59.9 establece; Conferir los grados académicos y los títulos profesionales aprobados por las Facultades y Escuela de Posgrado, así como otorgar distinciones honoríficas y reconocer y revalidar los estudios, grados y títulos de universidades extranjeras, cuando la universidad está autorizada por la Superintendencia Nacional de Educación Superior Universitaria. Concordante con el numeral 14, del artículo 20° del Estatuto de la Universidad Nacional de Moquegua;

Que, mediante Resolución de Asamblea Universitaria N° 006-2026-AU, de fecha 20 de abril de 2026, se aprobó la incorporación de la Disposición Transitoria N° 22 al Estatuto de la Universidad Nacional de Moquegua, referida a la excepción para la emisión de los grados académicos de bachiller y títulos profesionales consignando la denominación de "Facultad de Ingeniería y Arquitectura";

Que, mediante la Resolución de Consejo de Facultad N° 523-2026-CF-FAIN-UNAM, de fecha 23 de setiembre de 2026, el Consejo de Facultad de Ingenierías aprobó el otorgamiento del Título Profesional de Ingeniero Ambiental, por la modalidad de Tesis, a cuatro (4) Bachilleres de la Escuela Profesional de Ingeniería Ambiental de la Facultad de Ingeniería y Arquitectura de la Universidad Nacional de Moquegua, de acuerdo al siguiente detalle: CALCINA FUENTES JOSUE SADOC, MIO CESPEDES WENDY SABRINA, ARI ACERO MAYRA PIERINA y QUISPE CHAMBILLA STRAKER BERLING;

Que, mediante Informe N° D0547-2026-UNAM-R-FAIN, de fecha 28 de setiembre de 2026, la Decana de la Facultad de Ingenierías remite a Secretaría General la Resolución de Consejo de Facultad N° 523-2026-CF-FAIN-UNAM, de fecha 23 de setiembre de 2026;

Que, mediante Informe Técnico N° D0157-2026-UNAM-SG-GT de fecha 01 de octubre de 2026, e Informe N° D0537-2026-UNAM-R-SG de fecha 02 de octubre de 2026, el Secretario General de la UNAM remite al Rectorado los expedientes para el trámite de Título Profesional de Ingeniero Ambiental a favor de los Bachilleres: CALCINA FUENTES JOSUE SADOC, MIO CESPEDES WENDY SABRINA, ARI ACERO MAYRA PIERINA y QUISPE CHAMBILLA STRAKER BERLING, de la Escuela Profesional de Ingeniería Ambiental, quienes se encuentran aptos para la expedición del Título Profesional de Ingeniero Ambiental, al haber cumplido satisfactoriamente con los requisitos legales y reglamentarios exigidos en el Reglamento de Grados y Títulos de la Universidad Nacional de Moquegua, razón por la cual, el señor Secretario General incluye dichos expedientes como punto de agenda para ser tratado en Sesión Extraordinaria de Consejo Universitario de fecha 14 de octubre de 2026;

Que, el artículo 44° de la Ley N° 30220, Ley Universitaria señala que las universidades otorgan los grados académicos de Bachiller, Maestro, Doctor y los Títulos Profesionales que correspondan, a nombre de la Nación (...). Asimismo, la Ley N° 31803, modifica el artículo en mención adicionando; La Superintendencia Nacional de Educación

Domicilio Legal: Prolongación Av., Ancash S/N - Moquegua
RUC: 20449347448 - Teléfono: (053) 670168
Página Web: www.unam.edu.pe

RESOLUCIÓN DE CONSEJO UNIVERSITARIO
N° 712-2026-CU

Moquegua, 14 de octubre de 2026

Superior Universitaria (SUNEDU) determina los criterios, así como establece y supervisa el procedimiento administrativo para el reconocimiento de grados y títulos otorgados en el extranjero, en el marco de la normativa vigente;

Que, el numeral 45.2 del artículo 45° de la Ley N° 30220, Ley Universitaria, precisa los requisitos mínimos para la obtención del título profesional, como son: el grado de Bachiller y la aprobación de una tesis o trabajo de suficiencia profesional. Asimismo, establece que el título profesional solo se puede obtener en la universidad en la cual se haya obtenido el grado de bachiller;

Que, mediante Resolución de Comisión Organizadora N° 1153-2021-UNAM, se aprobó el Reglamento de Grados y Títulos de la Universidad Nacional de Moquegua, modificado mediante las Resoluciones de Comisión Organizadora N° 410, 453 y 890-2022, N° 880-2023-UNAM y N° 081 y 484-2024-UNAM; dicho Reglamento establece los requisitos y regula los procedimientos para la obtención de los grados académicos y títulos profesionales que confiere esta Casa Superior de Estudios;

Que, bajo el amparo de los considerandos precedentes, el Pleno del Consejo Universitario en Sesión Extraordinaria N° 40-2026-SE-CU-UNAM, de fecha 14 de octubre de 2026, emitió el siguiente acuerdo, POR UNANIMIDAD: CONFERIR, a nombre de la Nación el Título Profesional de Ingeniero Ambiental por la modalidad de Tesis a los Bachilleres: CALCINA FUENTES JOSUE SADOC, MIO CESPEDES WENDY SABRINA, ARI ACERO MAYRA PIERINA y QUISPE CHAMBILLA STRAKER BERLING, de la Escuela Profesional de Ingeniería Ambiental, de la Facultad de Ingeniería y Arquitectura de la Universidad Nacional de Moquegua;

En uso de las facultades y atribuciones conferidas por el artículo 18 de la Constitución Política del Perú, la Ley N° 30220 Ley Universitaria, el Estatuto de la Universidad Nacional de Moquegua, y a lo acordado por el pleno del Consejo Universitario;

SE RESUELVE:

ARTÍCULO 1°: CONFERIR A NOMBRE DE LA NACIÓN, a los Bachilleres:

- **CALCINA FUENTES JOSUE SADOC**
- **MIO CESPEDES WENDY SABRINA**
- **ARI ACERO MAYRA PIERINA**
- **QUISPE CHAMBILLA STRAKER BERLING**

El **TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERO AMBIENTAL,** por la modalidad de TESIS, de la Escuela Profesional de Ingeniería Ambiental, de la Facultad de Ingeniería y Arquitectura de la Universidad Nacional de Moquegua.

ARTÍCULO 2°: ENCARGAR al Secretario General de la UNAM realizar las acciones pertinentes relacionadas con la inscripción correspondiente en el Registro Nacional de Grados y Títulos de la Superintendencia Nacional de Educación Superior Universitaria - SUNEDU.

ARTÍCULO 3°: DISPONER el cumplimiento de la presente Resolución a todas las dependencias de la Universidad Nacional de Moquegua.

ARTÍCULO 4°: DISPONER la publicación de la presente resolución en el Portal Institucional de la Universidad Nacional de Moquegua (www.unam.edu.pe).

REGÍSTRESE, PUBLÍQUESE Y CÚMPLASE.

UNIVERSIDAD NACIONAL DE MOQUEGUA SECRETARIA GENERAL

MTRO. JOSE LUIS PACHECO CACERES
SECRETARIO GENERAL

UNIVERSIDAD NACIONAL DE MOQUEGUA CONSEJO UNIVERSITARIO

DR. HUGO RUBEN MARCA MAQUERA
RECTOR
PRESIDENTE DEL CONSEJO UNIVERSITARIO

DISTRIBUCIÓN: VRA, VRI, FAIN, EPIAM, OIT, DASA, OTI, Interesados, C.c. Arch. // SVR

Domicilio Legal: Prolongación Av., Ancash S/N - Moquegua
RUC: 20449347448 - Teléfono: (053) 670168
Página Web: www.unam.edu.pe