

UNIVERSIDAD NACIONAL MAYOR DE SAN MARCOS

FACULTAD DE FARMACIA Y BIOQUÍMICA

E.A.P. DE FARMACIA Y BIOQUÍMICA

**Adaptación de la Metodología Analítica para la
determinación de residuos de plaguicidas en frutas
nativas de exportación mediante Uplc-Ms/Ms**

TESIS

Para optar al Título Profesional de Químico Farmacéutico

AUTOR

Celia Bertha Vargas de la Cruz

ASESOR

Jesús Lizano Gutiérrez

Ernesto Ávalos Cordero

Lima – Perú

2012

AGRADECIMIENTOS:

Doy gracias a dios y a mis padres SILOS VARGAS y ESTELITA DE LA CRUZ Por su apoyo, confianza y consejos, quienes con su dedicación y sacrificio hicieron posible la culminación de mis estudios. De manera muy especial a ti mamá, que a pesar de las dificultades, me enseñastes a luchar y salir adelante, les dedico con todo mi amor este trabajo. Siempre los llevo en mi corazón.

A mi hermanita, SANDY, por su apoyo constante y a DANIEL, una persona muy especial en mi vida , que me ha brindado su apoyo incondicional y estímulo a la superación y progreso para lograr las mejores metas.

A mi asesor, JESÚS LIZANO GUTIÉRREZ, y a mi coasesor, ERNESTO ÁVALOS CORDERO, por toda la paciencia y sus apoyos incondicionales durante todo el proceso.

Al Mg. Luis Alberto López Ávila, por su ardua dedicación y por haberme permitido realizar este estudio en el Instituto de Medicina Legal (Morgue Central de Lima).

A mi querido laboratorio CENTRO CONTROL ANALITICO CENPROFARMA, lugar donde obtuve experiencias hoy plasmadas en este presente trabajo.

A mi querida Facultad Farmacia y Bioquímica UNMSM, por su confianza y apoyo económico, para la realización del presente trabajo de investigación.

A mis amigos, gracias.

RESUMEN

Se investigó el potencial analítico y la aplicabilidad del acoplamiento instrumental en cromatografía líquida de ultra eficiencia-espectrometría de masas en tándem con analizador de doble cuadrupolo (UPLC-MS/MS), para el desarrollo, optimización y adaptación para determinación de pesticidas carbámicos y organofosforados en muestras de frutas como camu-camu, chirimoya y lúcuma que poseen interés de exportación. Para ello, se han seleccionado compuestos cuya determinación analítica presentan dificultades, bien por su elevada polaridad o por problemas en su ionización, así como contaminantes prioritarios desde el punto de vista medioambiental. Toda la metodología y su optimización analítica incluida en el trabajo de investigación se ha desarrollado teniendo en cuenta la legislación europea y americana vigentes, tanto en lo relativo a la sensibilidad requerida en los métodos analíticos según los niveles máximos de residuos permitidos, como a los parámetros de calidad relacionados con la instrumentación analítica y los métodos empleados. En consecuencia, los resultados que se presentan pueden ser considerados satisfactorios y fiables, desde el punto de vista cuantitativo y cualitativo, lo que sería un aporte a la normatividad de nuestro país. La excelente sensibilidad y selectividad alcanzadas, así como la rapidez y robustez de los métodos desarrollados y optimizados hace factible su aplicación en análisis rutinarios de muestras. En cuanto a la metodología multirresidual, para carbámicos y organofosforados en el presente trabajo se propone una aproximación, basada en una preconcentración SPE “extracción en fase sólida” previa a la determinación por UPLC-MS/MS, para la determinación de pesticidas carbámicos (Aldicarb, Carbofurano, Carbaryl, Metomilo y Propoxur) y organofosforados (Malatión, Paratión y Metamidofos), ampliamente usados en nuestro país. La inyección directa de la muestra en presencia de ácido fórmico en la fase móvil y la aplicación del sistema de preconcentración SPE, previa extracción por el procedimiento de extracción en matrices complejas , lo que permite la retención satisfactoria de compuestos básicos o ácidos, respectivamente, consiguiendo de este modo un elevado grado de multirresidualidad. Mediante la adquisición de dos transiciones SRM por compuesto se puede cuantificar y confirmar diversos pesticidas, mayoritariamente polares y algunos medianamente polares, al nivel del límite de

cuantificación (LOQ) objetivo (0.025 µg/L). Además, la elevada sensibilidad de los métodos desarrollados da lugar a límites de detección (LOD) inferiores a 0.005 µg/L en la mayoría de los casos. El desarrollo y la optimización se llevó a cabo a dos niveles de fortificación para pesticidas carbámicos y organofosforados (5 y 40 µg/L), obteniendo recuperaciones entre 70 y 110%.

Palabras clave: *UPLC-MS/MS, Pesticidas carbámicos y Organofosforados, QuEChERS, SPE, Adaptación, desarrollo y optimización de la metodología analítica.*

SUMMARY

In this work we investigate the analytical potential and applicability of the coupling instrumental in efficiency ultra performance liquid chromatography-mass spectrometry in tandem with double quadrupole analyzer (UPLC-MS/MS) for the development, optimization and adaptation for the determination of pesticides, carbamates and organophosphates in fruit samples as camu-camu, chirimoya and lucuma that have export interest. We selected compounds that present difficulties in their analytical determination either for their high polarity or problems in their ionization and priority pollutants from the environmental viewpoint. All analytical optimization methodology and included in the work has been developed taking into account European law, both in American force on the sensitivity required in analytical methods based on maximum residue levels allowed, as quality parameters related with analytical instrumentation and methods. Consequently, the results presented can be considered satisfactory and reliable, from a quantitative and qualitative contributing to its regulations in our country. The excellent sensitivity and selectivity achieved, and the speed and robustness of the methods developed and optimized makes possible its application in routine analysis of samples.

In terms of methodology multiresidual to carbamates and organophosphates in the work proposes an approach based on a preconcentration SPE "solid phase extraction" pre-determination UPLC-MS/MS for the determination of carbamate pesticides (Aldicarb, Carbofuran, Carbaryl, Methomyl and Propoxur) and organophosphates (malathion, parathion and methamidophos) widely used in our country. Direct injection of the sample in the presence of formic acid in mobile phase and the implementation of the SPE preconcentration system after extraction by the extraction procedure in complex matrices with a robust, fast, easy, cheap, effective and safe (QuEChERS), allowing satisfactory retention of basic compounds or acids, respectively, thereby achieving a high degree of multiresidualidad. Through the acquisition of two SRM transitions per compound can be quantified and confirm various pesticides, mostly moderately polar and some polar, the level of the limit of quantitation (LOQ) objective (0.025 mg / L). Furthermore, the high sensitivity of the methods

developed resulting in limits of detection (LOD) of less than 0,005 ug / L in most cases. The development and optimization was carried out at two levels of fortification for carbamate and organophosphate pesticides (25 and 10 ug / L), obtaining recoveries between 70 and 110%.

Keywords: *UPLC-MS/MS, carbamate and organophosphate pesticides, QuEChERS, SPE, Adaptation, Development and Optimization of Analytical Methodology.*

ABREVIATURAS

AOAC	Association Official Analytical Chemists
APCI	Atmospheric Pressure Chemical Ionization
API	Atmospheric Pressure Ionization
APLI	Atmospheric Pressure Laser Ionization
APPI	Atmospheric Pressure Photoionization
ARP	Análisis de Residuos de Plaguicidas
CID	Collision-Induced Dissociation
ESI	Electrospray Ionization
ECD	Electron Capture Dissociation
EM	Efecto Matriz
FAO	Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y Agricultura
FD	Fluorescence Detector
FDA	Food and Drug Administration
GC	Gas Chromatography
GC-MS	Gas Chromatography Mass Spectrometry
IDA	Ingesta Diaria Admisible
LC	Liquid Chromatography
LC-MS	Liquid Chromatography Mass Spectrometry
LC-MS/MS	Liquid Chromatography Tandem Mass Spectrometry
LC-QqQ	Liquid Chromatography Doble Quadrupole
LLE	Liquid-Liquid Extraction
LMR	Maximum residue limit
LOD	Limit of Detection
LOQ	Limit of Quantification
MCP	MicroChannel Plate
MMR	Método Multirresidual
MS	Mass Spectrometry
MSPD	Matrix Solid-Phase Dispersion

m/z	Mass/Charge ratio
NPD	Nitrogen Phosphorous Detector
OCs	Organochlorate Compounds
OMS	Organización Mundial de la Salud
PCBs	Polychlorinated Biphenyl Compounds
PLE	Pressurized-Liquid Extraction
PSA	Primary and Secondary Amine
Q	Single Quadrupole
QIT	Quadrupole Ion Trap
QqQ	Doble Quadrupole
QuEChERS	Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe Extraction Method
RPLC	Reversed-Phase Liquid Chromatography
RSD	Relative Standard Deviation
SBSE	Stir-Bar Sorptive Extraction
SFE	Supercritical-Fluid Extraction
SHWE	Super-Heated Water Extraction
SIM	Single Ion Monitoring
S/N	Signal/Noise Ratio
SPE	Solid Phase Extraction
SPME	Solid-Phase Microextraction
SRM	Selected Reaction Monitoring
SSI	Sonic Spray Ionization
TSP	Termospray Interface
UPLC MS/MS	Ultra-Pressure Liquid Chromatography Tandem Mass Spectrometry

ÍNDICE

Resumen

Summary

I.	INTRODUCCIÓN.....	1
II.	GENERALIDADES.....	3
2.1.	Determinación de residuos de plaguicidas en muestras de frutas.....	6
2.2.	Metodología analítica para el tratamiento de muestras de rutas.....	7
2.2.1.	Extracción con solventes.....	7
2.2.2.	Extracción instrumental con solventes.....	7
2.2.3.	Tratamiento de la muestra mediante adsorción en superficies sólidas.....	8
2.2.3.1.	Analito.....	15
2.2.3.2.	Matriz.....	16
2.2.3.3.	Aplicación de la extracción en fase sólida.....	17
2.3.	Cromatografía líquida (LC).....	18
2.3.1.	Cromatografía líquida en fase reversa.....	19
2.3.2.	Nuevas Aportaciones en el campo de la cromatografía líquida:UPLC	20
2.3.3.	Cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masa en Tándem (doble cuadrupolo) UPLC-MS/MS.....	21
2.4.	Cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas (LC-MS).....	22
2.4.1.	Modos de ionización: interfaces de ionización a presión atmosférica.....	23
2.4.1.1.	Ionización por Termospray (TSP).....	24

2.4.1.2. Ionización por Electrospray (ESI).....	25
2.4.1.3. Ionización química a presión atmosférica (APCI).....	26
2.4.1.4. Fotoionización a presión atmosférica (APPI).....	27
2.4.2. Analizadores de espectrometría de masas.....	28
2.4.2.1. Analizador cuadrupolo (Q).....	29
2.4.3. Espectrometría de masas en Tándem (MS/MS): modos de adquisición.....	30
2.4.3.1. Barrido de todos los iones (Full scan).....	31
2.4.3.2. Adquisición de un ion seleccionado (Single Ion Monitoring, SIM).....	31
2.4.3.3. Barrido de Iones Producto (Productos Ion Scan).....	32
2.4.3.4. Adquisición de la reacción relacionada (Selected Reaction Monitoring SRM).....	32
2.4.3.5. Barrido de iones precursores (Precursor Ion Scan).....	33
2.4.3.6. Barrido de pérdidas neutras (Neutral Loss Scan)	34
2.5. Campos de aplicación del UPLC-MS/MS.....	35

III. PARTE EXPERIMENTAL

3.1. Equipos, Materiales y Reactivos.....	36
3.2. Estándares de referencias.....	38
3.2.1. Carbámicos	38
3.2.2. Organofosforados.....	39
3.3. Desarrollo y Adaptación del método analítico.....	39
A. Elección del tipo de cromatografía líquida a utilizar.....	39
B. Optimización de las condiciones de MS/MS.....	39
C. Elección de la fase móvil y fase estacionaria.....	40

3.4. Metodología de trabajo.....	41
3.4.1. Procedimiento de trabajo.....	41
3.4.2. Preparación de la fase móvil.....	43
3.4.3. Preparación de la Muestra Fortificada a 5ppb y 40ppb.....	44
3.4.3.1.Procedimiento de extracción y limpieza de muestras de Camu camu, chirimoya y lúcuma.....	45
A. Método de extracción en fase sólida.....	46
B. Método de QueChERS.....	46
IV. RESULTADOS.....	47
V. DISCUSIÓN.....	200
VI. CONCLUSIONES.....	203
VII. REFERENCIAS BIBLIOGRAFÍA.....	204
VIII. ANEXOS.....	205

OBJETIVO GENERAL

Adaptar la metodología analítica para la determinación de residuos de plaguicidas en frutas nativas de exportación mediante UPLC-MS/MS.

OBJETIVOS ESPECIFICOS

1. Adaptar métodos de análisis a partir de técnicas analíticas avanzadas de gran sensibilidad y especificidad.
2. Aplicar etapas de preconcentración de los analitos basadas en la extracción en fase sólida, preferentemente.
3. Aplicar el UPLC MS-MS para mejorar los parámetros cromatográficos y reducir el tiempo de análisis.
4. Estudiar del efecto de la matriz de las muestras.
5. Aplicar los métodos adaptados a muestras de frutas nativas y otros.

I. INTRODUCCIÓN

La Comisión del Codex Alimentarius es la estructura internacional, creada en 1963 por la Organización Mundial de la Salud (OMS) y la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y Agricultura (FAO), que controla y regula entre otras cuestiones la relacionada con la política internacional de la seguridad de los alimentos para proteger la salud de los consumidores. Los miembros de la Comisión del Codex Alimentarius, colaboran en el establecimiento de las normas de seguridad alimentaria que sirven de referencia al comercio de alimentos a nivel internacional. Uno de los principales objetivos de la legislación internacional y peruana es proteger la seguridad de los alimentos derivados de vegetales y garantizar la salud y la calidad de los cultivos en todo el país y el mundo, así como regular el comercio de productos vegetales y frutales tanto en el interior del país como en las importaciones de otros países.

Desde el punto de vista analítico, supone un reto alcanzar los niveles de detección esperados a consecuencia de los cada vez mas restrictivos LMR establecidos, además de la complejidad de las matrices de origen alimentario. Por lo que es imprescindible desarrollar métodos de análisis a partir de técnicas analíticas avanzadas de gran sensibilidad y especificidad. En ese sentido, en las ultimas décadas se ha aprovechado el gran potencial del uso del acoplamiento cromatografía-espectrometría de masas, permitiendo reducir el tratamiento de muestra, minimizando el tiempo de análisis y aumentando la sensibilidad y especificidad. Además, se ha generalizando la necesidad de implementar en los laboratorios de rutina, métodos multiresiduales (MMR) de análisis capaces de abarcar una amplia cantidad de sustancias en un solo análisis. Sin embargo, todavía existe un determinado número de plaguicidas que no son incluidos en estos MMR de análisis como consecuencia de su peculiar estructura química y comportamiento fisicoquímico. Para afrontar este problema se ha recurrido a la creación de métodos analíticos específicos que complementen los métodos de análisis multiresidual. Otra creciente preocupación que ha surgido en el campo de la química analítica aplicada al análisis de plaguicidas en frutas nativas para su exportación es la confiabilidad de los análisis y resulta muy interesante explorar este campo basándose en el uso de los nuevos avances instrumentales aplicados en el campo de la química analítica. Teniendo en consideración lo anteriormente comentado, se presenta este trabajo en la que se estudia el potencial de la cromatografía líquida acoplada a

espectrometría de masas para el estudio y determinación de residuos de plaguicidas en frutas nativas (chirimoya, camu camu y lúcuma).

En conclusión el objetivo del presente trabajo de investigación fue adaptar y desarrollar metodologías para un rápido, específico y confiable análisis para la determinación de plaguicidas carbámicos y organofosforados en frutas nativas (camu camu, chirimoya y lúcuma) de exportación mediante la extracción SPE y UPLC-MS/MS, que aún no está documentada en la literatura de nuestro país .

II. GENERALIDADES

La organización del Codex Alimentarius ha definido un plaguicida como cualquier sustancia o mezcla de sustancias destinadas a prevenir, destruir o controlar cualquier plaga, incluyendo los vectores de enfermedades humanas o de los animales, las especies de plantas o animales indeseables que causan perjuicio o que interfieren de cualquier otra forma en la producción, elaboración, almacenamiento, transporte o comercialización de alimentos y productos agrícolas. Si nos centramos en el uso de plaguicidas, el Codex Alimentarius como entidad reguladora fija unos criterios normativos relativos a los residuos de plaguicidas a nivel internacional. Se han definido una serie de conceptos, como el Límite Máximo de Residuo (LMR) y la Ingesta Diaria Admisible (IDA), con el objetivo de homogeneizar y así poder establecer criterios de controles globales.¹

El LMR se define como el límite legal permitido de residuos de plaguicidas (expresado en mg/kg de producto) que puede permanecer en los alimentos y en el forraje para animales. Mientras que el IDA es la cantidad máxima diaria de producto químico que se puede ingerir durante la vida de una persona sin que suponga un riesgo apreciable para su salud. A pesar que el establecimiento de unos criterios comunes internacionales para determinar los valores de los LMR tiene como objetivo facilitar y asegurar el comercio internacional, a menudo se dan ligeras variaciones entre las referencias nacionales y los recomendados internacionales. Respecto a esto, los países miembros propusieron armonizar con otros países miembros, los LMRs de productos fitosanitarios permitidos en alimentos de origen animal y vegetal, de forma que si un LMR no se especifica en concreto se establecerá un valor general por defecto de 0.01 mg/kg. Con estos valores se pretende asegurar un valor de IDA lo suficientemente restrictivo para evitar perjuicios en la salud de los consumidores, especialmente para los bebés y niños.²

En la actualidad, el término plaguicida ha adquirido ciertas connotaciones negativas a consecuencia de sus efectos nocivos para la salud humana, fauna, flora y medioambiente en general, provocados por su toxicidad, aguda o crónica, junto al uso masivo y poco controlado llevado a cabo durante décadas. A pesar de ello, no se debería menospreciar el papel tan importante que desempeñan estas sustancias, facilitando el estado de bienestar de la especie humana con innumerables

contribuciones. Así, entre los beneficios asociados al uso de plaguicidas se encuentra la protección de los cultivos, procurando producciones mayores y más seguras con el fin de abastecer, tanto en cantidad como en calidad, las frutas nativas para su exportación en un mercado cada día mayor y que a la vez más exigente. Además, su uso puede ayudar a optimizar la explotación de los suelos destinados a campos de cultivo, sin necesidad de abarcar territorios colindantes con fines agrícolas, preservando el hábitat y la biodiversidad. En el campo de la salud pública, el uso de determinados plaguicidas es imprescindible para combatir plagas peligrosas de roedores y mosquitos, los cuales son capaces de transmitir enfermedades que pueden llegar a ser letales. Otros son usados como desinfectantes en lugares críticos para la salud, como los hospitales, para prevenir la aparición de organismos patógenos. En definitiva, podríamos encontrar multitud de ejemplos, ya que los plaguicidas tienen infinidad de campos de aplicación, siendo en la mayoría de ocasiones difícilmente sustituibles por otras sustancias o metodologías. Aun siendo conocedores de las numerosas aplicaciones beneficiosas de los plaguicidas en la mejora de nuestra calidad de vida, no hay que perder de vista que muchos de ellos pueden tener efectos perniciosos sobre la salud y el medio ambiente. Además, estos efectos se ven reforzados con las malas praxis llevadas a cabo durante su aplicación especialmente en la agricultura peruana, obviándose en muchas ocasiones las buenas prácticas agrícolas y haciendo uso de sustancias inadecuadas, o aplicando dosis mayores a las necesarias.³

Actualmente, hay pruebas abrumadoras de importantes contaminaciones en alimentos agrícolas, en frutas, vegetales entre otros y medioambientales en aguas, sedimentos, mamíferos, peces, etc. Así como graves efectos para la salud, tales como afecciones del sistema nervioso, trastornos reproductivos y del desarrollo de cáncer, problemas genéticos, a causa del uso de plaguicidas, tanto en el ámbito agrícola como en otros campos de aplicación. Gracias a los esfuerzos de investigadores destinados al desarrollo de nuevos plaguicidas, se ha conseguido sustituir muchos de los productos altamente tóxicos, persistentes y bioacumulativos (en su mayoría compuestos organofosforados prohibidos como el malatión y paratión y organoclorados en los países desarrollados desde hace años) y de compuestos carbámicos como el aldicarb, metomilo, carbofurano, propoxur y carbaryl entre otros, por plaguicidas que se degradan más rápidamente en el medio ambiente y menos tóxicos para los organismos a los que

no están destinados. Pese a ello, en los países en vías de desarrollo, algunos de los productos fitosanitarios más antiguos continúan siendo los más baratos de producir y, para algunos fines, continúan siendo muy eficaces (p.e. los pesticidas organofosforados y carbámicos de estudio en este trabajo), por lo que no se han llegado a prohibir.

La disyuntiva entre costo/eficacia e impacto ecológico, incluidos los efectos a larga distancia debidos al transporte atmosférico y el acceso a las formulaciones con materias activas más modernas a bajo precio, constituye un problema de alcance en nuestro país y mundialmente. Es muy importante a la hora de evaluar los efectos sobre el medio ambiente considerar no sólo los que se producen en los países de aplicación, sino también los que se ocasionan en lugares alejados. En este sentido, algunos plaguicidas, son prohibidos a altas concentraciones en productos agrícolas, en los países desarrollados (malatión, paratión, metamidofos, aldicarb, metomilo, carbofurano, propoxur, carbaryl, etc.) y que son usados indiscriminadamente especialmente en nuestro país. La mayor concientización social lograda a través del conocimiento de los potenciales peligros asociados al combinar uso masivo y toxicidad, junto con la disponibilidad de cada vez más datos sobre su presencia en muestras, tanto en alimentos, muestras ambientales como biológicas, hace que el control de estas sustancias empiece a cobrar la importancia que merece tanto para la comunidad científica como para los gobiernos.

En este sentido, se han publicado durante los últimos tiempos muchos artículos científicos relacionados con los plaguicidas, tanto relativos a su presencia en todo tipo de muestras como a sus riesgos y efectos sobre el medioambiente y la salud. Además, tanto en la pasada década como en ésta, los países europeos han legislado mucho con objeto de establecer parámetros restrictivos en cuanto a concentraciones máximas permisibles (p.e LMRs niveles máximos permisibles en frutas, vegetales, agua ,etc.), así como guías sobre calidad de los análisis (Directiva 2002/657/CE, SANCO/10684/2009 a nivel europeo) y en nuestro país la entidad especialista de legislar es SENASA, pero a la falta de normatividad en frutos nativos se realiza este presente trabajo. Por ende la determinación de plaguicidas, así como de otros tipos de contaminantes orgánicos, en matrices de distinta naturaleza satisfaciendo las estrictas restricciones establecidas en la legislación, son necesarios métodos analíticos altamente sensibles y específicos

capaces de reportar de manera fiable valores de concentraciones a niveles de ppm ó sub-ppm. Con el fin de poder ser utilizados en programas de control, estos métodos deben ser rápidos para poder analizar el mayor número de muestras consumiendo el menor tiempo posible.^{4, 5}

2.1 Determinación de residuos de plaguicidas en muestras de frutas.

Como se ha comentado anteriormente, la presencia de plaguicidas en frutas pueden presentar un riesgo para la salud de los consumidores. A su vez, a nivel de comercio internacional se deben tomar decisiones importantes en función de los resultados obtenidos en estudios de análisis de residuos de plaguicidas y metabolitos en alimentos. La calidad y fiabilidad de los análisis deben ser un punto muy importante en el desarrollo del método así como en la selección de la técnica analítica, ya que la presencia de errores en los resultados presentados pueden generar muchos costes por pérdidas de cosechas enteras o pérdidas económicas derivadas de litigios entre empresas. Por todas estas razones, se deben disponer de métodos de análisis adecuados a las necesidades de la realidad del problema analítico en cada caso. El uso de los nuevos avances instrumentales en química analítica se presenta como una herramienta adecuada y muy útil para afrontar la problemática del análisis de plaguicidas en muestras de alimentos. Desde el punto de vista analítico es muy importante establecer unos criterios de elección del método analítico, así como la técnica analítica que mejor se ajuste a las necesidades del problema analítico que se desea afrontar. Tradicionalmente, se ha utilizado tanto la cromatografía líquida (*Liquid Chromatography*, LC) acoplada a detectores de ultravioleta (UV; *Diode Array Detector*, DAD) y fluorescencia (*Fluorescence Detector*, FD) para plaguicidas de alta polaridad o inestabilidad térmica; y la cromatografía de gases (*Gas Chromatography*, GC) acoplada a detectores de captura de electrones (*Electron Capture Detector*, ECD), detectores específicos de fósforo o nitrógeno (*Nitrogen Phosphorous Detector*, NPD) o espectrómetro de masas (*Mass Spectrometry*, MS), para el análisis de plaguicidas mas apolares, con cierta estabilidad térmica y volatilidad. De ellas, la técnica que se ha aplicado más ampliamente ha sido GC-MS debido a su buena sensibilidad y selectividad . Sin embargo, el desarrollo de nuevas interfases capaces de acoplar la técnica separativa LC a la MS, ha permitido su implantación progresiva en el campo del análisis de residuos de plaguicidas, llegando a alcanzar el mismo *status* de aplicación

que la técnica GC-MS, especialmente porque en las últimas décadas la industria de los fitosanitarios se ha decantado más hacia el desarrollo de plaguicidas mas polares e inestables térmicamente (Soler *et al.*, 2008). La visión actual del desarrollo de metodología de análisis LC acoplado a MS en tándem (MS/MS), así como su aplicación en el estudio de plaguicidas de organofosforados y carbámicos se expondrá con mayor profundidad mas adelante, dedicados a los instrumentos LC acoplados a triple cuadrupolo (*Triple Quadrupole*, QqQ) .⁶

2.2 Metodología analítica para el tratamiento de muestras de frutas.

A lo largo del desarrollo de un método de análisis para residuos de plaguicidas en frutas y vegetales se invierte una cantidad considerable de tiempo en la optimización del tratamiento de muestra y la extracción de los analitos, debido a que ésta optimización conlleva serias dificultades por la complejidad de las matrices de frutas y vegetales y la baja concentración que suelen presentar los plaguicidas. Los típicos pasos que se incluyen en el tratamiento de muestra son el muestreo y/o homogenización, la extracción, la separación o eliminación de interferentes (denominado *clean-up* en termino anglosajón o comúnmente denominado SPE) y pre concentración de los analitos de interés.⁷

En general, se ha encontrado como métodos de extracción y tratamiento de muestra mas comunes los que a continuación se clasifican: ⁸

2.2.1 Extracción con solventes. Es la aproximación mas usual como primer paso en el tratamiento de muestra, especialmente para muestras solidas. Se han usado diversos disolventes orgánicos como el acetonitrilo, acetato de etilo, metanol, acetona o éteres de petróleo. En el proceso de extracción con solventes se hace uso de un sistema de agitación y homogeneización entre disolvente y muestra para aumentar la efectividad de la misma. Se suele realizar mediante ultraturrax o agitación en brazos rotores, aunque en algunos casos se ha llegado a usar sistemas más agresivos como ultrasonido. Dentro de este tipo de extracción, se puede incluir la partición o extracción liquido-liquido (*Liquid-Liquid Extracción*, LLE), mas común

para muestras líquidas como zumos de frutas, aunque también se puede aplicar al extracto de matriz obtenido de una primera extracción con solventes.

2.2.2 Extracción instrumental con solventes. Como alternativa a la extracción con solventes mediante métodos manuales se han desarrollado diversas técnicas, buscando generalmente la disminución del coste de procesamiento, tanto en tiempo como en cantidad de disolventes. Dentro de este grupo se pueden considerar la extracción con fluidos supercríticos (*Supercritical-Fluid Extraction* (SFE)), extracción con líquidos a alta presión (*Pressurized-Liquid Extraction* (PLE)), y extracción mediante el uso de microondas (*Microwave- Assisted Extraction* (MAE)). Otra alternativa interesante considerada una variante de PLE es la extracción con agua a altas temperaturas (*Super-Heated Water Extraction*, SHWE), ya que permite la eliminación del uso de disolventes orgánicos.

2.2.3 Tratamiento de muestra mediante adsorción en superficies sólidas. La aplicación de este principio generó novedosas técnicas de extracción y *clean-up* que permitió, en muchos casos, mejorar los límites de detección (LOD) establecidos para plaguicidas y metabolitos, hasta el momento, en muestras de alimentos ⁷. Se distinguen la extracción en fase sólida (*Solid Phase Extraction*, SPE), la micro extracción en fase sólida (*Solid-Phase Microextraction*, SPME), extracción con una barra en agitación con capacidad de adsorción (*Stir-Bar Sorptive Extraction*, SBSE) y la extracción mediante dispersión de la matriz en la fase sólida (*Matrix Solid-Phase Dispersion*, MSPD). Este tipo de extracción es la más utilizada actualmente, ya que ha presentado un gran número de ventajas frente a las anteriores.

En algunos casos la extracción y *clean-up* pueden ir ligados, como sucede con algunos métodos instrumentales de extracción con solvente (SFE) o métodos de extracción mediante sólidos (MSPD); o bien se unen en un solo paso el *clean up* y la reconcentración de los extractos de las matrices, como suele suceder en la aplicación de la SPE (método utilizado en la Tesis).

El tratamiento de muestra que se selecciona esta directamente relacionado con las características de la matriz, el tipo de analito que se desea extraer y la técnica de determinación que se pretende aplicar. La tendencia generalizada es la búsqueda de métodos de extracción capaces de abarcar el máximo número de plaguicidas de la forma mas universal posible frente al tipo de muestra, esto es el desarrollo de MMR. Los primeros métodos de determinación de plaguicidas en alimentos se desarrollaron haciendo uso de la técnica de separación GC, siendo el método de Mills el primero en presentar una capacidad de análisis multiresidual. El método de Mills se convirtió en el primer método oficial para la *Food and Drug Administración (FDA)*. Se centra únicamente en la extracción de organoclorados (OCs) y otros plaguicidas no polares mediante el uso de acetonitrilo y partición con disolventes no polares (éter de petróleo), su objetivo analítico eran los plaguicidas mas importantes del momento. En la siguiente década, se implanto el uso del método de Luke⁸ cuyo principio se basa en la realización de extracciones consecutivas mediante LLE con diversos disolventes orgánicos. Este método pretendía incluir plaguicidas de varios grupos (OCs, organofosforados, carbámicos, piretroides y *Polychlorinated Biphenyls (PCBs)*) en un mismo procedimiento de tratamiento de muestra.

El disolvente para la primera extracción se selecciona en función del contenido en grasa de la muestra: se extraía con acetonitrilo, las de bajo contenido, mientras que las de alto contenido en grasa se basaba en la extracción con éter de petróleo. También se han dado algunas modificaciones de este método para la aplicación en muestras vegetales, variando la mezcla de extractantes, realizando diferentes mezclas de acetona y agua. Este método fue ampliamente aplicado por la FDA⁹, y adoptado como método oficial 985.22 por la *Asociación of Analítica Communities (AOAC)*¹⁰. Los siguientes pasos se dirigieron hacia la búsqueda de metodologías de extracción que permitieran abarcar mayor número de plaguicidas, especialmente de mayor polaridad. Además, se pretendía la reducción del uso de solventes orgánicos, especialmente evitando aquellos que podían ser perjudiciales para la salud por sus características toxicas y cancerígenas, como disolventes derivados del benceno o órgano-halogenados (tolueno o diclorometano). A principio de los años 80, se comenzó a popularizar el uso de la SPE, que permitió la eliminación del procedimiento manual de LLE y disminuyo la cantidad de

disolvente utilizado. La introducción de este sistema de extracción derivó en nuevas aplicaciones basadas en la adsorción de los analitos de interés en superficies sólidas, antes descritas: MSPD, SPME o SBSE. En la actualidad, el desarrollo de las aplicaciones de MMR en la extracción han divergido hacia dos metodologías sencillas y cada vez más universales: extracción con acetonitrilo (**Figura I.1**) y extracción con acetato de etilo (**Figura I.2**).

El método basado en la extracción con acetonitrilo fue etiquetado por Anastassiades¹¹ como método QuEChERS de extracción rápido, sencillo, barato, efectivo, robusto y seguro (*Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe*, QuEChERS). En esta nueva metodología de extracción, se introdujo el uso de la SPE dispersiva, adicionando la fase sólida de aminas primaria/secundaria (*Primary and Secondary Amine*, PSA) a la mezcla de extracción, en lugar de pasar el extracto a través de un cartucho o columna empacada con esta fase sólida.

La extracción con acetonitrilo presenta ventajas frente al uso de acetona (usado ampliamente tras la incorporación del método de Luke), siendo una de las más importantes su buena separación de la fase acuosa con la adición de una sola sal (NaCl) sin necesidad de uso de disolventes no polares, al contrario que en la acetona. El uso del método de QuEChERS se ha extendido ampliamente tanto para su aplicación en GC-MS como LC-MS¹², llegándose a realizar pequeñas variaciones del método para incluir plaguicidas más problemáticos o muestras de alto contenido en grasa¹³.

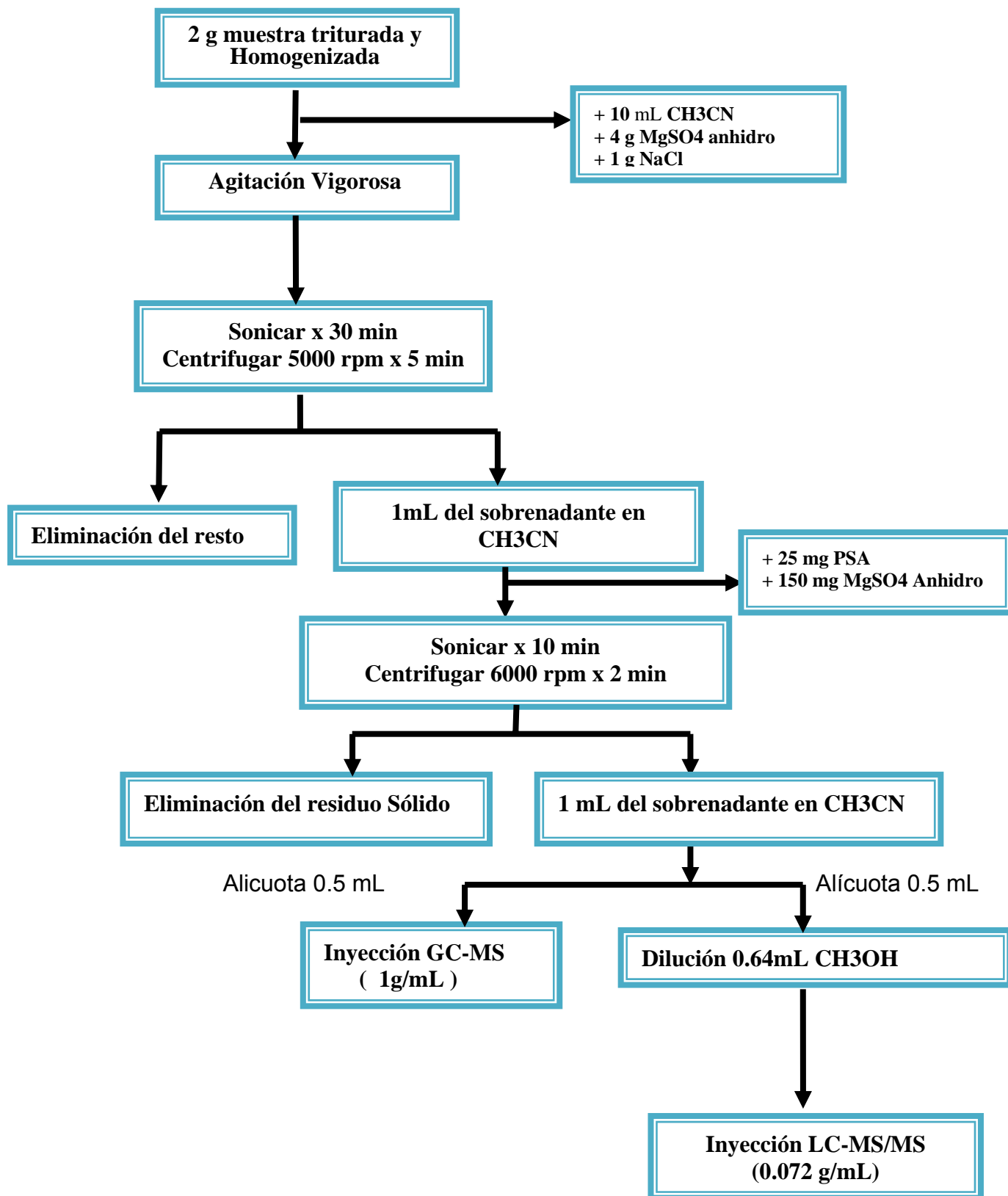


Figura I.1. Método de extracción en muestras de alimentos denominado QuEChERS ¹¹

Por otro lado, la extracción con acetato de etilo también ha sido ampliamente utilizada para la extracción de residuos de plaguicidas en muestras de origen vegetal, incluso introducido como método de análisis oficial en Suecia y España ¹⁴. El uso de acetato de etilo presenta la ventaja de ser un disolvente inmiscible con el agua, permitiendo la separación de ambos sin la necesidad de usar disolventes no polares. El único inconveniente de su uso es que no es capaz de extraer aquellos analitos mas polares e iónicos, como ocurre con los plaguicidas fuertemente básicos en muestras de carácter ácido . La extracción con acetato de etilo también ha sido aplicada a las dos técnicas de separación, GC y LC, acopladas a MS ¹⁵.

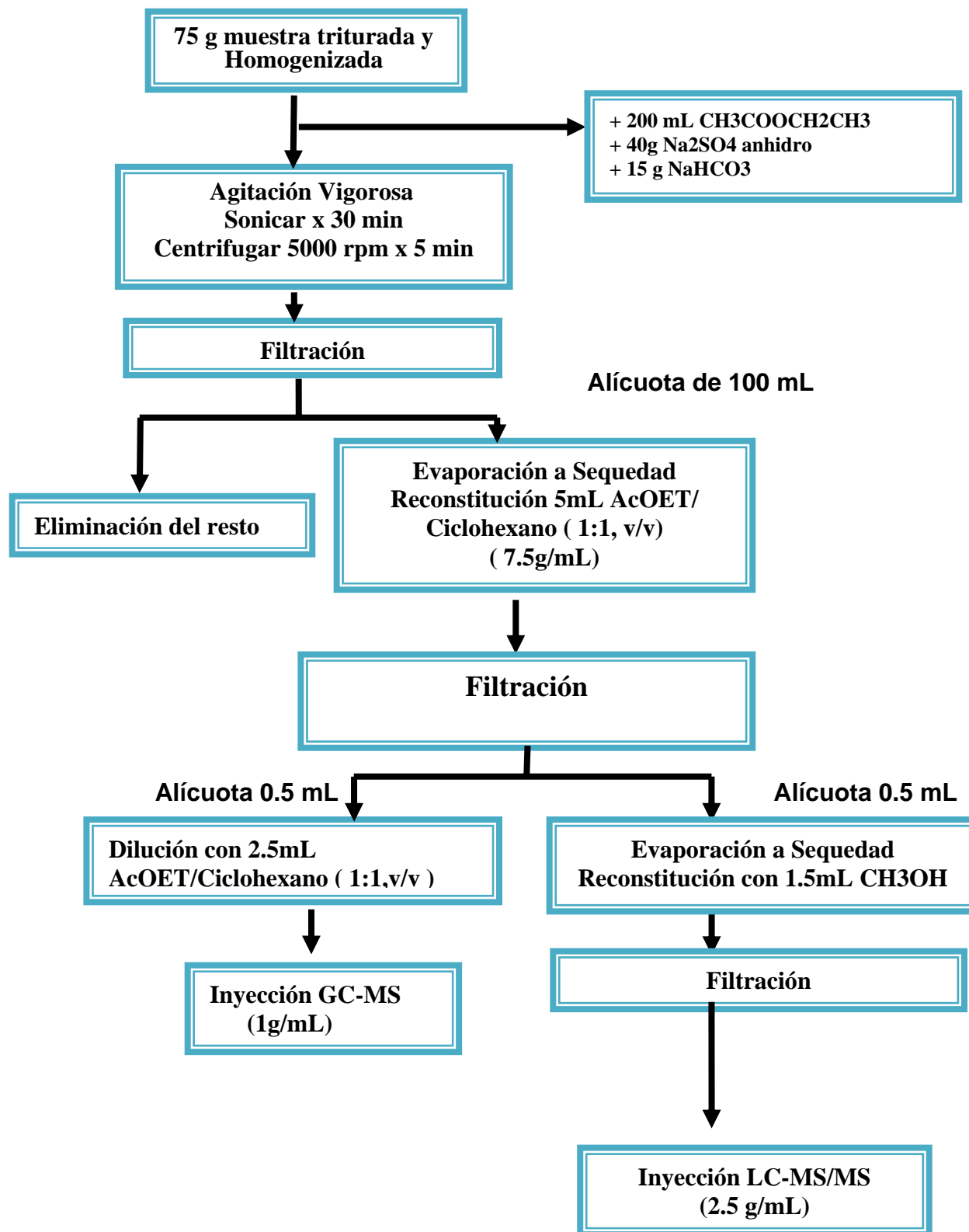


Figura I.2. Método de extracción basado en el uso de acetato de etilo ¹⁵

Ambos métodos de extracción, reducen el tratamiento de muestra, minimizando la incertidumbre introducida en el procesamiento de muestra, pues cada paso utilizado en el método de extracción puede introducir errores del analista o del propio proceso.

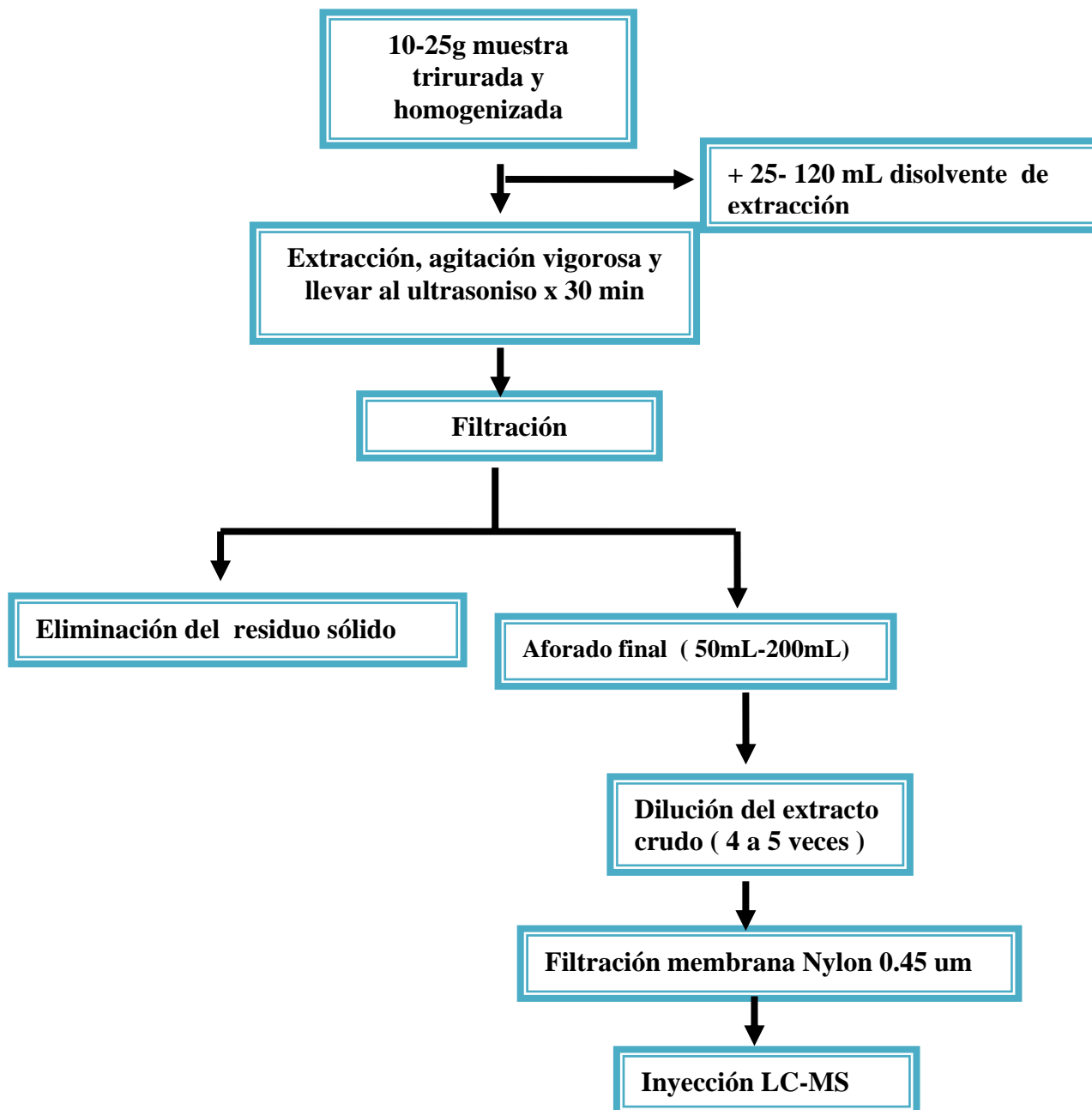


Figura I.3. Método de extracción aplicada para la extracción de plaguicidas y metabolitos en muestras de alimentos de origen vegetal.¹⁶

En definitiva, ambos métodos de extracción pueden ser considerados como una buena estrategia para un MMR de plaguicidas en muestras de origen vegetal. Si se tiene presente que se pueden encontrar muchos plaguicidas distintos, es importante disponer de buenas herramientas que permitan su fácil extracción, siendo todavía más interesantes si estas son complementarias. No obstante, considerando esta ingente cantidad de analitos que deberían ser estudiados, parece casi imposible obtener un único método de extracción para todos ellos, especialmente si nos centramos en aquellos que presentan peculiaridades en su estructura química que les confieren características fisicoquímicas, divergentes a la mayoría. En ese sentido, se deberían diseñar métodos de extracción específicos para ese analito, procurando que fueran tan sencillos como fuera posible. En el presente trabajo se ha intentado seguir este criterio, de forma que se han desarrollado métodos de extracción lo más simples posibles por ende se opta por el SPE. De forma generalizada, se incluye un esquema en la **Figura I.3** de los pasos comunes en todos los métodos de tratamiento de muestra utilizados para los trabajos de investigación presentados en este trabajo de investigación. El disolvente de extracción se ha seleccionado siempre en función del tipo de matriz y analito que se desea extraer, lo más general ha sido el uso de mezclas de metanol y agua, o bien el uso de Acetonitrilo y diclorometano para los organofosforados y carbámicos.

Por último, es interesante comentar que se ha preferido el uso un *clean-up* y/o pre concentración del extracto SPE. Es una alternativa tan sencilla y que al mismo tiempo permite obtener una mayor homogeneidad entre todas las muestras, disminuyendo la presencia de matriz interferente en el extracto. Esta opción es viable en aplicaciones de UPLC-MS/MS, ya que presentan una alta sensibilidad y especificidad.

2.2.3.1 Analitos:

Las características físico-químicas de los analitos juegan un papel crucial tanto en la elección de la técnica de medida como de las etapas previas de tratamiento de muestra. La estructura química del analito determina su polaridad y volatilidad (según la presencia o ausencia de determinados grupos funcionales, del peso molecular, etc.), lo que permite seleccionar la técnica más adecuada para su separación cromatográfica (LC para

polaridades medio-altas o GC para polaridades bajas), así como el disolvente más apropiado para la extracción. En el caso de analitos más apolares, la extracción se puede llevar a cabo usando hexano, acetato de etilo o acetona, mientras que para los más polares, las extracciones suelen realizarse con metanol, acetonitrilo o agua. A partir de la estructura del analito y de los grupos químicos que están presentes, se puede valorar su capacidad de respuesta en sistemas de detección convencionales tipo nitrógeno-fósforo (NPD), fotométricos de llama (FPD), fluorescencia (FD) y ultra-violeta (UV). Con el uso de estos detectores, que presentan baja selectividad y sensibilidad, suele ser necesario un mayor esfuerzo preparativo para la extracción, purificación y/o pre concentración en comparación con otras técnicas de detección más poderosas como la espectrometría de masas. La mayor manipulación de la muestra aumenta las posibilidades de cometer errores, asociados a pérdidas de analito o contaminaciones durante el proceso. Otro factor determinante en la elección y aplicación del tratamiento de muestra lo constituye el número de compuestos a analizar. A medida que aumenta la cantidad de compuestos a determinar en un único análisis, la optimización de las etapas de tratamiento de muestra será más complicada, siendo cada vez más difícil encontrar un procedimiento ideal que funcione satisfactoriamente para todos los compuestos. En la mayoría de ocasiones es necesario llegar a una situación de compromiso para todos los analitos, manteniendo en el método alguno/s de ellos aun sabiendo que los resultados obtenidos serían mejorables con otro procedimiento dirigido hacia estos analitos más problemáticos.¹⁶

2.2.3.2 Matriz

Las técnicas de extracción empleadas dependerán en gran medida de la matriz y naturaleza de la muestra. La mayoría de los métodos desarrollados en la determinación de residuos y contaminantes orgánicos emplean extracciones sólido-líquido (en matrices sólidas como frutas, vegetales, etc), líquido-líquido (en matrices líquidas como agua, leche, aceites) y extracciones SPE (matrices líquidas y solidas). La aplicación de etapas de purificación mediante SPE es muy habitual en matrices complejas tales como aguas residuales, orina, plasma sanguíneo, suelos, alimentos, frutas y vegetales con el objeto de facilitar la cromatografía y la detección/identificación de los analitos. Los aspectos teóricos relacionados con los tipos de extracción aplicables como las etapas de

purificación, son estudiados en profundidad en diversas monografías y artículos científicos.¹⁷

2.2.3.3 Aplicación de la extracción en fase sólida

Otra alternativa para la extracción de plaguicidas en matrices complejas es la extracción en fase sólida (SPE), técnica actualmente más utilizada que la extracción con disolventes, puesto que es bastante más simple y rápida, reduce el consumo de disolvente orgánico utilizado, posee una mayor capacidad de análisis y es más fácil de automatizar. Además, comercialmente existe una gran diversidad de materiales que pueden utilizarse como adsorbentes, y eso supone que el campo de aplicación de esta técnica sea muy amplio y que pueda ser todavía incrementado con el desarrollo de nuevos materiales.

La elección del adsorbente es de gran importancia pues debe retener significativamente a los plaguicidas. La capacidad de adsorción de un adsorbente depende, en parte, de su tratamiento, de las condiciones de manufactura y de la composición. Uno de los adsorbentes más utilizados en el análisis de plaguicidas en matrices complejas es un derivado de sílice enlazada que incluye grupos funcionales de hidrocarburos C18. La sílice octadecil-enlazada C18 se ha utilizado para extraer compuestos de diferentes familias químicas desde plaguicidas OPs, piretroides y sus metabolitos en orina , insecticidas OCs , hasta PCBs ¹⁸.

El mecanismo de extracción con adsorbente C18 está basado en interacciones no polares entre los enlaces C-H del adsorbente y la parte apolar del analito. También se han aplicado otros adsorbentes para la determinación de compuestos OCs como Florisil en plasma, y un copolímero de estireno-divinilbenceno (Isolute ENC+) en sangre total. Típicamente, para llevar a cabo la técnica SPE se hace pasar la muestra a través de cartuchos rellenos con 100-500 mg de adsorbente. Posteriormente, se han introducido en el mercado discos para llevar a cabo la SPE. Así, desarrollaron satisfactoriamente un método para la extracción de compuestos OCs en suero desproteinizado utilizando discos C18. Según los autores, el uso de discos SPE permitió una importante reducción del volumen de disolvente y la obtención de un extracto final más limpio que el obtenido mediante el uso de los tradicionales cartuchos, lo cual permitió la determinación de

ultratrazas¹⁷. En matrices complejas no necesita pasos adicionales de purificación cuando se aplica SPE como etapa de extracción, aunque a veces sí que es necesario la adición de un paso de pre-tratamiento de hidrólisis ácida para liberar al metabolito conjugado en caso de muestras biológicas¹⁹. Sin embargo, se desarrolló un método para la determinación de metabolitos de piretroides en orina mediante extracción con cartuchos C18 y seguido de un paso de purificación LLE con hexano. El método propuesto, junto con la cuantificación mediante GC-MS/MS y UPLC MS/MS, permitió obtener una buena reproducibilidad y una elevada sensibilidad con límites de detección en el rango 2-19 pg. ml⁻¹.²⁰

Con respecto al análisis de muestras de sangre total, suero o plasma, muchos autores adicionan un paso de purificación tras la extracción mediante SPE utilizando diversas técnicas. Brock *et al.* (1996) propusieron un procedimiento para compuestos OPs y Carbámicos en frutas y vegetales, en el cual después de la extracción con SPE mediante cartuchos C18, fue aplicado un paso de purificación también mediante SPE (Florisil y Oasis HLB). Se estudiaron la extracción de plaguicidas OPs y Carbámicos mediante SPE en matrices muy complejas, y también adicionaron un tratamiento de purificación mediante SPE con adsorbente C18. En algunos casos, se utilizó el tratamiento con ácido sulfúrico en la purificación de trazas de plaguicidas OPs y Carbámicos en muestras de suero humano y sin ácido sulfúrico en otras matrices²¹.

2.3 Cromatografía Líquida (LC)

La cromatografía líquida se define como una técnica separativa basada en la afinidad que los componentes tienen entre dos fases inmiscibles: una fase móvil líquida que fluye sobre otra estacionaria sólida empaquetada en una columna. La fase móvil se compone generalmente de una mezcla de disolventes con distinta fuerza eulotópica. La separación es una consecuencia de la diferencia de coeficientes de distribución entre los componentes de una muestra, que produce sucesivas etapas de adsorción y desorción de los mismos a través de la fase estacionaria.

2.3.1. Cromatografía líquida en fase reversa

La clasificación de las diferentes cromatografías líquidas se centra en las variaciones de las composiciones químicas de los tipos de relleno de la fase estacionaria. Cada tipo de material de relleno tiene unas características fisicoquímicas que producen diferentes mecanismos de separación. Existe una gran diversidad de tipos de LC, pero en nuestro caso nos centraremos en la LC en fase reversa. El uso de LC en fase reversa se ajusta adecuadamente al análisis de analitos polares e incluso iónicos, si se hace uso de la formación de pares iónicos. El tipo de material apolar con que se rellenan las columnas de LC fase reversa suele ser sílica químicamente modificada (cadenas de C8, C18), aunque también se hace uso de otros materiales como copolímeros de estireno-divinilbenceno (XAD, PRP) o partículas de sílice-carbon (X-Terra).

Como fase móvil se utilizan disolventes con cierta polaridad, generalmente combinaciones de agua con mezclas de otros disolventes orgánicos como metanol o acetonitrilo. El porcentaje y tipo de modificador orgánico en la fase móvil es el factor más determinante en la retención de los analitos polares pero no iónicos. Las interacciones entre el analito y el solvente son las que determinan la especificidad de la LC en fase reversa, ya que las interacciones del analito con la fase estacionaria son relativamente débiles, interacciones de Van der Waals no específicas. La retención disminuye en función de la polaridad del analito. Debido a la alta volatilidad de los disolventes utilizados como fase móvil y la idoneidad de esta cromatografía para analitos polares, la LC en fase reversa se convierte en el tipo de cromatografía más ideal para el acoplamiento con la espectrometría de masas. Cabe destacar que se ha convertido en una práctica habitual, la adición de aditivos en la fase móvil como modificadores con dos finalidades: la más convencional es mejorar la forma de pico en la cromatografía de analitos ácidos o básicos; por otro lado, puede favorecer la ionización por protonación $[M+H]^+$ o desprotonación $[M-H]^-$ del compuesto de interés. A este respecto, es muy importante hacer uso de tampones de sales volátiles, tales como acetatos, ya que en caso contrario pueden precipitar en la interfase tras la evaporación del disolvente afectando seriamente al sistema de LC-MS. Por otro lado, también se ha estudiado el uso de aditivos de amonio y de metales monovalentes para generar aductos de $[M+NH_4]^+$ o $[M+Li]^+$, con el objetivo de minimizar la formación de aductos de sodio.²²

2.3.2. Nuevas aportaciones en el campo de la cromatografía líquida: UPLC

Se distinguen dos factores principales que afectan directamente con la eficiencia de una columna cromatografica, la longitud de la columna y el tamaño de partícula del empaquetamiento. De ahí, que uno de los avances que ha experimentado la cromatografía líquida en esta última década ha sido obtener un aumento de selectividad y resolución de pico mediante la disminución del tamaño de partícula a sub-2 μm . Teóricamente, según la ecuación de van Deemter (**Figura I.4**), se ha demostrado que al disminuir el tamaño de partícula es posible aumentar y mantener el número de platos teóricos de la columna, es decir la capacidad resolutive de la columna, incluso aumentando la velocidad del flujo de la fase móvil.²³

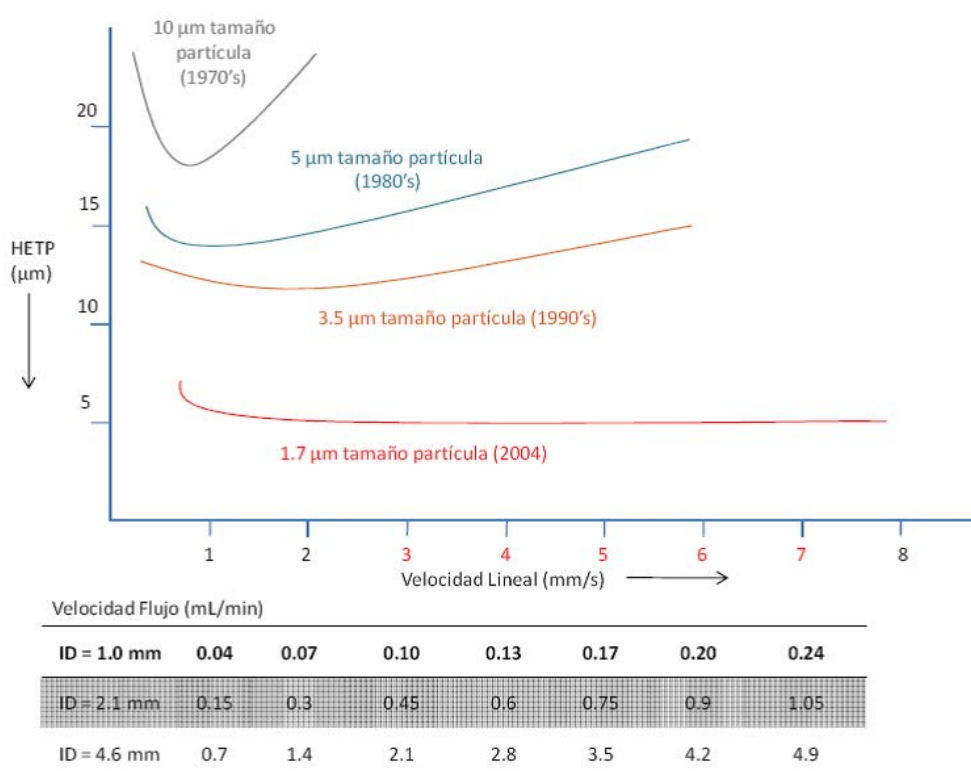


Fig I.4 Sistema Van Deemter

Esta nueva aplicación ha obligado a desarrollar instrumentación capaz de trabajar a las altas presiones que generan estos flujos, mayores a las comunes con columnas cromatografías de tamaño de partícula de 5 y 3 μm ; utilizar inyectores automáticos mas

rápidos y detectores con mayor velocidad de captura y medida. Por otro lado, este tipo de cromatografía de alta presión ha permitido trabajar a flujos de alta velocidad sin pérdida de resolución, pudiéndose establecer flujos de 300-800 $\mu\text{L}/\text{min}$ en comparación de los tradicionales 10-300 $\mu\text{L}/\text{min}$ con interfaces electrospray, disminuyendo considerablemente el tiempo de la cromatografía. Debido a estas características, se ha etiquetado de diferentes formas a esta nueva aproximación de cromatografía líquida según la casa comercial: *Ultra Performance Liquid Chromatography* o *Ultra-Pressure Liquid Chromatography* (UPLC) En definitiva, los beneficios de este tipo de cromatografía son muy interesantes y prácticos, aumentando la resolución y sensibilidad además de disminuir el tiempo de trabajo. Por otro lado las posibilidades de mayor resolución cromatográfica que ofrece el UPLC se presenta como una buena alternativa para la disminución de efecto matriz²⁴.

2.3.3. Cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas en Tándem (doble quadropolo) UPLC- MS/MS

Aunque desde principios de los 70 el acoplamiento LC-MS ya estaba en el punto de mira de diferentes grupos de investigación inspirándose en los excelentes resultados obtenidos al combinar GC capilar con MS (GC-MS), no fue hasta la década de los 80 cuando los primeros instrumentos LC-MS se empezaron a comercializar. Al igual que en GC-MS, el acoplamiento de LC con MS reúne en una sola técnica instrumental propiedades analíticas claves en materia identificativa, como son el alto poder de separación proveniente de la HPLC, junto con la universalidad, sensibilidad y selectividad que aporta el uso de MS como técnica de detección. Además, con el desarrollo de LC-MS, se posibilita abordar analitos que por su termolabilidad, falta de volatilidad y/o alta polaridad resultan más problemáticas en su análisis mediante GC-MS. La tardía aparición del acoplamiento LC-MS está ligada a la resolución de algunos problemas de compatibilidad entre ambas técnicas. En este sentido, se ha tenido que solventar la manera de introducir elevados flujos de fase móvil, típicamente de 1mL/min en LC convencional, en un sistema de detección que requiere alto vacío. Además de los elevados flujos, también se ha tenido que superar la barrera que supone la falta de afinidad entre un detector de MS con fases móviles no volátiles frecuentemente empleadas en LC, así como resolver las dificultades para ionizar analitos no volátiles o

lábilés térmicamente, ya que los detectores de MS miden relaciones masa-carga (m/z). Tras diferentes aproximaciones intentando encontrar una interfase capaz de remediar las incompatibilidades mencionadas, no fue hasta principios de los 90 cuando las interfases a presión atmosférica (APIs), electrospray (ESI) e ionización química (APCI) se impusieron sobre las demás, siendo actualmente las más utilizadas²⁵.

2.4. Cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas (LC-MS)

La espectrometría de masas acoplada a cromatografía líquida ha sido una de las técnicas analíticas que más se ha extendido en las últimas décadas en el campo de la química analítica aplicada al medio ambiente, alimentos y salud pública. El éxito de su aplicación es una consecuencia de la combinación de una técnica de separación (LC) que presenta una gran versatilidad y las buenas y únicas capacidades de la MS. La MS se ha presentado como la posibilidad analítica de alcanzar una elevadísima sensibilidad, incluso hasta niveles de pg/L, debido a su altísima especificidad. Además, presenta la habilidad única de medir los iones con masa exacta, proporcionando información de la composición elemental, permitiendo establecer las rutas de fragmentación. Incluso, ha sido posible aplicar todas esas cualidades en muestras de alta complejidad, alcanzando niveles de resolución inimaginables hace unos años con instrumentos considerados de alta/media resolución. De forma muy básica se puede definir el funcionamiento de la MS en los siguientes pasos:

- 1)** La ionización, en la que las moléculas de los analitos pasan a estado gaseoso ionizándose, adicionándose o eliminándose un electrón o un protón. El exceso de energía proporcionado en este paso también puede transformarse en una fragmentación de la molécula, generando iones fragmento.
- 2)** El siguiente paso es la separación y el análisis de la masa de los iones moleculares y sus fragmentos cargados basándose en su relación m/z .
- 3)** Medida, amplificación y creación de espectros de masas. Para que el segundo paso se desarrolle correctamente es necesario trabajar con alto vacío, permitiendo el movimiento libre de los iones en el espacio, sin la interferencia de otras especies con las que puedan colisionar. La colisión puede generar la fragmentación de los iones

moleculares y/o producir nuevas especies por reacciones ion-molécula. Este último efecto produciría una reducción de la sensibilidad y resolución del análisis, generando resultados ambiguos o mala interpretación. Teniendo en consideración estas premisas, cabría introducir con un poco más de profundidad los componentes esenciales en cada uno de los pasos en MS.

A continuación se va a exponer los modos de ionización en función de las interfases más extendidas en el acoplamiento de LC-MS para la determinación de analitos de pequeño peso molecular. También se va a tratar brevemente las características y posibilidades que presentan los analizadores más usuales en este campo. Finalmente, se comentará la MS en tándem, así como sus modos de adquisición. Sin embargo, si se desea conocer con mayor profundidad y detalle cada uno de estos puntos se puede recurrir a la literatura, con libros especializados como: “*Mass Spectrometry: Principles and Applications*”²⁵, “*Liquid Chromatography-Mass Spectrometry*”^{26,27}, “*Fundamentals of contemporary Mass Spectrometry*”.²⁶

2.4.1. Modos de ionización: interfases de ionización a presión atmosférica.

La clave que asegura un buen éxito en las experiencias en MS recae en gran parte en la capacidad de conseguir que los compuestos neutros se conviertan en iones moleculares o fragmentos en estado gaseoso. La ionización de los analitos es de vital importancia porque es la base de la MS, ya que controlar, separar y dirigir iones cargados resulta eficiente y sencillo mediante la aplicación de campos eléctricos y magnéticos. Conseguir este paso inicial en el acoplamiento de LC-MS fue el que limitó considerablemente su aplicación comercial de una forma robusta hasta los años 80.

La principal incompatibilidad que presentaba el acoplamiento de MS con LC eran los altos flujos (alrededor de 1 mL/min) y la baja volatilidad de las fases móviles que debían evaporarse sin interferir con el alto vacío que hacía falta en el analizador de MS (normalmente entre 10⁻⁴ a 10⁻⁷ torr). En ese sentido, las primeras interfaces que se desarrollaron tenían como objetivo principal la eliminación del disolvente, pretendiendo alcanzar una similitud con la técnica homóloga GC-MS e intentando conseguir moléculas

de analito en fase gaseosa antes de llegar a la fuente de ionización. Una de las interfases más usadas fue el haz de partículas (*Particle-Beam*, PB), la cual era capaz de separar rápidamente y con alta eficiencia el solvente de las moléculas eluidas en la cromatografía líquida. Posteriormente, durante el desarrollo de estas fuentes se comprobó que era posible favorecer la ionización de los analitos en presencia del solvente sin perturbar al analizador de MS. Se observó que no era necesaria la presencia de un filamento para la ionización, si durante la nebulización se obtenían gotas cargadas, sobre todo para analitos de carácter básico, ácido o iónico. De esta manera, también se contempló la posibilidad de realizar la ionización de las especies a presión atmosférica. A partir de estos principios físicos básicos se comenzó a desarrollar durante los años 70 las interfases a presión atmosféricas (*Atmospheric Pressure Interface*, API), que no se presentaron comercialmente hasta finales de los 80, proceso que culminó cuando se le concedió el Premio Nobel de Química a John B. Fenn en el 2002 por el desarrollo de una de las fuentes API más versátil, la interfase y fuente de ionización electrospray²⁷.

A lo largo de estas últimas dos décadas, se ha hecho uso de diferentes técnicas para ionizar en fase líquida, en concreto se deben comentar cuatro de ellas: ionización por *Termospray* (TSP), ionización química a presión atmosférica (*Atmospheric Pressure Chemical Ionization*, APCI), fotoionización a presión atmosférica (*Atmospheric Pressure Photoionization*, APPI) e ionización por electrospray (*Electrospray Ionization*, ESI). A continuación se comentan brevemente cada una de ellas, considerando su aplicación principal.²⁸

2.4.1.1 Ionización por Termospray (TSP)

La fuente de ionización TSP fue propuesta por Blakey y Vestal en 1983, como predecesora de la interfase ESI. Resultó ser una buena interfase para el acoplamiento de MS con LC, llegando el flujo de la LC (de 0.5 a 2 mL/min) a un capilar calentado que producía un aerosol de finas gotas en una cámara de vacío. En un extremo de la cámara de vacío se encontraba un electrodo de repulsión frente a una serie de lentes de enfoque; este sistema es el que extraía los iones y los dirigía acelerándolos hacia el analizador. El proceso de ionización se basaba en reacciones ácido-base de

transferencia de protones con compuestos iónicos presentes en el solvente o en el tampón comúnmente usado en la cromatografía (como por ejemplo NH_4^+ y CH_3COO^-). Aunque esta fuente fue aplicada a una amplia gama de compuestos, como péptidos, nucleótidos, plaguicidas, fármacos y contaminantes orgánicos, actualmente esta en desuso.

2.4.1.2. Ionización por Electrospray (ESI)

El electrospray se produce por la aplicación de un alto voltaje (3-6 kV) sobre un capilar conductor por el que circula un pequeño flujo de fase móvil de la LC a presión atmosférica. La elevada diferencia de potencial crea un campo eléctrico que induce la acumulación de cargas sobre la superficie del líquido al final del capilar, rompiéndose en pequeñas gotas de solvente cargado. Estas gotas de solvente se dispersan como consecuencia de la introducción de un flujo de gas inerte coaxial al flujo de la fase móvil, este gas también provoca la evaporación o pérdida del resto de solvente en las gotas, ya que circula a altas temperaturas. El flujo óptimo proveniente de la cromatografía líquida debe ser del orden de 2 a 10 $\mu\text{L}/\text{min}$, sin embargo se han aplicado flujos mayores, de hasta 300 $\mu\text{L}/\text{min}$, empleando diseños de fuentes con energía adicional, temperatura o flujo del gas, lo que permite una mejor dispersión de las gotas a partir del capilar. Originalmente la interfase ESI se consideró como una fuente de ionización dirigida a análisis de proteínas, pues es frecuente la formación de iones con más de una carga. Por ejemplo, un compuesto de masa molecular 12000, si se adquiere 20 cargas se observaría a m/z 601 o 599 en función del tipo de ionización, positiva o negativa, respectivamente. De forma que la interfase ESI permite el análisis de macromoléculas en instrumentos MS donde su rango de masas no alcanzaría su peso molecular. De ahí que posteriormente, fue aplicada no solo a otros polímeros o biopolímeros, sino también a moléculas polares de pequeño tamaño molecular. Los iones que se forman en ESI pueden ser de carga positiva o negativa, generalmente se presentan como:

a) en modo positivo, iones de moléculas protonadas, aductos de sodio, potasio o amonio.

b) en modo negativo, iones moleculares desprotonados o aductos de formiato o acetato.

A principios de los años 90 se desarrolló una fuente denominada *Sonic Spray Ionization* (SSI), que no fue comercializada hasta principios de esta década. Este tipo de fuente está inspirada en la fuente ESI, pero se diferencia en que las gotas se cargan sin la presencia de un campo eléctrico. Su principio físico se basa en que si el flujo del gas nebulizador es suficientemente rápido la energía comunicada por la tensión superficial de las gotas al separarse hacen que se carguen. La mayor ventaja de esta fuente es que no necesita los altos voltajes y temperatura para conseguir la ionización y paso a estado gaseoso, siendo una alternativa muy interesante para aquellos compuestos inestables en ESI.

2.4.1.3. Ionización química a presión atmosférica (APCI)

La APCI es una técnica de ionización a presión atmosférica que se basa en reacciones ion – molécula en fase gaseosa. Se la considera análoga a la ionización química en GC-MS, ya que se forman iones primarios mediante la descarga de una aguja corona (2-5 kV) a la salida de la interfase. Esta es aplicable a compuestos menos polares que deben ser volátiles y térmicamente estables con un rango de masas no mayor de 2000 Da, para que esta tenga éxito. En general, se ha hecho uso de esta técnica para el análisis de esteroides, plaguicidas y fármacos. Se ha encontrado que en este modo de ionización se favorece la formación de iones protonados/desprotonados, probablemente debido a que la formación de iones primarios de las moléculas del solvente o de los aditivos introducidos en la fase móvil favorecen su interacción con las moléculas de los analitos generando iones protonados/desprotonados. Originalmente, las fuentes a presión atmosférica ESI y APCI se diseñaron como dos interfases independientes, sin embargo, se han comenzado a comercializar fuentes de doble función, donde son compatibles ambas ESI y APCI y se intercambian en tiempos de adquisición muy bajos. Esta doble funcionalidad abre las puertas al desarrollo de metodologías de análisis que puedan abarcar un mayor número de compuestos en un mismo método de análisis. La ionización en este modo se puede dar tanto en positivo como en negativo. Debido a que la ionización tiene lugar en medio gaseoso a presión atmosférica, se dan un gran

numero de interacciones entre los iones de los aditivos o moléculas de solvente de la fase móvil, y los iones del analito. En ese sentido, la ionización será positiva cuando la afinidad de las moléculas del analito por el protón sea mayor que la del resto de moléculas presentes en el medio. En modo negativo, las moléculas del analito cederán un protón a la fase gaseosa, si la acidez de esta es mayor. Debido a que las moléculas se ionizan en fase gaseosa estas deben encontrarse en forma neutra antes de su ionización, este hecho físico justifica que la aplicación de APCI se dirija hacia moléculas menos polares que en ESI. Por otro lado, este principio también explica que se haya encontrado que la fuente de APCI presente menos efecto matriz que la fuente ESI.

2.4.1.4. Fotoionización a presión atmosférica (APPI)

Este modo de ionización es el mas reciente y todavía se encuentra en expansión, desarrollada por Bruins *et al.* a principio de esta década, ha surgido como una alternativa para la ionización de moléculas apolares y polares de bajo peso molecular. El flujo de liquido de salida se evapora nebulizándolo a alta temperatura de una forma similar a la fuente de APCI, generando una nube de gas denso con los analitos en fase gaseosa. La ionización se provoca por un haz de fotones emitida por una lámpara de ultravioleta. Se han descrito dos tipos de APPI, la directa y aquella que necesita un compuesto dopante que favorezca la ionización. En la APPI directa se ioniza las moléculas orgánicas cuando presentan su primer potencial de ionización (usualmente entre 7-10 eV) es menor al de la energía del fotón; los iones tras la absorción de un fotón cambian el estado energético de un electrón que es emitido, obteniendo cationes radicales. En el caso de APPI con dopante, son las moléculas del dopante las que absorben los fotones, para que una vez ionizados se los transmitan a las moléculas de los analitos de la muestra. Este ultimo ha sido el mas utilizado, considerando como típicos dopantes la acetona, tolueno o anisol ,A pesar que la aplicación de este modo de ionización todavía no se ha popularizado, se han encontrado interesantes ventajas frente a su homologa APCI. La posibilidad de formar cationes radicales ha permitido ampliar el potencial de LC-MS a moléculas de muy baja polaridad; además, ha permitido reconsiderar el uso de la LC en fase normal, seleccionando disolventes que a su vez presenten buenas características como dopantes; finalmente, la energía de los fotones es menor que el típico potencial de ionización que presentan las fases móviles de fase reversa provocando una disminución

del ruido químico. Finalmente, cabe comentar la aproximación de una reciente interfase que basa la ionización en la excitación molecular producida por un flujo de fotones a una frecuencia fija de 248 nm creada por un laser, se denomina *Atmospheric Pressure Laser Ionization* (APLI) y presenta una aplicación muy interesante para el análisis de compuestos apolares como los hidrocarburos policíclicos aromáticos. A continuación se introduce un esquema (**Figura I.5**) que ilustra la capacidad de aplicación de cada uno de las interfases de ionización comentadas anteriormente.³²

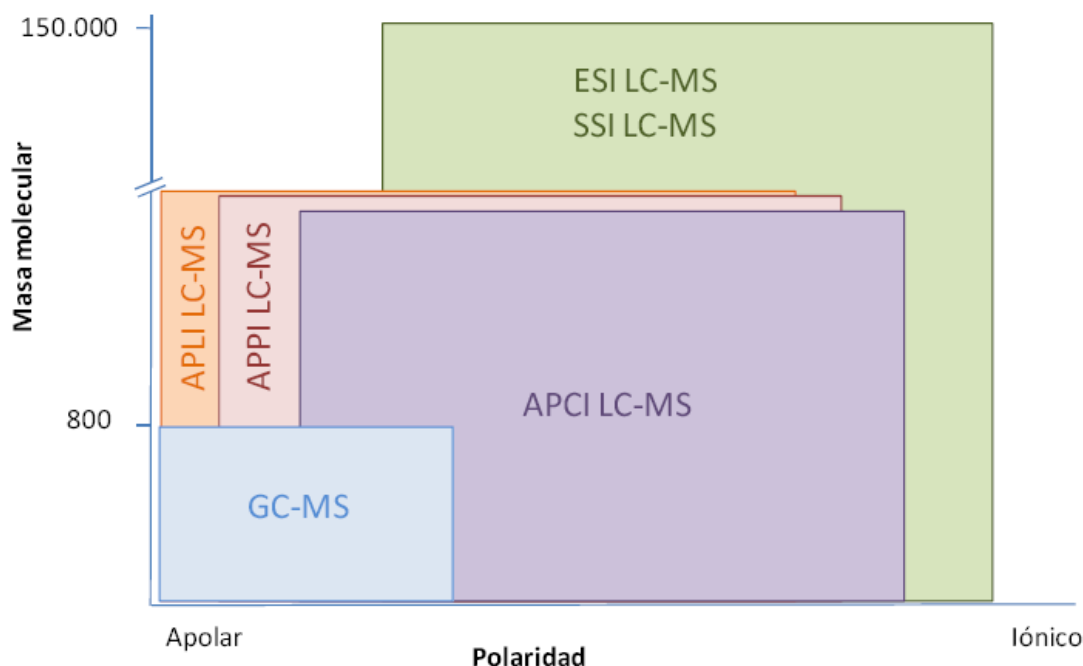


Fig. I.5 Rango de aplicación del acoplamiento GC-MS y las diferentes interfases en el acoplamiento de LC-MS en función de la polaridad de los analitos y su masa molecular.

Las diferentes interfases utilizadas para la ionización y las propias diferencias en la ionización de un mismo compuesto en cada una de ellas, hace que todavía no se haya creado librerías universales de compuestos para LC-MS como en GC-MS²⁹.

2.4.2. Analizadores de espectrometría de masas

Al analizador de masas se le considera el alma del espectrómetro de masas, el principio físico en el que se basa su diseño y forma de dispersar los iones y después focalizarlos en función de la relación masa/carga (indicado comúnmente como m/q o m/z) es el que

promueve, la diferencia entre los distintos instrumentos de espectrometría de masa. En el diseño de los analizadores de MS se distinguen como los mas populares: cuadrupolo (*Quadrupole*, Q), trampa de iones cuadrupolares (*Quadrupole Ion Trap*, QIT), trampa de iones lineales (*Linear Ion Trap*, LIT), *Orbitrap*, resonancia de ion ciclotrón (*Ion Cyclotron Resonance*, ICR), sector magnético y TOF. La capacidad de un analizador se evalúa de forma general en base a las siguientes características: rango de masas, resolución de masa, eficiencia de transmisión de iones, exactitud de masa, rango dinámico de linealidad, velocidad de barrido y sensibilidad. Por otro lado, otros factores que también determinan la elección de un instrumento u otro son su adaptabilidad y coste económico. De todos los analizadores citados nos centraremos en aquellos que luego se han utilizado en el desarrollo experimental de la tesis que se presenta, estos son el analizador de doble cuadrupolo³⁰.

2.4.2.1. Analizador cuadrupolo (Q)

Actualmente, este diseño de espectrómetro de masas es el mas extendido y usado. La razón reside en el hecho que los cuadrupolos ofrecen un buen compromiso con el rango de masas (de 40 a 4000 amu), reproducibilidad y precisión para la cuantificación, además de una alta sensibilidad a un precio razonable. Un cuadrupolo consiste en cuatro barras dispuestas en paralelo con una alta precisión, los polos se encuentra espaciados alrededor de unos ejes centrales. Las barras situadas en posición opuesta se les aplican una corriente continua (DC) y un voltaje de radiofrecuencia (RF). Los iones son introducidos en el campo cuadrupolar mediante la aplicación de un potencial, con lo que empiezan a oscilar en un plano perpendicular a las cuatro barras. De esta manera los iones describen una trayectoria que depende directamente de su relación m/z . En definitiva, la separación de los iones de diferente relación m/z se produce por la vibración estable de los iones en un campo eléctrico de alta frecuencia generado entre los polos del cuadrupolo. De forma especifica, los cuadrupolos son capaces de ajustar una radiofrecuencia para estabilizar una relación m/z concreta que es dirigida hacia el detector, descartando aquellas relaciones m/z mayores o menores a la seleccionada. El cuadrupolo actúa como un filtro de masas, de forma que de todos los iones provenientes de la fuente, solo se van transfiriendo al detector los seleccionados, perdiéndose el resto por el camino. En ese sentido, para obtener un barrido total de masas debe ir acoplando

una a una las m/z mediante la creación de campos eléctricos selectivos de cada una de ellas. En general la velocidad de escaneo suele ser de 4000-5000 amu/s³¹.

Se puede concluir que las distintas características de cada analizador lo hace adecuado para unas aplicaciones y menos adecuados para otras, considerando que no existe el analizador ideal.

2.4.3. Espectrometría de masas en tándem (MS/MS): modos de adquisición

La posibilidad de poder acoplar dos analizadores de espectrometría de masa aumenta considerablemente el potencial y las posibilidades que ofrece esta técnica de LC-MS. Tradicionalmente se había trabajado con Q simples acoplados a GC, debido a que se obtenía gran cantidad de información estructural bajo una ionización por impacto electrónico. Sin embargo, el hecho que las fuentes de ionización API que permiten el acoplamiento entre LC y MS, producen una muy suave fragmentación de las moléculas ionizadas, generando muy poca información estructural, siendo muy interesante el uso de MS/MS acoplado a LC. Aunque, se puede inducir una mayor fragmentación de los iones en la fuente aumentando la energía de extracción, la información de la fragmentación obtenida suele ser complicada de interpretar. La fragmentación en la fuente suele originar una adquisición con una mayor cantidad de ruido químico. Además, que la presencia de interferentes de masas cercanas al fragmento impide una Visualización clara de los espectros de los fragmentos del analito de interés. La adquisición en tándem MS (MS/MS) ofrece una gran selectividad, ya que permite la posibilidad de aislar un ion en la celda de colisión, eliminando otros iones o fragmentos que puedan interferir. La fragmentación en este caso se produce por la colisión del ion seleccionado con moléculas de un gas inerte, recibiendo el nombre de disociación inducida por colisión (*Collision Induced Dissociation*, CID). La CID se suele dividir en dos etapas: en la primera, la energía translacional del ion se convierte en energía interna tras colisionar con la molécula de gas inerte; en la segunda, esta energía interna se transforma en energía de fragmentación, dividiéndose el ion en distintos fragmentos. Estas reacciones están ligadas directamente con la composición química y la estructura de la molécula. Tradicionalmente, la MS/MS se ha desarrollado en analizadores de tipo cuadrupolo, donde se han acoplado dos cuadrupolos (Q) mediante uno intermedio que

hacia de celda de colisión (q). En el primer cuadrupolo (Q1) se selecciona la relación m/z de interés, que se suele denominar como ion precursor, este pasa a través de la celda de colisión (q) donde se fragmenta, los iones producto son separados por el segundo cuadrupolo (Q2). Este tipo de instrumentos se han denominado triple cuadrupolo (QqQ). Aunque se denomine triple cuadrupolo, actualmente la celda de colisión suele ser un hexápodo u octapolo, ya que su diseño va dirigido a potenciar la eficiencia de la transmisión de los iones desde la celda de colisión hasta el Q2, además de presentarse como un espacio adecuado para la fragmentación. También otro tipo de analizadores permiten el acoplamiento MS en tándem con un cuadrupolo, o de doble cuadrupolo. Por último, cabe destacar que el uso de LC-MS en tándem aumenta considerablemente la sensibilidad, especialmente en matrices complejas como extractos de origen vegetal, permitiendo la eliminación de interferentes de la matriz o de la propia fase móvil.³²

La adquisición mediante un QqQ ofrece una gran versatilidad, dependiendo del modo en que opera cada uno de los dos cuadrupolos (Q1 y Q2). Cada uno de estos modos de adquisición presenta unas características que lo hacen idóneo para un objetivo concreto. Los modos de adquisición que se pueden aplicar son:

2.4.3.1. Barrido de todos los iones (full scan)

En este modo de adquisición todas las moléculas que se ionizan en la interfase llegan al detector. En el QqQ, tanto la celda de colisión (q) como el segundo cuadrupolo (Q2) no actúan en el proceso de selección, realizándose el barrido de iones con el primer cuadrupolo (Q1) y obteniendo un espectro de *full scan*³³.

2.4.3.2 Adquisición de un ión seleccionado (Single Ion Monitoring, SIM)

La adquisición SIM está dirigida a la medida de un solo ion, que es seleccionado en el primer cuadrupolo, donde la celda de colisión y el segundo cuadrupolo (Q2) no actúan en la medida. Este tipo de adquisición deriva del uso de Q simple, y su aplicación en instrumentos QqQ no suele ser muy frecuente.

2.4.3.3 Barrido de iones producto (Product Ion Scan)

El barrido de iones producto se lleva a cabo seleccionando en el primer cuadrupolo (Q1) una m/z concreta denominado ion precursor, que se fragmenta con una energía de colisión adecuada en la celda de colisión; el segundo analizador adquiere en modo *full scan* de forma que se obtiene la medida de todos los fragmentos del ion precursor. A estos fragmentos se les denomina iones producto. Este modo de adquisición es ideal para la obtención de la máxima información estructural posible del ion precursor.

2.4.3.4. Adquisición de la reacción seleccionada (Selected Reaction Monitoring, SRM)

En el modo de adquisición SRM, se selecciona un ion en el primer cuadrupolo (Q1) denominado ion precursor; el ion precursor se fragmenta en la celda (q) de colisión en presencia de gas inerte aplicando una energía de colisión óptima; uno de los iones fragmento obtenido en q se selecciona en el segundo cuadrupolo (Q2) etiquetándose como ion producto. La adquisición en SRM es la más utilizada en las aplicaciones analíticas cuantitativas mediante QqQ, ya que minimiza al máximo la presencia de otros interferentes y se presenta como una herramienta de alta sensibilidad y selectividad³⁴.

2.4.3.5. Barrido de iones precursor (Precursor Ion Scan)

En este modo de adquisición, el primer cuadrupolo (Q1) hace un barrido de todos los iones que provienen de la interfase en el primer cuadrupolo, fragmentándose en la celda de colisión a una energía concreta, de todos los fragmentos obtenidos solo se selecciona uno por el segundo cuadrupolo (Q2). El barrido de iones precursores tiene sentido en instrumentos de QqQ, debido a que se debe seleccionar un ion fragmento proveniente de la celda de colisión en el segundo analizador (Q2). La aplicación a la que viene asociado este modo de adquisición es a un grupo de compuestos de la misma familia o a metabolitos provenientes de un mismo analito, pues el barrido de iones precursores a un ion producto común esta directamente ligado a una estructura química común. (Fig I.6)

2.4.3.6. Barrido de pérdidas neutras (Neutral Loss Scan)

El barrido de pérdidas neutras es un modo de adquisición muy específico de QqQ debido a que es necesario que dos analizadores trabajen coordinadamente. El primer cuadrupolo (Q1) y el segundo cuadrupolo (Q2) realizan un barrido en desfase, fijando un valor de masa que diferencia los iones barridos en Q1 y los barridos en Q2, una vez han sido fragmentados en la celda de colisión a una energía concreta. De esta forma, solo aquellos analitos que presenten la pérdida neutra seleccionada serán detectados. Al igual que en el barrido de iones precursores, este modo de adquisición es idóneo para la búsqueda de analitos de la misma familia o de metabolitos que comparten una estructura química común ³⁵.

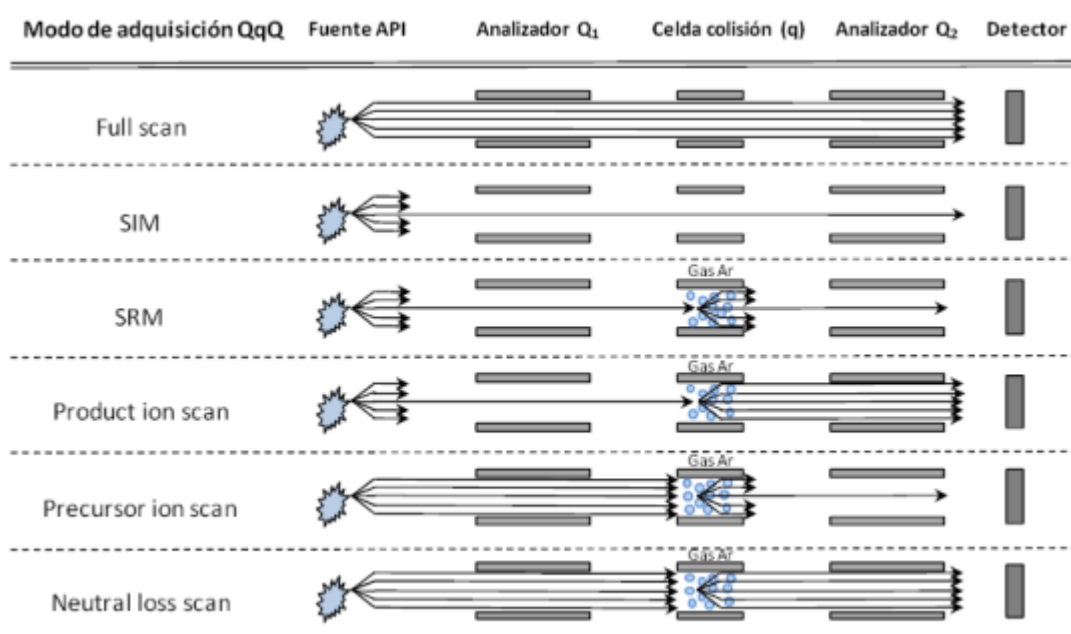


Fig I.6. Esquema de los modos de adquisición permitidos en un instrumento QqQ.

2.5. Principales características de los métodos basados en UPLC-MS/MS con analizador QqQ: puntos fuertes y débiles.

Como ya se ha comentado anteriormente, mediante el uso de UPLC-MS/MS se consigue aumentar tanto la sensibilidad como la selectividad de los métodos de análisis, aumentando la seguridad de que el compuesto determinado, incluso a muy bajos niveles de concentración, es el analito buscado y no otro componente de la matriz. La gran selectividad que proporciona la técnica evita, en general, tener que realizar separaciones

cromatografías exhaustivas, incluso en compuestos de polaridades muy similares que coeluyen entre sí. Así, en UPLC-MS/MS podemos obtener una “doble separación”, una producida en la columna cromatográfica y la otra en el analizador. De este modo, se pueden diferenciar analitos con idéntico tiempo de retención pero con distintas transiciones y viceversa. A pesar de ello, no debe menospreciarse el papel que juega la cromatografía en la disminución del efecto matriz y en las posibles interferencias que podrían afectar a alguna de las transiciones adquiridas. Otra de las grandes aplicaciones de la UPLC-MS/MS es la posibilidad que ofrece para la inyección directa de extractos acuosos tales como aguas, orina, suero, etc. sin necesidad de tratamientos de muestra que pueden llevar a cometer errores analíticos, siempre y cuando la sensibilidad sea suficiente para los objetivos perseguidos³⁶. A pesar de la elevada selectividad de la técnica, existe un hándicap en los métodos basados en UPLC-MS/MS como es la exaltación o supresión de la señal analítica como consecuencia del efecto que tienen interferentes presentes en la matriz en el proceso de ionización del analito. Este hecho puede afectar directamente a la calidad de los resultados provocando que se reporten datos cuantitativamente incorrectos cuando se utilizan patrones preparados en ausencia de matriz. Este “efecto matriz” depende de factores como la interfase utilizada, la matriz objeto del análisis, las características físico-químicas del analito y, sobre todo, de los interferentes que eluyen al mismo tiempo de retención que él. Con tal de eliminar o reducir al máximo este indeseable efecto matriz, existen diversas aproximaciones cuya aplicabilidad variará en función de los analitos estudiados, las matrices involucradas, los niveles de concentración objetivo, el coste de los análisis, el número de muestras a analizar³⁷.

En el análisis de muestras de frutas, vegetales o biológicas, una de las medidas más adoptadas es el uso de calibrado en matriz que el patrón interno. De esta manera, se consigue que la señal de patrones y muestras se vea afectada de manera similar por los interferentes de la matriz. Así, se consigue corregir el efecto matriz (no eliminarlo) con una probable pérdida de sensibilidad. La aplicación de esta técnica se limita a aquellas muestras en las que es factible la consecución de un blanco homogéneo de características similares a las de las muestras. Este hecho es prácticamente imposible de conseguir cuando las muestras son muy heterogéneas entre sí, como ocurre con la mayoría de muestras de las frutas o afines. Otra posibilidad, aunque menos utilizada, es

la aplicación de adiciones de estándar, es decir, añadir cantidades crecientes del analito de interés a una cantidad fija de muestra. Las principales limitaciones son básicamente dos: un aumento considerable del tiempo de análisis, ya que se necesitarán varias inyecciones por muestra y la necesidad de prever el nivel esperado de residuo para proceder a realizarlas adiciones correctas.

Por último, se puede optar por añadir una etapa de pre tratamiento de muestra con el fin de purificarla para eliminar los interferentes. Actualmente, esta etapa suele consistir en una extracción en fase sólida (SPE) en la que, a la vez que se consigue eliminar interferentes, puede realizarse una pre concentración de los analitos mejorando la sensibilidad del método. Dicha aproximación tiene la principal desventaja del aumento del tiempo de análisis y de manipulación de la muestra, junto a la posibilidad de pre concentración de ciertos interferentes estructuralmente semejantes al analito generando el efecto contrario al buscado. En ocasiones se procede a la automatización del proceso mediante la aplicación de la técnica de columnas acopladas (SPE-LC, LC-LC) en las que, tanto patrones en solvente como muestras, se someten al mismo procedimiento automatizado, disminuyendo considerablemente el tiempo de análisis respecto de las técnicas de purificación convencionales (ELL, SPE "off-line"). Pero esta tesis se realizara la SPE de manera manual (off-line) 38.

Finalmente, un inconveniente de UPLC-MS/MS es la ausencia de librerías espectrales comerciales, reproducibles en cualquier instrumento, como las existentes en GC-MS . Asimismo, es necesario indicar que ciertos métodos desarrollados previamente para otros detectores no son siempre transferibles a LC-MS por la incompatibilidad de algunas fases móviles, reactivos o modificadores con el sistema MS utilizado.

2.5.1. Campos de aplicación de la UPLC-MS/MS

Los instrumentos UPLC-MS/MS proporcionan una herramienta adecuada para la determinación de moléculas orgánicas polares o medianamente polares a niveles de concentración muy bajos, siendo especialmente utilizada en aplicaciones donde se necesita una sensibilidad elevada como en el campo ambiental (p.e plaguicidas,

fármacos ,contaminantes en aguas , en alimentos, frutas y vegetales así como otros), farmacológico (p.e estudio de la dosificación y metabolismo de los medicamentos) o en el control biológico de exposición (p.e. niveles de contaminantes orgánicos en contacto con seres humanos en sus distintos fluidos corporales). Además, aprovechando también la elevada especificidad de la técnica, tiene su aplicación en campos en los que se necesita una confirmación inequívoca de la presencia de analito en las muestras, como es el caso del control de alimentos (p.e presencia de una determinada toxina en un producto de consumo) o el control antidoping (p.e presencia de una sustancia prohibida en la sangre u orina de un atleta). Además, gracias a la ionización aportada por la interfase ESI, se pueden abordar el estudio de moléculas de elevado peso molecular (p.e en estudios para la identificación y elucidación estructural de proteínas)³⁹.

En resumen, el uso del acoplamiento UPLCC-MS/MS permite la determinación selectiva (información estructural inherente en la transición), sensible (eliminación casi completa del ruido químico aumentando la relación S/N) y rápida (minimización de la etapa de preparación de muestra) de moléculas orgánicas, si se corrige el efecto matriz.

III. PARTE EXPERIMENTAL

3.1. EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

Se contaron con equipos y materiales debidamente calificados. Los reactivos que se usaron, fueron de alta pureza, especificados para Cromatografía Líquida de Ultra Performance (UPLC).

3.1.1. Equipos:

Balanza Analítica : Sartorius BL210S. Rango: 0 – 210 g; Precisión: ± 0.1 mg.

Bomba de Vacío: Emerson.

SPE: JT Baker Inc

Baño Ultrasonido: AMSCO Reliance Sonic 250

Equipo: Waters® ACQUITY UPLC® System acoplado a Waters tandem quadrupole mass spectrometer

Centrifuga: Precision Scientific

Columna cromatografica: Waters ACQUITY UPLC BEH C18 2.1 x 50 mm, 1.7 μ m

Sistema de Filtración : Millipore

3.1.2. Materiales:

Beakers de 50 mL, 100 mL, 250 mL, 500 mL

Cartuchos C18 High Capacity y OASIS HLB 30 μ m

Espátulas

Filtros de 0.22 μ m, membrana PES : Milipore Express

Matraz aforados de 50 mL, 100 mL, 500 mL, 1000 mL, 2000 mL

Matraz Erlenmeyer de 250 mL, 500 mL, 1000 mL

Papel metálico

Papel Glacine

Papel parafina

Papel toalla

Pipetas graduadas de 2 mL, 5 mL y 10 mL

Pipetas volumétricas de 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL y 5 mL

Pisetas

Probetas graduadas de 100 mL, 250 mL y 500 mL

Viales

3.1.3. Reactivos:

Ácido fórmico, grado P.A.

Ácido acético, grado P.A.

Agua, grado HPLC

Metanol, grado HPLC

Acetonitrilo, grado HPLC

Sulfato de magnesio anhidro, grado P.A.

Acetato de Sodio, grado P.A

Diclorometano, grado P.A

3.2. ESTANDARES DE REFERENCIA:

3.2.1. CARBÁMICOS

Características	Aldicarb	Carbaryl	Carbofurano	Metomilo	Baybon (Propoxur)
Potencia	99.5 %	99.8 %	99.5 %	99.5 %	99.5 %
Lote	425 – 8B	418-13C	401-140 A	401-88B	421-106 A
Fecha de Vencimiento	05/ 13	01/13	04 /13	04/14	04/13
# CAS	116-06-3	63-25-2	1563-66-2	16752-77-5	114-26-1

3.2.2. ORGANOFOSFORADOS

Características	Malatión	Metamidofos	Etyl Paratión
Potencia	99.1 %	99.5 %	99.9 %
Lote	422-123 A	407-62 B	LB58890
Fecha de Vencimiento	06/ 13	07/13	06 /13
# CAS	121-75-5	10265-92-6	56-38-2

3.3. DESARROLLO Y ADAPTACIÓN DEL MÉTODO ANALÍTICO

Se realizó de la siguiente manera:

A. ELECCIÓN DEL TIPO DE CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA A UTILIZAR

Considerando que se traten de muestras de frutas, con plaguicidas carbámicos y organofosforados se tuvo en cuenta los siguientes parámetros:

Peso molecular de cada uno de los plaguicidas.

Solubilidad de cada uno de los plaguicidas.

Estructura química de los plaguicidas.

Para el analito que tiene peso molecular menor de 2000 daltons el método que se usó fue el de fase reversa.

B. OPTIMIZACIÓN DE LAS CONDICIONES DE MS/MS

Un método de UPLC / MS / MS se requiere un método robusto de MRM. Cuando el desarrollo de un método de MRM, se debe determinar primero si el compuesto de interés se ioniza, y si lo hace, entender la mejor manera para ionizar y también obtener el mejor valor m / z valor (de iones de padre, madre o hija) que ofrecen la mejor sensibilidad y selectividad.

Los parámetros que deben ser determinados para el éxito de MS detección y cuantificación de un compuesto seleccionado son:

- El modo de ionización
- MRM iones de transición
- Tensión capilar
- Tensión de cono
- Desolvatación del flujo de gas
- Temperatura de la fuente
- La energía de colisión

La optimización de estos parámetros puede requerir un número de interacciones antes el mejor método de MRM se crea para el ensayo. Compuesto ionización puede tener lugar en un número de maneras diferentes. Los métodos más comunes son a través de la ionización por electrospray (ESI) o ionización química a presión atmosférica (APCI). Ambos estas técnicas se puede ejecutar en modo positivo o negativo. Para elegir el tipo nos basamos en datos bibliográficos .

Elegir el modo correcto para la ionización es un factor importante y es normalmente la primera condición que se determine, pero por lo demás el modo de ionización se selecciona tratando cada uno de los modos de ionización, tanto positivas como negativas. Esto a menudo significa que el de origen debe ser intercambiada entre los modos.

Los otros parámetros (cono de tensión, la tensión capilar, desolvatación flujo de gas, temperatura de la fuente, y la energía de colisión) que necesitan ser seleccionada para el funcionamiento óptimo, se optimizo todos estos parámetros y su respectiva ionización con cada carbamato y cada organofosforado a una concentración de 1 ppm para su optima sintonización en el MS/MS evitando su paso por el cromatografo liquido, de lo contrario satura al UPLC.

C. ELECCIÓN DE LA FASE MÓVIL Y FASE ESTACIONARIA

Para elegir la fase móvil y fase estacionaria se tuvo en cuenta los siguientes factores:

- Solubilidad de los principios activos
- Compatibilidad de la fase móvil – muestra – detector

Se trabajó inicialmente con una mezcla de acetonitrilo y agua en gradiente respectivamente y una columna Waters ACQUITY UPLC BEH C18 2.1 x 50 mm, 1.7 µm con la que no se obtuvo una buena separación entre los plaguicidas de la muestra, posteriormente se modificó fase móvil con metanol 0.1 % de Ácido Fórmico y agua 0.1 % de Ácido Fórmico en gradiente respectivamente obteniéndose una buena separación entre los componentes de plaguicidas en la muestra, siendo importante la adición de ácido fórmico, permitiendo su fácil ionización. La optimización cromatográfica se realizó con un mezcla de estándares para carbámicos (aldicarb, carbaryl, cabofurano, metomilo y propoxur) a una concentración de 10 ppb y se realizó de igual forma para los organofosforados (malatión, paratión y metamidofos) a una concentración de 10 ppb también. Con todo lo mencionado anteriormente se determinó las condiciones finales del método cromatográfico no evidenciándose ninguna interferencia entre los analitos, compuesto relacionado y fase móvil.

3.3. METODOLOGÍA DEL TRABAJO

3.3.1. Procedimiento de trabajo.

El procedimiento general de trabajo seguida para el desarrollo de los métodos analíticos que conforman la presente Tesis puede resumirse del siguiente modo:

1. Selección de posibles analitos y revisión bibliográfica respecto a las metodologías existentes para su determinación, especialmente en aguas, prestando especial atención a las técnicas instrumentales utilizadas.
Búsqueda de información referente a compuestos similares determinados por LC-MS/MS o UPLC-MS/MS.

2. Optimización de las condiciones de MS y MS/MS para los compuestos seleccionados mediante infusión individual de sus patrones analíticos en disolución.
 - a) Adquisición de sus espectros MS en modo barrido (scan) estableciendo el modo de ionización y el voltaje de cono para el ion precursor.
 - b) Se procura favorecer la formación del ión molecular protonado (modo positivo) o desprotonado (modo negativo) mediante la adición de aditivos compatibles con el sistema (tipo ácido fórmico) cuando sea necesario.
 - c) Tras aislar el ión precursor, se optimiza la energía de colisión para generar el mayor número de iones producto facilitando la adquisición de diversas transiciones.
 - d) Selección de las transiciones en modo SRM para la correcta cuantificación e identificación del analito teniendo en cuenta la sensibilidad alcanzada (abundancia del ión producto) y muy particularmente la selectividad (especificidad de la transición), evitando aquellas transiciones derivadas de pérdidas comunes, como agua, CO, etc.
3. Estudio de las condiciones óptimas de separación cromatográfica mediante la inyección de patrones en disolución. Elección de la fase móvil así como del gradiente para poder obtener buenos picos cromatográficos y adecuada resolución. En determinadas ocasiones, el uso de aditivos en las fases móviles deberá ser cuidadosamente controlado para llegar a un compromiso cromatografía-detección, evitando introducir sustancias que puedan perjudicar la ionización.
4. Inyección de extractos de muestras blanco, fortificados al nivel de concentración objetivo, así como de patrones en disolución a la misma concentración para

estudiar el efecto matriz. En caso de observar supresiones o exaltaciones importantes en la señal obtenida, búsqueda de soluciones adecuadas para corregir el efecto matriz y poder llevar a cabo una cuantificación correcta sin comprometer excesivamente el tiempo total del análisis, ni aumentar la manipulación de muestra.

5. Aumento de la sensibilidad del método, en caso necesario, incrementando el volumen de muestra inyectada en el sistema LC-MS/MS, o bién incluyendo una etapa de preconcentración mediante SPE.
6. Una vez adaptado y desarrollado el método analítico, siguiendo la metodología descrita, estudiando los ensayos de recuperación a varios niveles de concentración y definiendo el límite de cuantificación objetivo (LOQ).
7. Aplicación de la metodología adaptada desarrollada al análisis de muestras y establecimiento de conclusiones a partir de los datos obtenidos.
8. El trabajo experimental se realiza siguiendo las directrices marcadas por diferentes guías como el Codex alimentario y directivas europeas, en materia de validación de la metodología analítica (SANCO), límites máximos de residuos permitidos en vegetales, frutas (LMRs), (Directivas 98/83/CE, 2000/60/CE, 2006/118/CE) o identificación/confirmación de los analitos mediante UPLC-MS/MS (Directiva 2002/657/CE).

3.3.2 Preparación de la Fase Móvil:

- **Fase móvil.**

Se preparó en frascos separados soluciones de metanol al 0.1 % de ácido fórmico y agua al 0.1% ácido fórmico, se filtró a través de membrana de 0,22 µm o fina porosidad y desgasificar.

3.3.3. Preparación de la Curva de Calibración:

- **Carbámicos.**

Se pesó 20mg de cada carbámico (aldicarb,carbaryl, carbofurano, metomilo y propoxur), se trasvasó a una fiola de 100mL, se añadió 20mL del diluyente metanol y se llevó al ultrasonido por 10 min y se enrasó con el diluyente, obteniendo una concentración stock de 200ppm. Se tomó una alícuota de 1 mL y se trasvasó a una fiola de 100mL , se llevó a volumen con el diluyente, obteniendo una concentración de 2000ppb. Posteriormente se tomó una alícuota de 25 uL, 50uL, 100uL, 200uL, 400uL, 800uL en fiolas de 10mL, enrasandolo respectivamente con metanol, obteniéndose concentraciones de 5ppb, 10ppb, 20ppb, 40ppb, 80ppb, 160ppb.

- **Organofosforados.**

Se pesó 25mg de cada organofosforado (malatión, paratión etil y metamidofos), se trasvasó a una fiola de 100mL, se añadió 40mL del diluyente metanol y se llevó al ultrasonido por 15 min y se enrasó con el diluyente, obteniendo una concentración stock de 250ppm. Se tomó una alícuota de 1 mL y se trasvasó a una fiola de 100mL , se llevó a volumen con el diluyente, obteniendo una concentración de 2500ppb. Posteriormente se tomó una alícuota de 20 uL, 40uL, 80uL, 160uL, 320uL, 640uL en fiolas de 10mL, enrasandolo respectivamente con metanol, obteniéndose concentraciones de 5ppb, 10ppb, 20ppb, 40ppb, 80ppb, 160ppb.

3.3.4. Preparación de la Muestra Fortificada a 5 ppb y 40 ppb

Se analizaron muestras de Frutas nativas de Camu Camu, Chirimoya y Lúmuca fortificándolas a 5 ppb y a 10 ppb de carbámicos y organofosforados, Pues, las cuales fueron recolectadas en el supermercado “Vivanda” con el fin de obtener muestras orgánicas libres de plaguicidas para el desarrollo y la adaptación del método.

3.3.4.1 Procedimiento de Extracción y Limpieza de Muestras de Camu Camu, Chirimoya y Lúcuma

Las muestras de Camu Camu , Chirimoya y Lúcuma, constó en remover todas las interferencias que pueden causar problemas para hacer el análisis, todo se realizó por separado y al ir desechando las impurezas, luego se trituró en un mortero hasta su completa homogenización, posteriormente se fortificó a una concentración de 5ppb y 40ppb se agitó y sonicó hasta su completa homogenización y se obtuvo la mayor recuperación de plaguicidas, el cual se analizó posteriormente. Esto se hizo de acuerdo al método de Quechers de la AOAC y SPE en cartuchos de C18 y OASIS HLB para Carbámicos y organofosforados en las frutas. Evaluando en sí su capacidad de extracción y obtener un buen porcentaje de recuperación óptimo (70 % - 110 %).

La extracción de plaguicidas de las muestras de camu camu, chirimoya y lúcuma se basó en el método de extracción en fase sólida (SPE), el cual tiene como fundamento el fenómeno físico de la adsorción del analito sobre la fase estacionaria y posterior elución. Se usan columnas que están rellenas con sílices modificadas. En sus grupos silanoles se presentan sustituyentes capaces de interactuar con el analito por intercambio catiónico, aniónico o debido a un determinado grado de hidrofobicidad, permitiendo así la separación de drogas ácidas, neutras y alcalinas. Además de que las columnas tienen gran capacidad de remover interferencia.

A. Método Extracción en fase Sólida (SPE)

1. Extracción del analito en las muestras

Se pesó 2 g de cada muestra de fruta triturada y homogenizada, se trasvasó a un tubo falcon de 15 mL y se adicionó 8 mL de metanol y llevó al ultrasonido por 40 min para su disolución y homogenización al solvente, luego se adicionó una solución de mix de estándares carbámicos a una concentración de 5ppb y se enrasó a volumen. Agitando hasta su completa homogenización. Posteriormente se centrifugó a 6000rpm x 10 min, tomándose el sobrenadante a un vial y previamente filtrado con unas membranas de 0.22um.

2. Clean up (Limpieza).

* Se utilizaron cartuchos High Capacity C18 y OASIS HLB

Con la solución del sobrenadante de la extracción final, se diluyó con 2mL de agua grado HPLC. Previamente se acondiciona el cartucho con el equipo de extracción de fases sólida siguiendo los siguientes pasos:

- a) Acondicionar el cartucho con 4mL de diclorometano, 4mL de metanol y 4 mL de agua.
- b) Secar el cartucho por 30 min al vacío.
- c) Cargar la muestra.
- d) Eluir los analitos con 5mL de metanol y 5mL de diclorometano.
- e) Evaporar el solvente orgánico
- f) Luego reconstituir con 1mL de metanol.
- g) Inyectar al UPLC-MS/MS

- ❖ Se procedió a realizar el mismo procedimiento para los organofosforados
- ❖ Se realizó el mismo procedimiento para la concentración de 10 ppb

B. Metodología de QuEChERS.

* Metodología por la AOAC.

1. Se seleccionaron las muestras de frutas por separado (camu- camu, chirimoya y lúcuma).
2. Se trituró en el mortero y se homogenizó la muestra.
3. Se pesó 2 g y se trasvasó a un tubo falcon de 10 mL y adicionó 10 mL al 1% ácido acético en acetonitrilo, se agitó y se llevó al ultrasonido por 30 min.
4. Luego se adicionó 0.8 g de sulfato de magnesio anhidro y 1 g de acetato de sodio, se agitó y se llevó al ultrasonido por 10 min .

- 5.** Luego se adicionó con un mix de estándares de carbámico a una concentración de 5ppb, se agitó y se llevó al ultrasonido por 20 min, hasta su completa homogenización.
 - 6.** Se centrifugó a 6000 rpm por 10 min.
 - 7.** Se tomó el sobrenadante a un vial
 - 8.** Se evaporó el solvente orgánico
 - 9.** Se reconstituyó con metanol
 - 10.** Se inyectó al UPLC-MS/MS.
-
- ❖ Se procedió a realizar el mismo procedimiento para los organofosforados
 - ❖ Se realizó el mismo procedimiento para la concentración de 10 ppb

VI. RESULTADOS

4.1. Condiciones de MS/ MS :

Se sintonizó, obteniéndose un valor mayor de m/z, para cada analito a una concentración de 1 ppm

4.1.1. CARBÁMICOS (Aldicarb, Carbaryl, Carbofurano, Metomilo y Propoxur)

MS sistema: Waters tándem cuadrupolo espectrómetro de masas

El modo de ionización: ESI positiva

Tensión capilar : 2,8 KV

Temperatura de desolvatación. 380 ° C

Desolvatación de gas: 550 L / Hr

Temperatura de la fuente: 120 ° C

Name	Parents (m/z)	Daughters (m/ z)	Dwell (s)	Cone (V)	Collision (V)	Coments	Tiempo de Retención (Tr)
Metomilo	163	88	0.2	25	10	M+H	1.21
Carbofurano	222	165	0.2	25	12	M+H	2.82
Aldicarb	213	89	0.2	28	18	M+Na	2.34
Propoxur	210	168	0.2	30	8	M+H	2.79
Carbaryl	202	145	0.2	20	10	M+H	2.96

Tabla 1

4.1.2 ORGANOFOSFORADOS (Malatión, Paratión Etil y Metamidofos)

MS sistema: Waters tándem cuadrupolo espectrómetro de masas

El modo de ionización: ESI positiva

Tensión capilar: 5,5 KV

Temperatura de desolvatación. 550 ° C

Desolvatación de gas: 680 L / Hr

Temperatura de la fuente: 150 ° C

Name	Parents (m/z)	Daughters (m/ z)	Dwell (s)	Cone (V)	Collision (V)	Coments	Tiempo de Retención (Tr)
Malatión	331	127	0.3	46	17	M+H	4.16
Paratión Etil	292	97	0.3	69	21	M+H	2.82
Metamidofos	142	93	0.3	46	19	M+H	3.75

Tabla 2

4.2. Técnica analítica cromatográfica.

4.2.1 CARBÁMICOS (Aldicarb, Carbaryl, Carbofurano, Metomilo y Propoxur)

Condiciones cromatográficas:

Columna: Waters ACQUITY UPLC BEH C18 2.1 x 50 mm, 1.7 µm
que contiene un empaque de 1.7 µm

Sistema: Gradiente

Fase Móvil: A = Agua HPLC 0.1 % Ácido Fórmico
B = Metanol HPLC 0.1 % Ácido Fórmico

	Tiempo	% A	% B
1	0.0	90	10
2	5.0	10	90
3	5.7	90	10
4	7.0	90	10

Flujo: 0.4 mL / minuto

Volumen de Inyección: 5 µL

Temperatura: 40°C

4.2.2 ORGANOFOSFORADOS (Malatión, Paratión Etil y Metamidofos)

Condiciones cromatográficas:

Columna: Waters ACQUITY UPLC BEH C18 2.1 x 50 mm, 1.7 µm
que contiene un empaque de 1.7 µm

Sistema: Gradiente

Fase Móvil: A = Agua HPLC 0.1 % Ácido Fórmico
B = Metanol HPLC 0.1 % Ácido Fórmico

	Tiempo	% A	% B
1	0.0	90	10
2	4.5	50	50
3	6.0	90	10
4	7.0	90	10

Flujo: 0.4 mL / minuto

Volumen de Inyección: 5 µL

Temperatura: 40°C

4.3 Tiempo de retención (Tr) y parámetros seleccionados de MS/MS para los plaguicidas.

4.3.1 CARBÁMICOS.

Plaguicidas	Tr (min)	MRM transición (m/z)	Voltage de Cono (V)	Energia de Colisión (eV)
Metomilo	1.21	163>88	25	10
Carbofurano	2.82	222>165	25	12
Aldicarb	2.34	213>89	28	18
Propoxur	2.79	210>168	30	8
Carbaryl	2.96	202>145	20	10

Tabla 3

4.3.2 ORGANOFOSFORADOS.

Plaguicidas	Tr (min)	MRM transición (m/z)	Voltage de Cono (V)	Energia de Colisión (eV)
Malatión	4.16	331>127	46	17
Paratión Etil	2.82	292>97	69	21
Metamidofos	3.75	142>93	46	19

Tabla 4

4.4. CALCULOS DE PLAGUICIDAS CARBÁMICOS

4.4.1. SPE OASIS HLB.

4.4.1.1. Muestra de Camu Camu.

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA	: CAMU-CAMU						
DETERMINACIÓN	: ALDICARB			% RECUPERACIÓN : 5ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Aldicarb			Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	425-8B			Peso (W ST2)	: 20.5	mg	
%Potencia	99.5000 %			Promedio ST	: 20.4		
				Dilución	: Wm/100x1/100x100x25uL/10*0.995		
				Factor de dilución:	0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 21.414848 X + 1.135405							
				R2 :	0.999998		
				R :	0.999999		
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0073 g			Promedio	: 2.0082 g		
BLANCO 2	2.0029 g			SD	: 0.0066		
M1	2.0175 g						
M2	2.0055 g			Dilución	1		
M3	2.0023 g			Factor de dilución	1		
M4	2.0075 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	7.827		Blanco 2I1	7.654			
Blanco 1I2	7.395		Blanco 2I2	7.465		Promedio Blanco :	7.588
Blanco 1I3	7.235		Blanco 2I3	7.954		SD :	0.277
Promedio	7.486		Promedio	7.691			
SD1	0.306		SD2	0.247			
M1 I1	107.567	99.979	M2 I1	107.817	100.229	ST11	107.678
M1 I2	107.822	100.234	M2 I2	108.019	100.431	ST12	107.832
M1 I3	108.332	100.744	M2 I3	107.567	99.979	ST13	107.628
Promedio	100.319		Promedio	100.213		Promedio	107.713
SD 1	0.390		SD 2	0.226		SD 1	0.106
M3 I1	108.312	100.724	M4 I1	107.525	99.937	ST21	107.027
M3 I2	108.567	100.979	M4 I2	108.567	100.979	ST22	108.012
M3 I3	107.573	99.985	M4 I3	107.512	99.924	ST23	107.927
Promedio	100.562		Promedio	100.562		Promedio	107.655
SD 3	0.516		SD 4	0.516		SD 2	0.5458
Promedio Muestras :	100.414		Promedio ST	107.370			
Promedio SD :	0.4121		Promedio SD	0.326			
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.6156 ppb		M2 I1	4.6273 ppb			
M1 I2	4.6276 ppb		M2 I2	4.6367 ppb			
M1 I3	4.6514 ppb		M2 I3	4.6156 ppb		Promedio ST :	4.6327
Promedio	4.6315 ppb		Promedio	4.6266 ppb		Promedio SD :	0.0203
SD	0.0182		SD	0.0106			
M3 I1	4.6504 ppb		M4 I1	4.6137 ppb			
M3 I2	4.6623 ppb		M4 I2	4.6623 ppb			
M3 I3	4.6159 ppb		M4 I3	4.6131 ppb			
Promedio	4.6429 ppb		Promedio	4.6297 ppb			
SD	0.0241		SD	0.0283			
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	4.6315	ppb			% Recuperación	91.2748 %	
M2	4.6266	ppb	Promedio		Concentración	4.6327 ppb	
M3	4.6429	ppb			%RSD	0.1536 %	
M4	4.6297	ppb			Concentración Teórica	5.0755 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 40ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	20.3	mg	
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	20.5	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	20.4	mg	
		Dilución	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995		
		Factor de dilución	1.99		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 21.414848 X + 1.135405					
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0073 g	Promedio	2.0041 g		
BLANCO 2	2.0029 g	SD	0.0022		
M1	2.0035 g				
M2	2.0062 g	Dilución	1		
M3	2.0012 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0055 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	7.827	Blanco 2I1 :	7.654		
Blanco 1I2	7.395	Blanco 2I2 :	7.465	Promedio Blanco	7.588
Blanco 1I3	7.235	Blanco 2I3 :	7.954	SD	0.277
Promedio	7.486	Promedio :	7.691		
SD1	0.306	SD2	0.247		
M1 I1	857.6480	850.060	M2 I1	857.1380	849.550
M1 I2	858.3580	850.770	M2 I2	857.0380	849.450
M1 I3	858.2780	850.690	M2 I3	858.2620	850.674
Promedio	850.506	Promedio	849.891	Promedio :	859.122
SD 1	0.389	SD 2	0.680	SD 1	0.368
M3 I1	857.2780	849.690	M4 I1	858.4580	850.870
M3 I2	858.9880	851.400	M4 I2	857.2180	849.630
M3 I3	857.5380	849.950	M4 I3	858.1180	850.530
Promedio	850.346	Promedio	850.346	Promedio	859.060
SD 3	0.921	SD 4	0.921	SD 2	0.7810
Promedio Muestras	850.273	Promedio ST	859.527		
Promedio SD	0.7278	Promedio SD	0.574		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.6419 ppb	M2 I1	39.6180 ppb		
M1 I2	39.6750 ppb	M2 I2	39.6134 ppb		
M1 I3	39.6713 ppb	M2 I3	39.6705 ppb	Promedio ST	39.6518
Promedio	39.6627 ppb	Promedio :	39.6340 ppb	Promedio SD	0.0307
SD	0.0182	SD	0.0317		
M3 I1	39.6246 ppb	M4 I1	39.6797 ppb		
M3 I2	39.7044 ppb	M4 I2	39.6218 ppb		
M3 I3	39.6367 ppb	M4 I3	39.6638 ppb		
Promedio :	39.6552 ppb	Promedio :	39.6551 ppb		
SD	0.0430	SD	0.0299		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	39.6627 ppb	% Recuperación	97.6740 %		
M2	39.6340 ppb	Promedio Concentración	39.6518 ppb		
M3	39.6552 ppb	%RSD	0.0312 %		
M4	39.6551 ppb	Concentración Teórica	40.5960 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	: 20.3	mg			
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	: 20.2	mg			
%Potencia	99.8000 %	Promedio ST	20.25	mg			
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.998				
		Factor de dilución	: 0.2495				
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 14.073159X + 0.779632					
		R2	0.999997				
		R	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0064 g	Promedio	2.0065 g				
BLANCO 2	2.0076 g	SD	0.0019				
M1	2.0054 g						
M2	2.0083 g	Dilución	1				
M3	2.0044 g	Factor de dilución	1				
M4	2.0079 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 111	9.034	Blanco 211	9.443				
Blanco 112	8.946	Blanco 212	9.675	Promedio Blanco	9.413		
Blanco 113	9.596	Blanco 213	9.785	SD	0.264		
Promedio	9.192	Promedio	9.634				
SD1	0.353	SD2	0.175				
M1 I1	71.968	62.555	M2 I1	72.427	63.014	ST11	70.345
M1 I2	72.637	63.224	M2 I2	71.968	62.555	ST12	70.647
M1 I3	71.312	61.899	M2 I3	71.618	62.205	ST13	71.937
Promedio	62.559	Promedio	62.591	Promedio	70.976		
SD 1	0.663	SD 2	0.406	SD 1	0.846		
M3 I1	72.008	62.595	M4 I1	71.662	62.249	ST21	70.964
M3 I2	72.968	63.555	M4 I2	72.772	63.359	ST22	71.102
M3 I3	71.722	62.309	M4 I3	71.545	62.132	ST23	70.937
Promedio :	62.820	Promedio	62.820	Promedio	71.001		
SD 3	0.653	SD 4	0.653	SD 2	0.0885		
Promedio Muestras	62.697	Promedio ST	70.970				
Promedio SD	0.5934	Promedio SD	0.467				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.3896 ppb	M2 I1	4.4222 ppb				
M1 I2	4.4371 ppb	M2 I2	4.3896 ppb				
M1 I3	4.3430 ppb	M2 I3	4.3647 ppb	Promedio ST	4.3954		
Promedio	4.3899 ppb	Promedio :	4.3922 ppb	Promedio SD	0.0426		
SD	0.0471	SD	0.0288				
M3 I1	4.3924 ppb	M4 I1	4.3678 ppb				
M3 I2	4.4606 ppb	M4 I2	4.4467 ppb				
M3 I3	4.3721 ppb	M4 I3	4.3595 ppb				
Promedio	4.4084 ppb	Promedio :	4.3914 ppb				
SD	0.0464	SD	0.0481				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	4.3899 ppb			% Recuperación	86.9976 %		
M2	4.3922 ppb			Promedio Concentración	4.3954 ppb		
M3	4.4084 ppb			%RSD	0.1974 %		
M4	4.3914 ppb			Concentración Teórica	5.0524 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	20.3	mg			
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	20.2	mg			
%Potencia	99.8000 %	Promedio ST	20.25	mg			
		Dilución	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.998				
		Factor de dilución	1.996				
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 14.073159X + 0.779632							
		R2 :	0.999997				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0064 g	Promedio	2.0045 g				
BLANCO 2	2.0076 g	SD	0.0023				
M1	2.0022 g						
M2	2.0065 g	Dilución	1				
M3	2.0029 g	Factor de dilución	1				
M4	2.0064 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	9.034	Blanco 2I1	9.443				
Blanco 1I2	8.946	Blanco 2I2	9.675	Promedio Blanco	9.413		
Blanco 1I3	9.596	Blanco 2I3	9.785	SD	0.264		
Promedio	9.192	Promedio	9.634				
SD1	0.353	SD2	0.175				
M1 I1	561.945	552.532	M2 I1	562.026	552.613	ST1I1	562.457
M1 I2	562.035	552.622	M2 I2	562.632	553.219	ST1I2	563.927
M1 I3	561.421	552.008	M2 I3	561.324	551.911	ST1I3	563.263
Promedio	552.387	Promedio	552.581	Promedio :	563.216		
SD 1	0.332	SD 2	0.655	SD 1	0.736		
M3 I1	561.036	551.623	M4 I1	561.008	551.595	ST2I1	562.997
M3 I2	562.647	553.234	M4 I2	562.627	553.214	ST2I2	562.546
M3 I3	561.928	552.515	M4 I3	561.266	551.853	ST2I3	563.273
Promedio	552.457	Promedio	552.457	Promedio	562.939		
SD 3	0.807	SD 4	0.807	SD 2	0.3670		
Promedio Muestras	552.471	Promedio ST	563.106				
Promedio SD	0.6501	Promedio SD	0.552				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	39.2060 ppb	M2 I1	39.2118 ppb				
M1 I2	39.2124 ppb	M2 I2	39.2548 ppb				
M1 I3	39.1688 ppb	M2 I3	39.1619 ppb	Promedio ST	39.1974		
Promedio	39.1957 ppb	Promedio	39.2095 ppb	Promedio SD	0.0473		
SD	0.0236	SD	0.0465				
M3 I1	39.1414 ppb	M4 I1	39.1394 ppb				
M3 I2	39.2559 ppb	M4 I2	39.2545 ppb				
M3 I3	39.2048 ppb	M4 I3	39.1577 ppb				
Promedio	39.2007 ppb	Promedio	39.1839 ppb				
SD	0.0573	SD	0.0618				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	39.1957 ppb			% Recuperación	96.9778 %		
M2	39.2095 ppb			Promedio Concentración	39.1974 ppb		
M3	39.2007 ppb			%RSD	0.0273 %		
M4	39.1839 ppb			Concentración Teórica	40.4190 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA		: CAMU-CAMU			
DETERMINACIÓN		: CARBOFURANO		% RECUPERACIÓN : 5 ppb	
ESTANDAR					
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	20.2	mg	
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	20.1	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	20.15	mg	
		Dilución	Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución	0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y=20.106412X + 0.118110					
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0101 g	Promedio	2.0068 g		
BLANCO 2	2.0093 g	SD	0.0012		
M1	2.0063 g				
M2	2.0055 g	Dilución	1		
M3	2.0082 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0073 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	13.056	Blanco 2I1 :	13.645		
Blanco 1I2	12.967	Blanco 2I2 :	12.645	Promedio Blanco :	13.122
Blanco 1I3	13.564	Blanco 2I3 :	12.856	SD :	0.425
Promedio	13.196	Promedio :	13.049		
SD1	0.322	SD2	0.527		
M1 I1	100.087	86.965	M2 I1 :	101.733	88.611
M1 I2	101.836	88.714	M2 I2 :	101.843	88.721
M1 I3	100.457	87.335	M2 I3 :	100.947	87.825
	Promedio	87.671	Promedio	88.386	Promedio :
	SD 1	0.922	SD 2	0.489	SD 1 :
					0.287
M3 I1	101.324	88.202	M4 I1 :	101.928	88.806
M3 I2	100.038	86.916	M4 I2 :	100.837	87.715
M3 I3	101.554	88.432	M4 I3 :	101.827	88.705
	Promedio	87.850	Promedio	87.850	Promedio
	SD 3	0.817	SD 4	0.817	SD 2
					100.818
					0.2236
	Promedio Muestras	87.939		Promedio ST	100.678
	Promedio SD	0.7611		Promedio SD	0.255
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.3194 ppb	M2 I1	4.4012 ppb		
M1 I2	4.4063 ppb	M2 I2	4.4067 ppb		
M1 I3	4.3378 ppb	M2 I3	4.3621 ppb	Promedio ST	4.3748
Promedio	4.3545 ppb	Promedio :	4.3900 ppb	Promedio SD	0.0352
SD	0.0458	SD	0.0243		
M3 I1	4.3809 ppb	M4 I1	4.4109 ppb		
M3 I2	4.3169 ppb	M4 I2	4.3567 ppb		
M3 I3	4.3923 ppb	M4 I3	4.4059 ppb		
Promedio :	4.3634 ppb	Promedio :	4.3912 ppb		
SD	0.0406	SD	0.0300		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.3545 ppb		% Recuperación	87.2626 %	
M2	4.3900 ppb		Promedio Concentración	4.3748 ppb	
M3	4.3634 ppb		%RSD	0.4261 %	
M4	4.3912 ppb		Concentración Teórica	5.0133 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA		: CAMU-CAMU			
DETERMINACIÓN		: CARBOFURANO % RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	: 20.1	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.15	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 1.99		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y=20.106412X + 0.118110					
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0101 g	Promedio	:	2.0051 g	
BLANCO 2	2.0093 g	SD	:	0.0022	
M1	2.0028 g				
M2	2.0073 g	Dilución	1		
M3	2.0036 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0066 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	13.056	Blanco 211	13.645		
Blanco 112	12.967	Blanco 212	12.645	Promedio Blanco :	13.122
Blanco 113	13.564	Blanco 213	12.856	SD :	0.425
Promedio	13.196	Promedio	13.049		
SD1	0.322	SD2	0.527		
M1 I1	803.152	790.030	M2 I1	802.038	788.916
M1 I2	802.937	789.815	M2 I2	802.124	789.002
M1 I3	803.342	790.220	M2 I3	803.722	790.600
	Promedio :	790.022		Promedio :	789.506
	SD 1 :	0.203		SD 2 :	0.948
				Promedio :	803.964
				SD 1 :	0.314
M3 I1	803.627	790.505	M4 I1	803.822	790.700
M3 I2	802.833	789.711	M4 I2	802.224	789.102
M3 I3	803.526	790.404	M4 I3	803.637	790.515
	Promedio :	790.207		Promedio :	790.207
	SD 3 :	0.432		SD 4 :	0.432
				Promedio :	803.993
				SD 2 :	0.7841
	Promedio Muestras :	789.985		Promedio ST :	803.910
	Promedio SD :	0.5039		Promedio SD :	0.549
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.2866 ppb	M2 I1	39.2312 ppb		
M1 I2	39.2759 ppb	M2 I2	39.2354 ppb		
M1 I3	39.2960 ppb	M2 I3	39.3149 ppb	Promedio ST :	39.2831
Promedio :	39.2861 ppb	Promedio :	39.2605 ppb	Promedio SD :	0.0306
SD	0.0101	SD	0.0472		
M3 I1	39.3102 ppb	M4 I1	39.3199 ppb		
M3 I2	39.2707 ppb	M4 I2	39.2404 ppb		
M3 I3	39.3052 ppb	M4 I3	39.3107 ppb		
Promedio :	39.2953 ppb	Promedio :	39.2903 ppb		
SD	0.0215	SD	0.0435		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	39.2861	ppb	% Recuperación	97.9664 %	
M2	39.2605	ppb	Promedio Concentración	39.2831 ppb	
M3	39.2953	ppb	%RSD	0.0395 %	
M4	39.2903	ppb	Concentración Teórica	40.0985 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: METOMILO		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	:	20.1	mg		
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	:	20.2	mg		
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	0.2488			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.032549X + 0.421158					
		R2 :	0.999997				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0057 g	Promedio	:	2.0066 g			
BLANCO 2	2.0090 g	SD	:	0.0027			
M1	2.0074 g						
M2	2.0093 g	Dilución	:	1			
M3	2.0066 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0029 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.423	Blanco 2I1 :	0.421				
Blanco 1I2	0.345	Blanco 2I2 :	0.534		Promedio Blanco :	0.447	
Blanco 1I3	0.459	Blanco 2I3 :	0.498		SD :	0.058	
Promedio	0.409	Promedio :	0.484				
SD1	0.058	SD2	0.058				
M1 I1	15.837	15.390	M2 I1	16.530	16.083	ST1I1	15.245
M1 I2	16.728	16.281	M2 I2	15.863	15.416	ST1I2	15.928
M1 I3	15.849	15.402	M2 I3	15.637	15.190	ST1I3	15.378
	Promedio :	15.691		Promedio :	15.563	Promedio :	15.517
	SD 1 :	0.511		SD 2 :	0.464	SD 1 :	0.362
M3 I1	15.437	14.990	M4 I1	15.628	15.181	ST2I1	15.927
M3 I2	16.521	16.074	M4 I2	16.273	15.826	ST2I2	15.367
M3 I3	15.263	14.816	M4 I3	15.827	15.380	ST2I3	15.282
	Promedio :	15.294		Promedio :	15.294	Promedio :	15.525
	SD 3 :	0.682		SD 4 :	0.682	SD 2 :	0.3504
Promedio Muestras :		15.461		Promedio ST :		15.722	
Promedio SD :		0.5846		Promedio SD :		0.356	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.9362 ppb	M2 I1	5.1647 ppb				
M1 I2	5.2300 ppb	M2 I2	4.9447 ppb				
M1 I3	4.9401 ppb	M2 I3	4.8702 ppb		Promedio ST :	4.9732	
Promedio	5.0354 ppb	Promedio :	4.9932 ppb		Promedio SD :	0.1638	
SD	0.1685	SD	0.1531				
M3 I1	4.8043 ppb	M4 I1	4.8673 ppb				
M3 I2	5.1617 ppb	M4 I2	5.0799 ppb				
M3 I3	4.7469 ppb	M4 I3	4.9329 ppb				
Promedio :	4.9043 ppb	Promedio :	4.9600 ppb				
SD	0.2248	SD	0.1089				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	5.0354	ppb			% Recuperación	99.2005 %	
M2	4.9932	ppb			Promedio Concentración	4.9732 ppb	
M3	4.9043	ppb			%RSD	1.1132 %	
M4	4.9600	ppb			Concentración Teórica	5.0133 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: METOMILO		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	: 20.1	mg			
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	: 20.2	mg			
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.15	mg			
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995				
		Factor de dilución	: 1.99				
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.0322549X + 0.421158					
		R2 :	0.999997				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0057 g	Promedio	:	2.0064 g			
BLANCO 2	2.0090 g	SD	:	0.0033			
M1	2.0045 g						
M2	2.0087 g	Dilución	: 1				
M3	2.0027 g	Factor de dilución	: 1				
M4	2.0095 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.423	Blanco 2I1	0.421				
Blanco 1I2	0.345	Blanco 2I2	0.534	Promedio Blanco :	0.447		
Blanco 1I3	0.459	Blanco 2I3	0.498	SD :	0.058		
Promedio	0.409	Promedio	0.484				
SD1	0.058	SD2	0.058				
M1 I1	119.876	119.429	M2 I1	119.286	118.839	ST1I1	121.986
M1 I2	119.254	118.807	M2 I2	121.092	120.645	ST1I2	121.372
M1 I3	120.504	120.057	M2 I3	121.476	121.029	ST1I3	121.938
	Promedio :	119.431		Promedio :	120.171	Promedio :	121.765
	SD 1 :	0.625		SD 2 :	1.169	SD 1 :	0.341
M3 I1	118.684	118.237	M4 I1	121.854	121.407	ST2I1	122.738
M3 I2	121.052	120.605	M4 I2	118.644	118.197	ST2I2	121.082
M3 I3	118.906	118.459	M4 I3	120.242	119.795	ST2I3	122.837
	Promedio :	119.101		Promedio :	119.101	Promedio :	122.219
	SD 3 :	1.308		SD 4 :	1.308	SD 2 :	0.9859
Promedio Muestras :	119.451	Promedio ST :			122.252		
Promedio SD :	1.1025	Promedio SD :			0.664		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	39.2436 ppb	M2 I1	39.0491 ppb				
M1 I2	39.0385 ppb	M2 I2	39.6446 ppb				
M1 I3	39.4507 ppb	M2 I3	39.7712 ppb	Promedio ST :	39.3084		
Promedio :	39.2443 ppb	Promedio :	39.4883 ppb	Promedio SD :	0.3881		
SD	0.2061	SD	0.3856				
M3 I1	38.8505 ppb	M4 I1	39.8959 ppb				
M3 I2	39.6314 ppb	M4 I2	38.8374 ppb				
M3 I3	38.9237 ppb	M4 I3	39.3643 ppb				
Promedio :	39.1352 ppb	Promedio :	39.3658 ppb				
SD	0.4313	SD	0.5293				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	39.2443 ppb			% Recuperación	98.0296 %		
M2	39.4883 ppb			Promedio Concentración	39.3084 ppb		
M3	39.1352 ppb			%RSD	0.3879 %		
M4	39.3658 ppb			Concentración Teórica	40.0985 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Propoxur		Peso (W ST1)	: 20.2	mg		
N° Lote	421-106A		Peso (W ST2)	: 20.4	mg		
%Potencia	99.5000	%	Promedio ST	: 20.3	mg		
			Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995			
			Factor de dilución	: 0.2488			
Ecuación de la Curva de Calibración			Y=3.481971X + 0.006208				
			R2 :	0.999996			
			R :	0.999998			
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0037 g		Promedio	:	2.0047 g		
BLANCO 2	2.0082 g		SD	:	0.0022		
M1	2.0019 g						
M2	2.0072 g		Dilución	1			
M3	2.0042 g		Factor de dilución	1			
M4	2.0055 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	1.423	Blanco 2I1	1.476				
Blanco 1I2	1.476	Blanco 2I2	1.465	Promedio Blanco :	1.460		
Blanco 1I3	1.432	Blanco 2I3	1.489	SD :	0.020		
Promedio	1.444	Promedio	1.477				
SD1	0.028	SD2	0.012				
M1 I1	17.435	15.975	M2 I1	17.637	16.177	ST1I1	17.876
M1 I2	17.635	16.175	M2 I2	17.359	15.899	ST1I2	17.637
M1 I3	18.028	16.568	M2 I3	17.947	16.487	ST1I3	18.037
	Promedio :	16.239		Promedio :	16.188	Promedio :	17.850
	SD 1 :	0.302		SD 2 :	0.294	SD 1 :	0.201
M3 I1	18.647	17.187	M4 I1	18.933	17.473	ST2I1	17.647
M3 I2	17.843	16.383	M4 I2	18.425	16.965	ST2I2	18.046
M3 I3	17.633	16.173	M4 I3	17.947	16.487	ST2I3	17.839
	Promedio :	16.581		Promedio :	16.581	Promedio	17.844
	SD 3 :	0.535		SD 4 :	0.535	SD 2	0.1995
Promedio Muestras :	16.397		Promedio ST :	17.749			
Promedio SD :	0.4166		Promedio SD :	0.200			
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.5861 ppb		M2 I1	4.6441 ppb			
M1 I2	4.6435 ppb		M2 I2	4.5643 ppb			
M1 I3	4.7564 ppb		M2 I3	4.7331 ppb			
Promedio :	4.6620 ppb		Promedio :	4.6472 ppb		Promedio ST :	4.7356
SD	0.0866		SD	0.0845		Promedio SD :	0.1166
M3 I1	4.9342 ppb		M4 I1	5.0163 ppb			
M3 I2	4.7033 ppb		M4 I2	4.8704 ppb			
M3 I3	4.6430 ppb		M4 I3	4.7331 ppb			
Promedio :	4.7601 ppb		Promedio :	4.8733 ppb			
SD	0.1537		SD	0.1416			
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	4.6620	ppb			% Recuperación	93.7632 %	
M2	4.6472	ppb			Promedio Concentración	4.7356 ppb	
M3	4.7601	ppb			%RSD	2.2078 %	
M4	4.8733	ppb			Concentración Teórica	5.0506 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	:	20.2	mg		
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	:	20.4	mg		
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	:	20.3	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	1.99			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.481971X + 0.006208					
		R2 :	0.999996				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0037 g	Promedio	:	2.0056 g			
BLANCO 2	2.0082 g	SD	:	0.0028			
M1	2.0048 g						
M2	2.0072 g	Dilución		1			
M3	2.0021 g	Factor de dilución		1			
M4	2.0084 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	1.423	Blanco 2I1		1.476			
Blanco 1I2	1.476	Blanco 2I2		1.465	Promedio Blanco :	1.460	
Blanco 1I3	1.432	Blanco 2I3		1.489	SD :	0.020	
Promedio	1.444	Promedio		1.477			
SD1	0.028	SD2		0.012			
M1 I1	138.635	137.175	M2 I1	137.978	136.518	ST1I1	138.578
M1 I2	139.738	138.278	M2 I2	139.056	137.596	ST1I2	138.738
M1 I3	138.345	136.885	M2 I3	138.234	136.774	ST1I3	139.027
	Promedio :	137.446		Promedio :	136.963	Promedio :	138.781
	SD 1 :	0.735		SD 2 :	0.563	SD 1 :	0.228
M3 I1	138.867	137.407	M4 I1	138.975	137.515	ST2I1	138.859
M3 I2	138.345	136.885	M4 I2	139.237	137.777	ST2I2	139.027
M3 I3	139.657	138.197	M4 I3	139.789	138.329	ST2I3	139.132
	Promedio :	137.496		Promedio :	137.496	Promedio :	139.006
	SD 3 :	0.661		SD 4 :	0.661	SD 2 :	0.1377
Promedio Muestras :		137.350	Promedio ST :		138.820		
Promedio SD :		0.6548	Promedio SD :		0.183		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	39.3940 ppb	M2 I1		39.2053 ppb			
M1 I2	44.5579 ppb	M2 I2		39.5149 ppb			
M1 I3	44.1037 ppb	M2 I3		39.2788 ppb	Promedio ST :	40.2748	
Promedio	42.6852 ppb	Promedio :		39.3330 ppb	Promedio SD :	0.8325	
SD	2.8593	SD		0.1618			
M3 I1	39.4606 ppb	M4 I1		39.4916 ppb			
M3 I2	39.3107 ppb	M4 I2		39.5669 ppb			
M3 I3	39.6875 ppb	M4 I3		39.7254 ppb			
Promedio	39.4862 ppb	Promedio :		39.5946 ppb			
SD	0.1897	SD		0.1193			
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	42.6852	ppb			% Recuperación	99.6974 %	
M2	39.3330	ppb			Promedio Concentración	40.2748 ppb	
M3	39.4862	ppb			%RSD	3.9989 %	
M4	39.5946	ppb			Concentración Teórica	40.3970 ppb	

4.4.1.2. Muestra de Chirimoya

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA		: CHIRIMOYA			
DETERMINACIÓN		: ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 5ppb	
ESTANDAR					
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	: 20.5	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST : 20.4			
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución:	0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 21.414848 X + 1.135405			
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0012 g	Promedio	:	2.006125 g	
BLANCO 2	2.0073 g	SD	:	0.0023	
M1	2.0046 g				
M2	2.0077 g	Dilución	:	1	
M3	2.0084 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0038 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	7.035	Blanco 211	7.369		
Blanco 112	7.967	Blanco 212	7.405	Promedio Blanco :	7.465
Blanco 113	7.574	Blanco 213	7.443	SD :	0.253
Promedio	7.525	Promedio	7.406		
SD1	0.468	SD2	0.037		
M1 I1	106.734	99.269	M2 I1	106.638	99.173
M1 I2	106.847	99.382	M2 I2	107.738	100.273
M1 I3	107.637	100.172	M2 I3	106.297	98.832
Promedio :	99.607	Promedio :	99.426	Promedio	107.713
SD 1 :	0.492	SD 2 :	0.753	SD 1	0.106
M3 I1	107.889	100.424	M4 I1	106.412	98.947
M3 I2	106.123	98.658	M4 I2	106.821	99.356
M3 I3	107.872	100.407	M4 I3	107.324	99.859
Promedio	99.829	Promedio :	99.829	Promedio	107.655
SD 3 :	1.015	SD 4 :	1.015	SD 2	0.5458
Promedio Muestras :	99.673	Promedio ST	107.370		
Promedio SD :	0.8186	Promedio SD	0.326		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.5825 ppb	M2 I1	4.5780 ppb		
M1 I2	4.5878 ppb	M2 I2	4.6294 ppb		
M1 I3	4.6247 ppb	M2 I3	4.5621 ppb	Promedio ST :	4.5962
Promedio	4.5983 ppb	Promedio	4.5898 ppb	Promedio SD :	0.0317
SD	0.0230	SD	0.0352		
M3 I1	4.6364 ppb	M4 I1	4.5674 ppb		
M3 I2	4.5540 ppb	M4 I2	4.5865 ppb		
M3 I3	4.6356 ppb	M4 I3	4.6100 ppb		
Promedio	4.6087 ppb	Promedio	4.5880 ppb		
SD	0.0474	SD	0.0213		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.5983	ppb	% Recuperación	90.5562 %	
M2	4.5898	ppb	Promedio Concentración	4.5962 ppb	
M3	4.6087	ppb	%RSD	0.2055 %	
M4	4.5880	ppb	Concentración Teórica	5.0755 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA		: CHIRIMOYA			
DETERMINACIÓN		: ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 40ppb	
ESTANDAR					
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	: 20.5	mg	
%Potencia	99.5000	%	Promedio ST	: 20.4	mg
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 21.414848 X + 1.135405			
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995		
		Factor de dilución:	1.99		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0012 g	Promedio	:	2.0066 g	
BLANCO 2	2.0073 g	SD		0.0039	
M1	2.0065 g				
M2	2.0098 g	Dilución			1
M3	2.0011 g	Factor de dilución	:		1
M4	2.0090 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	7.035	Blanco 2I1	7.369		
Blanco 1I2	7.967	Blanco 2I2	7.405	Promedio Blanco :	7.465
Blanco 1I3	7.574	Blanco 2I3	7.443	SD :	0.253
Promedio	7.525	Promedio	7.406		
SD1	0.468	SD2	0.037		
M1 I1	855.6370	848.172	M2 I1	856.7120	849.247
M1 I2	856.5540	849.089	M2 I2	857.7380	850.273
M1 I3	855.2240	847.759	M2 I3	856.9230	849.458
	Promedio :	848.340		Promedio :	849.659
	SD 1 :	0.681		SD 2 :	0.542
				Promedio :	859.122
				SD 1 :	0.368
M3 I1	857.8390	850.374	M4 I1	857.3240	849.859
M3 I2	856.7380	849.273	M4 I2	856.2150	848.750
M3 I3	856.9290	849.464	M4 I3	857.0750	849.610
	Promedio :	849.703		Promedio :	849.703
	SD 3 :	0.588		SD 4 :	0.588
				Promedio :	859.060
				SD 2 :	0.7810
Promedio Muestras :	849.351		Promedio ST :	859.527	
Promedio SD :	0.5998		Promedio SD :	0.574	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.5537 ppb	M2 I1	39.6039 ppb		
M1 I2	39.5965 ppb	M2 I2	39.6518 ppb		
M1 I3	39.5344 ppb	M2 I3	39.6137 ppb	Promedio ST :	39.6053
Promedio	39.5615 ppb	Promedio	39.6231 ppb	Promedio SD :	0.0279
SD	0.0318	SD	0.0253		
M3 I1	39.6565 ppb	M4 I1	39.6325 ppb		
M3 I2	39.6051 ppb	M4 I2	39.5807 ppb		
M3 I3	39.6140 ppb	M4 I3	39.6208 ppb		
Promedio	39.6252 ppb	Promedio	39.6113 ppb		
SD	0.0275	SD	0.0272		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	39.5615	ppb	% Recuperación	97.5596 %	
M2	39.6231	ppb	Promedio Concentración	39.6053 ppb	
M3	39.6252	ppb	%RSD	0.0753 %	
M4	39.6113	ppb	Concentración Teórica	40.5960 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	: 20.2	mg	
%Potencia	99.8000 %	Promedio ST	: 20.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.998		
		Factor de dilución	: 0.2495		
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 14.073159X + 0.779632					
		R2 :	0.999997		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0073 g	Promedio	:	2.0038 g	
BLANCO 2	2.0092 g	SD	:	0.0020	
M1	2.0028 g				
M2	2.0017 g	Dilución	1		
M3	2.0064 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0041 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	8.567	Blanco 2I1	9.356		
Blanco 1I2	8.765	Blanco 2I2	9.087	Promedio Blanco :	9.170
Blanco 1I3	9.875	Blanco 2I3	9.367	SD :	0.432
Promedio	9.069	Promedio :	9.270		
SD1	0.705	SD2	0.159		
M1 I1	70.729	61.560	M2 I1	71.356	62.187
M1 I2	71.465	62.296	M2 I2	70.329	61.160
M1 I3	70.984	61.815	M2 I3	70.389	61.220
Promedio :	61.890	Promedio :	61.522	Promedio :	70.976
SD 1 :	0.374	SD 2 :	0.576	SD 1 :	0.846
M3 I1	71.392	62.223	M4 I1	70.355	61.186
M3 I2	70.585	61.416	M4 I2	70.835	61.666
M3 I3	71.845	62.676	M4 I3	71.536	62.367
Promedio :	62.105	Promedio :	62.105	Promedio	71.001
SD 3 :	0.638	SD 4 :	0.638	SD 2	0.0885
Promedio Muestras :	61.905	Promedio ST :	70.970		
Promedio SD :	0.5567	Promedio SD :	0.467		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.3189 ppb	M2 I1	4.3634 ppb		
M1 I2	4.3711 ppb	M2 I2	4.2904 ppb		
M1 I3	4.3370 ppb	M2 I3	4.2947 ppb	Promedio ST :	4.3369
Promedio	4.3423 ppb	Promedio :	4.3162 ppb	Promedio SD :	0.0388
SD	0.0266	SD	0.0410		
M3 I1	4.3660 ppb	M4 I1	4.2923 ppb		
M3 I2	4.3086 ppb	M4 I2	4.3264 ppb		
M3 I3	4.3982 ppb	M4 I3	4.3762 ppb		
Promedio	4.3576 ppb	Promedio :	4.3316 ppb		
SD	0.0454	SD	0.0422		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.3423	ppb	% Recuperación	85.8393 %	
M2	4.3162	ppb	Promedio Concentración	4.3369 ppb	
M3	4.3576	ppb	%RSD	0.4026 %	
M4	4.3316	ppb	Concentración Teórica	5.0524 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN		: CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	:	20.3	mg		
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	:	20.2	mg		
%Potencia	99.8000 %	Promedio ST	:	20.25	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.998			
		Factor de dilución	:	1.996			
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 14.073159X + 0.779632							
		R2 :	0.999997				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0073 g	Promedio	:	2.0109 g			
BLANCO 2	2.0092 g	SD	:	0.0069			
M1	2.0023 g						
M2	2.0187 g	Dilución	:	1			
M3	2.0132 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0094 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	8.567	Blanco 2I1	:	9.356			
Blanco 1I2	8.765	Blanco 2I2	:	9.087			
Blanco 1I3	9.875	Blanco 2I3	:	9.367			
Promedio	9.069	Promedio	:	9.270			
SD1	0.705	SD2	:	0.159			
M1 I1	561.536	552.367	M2 I1	562.324	553.155	ST1I1	562.457
M1 I2	562.737	553.568	M2 I2	562.213	553.044	ST1I2	563.927
M1 I3	561.736	552.567	M2 I3	561.736	552.567	ST1I3	563.263
Promedio :	552.834	Promedio :	552.922	Promedio :	563.216		
SD 1 :	0.643	SD 2 :	0.312	SD 1 :	0.736		
M3 I1	561.837	552.668	M4 I1	562.826	553.657	ST2I1	562.997
M3 I2	562.433	553.264	M4 I2	561.145	551.976	ST2I2	562.546
M3 I3	561.123	551.954	M4 I3	562.927	553.758	ST2I3	563.273
Promedio :	552.628	Promedio :	552.628	Promedio	562.939		
SD 3 :	0.656	SD 4 :	0.656	SD 2	0.3670		
Promedio Muestras :	552.753	Promedio ST :	563.106				
Promedio SD :	0.5669	Promedio SD :	0.552				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	39.1942 ppb	M2 I1	:	39.2502 ppb			
M1 I2	39.2796 ppb	M2 I2	:	39.2424 ppb			
M1 I3	39.2085 ppb	M2 I3	:	39.2085 ppb			
Promedio	39.2274 ppb	Promedio :	39.2337 ppb	Promedio ST :	39.2306		
SD	0.0457	SD	0.0222	Promedio SD :	0.0464		
M3 I1	39.2156 ppb	M4 I1	:	39.2859 ppb			
M3 I2	39.2580 ppb	M4 I2	:	39.1665 ppb			
M3 I3	39.1649 ppb	M4 I3	:	39.2931 ppb			
Promedio	39.2128 ppb	Promedio :	39.2485 ppb				
SD	0.0466	SD	0.0711				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	39.2274	ppb			% Recuperación	97.0598 %	
M2	39.2337	ppb	Promedio		Concentración	39.2306 ppb	
M3	39.2128	ppb			%RSD	0.0377 %	
M4	39.2485	ppb			Concentración Teórica	40.4190 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA		: CHIRIMOYA			
DETERMINACIÓN		: CARBOFURANO % RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	: 20.1	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.15	mg	
		: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995			
		Factor de dilución : 0.2488			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=20.106412X + 0.118110			
		R2 : 0.999998			
		R : 0.999999			
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0167 g	Promedio	:	2.0065 g	
BLANCO 2	2.0120 g	SD		0.0025	
M1	2.0037 g				
M2	2.0084 g	Dilución		1	
M3	2.0089 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0051 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	17.056	Blanco 2I1 :	18.645		
Blanco 1I2	17.967	Blanco 2I2 :	17.645	Promedio Blanco :	17.956
Blanco 1I3	18.564	Blanco 2I3 :	17.856	SD :	0.643
Promedio	17.862	Promedio :	18.049		
SD1	0.759	SD2	0.527		
M1 I1	100.087	82.132	M2 I1 :	101.733	83.778
M1 I2	101.836	83.881	M2 I2 :	101.843	83.888
M1 I3	100.457	82.502	M2 I3 :	100.947	82.992
	Promedio :	82.838		Promedio :	83.552
	SD 1 :	0.922		SD 2 :	0.489
				Promedio :	100.718
				SD 1 :	0.287
M3 I1	101.324	83.369	M4 I1 :	101.928	83.973
M3 I2	100.038	82.083	M4 I2 :	100.837	82.882
M3 I3	101.554	83.599	M4 I3 :	101.827	83.872
	Promedio :	83.017		Promedio :	83.017
	SD 3 :	0.817		SD 4 :	0.817
				Promedio	100.818
				SD 2	0.2236
Promedio Muestras :	83.106			Promedio ST :	100.678
Promedio SD :	0.7611			Promedio SD :	0.255
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.0790 ppb	M2 I1	4.1608 ppb		
M1 I2	4.1660 ppb	M2 I2	4.1663 ppb		
M1 I3	4.0974 ppb	M2 I3	4.1217 ppb	Promedio ST :	4.1344
Promedio	4.1141 ppb	Promedio :	4.1496 ppb	Promedio SD :	0.0352
SD	0.0458	SD	0.0243		
M3 I1	4.1405 ppb	M4 I1	4.1705 ppb		
M3 I2	4.0765 ppb	M4 I2	4.1163 ppb		
M3 I3	4.1519 ppb	M4 I3	4.1655 ppb		
Promedio	4.1230 ppb	Promedio :	4.1508 ppb		
SD	0.0406	SD	0.0300		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.1141	ppb		% Recuperación	82.4677 %
M2	4.1496	ppb		Promedio Concentración	4.1344 ppb
M3	4.1230	ppb		%RSD	0.4508 %
M4	4.1508	ppb		Concentración Teórica	5.0133 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CHIRIMOYA							
DETERMINACIÓN : CARBOFURANO		% RECUPERACIÓN : 40 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	:	20.2	mg		
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	:	20.1	mg		
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	1.99			
Ecuación de la Curva de Calibración Y=20.106412X + 0.118110							
		R2 :	0.999998				
		R :	0.999999				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0167 g	Promedio	:	2.0045 g			
BLANCO 2	2.0120 g	SD	:	0.0026			
M1	2.0062 g						
M2	2.0018 g	Dilución	1				
M3	2.0072 g	Factor de dilución	1				
M4	2.0027 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	17.056	Blanco 2I1 :	18.645				
Blanco 1I2	17.967	Blanco 2I2 :	17.645		Promedio Blanco :	17.956	
Blanco 1I3	18.564	Blanco 2I3 :	17.856		SD :	0.643	
Promedio	17.862	Promedio :	18.049				
SD1	0.759	SD2	0.527				
M1 I1	803.152	785.197	M2 I1	802.038	784.083	ST1I1	803.645
M1 I2	802.937	784.982	M2 I2	802.124	784.169	ST1I2	803.974
M1 I3	803.342	785.387	M2 I3	803.722	785.767	ST1I3	804.273
Promedio :	785.188	Promedio :	784.673		Promedio :	803.964	
SD 1 :	0.203	SD 2 :	0.948		SD 1 :	0.314	
M3 I1	803.627	785.672	M4 I1	803.822	785.867	ST2I1	803.856
M3 I2	802.833	784.878	M4 I2	802.224	784.269	ST2I2	804.837
M3 I3	803.526	785.571	M4 I3	803.637	785.682	ST2I3	803.287
Promedio :	785.373	Promedio :	785.373		Promedio	803.993	
SD 3 :	0.432	SD 4 :	0.432		SD 2	0.7841	
Promedio Muestras :	785.152	Promedio ST :	803.910				
Promedio SD :	0.5039	Promedio SD :	0.549				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	39.0462 ppb	M2 I1	38.9908 ppb				
M1 I2	39.0355 ppb	M2 I2	38.9950 ppb				
M1 I3	39.0556 ppb	M2 I3	39.0745 ppb		Promedio ST :	39.0427	
Promedio	39.0458 ppb	Promedio :	39.0201 ppb		Promedio SD :	0.0306	
SD	0.0101	SD	0.0472				
M3 I1	39.0698 ppb	M4 I1	39.0795 ppb				
M3 I2	39.0303 ppb	M4 I2	39.0000 ppb				
M3 I3	39.0648 ppb	M4 I3	39.0703 ppb				
Promedio	39.0550 ppb	Promedio :	39.0499 ppb				
SD	0.0215	SD	0.0435				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	39.0458	ppb			% Recuperación	97.3670 %	
M2	39.0201	ppb			Promedio Concentración	39.0427 ppb	
M3	39.0550	ppb			%RSD	0.0397 %	
M4	39.0499	ppb			Concentración Teórica	40.0985 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : METOMILO		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	: 20.1	mg	
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	: 20.2	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.15	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.032549X + 0.421158			
		R2 :	0.999997		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0033 g	Promedio	:	2.0044 g	
BLANCO 2	2.0027 g	SD	:	0.0026	
M1	2.0052 g				
M2	2.0077 g	Dilución	1		
M3	2.0029 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0017 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	0.538	Blanco 211	0.503		
Blanco 112	0.529	Blanco 212	0.529	Promedio Blanco :	0.533
Blanco 113	0.503	Blanco 213	0.594	SD :	0.033
Promedio	0.523	Promedio	0.542		
SD1	0.018	SD2	0.047		
M1 I1	15.645	15.112	M2 I1	15.883	15.350
M1 I2	16.332	15.799	M2 I2	15.937	15.404
M1 I3	15.748	15.215	M2 I3	16.273	15.740
Promedio :	15.376	Promedio :	15.498	Promedio	15.517
SD 1 :	0.371	SD 2 :	0.211	SD 1	0.362
M3 I1	15.113	14.580	M4 I1	15.728	15.195
M3 I2	15.536	15.003	M4 I2	15.345	14.812
M3 I3	16.738	16.205	M4 I3	16.728	16.195
Promedio :	15.263	Promedio :	15.263	Promedio	15.525
SD 3 :	0.843	SD 4 :	0.843	SD 2	0.3504
Promedio Muestras :	15.350	Promedio ST :	15.722		
Promedio SD :	0.5670	Promedio SD :	0.356		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.8445 ppb	M2 I1	4.9229 ppb		
M1 I2	5.0710 ppb	M2 I2	4.9407 ppb		
M1 I3	4.8784 ppb	M2 I3	5.0515 ppb	Promedio ST :	4.9342
Promedio	4.9313 ppb	Promedio :	4.9717 ppb	Promedio SD :	0.1763
SD	0.1222	SD	0.0697		
M3 I1	4.6690 ppb	M4 I1	4.8718 ppb		
M3 I2	4.8085 ppb	M4 I2	4.7455 ppb		
M3 I3	5.2049 ppb	M4 I3	5.2016 ppb		
Promedio	4.8941 ppb	Promedio :	4.9396 ppb		
SD	0.2780	SD	0.2355		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.9313	ppb	% Recuperación	98.4219 %	
M2	4.9717	ppb	Promedio Concentración	4.9342 ppb	
M3	4.8941	ppb	%RSD	0.6465 %	
M4	4.9396	ppb	Concentración Teórica	5.0133 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN		: METOMILO		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	:	20.1	mg		
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	:	20.2	mg		
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	1.99			
	Ecuación de la Curva de Calibración	Y=3.0322549X + 0.421158					
		R2 :	0.999997				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0033 g	Promedio	:	2.0019 g			
BLANCO 2	2.0027 g	SD	:	0.0012			
M1	2.0009 g						
M2	2.0010 g	Dilución		1			
M3	2.0021 g	Factor de dilución		1			
M4	2.0034 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.538	Blanco 2I1	0.503				
Blanco 1I2	0.529	Blanco 2I2	0.529	Promedio Blanco :	0.533		
Blanco 1I3	0.503	Blanco 2I3	0.594	SD :	0.033		
Promedio	0.523	Promedio	0.542				
SD1	0.018	SD2	0.047				
M1 I1	119.092	118.559	M2 I1	119.946	119.413	ST1I1	121.986
M1 I2	121.876	121.343	M2 I2	121.468	120.935	ST1I2	121.372
M1 I3	118.690	118.157	M2 I3	119.068	118.535	ST1I3	121.938
	Promedio :	119.353		Promedio :	119.628	Promedio :	121.765
	SD 1 :	1.735		SD 2 :	1.214	SD 1 :	0.341
M3 I1	119.674	119.141	M4 I1	120.492	119.959	ST2I1	122.738
M3 I2	120.468	119.935	M4 I2	118.244	117.711	ST2I2	121.082
M3 I3	118.966	118.433	M4 I3	120.690	120.157	ST2I3	122.837
	Promedio :	119.170		Promedio :	119.170	Promedio :	122.219
	SD 3 :	0.751		SD 4 :	0.751	SD 2 :	0.9859
Promedio Muestras :	119.330		Promedio ST :	122.252			
Promedio SD :	1.1131		Promedio SD :	0.664			
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	38.9567 ppb	M2 I1	39.2383 ppb				
M1 I2	39.8747 ppb	M2 I2	39.7402 ppb				
M1 I3	38.8241 ppb	M2 I3	38.9488 ppb	Promedio ST :	39.2197		
Promedio	39.2185 ppb	Promedio :	39.3091 ppb	Promedio SD :	0.4171		
SD	0.5721	SD	0.4004				
M3 I1	39.1486 ppb	M4 I1	39.4183 ppb				
M3 I2	39.4104 ppb	M4 I2	38.6771 ppb				
M3 I3	38.9151 ppb	M4 I3	39.4836 ppb				
Promedio	39.1581 ppb	Promedio :	39.1930 ppb				
SD	0.2478	SD	0.4480				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	39.2185	ppb		% Recuperación	97.8083 %		
M2	39.3091	ppb	Promedio	Concentración	39.2197 ppb		
M3	39.1581	ppb		%RSD	0.1646 %		
M4	39.1930	ppb		Concentración Teórica	40.0985 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	: 20.4	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.3	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.481971X + 0.006208			
		R2 :	0.999996		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0016 g	Promedio	:	2.0073 g	
BLANCO 2	2.0073 g	SD	:	0.0017	
M1	2.0062 g				
M2	2.0075 g	Dilución		1	
M3	2.0096 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0058 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.356	Blanco 2I1	1.406		
Blanco 1I2	1.387	Blanco 2I2	1.397	Promedio Blanco :	1.389
Blanco 1I3	1.402	Blanco 2I3	1.387	SD :	0.017
Promedio	1.382	Promedio	1.397		
SD1	0.024	SD2	0.010		
M1 I1	17.736	16.347	M2 I1	18.435	17.046
M1 I2	18.057	16.668	M2 I2	17.546	16.157
M1 I3	17.748	16.359	M2 I3	17.463	16.074
	Promedio :	16.458		Promedio :	16.425
	SD 1 :	0.182		SD 2 :	0.539
				Promedio :	17.850
				SD 1 :	0.201
M3 I1	17.536	16.147	M4 I1	17.231	15.842
M3 I2	18.084	16.695	M4 I2	18.329	16.940
M3 I3	17.342	15.953	M4 I3	17.837	16.448
	Promedio :	16.265		Promedio :	16.265
	SD 3 :	0.385		SD 4 :	0.385
				Promedio :	17.844
				SD 2 :	0.1995
	Promedio Muestras :	16.353		Promedio ST :	17.749
	Promedio SD :	0.3726		Promedio SD :	0.200
CÁLCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.6929 ppb	M2 I1	4.8937 ppb		
M1 I2	4.7851 ppb	M2 I2	4.6383 ppb		
M1 I3	4.6964 ppb	M2 I3	4.6145 ppb	Promedio ST :	4.7052
Promedio	4.7248 ppb	Promedio :	4.7155 ppb	Promedio SD :	0.1189
SD	0.0523	SD	0.1547		
M3 I1	4.6355 ppb	M4 I1	4.5479 ppb		
M3 I2	4.7929 ppb	M4 I2	4.8632 ppb		
M3 I3	4.5798 ppb	M4 I3	4.7219 ppb		
Promedio :	4.6694 ppb	Promedio :	4.7110 ppb		
SD	0.1105	SD	0.1580		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.7248	ppb		% Recuperación	93.1597 %
M2	4.7155	ppb	Promedio	Concentración	4.7052 ppb
M3	4.6694	ppb		%RSD	0.5218 %
M4	4.7110	ppb		Concentración Teórica	5.0506 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	: 20.4	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.3	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 1.99		
Ecuación de la Curva de Calibración Y=3.481971X + 0.006208					
		R2 :	0.999996		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0016 g	Promedio	:	2.0069 g	
BLANCO 2	2.0073 g	SD	:	0.0029	
M1	2.0026 g				
M2	2.0081 g	Dilución		1	
M3	2.0075 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0092 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.423	Blanco 2I1	1.476		
Blanco 1I2	1.476	Blanco 2I2	1.465	Promedio Blanco :	1.460
Blanco 1I3	1.432	Blanco 2I3	1.489	SD :	0.020
Promedio	1.444	Promedio	1.477		
SD1	0.028	SD2	0.012		
M1 I1	138.635	137.175	M2 I1	137.978	136.518
M1 I2	139.738	138.278	M2 I2	139.056	137.596
M1 I3	138.345	136.885	M2 I3	138.234	136.774
	Promedio :	137.446		Promedio :	136.963
	SD 1 :	0.735		SD 1 :	0.228
				Promedio :	138.781
M3 I1	138.867	137.407	M4 I1	138.975	137.515
M3 I2	138.345	136.885	M4 I2	139.237	137.777
M3 I3	139.657	138.197	M4 I3	139.789	138.329
	Promedio :	137.496		Promedio :	137.496
	SD 3 :	0.661		SD 4 :	0.661
				Promedio	139.006
				SD 2	0.1377
	Promedio Muestras :	137.350		Promedio ST :	138.820
	Promedio SD :	0.6548		Promedio SD :	0.183
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.3940 ppb	M2 I1	39.2053 ppb		
M1 I2	44.5579 ppb	M2 I2	39.5149 ppb		
M1 I3	44.1037 ppb	M2 I3	39.2788 ppb	Promedio ST :	40.2748
Promedio	42.6852 ppb	Promedio	39.3330 ppb	Promedio SD :	0.8325
SD	2.8593	SD	0.1618		
M3 I1	39.4606 ppb	M4 I1	39.4916 ppb		
M3 I2	39.3107 ppb	M4 I2	39.5669 ppb		
M3 I3	39.6875 ppb	M4 I3	39.7254 ppb		
Promedio	39.4862 ppb	Promedio	39.5946 ppb		
SD	0.1897	SD	0.1193		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	42.6852	ppb	% Recuperación	99.6974 %	
M2	39.3330	ppb	Promedio Concentración	40.2748 ppb	
M3	39.4862	ppb	%RSD	3.9989 %	
M4	39.5946	ppb	Concentración Teórica	40.3970 ppb	

4.4.1.3. Muestras de lúcumas

<u>ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS</u>							
MUESTRA : LUCUMA							
DETERMINACIÓN : ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 5ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	: 20.3	mg			
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	: 20.5	mg			
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.4	mg			
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995				
		Factor de dilución:	0.2488				
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 21.414848 X + 1.135405					
		R2 :	0.999998				
		R :	0.999999				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0027 g	Promedio	:	2.0087 g			
BLANCO 2	2.0072 g	SD	:	0.0018			
M1	2.0112 g						
M2	2.0072 g	Dilución			1		
M3	2.0076 g	Factor de dilución	:		1		
M4	2.0088 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	7.859	Blanco 2I1	7.934				
Blanco 1I2	7.995	Blanco 2I2	7.949	Promedio Blanco :	7.877		
Blanco 1I3	7.658	Blanco 2I3	7.865	SD :	0.107		
Promedio	7.837	Promedio	7.916				
SD1	0.170	SD2	0.045				
M1 I1	106.948	99.071	M2 I1	107.034	99.157	ST11	107.678
M1 I2	107.245	99.368	M2 I2	106.849	98.972	ST12	107.832
M1 I3	106.657	98.780	M2 I3	106.445	98.568	ST13	107.628
	Promedio :	99.073		Promedio :	98.899	Promedio	107.713
	SD 1 :	0.294		SD 2 :	0.301	SD 1	0.106
M3 I1	107.374	99.497	M4 I1	107.738	99.861	ST21	107.027
M3 I2	106.948	99.071	M4 I2	106.647	98.770	ST22	108.012
M3 I3	106.782	98.905	M4 I3	106.425	98.548	ST23	107.927
	Promedio	99.158		Promedio :	99.158	Promedio	107.655
	SD 3 :	0.305		SD 4 :	0.305	SD 2	0.5458
Promedio Muestras :	99.072					Promedio ST	107.370
Promedio SD :	0.3015					Promedio SD	0.326
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.5733 ppb	M2 I1	4.5773 ppb				
M1 I2	4.5871 ppb	M2 I2	4.5687 ppb				
M1 I3	4.5597 ppb	M2 I3	4.5498 ppb	Promedio ST :	4.5722		
Promedio	4.5734 ppb	Promedio	4.5652 ppb	Promedio SD :	0.0187		
SD	0.0137	SD	0.0141				
M3 I1	4.5932 ppb	M4 I1	4.6102 ppb				
M3 I2	4.5733 ppb	M4 I2	4.5592 ppb				
M3 I3	4.5655 ppb	M4 I3	4.5489 ppb				
Promedio	4.5773 ppb	Promedio	4.5727 ppb				
SD	0.0143	SD	0.0328				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	4.5734	ppb			% Recuperación	90.0828 %	
M2	4.5652	ppb			Promedio Concentración	4.5722 ppb	
M3	4.5773	ppb			%RSD	0.1103 %	
M4	4.5727	ppb			Concentración Teórica	5.0755 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 40ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	: 20.5	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.4	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995		
		Factor de dilución:	1.99		
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 21.414848 X + 1.135405					
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0027 g	Promedio	:	2.0048 g	
BLANCO 2	2.0072 g	SD	:	0.0026	
M1	2.0028 g				
M2	2.0036 g	Dilución	1		
M3	2.0042 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0087 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	7.859	Blanco 2I1	7.934		
Blanco 1I2	7.995	Blanco 2I2	7.949	Promedio Blanco :	7.877
Blanco 1I3	7.658	Blanco 2I3	7.865	SD :	0.107
Promedio	7.837	Promedio	7.916		
SD1	0.170	SD2	0.045		
M1 I1	856.8350	848.958	M2 I1	856.8340	848.957
M1 I2	856.7480	848.871	M2 I2	856.6470	848.770
M1 I3	855.7380	847.861	M2 I3	855.7480	847.871
	Promedio :	848.564		Promedio :	848.533
	SD 1 :	0.610		SD 2 :	0.581
				Promedio :	859.122
				SD 1 :	0.368
M3 I1	856.4360	848.559	M4 I1	856.6200	848.743
M3 I2	856.8460	848.969	M4 I2	856.5360	848.659
M3 I3	855.7280	847.851	M4 I3	855.2450	847.368
	Promedio :	848.460		858.118	848.460
	SD 3 :	0.566		SD 4 :	0.566
				Promedio :	859.060
				SD 2 :	0.7810
Promedio Muestras :		848.504	Promedio ST :		859.527
Promedio SD :		0.5804	Promedio SD :		0.574
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.5904 ppb	M2 I1	39.5904 ppb		
M1 I2	39.5864 ppb	M2 I2	39.5816 ppb		
M1 I3	39.5392 ppb	M2 I3	39.5397 ppb	Promedio ST :	39.5669
Promedio	39.5720 ppb	Promedio :	39.5706 ppb	Promedio SD :	0.0295
SD	0.0285	SD	0.0271		
M3 I1	39.5718 ppb	M4 I1	39.5804 ppb		
M3 I2	39.5909 ppb	M4 I2	39.5765 ppb		
M3 I3	39.5387 ppb	M4 I3	39.5162 ppb		
Promedio	39.5672 ppb	Promedio :	39.5577 ppb		
SD	0.0264	SD	0.0360		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	39.5720	ppb		% Recuperación	97.4649 %
M2	39.5706	ppb	Promedio	Concentración	39.5669 ppb
M3	39.5672	ppb		%RSD	0.0163 %
M4	39.5577	ppb		Concentración Teórica	40.5960 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: LUCUMA					
DETERMINACIÓN		: CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	:	20.3	mg		
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	:	20.2	mg		
%Potencia	99.8000 %	Promedio ST	:	20.25	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.998			
		Factor de dilución	:	0.2495			
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 14.073159X + 0.779632							
		R2 :	0.999997				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0042 g	Promedio	:	2.0041 g			
BLANCO 2	2.0081 g	SD	:	0.0026			
M1	2.0010 g						
M2	2.0027 g	Dilución		1			
M3	2.0063 g	Factor de dilución		1			
M4	2.0062 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 111	9.564	Blanco 211	10.670				
Blanco 112	10.787	Blanco 212	10.395	Promedio Blanco :	10.293		
Blanco 113	9.436	Blanco 213	10.904	SD :	0.500		
Promedio	9.929	Promedio	10.656				
SD1	0.746	SD2	0.255				
M1 I1	70.637	60.344	M2 I1	71.498	61.205	ST111	70.345
M1 I2	71.656	61.363	M2 I2	70.920	60.627	ST112	70.647
M1 I3	70.448	60.155	M2 I3	70.235	59.942	ST113	71.937
Promedio :	60.621	Promedio :	60.592	Promedio	70.976		
SD 1 :	0.650	SD 2 :	0.632	SD 1	0.846		
M3 I1	71.837	61.544	M4 I1	70.983	60.690	ST211	70.964
M3 I2	70.573	60.280	M4 I2	71.526	61.233	ST212	71.102
M3 I3	70.483	60.190	M4 I3	70.839	60.546	ST213	70.937
Promedio :	60.672	Promedio :	60.672	Promedio	71.001		
SD 3 :	0.757	SD 4 :	0.757	SD 2	0.0885		
Promedio Muestras :	60.639	Promedio ST :	70.970				
Promedio SD :	0.6991	Promedio SD :	0.467				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.2325 ppb	M2 I1	4.2937 ppb				
M1 I2	4.3049 ppb	M2 I2	4.2526 ppb				
M1 I3	4.2191 ppb	M2 I3	4.2039 ppb	Promedio ST :	4.2561		
Promedio	4.2522 ppb	Promedio :	4.2501 ppb	Promedio SD :	0.0427		
SD	0.0462	SD	0.0449				
M3 I1	4.3178 ppb	M4 I1	4.2571 ppb				
M3 I2	4.2280 ppb	M4 I2	4.2957 ppb				
M3 I3	4.2216 ppb	M4 I3	4.2469 ppb				
Promedio	4.2558 ppb	Promedio :	4.2665 ppb				
SD	0.0538	SD	0.0257				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	4.2522 ppb			% Recuperación	84.2404 %		
M2	4.2501 ppb			Promedio Concentración	4.2561 ppb		
M3	4.2558 ppb			%RSD	0.1720 %		
M4	4.2665 ppb			Concentración Teórica	5.0524 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	: 20.2	mg	
%Potencia	99.8000 %	Promedio ST	: 20.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.998		
		Factor de dilución	: 1.996		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 14.073159X + 0.779632					
		R2 :	0.999997		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0042 g	Promedio	:	2.0055 g	
BLANCO 2	2.0081 g	SD	:	0.0037	
M1	2.0023 g				
M2	2.0081 g	Dilución		1	
M3	2.0024 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0092 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	9.564	Blanco 211	10.670		
Blanco 112	10.787	Blanco 212	10.395	Promedio Blanco :	10.293
Blanco 113	9.436	Blanco 213	10.904	SD :	0.500
Promedio	9.929	Promedio	10.656		
SD1	0.746	SD2	0.255		
M1 I1	562.637	552.344	M2 I1	562.523	552.230
M1 I2	562.538	552.245	M2 I2	563.113	552.820
M1 I3	563.849	553.556	M2 I3	562.142	551.849
Promedio :	552.715	Promedio :	552.300	Promedio	563.216
SD 1 :	0.730	SD 2 :	0.489	SD 1	0.736
M3 I1	563.738	553.445	M4 I1	562.425	552.132
M3 I2	562.637	552.344	M4 I2	563.532	553.239
M3 I3	563.324	553.031	M4 I3	562.132	551.839
Promedio :	552.940	Promedio :	552.940	Promedio	562.939
SD 3 :	0.556	SD 4 :	0.556	SD 2	0.3670
Promedio Muestras :	552.724	Promedio ST :	563.106		
Promedio SD :	0.5829	Promedio SD :	0.552		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.1927 ppb	M2 I1	39.1846 ppb		
M1 I2	39.1856 ppb	M2 I2	39.2265 ppb		
M1 I3	39.2788 ppb	M2 I3	39.1575 ppb	Promedio ST :	39.2101
Promedio	39.2190 ppb	Promedio :	39.1895 ppb	Promedio SD :	0.0447
SD	0.0519	SD	0.0348		
M3 I1	39.2709 ppb	M4 I1	39.1776 ppb		
M3 I2	39.1927 ppb	M4 I2	39.2563 ppb		
M3 I3	39.2415 ppb	M4 I3	39.1568 ppb		
Promedio	39.2350 ppb	Promedio :	39.1969 ppb		
SD	0.0395	SD	0.0525		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	39.2190	ppb	% Recuperación	97.0091 %	
M2	39.1895	ppb	Promedio Concentración	39.2101 ppb	
M3	39.2350	ppb	%RSD	0.0531 %	
M4	39.1969	ppb	Concentración Teórica	40.4190 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : CARBOFURANO		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	: 20.1	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.15	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=20.106412X + 0.118110			
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0111 g	Promedio	:	2.0056 g	
BLANCO 2	2.0109 g	SD	:	0.0036	
M1	2.0043 g				
M2	2.0081 g	Dilución		1	
M3	2.0088 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0011 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	15.879	Blanco 211	15.665		
Blanco 112	15.786	Blanco 212	16.567	Promedio Blanco :	16.111
Blanco 113	15.896	Blanco 213	16.875	SD :	0.344
Promedio	15.854	Promedio	16.369		
SD1	0.059	SD2	0.629		
M1 I1	100.236	84.125	M2 I1	100.938	84.827
M1 I2	101.637	85.526	M2 I2	101.182	85.071
M1 I3	100.839	84.728	M2 I3	100.827	84.716
Promedio :	84.793	Promedio :	84.871	Promedio	100.718
SD 1 :	0.703	SD 2 :	0.182	SD 1	0.287
M3 I1	100.346	84.235	M4 I1	100.819	84.708
M3 I2	101.096	84.985	M4 I2	101.564	85.453
M3 I3	100.237	84.126	M4 I3	100.998	84.887
Promedio :	84.448	Promedio :	84.448	Promedio	100.818
SD 3 :	0.468	SD 4 :	0.468	SD 2	0.2236
Promedio Muestras :	84.640	Promedio ST :	100.678		
Promedio SD :	0.4549	Promedio SD :	0.255		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.1781 ppb	M2 I1	4.2130 ppb		
M1 I2	4.2478 ppb	M2 I2	4.2251 ppb		
M1 I3	4.2081 ppb	M2 I3	4.2075 ppb	Promedio ST :	4.2108
Promedio	4.2113 ppb	Promedio :	4.2152 ppb	Promedio SD :	0.0216
SD	0.0350	SD	0.0090		
M3 I1	4.1836 ppb	M4 I1	4.2071 ppb		
M3 I2	4.2209 ppb	M4 I2	4.2441 ppb		
M3 I3	4.1781 ppb	M4 I3	4.2160 ppb		
Promedio	4.1942 ppb	Promedio :	4.2224 ppb		
SD	0.0233	SD	0.0193		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.2113	ppb	% Recuperación	83.9920 %	
M2	4.2152	ppb	Promedio Concentración	4.2108 ppb	
M3	4.1942	ppb	%RSD	0.2844 %	
M4	4.2224	ppb	Concentración Teórica	5.0133 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : METOMILO		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	: 20.1	mg	
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	: 20.2	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.15	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración $Y=3.032549X + 0.421158$					
		R2 :	0.999997		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0018 g	Promedio	:	2.0082 g	
BLANCO 2	2.0015 g	SD	:	0.0038	
M1	2.0062 g				
M2	2.0083 g	Dilución	1		
M3	2.0048 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0134 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	0.498	Blanco 2I1	0.467		
Blanco 1I2	0.487	Blanco 2I2	0.489	Promedio Blanco :	0.479
Blanco 1I3	0.459	Blanco 2I3	0.476	SD :	0.016
Promedio	0.481	Promedio	0.477		
SD1	0.020	SD2	0.011		
M1 I1	15.278	14.799	M2 I1	16.142	15.663
M1 I2	16.368	15.889	M2 I2	15.324	14.845
M1 I3	15.324	14.845	M2 I3	15.228	14.749
Promedio :	15.177	Promedio :	15.085	Promedio :	15.517
SD 1 :	0.616	SD 2 :	0.502	SD 1 :	0.362
M3 I1	16.772	16.293	M4 I1	16.872	16.393
M3 I2	15.211	14.732	M4 I2	15.437	14.958
M3 I3	15.662	15.183	M4 I3	15.892	15.413
Promedio :	15.402	Promedio :	15.402	Promedio	15.525
SD 3 :	0.803	SD 4 :	0.803	SD 2	0.3504
Promedio Muestras :	15.267	Promedio ST :	15.722		
Promedio SD :	0.6814	Promedio SD :	0.356		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.7410 ppb	M2 I1	5.0260 ppb		
M1 I2	5.1005 ppb	M2 I2	4.7562 ppb		
M1 I3	4.7562 ppb	M2 I3	4.7246 ppb	Promedio ST :	4.9107
Promedio	4.8659 ppb	Promedio :	4.8356 ppb	Promedio SD :	0.2189
SD	0.2033	SD	0.1656		
M3 I1	5.2337 ppb	M4 I1	5.2667 ppb		
M3 I2	4.7190 ppb	M4 I2	4.7935 ppb		
M3 I3	4.8677 ppb	M4 I3	4.9435 ppb		
Promedio	4.9401 ppb	Promedio :	5.0012 ppb		
SD	0.2649	SD	0.2418		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.8659	ppb	% Recuperación	97.9532 %	
M2	4.8356	ppb	Promedio Concentración	4.9107 ppb	
M3	4.9401	ppb	%RSD	1.5197 %	
M4	5.0012	ppb	Concentración Teórica	5.0133 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : LUCUMA							
DETERMINACIÓN : METOMILO		% RECUPERACIÓN : 40 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	:	20.1	mg		
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	:	20.2	mg		
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	1.99			
Ecuación de la Curva de Calibración : Y=3.0322549X + 0.421158							
		R2 :	0.999997				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0018 g	Promedio	:	2.0030 g			
BLANCO 2	2.0015 g	SD	:	0.0010			
M1	2.0029 g						
M2	2.0018 g	Dilución	1				
M3	2.0042 g	Factor de dilución	1				
M4	2.0031 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.498	Blanco 2I1	0.467				
Blanco 1I2	0.487	Blanco 2I2	0.489	Promedio Blanco :	0.479		
Blanco 1I3	0.459	Blanco 2I3	0.476	SD :	0.016		
Promedio	0.481	Promedio	0.477				
SD1	0.020	SD2	0.011				
M1 I1	119.054	118.575	M2 I1	119.464	118.985	ST1I1	121.986
M1 I2	120.074	119.595	M2 I2	117.324	116.845	ST1I2	121.372
M1 I3	119.344	118.865	M2 I3	118.526	118.047	ST1I3	121.938
Promedio :	119.011		Promedio :	117.959		Promedio	121.765
SD 1 :	0.526		SD 2 :	1.073		SD 1	0.341
M3 I1	119.476	118.997	M4 I1	117.816	117.337	ST2I1	122.738
M3 I2	120.578	120.099	M4 I2	119.654	119.175	ST2I2	121.082
M3 I3	119.868	119.389	M4 I3	118.578	118.099	ST2I3	122.837
Promedio :	119.495		Promedio :	120.242	119.495	Promedio	122.219
SD 3 :	0.559		SD 4 :	0.559		SD 2	0.9859
Promedio Muestras :	118.990		Promedio ST :	122.252			
Promedio SD :	0.6789		Promedio SD :	0.664			
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	38.9618 ppb	M2 I1	39.0970 ppb				
M1 I2	39.2981 ppb	M2 I2	38.3913 ppb				
M1 I3	39.0574 ppb	M2 I3	38.7877 ppb	Promedio ST :	38.9922		
Promedio	39.1058 ppb	Promedio :	38.7586 ppb	Promedio SD :	0.2539		
SD	0.1733	SD	0.3537				
M3 I1	39.1009 ppb	M4 I1	38.5535 ppb				
M3 I2	39.4643 ppb	M4 I2	39.1596 ppb				
M3 I3	39.2302 ppb	M4 I3	38.8048 ppb				
Promedio	39.2651 ppb	Promedio :	38.8393 ppb				
SD	0.1842	SD	0.3045				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	39.1058	ppb			% Recuperación	97.2411 %	
M2	38.7586	ppb			Promedio Concentración	38.9922 ppb	
M3	39.2651	ppb			%RSD	0.6020 %	
M4	38.8393	ppb			Concentración Teórica	40.0985 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	: 20.4	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.3	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración Y=3.481971X + 0.006208					
		R2 :	0.999996		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0021 g	Promedio	:	2.0063 g	
BLANCO 2	2.0075 g	SD	:	0.0036	
M1	2.0099 g				
M2	2.0083 g	Dilución		1	
M3	2.0053 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0017 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.540	Blanco 2I1	1.593		
Blanco 1I2	1.594	Blanco 2I2	1.583	Promedio Blanco :	1.579
Blanco 1I3	1.587	Blanco 2I3	1.575	SD :	0.019
Promedio	1.574	Promedio	1.584		
SD1	0.030	SD2	0.009		
M1 I1	17.045	15.466	M2 I1	18.762	17.183
M1 I2	18.045	16.466	M2 I2	17.362	15.783
M1 I3	17.045	15.466	M2 I3	17.928	16.349
	Promedio :	15.800		Promedio :	16.439
	SD 1 :	0.577		SD 2 :	0.704
				Promedio :	17.850
				SD 1 :	0.201
M3 I1	18.425	16.846	M4 I1	18.425	16.846
M3 I2	17.728	16.149	M4 I2	17.723	16.144
M3 I3	17.627	16.048	M4 I3	17.672	16.093
	Promedio :	16.348		Promedio :	16.348
	SD 3 :	0.435		SD 4 :	0.435
				Promedio :	17.844
				SD 2 :	0.1995
Promedio Muestras :	16.233			Promedio ST :	17.749
Promedio SD :	0.5377			Promedio SD :	0.200
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.4400 ppb	M2 I1	4.9331 ppb		
M1 I2	4.7272 ppb	M2 I2	4.5311 ppb		
M1 I3	4.4400 ppb	M2 I3	4.6936 ppb	Promedio ST :	4.6613
Promedio	4.5358 ppb	Promedio	4.7193 ppb	Promedio SD :	0.1534
SD	0.1658	SD	0.2023		
M3 I1	4.8363 ppb	M4 I1	4.8363 ppb		
M3 I2	4.6362 ppb	M4 I2	4.6347 ppb		
M3 I3	4.6072 ppb	M4 I3	4.6201 ppb		
Promedio	4.6932 ppb	Promedio	4.6971 ppb		
SD	0.1248	SD	0.1208		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.5358	ppb	% Recuperación	92.2918 %	
M2	4.7193	ppb	Promedio Concentración	4.6613 ppb	
M3	4.6932	ppb	%RSD	1.8128 %	
M4	4.6971	ppb	Concentración Teórica	5.0506 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : LUCUMA							
DETERMINACIÓN : PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 40 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	:	20.2	mg		
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	:	20.4	mg		
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	:	20.3	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	1.99			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.481971X + 0.006208					
		R2 :	0.999996				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0021 g	Promedio	:	2.0044 g			
BLANCO 2	2.0075 g	SD	:	0.0025			
M1	2.0026 g						
M2	2.0048 g	Dilución	1				
M3	2.0078 g	Factor de dilución	1				
M4	2.0023 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	1.540	Blanco 2I1 :	1.593				
Blanco 1I2	1.594	Blanco 2I2 :	1.583		Promedio Blanco :	1.579	
Blanco 1I3	1.587	Blanco 2I3 :	1.575		SD :	0.019	
Promedio	1.574	Promedio :	1.584				
SD1	0.030	SD2	0.009				
M1 I1	137.083	135.504	M2 I1	138.839	137.260	ST11	138.578
M1 I2	138.637	137.058	M2 I2	137.249	135.670	ST1I2	138.738
M1 I3	137.738	136.159	M2 I3	138.728	137.149	ST1I3	139.027
Promedio :	136.241	Promedio :	136.693	Promedio	138.781		
SD 1 :	0.780	SD 2 :	0.888	SD 1	0.228		
M3 I1	137.543	135.964	M4 I1	137.284	135.705	ST2I1	138.859
M3 I2	137.839	136.260	M4 I2	138.637	137.058	ST2I2	139.027
M3 I3	138.644	137.065	M4 I3	137.738	136.159	ST2I3	139.132
Promedio :	136.430	Promedio :	136.430	Promedio	139.006		
SD 3 :	0.570	SD 4 :	0.570	SD 2	0.1377		
Promedio Muestras :	136.448	Promedio ST :	138.820				
Promedio SD :	0.7019	Promedio SD :	0.183				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	38.9142 ppb	M2 I1	39.4185 ppb				
M1 I2	44.1602 ppb	M2 I2	38.9618 ppb				
M1 I3	43.8671 ppb	M2 I3	39.3866 ppb		Promedio ST :	39.9736	
Promedio	42.3138 ppb	Promedio :	39.2556 ppb		Promedio SD :	0.8910	
SD	2.9478	SD	0.2549				
M3 I1	39.0463 ppb	M4 I1	38.9719 ppb				
M3 I2	39.1313 ppb	M4 I2	39.3605 ppb				
M3 I3	39.3625 ppb	M4 I3	39.1023 ppb				
Promedio	39.1800 ppb	Promedio :	39.1449 ppb				
SD	0.1636	SD	0.1978				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	42.3138 ppb			% Recuperación	98.9519 %		
M2	39.2556 ppb			Promedio Concentración	39.9736 ppb		
M3	39.1800 ppb			%RSD	3.9047 %		
M4	39.1449 ppb			Concentración Teórica	40.3970 ppb		

4.4.2. SPE C18

4.4.2.1. Muestras de camu camu

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CAMU-CAMU							
DETERMINACIÓN : ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 5ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	: 20.3	mg			
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	: 20.5	mg			
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.4				
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 21.414848 X + 1.135405					
		R2 :	0.999998				
		R :	0.999999				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0025 g	Promedio	:	2.008525 g			
BLANCO 2	2.0087 g	SD	:	0.0023			
M1	2.0118 g						
M2	2.0076 g	Dilución	:	1			
M3	2.0083 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0064 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 111	9.678	Blanco 211	9.994				
Blanco 112	9.987	Blanco 212	9.987	Promedio Blanco	:	9.735	
Blanco 113	9.668	Blanco 213	9.094	SD	:	0.349	
Promedio	9.778	Promedio	9.692				
SD1	0.181	SD2	0.518				
M1 I1	104.560	94.825	M2 I1	104.777	95.042	ST111	107.678
M1 I2	103.821	94.086	M2 I2	104.229	94.494	ST112	107.832
M1 I3	104.345	94.610	M2 I3	103.667	93.932	ST113	107.628
Promedio	: 94.507	Promedio	: 94.490	Promedio	107.713		
SD 1	: 0.380	SD 2	: 0.555	SD 1	0.106		
M3 I1	104.372	94.637	M4 I1	103.235	93.500	ST211	107.027
M3 I2	103.406	93.671	M4 I2	104.567	94.832	ST212	108.012
M3 I3	104.673	94.938	M4 I3	104.512	94.777	ST213	107.927
Promedio	94.416	Promedio	: 94.416	Promedio	107.655		
SD 3	: 0.662	SD 4	: 0.662	SD 2	0.5458		
Promedio Muestras	: 94.457	Promedio ST	107.370				
Promedio SD	: 0.5648	Promedio SD	0.326				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.3750 ppb	M2 I1	4.3851 ppb				
M1 I2	4.3405 ppb	M2 I2	4.3595 ppb				
M1 I3	4.3650 ppb	M2 I3	4.3333 ppb	Promedio ST	:	4.3573	
Promedio	4.3601 ppb	Promedio	4.3593 ppb	Promedio SD	:	0.0274	
SD	0.0178	SD	0.0259				
M3 I1	4.3662 ppb	M4 I1	4.3131 ppb				
M3 I2	4.3211 ppb	M4 I2	4.3753 ppb				
M3 I3	4.3803 ppb	M4 I3	4.3728 ppb				
Promedio	4.3559 ppb	Promedio	4.3537 ppb				
SD	0.0309	SD	0.0352				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	4.3601	ppb			% Recuperación	85.8487 %	
M2	4.3593	ppb	Promedio		Concentración	4.3573 ppb	
M3	4.3559	ppb			%RSD	0.0688 %	
M4	4.3537	ppb			Concentración Teórica	5.0755 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 40ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	:	20.3	mg		
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	:	20.5	mg		
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	:	20.4	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución:		1.99			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 21.414848 X + 1.135405					
		R2 :		0.999998			
		R :		0.999999			
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0025 g	Promedio	:	2.0059 g			
BLANCO 2	2.0087 g	SD	:	0.0024			
M1	2.0056 g						
M2	2.0071 g	Dilución		1			
M3	2.0027 g	Factor de dilución		1			
M4	2.0081 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	9.678	Blanco 2I1 :		9.994			
Blanco 1I2	9.987	Blanco 2I2 :		9.987		Promedio Blanco :	9.735
Blanco 1I3	9.668	Blanco 2I3 :		9.094		SD :	0.349
Promedio	9.778	Promedio :		9.692			
SD1	0.181	SD2		0.518			
M1 I1	856.9380	847.203	M2 I1 :	855.2350	845.500	ST1I1	858.836
M1 I2	856.0380	846.303	M2 I2 :	856.9280	847.193	ST1I2	858.993
M1 I3	855.4260	845.691	M2 I3 :	855.7620	846.027	ST1I3	859.537
Promedio :	846.399	Promedio :		846.240	Promedio :	859.122	
SD 1 :	0.761	SD 2 :		0.866	SD 1 :	0.368	
M3 I1	856.8780	847.143	M4 I1 :	856.7290	846.994	ST2I1	859.932
M3 I2	856.8370	847.102	M4 I2 :	855.2510	845.516	ST2I2	858.425
M3 I3	855.8280	846.093	M4 I3 :	856.8270	847.092	ST2I3	858.823
Promedio :	846.780	Promedio :		846.780	Promedio :	859.060	
SD 3 :	0.595	SD 4 :		0.595	SD 2 :	0.7810	
Promedio Muestras :	846.550	Promedio ST :				859.527	
Promedio SD :	0.7041	Promedio SD :				0.574	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	39.5085 ppb	M2 I1		39.4289 ppb			
M1 I2	39.4664 ppb	M2 I2		39.5080 ppb			
M1 I3	39.4379 ppb	M2 I3		39.4536 ppb		Promedio ST :	39.4751
Promedio	39.4709 ppb	Promedio :		39.4635 ppb		Promedio SD :	0.0362
SD	0.0355	SD		0.0405			
M3 I1	39.5057 ppb	M4 I1		39.4987 ppb			
M3 I2	39.5038 ppb	M4 I2		39.4297 ppb			
M3 I3	39.4566 ppb	M4 I3		39.5033 ppb			
Promedio	39.4887 ppb	Promedio :		39.4772 ppb			
SD	0.0278	SD		0.0412			
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	39.4709 ppb			% Recuperación	97.2389 %		
M2	39.4635 ppb			Promedio Concentración	39.4751 ppb		
M3	39.4887 ppb			%RSD	0.0270 %		
M4	39.4772 ppb			Concentración Teórica	40.5960 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	: 20.3	mg			
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	: 20.2	mg			
%Potencia	99.8000 %	Promedio ST	: 20.25	mg			
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.998				
		Factor de dilución	: 0.2495				
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 14.073159X + 0.779632							
		R2 :	0.999997				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0062 g	Promedio	: 2.0052 g				
BLANCO 2	2.0072 g	SD	: 0.0026				
M1	2.0083 g						
M2	2.0021 g	Dilución	1				
M3	2.0042 g	Factor de dilución	1				
M4	2.0061 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	10.526	Blanco 2I1	10.234				
Blanco 1I2	10.098	Blanco 2I2	10.130	Promedio Blanco :	10.273		
Blanco 1I3	10.625	Blanco 2I3	10.024	SD :	0.193		
Promedio	10.416	Promedio	10.129				
SD1	0.280	SD2	0.105				
M1 I1	68.273	58.000	M2 I1	67.938	57.665	ST1I1	70.345
M1 I2	68.362	58.089	M2 I2	68.373	58.100	ST1I2	70.647
M1 I3	68.736	58.463	M2 I3	67.432	57.159	ST1I3	71.937
Promedio :	58.184	Promedio :	57.642	Promedio :	70.976		
SD 1 :	0.246	SD 2 :	0.471	SD 1 :	0.846		
M3 I1	68.783	58.510	M4 I1	68.394	58.121	ST2I1	70.964
M3 I2	68.362	58.089	M4 I2	68.182	57.909	ST2I2	71.102
M3 I3	67.382	57.109	M4 I3	67.827	57.554	ST2I3	70.937
Promedio :	57.903	Promedio :	57.903	Promedio	71.001		
SD 3 :	0.719	SD 4 :	0.719	SD 2	0.0885		
Promedio Muestras :	57.908	Promedio ST :	70.970				
Promedio SD :	0.5386	Promedio SD :	0.467				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.0659 ppb	M2 I1	4.0421 ppb				
M1 I2	4.0723 ppb	M2 I2	4.0730 ppb				
M1 I3	4.0988 ppb	M2 I3	4.0062 ppb	Promedio ST :	4.0586		
Promedio	4.0790 ppb	Promedio :	4.0404 ppb	Promedio SD :	0.0306		
SD	0.0175	SD	0.0335				
M3 I1	4.1022 ppb	M4 I1	4.0745 ppb				
M3 I2	4.0723 ppb	M4 I2	4.0595 ppb				
M3 I3	4.0026 ppb	M4 I3	4.0342 ppb				
Promedio	4.0590 ppb	Promedio :	4.0561 ppb				
SD	0.0511	SD	0.0204				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	4.0790	ppb			% Recuperación	80.3313 %	
M2	4.0404	ppb			Promedio Concentración	4.0586 ppb	
M3	4.0590	ppb			%RSD	0.3902 %	
M4	4.0561	ppb			Concentración Teórica	5.0524 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	: 20.2	mg	
%Potencia	99.8000 %	Promedio ST	: 20.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.998		
		Factor de dilución	: 1.996		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 14.073159X + 0.779632			
		R2 :	0.999997		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0062 g	Promedio	:	2.0061 g	
BLANCO 2	2.0072 g	SD	:	0.0028	
M1	2.0054 g				
M2	2.0026 g	Dilución	1		
M3	2.0091 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0072 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	10.526	Blanco 2I1	10.234		
Blanco 1I2	10.098	Blanco 2I2	10.130	Promedio Blanco :	10.273
Blanco 1I3	10.625	Blanco 2I3	10.024	SD :	0.193
Promedio	10.416	Promedio	10.129		
SD1	0.280	SD2	0.105		
M1 I1	560.324	550.051	M2 I1	559.028	548.755
M1 I2	560.102	549.829	M2 I2	559.028	548.756
M1 I3	559.272	548.999	M2 I3	559.242	548.969
	Promedio :	549.627		Promedio :	548.827
	SD 1 :	0.555		SD 2 :	0.123
				Promedio :	563.216
				SD 1 :	0.736
M3 I1	559.252	548.979	M4 I1	560.398	550.125
M3 I2	560.373	550.100	M4 I2	560.882	550.609
M3 I3	560.273	550.000	M4 I3	559.274	549.001
	Promedio :	549.693		Promedio :	549.693
	SD 3 :	0.620		SD 4 :	0.620
				Promedio	562.939
				SD 2	0.3670
	Promedio Muestras :	549.460		Promedio ST :	563.106
	Promedio SD :	0.4797		Promedio SD :	0.552
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.0297 ppb	M2 I1	38.9376 ppb		
M1 I2	39.0140 ppb	M2 I2	38.9377 ppb		
M1 I3	38.9550 ppb	M2 I3	38.9528 ppb	Promedio ST :	38.9916
Promedio	38.9995 ppb	Promedio :	38.9427 ppb	Promedio SD :	0.0377
SD	0.0394	SD	0.0088		
M3 I1	38.9536 ppb	M4 I1	39.0350 ppb		
M3 I2	39.0332 ppb	M4 I2	39.0694 ppb		
M3 I3	39.0261 ppb	M4 I3	38.9551 ppb		
Promedio	39.0043 ppb	Promedio :	39.0198 ppb		
SD	0.0441	SD	0.0586		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	38.9995	ppb	% Recuperación	96.4685 %	
M2	38.9427	ppb	Promedio Concentración	38.9916 ppb	
M3	39.0043	ppb	%RSD	0.0865 %	
M4	39.0198	ppb	Concentración Teórica	40.4190 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA		: CAMU-CAMU			
DETERMINACIÓN		: CARBOFURANO % RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	: 20.1	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.15	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.2488		
		Ecuación de la Curva de Calibración :	Y=20.106412X + 0.118110		
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0112 g	Promedio	:	2.0044 g	
BLANCO 2	2.0096 g	SD	:	0.0020	
M1	2.0053 g				
M2	2.0062 g	Dilución		1	
M3	2.0044 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0016 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	18.070	Blanco 211 :	18.263		
Blanco 112	18.082	Blanco 212 :	18.321	Promedio Blanco :	18.149
Blanco 113	18.112	Blanco 213 :	18.046	SD :	0.083
Promedio	18.088	Promedio :	18.210		
SD1	0.022	SD2	0.145		
M1 I1	99.267	81.118	M2 I1	100.728	82.579
M1 I2	99.362	81.213	M2 I2	99.274	81.125
M1 I3	99.827	81.678	M2 I3	98.783	80.634
Promedio :	81.336	Promedio :	81.446	Promedio	100.718
SD 1 :	0.300	SD 2 :	1.011	SD 1	0.287
M3 I1	98.378	80.229	M4 I1	98.473	80.324
M3 I2	98.347	80.198	M4 I2	98.839	80.690
M3 I3	99.738	81.589	M4 I3	100.028	81.879
Promedio :	80.672	Promedio :	80.672	Promedio	100.818
SD 3 :	0.794	SD 4 :	0.794	SD 2	0.2236
Promedio Muestras :	81.032	Promedio ST :	100.678		
Promedio SD :	0.7248	Promedio SD :	0.255		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.0286 ppb	M2 I1	4.1012 ppb		
M1 I2	4.0333 ppb	M2 I2	4.0289 ppb		
M1 I3	4.0564 ppb	M2 I3	4.0045 ppb	Promedio ST :	4.0279
Promedio	4.0394 ppb	Promedio :	4.0449 ppb	Promedio SD :	0.0363
SD	0.0149	SD	0.0503		
M3 I1	3.9844 ppb	M4 I1	3.9891 ppb		
M3 I2	3.9828 ppb	M4 I2	4.0073 ppb		
M3 I3	4.0520 ppb	M4 I3	4.0664 ppb		
Promedio	4.0064 ppb	Promedio :	4.0209 ppb		
SD	0.0395	SD	0.0404		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.0394	ppb	% Recuperación	80.3440 %	
M2	4.0449	ppb	Promedio Concentración	4.0279 ppb	
M3	4.0064	ppb	%RSD	0.4377 %	
M4	4.0209	ppb	Concentración Teórica	5.0133 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: CARBOFURANO				% RECUPERACIÓN : 40 ppb	
ESTANDAR							
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	:	20.2	mg		
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	:	20.1	mg		
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	1.99			
		Ecuación de la Curva de Calibración : Y=20.106412X + 0.118110					
		R2 :		0.999998			
		R :		0.999999			
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0112 g	Promedio	:	2.0030 g			
BLANCO 2	2.0096 g	SD	:	0.0013			
M1	2.0043 g						
M2	2.0021 g	Dilución		1			
M3	2.0039 g	Factor de dilución		1			
M4	2.0016 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 111	18.070	Blanco 211 :		18.263			
Blanco 112	18.082	Blanco 212 :		18.321	Promedio Blanco :	18.149	
Blanco 113	18.112	Blanco 213 :		18.046	SD :	0.083	
Promedio	18.088	Promedio :		18.210			
SD1	0.022	SD2		0.145			
M1 I1	802.738	784.589	M2 I1 :	802.653	784.504	ST111	803.645
M1 I2	802.122	783.973	M2 I2 :	802.917	784.768	ST112	803.974
M1 I3	802.038	783.889	M2 I3 :	802.647	784.498	ST113	804.273
	Promedio :	784.150		Promedio :	784.590	Promedio :	803.964
	SD 1 :	0.382		SD 2 :	0.154	SD 1 :	0.314
M3 I1	803.028	784.879	M4 I1 :	803.018	784.869	ST211	803.856
M3 I2	802.728	784.579	M4 I2 :	802.738	784.589	ST212	804.837
M3 I3	802.162	784.013	M4 I3 :	802.843	784.694	ST213	803.287
	Promedio :	784.490		Promedio :	784.490	Promedio	803.993
	SD 3 :	0.440		SD 4 :	0.440	SD 2	0.7841
	Promedio Muestras :	784.430		Promedio ST :	803.910		
	Promedio SD :	0.3540		Promedio SD :	0.549		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	39.0160 ppb	M2 I1		39.0117 ppb			
M1 I2	38.9853 ppb	M2 I2		39.0249 ppb			
M1 I3	38.9811 ppb	M2 I3		39.0114 ppb	Promedio ST :	39.0109	
Promedio :	38.9941 ppb	Promedio :		39.0160 ppb	Promedio SD :	0.0139	
SD :	0.0190	SD :		0.0077			
M3 I1	39.0304 ppb	M4 I1		39.0299 ppb			
M3 I2	39.0155 ppb	M4 I2		39.0160 ppb			
M3 I3	38.9873 ppb	M4 I3		39.0212 ppb			
Promedio :	39.0111 ppb	Promedio :		39.0223 ppb			
SD :	0.0219	SD :		0.0070			
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	38.9941	ppb		% Recuperación	97.2876 %		
M2	39.0160	ppb		Promedio Concentración	39.0109 ppb		
M3	39.0111	ppb		%RSD	0.0310 %		
M4	39.0223	ppb		Concentración Teórica	40.0985 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: METOMILO		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	:	20.1	mg		
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	:	20.2	mg		
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	0.2488			
		Ecuación de la Curva de Calibración	:	Y=3.032549X + 0.421158			
		R2	:	0.999997			
		R	:	0.999998			
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0001 g	Promedio	:	2.0069 g			
BLANCO 2	2.0008 g	SD	:	0.0032			
M1	2.0064 g						
M2	2.0086 g	Dilución	:	1			
M3	2.0098 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0026 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.531	Blanco 2I1	0.534				
Blanco 1I2	0.567	Blanco 2I2	0.588	Promedio Blanco	:	0.561	
Blanco 1I3	0.576	Blanco 2I3	0.567	SD	:	0.026	
Promedio	0.558	Promedio	0.563				
SD1	0.024	SD2	0.027				
M1 I1	14.039	13.478	M2 I1	13.028	12.468	ST1I1	15.245
M1 I2	14.363	13.803	M2 I2	14.920	14.360	ST1I2	15.928
M1 I3	14.292	13.732	M2 I3	14.273	13.713	ST1I3	15.378
Promedio	:	13.671	Promedio	:	13.513	Promedio	:
SD 1	:	0.171	SD 2	:	0.962	SD 1	0.362
M3 I1	13.993	13.432	M4 I1	14.263	13.703	ST2I1	15.927
M3 I2	13.878	13.318	M4 I2	14.667	14.107	ST2I2	15.367
M3 I3	14.526	13.966	M4 I3	14.884	14.324	ST2I3	15.282
Promedio	:	13.572	Promedio	:	13.572	Promedio	:
SD 3	:	0.346	SD 4	:	0.346	SD 2	0.3504
Promedio Muestras	:	13.582	Promedio ST	:	15.722		
Promedio SD	:	0.4560	Promedio SD	:	0.356		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.3056 ppb	M2 I1	3.9723 ppb				
M1 I2	4.4127 ppb	M2 I2	4.5962 ppb				
M1 I3	4.3892 ppb	M2 I3	4.3829 ppb	Promedio ST	:	4.3788	
Promedio	4.3692 ppb	Promedio	4.3172 ppb	Promedio SD	:	0.1478	
SD	0.0562	SD	0.3171				
M3 I1	4.2905 ppb	M4 I1	4.3796 ppb				
M3 I2	4.2526 ppb	M4 I2	4.5129 ppb				
M3 I3	4.4663 ppb	M4 I3	4.5844 ppb				
Promedio	4.3365 ppb	Promedio	4.4923 ppb				
SD	0.1140	SD	0.1039				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	4.3692	ppb			% Recuperación	87.3427 %	
M2	4.3172	ppb			Promedio Concentración	4.3788 ppb	
M3	4.3365	ppb			%RSD	1.7964 %	
M4	4.4923	ppb			Concentración Teórica	5.0133 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: METOMILO		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	:	20.1	mg		
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	:	20.2	mg		
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	1.99			
Ecuación de la Curva de Calibración : Y=3.0322549X + 0.421158							
		R2 :	0.999997				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0001 g	Promedio	:	2.0048 g			
BLANCO 2	2.0008 g	SD	:	0.0018			
M1	2.0040 g						
M2	2.0052 g	Dilución	:	1			
M3	2.0071 g	Factor de dilución :	:	1			
M4	2.0028 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.531	Blanco 2I1 :	:	0.534			
Blanco 1I2	0.567	Blanco 2I2 :	:	0.588			
Blanco 1I3	0.576	Blanco 2I3 :	:	0.567			
Promedio	0.558	Promedio :	:	0.563			
SD1	0.024	SD2	:	0.027			
M1 I1	116.406	115.845	M2 I1	117.896	117.336	ST1I1	121.986
M1 I2	116.870	116.310	M2 I2	116.096	115.536	ST1I2	121.372
M1 I3	116.672	116.112	M2 I3	115.996	115.436	ST1I3	121.938
Promedio :	116.089	Promedio :	:	116.102			
SD 1 :	0.233	SD 2 :	:	1.069			
Promedio :	121.765	SD 1 :	:	0.341			
M3 I1	116.786	116.226	M4 I1	116.526	115.966	ST2I1	122.738
M3 I2	114.786	114.226	M4 I2	114.236	113.676	ST2I2	121.082
M3 I3	114.886	114.326	M4 I3	116.954	116.394	ST2I3	122.837
Promedio :	114.926	Promedio :	:	114.926			
SD 3 :	1.127	SD 4 :	:	1.127			
Promedio	122.219	SD 2 :	:	0.9859			
Promedio Muestras :	115.510	Promedio ST :	:	122.252			
Promedio SD :	0.8890	Promedio SD :	:	0.664			
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	38.0617 ppb	M2 I1	:	38.5532 ppb			
M1 I2	38.2148 ppb	M2 I2	:	37.9596 ppb			
M1 I3	38.1495 ppb	M2 I3	:	37.9266 ppb			
Promedio	38.1420 ppb	Promedio :	:	38.1465 ppb			
SD	0.0768	SD	:	0.3526			
Promedio ST :	37.9859	Promedio SD :	:	0.3207			
M3 I1	38.1871 ppb	M4 I1	:	38.1014 ppb			
M3 I2	37.5276 ppb	M4 I2	:	37.3463 ppb			
M3 I3	37.5606 ppb	M4 I3	:	38.2425 ppb			
Promedio	37.7584 ppb	Promedio :	:	37.8967 ppb			
SD	0.3716	SD	:	0.4819			
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	38.1420	ppb		% Recuperación	94.7315 %		
M2	38.1465	ppb	Promedio	Concentración	37.9859 ppb		
M3	37.7584	ppb		%RSD	0.5037 %		
M4	37.8967	ppb		Concentración Teórica	40.0985 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	: 20.4	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.3	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración Y=3.481971X + 0.006208					
		R2 :	0.999996		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0026 g	Promedio	:	2.0065 g	
BLANCO 2	2.0076 g	SD	:	0.0024	
M1	2.0087 g				
M2	2.0065 g	Dilución		1	
M3	2.0032 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0076 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.523	Blanco 2I1	1.587		
Blanco 1I2	1.535	Blanco 2I2	1.593	Promedio Blanco :	1.560
Blanco 1I3	1.598	Blanco 2I3	1.523	SD :	0.040
Promedio	1.552	Promedio	1.568		
SD1	0.040	SD2	0.039		
M1 I1	17.028	15.468	M2 I1	16.925	15.365
M1 I2	16.829	15.269	M2 I2	16.328	14.768
M1 I3	17.003	15.443	M2 I3	17.324	15.764
	Promedio :	15.394		Promedio :	15.299
	SD 1 :	0.108		SD 2 :	0.501
				Promedio :	17.850
				SD 1 :	0.201
M3 I1	17.252	15.692	M4 I1	16.467	14.907
M3 I2	16.762	15.202	M4 I2	16.997	15.437
M3 I3	16.736	15.176	M4 I3	16.668	15.108
	Promedio :	15.357		Promedio :	15.357
	SD 3 :	0.291		SD 4 :	0.291
				Promedio :	17.844
				SD 2 :	0.1995
Promedio Muestras :	15.352			Promedio ST :	17.749
Promedio SD :	0.2978			Promedio SD :	0.200
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.4406 ppb	M2 I1	4.4110 ppb		
M1 I2	4.3834 ppb	M2 I2	4.2395 ppb		
M1 I3	4.4334 ppb	M2 I3	4.5256 ppb	Promedio ST :	4.3923
Promedio	4.4192 ppb	Promedio :	4.3920 ppb	Promedio SD :	0.0839
SD	0.0312	SD	0.1440		
M3 I1	4.5049 ppb	M4 I1	4.2795 ppb		
M3 I2	4.3642 ppb	M4 I2	4.4318 ppb		
M3 I3	4.3567 ppb	M4 I3	4.3372 ppb		
Promedio	4.4086 ppb	Promedio :	4.3495 ppb		
SD	0.0835	SD	0.0769		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.4192	ppb	% Recuperación	86.9654 %	
M2	4.3920	ppb	Promedio Concentración	4.3923 ppb	
M3	4.4086	ppb	%RSD	0.6982 %	
M4	4.3495	ppb	Concentración Teórica	5.0506 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	: 20.2	mg			
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	: 20.4	mg			
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.3	mg			
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995				
		Factor de dilución	: 1.99				
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.481971X + 0.006208					
		R2 :	0.999996				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0026 g	Promedio	:	2.0037 g			
BLANCO 2	2.0076 g	SD	:	0.0023			
M1	2.0042 g			Dilución	1		
M2	2.0017 g			Factor de dilución	:		
M3	2.0022 g				1		
M4	2.0068 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 111	1.523	Blanco 211	1.587				
Blanco 112	1.535	Blanco 212	1.593		Promedio Blanco :	1.560	
Blanco 113	1.598	Blanco 213	1.523		SD :	0.040	
Promedio	1.552	Promedio	1.568				
SD1	0.040	SD2	0.039				
M1 I1	138.578	137.018	M2 I1	138.436	136.876	ST111	138.578
M1 I2	137.765	136.205	M2 I2	137.645	136.085	ST112	138.738
M1 I3	138.996	137.436	M2 I3	138.847	137.287	ST113	139.027
Promedio :	136.887	Promedio :	136.750	Promedio	138.781		
SD 1 :	0.626	SD 2 :	0.611	SD 1	0.228		
M3 I1	138.646	137.086	M4 I1	137.267	135.707	ST211	138.859
M3 I2	137.984	136.424	M4 I2	138.947	137.387	ST212	139.027
M3 I3	137.748	136.188	M4 I3	138.683	137.123	ST213	139.132
Promedio :	136.566	Promedio :	136.566	Promedio	139.006		
SD 3 :	0.466	SD 4 :	0.466	SD 2	0.1377		
Promedio Muestras :	136.692	Promedio ST :			138.820		
Promedio SD :	0.5420	Promedio SD :			0.183		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	39.3490 ppb	M2 I1	39.3082 ppb				
M1 I2	43.8821 ppb	M2 I2	39.0810 ppb				
M1 I3	44.2834 ppb	M2 I3	39.4262 ppb		Promedio ST :	40.0662	
Promedio	42.5048 ppb	Promedio :	39.2718 ppb		Promedio SD :	0.8273	
SD	2.7404	SD	0.1755				
M3 I1	39.3685 ppb	M4 I1	38.9725 ppb				
M3 I2	39.1784 ppb	M4 I2	39.4549 ppb				
M3 I3	39.1106 ppb	M4 I3	39.3791 ppb				
Promedio	39.2192 ppb	Promedio :	39.2688 ppb				
SD	0.1337	SD	0.2595				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	42.5048 ppb			% Recuperación	99.1810 %		
M2	39.2718 ppb			Promedio Concentración	40.0662 ppb		
M3	39.2192 ppb			%RSD	4.0582 %		
M4	39.2688 ppb			Concentración Teórica	40.3970 ppb		

4.4.2.2. Muestras de chirimoya

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 5ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	: 20.5	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.4		
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución:	0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 21.414848 X + 1.135405			
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0026 g	Promedio	:	2.00715 g	
BLANCO 2	2.0083 g	SD	:	0.0024	
M1	2.0037 g				
M2	2.0083 g	Dilución	1		
M3	2.0093 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0073 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	11.108	Blanco 2I1	11.184		
Blanco 1I2	11.267	Blanco 2I2	11.104	Promedio Blanco :	11.189
Blanco 1I3	11.284	Blanco 2I3	11.184	SD :	0.072
Promedio	11.220	Promedio	11.157		
SD1	0.097	SD2	0.046		
M1 I1	103.847	92.659	M2 I1	104.862	93.674
M1 I2	104.014	92.826	M2 I2	104.037	92.849
M1 I3	103.832	92.644	M2 I3	104.823	93.635
Promedio :	92.709	Promedio :	93.386	Promedio	107.713
SD 1 :	0.101	SD 2 :	0.465	SD 1	0.106
M3 I1	103.729	92.541	M4 I1	103.028	91.840
M3 I2	102.938	91.750	M4 I2	102.839	91.651
M3 I3	103.037	91.849	M4 I3	104.018	92.830
Promedio	92.046	Promedio :	92.046	Promedio	107.655
SD 3 :	0.431	SD 4 :	0.431	SD 2	0.5458
Promedio Muestras :	92.547	Promedio ST	107.370		
Promedio SD :	0.3571	Promedio SD	0.326		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.2738 ppb	M2 I1	4.3212 ppb		
M1 I2	4.2816 ppb	M2 I2	4.2827 ppb		
M1 I3	4.2731 ppb	M2 I3	4.3194 ppb	Promedio ST :	4.2693
Promedio	4.2762 ppb	Promedio	4.3078 ppb	Promedio SD :	0.0190
SD	0.0047	SD	0.0217		
M3 I1	4.2683 ppb	M4 I1	4.2356 ppb		
M3 I2	4.2314 ppb	M4 I2	4.2267 ppb		
M3 I3	4.2360 ppb	M4 I3	4.2818 ppb		
Promedio	4.2452 ppb	Promedio	4.2480 ppb		
SD	0.0201	SD	0.0296		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.2762 ppb	% Recuperación	84.1155 %		
M2	4.3078 ppb	Promedio Concentración	4.2693 ppb		
M3	4.2452 ppb	%RSD	0.6840 %		
M4	4.2480 ppb	Concentración Teórica	5.0755 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 40ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	: 20.5	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.4	mg	
Ecuación de la Curva de Calibración		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995		
		Factor de dilución:	1.99		
		Y=	21.414848 X + 1.135405		
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0026 g	Promedio	:	2.0039 g	
BLANCO 2	2.0083 g	SD		0.0033	
M1	2.0027 g				
M2	2.0088 g	Dilución		1	
M3	2.0019 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0022 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	11.108	Blanco 2I1	11.184		
Blanco 1I2	11.267	Blanco 2I2	11.104	Promedio Blanco :	11.189
Blanco 1I3	11.284	Blanco 2I3	11.184	SD :	0.072
Promedio	11.220	Promedio	11.157		
SD1	0.097	SD2	0.046		
M1 I1	854.6370	843.449	M2 I1	855.0710	843.883
M1 I2	855.7265	844.538	M2 I2	854.6640	843.476
M1 I3	854.2730	843.085	M2 I3	855.1130	843.925
Promedio :	843.690	Promedio :	843.761	Promedio :	859.122
SD 1 :	0.756	SD 2 :	0.248	SD 1 :	0.368
M3 I1	855.3310	844.143	M4 I1	854.1010	842.913
M3 I2	854.9820	843.794	M4 I2	855.0220	843.834
M3 I3	854.1610	842.973	M4 I3	854.0280	842.840
Promedio :	843.636	Promedio :	843.636	Promedio :	859.060
SD 3 :	0.601	SD 4 :	0.601	SD 2 :	0.7810
Promedio Muestras :	843.681	Promedio ST :	859.527		
Promedio SD :	0.5514	Promedio SD :	0.574		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.3331 ppb	M2 I1	39.3534 ppb		
M1 I2	39.3840 ppb	M2 I2	39.3344 ppb		
M1 I3	39.3161 ppb	M2 I3	39.3554 ppb	Promedio ST :	39.3388
Promedio	39.3444 ppb	Promedio :	39.3477 ppb	Promedio SD :	0.0252
SD	0.0353	SD	0.0116		
M3 I1	39.3655 ppb	M4 I1	39.3081 ppb		
M3 I2	39.3492 ppb	M4 I2	39.3511 ppb		
M3 I3	39.3109 ppb	M4 I3	39.3047 ppb		
Promedio	39.3419 ppb	Promedio :	39.3213 ppb		
SD	0.0280	SD	0.0259		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	39.3444 ppb		% Recuperación	96.9032 %	
M2	39.3477 ppb		Promedio Concentración	39.3388 ppb	
M3	39.3419 ppb		%RSD	0.0303 %	
M4	39.3213 ppb		Concentración Teórica	40.5960 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	: 20.2	mg	
%Potencia	99.8000 %	Promedio ST	: 20.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.998		
		Factor de dilución :	0.2495		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 14.073159X + 0.779632			
		R2 :	0.999997		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0003 g	Promedio	:	2.0047 g	
BLANCO 2	2.0009 g	SD	:	0.0029	
M1	2.0073 g				
M2	2.0029 g	Dilución		1	
M3	2.0015 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0069 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	12.637	Blanco 2I1	12.739		
Blanco 1I2	12.738	Blanco 2I2	12.383	Promedio Blanco :	12.679
Blanco 1I3	12.748	Blanco 2I3	12.829	SD :	0.149
Promedio	12.708	Promedio :	12.650		
SD1	0.061	SD2	0.236		
M1 I1	67.028	54.349	M2 I1	67.920	55.241
M1 I2	67.002	54.323	M2 I2	66.443	53.764
M1 I3	67.123	54.444	M2 I3	67.726	55.047
	Promedio :	54.372		Promedio :	54.684
	SD 1 :	0.064		SD 2 :	0.803
				Promedio :	70.976
				SD 1 :	0.846
M3 I1	66.829	54.150	M4 I1	66.424	53.745
M3 I2	67.253	54.574	M4 I2	66.839	54.160
M3 I3	67.028	54.349	M4 I3	66.228	53.549
	Promedio :	54.358		Promedio :	54.358
	SD 3 :	0.212		SD 4 :	0.212
				Promedio :	71.001
				SD 2 :	0.0885
	Promedio Muestras :	54.443		Promedio ST :	70.970
	Promedio SD :	0.3226		Promedio SD :	0.467
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.8065 ppb	M2 I1	3.8699 ppb		
M1 I2	3.8046 ppb	M2 I2	3.7649 ppb		
M1 I3	3.8132 ppb	M2 I3	3.8561 ppb	Promedio ST :	3.8036
Promedio	3.8081 ppb	Promedio :	3.8303 ppb	Promedio SD :	0.0247
SD	0.0045	SD	0.0570		
M3 I1	3.7924 ppb	M4 I1	3.7636 ppb		
M3 I2	3.8225 ppb	M4 I2	3.7931 ppb		
M3 I3	3.8065 ppb	M4 I3	3.7496 ppb		
Promedio	3.8071 ppb	Promedio :	3.7688 ppb		
SD	0.0151	SD	0.0222		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	3.8081	ppb	% Recuperación	75.2829 %	
M2	3.8303	ppb	Promedio Concentración	3.8036 ppb	
M3	3.8071	ppb	%RSD	0.6719 %	
M4	3.7688	ppb	Concentración Teórica	5.0524 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA		: CHIRIMOYA			
DETERMINACIÓN		: CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 40 ppb	
ESTANDAR					
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	: 20.2	mg	
%Potencia	99.8000 %	Promedio ST	: 20.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.998		
		Factor de dilución	: 1.996		
		Ecuación de la Curva de Calibración :	Y= 14.073159X + 0.779632		
		R2 :	0.999997		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0003 g	Promedio	:	2.0108 g	
BLANCO 2	2.0009 g	SD	:	0.0057	
M1	2.0063 g				
M2	2.0104 g	Dilución			1
M3	2.0190 g	Factor de dilución	:		1
M4	2.0075 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	12.637	Blanco 2I1	12.739		
Blanco 1I2	12.738	Blanco 2I2	12.383	Promedio Blanco :	12.679
Blanco 1I3	12.748	Blanco 2I3	12.829	SD :	0.149
Promedio	12.708	Promedio	12.650		
SD1	0.061	SD2	0.236		
M1 I1	560.202	547.523	M2 I1	562.324	549.645
M1 I2	559.202	546.523	M2 I2	559.865	547.186
M1 I3	559.038	546.359	M2 I3	559.111	546.432
	Promedio :	546.802		Promedio :	547.754
	SD 1 :	0.630		SD 2 :	1.680
				Promedio :	563.216
				SD 1 :	0.736
M3 I1	559.544	546.865	M4 I1	559.101	546.422
M3 I2	559.758	547.079	M4 I2	559.201	546.522
M3 I3	560.048	547.369	M4 I3	559.220	546.541
	Promedio :	547.104		Promedio :	547.104
	SD 3 :	0.253		SD 4 :	0.253
				Promedio :	562.939
				SD 2 :	0.3670
	Promedio Muestras :	547.191		Promedio ST :	563.106
	Promedio SD :	0.7040		Promedio SD :	0.552
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.8501 ppb	M2 I1	39.0009 ppb		
M1 I2	38.7790 ppb	M2 I2	38.8261 ppb		
M1 I3	38.7674 ppb	M2 I3	38.7726 ppb	Promedio ST :	38.8157
Promedio	38.7988 ppb	Promedio :	38.8665 ppb	Promedio SD :	0.0467
SD	0.0448	SD	0.1194		
M3 I1	38.8033 ppb	M4 I1	38.7718 ppb		
M3 I2	38.8185 ppb	M4 I2	38.7790 ppb		
M3 I3	38.8391 ppb	M4 I3	38.7803 ppb		
Promedio :	38.8203 ppb	Promedio :	38.7770 ppb		
SD	0.0180	SD	0.0045		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	38.7988	ppb		% Recuperación	96.0332 %
M2	38.8665	ppb		Promedio Concentración	38.8157 ppb
M3	38.8203	ppb		%RSD	0.0985 %
M4	38.7770	ppb		Concentración Teórica	40.4190 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN		: CARBOFURANO % RECUPERACIÓN : 5 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	:	20.2	mg		
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	:	20.1	mg		
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	0.2488			
		Ecuación de la Curva de Calibración		Y=20.106412X + 0.118110			
		R2 :		0.999998			
		R :		0.999999			
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0104 g	Promedio	:	2.0057 g			
BLANCO 2	2.0107 g	SD	:	0.0023			
M1	2.0065 g						
M2	2.0027 g	Dilución		1			
M3	2.0081 g	Factor de dilución		1			
M4	2.0053 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 111	20.748	Blanco 211 :		20.849			
Blanco 112	20.037	Blanco 212 :		20.367			
Blanco 113	20.434	Blanco 213 :		20.883			
Promedio	20.406	Promedio :		20.700			
SD1	0.356	SD2		0.289			
M1 I1	98.373	77.820	M2 I1 :	97.637	77.084	ST111	100.481
M1 I2	98.993	78.440	M2 I2 :	98.363	77.810	ST112	100.637
M1 I3	97.374	76.821	M2 I3 :	98.018	77.465	ST113	101.037
	Promedio :	77.694		Promedio :	77.453	Promedio	100.718
	SD 1 :	0.817		SD 2 :	0.363	SD 1	0.287
M3 I1	97.738	77.185	M4 I1 :	98.233	77.680	ST211	100.637
M3 I2	97.993	77.440	M4 I2 :	99.362	78.809	ST212	101.068
M3 I3	98.026	77.473	M4 I3 :	99.253	78.700	ST213	100.749
	Promedio :	77.366		Promedio :	77.366	Promedio	100.818
	SD 3 :	0.158		SD 4 :	0.158	SD 2	0.2236
Promedio Muestras :	77.470			Promedio ST :	100.678		
Promedio SD :	0.3739			Promedio SD :	0.255		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	3.8645 ppb	M2 I1	:	3.8279 ppb			
M1 I2	3.8954 ppb	M2 I2	:	3.8640 ppb			
M1 I3	3.8148 ppb	M2 I3	:	3.8469 ppb			
Promedio	3.8582 ppb	Promedio :		3.8463 ppb			
SD	0.0406	SD		0.0181			
				Promedio ST :	3.8599		
				Promedio SD :	0.0244		
M3 I1	3.8330 ppb	M4 I1	:	3.8576 ppb			
M3 I2	3.8456 ppb	M4 I2	:	3.9137 ppb			
M3 I3	3.8473 ppb	M4 I3	:	3.9083 ppb			
Promedio	3.8420 ppb	Promedio :		3.8932 ppb			
SD	0.0078	SD		0.0310			
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	3.8582	ppb		% Recuperación	76.9933 %		
M2	3.8463	ppb		Promedio Concentración	3.8599 ppb		
M3	3.8420	ppb		%RSD	0.6018 %		
M4	3.8932	ppb		Concentración Teórica	5.0133 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : CARBOFURANO		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	: 20.1	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.15	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 1.99		
	Ecuación de la Curva de Calibración	Y=20.106412X + 0.118110			
	R2 :	0.999998			
	R :	0.999999			
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0104 g	Promedio	:	2.0044 g	
BLANCO 2	2.0107 g	SD	:	0.0022	
M1	2.0053 g				
M2	2.0026 g	Dilución	: 1		
M3	2.0071 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0025 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	20.748	Blanco 2I1	20.849		
Blanco 1I2	20.037	Blanco 2I2	20.367	Promedio Blanco :	20.553
Blanco 1I3	20.434	Blanco 2I3	20.883	SD :	0.322
Promedio	20.406	Promedio	20.700		
SD1	0.356	SD2	0.289		
M1 I1	802.738	782.185	M2 I1	801.647	781.094
M1 I2	802.331	781.778	M2 I2	801.874	781.321
M1 I3	801.782	781.229	M2 I3	802.563	782.010
	Promedio :	781.731		Promedio :	781.475
	SD 1 :	0.480		SD 2 :	0.477
				Promedio :	803.964
				SD 1 :	0.314
M3 I1	801.774	781.221	M4 I1	802.484	781.931
M3 I2	801.847	781.294	M4 I2	801.654	781.101
M3 I3	802.557	782.004	M4 I3	801.748	781.195
	Promedio :	781.506		Promedio :	781.506
	SD 3 :	0.433		SD 4 :	0.433
				Promedio	803.993
				SD 2	0.7841
	Promedio Muestras :	781.555		Promedio ST :	803.910
	Promedio SD :	0.4555		Promedio SD :	0.549
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.8964 ppb	M2 I1	38.8421 ppb		
M1 I2	38.8762 ppb	M2 I2	38.8534 ppb		
M1 I3	38.8488 ppb	M2 I3	38.8877 ppb	Promedio ST :	38.8638
Promedio	38.8738 ppb	Promedio :	38.8611 ppb	Promedio SD :	0.0229
SD	0.0239	SD	0.0237		
M3 I1	38.8484 ppb	M4 I1	38.8838 ppb		
M3 I2	38.8521 ppb	M4 I2	38.8425 ppb		
M3 I3	38.8874 ppb	M4 I3	38.8472 ppb		
Promedio	38.8626 ppb	Promedio :	38.8578 ppb		
SD	0.0215	SD	0.0226		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	38.8738	ppb		% Recuperación	96.9209 %
M2	38.8611	ppb		Promedio Concentración	38.8638 ppb
M3	38.8626	ppb		%RSD	0.0179 %
M4	38.8578	ppb		Concentración Teórica	40.0985 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA		: CHIRIMOYA			
DETERMINACIÓN		: METOMILO		% RECUPERACIÓN : 5 ppb	
ESTANDAR					
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	: 20.1	mg	
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	: 20.2	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.15	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.032549X + 0.421158			
		R2 :	0.999997		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0077 g	Promedio	:	2.0061 g	
BLANCO 2	2.0087 g	SD	:	0.0033	
M1	2.0062 g				
M2	2.0018 g	Dilución	: 1		
M3	2.0063 g	Factor de dilución	: 1		
M4	2.0099 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	0.489	Blanco 2I1	0.493		
Blanco 1I2	0.523	Blanco 2I2	0.546	Promedio Blanco :	0.531
Blanco 1I3	0.556	Blanco 2I3	0.577	SD :	0.038
Promedio	0.523	Promedio	0.539		
SD1	0.034	SD2	0.043		
M1 I1	14.027	13.497	M2 I1	13.627	13.096
M1 I2	13.049	12.518	M2 I2	14.283	13.752
M1 I3	14.003	13.472	M2 I3	14.728	14.197
	Promedio :	13.162		Promedio :	13.682
	SD 1 :	0.558		SD 1 :	0.362
M3 I1	13.283	12.752	M4 I1	12.836	12.305
M3 I2	13.757	13.226	M4 I2	13.028	12.497
M3 I3	13.845	13.314	M4 I3	14.028	13.497
	Promedio :	13.098		Promedio :	13.098
	SD 3 :	0.302		SD 4 :	0.302
				Promedio	15.525
				SD 2	0.3504
Promedio Muestras :	13.260			Promedio ST :	15.722
Promedio SD :	0.4291			Promedio SD :	0.356
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.3117 ppb	M2 I1	4.1797 ppb		
M1 I2	3.9891 ppb	M2 I2	4.3960 ppb		
M1 I3	4.3036 ppb	M2 I3	4.5427 ppb	Promedio ST :	4.2063
Promedio	4.2015 ppb	Promedio :	4.3728 ppb	Promedio SD :	0.1693
SD	0.1839	SD	0.1826		
M3 I1	4.0662 ppb	M4 I1	3.9189 ppb		
M3 I2	4.2226 ppb	M4 I2	3.9822 ppb		
M3 I3	4.2516 ppb	M4 I3	4.3119 ppb		
Promedio :	4.1801 ppb	Promedio :	4.0710 ppb		
SD	0.0997	SD	0.2110		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.2015	ppb	% Recuperación	83.9033 %	
M2	4.3728	ppb	Promedio Concentración	4.2063 ppb	
M3	4.1801	ppb	%RSD	2.9676 %	
M4	4.0710	ppb	Concentración Teórica	5.0133 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : METOMILO		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	: 20.1	mg	
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	: 20.2	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.15	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 1.99		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.0322549X + 0.421158			
		R2 :	0.999997		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0077 g	Promedio	:	2.0078 g	
BLANCO 2	2.0087 g	SD	:	0.0005	
M1	2.0078 g				
M2	2.0072 g	Dilución	1		
M3	2.0083 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0080 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	0.489	Blanco 2I1	0.493		
Blanco 1I2	0.523	Blanco 2I2	0.546	Promedio Blanco :	0.531
Blanco 1I3	0.556	Blanco 2I3	0.577	SD :	0.038
Promedio	0.523	Promedio	0.539		
SD1	0.034	SD2	0.043		
M1 I1	115.834	115.303	M2 I1	115.578	115.047
M1 I2	117.190	116.659	M2 I2	115.997	115.467
M1 I3	115.996	115.465	M2 I3	115.696	115.165
Promedio :	115.809	Promedio :	115.226	Promedio :	121.765
SD 1 :	0.741	SD 2 :	0.216	SD 1 :	0.341
M3 I1	117.718	117.187	M4 I1	115.718	115.187
M3 I2	117.118	116.587	M4 I2	117.496	116.965
M3 I3	115.988	115.457	M4 I3	115.396	114.865
Promedio :	116.411	Promedio :	116.411	Promedio :	122.219
SD 3 :	0.878	SD 4 :	0.878	SD 2 :	0.9859
Promedio Muestras :	115.964	Promedio ST :		122.252	
Promedio SD :	0.6784	Promedio SD :		0.664	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	37.8830 ppb	M2 I1	37.7986 ppb		
M1 I2	38.3302 ppb	M2 I2	37.9369 ppb		
M1 I3	37.9364 ppb	M2 I3	37.8374 ppb	Promedio ST :	38.0401
Promedio	38.0499 ppb	Promedio :	37.8576 ppb	Promedio SD :	0.2445
SD	0.2442	SD	0.0713		
M3 I1	38.5043 ppb	M4 I1	37.8448 ppb		
M3 I2	38.3064 ppb	M4 I2	38.4311 ppb		
M3 I3	37.9338 ppb	M4 I3	37.7386 ppb		
Promedio	38.2482 ppb	Promedio :	38.0048 ppb		
SD	0.2897	SD	0.3730		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	38.0499	ppb	% Recuperación	94.8667 %	
M2	37.8576	ppb	Promedio Concentración	38.0401 ppb	
M3	38.2482	ppb	%RSD	0.4237 %	
M4	38.0048	ppb	Concentración Teórica	40.0985 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN		: PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	: 20.2	mg			
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	: 20.4	mg			
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.3	mg			
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995				
		Factor de dilución	: 0.2488				
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.481971X + 0.006208					
		R2	: 0.999996				
		R	: 0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0052 g	Promedio	:	2.0042 g			
BLANCO 2	2.0098 g	SD	:	0.0028			
M1	2.0027 g			Dilución	1		
M2	2.0020 g			Factor de dilución	1		
M3	2.0037 g						
M4	2.0082 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	1.646	Blanco 2I1	:	1.638			
Blanco 1I2	1.528	Blanco 2I2	:	1.602	Promedio Blanco	:	1.600
Blanco 1I3	1.636	Blanco 2I3	:	1.547	SD	:	0.056
Promedio	1.603	Promedio	:	1.596			
SD1	0.065	SD2	:	0.046			
M1 I1	16.028	14.429	M2 I1	16.789	15.190	ST11	17.876
M1 I2	16.372	14.773	M2 I2	16.928	15.329	ST12	17.637
M1 I3	16.382	14.783	M2 I3	16.257	14.658	ST13	18.037
	Promedio	:	14.661	Promedio	:	15.059	Promedio
	SD 1	:	0.202	SD 2	:	0.354	SD 1
							17.850
							0.201
M3 I1	16.363	14.764	M4 I1	16.628	15.029	ST2I1	17.647
M3 I2	16.728	15.129	M4 I2	15.798	14.199	ST2I2	18.046
M3 I3	16.376	14.777	M4 I3	16.568	14.969	ST2I3	17.839
	Promedio	:	14.890	Promedio	:	14.890	Promedio
	SD 3	:	0.207	SD 4	:	0.207	SD 2
							17.844
							0.1995
Promedio Muestras		:	14.875	Promedio ST	:	17.749	
Promedio SD		:	0.2424	Promedio SD	:	0.200	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.1420 ppb	M2 I1	4.3605 ppb				
M1 I2	4.2408 ppb	M2 I2	4.4005 ppb				
M1 I3	4.2437 ppb	M2 I3	4.2078 ppb	Promedio ST	:	4.2588	
Promedio	4.2088 ppb	Promedio	4.3229 ppb	Promedio SD	:	0.0880	
SD	0.0579	SD	0.1017				
M3 I1	4.2382 ppb	M4 I1	4.3143 ppb				
M3 I2	4.3430 ppb	M4 I2	4.0759 ppb				
M3 I3	4.2420 ppb	M4 I3	4.2971 ppb				
Promedio	4.2744 ppb	Promedio	4.2291 ppb				
SD	0.0594	SD	0.1329				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	4.2088	ppb			% Recuperación	84.3223 %	
M2	4.3229	ppb	Promedio		Concentración	4.2588 ppb	
M3	4.2744	ppb			%RSD	1.1924 %	
M4	4.2291	ppb			Concentración Teórica	5.0506 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	: 20.4	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.3	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 1.99		
Ecuación de la Curva de Calibración Y=3.481971X + 0.006208					
		R2 :	0.999996		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0052 g	Promedio	:	2.0039 g	
BLANCO 2	2.0098 g	SD	:	0.0031	
M1	2.0083 g				
M2	2.0015 g	Dilución		1	
M3	2.0018 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0039 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.646	Blanco 2I1	1.638		
Blanco 1I2	1.528	Blanco 2I2	1.602	Promedio Blanco :	1.600
Blanco 1I3	1.636	Blanco 2I3	1.547	SD :	0.056
Promedio	1.603	Promedio	1.596		
SD1	0.065	SD2	0.046		
M1 I1	137.937	136.338	M2 I1	137.546	135.947
M1 I2	137.848	136.248	M2 I2	137.748	136.149
M1 I3	137.665	136.066	M2 I3	137.445	135.846
	Promedio :	136.217		Promedio :	135.980
	SD 1 :	0.139		SD 2 :	0.154
				Promedio :	138.781
				SD 1	0.228
M3 I1	138.038	136.439	M4 I1	137.526	135.927
M3 I2	137.763	136.164	M4 I2	137.829	136.230
M3 I3	138.007	136.408	M4 I3	138.028	136.429
	Promedio :	136.337		Promedio :	136.337
	SD 3 :	0.151		SD 4 :	0.151
				Promedio	139.006
				SD 2	0.1377
	Promedio Muestras :	136.218		Promedio ST :	138.820
	Promedio SD :	0.1485		Promedio SD :	0.183
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.1535 ppb	M2 I1	39.0412 ppb		
M1 I2	43.8961 ppb	M2 I2	39.0992 ppb		
M1 I3	43.8365 ppb	M2 I3	39.0122 ppb	Promedio ST :	39.9030
Promedio	42.2954 ppb	Promedio :	39.0509 ppb	Promedio SD :	0.7203
SD	2.7211	SD	0.0443		
M3 I1	39.1825 ppb	M4 I1	39.0354 ppb		
M3 I2	39.1035 ppb	M4 I2	39.1225 ppb		
M3 I3	39.1736 ppb	M4 I3	39.1796 ppb		
Promedio	39.1532 ppb	Promedio :	39.1125 ppb		
SD	0.0433	SD	0.0726		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	42.2954 ppb		% Recuperación	98.7771 %	
M2	39.0509 ppb		Promedio Concentración	39.9030 ppb	
M3	39.1532 ppb		%RSD	3.9984 %	
M4	39.1125 ppb		Concentración Teórica	40.3970 ppb	

4.6.2.3 Muestras de Lucuma

<u>ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS</u>					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 5ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	: 20.5	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.4		
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución:	0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 21.414848 X + 1.135405					
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0013 g	Promedio	:	2.004975 g	
BLANCO 2	2.0010 g	SD	:	0.0036	
M1	2.0102 g				
M2	2.0028 g	Dilución			1
M3	2.0042 g	Factor de dilución			1
M4	2.0027 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	11.563	Blanco 2I1	11.324		
Blanco 1I2	11.827	Blanco 2I2	11.281	Promedio Blanco :	11.480
Blanco 1I3	11.629	Blanco 2I3	11.254	SD :	0.086
Promedio	11.673	Promedio	11.286		
SD1	0.137	SD2	0.035		
M1 I1	102.028	90.548	M2 I1	104.221	92.741
M1 I2	103.928	92.448	M2 I2	103.832	92.352
M1 I3	102.938	91.458	M2 I3	103.776	92.296
	Promedio :	91.485	Promedio	:	92.463
	SD 1 :	0.950	SD 2	:	0.242
			Promedio	:	107.713
			SD 1	:	0.106
M3 I1	102.928	91.448	M4 I1	103.988	92.508
M3 I2	103.002	91.522	M4 I2	104.927	93.447
M3 I3	104.927	93.447	M4 I3	103.728	92.248
	Promedio	92.139	Promedio	:	92.139
	SD 3	:	SD 4	:	1.133
			Promedio ST	:	107.370
	Promedio Muestras :	92.057	Promedio SD	:	0.326
	Promedio SD :	0.8648			
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.1753 ppb	M2 I1	4.2777 ppb		
M1 I2	4.2640 ppb	M2 I2	4.2595 ppb		
M1 I3	4.2178 ppb	M2 I3	4.2569 ppb	Promedio ST :	4.2527
Promedio	4.2190 ppb	Promedio	4.2647 ppb	Promedio SD :	0.0345
SD	0.0444	SD	0.0113		
M3 I1	4.2173 ppb	M4 I1	4.2668 ppb		
M3 I2	4.2208 ppb	M4 I2	4.3107 ppb		
M3 I3	4.3107 ppb	M4 I3	4.2547 ppb		
Promedio	4.2496 ppb	Promedio	4.2774 ppb		
SD	0.0529	SD	0.0295		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.2190	ppb	% Recuperación	83.7878 %	
M2	4.2647	ppb	Promedio Concentración	4.2527 ppb	
M3	4.2496	ppb	%RSD	0.5913 %	
M4	4.2774	ppb	Concentración Teórica	5.0755 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA		: LUCUMA			
DETERMINACIÓN		: ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 40ppb	
ESTANDAR					
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	: 20.5	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.4	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995		
		Factor de dilución:	1.99		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 21.414848 X + 1.135405					
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0013 g	Promedio	:	2.0053 g	
BLANCO 2	2.0010 g	SD	:	0.0019	
M1	2.0063 g				
M2	2.0032 g	Dilución	1		
M3	2.0075 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0043 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	11.563	Blanco 2I1	11.324		
Blanco 1I2	11.827	Blanco 2I2	11.281	Promedio Blanco :	11.480
Blanco 1I3	11.629	Blanco 2I3	11.254	SD :	0.086
Promedio	11.673	Promedio :	11.286		
SD1	0.137	SD2	0.035		
M1 I1	854.4290	842.949	M2 I1	854.7730	843.293
M1 I2	853.9987	842.519	M2 I2	855.6640	844.184
M1 I3	854.7480	843.268	M2 I3	854.8370	843.357
	Promedio :	842.912		Promedio :	843.612
	SD 1 :	0.376		SD 1 :	0.368
M3 I1	854.9270	843.447	M4 I1	855.1820	843.702
M3 I2	854.8320	843.352	M4 I2	855.3840	843.904
M3 I3	854.9330	843.453	M4 I3	855.2930	843.813
	Promedio :	843.418		858.118	843.418
	SD 3 :	0.057		SD 4 :	0.057
	Promedio Muestras :	843.340		Promedio ST :	859.527
	Promedio SD :	0.2466		Promedio SD :	0.574
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.3098 ppb	M2 I1	39.3259 ppb		
M1 I2	39.2897 ppb	M2 I2	39.3675 ppb		
M1 I3	39.3247 ppb	M2 I3	39.3289 ppb	Promedio ST :	39.3326
Promedio	39.3081 ppb	Promedio :	39.3408 ppb	Promedio SD :	0.0120
SD	0.0176	SD	0.0232		
M3 I1	39.3331 ppb	M4 I1	39.3450 ppb		
M3 I2	39.3286 ppb	M4 I2	39.3544 ppb		
M3 I3	39.3334 ppb	M4 I3	39.3502 ppb		
Promedio :	39.3317 ppb	Promedio :	39.3499 ppb		
SD	0.0026	SD	0.0047		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	39.3081	ppb	% Recuperación	96.8879 %	
M2	39.3408	ppb	Promedio Concentración	39.3326 ppb	
M3	39.3317	ppb	%RSD	0.0456 %	
M4	39.3499	ppb	Concentración Teórica	40.5960 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	: 20.2	mg	
%Potencia	99.8000 %	Promedio ST	: 20.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.998		
		Factor de dilución	: 0.2495		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 14.073159X + 0.779632			
		R2 :	0.999997		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0053 g	Promedio	:	2.0062 g	
BLANCO 2	2.0010 g	SD	:	0.0022	
M1	2.0091 g				
M2	2.0057 g	Dilución		1	
M3	2.0062 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0039 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	12.637	Blanco 2I1	12.156		
Blanco 1I2	12.452	Blanco 2I2	12.538	Promedio Blanco :	12.420
Blanco 1I3	12.267	Blanco 2I3	12.467	SD :	0.194
Promedio	12.452	Promedio :	12.387		
SD1	0.185	SD2	0.203		
M1 I1	66.038	53.619	M2 I1	65.728	53.309
M1 I2	66.637	54.218	M2 I2	66.839	54.420
M1 I3	66.112	53.693	M2 I3	66.272	53.853
	Promedio :	53.843		Promedio :	53.860
	SD 1 :	0.327		SD 2 :	0.556
				Promedio :	70.976
				SD 1 :	0.846
M3 I1	65.782	53.363	M4 I1	65.837	53.418
M3 I2	65.982	53.563	M4 I2	65.347	52.928
M3 I3	66.378	53.959	M4 I3	67.483	55.064
	Promedio :	53.628		Promedio :	53.628
	SD 3 :	0.303		SD 4 :	0.303
				Promedio	71.001
				SD 2	0.0885
Promedio Muestras :	53.740			Promedio ST :	70.970
Promedio SD :	0.3723			Promedio SD :	0.467
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.7546 ppb	M2 I1	3.7326 ppb		
M1 I2	3.7971 ppb	M2 I2	3.8115 ppb		
M1 I3	3.7598 ppb	M2 I3	3.7712 ppb	Promedio ST :	3.7663
Promedio	3.7705 ppb	Promedio :	3.7718 ppb	Promedio SD :	0.0409
SD	0.0232	SD	0.0395		
M3 I1	3.7364 ppb	M4 I1	3.7403 ppb		
M3 I2	3.7506 ppb	M4 I2	3.7055 ppb		
M3 I3	3.7788 ppb	M4 I3	3.8573 ppb		
Promedio	3.7553 ppb	Promedio :	3.7677 ppb		
SD	0.0216	SD	0.0795		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	3.7705	ppb	% Recuperación	74.5453 %	
M2	3.7718	ppb	Promedio Concentración	3.7663 ppb	
M3	3.7553	ppb	%RSD	0.2008 %	
M4	3.7677	ppb	Concentración Teórica	5.0524 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	: 20.2	mg	
%Potencia	99.8000 %	Promedio ST	: 20.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.998		
		Factor de dilución	: 1.996		
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 14.073159X + 0.779632					
		R2 :	0.999997		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0053 g	Promedio	:	2.0066 g	
BLANCO 2	2.0010 g	SD	:	0.0035	
M1	2.0064 g				
M2	2.0098 g	Dilución	1		
M3	2.0018 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0082 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	12.637	Blanco 2I1	12.156		
Blanco 1I2	12.452	Blanco 2I2	12.538	Promedio Blanco :	12.420
Blanco 1I3	12.267	Blanco 2I3	12.467	SD :	0.194
Promedio	12.452	Promedio	12.387		
SD1	0.185	SD2	0.203		
M1 I1	558.029	545.610	M2 I1	558.485	546.066
M1 I2	559.203	546.784	M2 I2	559.048	546.629
M1 I3	558.374	545.955	M2 I3	558.685	546.266
	Promedio :	546.116		Promedio :	546.320
	SD 1 :	0.603		SD 2 :	0.285
				Promedio :	563.216
				SD 1 :	0.736
M3 I1	558.958	546.538	M4 I1	558.768	546.349
M3 I2	558.459	546.039	M4 I2	559.211	546.792
M3 I3	559.008	546.589	M4 I3	558.876	546.457
	Promedio :	546.389		Promedio :	546.389
	SD 3 :	0.304		SD 4 :	0.304
				Promedio :	562.939
				SD 2 :	0.3670
	Promedio Muestras :	546.303		Promedio ST :	563.106
	Promedio SD :	0.3740		Promedio SD :	0.552
CÁLCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.7141 ppb	M2 I1	38.7465 ppb		
M1 I2	38.7975 ppb	M2 I2	38.7865 ppb		
M1 I3	38.7386 ppb	M2 I3	38.7607 ppb	Promedio ST :	38.7660
Promedio	38.7501 ppb	Promedio :	38.7646 ppb	Promedio SD :	0.0253
SD	0.0429	SD	0.0203		
M3 I1	38.7801 ppb	M4 I1	38.7666 ppb		
M3 I2	38.7446 ppb	M4 I2	38.7981 ppb		
M3 I3	38.7837 ppb	M4 I3	38.7743 ppb		
Promedio	38.7695 ppb	Promedio :	38.7797 ppb		
SD	0.0216	SD	0.0164		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	38.7501 ppb		% Recuperación	95.9102 %	
M2	38.7646 ppb		Promedio Concentración	38.7660 ppb	
M3	38.7695 ppb		%RSD	0.0317 %	
M4	38.7797 ppb		Concentración Teórica	40.4190 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : CARBOFURANO		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	: 20.1	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.15	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración Y=20.106412X + 0.118110					
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0162 g	Promedio	:	2.0051 g	
BLANCO 2	2.0029 g	SD	:	0.0032	
M1	2.0063 g				
M2	2.0027 g	Dilución		1	
M3	2.0091 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0022 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	15.536	Blanco 211 :	15.473		
Blanco 112	15.949	Blanco 212 :	15.765	Promedio Blanco :	15.673
Blanco 113	15.838	Blanco 213 :	15.478	SD :	0.190
Promedio	15.774	Promedio :	15.572		
SD1	0.214	SD2	0.167		
M1 I1	97.964	82.291	M2 I1 :	97.242	81.569
M1 I2	96.474	80.801	M2 I2 :	96.738	81.065
M1 I3	97.172	81.499	M2 I3 :	96.352	80.679
	Promedio :	81.530		Promedio :	81.104
	SD 1 :	0.745		SD 2 :	0.446
				Promedio :	100.718
				SD 1	0.287
M3 I1	97.352	81.679	M4 I1 :	96.213	80.540
M3 I2	97.142	81.469	M4 I2 :	96.334	80.661
M3 I3	97.873	82.200	M4 I3 :	97.758	82.085
	Promedio :	81.783		Promedio :	81.783
	SD 3 :	0.377		SD 4 :	0.377
				Promedio	100.818
				SD 2	0.2236
Promedio Muestras :	81.550			Promedio ST :	100.678
Promedio SD :	0.4862			Promedio SD :	0.255
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.0869 ppb	M2 I1	4.0510 ppb		
M1 I2	4.0128 ppb	M2 I2	4.0259 ppb		
M1 I3	4.0475 ppb	M2 I3	4.0067 ppb	Promedio ST :	4.0415
Promedio	4.0491 ppb	Promedio :	4.0279 ppb	Promedio SD :	0.0302
SD	0.0371	SD	0.0222		
M3 I1	4.0565 ppb	M4 I1	3.9998 ppb		
M3 I2	4.0460 ppb	M4 I2	4.0058 ppb		
M3 I3	4.0824 ppb	M4 I3	4.0766 ppb		
Promedio	4.0616 ppb	Promedio :	4.0274 ppb		
SD	0.0187	SD	0.0427		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.0491	ppb	% Recuperación	80.6151 %	
M2	4.0279	ppb	Promedio Concentración	4.0415 ppb	
M3	4.0616	ppb	%RSD	0.4154 %	
M4	4.0274	ppb	Concentración Teórica	5.0133 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : CARBOFURANO		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	: 20.1	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.15	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 1.99		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y=20.106412X + 0.118110					
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0162 g	Promedio	:	2.0033 g	
BLANCO 2	2.0029 g	SD	:	0.0021	
M1	2.0063 g				
M2	2.0027 g	Dilución		1	
M3	2.0018 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0022 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	15.536	Blanco 2I1 :	15.473		
Blanco 1I2	15.949	Blanco 2I2 :	15.765	Promedio Blanco :	15.673
Blanco 1I3	15.838	Blanco 2I3 :	15.478	SD :	0.190
Promedio	15.774	Promedio :	15.572		
SD1	0.214	SD2	0.167		
M1 I1	802.748	787.075	M2 I1 :	802.748	787.075
M1 I2	802.837	787.164	M2 I2 :	801.748	786.075
M1 I3	801.556	785.883	M2 I3 :	801.003	785.330
	Promedio :	786.707		Promedio :	786.160
	SD 1 :	0.715		SD 1 :	0.314
M3 I1	802.739	787.066	M4 I1 :	801.038	785.365
M3 I2	801.448	785.775	M4 I2 :	802.776	787.103
M3 I3	802.748	787.075	M4 I3 :	801.283	785.610
	Promedio :	786.639		Promedio :	786.639
	SD 3 :	0.748		SD 4 :	0.748
				Promedio :	803.993
				SD 2 :	0.7841
Promedio Muestras :	786.536			Promedio ST :	803.910
Promedio SD :	0.7717			Promedio SD :	0.549
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.1396 ppb	M2 I1	39.1396 ppb		
M1 I2	39.1440 ppb	M2 I2	39.0899 ppb		
M1 I3	39.0803 ppb	M2 I3	39.0528 ppb	Promedio ST :	39.1052
Promedio	39.1213 ppb	Promedio :	39.0941 ppb	Promedio SD :	0.0408
SD	0.0356	SD	0.0435		
M3 I1	39.1391 ppb	M4 I1	39.0545 ppb		
M3 I2	39.0749 ppb	M4 I2	39.1410 ppb		
M3 I3	39.1396 ppb	M4 I3	39.0667 ppb		
Promedio	39.1179 ppb	Promedio :	39.0874 ppb		
SD	0.0372	SD	0.0468		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	39.1213 ppb		% Recuperación	97.5228 %	
M2	39.0941 ppb		Promedio Concentración	39.1052 ppb	
M3	39.1179 ppb		%RSD	0.0433 %	
M4	39.0874 ppb		Concentración Teórica	40.0985 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : METOMILO		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	: 20.1	mg	
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	: 20.2	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.15	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.032549X + 0.421158			
		R2 :	0.999997		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0008 g	Promedio	:	2.0062 g	
BLANCO 2	2.0015 g	SD	:	0.0031	
M1	2.0045 g				
M2	2.0028 g	Dilución		1	
M3	2.0092 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0084 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	0.605	Blanco 211	0.609		
Blanco 112	0.592	Blanco 212	0.549	Promedio Blanco :	0.576
Blanco 113	0.584	Blanco 213	0.519	SD :	0.028
Promedio	0.594	Promedio	0.559		
SD1	0.011	SD2	0.046		
M1 I1	13.028	12.452	M2 I1	13.273	12.697
M1 I2	13.526	12.950	M2 I2	13.028	12.452
M1 I3	13.836	13.260	M2 I3	12.839	12.263
Promedio :	12.887	Promedio :	12.470	Promedio :	15.517
SD 1 :	0.408	SD 2 :	0.218	SD 1 :	0.362
M3 I1	13.292	12.716	M4 I1	12.455	11.879
M3 I2	13.829	13.253	M4 I2	13.928	13.352
M3 I3	12.738	12.162	M4 I3	12.737	12.161
Promedio :	12.710	Promedio :	12.710	Promedio	15.525
SD 3 :	0.546	SD 4 :	0.546	SD 2	0.3504
Promedio Muestras :	12.694	Promedio ST :	15.722		
Promedio SD :	0.4291	Promedio SD :	0.356		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.9671 ppb	M2 I1	4.0479 ppb		
M1 I2	4.1313 ppb	M2 I2	3.9671 ppb		
M1 I3	4.2336 ppb	M2 I3	3.9048 ppb	Promedio ST :	4.0268
Promedio	4.1107 ppb	Promedio :	3.9733 ppb	Promedio SD :	0.1610
SD	0.1344	SD	0.0718		
M3 I1	4.0542 ppb	M4 I1	3.7782 ppb		
M3 I2	4.2313 ppb	M4 I2	4.2639 ppb		
M3 I3	3.8715 ppb	M4 I3	3.8712 ppb		
Promedio	4.0523 ppb	Promedio :	3.9711 ppb		
SD	0.1799	SD	0.2578		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.1107	ppb	% Recuperación	80.3228 %	
M2	3.9733	ppb	Promedio Concentración	4.0268 ppb	
M3	4.0523	ppb	%RSD	1.6754 %	
M4	3.9711	ppb	Concentración Teórica	5.0133 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: LUCUMA					
DETERMINACIÓN		: METOMILO		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	:	20.1	mg		
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	:	20.2	mg		
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	1.99			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.0322549X + 0.421158					
		R2	:	0.999997			
		R	:	0.999998			
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0008 g	Promedio	:	2.0060 g			
BLANCO 2	2.0015 g	SD	:	0.0027			
M1	2.0023 g						
M2	2.0061 g	Dilución	:	1			
M3	2.0072 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0085 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.605	Blanco 2I1	0.609				
Blanco 1I2	0.592	Blanco 2I2	0.549	Promedio Blanco	:	0.576	
Blanco 1I3	0.584	Blanco 2I3	0.519	SD	:	0.028	
Promedio	0.594	Promedio	0.559				
SD1	0.011	SD2	0.046				
M1 I1	115.877	115.300	M2 I1	115.896	115.320	ST1I1	121.986
M1 I2	113.678	113.102	M2 I2	113.088	112.512	ST1I2	121.372
M1 I3	112.748	112.171	M2 I3	113.698	113.122	ST1I3	121.938
Promedio	:	113.524	Promedio	:	113.651	Promedio	:
SD 1	:	1.607	SD 2	:	1.477	SD 1	:
						121.765	0.341
M3 I1	114.946	114.370	M4 I1	115.476	114.900	ST2I1	122.738
M3 I2	113.694	113.118	M4 I2	117.864	117.288	ST2I2	121.082
M3 I3	112.095	111.518	M4 I3	112.966	112.390	ST2I3	122.837
Promedio	:	113.002	Promedio	:	120.242	Promedio	:
SD 3	:	1.429	SD 4	:	1.429	SD 2	:
						122.219	0.9859
Promedio Muestras	:	113.295	Promedio ST	:	122.252		
Promedio SD	:	1.4855	Promedio SD	:	0.664		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	37.8820 ppb	M2 I1	37.8884 ppb				
M1 I2	37.1570 ppb	M2 I2	36.9625 ppb				
M1 I3	36.8502 ppb	M2 I3	37.1636 ppb	Promedio ST	:	37.3738	
Promedio	37.2964 ppb	Promedio	37.3382 ppb	Promedio SD	:	0.5739	
SD	0.5298	SD	0.4870				
M3 I1	37.5752 ppb	M4 I1	37.7499 ppb				
M3 I2	37.1623 ppb	M4 I2	38.5374 ppb				
M3 I3	36.6350 ppb	M4 I3	36.9222 ppb				
Promedio	37.1241 ppb	Promedio	37.7365 ppb				
SD	0.4713	SD	0.8077				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	37.2964 ppb			% Recuperación	93.2050 %		
M2	37.3382 ppb			Promedio Concentración	37.3738 ppb		
M3	37.1241 ppb			%RSD	0.6928 %		
M4	37.7365 ppb			Concentración Teórica	40.0985 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	: 20.4	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.3	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.481971X + 0.006208			
		R2 :	0.999996		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0033 g	Promedio	:	2.0046 g	
BLANCO 2	2.0093 g	SD	:	0.0034	
M1	2.0061 g				
M2	2.0023 g	Dilución		1	
M3	2.0013 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0087 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.645	Blanco 2I1	1.612		
Blanco 1I2	1.699	Blanco 2I2	1.708	Promedio Blanco :	1.692
Blanco 1I3	1.755	Blanco 2I3	1.734	SD :	0.060
Promedio	1.700	Promedio	1.685		
SD1	0.055	SD2	0.064		
M1 I1	15.938	14.246	M2 I1	15.924	14.232
M1 I2	15.738	14.046	M2 I2	14.920	13.228
M1 I3	15.883	14.191	M2 I3	16.231	14.539
	Promedio :	14.161		Promedio :	13.999
	SD 1 :	0.103		SD 2 :	0.686
				Promedio :	17.850
				SD 1 :	0.201
M3 I1	16.023	14.331	M4 I1	15.292	13.600
M3 I2	16.242	14.549	M4 I2	15.293	13.601
M3 I3	15.222	13.530	M4 I3	15.919	14.227
	Promedio :	14.137		Promedio :	14.137
	SD 3 :	0.537		SD 4 :	0.537
				Promedio	17.844
				SD 2	0.1995
	Promedio Muestras :	14.108		Promedio ST :	17.749
	Promedio SD :	0.4656		Promedio SD :	0.200
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.0895 ppb	M2 I1	4.0855 ppb		
M1 I2	4.0321 ppb	M2 I2	3.7972 ppb		
M1 I3	4.0737 ppb	M2 I3	4.1737 ppb	Promedio ST :	4.0265
Promedio	4.0651 ppb	Promedio :	4.0188 ppb	Promedio SD :	0.1212
SD	0.0297	SD	0.1969		
M3 I1	4.1139 ppb	M4 I1	3.9040 ppb		
M3 I2	4.1767 ppb	M4 I2	3.9042 ppb		
M3 I3	3.8839 ppb	M4 I3	4.0841 ppb		
Promedio	4.0582 ppb	Promedio :	3.9641 ppb		
SD	0.1542	SD	0.1039		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.0651	ppb	% Recuperación	79.7234 %	
M2	4.0188	ppb	Promedio Concentración	4.0265 ppb	
M3	4.0582	ppb	%RSD	1.1514 %	
M4	3.9641	ppb	Concentración Teórica	5.0506 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	: 20.4	mg	
%Potencia T 99.5000	%	Promedio ST	: 20.3	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 1.99		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.481971X + 0.006208			
		R2 :	0.999996		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0033 g	Promedio	:	2.0070 g	
BLANCO 2	2.0093 g	SD	:	0.0016	
M1	2.0055 g				
M2	2.0072 g	Dilución		1	
M3	2.0091 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0062 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.645	Blanco 2I1	1.612		
Blanco 1I2	1.699	Blanco 2I2	1.708	Promedio Blanco :	1.692
Blanco 1I3	1.755	Blanco 2I3	1.734	SD :	0.060
Promedio	1.700	Promedio	1.685		
SD1	0.055	SD2	0.064		
M1 I1	136.935	135.243	M2 I1	136.247	134.555
M1 I2	136.849	135.157	M2 I2	137.536	135.844
M1 I3	137.038	135.346	M2 I3	136.564	134.872
	Promedio :	135.248		Promedio :	135.090
	SD 1 :	0.095		SD 2 :	0.672
				Promedio	138.781
				SD 1	0.228
M3 I1	136.668	134.976	M4 I1	136.670	134.978
M3 I2	137.884	136.192	M4 I2	136.732	135.040
M3 I3	137.096	135.404	M4 I3	136.998	135.306
	Promedio :	135.524		Promedio :	135.524
	SD 3 :	0.617		SD 4 :	0.617
				Promedio	139.006
				SD 2	0.1377
Promedio Muestras :	135.347			Promedio ST :	138.820
Promedio SD :	0.5000			Promedio SD :	0.183
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.8390 ppb	M2 I1	38.6415 ppb		
M1 I2	43.5402 ppb	M2 I2	39.0117 ppb		
M1 I3	43.6018 ppb	M2 I3	38.7326 ppb	Promedio ST :	39.6273
Promedio	41.9937 ppb	Promedio :	38.7953 ppb	Promedio SD :	0.7881
SD	2.7322	SD	0.1929		
M3 I1	38.7624 ppb	M4 I1	38.7630 ppb		
M3 I2	39.1116 ppb	M4 I2	38.7808 ppb		
M3 I3	38.8853 ppb	M4 I3	38.8572 ppb		
Promedio	38.9198 ppb	Promedio :	38.8003 ppb		
SD	0.1771	SD	0.0500		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	41.9937	ppb	% Recuperación	98.0946 %	
M2	38.7953	ppb	Promedio Concentración	39.6273 ppb	
M3	38.9198	ppb	%RSD	3.9838 %	
M4	38.8003	ppb	Concentración Teórica	40.3970 ppb	

4.4.3 EXTRACCIÓN POR LA METODOLOGIA QUERCHERS

4.4.3.1 Muestras de camu camu

<u>ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS</u>					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 5ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	: 20.5	mg	
%Potencia T99.5000	%	Promedio ST	: 20.4		
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución:	0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 21.414848 X + 1.135405					
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0063 g	Promedio	:	2.00495 g	
BLANCO 2	2.0010 g	SD	:	0.0039	
M1	2.0105 g				
M2	2.0035 g	Dilución		1	
M3	2.0013 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0045 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	11.204	Blanco 2I1	11.324		
Blanco 1I2	11.425	Blanco 2I2	11.627	Promedio Blanco	: 11.344
Blanco 1I3	11.124	Blanco 2I3	11.357	SD	: 0.161
Promedio	11.251	Promedio	11.436		
SD1	0.156	SD2	0.166		
M1 I1	98.839	87.496	M2 I1	98.757	87.414
M1 I2	99.728	88.385	M2 I2	97.839	86.496
M1 I3	98.459	87.115	M2 I3	98.584	87.241
Promedio	87.665	Promedio	87.050	Promedio	107.713
SD 1	0.652	SD 2	0.488	SD 1	0.106
M3 I1	97.839	86.496	M4 I1	98.056	86.713
M3 I2	97.295	85.951	M4 I2	97.460	86.117
M3 I3	98.678	87.335	M4 I3	97.780	86.437
Promedio	86.594	Promedio	86.594	Promedio	107.655
SD 3	0.697	SD 4	0.697	SD 2	0.5458
Promedio Muestras	86.976	Promedio ST	107.370		
Promedio SD	0.6332	Promedio SD	0.326		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.0327 ppb	M2 I1	4.0289 ppb		
M1 I2	4.0742 ppb	M2 I2	3.9860 ppb		
M1 I3	4.0150 ppb	M2 I3	4.0208 ppb	Promedio ST	: 4.0064
Promedio	4.0406 ppb	Promedio	4.0119 ppb	Promedio SD	: 0.0249
SD	0.0304	SD	0.0228		
M3 I1	3.9860 ppb	M4 I1	3.9962 ppb		
M3 I2	3.9606 ppb	M4 I2	3.9683 ppb		
M3 I3	4.0252 ppb	M4 I3	3.9833 ppb		
Promedio	3.9906 ppb	Promedio	3.9826 ppb		
SD	0.0325	SD	0.0139		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.0406	ppb	% Recuperación	78.9365 %	
M2	4.0119	ppb	Promedio Concentración	4.0064 ppb	
M3	3.9906	ppb	%RSD	0.6475 %	
M4	3.9826	ppb	Concentración Teórica	5.0755 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 40ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	:	20.3	mg
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	:	20.5	mg
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	:	20.4	mg
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995	
		Factor de dilución:		1.99	
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 21.414848 X + 1.135405					
		R2 :		0.999998	
		R :		0.999999	
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0063 g	Promedio	:	2.0032 g	
BLANCO 2	2.0010 g	SD	:	0.0027	
M1	2.0072 g				
M2	2.0023 g	Dilución		1	
M3	2.0018 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0015 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	11.204	Blanco 2I1	11.324		
Blanco 1I2	11.425	Blanco 2I2	11.627	Promedio Blanco :	11.344
Blanco 1I3	11.124	Blanco 2I3	11.357	SD :	0.161
Promedio	11.251	Promedio	11.436		
SD1	0.156	SD2	0.166		
M1 I1	852.1920	840.849	M2 I1	851.2730	839.930
M1 I2	851.6550	840.312	M2 I2	851.1810	839.838
M1 I3	852.8272	841.484	M2 I3	851.1920	839.849
Promedio	840.881	Promedio	839.872	Promedio	859.122
SD 1	0.587	SD 2	0.050	SD 1	0.368
M3 I1	851.0340	839.691	M4 I1	852.1230	840.780
M3 I2	852.7860	841.443	M4 I2	851.4350	840.092
M3 I3	852.6750	841.332	M4 I3	851.8670	840.524
Promedio	840.822	Promedio	840.822	Promedio	859.060
SD 3	0.981	SD 4	0.981	SD 2	0.7810
Promedio Muestras :	840.599	Promedio ST :	859.527		
Promedio SD :	0.6498	Promedio SD :	0.574		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.2117 ppb	M2 I1	39.1688 ppb		
M1 I2	39.1866 ppb	M2 I2	39.1645 ppb		
M1 I3	39.2414 ppb	M2 I3	39.1650 ppb	Promedio ST :	39.1959
Promedio	39.2133 ppb	Promedio	39.1661 ppb	Promedio SD :	0.0229
SD	0.0274	SD	0.0023		
M3 I1	39.1576 ppb	M4 I1	39.2085 ppb		
M3 I2	39.2395 ppb	M4 I2	39.1764 ppb		
M3 I3	39.2343 ppb	M4 I3	39.1965 ppb		
Promedio	39.2105 ppb	Promedio	39.1938 ppb		
SD	0.0458	SD	0.0162		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	39.2133	ppb	% Recuperación		96.5512 %
M2	39.1661	ppb	Promedio	Concentración	39.1959 ppb
M3	39.2105	ppb	%RSD		0.0552 %
M4	39.1938	ppb	Concentración Teórica		40.5960 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA		: CAMU-CAMU			
DETERMINACIÓN		: CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 5 ppb	
ESTANDAR					
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	: 20.2	mg	
%Potencia T	99.8000 %	Promedio ST	: 20.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.998		
		Factor de dilución	: 0.2495		
		Ecuación de la Curva de Calibración	Y= 14.073159X + 0.779632		
		R2 :	0.999997		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0065 g	Promedio	:	2.0061 g	
BLANCO 2	2.0023 g	SD	:	0.0026	
M1	2.0084 g				
M2	2.0074 g	Dilución	1		
M3	2.0025 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0059 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	12.356	Blanco 2I1	12.927		
Blanco 1I2	12.045	Blanco 2I2	12.242	Promedio Blanco :	12.305
Blanco 1I3	12.123	Blanco 2I3	12.134	SD :	0.296
Promedio	12.175	Promedio	12.434		
SD1	0.162	SD2	0.430		
M1 I1	64.638	52.334	M2 I1	64.227	51.923
M1 I2	64.382	52.078	M2 I2	64.392	52.088
M1 I3	64.627	52.323	M2 I3	64.132	51.828
Promedio :	52.245	Promedio :	51.946	Promedio :	70.976
SD 1 :	0.145	SD 2 :	0.132	SD 1 :	0.846
M3 I1	63.998	51.694	M4 I1	64.382	52.078
M3 I2	63.892	51.588	M4 I2	63.282	50.978
M3 I3	63.783	51.479	M4 I3	64.022	51.718
Promedio :	51.587	Promedio :	51.587	Promedio	71.001
SD 3 :	0.108	SD 4 :	0.108	SD 2	0.0885
Promedio Muestras :	51.841	Promedio ST :	70.970		
Promedio SD :	0.1228	Promedio SD :	0.467		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.6633 ppb	M2 I1	3.6341 ppb		
M1 I2	3.6451 ppb	M2 I2	3.6458 ppb		
M1 I3	3.6625 ppb	M2 I3	3.6273 ppb	Promedio ST :	3.6283
Promedio	3.6570 ppb	Promedio :	3.6357 ppb	Promedio SD :	0.0168
SD	0.0103	SD	0.0093		
M3 I1	3.6178 ppb	M4 I1	3.6451 ppb		
M3 I2	3.6103 ppb	M4 I2	3.5669 ppb		
M3 I3	3.6025 ppb	M4 I3	3.6195 ppb		
Promedio	3.6102 ppb	Promedio :	3.6105 ppb		
SD	0.0076	SD	0.0399		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	3.6570	ppb	% Recuperación	71.8147 %	
M2	3.6357	ppb	Promedio Concentración	3.6283 ppb	
M3	3.6102	ppb	%RSD	0.6205 %	
M4	3.6105	ppb	Concentración Teórica	5.0524 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	: 20.2	mg	
%Potencia T	99.8000 %	Promedio ST	: 20.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.998		
		Factor de dilución	: 1.996		
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 14.073159X + 0.779632					
		R2 :	0.999997		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0065 g	Promedio	:	2.0053 g	
BLANCO 2	2.0023 g	SD	:	0.0032	
M1	2.0012 g				
M2	2.0045 g	Dilución	1		
M3	2.0074 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0081 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	12.356	Blanco 2I1	12.927		
Blanco 1I2	12.045	Blanco 2I2	12.242	Promedio Blanco :	12.305
Blanco 1I3	12.123	Blanco 2I3	12.134	SD :	0.296
Promedio	12.175	Promedio :	12.434		
SD1	0.162	SD2	0.430		
M1 I1	554.840	542.536	M2 I1	554.024	541.720
M1 I2	554.839	542.535	M2 I2	555.038	542.734
M1 I3	554.038	541.734	M2 I3	554.839	542.535
Promedio :	542.268	Promedio :	542.329	Promedio :	563.216
SD 1 :	0.463	SD 2 :	0.537	SD 1 :	0.736
M3 I1	554.356	542.052	M4 I1	554.663	542.359
M3 I2	554.133	541.829	M4 I2	554.847	542.543
M3 I3	554.039	541.735	M4 I3	554.830	542.526
Promedio :	541.872	Promedio :	541.872	Promedio	562.939
SD 3 :	0.163	SD 4 :	0.163	SD 2	0.3670
Promedio Muestras :	542.085	Promedio ST :	563.106		
Promedio SD :	0.3314	Promedio SD :	0.552		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.4957 ppb	M2 I1	38.4377 ppb		
M1 I2	38.4956 ppb	M2 I2	38.5098 ppb		
M1 I3	38.4387 ppb	M2 I3	38.4956 ppb	Promedio ST :	38.4744
Promedio	38.4767 ppb	Promedio :	38.4810 ppb	Promedio SD :	0.0225
SD	0.0329	SD	0.0382		
M3 I1	38.4613 ppb	M4 I1	38.4831 ppb		
M3 I2	38.4454 ppb	M4 I2	38.4962 ppb		
M3 I3	38.4388 ppb	M4 I3	38.4950 ppb		
Promedio	38.4485 ppb	Promedio :	38.4914 ppb		
SD	0.0116	SD	0.0072		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	38.4767	ppb		% Recuperación	95.1889 %
M2	38.4810	ppb	Promedio	Concentración	38.4744 ppb
M3	38.4485	ppb		%RSD	0.0477 %
M4	38.4914	ppb		Concentración Teórica	40.4190 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA		: CAMU-CAMU			
DETERMINACIÓN		: CARBOFURANO % RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	: 20.1	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.15	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.2488		
		Ecuación de la Curva de Calibración	: Y=20.106412X + 0.118110		
		R2	: 0.999998		
		R	: 0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0020 g	Promedio	:	2.0028 g	
BLANCO 2	2.0082 g	SD	:	0.0012	
M1	2.0023 g				
M2	2.0042 g	Dilución		1	
M3	2.0031 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0014 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	15.070	Blanco 2I1	15.263		
Blanco 1I2	15.082	Blanco 2I2	15.321	Promedio Blanco :	15.149
Blanco 1I3	15.112	Blanco 2I3	15.046	SD :	0.083
Promedio	15.088	Promedio	15.210		
SD1	0.022	SD2	0.145		
M1 I1	94.274	79.125	M2 I1	93.948	78.799
M1 I2	94.373	79.224	M2 I2	94.263	79.114
M1 I3	94.263	79.114	M2 I3	93.898	78.749
	Promedio :	79.154		Promedio :	78.887
	SD 1 :	0.060		SD 2 :	0.198
				Promedio	100.718
				SD 1	0.287
M3 I1	94.774	79.625	M4 I1	94.378	79.229
M3 I2	94.889	79.740	M4 I2	93.948	78.799
M3 I3	94.785	79.636	M4 I3	93.998	78.849
	Promedio :	79.667		Promedio :	79.667
	SD 3 :	0.063		SD 4 :	0.063
				Promedio	100.818
				SD 2	0.2236
	Promedio Muestras :	79.344		Promedio ST :	100.678
	Promedio SD :	0.0963		Promedio SD :	0.255
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.9294 ppb	M2 I1	3.9132 ppb		
M1 I2	3.9344 ppb	M2 I2	3.9289 ppb		
M1 I3	3.9289 ppb	M2 I3	3.9107 ppb	Promedio ST :	3.9315
Promedio	3.9309 ppb	Promedio :	3.9176 ppb	Promedio SD :	0.0069
SD	0.0030	SD	0.0098		
M3 I1	3.9543 ppb	M4 I1	3.9346 ppb		
M3 I2	3.9600 ppb	M4 I2	3.9132 ppb		
M3 I3	3.9549 ppb	M4 I3	3.9157 ppb		
Promedio	3.9564 ppb	Promedio :	3.9212 ppb		
SD	0.0032	SD	0.0117		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	3.9309	ppb		% Recuperación	78.4216 %
M2	3.9176	ppb		Promedio Concentración	3.9315 ppb
M3	3.9564	ppb		%RSD	0.4452 %
M4	3.9212	ppb		Concentración Teórica	5.0133 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: CARBOFURANO % RECUPERACIÓN : 40 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	:	20.2	mg		
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	:	20.1	mg		
%Potencia T 99.5000	%	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	1.99			
	Ecuación de la Curva de Calibración	Y=20.106412X + 0.118110					
	R2 :	0.999998					
	R :	0.999999					
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0020 g	Promedio	:	2.0055 g			
BLANCO 2	2.0082 g	SD	:	0.0024			
M1	2.0062 g						
M2	2.0082 g	Dilución				1	
M3	2.0024 g	Factor de dilución				1	
M4	2.0053 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	15.070	Blanco 2I1 :		15.263			
Blanco 1I2	15.082	Blanco 2I2 :		15.321	Promedio Blanco :		15.149
Blanco 1I3	15.112	Blanco 2I3 :		15.046	SD :		0.083
Promedio	15.088	Promedio :		15.210			
SD1	0.022	SD2		0.145			
M1 I1	799.363	784.214	M2 I1 :	800.273	785.124	ST1I1	803.645
M1 I2	799.555	784.406	M2 I2 :	801.124	785.975	ST1I2	803.974
M1 I3	799.363	784.214	M2 I3 :	800.236	785.087	ST1I3	804.273
	Promedio :	784.278		Promedio :	785.395	Promedio :	803.964
	SD 1	0.111		SD 2	0.502	SD 1	0.314
M3 I1	801.628	786.479	M4 I1 :	799.362	784.213	ST2I1	803.856
M3 I2	800.273	785.124	M4 I2 :	799.998	784.849	ST2I2	804.837
M3 I3	800.352	785.203	M4 I3 :	800.017	784.868	ST2I3	803.287
	Promedio :	785.602		Promedio :	785.602	Promedio :	803.993
	SD 3	0.761		SD 4	0.761	SD 2	0.7841
	Promedio Muestras :	785.219		Promedio ST :		803.910	
	Promedio SD :	0.5335		Promedio SD :		0.549	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	38.9973 ppb	M2 I1		39.0426 ppb			
M1 I2	39.0068 ppb	M2 I2		39.0849 ppb			
M1 I3	38.9973 ppb	M2 I3		39.0407 ppb	Promedio ST :		39.0354
Promedio	39.0005 ppb	Promedio :		39.0561 ppb	Promedio SD :		0.0217
SD	0.0055	SD		0.0250			
M3 I1	39.1100 ppb	M4 I1		38.9973 ppb			
M3 I2	39.0426 ppb	M4 I2		39.0289 ppb			
M3 I3	39.0465 ppb	M4 I3		39.0298 ppb			
Promedio	39.0663 ppb	Promedio :		39.0187 ppb			
SD	0.0378	SD		0.0185			
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	39.0005	ppb		% Recuperación		97.3487 %	
M2	39.0561	ppb		Promedio Concentración		39.0354 ppb	
M3	39.0663	ppb		%RSD		0.0794 %	
M4	39.0187	ppb		Concentración Teórica		40.0985 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CAMU-CAMU							
DETERMINACIÓN : METOMILO		% RECUPERACIÓN : 5 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	:	20.1	mg		
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	:	20.2	mg		
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	0.2488			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.032549X + 0.421158					
		R2 :	0.999997				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0031 g	Promedio	:	2.0054 g			
BLANCO 2	2.0096 g	SD	:	0.0016			
M1	2.0043 g						
M2	2.0053 g	Dilución	1				
M3	2.0077 g	Factor de dilución	1				
M4	2.0042 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 111	0.631	Blanco 211 :	0.688				
Blanco 112	0.645	Blanco 212 :	0.735				
Blanco 113	0.683	Blanco 213 :	0.734				
Promedio	0.653	Promedio :	0.719				
SD1	0.027	SD2	0.027				
M1 I1	11.993	11.307	M2 I1	11.365	10.679	ST111	15.245
M1 I2	11.758	11.072	M2 I2	11.547	10.861	ST112	15.928
M1 I3	11.374	10.688	M2 I3	11.323	10.637	ST113	15.378
	Promedio :	11.022		Promedio :	10.726	Promedio	15.517
	SD 1	0.312		SD 2	0.119	SD 1	0.362
M3 I1	11.653	10.967	M4 I1	11.445	10.759	ST211	15.927
M3 I2	11.938	11.252	M4 I2	11.374	10.688	ST212	15.367
M3 I3	11.553	10.867	M4 I3	11.337	10.651	ST213	15.282
	Promedio :	11.029		Promedio :	11.029	Promedio	15.525
	SD 3	0.200		SD 4	0.200	SD 2	0.3504
Promedio Muestras :		10.951		Promedio ST :		15.722	
Promedio SD :		0.2077		Promedio SD :		0.356	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	3.5897 ppb	M2 I1	3.3826 ppb				
M1 I2	3.5122 ppb	M2 I2	3.4426 ppb				
M1 I3	3.3857 ppb	M2 I3	3.3687 ppb				
Promedio	3.4958 ppb	Promedio :	3.3980 ppb				
SD	0.1030	SD	0.0393				
M3 I1	3.4776 ppb	M4 I1	3.4090 ppb				
M3 I2	3.5715 ppb	M4 I2	3.3855 ppb				
M3 I3	3.4446 ppb	M4 I3	3.3733 ppb				
Promedio	3.4979 ppb	Promedio :	3.3893 ppb				
SD	0.0659	SD	0.0181				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	3.4958	ppb			% Recuperación	68.7218 %	
M2	3.3980	ppb			Promedio Concentración	3.4452 ppb	
M3	3.4979	ppb			%RSD	1.7332 %	
M4	3.3893	ppb			Concentración Teórica	5.0133 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CAMU-CAMU							
DETERMINACIÓN : METOMILO		% RECUPERACIÓN : 40 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	:	20.1	mg		
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	:	20.2	mg		
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	1.99			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.0322549X + 0.421158					
		R2 :	0.999997				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0031 g	Promedio	:	2.0053 g			
BLANCO 2	2.0096 g	SD	:	0.0029			
M1	2.0064 g						
M2	2.0044 g	Dilución		1			
M3	2.0086 g	Factor de dilución		1			
M4	2.0019 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.631	Blanco 2I1 :	0.688				
Blanco 1I2	0.645	Blanco 2I2 :	0.735		Promedio Blanco :	0.686	
Blanco 1I3	0.683	Blanco 2I3 :	0.734		SD :	0.027	
Promedio	0.653	Promedio :	0.719				
SD1	0.027	SD2	0.027				
M1 I1	110.746	110.060	M2 I1	109.964	109.278	ST11	121.986
M1 I2	110.144	109.458	M2 I2	109.784	109.098	ST12	121.372
M1 I3	110.404	109.718	M2 I3	109.052	108.366	ST13	121.938
Promedio :	109.745	Promedio :	108.914	Promedio :	121.765		
SD 1 :	0.302	SD 2 :	0.483	SD 1 :	0.341		
M3 I1	110.054	109.368	M4 I1	109.124	108.438	ST21	122.738
M3 I2	110.268	109.582	M4 I2	109.658	108.972	ST22	121.082
M3 I3	110.244	109.558	M4 I3	109.546	108.860	ST23	122.837
Promedio :	109.503	Promedio :	109.503	Promedio	122.219		
SD 3 :	0.117	SD 4 :	0.117	SD 2	0.9859		
Promedio Muestras :	109.416	Promedio ST :	122.252				
Promedio SD :	0.2549	Promedio SD :	0.664				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	36.1540 ppb	M2 I1	35.8962 ppb				
M1 I2	35.9555 ppb	M2 I2	35.8368 ppb				
M1 I3	36.0412 ppb	M2 I3	35.5954 ppb		Promedio ST :	35.8802	
Promedio	36.0503 ppb	Promedio :	35.7761 ppb		Promedio SD :	0.0976	
SD	0.0996	SD	0.1593				
M3 I1	35.9258 ppb	M4 I1	35.6192 ppb				
M3 I2	35.9964 ppb	M4 I2	35.7952 ppb				
M3 I3	35.9885 ppb	M4 I3	35.7583 ppb				
Promedio	35.9702 ppb	Promedio :	35.7242 ppb				
SD	0.0387	SD	0.0929				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	36.0503	ppb			% Recuperación	89.4802 %	
M2	35.7761	ppb			Promedio Concentración	35.8802 ppb	
M3	35.9702	ppb			%RSD	0.4323 %	
M4	35.7242	ppb			Concentración Teórica	40.0985 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	: 20.4	mg	
%Potencia T 99.5000	%	Promedio ST	: 20.3	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración Y=3.481971X + 0.006208					
		R2 :	0.999996		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0023 g	Promedio	:	2.0057 g	
BLANCO 2	2.0072 g	SD	:	0.0023	
M1	2.0045 g				
M2	2.0085 g	Dilución	1		
M3	2.0032 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0065 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.635	Blanco 2I1	1.887		
Blanco 1I2	1.735	Blanco 2I2	1.993	Promedio Blanco :	1.795
Blanco 1I3	1.698	Blanco 2I3	1.823	SD :	0.068
Promedio	1.689	Promedio	1.901		
SD1	0.051	SD2	0.086		
M1 I1	13.927	12.132	M2 I1	13.214	11.419
M1 I2	13.284	11.489	M2 I2	13.854	12.059
M1 I3	13.204	11.409	M2 I3	13.536	11.741
Promedio :	11.677	Promedio :	11.740	Promedio :	17.850
SD 1 :	0.396	SD 2 :	0.320	SD 1 :	0.201
M3 I1	13.028	11.233	M4 I1	13.284	11.489
M3 I2	13.142	11.347	M4 I2	13.782	11.987
M3 I3	13.028	11.233	M4 I3	13.890	12.095
Promedio :	11.271	Promedio :	11.271	Promedio	17.844
SD 3 :	0.066	SD 4 :	0.066	SD 2	0.1995
Promedio Muestras :	11.489	Promedio ST :	17.749		
Promedio SD :	0.2120	Promedio SD :	0.200		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.4824 ppb	M2 I1	3.2776 ppb		
M1 I2	3.2977 ppb	M2 I2	3.4614 ppb		
M1 I3	3.2748 ppb	M2 I3	3.3701 ppb	Promedio ST :	3.3400
Promedio	3.3516 ppb	Promedio :	3.3697 ppb	Promedio SD :	0.0794
SD	0.1138	SD	0.0919		
M3 I1	3.2243 ppb	M4 I1	3.2977 ppb		
M3 I2	3.2570 ppb	M4 I2	3.4408 ppb		
M3 I3	3.2242 ppb	M4 I3	3.4718 ppb		
Promedio	3.2352 ppb	Promedio :	3.4034 ppb		
SD	0.0189	SD	0.0928		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	3.3516	ppb	% Recuperación	66.1299 %	
M2	3.3697	ppb	Promedio Concentración	3.3400 ppb	
M3	3.2352	ppb	%RSD	2.1887 %	
M4	3.4034	ppb	Concentración Teórica	5.0506 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	: 20.4	mg	
%Potencia	T 99.5000 %	Promedio ST	: 20.3	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 1.99		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.481971X + 0.006208			
		R2 :	0.999996		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0023 g	Promedio	:	2.0064 g	
BLANCO 2	2.0072 g	SD	:	0.0027	
M1	2.0075 g				
M2	2.0032 g	Dilución	1		
M3	2.0095 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0053 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.635	Blanco 2I1 :	1.887		
Blanco 1I2	1.735	Blanco 2I2 :	1.993	Promedio Blanco :	1.795
Blanco 1I3	1.698	Blanco 2I3 :	1.823	SD :	0.068
Promedio	1.689	Promedio :	1.901		
SD1	0.051	SD2	0.086		
M1 I1	135.282	133.487	M2 I1	135.012	133.217
M1 I2	135.854	134.059	M2 I2	135.026	133.231
M1 I3	135.765	133.970	M2 I3	135.067	133.272
Promedio :	133.839	Promedio :	133.240	Promedio :	138.781
SD 1 :	0.308	SD 2 :	0.029	SD 1 :	0.228
M3 I1	135.445	133.650	M4 I1	134.987	133.192
M3 I2	135.478	133.683	M4 I2	134.789	132.994
M3 I3	135.685	133.890	M4 I3	134.998	133.203
Promedio :	133.741	Promedio :	133.741	Promedio	139.006
SD 3 :	0.130	SD 4 :	0.130	SD 2	0.1377
Promedio Muestras :	133.640	Promedio ST :	138.820		
Promedio SD :	0.1491	Promedio SD :	0.183		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.3348 ppb	M2 I1	38.2572 ppb		
M1 I2	43.1822 ppb	M2 I2	38.2613 ppb		
M1 I3	43.1532 ppb	M2 I3	38.2730 ppb	Promedio ST :	39.1151
Promedio	41.5567 ppb	Promedio :	38.2639 ppb	Promedio SD :	0.7174
SD	2.7903	SD	0.0082		
M3 I1	38.3816 ppb	M4 I1	38.2501 ppb		
M3 I2	38.3911 ppb	M4 I2	38.1932 ppb		
M3 I3	38.4505 ppb	M4 I3	38.2532 ppb		
Promedio	38.4077 ppb	Promedio :	38.2322 ppb		
SD	0.0374	SD	0.0338		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	41.5567	ppb	% Recuperación	96.8268 %	
M2	38.2639	ppb	Promedio Concentración	39.1151 ppb	
M3	38.4077	ppb	%RSD	4.1660 %	
M4	38.2322	ppb	Concentración Teórica	40.3970 ppb	

4.4.3.1 Muestras de chirimoya

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 5ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	: 20.5	mg	
%Potencia	199.5000 %	Promedio ST	: 20.4		
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución:	0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 21.414848 X + 1.135405					
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0063 g	Promedio	:	2.0012 g	
BLANCO 2	2.0078 g	SD	:	0.0010	
M1	2.0003 g				
M2	2.0010 g	Dilución	1		
M3	2.0026 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0009 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	11.108	Blanco 211	11.184		
Blanco 112	11.267	Blanco 212	11.104	Promedio Blanco	: 11.312
Blanco 113	11.284	Blanco 213	11.923	SD	: 0.274
Promedio	11.220	Promedio	11.404		
SD1	0.097	SD2	0.452		
M1 I1	97.978	86.666	M2 I1	96.356	85.044
M1 I2	97.233	85.921	M2 I2	96.455	85.143
M1 I3	96.680	85.368	M2 I3	97.675	86.363
	Promedio	: 85.985	Promedio	: 85.517	Promedio
	SD 1	: 0.651	SD 2	: 0.735	SD 1
					107.713
					0.106
M3 I1	96.755	85.443	M4 I1	96.374	85.062
M3 I2	96.478	85.166	M4 I2	96.374	85.062
M3 I3	96.374	85.062	M4 I3	96.475	85.163
	Promedio	: 85.224	Promedio	: 85.224	Promedio
	SD 3	: 0.197	SD 4	: 0.197	SD 2
					107.027
					108.012
					107.927
					107.655
					0.5458
Promedio Muestras	: 85.488	Promedio ST	: 107.370		
Promedio SD	: 0.4449	Promedio SD	: 0.326		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.9940 ppb	M2 I1	3.9183 ppb		
M1 I2	3.9592 ppb	M2 I2	3.9229 ppb		
M1 I3	3.9334 ppb	M2 I3	3.9799 ppb	Promedio ST	: 3.9375
Promedio	3.9622 ppb	Promedio	3.9403 ppb	Promedio SD	: 0.0192
SD	0.0304	SD	0.0343		
M3 I1	3.9369 ppb	M4 I1	3.9191 ppb		
M3 I2	3.9240 ppb	M4 I2	3.9191 ppb		
M3 I3	3.9191 ppb	M4 I3	3.9238 ppb		
Promedio	3.9266 ppb	Promedio	3.9207 ppb		
SD	0.0092	SD	0.0027		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	3.9622	ppb	% Recuperación	:	77.5775 %
M2	3.9403	ppb	Promedio Concentración	:	3.9375 ppb
M3	3.9266	ppb	%RSD	:	0.4682 %
M4	3.9207	ppb	Concentración Teórica	:	5.0755 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CHIRIMOYA							
DETERMINACIÓN : ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 40ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	:	20.3	mg		
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	:	20.5	mg		
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	:	20.4	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución:		1.99			
Ecuación de la Curva de Calibración : $Y = 21.414848 X + 1.135405$							
		R2 :		0.999998			
		R :		0.999999			
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0063 g	Promedio	:	2.0069 g			
BLANCO 2	2.0078 g	SD		0.0024			
M1	2.0054 g			Dilución	:	1	
M2	2.0043 g			Factor de dilución	:	1	
M3	2.0088 g						
M4	2.0091 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	11.108	Blanco 2I1	11.184				
Blanco 1I2	11.267	Blanco 2I2	11.104	Promedio Blanco :	11.312		
Blanco 1I3	11.284	Blanco 2I3	11.923	SD :	0.274		
Promedio	11.220	Promedio	11.404				
SD1	0.097	SD2	0.452				
M1 I1	852.1340	840.822	M2 I1	852.2430	840.931	ST111	858.836
M1 I2	851.9780	840.666	M2 I2	851.9780	840.666	ST112	858.993
M1 I3	851.4560	840.144	M2 I3	851.2345	839.923	ST113	859.537
Promedio :	840.544	Promedio :	840.507	Promedio	859.122		
SD 1 :	0.355	SD 2 :	0.523	SD 1	0.368		
M3 I1	852.6240	841.312	M4 I1	852.3560	841.044	ST211	859.932
M3 I2	852.5780	841.266	M4 I2	852.6230	841.311	ST212	858.425
M3 I3	852.4450	841.133	M4 I3	852.3450	841.033	ST213	858.823
Promedio :	841.237	Promedio :	841.237	Promedio	859.060		
SD 3 :	0.093	SD 4 :	0.093	SD 2	0.7810		
Promedio Muestras :	840.881	Promedio ST :	859.527				
Promedio SD :	0.2660	Promedio SD :	0.574				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	39.2105 ppb	M2 I1	39.2156 ppb				
M1 I2	39.2032 ppb	M2 I2	39.2032 ppb				
M1 I3	39.1788 ppb	M2 I3	39.1685 ppb	Promedio ST :	39.2120		
Promedio	39.1975 ppb	Promedio	39.1958 ppb	Promedio SD :	0.0132		
SD	0.0166	SD	0.0244				
M3 I1	39.2334 ppb	M4 I1	39.2209 ppb				
M3 I2	39.2312 ppb	M4 I2	39.2333 ppb				
M3 I3	39.2250 ppb	M4 I3	39.2204 ppb				
Promedio	39.2299 ppb	Promedio	39.2249 ppb				
SD	0.0043	SD	0.0074				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	39.1975 ppb	% Recuperación	:	96.5908	%		
M2	39.1958 ppb	Promedio Concentración	:	39.2120	ppb		
M3	39.2299 ppb	%RSD	:	0.0456	%		
M4	39.2249 ppb	Concentración Teórica	:	40.5960	ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CHIRIMOYA							
DETERMINACIÓN : CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 5 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	:	20.3	mg		
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	:	20.2	mg		
%Potencia T	99.8000 %	Promedio ST		20.25	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.998			
		Factor de dilución	:	0.2495			
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 14.073159X + 0.779632							
		R2 :	0.999997				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0033 g	Promedio	:	2.0068 g			
BLANCO 2	2.0025 g	SD	:	0.0022			
M1	2.0063 g						
M2	2.0073 g	Dilución		1			
M3	2.0095 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0042 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 111	12.637	Blanco 211		12.739			
Blanco 112	12.738	Blanco 212		12.383	Promedio Blanco :	12.679	
Blanco 113	12.748	Blanco 213		12.829	SD :	0.149	
Promedio	12.708	Promedio		12.650			
SD1	0.061	SD2		0.236			
M1 I1	63.829	51.150	M2 I1	63.282	50.603	ST111	70.345
M1 I2	63.273	50.594	M2 I2	63.746	51.067	ST112	70.647
M1 I3	63.193	50.514	M2 I3	62.938	50.259	ST113	71.937
	Promedio :	50.753		Promedio :	50.643	Promedio	70.976
	SD 1 :	0.346		SD 2 :	0.405	SD 1	0.846
M3 I1	63.292	50.613	M4 I1	63.293	50.614	ST211	70.964
M3 I2	62.738	50.059	M4 I2	62.773	50.094	ST212	71.102
M3 I3	63.283	50.604	M4 I3	62.557	49.878	ST213	70.937
	Promedio :	50.425		Promedio :	50.425	Promedio	71.001
	SD 3 :	0.317		SD 4 :	0.317	SD 2	0.0885
Promedio Muestras :		50.562	Promedio ST :		70.970		
Promedio SD :		0.3466	Promedio SD :		0.467		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	3.5792 ppb	M2 I1		3.5403 ppb			
M1 I2	3.5397 ppb	M2 I2		3.5733 ppb			
M1 I3	3.5340 ppb	M2 I3		3.5159 ppb	Promedio ST :	3.5333	
Promedio	3.5509 ppb	Promedio :		3.5431 ppb	Promedio SD :	0.0257	
SD	0.0246	SD		0.0288			
M3 I1	3.5410 ppb	M4 I1		3.5411 ppb			
M3 I2	3.5017 ppb	M4 I2		3.5041 ppb			
M3 I3	3.5404 ppb	M4 I3		3.4888 ppb			
Promedio	3.5277 ppb	Promedio :		3.5113 ppb			
SD	0.0225	SD		0.0269			
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	3.5509 ppb	% Recuperación	:	69.9331 %			
M2	3.5431 ppb	Promedio Concentración	:	3.5333 ppb			
M3	3.5277 ppb	%RSD	:	0.4962 %			
M4	3.5113 ppb	Concentración Teórica	:	5.0524 ppb			

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	:	20.3	mg
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	:	20.2	mg
%Potencia T	99.8000 %	Promedio ST	:	20.25	mg
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.998	
		Factor de dilución	:	1.996	
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 14.073159X + 0.779632					
		R2 :		0.999997	
		R :		0.999998	
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0033 g	Promedio	:	2.0058 g	
BLANCO 2	2.0025 g	SD	:	0.0033	
M1	2.0066 g				
M2	2.0073 g	Dilución		1	
M3	2.0082 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0010 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	12.637	Blanco 211	12.739		
Blanco 112	12.738	Blanco 212	12.383	Promedio Blanco :	12.679
Blanco 113	12.748	Blanco 213	12.829	SD :	0.149
Promedio	12.708	Promedio	12.650		
SD1	0.061	SD2	0.236		
M1 I1	553.670	540.991	M2 I1	553.786	541.107
M1 I2	553.976	541.297	M2 I2	554.034	541.355
M1 I3	553.267	540.588	M2 I3	554.009	541.330
	Promedio :	540.959		Promedio :	541.264
	SD 1 :	0.356		SD 2 :	0.137
				Promedio	563.216
				SD 1	0.736
M3 I1	553.278	540.599	M4 I1	553.987	541.308
M3 I2	553.768	541.089	M4 I2	553.267	540.588
M3 I3	553.268	540.589	M4 I3	553.078	540.399
	Promedio :	540.759		Promedio :	540.759
	SD 3 :	0.286		SD 4 :	0.286
				Promedio	562.997
				SD 2	0.3670
				Promedio	562.546
				Promedio	563.273
				Promedio	562.939
				SD 2	0.3670
				Promedio Muestras :	540.935
				Promedio SD :	0.2660
				Promedio ST :	563.106
				Promedio SD :	0.552
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.3859 ppb	M2 I1	38.3942 ppb		
M1 I2	38.4077 ppb	M2 I2	38.4118 ppb		
M1 I3	38.3573 ppb	M2 I3	38.4100 ppb	Promedio ST :	38.3821
Promedio	38.3836 ppb	Promedio	38.4053 ppb	Promedio SD :	0.0223
SD	0.0253	SD	0.0097		
M3 I1	38.3581 ppb	M4 I1	38.4085 ppb		
M3 I2	38.3929 ppb	M4 I2	38.3573 ppb		
M3 I3	38.3574 ppb	M4 I3	38.3439 ppb		
Promedio	38.3694 ppb	Promedio	38.3699 ppb		
SD	0.0203	SD	0.0341		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	38.3836 ppb	% Recuperación	:	94.9605	%
M2	38.4053 ppb	Promedio Concentración	:	38.3821	ppb
M3	38.3694 ppb	%RSD	:	0.0439	%
M4	38.3699 ppb	Concentración Teórica	:	40.4190	ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : CARBOFURANO		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	:	20.2	mg
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	:	20.1	mg
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995	
		Factor de dilución	:	0.2488	
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=20.106412X + 0.118110			
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0015 g	Promedio	:	2.0053 g	
BLANCO 2	2.0073 g	SD	:	0.0017	
M1	2.0053 g				
M2	2.0055 g	Dilución	:		1
M3	2.0032 g	Factor de dilución	:		1
M4	2.0073 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	14.748	Blanco 211	14.849		
Blanco 112	14.037	Blanco 212	14.367	Promedio Blanco :	14.553
Blanco 113	14.434	Blanco 213	14.883	SD :	0.322
Promedio	14.406	Promedio	14.700		
SD1	0.356	SD2	0.289		
M1 I1	93.383	78.830	M2 I1	93.464	78.911
M1 I2	93.465	78.912	M2 I2	92.786	78.233
M1 I3	93.267	78.714	M2 I3	93.567	79.014
Promedio :	78.819	Promedio :	78.719	Promedio	100.718
SD 1 :	0.099	SD 2 :	0.424	SD 1	0.287
M3 I1	92.678	78.125	M4 I1	93.556	79.003
M3 I2	92.667	78.114	M4 I2	93.824	79.271
M3 I3	93.764	79.211	M4 I3	92.567	78.014
Promedio :	78.483	Promedio :	78.483	Promedio	100.818
SD 3 :	0.630	SD 4 :	0.630	SD 2	0.2236
Promedio Muestras :	78.626	Promedio ST :	100.678		
Promedio SD :	0.4461	Promedio SD :	0.255		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.9148 ppb	M2 I1	3.9188 ppb		
M1 I2	3.9188 ppb	M2 I2	3.8851 ppb		
M1 I3	3.9090 ppb	M2 I3	3.9239 ppb	Promedio ST :	3.9081
Promedio	3.9142 ppb	Promedio	3.9093 ppb	Promedio SD :	0.0226
SD	0.0049	SD	0.0211		
M3 I1	3.8797 ppb	M4 I1	3.9234 ppb		
M3 I2	3.8792 ppb	M4 I2	3.9367 ppb		
M3 I3	3.9337 ppb	M4 I3	3.8742 ppb		
Promedio	3.8975 ppb	Promedio	3.9114 ppb		
SD	0.0313	SD	0.0329		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	3.9142	ppb	% Recuperación	:	77.9544 %
M2	3.9093	ppb	Promedio Concentración	:	3.9081 ppb
M3	3.8975	ppb	%RSD	:	0.1877 %
M4	3.9114	ppb	Concentración Teórica	:	5.0133 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CHIRIMOYA							
DETERMINACIÓN : CARBOFURANO		% RECUPERACIÓN : 40 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	:	20.2	mg		
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	:	20.1	mg		
%Potencia T 99.5000	%	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	1.99			
Ecuación de la Curva de Calibración : Y=20.106412X + 0.118110							
		R2 :	0.999998				
		R :	0.999999				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0015 g	Promedio	:	2.0040 g			
BLANCO 2	2.0073 g	SD	:	0.0023			
M1	2.0073 g						
M2	2.0024 g	Dilución	:	1			
M3	2.0034 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0027 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 111	14.748	Blanco 211	:	14.849			
Blanco 112	14.037	Blanco 212	:	14.367	Promedio Blanco :	14.553	
Blanco 113	14.434	Blanco 213	:	14.883	SD :	0.322	
Promedio	14.406	Promedio	:	14.700			
SD1	0.356	SD2	:	0.289			
M1 I1	798.637	784.084	M2 I1	799.272	784.719	ST111	803.645
M1 I2	798.524	783.971	M2 I2	799.231	784.678	ST112	803.974
M1 I3	798.546	783.993	M2 I3	799.113	784.560	ST113	804.273
Promedio :	784.016	Promedio :	784.652	Promedio :	803.964		
SD 1 :	0.060	SD 2 :	0.083	SD 1 :	0.314		
M3 I1	800.172	785.619	M4 I1	799.262	784.709	ST211	803.856
M3 I2	799.981	785.428	M4 I2	799.163	784.610	ST212	804.837
M3 I3	800.261	785.708	M4 I3	799.564	785.011	ST213	803.287
Promedio :	785.585	Promedio :	785.585	Promedio :	803.993		
SD 3 :	0.143	SD 4 :	0.143	SD 2 :	0.7841		
Promedio Muestras :	784.960	Promedio ST :	803.910				
Promedio SD :	0.1071	Promedio SD :	0.549				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	38.9908 ppb	M2 I1	:	39.0224 ppb			
M1 I2	38.9852 ppb	M2 I2	:	39.0204 ppb			
M1 I3	38.9863 ppb	M2 I3	:	39.0145 ppb	Promedio ST :	39.0243	
Promedio	38.9875 ppb	Promedio :	39.0191 ppb	Promedio SD :	0.0061		
SD	0.0030	SD	:	0.0041			
M3 I1	39.0672 ppb	M4 I1	:	39.0219 ppb			
M3 I2	39.0577 ppb	M4 I2	:	39.0170 ppb			
M3 I3	39.0716 ppb	M4 I3	:	39.0369 ppb			
Promedio	39.0655 ppb	Promedio :	39.0253 ppb				
SD	0.0071	SD	:	0.0104			
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	38.9875 ppb	% Recuperación	:	97.3212	%		
M2	39.0191 ppb	Promedio Concentración	:	39.0243	ppb		
M3	39.0655 ppb	%RSD	:	0.0821	%		
M4	39.0253 ppb	Concentración Teórica	:	40.0985	ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CHIRIMOYA							
DETERMINACIÓN : METOMILO		% RECUPERACIÓN : 5 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	:	20.1	mg		
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	:	20.2	mg		
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	0.2488			
		Ecuación de la Curva de Calibración : Y=3.032549X + 0.421158					
		R2 :	0.999997				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0013 g	Promedio	:	2.0058 g			
BLANCO 2	2.0017 g	SD	:	0.0026			
M1	2.0054 g			Dilución	:	1	
M2	2.0096 g			Factor de dilución	:	1	
M3	2.0045 g						
M4	2.0037 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 111	0.678	Blanco 211	0.793				
Blanco 112	0.683	Blanco 212	0.684	Promedio Blanco :	0.708		
Blanco 113	0.645	Blanco 213	0.767	SD :	0.039		
Promedio	0.669	Promedio	0.748				
SD1	0.021	SD2	0.057				
M1 I1	10.728	10.020	M2 I1	10.839	10.131	ST111	15.245
M1 I2	10.364	9.656	M2 I2	10.365	9.656	ST112	15.928
M1 I3	10.565	9.857	M2 I3	10.264	9.556	ST113	15.378
Promedio :	9.844	Promedio :	9.781	Promedio	15.517		
SD 1 :	0.182	SD 2 :	0.307	SD 1	0.362		
M3 I1	10.465	9.757	M4 I1	10.458	9.750	ST211	15.927
M3 I2	10.948	10.240	M4 I2	10.475	9.767	ST212	15.367
M3 I3	10.364	9.656	M4 I3	10.347	9.639	ST213	15.282
Promedio :	9.884	Promedio :	9.884	Promedio	15.525		
SD 3 :	0.312	SD 4 :	0.312	SD 2	0.3504		
Promedio Muestras :	9.848	Promedio ST :	15.722				
Promedio SD :	0.2784	Promedio SD :	0.356				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	3.1652 ppb	M2 I1	3.2018 ppb				
M1 I2	3.0451 ppb	M2 I2	3.0454 ppb				
M1 I3	3.1115 ppb	M2 I3	3.0122 ppb	Promedio ST :	3.0950		
Promedio	3.1073 ppb	Promedio :	3.0864 ppb	Promedio SD :	0.0718		
SD	0.0601	SD	0.1012				
M3 I1	3.0784 ppb	M4 I1	3.0761 ppb				
M3 I2	3.2377 ppb	M4 I2	3.0817 ppb				
M3 I3	3.0451 ppb	M4 I3	3.0397 ppb				
Promedio	3.1204 ppb	Promedio :	3.0658 ppb				
SD	0.1029	SD	0.0228				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	3.1073 ppb	% Recuperación	:	61.7354	%		
M2	3.0864 ppb	Promedio Concentración	:	3.0950	ppb		
M3	3.1204 ppb	%RSD	:	0.7738	%		
M4	3.0658 ppb	Concentración Teórica	:	5.0133	ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CHIRIMOYA							
DETERMINACIÓN : METOMILO		% RECUPERACIÓN : 40 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	:	20.1	mg		
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	:	20.2	mg		
%Potencia T 99.5000	%	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	1.99			
Ecuación de la Curva de Calibración : Y=3.0322549X + 0.421158							
		R2 :	0.999997				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0013 g	Promedio	:	2.0038 g			
BLANCO 2	2.0017 g	SD	:	0.0019			
M1	2.0036 g			Dilución	:	1	
M2	2.0022 g			Factor de dilución	:	1	
M3	2.0029 g						
M4	2.0065 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 111	0.678	Blanco 211	0.793				
Blanco 112	0.683	Blanco 212	0.684	Promedio Blanco :	0.708		
Blanco 113	0.645	Blanco 213	0.767	SD :	0.039		
Promedio	0.669	Promedio	0.748				
SD1	0.021	SD2	0.057				
M1 I1	108.264	107.556	M2 I1	110.468	109.760	ST111	121.986
M1 I2	108.468	107.760	M2 I2	110.524	109.816	ST112	121.372
M1 I3	108.304	107.596	M2 I3	110.524	109.816	ST113	121.938
Promedio :	107.637	Promedio :	109.797	Promedio	121.765		
SD 1 :	0.108	SD 2 :	0.032	SD 1	0.341		
M3 I1	108.544	107.836	M4 I1	111.466	110.758	ST211	122.738
M3 I2	109.453	108.745	M4 I2	110.546	109.838	ST212	121.082
M3 I3	108.524	107.816	M4 I3	110.546	109.838	ST213	122.837
Promedio :	108.132	Promedio :	108.132	Promedio	122.219		
SD 3 :	0.531	SD 4 :	0.531	SD 2	0.9859		
Promedio Muestras :	108.425	Promedio ST :	122.252				
Promedio SD :	0.3004	Promedio SD :	0.664				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	35.3282 ppb	M2 I1	36.0551 ppb				
M1 I2	35.3955 ppb	M2 I2	36.0735 ppb				
M1 I3	35.3414 ppb	M2 I3	36.0735 ppb	Promedio ST :	35.7806		
Promedio	35.3550 ppb	Promedio	36.0673 ppb	Promedio SD :	0.0991		
SD	0.0356	SD	0.0106				
M3 I1	35.4205 ppb	M4 I1	36.3841 ppb				
M3 I2	35.7203 ppb	M4 I2	36.0807 ppb				
M3 I3	35.4139 ppb	M4 I3	36.0807 ppb				
Promedio	35.5183 ppb	Promedio	36.1818 ppb				
SD	0.1750	SD	0.1752				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	35.3550	ppb	% Recuperación	:	89.2318	%	
M2	36.0673	ppb	Promedio Concentración	:	35.7806	ppb	
M3	35.5183	ppb	%RSD	:	1.1331	%	
M4	36.1818	ppb	Concentración Teórica	:	40.0985	ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CHIRIMOYA							
DETERMINACIÓN : PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 5 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	:	20.2	mg		
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	:	20.4	mg		
%Potencia T99.5000	%	Promedio ST	:	20.3	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	0.2488			
Ecuación de la Curva de Calibración : Y=3.481971X + 0.006208							
		R2 :	0.999996				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0064 g	Promedio	:	2.0036 g			
BLANCO 2	2.0099 g	SD	:	0.0018			
M1	2.0023 g						
M2	2.0054 g	Dilución	:	1			
M3	2.0017 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0048 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	1.546	Blanco 2I1 :	1.738				
Blanco 1I2	1.728	Blanco 2I2 :	1.820		Promedio Blanco :	1.650	
Blanco 1I3	1.536	Blanco 2I3 :	1.533		SD :	0.128	
Promedio	1.603	Promedio :	1.697				
SD1	0.108	SD2	0.148				
M1 I1	12.997	11.347	M2 I1	13.028	11.378	ST1I1	17.876
M1 I2	12.893	11.243	M2 I2	12.987	11.337	ST1I2	17.637
M1 I3	12.647	10.997	M2 I3	12.654	11.004	ST1I3	18.037
Promedio :	11.196	Promedio :	11.240	Promedio :	17.850		
SD 1 :	0.180	SD 2 :	0.205	SD 1 :	0.201		
M3 I1	12.883	11.233	M4 I1	12.778	11.128	ST2I1	17.647
M3 I2	12.936	11.286	M4 I2	12.993	11.343	ST2I2	18.046
M3 I3	12.553	10.903	M4 I3	12.637	10.987	ST2I3	17.839
Promedio :	11.141	Promedio :	11.141	Promedio :	17.844		
SD 3 :	0.208	SD 4 :	0.208	SD 2 :	0.1995		
Promedio Muestras :	11.179	Promedio ST :	17.749				
Promedio SD :	0.2000	Promedio SD :	0.200				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	3.2570 ppb	M2 I1	3.2659 ppb				
M1 I2	3.2271 ppb	M2 I2	3.2541 ppb				
M1 I3	3.1564 ppb	M2 I3	3.1584 ppb		Promedio ST :	3.2096	
Promedio	3.2135 ppb	Promedio :	3.2261 ppb		Promedio SD :	0.0554	
SD	0.0516	SD	0.0589				
M3 I1	3.2242 ppb	M4 I1	3.1941 ppb				
M3 I2	3.2394 ppb	M4 I2	3.2558 ppb				
M3 I3	3.1294 ppb	M4 I3	3.1536 ppb				
Promedio	3.1977 ppb	Promedio :	3.2011 ppb				
SD	0.0596	SD	0.0515				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	3.2135	ppb	% Recuperación	:	63.5487	%	
M2	3.2261	ppb	Promedio Concentración	:	3.2096	ppb	
M3	3.1977	ppb	%RSD	:	0.4029	%	
M4	3.2011	ppb	Concentración Teórica	:	5.0506	ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	:	20.2	mg
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	:	20.4	mg
%Potencia	T99.5000 %	Promedio ST	:	20.3	mg
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995	
		Factor de dilución	:	1.99	
Ecuación de la Curva de Calibración : $Y=3.481971X + 0.006208$					
		R2 :		0.999996	
		R :		0.999998	
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0064 g	Promedio	:	2.0054 g	
BLANCO 2	2.0099 g	SD	:	0.0027	
M1	2.0016 g				
M2	2.0054 g	Dilución	:	1	
M3	2.0074 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0073 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	1.546	Blanco 2I1 :		1.738	
Blanco 112	1.728	Blanco 2I2 :		1.820	Promedio Blanco : 1.650
Blanco 113	1.536	Blanco 2I3 :		1.533	SD : 0.128
Promedio	1.603	Promedio :		1.697	
SD1	0.108	SD2		0.148	
M1 I1	134.546	132.896	M2 I1 :	134.082	132.432
M1 I2	134.734	133.084	M2 I2 :	134.102	132.452
M1 I3	134.748	133.098	M2 I3 :	134.115	132.465
	Promedio :	133.026		Promedio :	132.450
	SD 1 :	0.113		SD 2 :	0.017
				Promedio :	138.781
				SD 1	0.228
M3 I1	135.283	133.633	M4 I1 :	134.283	132.633
M3 I2	135.141	133.491	M4 I2 :	134.193	132.543
M3 I3	135.098	133.448	M4 I3 :	134.384	132.734
	Promedio :	133.524		Promedio :	133.524
	SD 3 :	0.097		SD 4 :	0.097
				Promedio :	139.006
				SD 2	0.1377
Promedio Muestras :		133.131		Promedio ST :	138.820
Promedio SD :		0.0808		Promedio SD :	0.183
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.1651 ppb	M2 I1	:	38.0318 ppb	
M1 I2	42.8643 ppb	M2 I2	:	38.0375 ppb	
M1 I3	42.8688 ppb	M2 I3	:	38.0413 ppb	Promedio ST : 38.9431
Promedio	41.2994 ppb	Promedio :		38.0369 ppb	Promedio SD : 0.6936
SD	2.7144	SD :		0.0048	
M3 I1	38.3767 ppb	M4 I1	:	38.0895 ppb	
M3 I2	38.3359 ppb	M4 I2	:	38.0637 ppb	
M3 I3	38.3236 ppb	M4 I3	:	38.1185 ppb	
Promedio	38.3454 ppb	Promedio :		38.0906 ppb	
SD	0.0278	SD :		0.0274	
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	41.2994 ppb	% Recuperación	:	96.4009	%
M2	38.0369 ppb	Promedio Concentración	:	38.9431	ppb
M3	38.3454 ppb	%RSD	:	4.0486	%
M4	38.0906 ppb	Concentración Teórica	:	40.3970	ppb

4.4.3.3 Muestras de Lúcumá

<u>ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS</u>					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 5ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	: 20.5	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 20.4		
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución:	0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 21.414848 X + 1.135405					
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0056 g	Promedio	:	2.008025 g	
BLANCO 2	2.0064 g	SD	:	0.0023	
M1	2.0102 g				
M2	2.0053 g	Dilución			1
M3	2.0071 g	Factor de dilución			1
M4	2.0095 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	11.563	Blanco 2I1	11.324		
Blanco 1I2	11.827	Blanco 2I2	11.281	Promedio Blanco	: 11.442
Blanco 1I3	11.629	Blanco 2I3	11.029	SD	: 0.148
Promedio	11.673	Promedio	11.211		
SD1	0.137	SD2	0.159		
M1 I1	95.374	83.932	M2 I1	95.977	84.535
M1 I2	95.138	83.696	M2 I2	95.364	83.922
M1 I3	95.865	84.423	M2 I3	96.544	85.102
	Promedio	: 84.017	Promedio	: 84.519	Promedio
	SD 1	: 0.371	SD 2	: 0.590	SD 1
					107.713
					0.106
M3 I1	95.484	84.042	M4 I1	95.967	84.525
M3 I2	96.048	84.606	M4 I2	95.834	84.392
M3 I3	96.048	84.606	M4 I3	95.768	84.326
	Promedio	: 84.418	Promedio	: 84.418	Promedio
	SD 3	: 0.326	SD 4	: 0.326	SD 2
					107.027
					108.012
					107.927
					107.655
					0.5458
Promedio Muestras	: 84.343			Promedio ST	107.370
Promedio SD	: 0.4031			Promedio SD	0.326
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.8663 ppb	M2 I1	3.8945 ppb		
M1 I2	3.8553 ppb	M2 I2	3.8658 ppb		
M1 I3	3.8892 ppb	M2 I3	3.9209 ppb	Promedio ST	: 3.8855
Promedio	3.8703 ppb	Promedio	3.8937 ppb	Promedio SD	: 0.0162
SD	0.0173	SD	0.0276		
M3 I1	3.8714 ppb	M4 I1	3.8940 ppb		
M3 I2	3.8978 ppb	M4 I2	3.8878 ppb		
M3 I3	3.8978 ppb	M4 I3	3.8847 ppb		
Promedio	3.8890 ppb	Promedio	3.8888 ppb		
SD	0.0152	SD	0.0047		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	3.8703	ppb	% Recuperación	:	76.5530 %
M2	3.8937	ppb	Promedio Concentración	:	3.8855 ppb
M3	3.8890	ppb	%RSD	:	0.2672 %
M4	3.8888	ppb	Concentración Teórica	:	5.0755 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : LUCUMA							
DETERMINACIÓN : ALDICARB		% RECUPERACIÓN : 40ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Aldicarb	Peso (W ST1)	:	20.3	mg		
N° Lote	425-8B	Peso (W ST2)	:	20.5	mg		
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	:	20.4	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución:		1.99			
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 21.414848 X + 1.135405							
		R2 :		0.999998			
		R :		0.999999			
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0056 g	Promedio	:	2.0069 g			
BLANCO 2	2.0064 g	SD	:	0.0029			
M1	2.0034 g						
M2	2.0085 g	Dilución		1			
M3	2.0057 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0098 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	11.563	Blanco 2I1		11.324			
Blanco 1I2	11.827	Blanco 2I2		11.281	Promedio Blanco :	11.442	
Blanco 1I3	11.629	Blanco 2I3		11.029	SD :	0.148	
Promedio	11.673	Promedio		11.211			
SD1	0.137	SD2		0.159			
M1 I1	850.8560	839.414	M2 I1	850.9860	839.544	ST111	858.836
M1 I2	850.7690	839.327	M2 I2	851.2340	839.792	ST112	858.993
M1 I3	851.3560	839.914	M2 I3	851.5640	840.122	ST113	859.537
Promedio :	839.551	Promedio :	839.819	Promedio :	859.122		
SD 1 :	0.317	SD 2 :	0.290	SD 1 :	0.368		
M3 I1	851.4670	840.025	M4 I1	851.2450	839.803	ST211	859.932
M3 I2	850.3680	838.926	M4 I2	851.4670	840.025	ST212	858.425
M3 I3	850.9898	839.548	M4 I3	851.5780	840.136	ST213	858.823
Promedio :	839.499	858.118	839.499	Promedio	859.060		
SD 3 :	0.551	SD 4 :	0.551	SD 2	0.7810		
Promedio Muestras :	839.592	Promedio ST :	859.527				
Promedio SD :	0.4272	Promedio SD :	0.574				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	39.1447 ppb	M2 I1		39.1508 ppb			
M1 I2	39.1407 ppb	M2 I2		39.1624 ppb			
M1 I3	39.1681 ppb	M2 I3		39.1778 ppb	Promedio ST :	39.1588	
Promedio	39.1512 ppb	Promedio :	39.1637 ppb	Promedio SD :	0.0155		
SD	0.0148	SD	0.0135				
M3 I1	39.1733 ppb	M4 I1		39.1629 ppb			
M3 I2	39.1219 ppb	M4 I2		39.1733 ppb			
M3 I3	39.1510 ppb	M4 I3		39.1784 ppb			
Promedio	39.1487 ppb	Promedio :	39.1715 ppb				
SD	0.0257	SD	0.0079				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	39.1512 ppb	% Recuperación	:	96.4597	%		
M2	39.1637 ppb	Promedio Concentración	:	39.1588	ppb		
M3	39.1487 ppb	%RSD	:	0.0274	%		
M4	39.1715 ppb	Concentración Teórica	:	40.5960	ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	: 20.3	mg	
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	: 20.2	mg	
%Potencia	199.8000 %	Promedio ST	20.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.998		
		Factor de dilución	: 0.2495		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 14.073159X + 0.779632					
		R2 :	0.999997		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0028 g	Promedio	:	2.0045 g	
BLANCO 2	2.0075 g	SD	:	0.0012	
M1	2.0043 g				
M2	2.0054 g	Dilución			1
M3	2.0028 g	Factor de dilución	:		1
M4	2.0054 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	12.637	Blanco 211	12.156		
Blanco 112	12.452	Blanco 212	12.538	Promedio Blanco :	12.420
Blanco 113	12.267	Blanco 213	12.467	SD :	0.194
Promedio	12.452	Promedio	12.387		
SD1	0.185	SD2	0.203		
M1 I1	62.182	49.763	M2 I1	62.893	50.474
M1 I2	62.119	49.700	M2 I2	63.029	50.610
M1 I3	62.737	50.318	M2 I3	62.354	49.934
Promedio :	49.927	Promedio :	50.339	Promedio :	70.976
SD 1 :	0.340	SD 2 :	0.357	SD 1 :	0.846
M3 I1	62.383	49.964	M4 I1	62.364	49.945
M3 I2	62.184	49.764	M4 I2	63.008	50.589
M3 I3	63.108	50.689	M4 I3	62.373	49.954
Promedio :	50.139	Promedio :	50.139	Promedio :	71.001
SD 3 :	0.486	SD 4 :	0.486	SD 2 :	0.0885
Promedio Muestras :	50.136	Promedio ST :	70.970		
Promedio SD :	0.4175	Promedio SD :	0.467		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.4806 ppb	M2 I1	3.5311 ppb		
M1 I2	3.4761 ppb	M2 I2	3.5408 ppb		
M1 I3	3.5200 ppb	M2 I3	3.4928 ppb	Promedio ST :	3.5075
Promedio	3.4922 ppb	Promedio :	3.5216 ppb	Promedio SD :	0.0276
SD	0.0242	SD	0.0254		
M3 I1	3.4949 ppb	M4 I1	3.4935 ppb		
M3 I2	3.4807 ppb	M4 I2	3.5393 ppb		
M3 I3	3.5464 ppb	M4 I3	3.4942 ppb		
Promedio	3.5073 ppb	Promedio :	3.5090 ppb		
SD	0.0346	SD	0.0262		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	3.4922	ppb	% Recuperación	:	69.4234 %
M2	3.5216	ppb	Promedio Concentración	:	3.5075 ppb
M3	3.5073	ppb	%RSD	:	0.3424 %
M4	3.5090	ppb	Concentración Teórica	:	5.0524 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : CARBARYL		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbaryl	Peso (W ST1)	:	20.3	mg
N° Lote	418-13C	Peso (W ST2)	:	20.2	mg
%Potencia	199.8000 %	Promedio ST	:	20.25	mg
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.998	
		Factor de dilución	:	1.996	
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 14.073159X + 0.779632					
		R2 :		0.999997	
		R :		0.999998	
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0028 g	Promedio	:	2.0040 g	
BLANCO 2	2.0075 g	SD	:	0.0021	
M1	2.0033 g				
M2	2.0071 g	Dilución			1
M3	2.0034 g	Factor de dilución	:		1
M4	2.0022 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	12.637	Blanco 211		12.156	
Blanco 112	12.452	Blanco 212		12.538	Promedio Blanco :
Blanco 113	12.267	Blanco 213		12.467	SD :
Promedio	12.452	Promedio		12.387	12.420
SD1	0.185	SD2		0.203	0.194
M1 I1	552.728	540.309	M2 I1	552.373	539.954
M1 I2	552.546	540.127	M2 I2	552.839	540.420
M1 I3	553.283	540.864	M2 I3	553.282	540.863
Promedio :	540.433	Promedio :	540.412	Promedio :	563.216
SD 1 :	0.384	SD 2 :	0.455	SD 1 :	0.736
M3 I1	552.738	540.319	M4 I1	553.635	541.216
M3 I2	553.139	540.720	M4 I2	552.542	540.123
M3 I3	552.547	540.128	M4 I3	551.832	539.413
Promedio :	540.389	Promedio :	540.389	Promedio	562.939
SD 3 :	0.302	SD 4 :	0.302	SD 2	0.3670
Promedio Muestras :	540.405	Promedio ST :		563.106	
Promedio SD :	0.3607	Promedio SD :		0.552	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.3374 ppb	M2 I1		38.3122 ppb	
M1 I2	38.3245 ppb	M2 I2		38.3453 ppb	
M1 I3	38.3769 ppb	M2 I3		38.3768 ppb	Promedio ST :
Promedio	38.3463 ppb	Promedio :		38.3448 ppb	38.3419
SD	0.0273	SD		0.0323	0.0364
M3 I1	38.3381 ppb	M4 I1		38.4019 ppb	
M3 I2	38.3666 ppb	M4 I2		38.3243 ppb	
M3 I3	38.3246 ppb	M4 I3		38.2738 ppb	
Promedio	38.3431 ppb	Promedio :		38.3333 ppb	
SD	0.0215	SD		0.0645	
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	38.3463 ppb	% Recuperación	:	94.8610	%
M2	38.3448 ppb	Promedio Concentración	:	38.3419	ppb
M3	38.3431 ppb	%RSD	:	0.0153	%
M4	38.3333 ppb	Concentración Teórica	:	40.4190	ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : CARBOFURANO		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	:	20.2	mg
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	:	20.1	mg
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995	
		Factor de dilución	:	0.2488	
Ecuación de la Curva de Calibración : Y=20.106412X + 0.118110					
		R2 :		0.999998	
		R :		0.999999	
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0100 g	Promedio	:	2.0053 g	
BLANCO 2	2.0102 g	SD	:	0.0010	
M1	2.0042 g				
M2	2.0066 g	Dilución	:	1	
M3	2.0048 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0056 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	17.536	Blanco 211	17.473		
Blanco 112	17.949	Blanco 212	17.765	Promedio Blanco :	17.673
Blanco 113	17.838	Blanco 213	17.478	SD :	0.190
Promedio	17.774	Promedio	17.572		
SD1	0.214	SD2	0.167		
M1 I1	92.577	74.904	M2 I1	92.466	74.793
M1 I2	93.046	75.373	M2 I2	92.356	74.683
M1 I3	92.660	74.987	M2 I3	92.475	74.802
Promedio :	75.088	Promedio :	74.759	Promedio	100.718
SD 1 :	0.250	SD 2 :	0.066	SD 1	0.287
M3 I1	93.084	75.411	M4 I1	92.473	74.800
M3 I2	93.275	75.602	M4 I2	92.134	74.461
M3 I3	93.294	75.621	M4 I3	92.973	75.300
Promedio :	75.545	Promedio :	75.545	Promedio	100.818
SD 3 :	0.116	SD 4 :	0.116	SD 2	0.2236
Promedio Muestras :	75.234	Promedio ST :	100.678		
Promedio SD :	0.1373	Promedio SD :	0.255		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.7195 ppb	M2 I1	3.7140 ppb		
M1 I2	3.7428 ppb	M2 I2	3.7085 ppb		
M1 I3	3.7236 ppb	M2 I3	3.7144 ppb	Promedio ST :	3.7273
Promedio	3.7286 ppb	Promedio :	3.7123 ppb	Promedio SD :	0.0106
SD	0.0124	SD	0.0033		
M3 I1	3.7447 ppb	M4 I1	3.7143 ppb		
M3 I2	3.7542 ppb	M4 I2	3.6975 ppb		
M3 I3	3.7552 ppb	M4 I3	3.7392 ppb		
Promedio	3.7514 ppb	Promedio :	3.7170 ppb		
SD	0.0058	SD	0.0210		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	3.7286 ppb	% Recuperación	:	74.3485 %	
M2	3.7123 ppb	Promedio Concentración	:	3.7273 ppb	
M3	3.7514 ppb	%RSD	:	0.4678 %	
M4	3.7170 ppb	Concentración Teórica	:	5.0133 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : CARBOFURANO		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Carbofurano	Peso (W ST1)	:	20.2	mg
N° Lote	401-140A	Peso (W ST2)	:	20.1	mg
%Potencia T 99.5000	%	Promedio ST	:	20.15	mg
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995	
		Factor de dilución	:	1.99	
Ecuación de la Curva de Calibración : Y=20.106412X + 0.118110					
		R2 :	0.999998		
		R :	0.999999		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0100 g	Promedio	:	2.0073 g	
BLANCO 2	2.0102 g	SD	:	0.0027	
M1	2.0033 g				
M2	2.0085 g	Dilución	:	1	
M3	2.0092 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0083 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	17.536	Blanco 2I1 :	17.473		
Blanco 1I2	17.949	Blanco 2I2 :	17.765		
Blanco 1I3	17.838	Blanco 2I3 :	17.478		
Promedio	17.774	Promedio :	17.572		
SD1	0.214	SD2	0.167		
M1 I1	798.136	780.463	M2 I1	797.253	779.579
M1 I2	798.103	780.430	M2 I2	797.352	779.679
M1 I3	798.363	780.690	M2 I3	797.242	779.569
Promedio :	780.528	Promedio :	779.609	Promedio	803.964
SD 1 :	0.142	SD 2 :	0.061	SD 1	0.314
M3 I1	798.241	780.568	M4 I1	797.982	780.309
M3 I2	798.115	780.442	M4 I2	798.001	780.328
M3 I3	798.152	780.479	M4 I3	798.023	780.350
Promedio :	780.496	Promedio :	780.496	Promedio	803.993
SD 3 :	0.065	SD 4 :	0.065	SD 2	0.7841
Promedio Muestras :	780.282	Promedio ST :	803.910		
Promedio SD :	0.0829	Promedio SD :	0.549		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.8107 ppb	M2 I1	38.7668 ppb		
M1 I2	38.8091 ppb	M2 I2	38.7717 ppb		
M1 I3	38.8220 ppb	M2 I3	38.7663 ppb		
Promedio	38.8140 ppb	Promedio :	38.7683 ppb		
SD	0.0070	SD	0.0030		
Promedio ST :	38.7997				
Promedio SD :	0.0036				
M3 I1	38.8160 ppb	M4 I1	38.8031 ppb		
M3 I2	38.8097 ppb	M4 I2	38.8040 ppb		
M3 I3	38.8115 ppb	M4 I3	38.8051 ppb		
Promedio	38.8124 ppb	Promedio :	38.8041 ppb		
SD	0.0032	SD	0.0010		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	38.8140 ppb	% Recuperación	:	96.7609	%
M2	38.7683 ppb	Promedio Concentración	:	38.7997	ppb
M3	38.8124 ppb	%RSD	:	0.0551	%
M4	38.8041 ppb	Concentración Teórica	:	40.0985	ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS								
MUESTRA : LUCUMA								
DETERMINACIÓN : METOMILO		% RECUPERACIÓN : 5 ppb						
ESTANDAR								
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	:	20.1	mg			
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	:	20.2	mg			
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg			
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995				
		Factor de dilución	:	0.2488				
		Ecuación de la Curva de Calibración	:	Y=3.032549X + 0.421158				
		R2	:	0.999997				
		R	:	0.999998				
MUESTRA								
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):								
BLANCO 1	2.0021 g	Promedio	:	2.0057 g				
BLANCO 2	2.0018 g	SD	:	0.0018				
M1	2.0065 g							
M2	2.0053 g	Dilución	:	1				
M3	2.0075 g	Factor de dilución	:	1				
M4	2.0034 g							
LECTURAS: Áreas								
Blanco 111	0.546	Blanco 211	:	0.425				
Blanco 112	0.536	Blanco 212	:	0.698				
Blanco 113	0.635	Blanco 213	:	0.654				
Promedio	0.572	Promedio	:	0.592				
SD1	0.055	SD2	:	0.147				
M1 I1	12.127	11.545	M2 I1	:	11.647	11.065	ST1I1	15.245
M1 I2	11.997	11.415	M2 I2	:	12.007	11.425	ST1I2	15.928
M1 I3	11.766	11.184	M2 I3	:	12.011	11.429	ST1I3	15.378
Promedio	:	11.381	Promedio	:	11.306	Promedio	:	15.517
SD 1	:	0.183	SD 2	:	0.209	SD 1	:	0.362
M3 I1	11.182	10.600	M4 I1	:	11.273	10.691	ST2I1	15.927
M3 I2	11.116	10.534	M4 I2	:	11.282	10.700	ST2I2	15.367
M3 I3	11.238	10.656	M4 I3	:	12.010	11.428	ST2I3	15.282
Promedio	:	10.596	Promedio	:	10.596	Promedio	:	15.525
SD 3	:	0.061	SD 4	:	0.061	SD 2	:	0.3504
Promedio Muestras	:	10.970	Promedio ST	:	15.722			
Promedio SD	:	0.1285	Promedio SD	:	0.356			
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN								
M1 I1	3.6680 ppb	M2 I1	:	3.5098 ppb				
M1 I2	3.6252 ppb	M2 I2	:	3.6285 ppb				
M1 I3	3.5490 ppb	M2 I3	:	3.6298 ppb				
Promedio	3.6141 ppb	Promedio	:	3.5893 ppb				
SD	0.0603	SD	:	0.0689				
Promedio ST				3.5068				
Promedio SD				0.0722				
M3 I1	3.3564 ppb	M4 I1	:	3.3864 ppb				
M3 I2	3.3347 ppb	M4 I2	:	3.3894 ppb				
M3 I3	3.3749 ppb	M4 I3	:	3.6295 ppb				
Promedio	3.3554 ppb	Promedio	:	3.4684 ppb				
SD	0.0201	SD	:	0.1395				
RESULTADOS: Contenido de principio activo								
M1	3.6141	ppb	% Recuperación	:	69.9495	%		
M2	3.5893	ppb	Promedio Concentración	:	3.5068	ppb		
M3	3.3554	ppb	%RSD	:	3.4031	%		
M4	3.4684	ppb	Concentración Teórica	:	5.0133	ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : LUCUMA							
DETERMINACIÓN : METOMILO		% RECUPERACIÓN : 40 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Metomilo	Peso (W ST1)	:	20.1	mg		
N° Lote	401-88B	Peso (W ST2)	:	20.2	mg		
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	:	20.15	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	1.99			
Ecuación de la Curva de Calibración : Y=3.0322549X + 0.421158							
		R2 :	0.999997				
		R :	0.999998				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0021 g	Promedio	:	2.0037 g			
BLANCO 2	2.0018 g	SD	:	0.0033			
M1	2.0009 g						
M2	2.0024 g	Dilución	:	1			
M3	2.0031 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0084 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.546	Blanco 2I1	:	0.425			
Blanco 1I2	0.536	Blanco 2I2	:	0.698	Promedio Blanco :	0.582	
Blanco 1I3	0.635	Blanco 2I3	:	0.654	SD :	0.101	
Promedio	0.572	Promedio	:	0.592			
SD1	0.055	SD2	:	0.147			
M1 I1	108.585	108.003	M2 I1	108.486	107.904	ST1I1	121.986
M1 I2	108.324	107.742	M2 I2	108.508	107.926	ST1I2	121.372
M1 I3	108.200	107.618	M2 I3	108.684	108.102	ST1I3	121.938
Promedio :	107.787	Promedio :	107.977	Promedio :	121.765		
SD 1 :	0.197	SD 2 :	0.109	SD 1 :	0.341		
M3 I1	108.004	107.422	M4 I1	109.784	109.202	ST2I1	122.738
M3 I2	108.026	107.444	M4 I2	109.960	109.378	ST2I2	121.082
M3 I3	108.300	107.718	M4 I3	109.998	109.416	ST2I3	122.837
Promedio :	107.528	Promedio :	120.242	107.528	Promedio	122.219	
SD 3 :	0.165	SD 4 :	0.165	SD 2	0.9859		
Promedio Muestras :	107.705	Promedio ST :	122.252				
Promedio SD :	0.1588	Promedio SD :	0.664				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	35.4757 ppb	M2 I1	:	35.4430 ppb			
M1 I2	35.3895 ppb	M2 I2	:	35.4502 ppb			
M1 I3	35.3486 ppb	M2 I3	:	35.5083 ppb	Promedio ST :	35.5262	
Promedio	35.4046 ppb	Promedio :	35.4671 ppb	Promedio SD :	0.0482		
SD	0.0649	SD	0.0358				
M3 I1	35.2840 ppb	M4 I1	:	35.8710 ppb			
M3 I2	35.2913 ppb	M4 I2	:	35.9290 ppb			
M3 I3	35.3816 ppb	M4 I3	:	35.9415 ppb			
Promedio	35.3190 ppb	Promedio :	35.9138 ppb				
SD	0.0544	SD	0.0376				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	35.4046 ppb	% Recuperación	:	88.5972 %			
M2	35.4671 ppb	Promedio Concentración	:	35.5262 ppb			
M3	35.3190 ppb	%RSD	:	0.7474 %			
M4	35.9138 ppb	Concentración Teórica	:	40.0985 ppb			

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	: 20.2	mg	
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	: 20.4	mg	
%Potencia T 99.5000	%	Promedio ST	: 20.3	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x25uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.2488		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y=3.481971X + 0.006208					
		R2 :	0.999996		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0035 g	Promedio	:	2.0062 g	
BLANCO 2	2.0027 g	SD	:	0.0029	
M1	2.0022 g				
M2	2.0091 g	Dilución	:	1	
M3	2.0062 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0071 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	1.863	Blanco 211	1.637		
Blanco 112	1.835	Blanco 212	1.813	Promedio Blanco :	1.795
Blanco 113	1.738	Blanco 213	1.882	SD :	0.096
Promedio	1.812	Promedio	1.777		
SD1	0.066	SD2	0.126		
M1 I1	12.048	10.253	M2 I1	11.988	10.194
M1 I2	12.078	10.283	M2 I2	11.976	10.181
M1 I3	12.102	10.307	M2 I3	11.967	10.172
Promedio :	10.281	Promedio :	10.182	Promedio :	17.850
SD 1 :	0.027	SD 2 :	0.011	SD 1 :	0.201
M3 I1	12.659	10.864	M4 I1	11.789	9.994
M3 I2	12.870	11.075	M4 I2	11.895	10.100
M3 I3	12.855	11.060	M4 I3	11.945	10.150
Promedio :	11.000	Promedio :	11.000	Promedio	17.844
SD 3 :	0.118	SD 4 :	0.118	SD 2	0.1995
Promedio Muestras :	10.616	Promedio ST :	17.749		
Promedio SD :	0.0683	Promedio SD :	0.200		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	2.9429 ppb	M2 I1	2.9257 ppb		
M1 I2	2.9515 ppb	M2 I2	2.9222 ppb		
M1 I3	2.9584 ppb	M2 I3	2.9196 ppb	Promedio ST :	2.9811
Promedio	2.9510 ppb	Promedio :	2.9225 ppb	Promedio SD :	0.0169
SD	0.0078	SD	0.0031		
M3 I1	3.1183 ppb	M4 I1	2.8685 ppb		
M3 I2	3.1789 ppb	M4 I2	2.8990 ppb		
M3 I3	3.1746 ppb	M4 I3	2.9133 ppb		
Promedio	3.1573 ppb	Promedio :	2.8936 ppb		
SD	0.0338	SD	0.0229		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	2.9510	ppb	% Recuperación	:	59.0241 %
M2	2.9225	ppb	Promedio Concentración	:	2.9811 ppb
M3	3.1573	ppb	%RSD	:	4.0177 %
M4	2.8936	ppb	Concentración Teórica	:	5.0506 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : PROPOXUR		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Propoxur	Peso (W ST1)	:	20.2	mg
N° Lote	421-106A	Peso (W ST2)	:	20.4	mg
%Potencia T 99.5000	%	Promedio ST	:	20.3	mg
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x200uL/10*0.995	
		Factor de dilución	:	1.99	
Ecuación de la Curva de Calibración : Y=3.481971X + 0.006208					
		R2 :	0.999996		
		R :	0.999998		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0035 g	Promedio	:	2.0042 g	
BLANCO 2	2.0027 g	SD	:	0.0021	
M1	2.0054 g				
M2	2.0028 g	Dilución	:	1	
M3	2.0065 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0022 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	1.863	Blanco 211 :	1.637		
Blanco 112	1.835	Blanco 212 :	1.813		
Blanco 113	1.738	Blanco 213 :	1.882		
Promedio	1.812	Promedio :	1.777		
SD1	0.066	SD2	0.126		
M1 I1	134.130	132.335	M2 I1	134.409	132.614
M1 I2	134.174	132.379	M2 I2	134.410	132.615
M1 I3	134.195	132.400	M2 I3	134.110	132.315
Promedio :	132.372		Promedio :	132.515	
SD 1 :	0.033		SD 2 :	0.173	
M3 I1	135.657	133.862	M4 I1	134.797	133.002
M3 I2	135.437	133.642	M4 I2	134.589	132.794
M3 I3	135.275	133.480	M4 I3	134.887	133.092
Promedio :	133.662		Promedio :	133.662	
SD 3 :	0.192		SD 4 :	0.192	
Promedio Muestras :	133.052		Promedio ST :	138.820	
Promedio SD :	0.1474		Promedio SD :	0.183	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.0041 ppb	M2 I1	38.0841 ppb		
M1 I2	42.6345 ppb	M2 I2	38.0845 ppb		
M1 I3	42.6414 ppb	M2 I3	37.9983 ppb		
Promedio	41.0933 ppb	Promedio :	38.0556 ppb		
SD	2.6754	SD	0.0496		
M3 I1	38.4426 ppb	M4 I1	38.1956 ppb		
M3 I2	38.3794 ppb	M4 I2	38.1359 ppb		
M3 I3	38.3329 ppb	M4 I3	38.2215 ppb		
Promedio	38.3850 ppb	Promedio :	38.1843 ppb		
SD	0.0551	SD	0.0439		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	41.0933 ppb	% Recuperación	:	96.3675	%
M2	38.0556 ppb	Promedio Concentración	:	38.9296	ppb
M3	38.3850 ppb	%RSD	:	3.7217	%
M4	38.1843 ppb	Concentración Teórica	:	40.3970	ppb

4.5. CALCULOS DE PLAGUCIDAS ORGANOFOSFORADOS

4.5.1. SPE OASIS HLB

4.5.1.1. Muestras de camu camu

<u>ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS</u>							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5ppb			
MÉTODO		: PROPIO					
ESTANDAR							
Nombre	MalatiÓN	Peso (W ST1)	:	25.5	mg		
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	:	25.4	mg		
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	:	25.45			
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991			
		Factor de dilución:		0.1982			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 4.029185 X + 0.280993					
		R2 :		0.999990			
		R :		0.999995			
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0043 g	Promedio	:	2.0049 g			
BLANCO 2	2.0054 g	SD	:	0.0034			
M1	2.0089 g			Dilución	:	1	
M2	2.0065 g			Factor de dilución	:	1	
M3	2.0018 g						
M4	2.0024 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 111	0.934	Blanco 211		0.884			
Blanco 112	0.860	Blanco 212		0.876	Promedio Blanco :	0.901	
Blanco 113	0.890	Blanco 213		0.964	SD :	0.043	
Promedio	0.895	Promedio		0.908			
SD1	0.037	SD2		0.049			
M1 I1	21.038	20.137	M2 I1	20.002	19.101	ST111	21.360
M1 I2	20.018	19.117	M2 I2	20.067	19.166	ST112	21.974
M1 I3	20.046	19.145	M2 I3	20.103	19.202	ST113	20.130
	Promedio :	19.466		Promedio :	19.156	Promedio	21.155
	SD 1 :	0.581		SD 2 :	0.051	SD 1	0.939
M3 I1	20.046	19.145	M4 I1	20.048	19.147	ST211	21.746
M3 I2	20.089	19.188	M4 I2	20.018	19.117	ST212	21.134
M3 I3	20.094	19.193	M4 I3	20.101	19.200	ST213	21.286
	Promedio	19.175		Promedio :	19.175	Promedio	21.389
	SD 3 :	0.026		SD 4 :	0.026	SD 2	0.3187
Promedio Muestras :	19.243					Promedio ST	21.450
Promedio SD :	0.1713					Promedio SC	0.629
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.9280 ppb	M2 I1		4.6708 ppb			
M1 I2	4.6748 ppb	M2 I2		4.6870 ppb			
M1 I3	4.6818 ppb	M2 I3		4.6960 ppb	Promedio ST :	4.7049	
Promedio	4.7615 ppb	Promedio		4.6846 ppb	Promedio SD :	0.0435	
SD	0.1442	SD		0.0127			
M3 I1	4.6818 ppb	M4 I1		4.6823 ppb			
M3 I2	4.6924 ppb	M4 I2		4.6748 ppb			
M3 I3	4.6937 ppb	M4 I3		4.6954 ppb			
Promedio	4.6893 ppb	Promedio		4.6842 ppb			
SD	0.0065	SD		0.0104			
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	4.7615	ppb			% Recuperación	93.2733 %	
M2	4.6846	ppb			Promedio Concentración	4.7049 ppb	
M3	4.6893	ppb			%RSD	0.8041 %	
M4	4.6842	ppb			Concentración Teórica	5.0442 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CAMU-CAMU							
DETERMINACIÓN : MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	MalatiÓN	Peso (W ST1)	:	25.5	mg		
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	:	25.4	mg		
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST		25.45	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991			
		Factor de dilución	:	1.5856			
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 4.029185 X + 0.280993							
		R2 :	0.999990				
		R :	0.999995				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0043 g	Promedio	:	2.0111 g			
BLANCO 2	2.0054 g	SD	:	0.0003			
M1	2.0109 g						
M2	2.0108 g	Dilución		1			
M3	2.0115 g	Factor de dilución		1			
M4	2.0111 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.934	Blanco 2I1		0.884			
Blanco 1I2	0.860	Blanco 2I2		0.876	Promedio Blanco :	0.901	
Blanco 1I3	0.890	Blanco 2I3		0.964	SD :	0.043	
Promedio	0.895	Promedio :	0.908				
SD1	0.037	SD2	0.049				
M1 I1	160.9300	160.029	M2 I1	160.7380	159.837	ST1I1	160.006
M1 I2	160.6380	159.737	M2 I2	160.3890	159.488	ST1I2	162.468
M1 I3	160.3758	159.474	M2 I3	161.5460	160.645	ST1I3	160.248
	Promedio :	159.747		Promedio :	159.990	Promedio :	160.907
	SD 1 :	0.277		SD 2 :	0.593	SD 1 :	1.357
M3 I1	160.9370	160.036	M4 I1	161.5370	160.636	ST2I1	160.912
M3 I2	161.3570	160.456	M4 I2	160.3780	159.477	ST2I2	162.156
M3 I3	160.9348	160.033	M4 I3	160.3780	159.477	ST2I3	160.646
	Promedio :	160.175		Promedio :	160.175	Promedio :	161.238
	SD 3 :	0.243		SD 4 :	0.243	SD 2 :	0.8061
Promedio Muestras :		160.022	Promedio ST :		160.910		
Promedio SD :		0.3392	Promedio SD :		1.082		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	39.6476 ppb	M2 I1		39.6000 ppb			
M1 I2	39.5752 ppb	M2 I2		39.5134 ppb			
M1 I3	39.5101 ppb	M2 I3		39.8005 ppb	Promedio ST :	39.6265	
Promedio	39.5776 ppb	Promedio :	39.6380 ppb				
SD	0.0688	SD	0.1473				
M3 I1	39.6494 ppb	M4 I1		39.7983 ppb			
M3 I2	39.7536 ppb	M4 I2		39.5106 ppb			
M3 I3	39.6488 ppb	M4 I3		39.5106 ppb			
Promedio	39.6839 ppb	Promedio :	39.6065 ppb				
SD	0.0603	SD	0.1661				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	39.5776	ppb			% Recuperación	98.1985 %	
M2	39.6380	ppb			Promedio Concentración	39.6265 ppb	
M3	39.6839	ppb			%RSD	0.1149 %	
M4	39.6065	ppb			Concentración Teórica	40.3535 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Paratión	Peso (W ST1)	: 25.2	mg	
N° Lote	LB58890	Peso (W ST2)	: 25.3	mg	
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	25.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991		
		Factor de dilución	: 1.5856		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 5.998175X + 2.173917					
		R2 :	0.999994		
		R :	0.999997		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0110 g	Promedio	:	2.0036 g	
BLANCO 2	2.0120 g	SD	:	0.0050	
M1	2.0111 g				
M2	2.0012 g	Dilución	:	1	
M3	2.0011 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0012 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.858	Blanco 2I1	:	1.785	
Blanco 1I2	1.444	Blanco 2I2	:	1.393	Promedio Blanco : 1.492
Blanco 1I3	1.350	Blanco 2I3	:	1.124	SD : 0.301
Promedio	1.551	Promedio	:	1.434	
SD1	0.270	SD2	:	0.332	
M1 I1	30.029	28.537	M2 I1	:	30.284
					28.792
M1 I2	30.923	29.431	M2 I2	:	30.931
					29.439
M1 I3	30.204	28.712	M2 I3	:	30.275
					28.783
Promedio	:	28.893	Promedio	:	29.004
SD 1	:	0.474	SD 2	:	0.376
					Promedio : 31.433
					SD 1 : 0.446
M3 I1	31.038	29.546	M4 I1	:	30.283
					28.791
M3 I2	30.204	28.712	M4 I2	:	30.173
					28.681
M3 I3	30.026	28.534	M4 I3	:	30.118
					28.626
Promedio	:	28.930	Promedio	:	28.930
SD 3	:	0.540	SD 4	:	0.540
					Promedio : 31.461
					SD 2 : 0.3251
Promedio Muestras :	28.940	Promedio ST :	31.589		
Promedio SD :	0.4827	Promedio SD :	0.385		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.3951 ppb	M2 I1	:	4.4377 ppb	
M1 I2	4.5442 ppb	M2 I2	:	4.5455 ppb	
M1 I3	4.4243 ppb	M2 I3	:	4.4361 ppb	Promedio ST : 4.4527
Promedio	4.4545 ppb	Promedio	:	4.4731 ppb	Promedio SD : 0.0614
SD	0.0790	SD	:	0.0627	
M3 I1	4.5634 ppb	M4 I1	:	4.4375 ppb	
M3 I2	4.4243 ppb	M4 I2	:	4.4191 ppb	
M3 I3	4.3946 ppb	M4 I3	:	4.4100 ppb	
Promedio	4.4608 ppb	Promedio	:	4.4222 ppb	
SD	0.0901	SD	:	0.0140	
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.4545	ppb	% Recuperación	:	88.9720 %
M2	4.4731	ppb	Promedio Concentración	:	4.4527 ppb
M3	4.4608	ppb	%RSD	:	0.4876 %
M4	4.4222	ppb	Concentración Teórica	:	5.0046 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Paratión	Peso (W ST1)	:	25.2	mg		
N° Lote	LB58890	Peso (W ST2)	:	25.3	mg		
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	:	25.25	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991			
		Factor de dilución	:	1.5856			
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 5.998175X + 2.173917							
		R2 :	0.999994				
		R :	0.999997				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0110 g	Promedio	:	2.0041 g			
BLANCO 2	2.0120 g	SD	:	0.0058			
M1	2.0128 g						
M2	2.0012 g	Dilución	:	1			
M3	2.0012 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0012 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	1.858	Blanco 2I1 :	1.785				
Blanco 1I2	1.444	Blanco 2I2 :	1.393		Promedio Blanco :	1.492	
Blanco 1I3	1.350	Blanco 2I3 :	1.124		SD :	0.301	
Promedio	1.551	Promedio :	1.434				
SD1	0.270	SD2	0.332				
M1 I1	244.044	242.552	M2 I1	244.856	243.364	ST1I1	242.906
M1 I2	244.652	243.160	M2 I2	243.566	242.074	ST1I2	242.446
M1 I3	243.444	241.952	M2 I3	243.560	242.068	ST1I3	243.104
Promedio :	242.554	Promedio :	242.502		Promedio :	242.819	
SD 1 :	0.604	SD 2 :	0.747		SD 1 :	0.338	
M3 I1	243.546	242.054	M4 I1	243.748	242.256	ST2I1	245.874
M3 I2	244.654	243.162	M4 I2	243.464	241.972	ST2I2	243.452
M3 I3	244.424	242.932	M4 I3	244.544	243.052	ST2I3	243.856
Promedio :	242.716	Promedio :	242.716		Promedio	244.394	
SD 3 :	0.585	SD 4 :	0.585		SD 2	1.2975	
Promedio Muestras :	242.622	Promedio ST :	244.346				
Promedio SD :	0.6300	Promedio SD :	0.818				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	40.0752 ppb	M2 I1	40.2105 ppb				
M1 I2	40.1765 ppb	M2 I2	39.9955 ppb				
M1 I3	39.9751 ppb	M2 I3	39.9945 ppb		Promedio ST :	40.0748	
Promedio	40.0756 ppb	Promedio :	40.0668 ppb		Promedio SD :	0.1040	
SD	0.1007	SD	0.1245				
M3 I1	39.9921 ppb	M4 I1	40.0258 ppb				
M3 I2	40.1769 ppb	M4 I2	39.9785 ppb				
M3 I3	40.1385 ppb	M4 I3	40.1585 ppb				
Promedio	40.1025 ppb	Promedio :	40.0543 ppb				
SD	0.0975	SD	0.0933				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	40.0756	ppb			% Recuperación	100.0959 %	
M2	40.0668	ppb			Promedio Concentración	40.0748 ppb	
M3	40.1025	ppb			%RSD	0.0510 %	
M4	40.0543	ppb			Concentración Teórica	40.0364 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	: 25.5	mg			
N° Lote	407-62B	Peso (W ST2)	: 25.6	mg			
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	: 25.55	mg			
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.995				
		Factor de dilución	: 0.199				
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.066829X + 1.626420					
		R2 :	0.999981				
		R :	0.999990				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0020 g	Promedio	: 2.0075 g				
BLANCO 2	2.0080 g	SD	: 0.0039				
M1	2.0099 g			Dilución	1		
M2	2.0018 g			Factor de dilución	1		
M3	2.0099 g						
M4	2.0085 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.216	Blanco 2I1	0.382				
Blanco 1I2	0.334	Blanco 2I2	0.274		Promedio Blanco :	0.287	
Blanco 1I3	0.246	Blanco 2I3	0.268		SD :	0.063	
Promedio	0.265	Promedio :	0.308				
SD1	0.061	SD2	0.064				
M1 I1	15.938	15.651	M2 I1	15.839	15.552	ST1I1	15.854
M1 I2	15.267	14.980	M2 I2	15.278	14.991	ST1I2	15.678
M1 I3	15.738	15.451	M2 I3	15.773	15.486	ST1I3	14.544
Promedio :	15.361	Promedio :	15.343		Promedio :	15.359	
SD 1 :	0.345	SD 2 :	0.307		SD 1 :	0.711	
M3 I1	15.338	15.051	M4 I1	14.997	14.710	ST2I1	16.206
M3 I2	15.729	15.442	M4 I2	14.985	14.698	ST2I2	16.076
M3 I3	15.284	14.997	M4 I3	14.947	14.660	ST2I3	16.478
Promedio :	15.164	Promedio :	15.164		Promedio	16.253	
SD 3 :	0.243	SD 4 :	0.243		SD 2	0.2051	
Promedio Muestras :	15.258	Promedio ST :	15.782				
Promedio SD :	0.2842	Promedio SD :	0.458				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.5731 ppb	M2 I1	4.5408 ppb				
M1 I2	4.3543 ppb	M2 I2	4.3579 ppb				
M1 I3	4.5079 ppb	M2 I3	4.5193 ppb		Promedio ST :	4.4062	
Promedio	4.4784 ppb	Promedio :	4.4727 ppb		Promedio SD :	0.0750	
SD	0.1123	SD	0.1000				
M3 I1	4.3775 ppb	M4 I1	4.2663 ppb				
M3 I2	4.5050 ppb	M4 I2	4.2623 ppb				
M3 I3	4.3598 ppb	M4 I3	4.2500 ppb				
Promedio	4.4141 ppb	Promedio :	4.2595 ppb				
SD	0.0792	SD	0.0085				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	4.4784	ppb			% Recuperación	86.6597 %	
M2	4.4727	ppb			Promedio Concentración	4.4062 ppb	
M3	4.4141	ppb			%RSD	2.3152 %	
M4	4.2595	ppb			Concentración Teórica	5.0845 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CAMU-CAMU							
DETERMINACIÓN : METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 40 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	:	25.5	mg		
N° Lote	407-62B	Peso (W ST2)	:	25.6	mg		
%Potencia T 99.5000	%	Promedio ST	:	25.55	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	0.199			
		Ecuación de la Curva de Calibración	:	Y=3.066829X + 1.626420			
		R2	:	0.999981			
		R	:	0.999990			
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0020 g	Promedio	:	2.0072 g			
BLANCO 2	2.0080 g	SD	:	0.0015			
M1	2.0063 g						
M2	2.0082 g	Dilución	:	1			
M3	2.0088 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0056 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.216	Blanco 2I1	0.382				
Blanco 1I2	0.334	Blanco 2I2	0.274	Promedio Blanco	:	0.287	
Blanco 1I3	0.246	Blanco 2I3	0.268	SD	:	0.063	
Promedio	0.265	Promedio	0.308				
SD1	0.061	SD2	0.064				
M1 I1	123.650	123.363	M2 I1	122.876	122.589	ST1I1	122.074
M1 I2	123.856	123.569	M2 I2	122.728	122.441	ST1I2	122.056
M1 I3	123.476	123.189	M2 I3	122.134	121.847	ST1I3	124.384
Promedio	123.374		Promedio	122.293		Promedio	122.838
SD 1	0.190		SD 2	0.393		SD 1	1.339
M3 I1	123.324	123.037	M4 I1	122.856	122.569	ST2I1	122.594
M3 I2	123.876	123.589	M4 I2	122.490	122.203	ST2I2	125.854
M3 I3	123.546	123.259	M4 I3	122.112	121.825	ST2I3	125.886
Promedio	123.295		Promedio	123.295		Promedio	124.778
SD 3	0.278		SD 4	0.278		SD 2	1.8915
Promedio Muestras	123.064		Promedio ST	122.716			
Promedio SD	0.2846		Promedio SD	1.615			
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	39.6947 ppb	M2 I1	39.4423 ppb				
M1 I2	39.7619 ppb	M2 I2	39.3941 ppb				
M1 I3	39.6380 ppb	M2 I3	39.2004 ppb	Promedio ST	:	39.5079	
Promedio	39.6982 ppb	Promedio	39.3456 ppb	Promedio SD	:	0.1005	
SD	0.0620	SD	0.1280				
M3 I1	39.5884 ppb	M4 I1	39.4358 ppb				
M3 I2	39.7684 ppb	M4 I2	39.3165 ppb				
M3 I3	39.6608 ppb	M4 I3	39.1932 ppb				
Promedio	39.6725 ppb	Promedio	39.3152 ppb				
SD	0.0906	SD	0.1213				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	39.6982 ppb			% Recuperación	97.1292 %		
M2	39.3456 ppb			Promedio Concentración	39.5079 ppb		
M3	39.6725 ppb			%RSD	0.5204 %		
M4	39.3152 ppb			Concentración Teórica	40.6756 ppb		

4.5.1.2 Muestras de chirimoya

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CHIRIMOYA							
DETERMINACIÓN : MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5ppb					
MÉTODO : PROPIO							
ESTANDAR							
Nombre	Malatión	Peso (W ST1)	: 25.5	mg			
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	: 25.4	mg			
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	: 25.45				
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991				
		Factor de dilución:	0.1982				
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 4.029185 X + 0.280993					
		R2 :	0.999990				
		R :	0.999995				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0123 g	Promedio	:	2.00825 g			
BLANCO 2	2.0012 g	SD	:	0.0017			
M1	2.0093 g			Dilución	1		
M2	2.0095 g			Factor de dilución	1		
M3	2.0058 g						
M4	2.0084 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 111	1.478	Blanco 211	1.650				
Blanco 112	1.756	Blanco 212	1.650	Promedio Blanco :	1.635		
Blanco 113	1.624	Blanco 213	1.650	SD :	0.070		
medio :	1.619	Promedio	1.650				
:	0.139	SD2	0.000				
M1 I1	20.738	19.104	M2 I1	20.274	18.639	ST111	21.360
M1 I2	20.182	18.547	M2 I2	21.047	19.412	ST112	21.974
M1 I3	20.637	19.002	M2 I3	21.037	19.402	ST113	20.130
Promedio :	18.884	Promedio	:	19.151	Promedio	21.155	
SD 1 :	0.296	SD 2	:	0.443	SD 1	0.939	
M3 I1	21.145	19.510	M4 I1	20.739	19.104	ST211	21.746
M3 I2	20.744	19.109	M4 I2	20.849	19.214	ST212	21.134
M3 I3	20.183	18.548	M4 I3	20.739	19.104	ST213	21.286
Promedio :	19.056	Promedio	:	19.056	Promedio	21.389	
SD 3 :	0.483	SD 4	:	0.483	SD 2	0.3187	
Promedio Muestras :	19.037	Promedio !					21.450
Promedio SD :	0.4266	Promedio					0.629
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.6716 ppb	M2 I1	4.5563 ppb				
M1 I2	4.5335 ppb	M2 I2	4.7482 ppb				
M1 I3	4.6464 ppb	M2 I3	4.7457 ppb	Promedio ST :	4.6603		
Promedio	4.6172 ppb	Promedio	4.6834 ppb	Promedio SD :	0.0798		
SD	0.0735	SD	0.1101				
M3 I1	4.7725 ppb	M4 I1	4.6717 ppb				
M3 I2	4.6730 ppb	M4 I2	4.6990 ppb				
M3 I3	4.5338 ppb	M4 I3	4.6717 ppb				
Promedio	4.6597 ppb	Promedio	4.6808 ppb				
SD	0.1199	SD	0.0158				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	4.6172	ppb			% Recuperación	92.3891 %	
M2	4.6834	ppb	Promedio	Concentración	4.6603 ppb		
M3	4.6597	ppb			%RSD	0.6575 %	
M4	4.6808	ppb			Concentración Teórica	5.0442 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Malatión	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	: 25.4	mg	
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	: 25.45	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991		
		Factor de dilución	: 1.5856		
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 4.029185 X + 0.280993					
		R2 :	0.999990		
		R :	0.999995		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0123 g	Promedio	:	2.0109 g	
BLANCO 2	2.0012 g	SD	:	0.0010	
M1	2.0107 g				
M2	2.0097 g	Dilución	: 1		
M3	2.0110 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0121 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.478	Blanco 2I1	:	1.650	
Blanco 1I2	1.756	Blanco 2I2	:	1.650	Promedio Blanco : 1.635
Blanco 1I3	1.624	Blanco 2I3	:	1.650	SD : 0.070
Promedio	1.619	Promedio	:	1.650	
SD1	0.139	SD2	:	0.000	
M1 I1	159.0560	157.421	M2 I1	159.6560	158.021
M1 I2	159.2840	157.649	M2 I2	159.0840	157.449
M1 I3	159.5660	157.931	M2 I3	159.5440	157.909
	Promedio :	157.667		Promedio :	157.793
	SD 1 :	0.255		SD 2 :	0.303
				Promedio :	160.907
				SD 1 :	1.357
M3 I1	159.8020	158.167	M4 I1	159.6380	158.003
M3 I2	159.6540	158.019	M4 I2	159.8180	158.183
M3 I3	159.5440	157.909	M4 I3	159.6860	158.051
	Promedio :	158.032		Promedio :	158.032
	SD 3 :	0.129		SD 4 :	0.129
				Promedio	161.238
				SD 2	0.8061
Promedio Muestras :		157.881	Promedio ST :		160.910
Promedio SD :		0.2044	Promedio SD :		1.082
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.0005 ppb	M2 I1	39.1494 ppb		
M1 I2	39.0571 ppb	M2 I2	39.0075 ppb		
M1 I3	39.1271 ppb	M2 I3	39.1216 ppb		
Promedio	39.0616 ppb	Promedio :	39.0929 ppb	Promedio ST :	39.1176
SD	0.0634	SD	0.0752	Promedio SD :	0.0485
M3 I1	39.1857 ppb	M4 I1	39.1450 ppb		
M3 I2	39.1489 ppb	M4 I2	39.1896 ppb		
M3 I3	39.1216 ppb	M4 I3	39.1569 ppb		
Promedio	39.1521 ppb	Promedio :	39.1638 ppb		
SD	0.0321	SD	0.0231		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	39.0616	ppb	% Recuperación	96.9373 %	
M2	39.0929	ppb	Promedio Concentración	39.1176 ppb	
M3	39.1521	ppb	%RSD	0.1242 %	
M4	39.1638	ppb	Concentración Teórica	40.3535 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CHIRIMOYA							
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Paration	Peso (W ST1)	:	25.2	mg		
N° Lote	LB8890	Peso (W ST2)	:	25.3	mg		
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	:	25.25	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991			
		Factor de dilución	:	1.5856			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 5.998175X + 2.173917					
		R2	:	0.999994			
		R	:	0.999997			
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0020 g	Promedio	:	2.0045 g			
BLANCO 2	2.0030 g	SD	:	0.0027			
M1	2.0038 g						
M2	2.0028 g	Dilución	:	1			
M3	2.0084 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0028 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 111	2.252	Blanco 211	:	2.544			
Blanco 112	2.274	Blanco 212	:	2.460			
Blanco 113	2.506	Blanco 213	:	2.680			
Promedio	2.344	Promedio	:	2.561			
SD1	0.141	SD2	:	0.111			
M1 I1	29.478	27.025	M2 I1	29.563	27.110	ST11	30.968
M1 I2	29.436	26.984	M2 I2	29.889	27.436	ST112	31.476
M1 I3	29.047	26.594	M2 I3	29.556	27.103	ST113	31.856
Promedio	:	26.868	Promedio	:	27.217	Promedio	31.433
SD 1	:	0.238	SD 2	:	0.190	SD 1	0.446
M3 I1	29.556	27.103	M4 I1	29.774	27.321	ST211	31.744
M3 I2	29.671	27.218	M4 I2	29.948	27.495	ST212	31.106
M3 I3	30.289	27.837	M4 I3	29.637	27.184	ST213	31.534
Promedio	:	27.386	Promedio	:	27.386	Promedio	31.461
SD 3	:	0.394	SD 4	:	0.394	SD 2	0.3251
Promedio Muestras	:	27.214	Promedio ST	:	31.589		
Promedio SD	:	0.3042	Promedio SD	:	0.385		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.1432 ppb	M2 I1	:	4.1573 ppb			
M1 I2	4.1362 ppb	M2 I2	:	4.2117 ppb			
M1 I3	4.0713 ppb	M2 I3	:	4.1562 ppb			
Promedio	4.1169 ppb	Promedio	:	4.1751 ppb			
SD	0.0396	SD	:	0.0317			
M3 I1	4.1562 ppb	M4 I1	:	4.1925 ppb			
M3 I2	4.1753 ppb	M4 I2	:	4.2215 ppb			
M3 I3	4.2784 ppb	M4 I3	:	4.1697 ppb			
Promedio	4.2033 ppb	Promedio	:	4.1946 ppb			
SD	0.0657	SD	:	0.0260			
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	4.1169	ppb			% Recuperación	83.3732 %	
M2	4.1751	ppb			Promedio Concentración	4.1725 ppb	
M3	4.2033	ppb			%RSD	0.9317 %	
M4	4.1946	ppb			Concentración Teórica	5.0046 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Paration	Peso (W ST1)	: 25.2	mg	
N° Lote	LB58890	Peso (W ST2)	: 25.3	mg	
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	: 25.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991		
		Factor de dilución	: 1.5856		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 5.998175X + 2.173917					
		R2 :	0.999994		
		R :	0.999997		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0020 g	Promedio	:	2.0108 g	
BLANCO 2	2.0030 g	SD	:	0.0048	
M1	2.0178 g				
M2	2.0091 g	Dilución	1		
M3	2.0088 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0073 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	2.252	Blanco 2I1	2.544		
Blanco 1I2	2.274	Blanco 2I2	2.460	Promedio Blanco :	2.453
Blanco 1I3	2.506	Blanco 2I3	2.680	SD :	0.126
Promedio	2.344	Promedio	2.561		
SD1	0.141	SD2	0.111		
M1 I1	242.384	239.931	M2 I1	243.964	241.511
M1 I2	242.246	239.793	M2 I2	243.584	241.131
M1 I3	242.490	240.037	M2 I3	243.184	240.731
Promedio :	239.921	Promedio :	241.125	Promedio :	242.819
SD 1 :	0.122	SD 2 :	0.390	SD 1 :	0.338
M3 I1	242.546	240.093	M4 I1	243.564	241.111
M3 I2	242.746	240.293	M4 I2	243.224	240.771
M3 I3	242.424	239.971	M4 I3	243.242	240.789
Promedio :	240.119	Promedio :	240.119	Promedio	244.394
SD 3 :	0.163	SD 4 :	0.163	SD 2	1.2975
Promedio Muestras :	240.321	Promedio ST :	244.346		
Promedio SD :	0.2094	Promedio SD :	0.818		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.6383 ppb	M2 I1	39.9017 ppb		
M1 I2	39.6153 ppb	M2 I2	39.8384 ppb		
M1 I3	39.6560 ppb	M2 I3	39.7717 ppb	Promedio ST :	39.7354
Promedio	39.6365 ppb	Promedio	39.8372 ppb	Promedio SD :	0.0361
SD	0.0204	SD	0.0650		
M3 I1	39.6653 ppb	M4 I1	39.8350 ppb		
M3 I2	39.6986 ppb	M4 I2	39.7783 ppb		
M3 I3	39.6450 ppb	M4 I3	39.7813 ppb		
Promedio	39.6696 ppb	Promedio	39.7982 ppb		
SD	0.0271	SD	0.0319		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	39.6365	ppb	% Recuperación	99.2482 %	
M2	39.8372	ppb	Promedio Concentración	39.7354 ppb	
M3	39.6696	ppb	%RSD	0.2450 %	
M4	39.7982	ppb	Concentración Teórica	40.0364 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN		: METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	:	25.5	mg		
N° Lote	407-62B	Peso (W ST2)	:	25.6	mg		
%Potencia	199.5000 %	Promedio ST	:	25.55	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	0.199			
		Ecuación de la Curva de Calibración	Y=3.066829X + 1.626420				
		R2 :	0.999981				
		R :	0.999990				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0042 g	Promedio	:	2.0088 g			
BLANCO 2	2.0075 g	SD	:	0.0010			
M1	2.0073 g						
M2	2.0096 g	Dilución		1			
M3	2.0087 g	Factor de dilución		1			
M4	2.0094 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.304	Blanco 2I1	0.228				
Blanco 1I2	0.284	Blanco 2I2	0.304		Promedio Blanco :	0.270	
Blanco 1I3	0.256	Blanco 2I3	0.246		SD :	0.032	
Promedio	0.281	Promedio	0.259				
SD1	0.024	SD2	0.040				
M1 I1	14.837	14.567	M2 I1	15.033	14.762	ST1I1	15.854
M1 I2	14.874	14.604	M2 I2	15.036	14.766	ST1I2	15.678
M1 I3	14.993	14.723	M2 I3	15.158	14.888	ST1I3	14.544
	Promedio :	14.631		Promedio :	14.805	Promedio	15.359
	SD 1 :	0.082		SD 2 :	0.071	SD 1	0.711
M3 I1	14.624	14.353	M4 I1	14.884	14.614	ST2I1	16.206
M3 I2	14.763	14.493	M4 I2	14.766	14.496	ST2I2	16.076
M3 I3	14.665	14.395	M4 I3	14.899	14.629	ST2I3	16.478
	Promedio :	14.414		Promedio :	14.414	Promedio	16.253
	SD 3 :	0.072		SD 4 :	0.072	SD 2	0.2051
	Promedio Muestras :	14.566		Promedio ST :	15.782		
	Promedio SD :	0.0740		Promedio SD :	0.458		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.2194 ppb	M2 I1	4.2833 ppb				
M1 I2	4.2315 ppb	M2 I2	4.2843 ppb				
M1 I3	4.2703 ppb	M2 I3	4.3241 ppb		Promedio ST :	4.2327	
Promedio	4.2404 ppb	Promedio :	4.2972 ppb		Promedio SD :	0.0242	
SD	0.0266	SD	0.0233				
M3 I1	4.1499 ppb	M4 I1	4.2347 ppb				
M3 I2	4.1953 ppb	M4 I2	4.1963 ppb				
M3 I3	4.1633 ppb	M4 I3	4.2396 ppb				
Promedio	4.1695 ppb	Promedio :	4.2236 ppb				
SD	0.0233	SD	0.0238				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	4.2404	ppb		% Recuperación	83.2473 %		
M2	4.2972	ppb		Promedio Concentración	4.2327 ppb		
M3	4.1695	ppb		%RSD	1.2427 %		
M4	4.2236	ppb		Concentración Teórica	5.0845 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	407-62B	Peso (W ST2)	: 25.6	mg	
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	: 25.55	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.199		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y=3.066829X + 1.626420					
		R2 :	0.999981		
		R :	0.999990		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0042 g	Promedio	:	2.0066 g	
BLANCO 2	2.0075 g	SD	:	0.0040	
M1	2.0007 g				
M2	2.0074 g	Dilución	1		
M3	2.0098 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0083 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	0.304	Blanco 2I1	0.228		
Blanco 1I2	0.284	Blanco 2I2	0.304	Promedio Blanco :	0.270
Blanco 1I3	0.256	Blanco 2I3	0.246	SD :	0.032
Promedio	0.281	Promedio	0.259		
SD1	0.024	SD2	0.040		
M1 I1	122.542	122.272	M2 I1	121.876	121.606
M1 I2	121.964	121.694	M2 I2	121.728	121.458
M1 I3	121.676	121.406	M2 I3	121.534	121.264
Promedio :	121.790	Promedio :	121.442	Promedio :	122.838
SD 1 :	0.441	SD 2 :	0.172	SD 1 :	1.339
M3 I1	121.264	120.994	M4 I1	121.856	121.586
M3 I2	121.876	121.606	M4 I2	122.230	121.960
M3 I3	122.746	122.476	M4 I3	122.572	122.302
Promedio :	121.692	Promedio :	121.692	Promedio	124.778
SD 3 :	0.745	SD 4 :	0.745	SD 2	1.8915
Promedio Muestras :	121.654	Promedio ST :	122.716		
Promedio SD :	0.5255	Promedio SD :	1.615		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.3388 ppb	M2 I1	39.1216 ppb		
M1 I2	39.1503 ppb	M2 I2	39.0733 ppb		
M1 I3	39.0564 ppb	M2 I3	39.0101 ppb	Promedio ST :	39.1583
Promedio	39.1818 ppb	Promedio :	39.0683 ppb	Promedio SD :	0.1398
SD	0.1438	SD	0.0559		
M3 I1	38.9220 ppb	M4 I1	39.1151 ppb		
M3 I2	39.1216 ppb	M4 I2	39.2370 ppb		
M3 I3	39.4053 ppb	M4 I3	39.3485 ppb		
Promedio	39.1496 ppb	Promedio :	39.2335 ppb		
SD	0.2428	SD	0.1168		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	39.1818	ppb	% Recuperación	96.2698 %	
M2	39.0683	ppb	Promedio Concentración	39.1583 ppb	
M3	39.1496	ppb	%RSD	0.1768 %	
M4	39.2335	ppb	Concentración Teórica	40.6756 ppb	

4.5.1.3 Muestras de lúcuma

<u>ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS</u>					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5ppb			
MÉTODO : PROPIO					
ESTANDAR					
Nombre	Malatión	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	: 25.4	mg	
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	: 25.45		
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991		
		Factor de dilución:	0.1982		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 4.029185 X + 0.280993			
		R2 :	0.999990		
		R :	0.999995		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0084 g	Promedio	: 2.005975 g		
BLANCO 2	2.0074 g	SD	: 0.0031		
M1	2.0047 g				
M2	2.0092 g	Dilución	1		
M3	2.0077 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0023 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	1.452	Blanco 211	1.496		
Blanco 112	1.456	Blanco 212	1.546		
Blanco 113	1.512	Blanco 213	1.654		
Promedio	: 1.473	Promedio	: 1.565		
SD 1	: 0.034	SD2	: 0.081		
M1 I1	19.028	17.509	M2 I1	19.447	17.928
M1 I2	19.738	18.219	M2 I2	19.028	17.509
M1 I3	19.358	17.839	M2 I3	19.728	18.209
Promedio	: 17.855	Promedio	: 17.882		
SD 1	: 0.355	SD 2	: 0.352		
M3 I1	19.238	17.719	M4 I1	19.778	18.259
M3 I2	19.349	17.830	M4 I2	19.223	17.704
M3 I3	19.553	18.034	M4 I3	19.493	17.974
Promedio	: 17.861	Promedio	: 17.861		
SD 3	: 0.160	SD 4	: 0.160		
Promedio Muestras	: 17.865	Promedio S	: 21.450		
Promedio SD	: 0.2568	Promedio	: 0.629		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.2757 ppb	M2 I1	4.3797 ppb		
M1 I2	4.4519 ppb	M2 I2	4.2757 ppb		
M1 I3	4.3576 ppb	M2 I3	4.4495 ppb		
Promedio	: 4.3618 ppb	Promedio	: 4.3683 ppb		
SD	: 0.0882	SD	: 0.0874		
M3 I1	4.3278 ppb	M4 I1	4.4619 ppb		
M3 I2	4.3554 ppb	M4 I2	4.3241 ppb		
M3 I3	4.4060 ppb	M4 I3	4.3911 ppb		
Promedio	: 4.3631 ppb	Promedio	: 4.3924 ppb		
SD	: 0.0397	SD	: 0.0689		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.3618	ppb	% Recuperación	86.6615 %	
M2	4.3683	ppb	Promedio Concentración	4.3714 ppb	
M3	4.3631	ppb	%RSD	0.3266 %	
M4	4.3924	ppb	Concentración Teórica	5.0442 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CAMU-CAMU							
DETERMINACIÓN : MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Malatión	Peso (W ST1)	:	25.5	mg		
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	:	25.4	mg		
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	:	25.45	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991			
		Factor de dilución	:	1.5856			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 4.029185 X + 0.280993					
		R2 :	0.999990				
		R :	0.999995				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0084 g	Promedio	:	2.0265 g			
BLANCO 2	2.0074 g	SD	:	0.0437			
M1	2.0047 g						
M2	2.0920 g	Dilución	:	1			
M3	2.0036 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0057 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	1.452	Blanco 2I1	:	1.496			
Blanco 1I2	1.456	Blanco 2I2	:	1.546	Promedio Blanco :	1.519	
Blanco 1I3	1.512	Blanco 2I3	:	1.654	SD :	0.057	
Promedio	1.473	Promedio	:	1.565			
SD1	0.034	SD2	:	0.081			
M1 I1	158.4020	156.883	M2 I1	159.4020	157.883	ST1I1	160.006
M1 I2	158.2240	156.705	M2 I2	159.2060	157.687	ST1I2	162.468
M1 I3	158.2020	156.683	M2 I3	159.0680	157.549	ST1I3	160.248
Promedio :	156.757	Promedio :	157.706	Promedio	160.907		
SD 1 :	0.110	SD 2 :	0.168	SD 1	1.357		
M3 I1	159.0040	157.485	M4 I1	158.7660	157.247	ST2I1	160.912
M3 I2	159.9060	158.387	M4 I2	158.7860	157.267	ST2I2	162.156
M3 I3	159.1080	157.589	M4 I3	158.6440	157.125	ST2I3	160.646
Promedio :	157.820	Promedio :	157.820	Promedio	161.238		
SD 3 :	0.493	SD 4 :	0.493	SD 2	0.8061		
Promedio Muestras :	157.526	Promedio ST :	160.910				
Promedio SD :	0.3161	Promedio SD :	1.082				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	38.8668 ppb	M2 I1	:	39.1150 ppb			
M1 I2	38.8227 ppb	M2 I2	:	39.0664 ppb			
M1 I3	38.8172 ppb	M2 I3	:	39.0321 ppb	Promedio ST :	38.9887	
Promedio	38.8356 ppb	Promedio :	39.0712 ppb	Promedio SD :	0.0526		
SD	0.0272	SD	0.0417				
M3 I1	39.0162 ppb	M4 I1	:	38.9572 ppb			
M3 I2	39.2401 ppb	M4 I2	:	38.9621 ppb			
M3 I3	39.0421 ppb	M4 I3	:	38.9269 ppb			
Promedio	39.0995 ppb	Promedio :	38.9487 ppb				
SD	0.1225	SD	0.0191				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	38.8356	ppb			% Recuperación	96.6180 %	
M2	39.0712	ppb			Promedio Concentración	38.9887 ppb	
M3	39.0995	ppb			%RSD	0.3110 %	
M4	38.9487	ppb			Concentración Teórica	40.3535 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : LUCUMA							
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Paration	Peso (W ST1)	:	25.2	mg		
N° Lote	LB588890	Peso (W ST2)	:	25.3	mg		
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	:	25.25	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991			
		Factor de dilución	:	1.5856			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 5.998175X + 2.173917					
		R2 :	0.999994				
		R :	0.999997				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0064 g	Promedio	:	2.0074 g			
BLANCO 2	2.0085 g	SD	:	0.0007			
M1	2.0073 g						
M2	2.0083 g	Dilución		1			
M3	2.0075 g	Factor de dilución		1			
M4	2.0065 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	2.066	Blanco 2I1	2.240				
Blanco 1I2	2.184	Blanco 2I2	2.016	Promedio Blanco :	2.249		
Blanco 1I3	2.164	Blanco 2I3	2.822	SD :	0.240		
Promedio	2.138	Promedio	2.359				
SD1	0.063	SD2	0.416				
M1 I1	28.752	26.503	M2 I1	28.404	26.155	ST1I1	30.968
M1 I2	28.418	26.169	M2 I2	29.370	27.121	ST1I2	31.476
M1 I3	28.004	25.755	M2 I3	28.404	26.155	ST1I3	31.856
	Promedio :	26.143		Promedio :	26.477	Promedio	31.433
	SD 1 :	0.375		SD 2 :	0.558	SD 1	0.446
M3 I1	29.488	27.239	M4 I1	28.400	26.151	ST2I1	31.744
M3 I2	28.688	26.439	M4 I2	29.748	27.499	ST2I2	31.106
M3 I3	29.748	27.499	M4 I3	28.586	26.337	ST2I3	31.534
	Promedio :	27.059		Promedio :	27.059	Promedio	31.461
	SD 3 :	0.552		SD 4 :	0.552	SD 2	0.3251
Promedio Muestras :	26.685			Promedio ST :	31.589		
Promedio SD :	0.5093			Promedio SD :	0.385		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.0561 ppb	M2 I1	3.9981 ppb				
M1 I2	4.0005 ppb	M2 I2	4.1592 ppb				
M1 I3	3.9314 ppb	M2 I3	3.9981 ppb	Promedio ST :	4.0698		
Promedio	3.9960 ppb	Promedio :	4.0518 ppb	Promedio SD :	0.0923		
SD	0.0625	SD	0.0930				
M3 I1	4.1788 ppb	M4 I1	3.9975 ppb				
M3 I2	4.0455 ppb	M4 I2	4.2222 ppb				
M3 I3	4.2222 ppb	M4 I3	4.0285 ppb				
Promedio	4.1488 ppb	Promedio :	4.0827 ppb				
SD	0.0921	SD	0.1218				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	3.9960	ppb			% Recuperación	81.3227 %	
M2	4.0518	ppb			Promedio Concentración	4.0698 ppb	
M3	4.1488	ppb			%RSD	1.5657 %	
M4	4.0827	ppb			Concentración Teórica	5.0046 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Paration	Peso (W ST1)	: 25.2	mg	
N° Lote	LB588890	Peso (W ST2)	: 25.3	mg	
%Potencia T	99.1000 %	Promedio ST	: 25.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991		
		Factor de dilución	: 1.5856		
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 5.998175X + 2.173917					
		R2 :	0.999994		
		R :	0.999997		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0064 g	Promedio	:	2.0188 g	
BLANCO 2	2.0085 g	SD	:	0.0028	
M1	2.0223 g				
M2	2.0182 g	Dilución	1		
M3	2.0192 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0154 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	2.066	Blanco 2I1	2.240		
Blanco 1I2	2.184	Blanco 2I2	2.016	Promedio Blanco :	2.249
Blanco 1I3	2.164	Blanco 2I3	2.822	SD :	0.240
Promedio	2.138	Promedio	2.359		
SD1	0.063	SD2	0.416		
M1 I1	242.964	240.715	M2 I1	241.364	239.115
M1 I2	242.456	240.207	M2 I2	241.544	239.295
M1 I3	242.476	240.227	M2 I3	241.014	238.765
Promedio :	240.383	Promedio :	239.059	Promedio :	242.819
SD 1 :	0.288	SD 2 :	0.270	SD 1 :	0.338
M3 I1	242.704	240.455	M4 I1	241.748	239.499
M3 I2	242.654	240.405	M4 I2	241.472	239.223
M3 I3	242.724	240.475	M4 I3	241.524	239.275
Promedio :	240.445	Promedio :	240.445	Promedio :	244.394
SD 3 :	0.036	SD 4 :	0.036	SD 2 :	1.2975
Promedio Muestras :	240.083	Promedio ST :	244.346		
Promedio SD :	0.1573	Promedio SD :	0.818		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.7690 ppb	M2 I1	39.5023 ppb		
M1 I2	39.6843 ppb	M2 I2	39.5323 ppb		
M1 I3	39.6876 ppb	M2 I3	39.4439 ppb	Promedio ST :	39.6172
Promedio	39.7136 ppb	Promedio :	39.4928 ppb	Promedio SD :	0.0308
SD	0.0480	SD	0.0449		
M3 I1	39.7257 ppb	M4 I1	39.5663 ppb		
M3 I2	39.7173 ppb	M4 I2	39.5203 ppb		
M3 I3	39.7290 ppb	M4 I3	39.5289 ppb		
Promedio	39.7240 ppb	Promedio :	39.5385 ppb		
SD	0.0060	SD	0.0245		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	39.7136	ppb	% Recuperación	98.9530 %	
M2	39.4928	ppb	Promedio Concentración	39.6172 ppb	
M3	39.7240	ppb	%RSD	0.3000 %	
M4	39.5385	ppb	Concentración Teórica	40.0364 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	407-62B	Peso (W ST2)	: 25.6	mg	
%Potencia T 99.5000	%	Promedio ST	: 25.55	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.199		
		Ecuación de la Curva de Calibración	: Y=3.066829X + 1.626420		
		R2	: 0.999981		
		R	: 0.999990		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0074 g	Promedio	:	2.0057 g	
BLANCO 2	2.0054 g	SD	:	0.0033	
M1	2.0009 g				
M2	2.0075 g	Dilución			1
M3	2.0058 g	Factor de dilución			1
M4	2.0084 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	0.084	Blanco 2I1	0.068		
Blanco 1I2	0.046	Blanco 2I2	0.036	Promedio Blanco	: 0.062
Blanco 1I3	0.090	Blanco 2I3	0.048	SD	: 0.020
Promedio	0.073	Promedio	0.051		
SD1	0.024	SD2	0.016		
M1 I1	14.010	13.948	M2 I1	14.057	13.995
M1 I2	14.038	13.976	M2 I2	14.183	14.121
M1 I3	14.058	13.996	M2 I3	14.176	14.114
	Promedio	: 13.973		Promedio	: 14.077
	SD 1	: 0.024		SD 2	: 0.071
				Promedio	: 15.359
				SD 1	: 0.711
M3 I1	14.187	14.125	M4 I1	14.263	14.201
M3 I2	14.294	14.232	M4 I2	14.385	14.323
M3 I3	14.279	14.217	M4 I3	14.476	14.414
	Promedio	: 14.191		Promedio	: 14.191
	SD 3	: 0.058		SD 4	: 0.058
				Promedio	: 16.253
				SD 2	: 0.2051
Promedio Muestras	: 14.108			Promedio ST	: 15.782
Promedio SD	: 0.0527			Promedio SD	: 0.458
CÁLCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.0178 ppb	M2 I1	4.0330 ppb		
M1 I2	4.0267 ppb	M2 I2	4.0741 ppb		
M1 I3	4.0335 ppb	M2 I3	4.0718 ppb	Promedio ST	: 4.0798
Promedio	4.0260 ppb	Promedio	4.0596 ppb	Promedio SD	: 0.0212
SD	0.0079	SD	0.0231		
M3 I1	4.0754 ppb	M4 I1	4.1002 ppb		
M3 I2	4.1103 ppb	M4 I2	4.1400 ppb		
M3 I3	4.1053 ppb	M4 I3	4.1696 ppb		
Promedio	4.0970 ppb	Promedio	4.1366 ppb		
SD	0.0189	SD	0.0348		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.0260	ppb		% Recuperación	80.2407 %
M2	4.0596	ppb		Promedio Concentración	4.0798 ppb
M3	4.0970	ppb		%RSD	1.1693 %
M4	4.1366	ppb		Concentración Teórica	5.0845 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	407-62B	Peso (W ST2)	: 25.6	mg	
%Potencia T 99.5000	%	Promedio ST	: 25.55	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.199		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.066829X + 1.626420			
		R2 :	0.999981		
		R :	0.999990		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0074 g	Promedio	:	2.0036 g	
BLANCO 2	2.0054 g	SD	:	0.0031	
M1	2.0043 g				
M2	2.0022 g	Dilución		1	
M3	2.0003 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0075 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	0.084	Blanco 2I1	0.068		
Blanco 1I2	0.046	Blanco 2I2	0.036	Promedio Blanco :	0.062
Blanco 1I3	0.090	Blanco 2I3	0.048	SD :	0.020
Promedio	0.073	Promedio	0.051		
SD1	0.024	SD2	0.016		
M1 I1	120.458	120.396	M2 I1	121.876	121.814
M1 I2	120.564	120.502	M2 I2	121.478	121.416
M1 I3	120.056	119.994	M2 I3	121.134	121.072
	Promedio :	120.297		Promedio :	121.434
	SD 1 :	0.268		SD 2 :	0.371
				Promedio :	122.838
				SD 1 :	1.339
M3 I1	120.004	119.942	M4 I1	121.856	121.794
M3 I2	120.876	120.814	M4 I2	121.566	121.504
M3 I3	120.564	120.502	M4 I3	121.112	121.050
	Promedio :	120.419		Promedio :	120.419
	SD 3 :	0.442		SD 4 :	0.442
				Promedio	124.778
				SD 2	1.8915
Promedio Muestras :	120.643			Promedio ST :	122.716
Promedio SD :	0.3807			Promedio SD :	1.615
CÁLCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.7272 ppb	M2 I1	39.1895 ppb		
M1 I2	38.7617 ppb	M2 I2	39.0598 ppb		
M1 I3	38.5961 ppb	M2 I3	38.9476 ppb	Promedio ST :	38.8915
Promedio	38.6950 ppb	Promedio :	39.0656 ppb	Promedio SD :	0.1187
SD	0.0874	SD	0.1211		
M3 I1	38.5791 ppb	M4 I1	39.1830 ppb		
M3 I2	38.8635 ppb	M4 I2	39.0884 ppb		
M3 I3	38.7617 ppb	M4 I3	38.9404 ppb		
Promedio	38.7348 ppb	Promedio :	39.0706 ppb		
SD	0.1441	SD	0.1223		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	38.6950	ppb		% Recuperación	95.6138 %
M2	39.0656	ppb		Promedio Concentración	38.8915 ppb
M3	38.7348	ppb		%RSD	0.5261 %
M4	39.0706	ppb		Concentración Teórica	40.6756 ppb

4.5.2 SPE C18

4.5.2.1 Muestras de camu camu

<u>ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS</u>					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5ppb			
MÉTODO : PROPIO					
ESTANDAR					
Nombre	Malatión	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	: 25.4	mg	
%Potencia T	99.1000 %	Promedio ST	: 25.45		
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991		
		Factor de dilución:	0.1982		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 4.029185 X + 0.280993					
		R2 :	0.999990		
		R :	0.999995		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0062 g	Promedio	:	2.014475 g	
BLANCO 2	2.0083 g	SD	:	0.0034	
M1	2.0192 g				
M2	2.0122 g	Dilución	1		
M3	2.0119 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0146 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	2.066	Blanco 2I1	2.056		
Blanco 1I2	2.072	Blanco 2I2	2.224	Promedio Blanco	: 2.143
Blanco 1I3	2.246	Blanco 2I3	2.196	SD	: 0.096
Promedio	2.128	Promedio	2.159		
SD1	0.102	SD2	0.090		
M1 I1	19.078	16.935	M2 I1	19.566	17.423
M1 I2	19.072	16.929	M2 I2	19.728	17.585
M1 I3	19.544	17.401	M2 I3	19.884	17.741
Promedio	17.088	Promedio	17.583	Promedio	21.155
SD 1	0.271	SD 2	0.159	SD 1	0.939
M3 I1	19.672	17.529	M4 I1	19.226	17.083
M3 I2	19.648	17.505	M4 I2	19.202	17.059
M3 I3	19.326	17.183	M4 I3	19.470	17.327
Promedio	17.405	Promedio	17.405	Promedio	21.389
SD 3	0.193	SD 4	0.193	SD 2	0.3187
Promedio Muestras	17.370	Promedio ST	21.450		
Promedio SD	0.2041	Promedio SD	0.629		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.1333 ppb	M2 I1	4.2544 ppb		
M1 I2	4.1318 ppb	M2 I2	4.2946 ppb		
M1 I3	4.2489 ppb	M2 I3	4.3333 ppb	Promedio ST	: 4.2259
Promedio	4.1713 ppb	Promedio	4.2941 ppb	Promedio SD	: 0.0479
SD	0.0672	SD	0.0395		
M3 I1	4.2807 ppb	M4 I1	4.1700 ppb		
M3 I2	4.2747 ppb	M4 I2	4.1640 ppb		
M3 I3	4.1948 ppb	M4 I3	4.2306 ppb		
Promedio	4.2501 ppb	Promedio	4.1882 ppb		
SD	0.0480	SD	0.0368		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.1713	ppb	% Recuperación	83.7778 %	
M2	4.2941	ppb	Promedio Concentración	4.2259 ppb	
M3	4.2501	ppb	%RSD	1.3411 %	
M4	4.1882	ppb	Concentración Teórica	5.0442 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Malatión	Peso (W ST1)	:	25.5	mg		
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	:	25.4	mg		
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST		25.45	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991			
		Factor de dilución	:	1.5856			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 4.029185 X + 0.280993					
		R2 :	0.999990				
		R :	0.999995				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0062 g	Promedio	:	2.0140 g			
BLANCO 2	2.0083 g	SD	:	0.0027			
M1	2.0134 g						
M2	2.0174 g	Dilución				1	
M3	2.0142 g	Factor de dilución				1	
M4	2.0108 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	2.066	Blanco 2I1	2.056				
Blanco 1I2	2.072	Blanco 2I2	2.224			Promedio Blanco :	2.143
Blanco 1I3	2.246	Blanco 2I3	2.196			SD :	0.096
Promedio	2.128	Promedio	2.159				
SD1	0.102	SD2	0.090				
M1 I1	158.0560	155.913	M2 I1	157.6560	155.513	ST11	160.006
M1 I2	158.2840	156.141	M2 I2	156.0840	153.941	ST12	162.468
M1 I3	158.5660	156.423	M2 I3	158.2680	156.125	ST13	160.248
	Promedio :	156.159		Promedio :	155.193	Promedio	160.907
	SD 1 :	0.255		SD 2 :	1.127	SD 1	1.357
M3 I1	158.0560	155.913	M4 I1	159.6380	157.495	ST21	160.912
M3 I2	157.6540	155.511	M4 I2	158.0380	155.895	ST22	162.156
M3 I3	159.4560	157.313	M4 I3	159.2560	157.113	ST23	160.646
	Promedio :	156.245		Promedio :	156.245	Promedio	161.238
	SD 3 :	0.946		SD 4 :	0.946	SD 2	0.8061
Promedio Muestras :		155.961	Promedio ST :		160.910		
Promedio SD :		0.8185	Promedio SD :		1.082		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	38.6261 ppb	M2 I1	38.5268 ppb				
M1 I2	38.6827 ppb	M2 I2	38.1367 ppb				
M1 I3	38.7527 ppb	M2 I3	38.6787 ppb			Promedio ST :	38.6745
Promedio	38.6871 ppb	Promedio :	38.4474 ppb			Promedio SD :	0.1963
SD	0.0634	SD	0.2796				
M3 I1	38.6261 ppb	M4 I1	39.0187 ppb				
M3 I2	38.5263 ppb	M4 I2	38.6216 ppb				
M3 I3	38.9736 ppb	M4 I3	38.9239 ppb				
Promedio	38.7087 ppb	Promedio :	38.8548 ppb				
SD	0.2348	SD	0.2074				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	38.6871	ppb	% Recuperación		95.8392 %		
M2	38.4474	ppb	Promedio	Concentración	38.6745 ppb		
M3	38.7087	ppb	%RSD		0.4362 %		
M4	38.8548	ppb	Concentración Teórica		40.3535 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CAMU-CAMU							
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Paratión	Peso (W ST1)	:	25.2	mg		
N° Lote	LB58890	Peso (W ST2)	:	25.3	mg		
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST		25.25	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991			
		Factor de dilución	:	1.5856			
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 5.998175X + 2.173917							
		R2 :	0.999994				
		R :	0.999997				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0113 g	Promedio	:	2.0014 g			
BLANCO 2	2.0102 g	SD	:	0.0002			
M1	2.0013 g						
M2	2.0015 g	Dilución		1			
M3	2.0012 g	Factor de dilución		1			
M4	2.0017 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 111	2.764	Blanco 211		3.052			
Blanco 112	2.852	Blanco 212		2.804	Promedio Blanco :	2.906	
Blanco 113	3.254	Blanco 213		2.708	SD :	0.219	
Promedio	2.957	Promedio		2.855			
SD1	0.261	SD2		0.178			
M1 I1	28.874	25.968	M2 I1	28.254	25.348	ST111	30.968
M1 I2	28.452	25.546	M2 I2	28.456	25.550	ST112	31.476
M1 I3	28.652	25.746	M2 I3	28.854	25.948	ST113	31.856
Promedio :	25.754		Promedio :	25.616		Promedio :	31.433
SD 1 :	0.211		SD 2 :	0.305		SD 1	0.446
M3 I1	28.254	25.348	M4 I1	28.652	25.746	ST211	31.744
M3 I2	28.652	25.746	M4 I2	28.054	25.148	ST212	31.106
M3 I3	28.256	25.350	M4 I3	28.476	25.570	ST213	31.534
Promedio :	25.482		Promedio :	25.482		Promedio :	31.461
SD 3 :	0.229		SD 4 :	0.229		SD 2	0.3251
Promedio Muestras :	25.583		Promedio ST :			31.589	
Promedio SD :	0.2437		Promedio SD :			0.385	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	3.9669 ppb	M2 I1		3.8636 ppb			
M1 I2	3.8966 ppb	M2 I2		3.8973 ppb			
M1 I3	3.9299 ppb	M2 I3		3.9636 ppb	Promedio ST :	3.9030	
Promedio	3.9312 ppb	Promedio :		3.9081 ppb	Promedio SD :	0.0439	
SD	0.0352	SD		0.0509			
M3 I1	3.8636 ppb	M4 I1		3.9299 ppb			
M3 I2	3.9299 ppb	M4 I2		3.8302 ppb			
M3 I3	3.8639 ppb	M4 I3		3.9006 ppb			
Promedio	3.8858 ppb	Promedio :		3.8869 ppb			
SD	0.0382	SD		0.0512			
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	3.9312	ppb			% Recuperación	77.9892 %	
M2	3.9081	ppb			Promedio Concentración	3.9030 ppb	
M3	3.8858	ppb			%RSD	0.5482 %	
M4	3.8869	ppb			Concentración Teórica	5.0046 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Paratión	Peso (W ST1)	:	25.2	mg		
N° Lote	LB58890	Peso (W ST2)	:	25.3	mg		
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	:	25.25	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991			
		Factor de dilución	:	1.5856			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 5.998175X + 2.173917					
		R2 :	0.999994				
		R :	0.999997				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0113 g	Promedio	:	2.0052 g			
BLANCO 2	2.0102 g	SD	:	0.0031			
M1	2.0035 g						
M2	2.0017 g	Dilución	:	1			
M3	2.0083 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0073 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	2.764	Blanco 2I1	:	3.052			
Blanco 1I2	2.852	Blanco 2I2	:	2.804			
Blanco 1I3	3.254	Blanco 2I3	:	2.708			
Promedio	2.957	Promedio	:	2.855			
SD1	0.261	SD2	:	0.178			
M1 I1	243.458	240.552	M2 I1	242.344	239.438	ST1I1	242.906
M1 I2	243.854	240.948	M2 I2	242.964	240.058	ST1I2	242.446
M1 I3	243.652	240.746	M2 I3	242.052	239.146	ST1I3	243.104
Promedio :	240.749	Promedio :	239.548	Promedio	242.819	SD 1	0.338
SD 1 :	0.198	SD 2 :	0.466				
M3 I1	243.854	240.948	M4 I1	242.128	239.222	ST2I1	245.874
M3 I2	243.264	240.358	M4 I2	242.256	239.350	ST2I2	243.452
M3 I3	243.074	240.168	M4 I3	242.056	239.150	ST2I3	243.856
Promedio :	240.492	Promedio :	240.492	Promedio	244.394	SD 2	1.2975
SD 3 :	0.407	SD 4 :	0.407				
Promedio Muestras :	240.320	Promedio ST :	244.346				
Promedio SD :	0.3693	Promedio SD :	0.818				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	39.7418 ppb	M2 I1	:	39.5561 ppb			
M1 I2	39.8078 ppb	M2 I2	:	39.6595 ppb			
M1 I3	39.7742 ppb	M2 I3	:	39.5074 ppb			
Promedio	39.7746 ppb	Promedio :	39.5743 ppb	Promedio ST :	39.6510	Promedio SD :	0.0488
SD	0.0330	SD	0.0776				
M3 I1	39.8078 ppb	M4 I1	:	39.5201 ppb			
M3 I2	39.7095 ppb	M4 I2	:	39.5414 ppb			
M3 I3	39.6778 ppb	M4 I3	:	39.5081 ppb			
Promedio	39.7317 ppb	Promedio :	39.5232 ppb				
SD	0.0678	SD	0.0169				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	39.7746	ppb			% Recuperación	99.0373 %	
M2	39.5743	ppb			Promedio Concentración	39.6510 ppb	
M3	39.7317	ppb			%RSD	0.3054 %	
M4	39.5232	ppb			Concentración Teórica	40.0364 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN		: METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	:	25.5	mg		
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	:	25.6	mg		
%Potencia	199.5000 %	Promedio ST	:	25.55	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	0.199			
		Ecuación de la Curva de Calibración	Y=3.066829X + 1.626420				
		R2 :	0.999981				
		R :	0.999990				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0064 g	Promedio	:	2.0041 g			
BLANCO 2	2.0092 g	SD	:	0.0023			
M1	2.0018 g						
M2	2.0042 g	Dilución				1	
M3	2.0073 g	Factor de dilución	:			1	
M4	2.0032 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.406	Blanco 2I1	0.566				
Blanco 1I2	0.546	Blanco 2I2	0.546			Promedio Blanco :	0.524
Blanco 1I3	0.512	Blanco 2I3	0.566			SD :	0.042
Promedio	0.488	Promedio	0.559				
SD1	0.073	SD2	0.012				
M1 I1	14.856	14.332	M2 I1	14.870	14.346	ST1I1	15.854
M1 I2	14.652	14.128	M2 I2	14.852	14.328	ST1I2	15.678
M1 I3	14.476	13.952	M2 I3	14.072	13.548	ST1I3	14.544
	Promedio :	14.138		Promedio :	14.074	Promedio	15.359
	SD 1 :	0.190		SD 2 :	0.456	SD 1	0.711
M3 I1	14.784	14.260	M4 I1	14.566	14.042	ST2I1	16.206
M3 I2	14.274	13.750	M4 I2	14.124	13.600	ST2I2	16.076
M3 I3	14.728	14.204	M4 I3	14.946	14.422	ST2I3	16.478
	Promedio :	14.072		Promedio :	14.072	Promedio	16.253
	SD 3 :	0.280		SD 4 :	0.280	SD 2	0.2051
	Promedio Muestras :	14.089		Promedio ST :	15.782		
	Promedio SD :	0.3013		Promedio SD :	0.458		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	4.1430 ppb	M2 I1	4.1476 ppb				
M1 I2	4.0765 ppb	M2 I2	4.1417 ppb				
M1 I3	4.0191 ppb	M2 I3	3.8874 ppb			Promedio ST :	4.0595
Promedio	4.0795 ppb	Promedio	4.0589 ppb			Promedio SD :	0.1090
SD	0.0620	SD	0.1486				
M3 I1	4.1195 ppb	M4 I1	4.0485 ppb				
M3 I2	3.9532 ppb	M4 I2	3.9043 ppb				
M3 I3	4.1013 ppb	M4 I3	4.1724 ppb				
Promedio	4.0580 ppb	Promedio	4.0417 ppb				
SD	0.0912	SD	0.1341				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	4.0795	ppb		% Recuperación	79.8423 %		
M2	4.0589	ppb		Promedio Concentración	4.0595 ppb		
M3	4.0580	ppb		%RSD	0.3817 %		
M4	4.0417	ppb		Concentración Teórica	5.0845 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	: 25.6	mg	
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	: 25.55	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.199		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.066829X + 1.626420			
		R2 :	0.999981		
		R :	0.999990		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0064 g	Promedio	:	2.0076 g	
BLANCO 2	2.0092 g	SD	:	0.0018	
M1	2.0052 g				
M2	2.0095 g	Dilución	1		
M3	2.0084 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0073 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	0.406	Blanco 2I1	0.566		
Blanco 1I2	0.546	Blanco 2I2	0.546	Promedio Blanco :	0.524
Blanco 1I3	0.512	Blanco 2I3	0.566	SD :	0.042
Promedio	0.488	Promedio	0.559		
SD1	0.073	SD2	0.012		
M1 I1	121.044	120.520	M2 I1	122.206	121.682
M1 I2	121.054	120.530	M2 I2	122.207	121.683
M1 I3	121.112	120.588	M2 I3	122.326	121.802
Promedio :	120.546	Promedio :	121.723	Promedio :	122.838
SD 1 :	0.037	SD 2 :	0.069	SD 1 :	1.339
M3 I1	121.148	120.624	M4 I1	122.054	121.530
M3 I2	121.178	120.654	M4 I2	122.690	122.166
M3 I3	121.104	120.580	M4 I3	122.644	122.120
Promedio :	120.620	Promedio :	120.620	Promedio	124.778
SD 3 :	0.037	SD 4 :	0.037	SD 2	1.8915
Promedio Muestras :	120.877	Promedio ST :		122.716	
Promedio SD :	0.0450	Promedio SD :		1.615	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.7677 ppb	M2 I1	39.1466 ppb		
M1 I2	38.7710 ppb	M2 I2	39.1469 ppb		
M1 I3	38.7899 ppb	M2 I3	39.1857 ppb	Promedio ST :	38.9916
Promedio	38.7762 ppb	Promedio :	39.1597 ppb	Promedio SD :	0.0406
SD	0.0120	SD	0.0225		
M3 I1	38.8015 ppb	M4 I1	39.0970 ppb		
M3 I2	38.8114 ppb	M4 I2	39.3044 ppb		
M3 I3	38.7873 ppb	M4 I3	39.2894 ppb		
Promedio	38.8000 ppb	Promedio :	39.2303 ppb		
SD	0.0121	SD	0.1156		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	38.7762	ppb	% Recuperación	95.8598 %	
M2	39.1597	ppb	Promedio Concentración	38.9916 ppb	
M3	38.8000	ppb	%RSD	0.6075 %	
M4	39.2303	ppb	Concentración Teórica	40.6756 ppb	

4.5.2.2 Muestras de chirimoya

<u>ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS</u>					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5ppb			
MÉTODO : PROPIO					
ESTANDAR					
Nombre	MalatiÓN	Peso (W ST1)	:	25.5	mg
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	:	25.4	mg
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	:	25.45	mg
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991	
		Factor de dilución:		0.1982	
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 4.029185 X + 0.280993			
		R2 :		0.999990	
		R :		0.999995	
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0083 g	Promedio	:	2.005275 g	
BLANCO 2	2.0037 g	SD	:	0.0029	
M1	2.0092 g				
M2	2.0043 g	Dilución		1	
M3	2.0053 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0023 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.934	Blanco 2I1		1.960	
Blanco 1I2	1.860	Blanco 2I2		1.852	Promedio Blanco : 1.910
Blanco 1I3	1.890	Blanco 2I3		1.964	SD : 0.050
medio :	1.895	Promedio		1.925	
:	0.037	SD2		0.064	
M1 I1	18.944	17.034	M2 I1	18.852	16.942
M1 I2	18.872	16.962	M2 I2	19.074	17.164
M1 I3	19.404	17.494	M2 I3	18.988	17.078
Promedio :	17.163	Promedio	:	17.061	Promedio :
SD 1 :	0.289	SD 2	:	0.112	SD 1 :
M3 I1	18.945	17.035	M4 I1	18.134	16.224
M3 I2	19.014	17.104	M4 I2	18.176	16.266
M3 I3	19.344	17.434	M4 I3	19.210	17.300
Promedio :	17.191	Promedio :		17.191	Promedio :
SD 3 :	0.213	SD 4 :		0.213	SD 2 :
					0.3187
Promedio Muestras :	17.152	Promedio ST		21.450	
Promedio SD :	0.2067	Promedio SD		0.629	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.1579 ppb	M2 I1		4.1351 ppb	
M1 I2	4.1400 ppb	M2 I2		4.1902 ppb	
M1 I3	4.2721 ppb	M2 I3		4.1688 ppb	Promedio ST : 4.1502
Promedio	4.1900 ppb	Promedio		4.1647 ppb	Promedio SD : 0.0759
SD	0.0716	SD		0.0278	
M3 I1	4.1582 ppb	M4 I1		3.9569 ppb	
M3 I2	4.1753 ppb	M4 I2		3.9673 ppb	
M3 I3	4.2572 ppb	M4 I3		4.2239 ppb	
Promedio	4.1969 ppb	Promedio		4.0494 ppb	
SD	0.0529	SD		0.1513	
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.1900	ppb		% Recuperación	82.2776 %
M2	4.1647	ppb		Promedio Concentración	4.1502 ppb
M3	4.1969	ppb		%RSD	1.6543 %
M4	4.0494	ppb		Concentración Teórica	5.0442 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	MalatiÓN	Peso (W ST1)	:	25.5	mg
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	:	25.4	mg
%Potencia T99.1000	%	Promedio ST	:	25.45	mg
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991	
		Factor de dilución	:	1.5856	
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 4.029185 X + 0.280993			
		R2 :	0.999990		
		R :	0.999995		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0083 g	Promedio	:	2.0193 g	
BLANCO 2	2.0037 g	SD	:	0.0019	
M1	2.0218 g				
M2	2.0172 g	Dilución			1
M3	2.0192 g	Factor de dilución			1
M4	2.0189 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.934	Blanco 2I1	1.960		
Blanco 1I2	1.860	Blanco 2I2	1.852	Promedio Blanco :	1.910
Blanco 1I3	1.890	Blanco 2I3	1.964	SD :	0.050
Promedio	1.895	Promedio	1.925		
SD1	0.037	SD2	0.064		
M1 I1	157.0560	155.146	M2 I1	157.9560	156.046
M1 I2	156.6840	154.774	M2 I2	156.9120	155.002
M1 I3	156.3660	154.456	M2 I3	158.1340	156.224
	Promedio :	154.792		Promedio :	155.757
	SD 1 :	0.345		SD 2 :	0.660
				Promedio :	160.907
				SD 1 :	1.357
M3 I1	156.8560	154.946	M4 I1	157.6380	155.728
M3 I2	157.6540	155.744	M4 I2	159.1200	157.210
M3 I3	157.4560	155.546	M4 I3	158.6880	156.778
	Promedio :	155.412		Promedio :	155.412
	SD 3 :	0.416		SD 4 :	0.416
				Promedio :	161.238
				SD 2 :	0.8061
Promedio Muestras :		155.343	Promedio ST :		160.910
Promedio SD :		0.4591	Promedio SD :		1.082
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.4358 ppb	M2 I1	38.6592 ppb		
M1 I2	38.3435 ppb	M2 I2	38.4001 ppb		
M1 I3	38.2646 ppb	M2 I3	38.7034 ppb	Promedio ST :	38.5568
Promedio	38.3480 ppb	Promedio :	38.5875 ppb	Promedio SD :	0.1355
SD	0.0857	SD	0.1638		
M3 I1	38.3862 ppb	M4 I1	38.5803 ppb		
M3 I2	38.5842 ppb	M4 I2	38.9481 ppb		
M3 I3	38.5351 ppb	M4 I3	38.8409 ppb		
Promedio	38.5018 ppb	Promedio :	38.7897 ppb		
SD	0.1031	SD	0.1892		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	38.3480 ppb			% Recuperación	95.5475 %
M2	38.5875 ppb			Promedio Concentración	38.5568 ppb
M3	38.5018 ppb			%RSD	0.4779 %
M4	38.7897 ppb			Concentración Teórica	40.3535 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Paration	Peso (W ST1)	: 25.2	mg	
N° Lote	LB58890	Peso (W ST2)	: 25.3	mg	
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	: 25.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991		
		Factor de dilución	: 1.5856		
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 5.998175X + 2.173917					
		R2 :	0.999994		
		R :	0.999997		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0110 g	Promedio	:	2.0168 g	
BLANCO 2	2.0109 g	SD	:	0.0040	
M1	2.0182 g				
M2	2.0152 g	Dilución		1	
M3	2.0123 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0216 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	2.126	Blanco 2I1	2.764		
Blanco 1I2	2.048	Blanco 2I2	2.856	Promedio Blanco :	2.374
Blanco 1I3	2.304	Blanco 2I3	2.144	SD :	0.259
Promedio	2.159	Promedio	2.588		
SD1	0.131	SD2	0.387		
M1 I1	28.094	25.720	M2 I1	28.240	25.866
M1 I2	28.054	25.680	M2 I2	28.056	25.682
M1 I3	28.204	25.830	M2 I3	28.014	25.640
	Promedio :	25.744		Promedio :	25.730
	SD 1 :	0.078		SD 2 :	0.120
				Promedio :	31.433
				SD 1 :	0.446
M3 I1	28.266	25.892	M4 I1	28.566	26.192
M3 I2	28.484	26.110	M4 I2	28.544	26.170
M3 I3	28.440	26.066	M4 I3	28.406	26.032
	Promedio :	26.023		Promedio :	26.023
	SD 3 :	0.115		SD 4 :	0.115
				Promedio :	31.461
				SD 2 :	0.3251
Promedio Muestras :	25.880			Promedio ST :	31.589
Promedio SD :	0.1071			Promedio SD :	0.385
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.9256 ppb	M2 I1	3.9499 ppb		
M1 I2	3.9189 ppb	M2 I2	3.9193 ppb		
M1 I3	3.9439 ppb	M2 I3	3.9123 ppb	Promedio ST :	3.9567
Promedio	3.9295 ppb	Promedio :	3.9272 ppb	Promedio SD :	0.0167
SD	0.0129	SD	0.0200		
M3 I1	3.9543 ppb	M4 I1	4.0043 ppb		
M3 I2	3.9906 ppb	M4 I2	4.0006 ppb		
M3 I3	3.9833 ppb	M4 I3	3.9775 ppb		
Promedio	3.9761 ppb	Promedio :	3.9942 ppb		
SD	0.0192	SD	0.0145		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	3.9295	ppb		% Recuperación	79.0623 %
M2	3.9272	ppb		Promedio Concentración	3.9567 ppb
M3	3.9761	ppb		%RSD	0.8497 %
M4	3.9942	ppb		Concentración Teórica	5.0046 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Paration	Peso (W ST1)	: 25.2	mg	
N° Lote	LB58890	Peso (W ST2)	: 25.3	mg	
%Potencia T99.1000	%	Promedio ST	: 25.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991		
		Factor de dilución	: 1.5856		
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 5.998175X + 2.173917					
		R2 :	0.999994		
		R :	0.999997		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0110 g	Promedio	:	2.0058 g	
BLANCO 2	2.0109 g	SD	:	0.0013	
M1	2.0042 g				
M2	2.0073 g	Dilución	1		
M3	2.0052 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0063 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	2.126	Blanco 2I1	2.764		
Blanco 1I2	2.048	Blanco 2I2	2.856	Promedio Blanco :	2.374
Blanco 1I3	2.304	Blanco 2I3	2.144	SD :	0.259
Promedio	2.159	Promedio	2.588		
SD1	0.131	SD2	0.387		
M1 I1	242.270	239.896	M2 I1	241.056	238.682
M1 I2	242.052	239.678	M2 I2	241.024	238.650
M1 I3	242.664	240.290	M2 I3	241.254	238.880
Promedio :	239.955	Promedio :	238.738	Promedio :	242.819
SD 1 :	0.310	SD 2 :	0.125	SD 1 :	0.338
M3 I1	242.550	240.176	M4 I1	242.476	240.102
M3 I2	242.254	239.880	M4 I2	241.054	238.680
M3 I3	242.024	239.650	M4 I3	241.474	239.100
Promedio :	239.902	Promedio :	239.902	Promedio	244.394
SD 3 :	0.264	SD 4 :	0.264	SD 2	1.2975
Promedio Muestras :	239.624	Promedio ST :	244.346		
Promedio SD :	0.2405	Promedio SD :	0.818		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.6325 ppb	M2 I1	39.4301 ppb		
M1 I2	39.5961 ppb	M2 I2	39.4247 ppb		
M1 I3	39.6981 ppb	M2 I3	39.4631 ppb	Promedio ST :	39.5618
Promedio	39.6422 ppb	Promedio :	39.4393 ppb	Promedio SD :	0.0596
SD	0.0517	SD	0.0208		
M3 I1	39.6791 ppb	M4 I1	39.6668 ppb		
M3 I2	39.6298 ppb	M4 I2	39.4297 ppb		
M3 I3	39.5914 ppb	M4 I3	39.4998 ppb		
Promedio	39.6335 ppb	Promedio :	39.5321 ppb		
SD	0.0440	SD	0.1218		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	39.6422 ppb		% Recuperación	98.8145 %	
M2	39.4393 ppb		Promedio Concentración	39.5618 ppb	
M3	39.6335 ppb		%RSD	0.2420 %	
M4	39.5321 ppb		Concentración Teórica	40.0364 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	407-62B	Peso (W ST2)	: 25.6	mg	
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	: 25.55	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.199		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.066829X + 1.626420			
		R2 :	0.999981		
		R :	0.999990		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0067 g	Promedio	:	2.0054 g	
BLANCO 2	2.0016 g	SD	:	0.0029	
M1	2.0072 g				
M2	2.0043 g	Dilución	1		
M3	2.0018 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0082 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	0.914	Blanco 2I1	1.048		
Blanco 1I2	0.904	Blanco 2I2	1.250	Promedio Blanco :	1.031
Blanco 1I3	0.978	Blanco 2I3	1.094	SD :	0.073
Promedio	0.932	Promedio	1.131		
SD1	0.040	SD2	0.106		
M1 I1	14.472	13.441	M2 I1	14.630	13.599
M1 I2	14.452	13.421	M2 I2	14.856	13.825
M1 I3	14.670	13.639	M2 I3	14.254	13.223
Promedio :	13.500	Promedio :	13.549	Promedio :	15.359
SD 1 :	0.121	SD 2 :	0.304	SD 1 :	0.711
M3 I1	14.766	13.735	M4 I1	14.546	13.515
M3 I2	14.840	13.809	M4 I2	14.184	13.153
M3 I3	14.236	13.205	M4 I3	14.998	13.967
Promedio :	13.583	Promedio :	13.583	Promedio	16.253
SD 3 :	0.329	SD 4 :	0.329	SD 2	0.2051
Promedio Muestras :	13.554	Promedio ST :	15.782		
Promedio SD :	0.2709	Promedio SD :	0.458		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.8523 ppb	M2 I1	3.9038 ppb		
M1 I2	3.8457 ppb	M2 I2	3.9775 ppb		
M1 I3	3.9168 ppb	M2 I3	3.7812 ppb	Promedio ST :	3.8860
Promedio	3.8716 ppb	Promedio :	3.8875 ppb	Promedio SD :	0.0947
SD	0.0393	SD	0.0992		
M3 I1	3.9481 ppb	M4 I1	3.8764 ppb		
M3 I2	3.9723 ppb	M4 I2	3.7584 ppb		
M3 I3	3.7753 ppb	M4 I3	4.0238 ppb		
Promedio	3.8986 ppb	Promedio :	3.8862 ppb		
SD	0.1074	SD	0.1330		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	3.8716	ppb	% Recuperación	76.4284 %	
M2	3.8875	ppb	Promedio Concentración	3.8860 ppb	
M3	3.8986	ppb	%RSD	0.2847 %	
M4	3.8862	ppb	Concentración Teórica	5.0845 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CHIRIMOYA							
DETERMINACIÓN : METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 40 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	:	25.5	mg		
N° Lote	407-62B	Peso (W ST2)	:	25.6	mg		
%Potencia T 99.5000	%	Promedio ST	:	25.55	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	0.199			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.066829X + 1.626420					
		R2 :	0.999981				
		R :	0.999990				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0067 g	Promedio	:	2.0045 g			
BLANCO 2	2.0016 g	SD	:	0.0029			
M1	2.0053 g						
M2	2.0018 g	Dilución	:	1			
M3	2.0027 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0083 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.914	Blanco 2I1 :	1.048				
Blanco 1I2	0.904	Blanco 2I2 :	1.250		Promedio Blanco :	1.031	
Blanco 1I3	0.978	Blanco 2I3 :	1.094		SD :	0.073	
Promedio	0.932	Promedio :	1.131				
SD1	0.040	SD2	0.106				
M1 I1	119.066	118.035	M2 I1	118.456	117.425	ST1I1	122.074
M1 I2	119.016	117.985	M2 I2	119.406	118.375	ST1I2	122.056
M1 I3	119.256	118.225	M2 I3	118.662	117.631	ST1I3	124.384
	Promedio :	118.081		Promedio :	117.810	Promedio :	122.838
	SD 1 :	0.127		SD 2 :	0.500	SD 1 :	1.339
M3 I1	119.446	118.415	M4 I1	119.842	118.811	ST2I1	122.594
M3 I2	118.046	117.015	M4 I2	118.056	117.025	ST2I2	125.854
M3 I3	119.152	118.121	M4 I3	119.464	118.433	ST2I3	125.886
	Promedio :	117.850		Promedio :	117.850	Promedio	124.778
	SD 3 :	0.738		SD 4 :	0.738	SD 2	1.8915
Promedio Muestras :		117.898	Promedio ST :		122.716		
Promedio SD :		0.5257	Promedio SD :		1.615		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	37.9572 ppb	M2 I1	37.7583 ppb				
M1 I2	37.9409 ppb	M2 I2	38.0681 ppb				
M1 I3	38.0192 ppb	M2 I3	37.8255 ppb		Promedio ST :	37.9321	
Promedio	37.9724 ppb	Promedio :	37.8839 ppb		Promedio SD :	0.1880	
SD	0.0413	SD	0.1630				
M3 I1	38.0811 ppb	M4 I1	38.2102 ppb				
M3 I2	37.6246 ppb	M4 I2	37.6279 ppb				
M3 I3	37.9852 ppb	M4 I3	38.0870 ppb				
Promedio	37.8970 ppb	Promedio :	37.9750 ppb				
SD	0.2407	SD	0.3069				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	37.9724 ppb			% Recuperación	93.2552 %		
M2	37.8839 ppb			Promedio Concentración	37.9321 ppb		
M3	37.8970 ppb			%RSD	0.1275 %		
M4	37.9750 ppb			Concentración Teórica	40.6756 ppb		

4.5.2.3 Muestras de lúcumo

<u>ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS</u>					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5ppb			
MÉTODO : PROPIO					
ESTANDAR					
Nombre	Malatión	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	: 25.4	mg	
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	: 25.45		
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991		
		Factor de dilución:	0.1982		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 4.029185 X + 0.280993			
		R2 :	0.999990		
		R :	0.999995		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0172 g	Promedio	: 2.012105 g		
BLANCO 2	2.0016 g	SD	: 0.0072		
M1	2.0162 g				
M2	2.0015 g	Dilución	1		
M3	2.0134 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0173 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.954	Blanco 2I1	1.892		
Blanco 1I2	1.865	Blanco 2I2	1.644	Promedio Blanco :	1.792
Blanco 1I3	1.854	Blanco 2I3	1.544	SD :	0.117
medio :	1.891	Promedio	1.693		
SD 1 :	0.055	SD2	0.179		
M1 I1	18.506	16.714	M2 I1	18.037	16.244
M1 I2	17.684	15.892	M2 I2	18.046	16.254
M1 I3	18.444	16.652	M2 I3	18.470	16.678
Promedio :	16.419	Promedio :	16.392	Promedio :	21.155
SD 1 :	0.458	SD 2 :	0.248	SD 1 :	0.939
M3 I1	18.670	16.878	M4 I1	18.494	16.702
M3 I2	18.448	16.656	M4 I2	18.344	16.552
M3 I3	18.014	16.222	M4 I3	18.690	16.898
Promedio :	16.585	Promedio :	16.585	Promedio :	21.389
SD 3 :	0.334	SD 4 :	0.334	SD 2 :	0.3187
Promedio Muestras :	16.495	Promedio ST	21.450		
Promedio SD :	0.3432	Promedio SD	0.629		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	4.0784 ppb	M2 I1	3.9619 ppb		
M1 I2	3.8744 ppb	M2 I2	3.9643 ppb		
M1 I3	4.0630 ppb	M2 I3	4.0695 ppb	Promedio ST :	4.0324
medio :	4.0053 ppb	omedio :	3.9986 ppb	Promedio SD :	0.0752
	SD :	SD :	0.0614		
M3 I1	4.1191 ppb	M4 I1	4.0755 ppb		
M3 I2	4.0640 ppb	M4 I2	4.0382 ppb		
M3 I3	3.9563 ppb	M4 I3	4.1241 ppb		
medio :	4.0465 ppb	omedio :	4.0793 ppb		
	SD :	SD :	0.0431		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	4.0053	ppb	% Recuperación	79.9415 %	
M2	3.9986	ppb	Promedio Concentración	4.0324 ppb	
M3	4.0465	ppb	%RSD	0.9360 %	
M4	4.0793	ppb	Concentración Teórica	5.0442 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	MalatiÓN	Peso (W ST1)	:	25.5	mg
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	:	25.4	mg
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	:	25.45	mg
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991	
		Factor de dilución	:	1.5856	
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 4.029185 X + 0.280993					
		R2 :	0.999990		
		R :	0.999995		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0172 g	Promedio	:	2.0144 g	
BLANCO 2	2.0016 g	SD	:	0.0021	
M1	2.0122 g				
M2	2.0156 g	Dilución	1		
M3	2.0132 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0167 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.954	Blanco 2I1	1.892		
Blanco 1I2	1.865	Blanco 2I2	1.644	Promedio Blanco :	1.792
Blanco 1I3	1.854	Blanco 2I3	1.544	SD :	0.117
Promedio	1.891	Promedio	1.693		
SD1	0.055	SD2	0.179		
M1 I1	156.4980	154.706	M2 I1	156.4540	154.662
M1 I2	156.4900	154.698	M2 I2	156.6900	154.898
M1 I3	157.7300	155.938	M2 I3	156.4800	154.688
	Promedio :	155.114		Promedio :	154.749
	SD 1 :	0.714		SD 2 :	0.129
				Promedio :	160.907
				SD 1 :	1.357
M3 I1	157.9840	156.192	M4 I1	157.7300	155.938
M3 I2	156.9040	155.112	M4 I2	156.0880	154.296
M3 I3	158.2640	156.472	M4 I3	156.2480	154.456
	Promedio :	155.925		Promedio :	155.925
	SD 3 :	0.718		SD 4 :	0.718
				Promedio :	161.238
				SD 2 :	0.8061
Promedio Muestras :		155.428	Promedio ST :		160.910
Promedio SD :		0.5698	Promedio SD :		1.082
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.3266 ppb	M2 I1	38.3156 ppb		
M1 I2	38.3246 ppb	M2 I2	38.3742 ppb		
M1 I3	38.6323 ppb	M2 I3	38.3221 ppb	Promedio ST :	38.4420
Promedio	38.4278 ppb	Promedio :	38.3373 ppb	Promedio SD :	0.1530
SD	0.1771	SD	0.0321		
M3 I1	38.6954 ppb	M4 I1	38.6323 ppb		
M3 I2	38.4273 ppb	M4 I2	38.2248 ppb		
M3 I3	38.7649 ppb	M4 I3	38.2645 ppb		
Promedio	38.6292 ppb	Promedio :	38.3739 ppb		
SD	0.1782	SD	0.2247		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	38.4278	ppb	% Recuperación	95.2632 %	
M2	38.3373	ppb	Promedio Concentración	38.4420 ppb	
M3	38.6292	ppb	%RSD	0.3386 %	
M4	38.3739	ppb	Concentración Teórica	40.3535 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Paration	Peso (W ST1)	: 25.2	mg	
N° Lote	LB58890	Peso (W ST2)	: 25.3	mg	
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	: 25.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991		
		Factor de dilución	: 1.5856		
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 5.998175X + 2.173917					
		R2 :	0.999994		
		R :	0.999997		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0128 g	Promedio	:	2.0159 g	
BLANCO 2	2.0119 g	SD	:	0.0023	
M1	2.0129 g				
M2	2.0167 g	Dilución		1	
M3	2.0185 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0156 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	2.078	Blanco 2I1	2.650		
Blanco 1I2	2.064	Blanco 2I2	2.290	Promedio Blanco :	2.453
Blanco 1I3	2.904	Blanco 2I3	2.730	SD :	0.358
Promedio	2.349	Promedio	2.557		
SD1	0.481	SD2	0.234		
M1 I1	28.006	25.553	M2 I1	27.904	25.451
M1 I2	27.204	24.751	M2 I2	27.525	25.073
M1 I3	27.344	24.891	M2 I3	27.432	24.979
	Promedio :	25.065		Promedio :	25.168
	SD 1 :	0.428		SD 2 :	0.250
				Promedio :	31.433
				SD 1 :	0.446
M3 I1	28.404	25.951	M4 I1	27.446	24.993
M3 I2	28.266	25.813	M4 I2	28.056	25.603
M3 I3	27.542	25.089	M4 I3	28.198	25.745
	Promedio :	25.618		Promedio :	25.618
	SD 3 :	0.463		SD 4 :	0.463
				Promedio	31.461
				SD 2	0.3251
Promedio Muestras :	25.367			Promedio ST :	31.589
Promedio SD :	0.4010			Promedio SD :	0.385
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.8977 ppb	M2 I1	3.8807 ppb		
M1 I2	3.7640 ppb	M2 I2	3.8176 ppb		
M1 I3	3.7874 ppb	M2 I3	3.8020 ppb	Promedio ST :	3.8596
Promedio	3.8164 ppb	Promedio :	3.8335 ppb	Promedio SD :	0.0642
SD	0.0714	SD	0.0417		
M3 I1	3.9641 ppb	M4 I1	3.8044 ppb		
M3 I2	3.9411 ppb	M4 I2	3.9061 ppb		
M3 I3	3.8204 ppb	M4 I3	3.9298 ppb		
Promedio	3.9085 ppb	Promedio :	3.8801 ppb		
SD	0.0772	SD	0.0666		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	3.8164	ppb		% Recuperación	77.1220 %
M2	3.8335	ppb		Promedio Concentración	3.8596 ppb
M3	3.9085	ppb		%RSD	1.0957 %
M4	3.8801	ppb		Concentración Teórica	5.0046 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Paration	Peso (W ST1)	: 25.2	mg	
N° Lote	LB8890	Peso (W ST2)	: 25.3	mg	
%Potencia T	99.1000 %	Promedio ST	: 25.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991		
		Factor de dilución	: 1.5856		
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 5.998175X + 2.173917					
		R2 :	0.999994		
		R :	0.999997		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0128 g	Promedio	:	2.0171 g	
BLANCO 2	2.0119 g	SD	:	0.0022	
M1	2.0192 g				
M2	2.0162 g	Dilución		1	
M3	2.0186 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0145 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	2.078	Blanco 2I1	2.650		
Blanco 1I2	2.064	Blanco 2I2	2.290	Promedio Blanco :	2.453
Blanco 1I3	2.904	Blanco 2I3	2.730	SD :	0.358
Promedio	2.349	Promedio	2.557		
SD1	0.481	SD2	0.234		
M1 I1	241.074	238.621	M2 I1	240.074	237.621
M1 I2	241.452	238.999	M2 I2	240.246	237.793
M1 I3	241.054	238.601	M2 I3	240.560	238.107
Promedio :	238.741	Promedio :	237.841	Promedio :	242.819
SD 1 :	0.224	SD 2 :	0.246	SD 1 :	0.338
M3 I1	241.644	239.191	M4 I1	240.748	238.295
M3 I2	241.057	238.605	M4 I2	240.056	237.603
M3 I3	241.204	238.751	M4 I3	240.544	238.091
Promedio :	238.849	Promedio :	238.849	Promedio :	244.394
SD 3 :	0.305	SD 4 :	0.305	SD 2 :	1.2975
Promedio Muestras :	238.570	Promedio ST :		244.346	
Promedio SD :	0.2703	Promedio SD :		0.818	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	39.4199 ppb	M2 I1	39.2532 ppb		
M1 I2	39.4829 ppb	M2 I2	39.2818 ppb		
M1 I3	39.4165 ppb	M2 I3	39.3342 ppb	Promedio ST :	39.3758
Promedio	39.4398 ppb	Promedio :	39.2897 ppb	Promedio SD :	0.0472
SD	0.0374	SD	0.0411		
M3 I1	39.5149 ppb	M4 I1	39.3655 ppb		
M3 I2	39.4171 ppb	M4 I2	39.2502 ppb		
M3 I3	39.4416 ppb	M4 I3	39.3315 ppb		
Promedio	39.4579 ppb	Promedio :	39.3157 ppb		
SD	0.0509	SD	0.0593		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	39.4398	ppb	% Recuperación	98.3499 %	
M2	39.2897	ppb	Promedio Concentración	39.3758 ppb	
M3	39.4579	ppb	%RSD	0.2167 %	
M4	39.3157	ppb	Concentración Teórica	40.0364 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	407-62B	Peso (W ST2)	: 25.6	mg	
%Potencia	99.5000 %	Promedio ST	: 25.55	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.199		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.066829X + 1.626420			
		R2 :	0.999981		
		R :	0.999990		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0023 g	Promedio	:	2.0060 g	
BLANCO 2	2.0012 g	SD	:	0.0033	
M1	2.0017 g				
M2	2.0087 g	Dilución		1	
M3	2.0053 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0084 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 111	0.528	Blanco 211	0.456		
Blanco 112	0.744	Blanco 212	0.274	Promedio Blanco :	0.491
Blanco 113	0.372	Blanco 213	0.574	SD :	0.169
Promedio	0.548	Promedio	0.435		
SD1	0.187	SD2	0.151		
M1 I1	13.944	13.453	M2 I1	13.874	13.383
M1 I2	13.468	12.977	M2 I2	13.857	13.366
M1 I3	13.346	12.855	M2 I3	13.072	12.581
Promedio :	13.095	Promedio :	13.110	Promedio :	15.359
SD 1 :	0.316	SD 2 :	0.458	SD 1 :	0.711
M3 I1	13.784	13.293	M4 I1	13.566	13.075
M3 I2	13.274	12.783	M4 I2	13.124	12.633
M3 I3	13.728	13.237	M4 I3	13.946	13.455
Promedio :	13.104	Promedio :	13.104	Promedio	16.253
SD 3 :	0.280	SD 4 :	0.280	SD 2	0.2051
Promedio Muestras :	13.103	Promedio ST :	15.782		
Promedio SD :	0.3334	Promedio SD :	0.458		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.8562 ppb	M2 I1	3.8334 ppb		
M1 I2	3.7010 ppb	M2 I2	3.8279 ppb		
M1 I3	3.6612 ppb	M2 I3	3.5718 ppb	Promedio ST :	3.7381
Promedio	3.7394 ppb	Promedio :	3.7444 ppb	Promedio SD :	0.1195
SD	0.1030	SD	0.1494		
M3 I1	3.8040 ppb	M4 I1	3.7329 ppb		
M3 I2	3.6377 ppb	M4 I2	3.5888 ppb		
M3 I3	3.7857 ppb	M4 I3	3.8568 ppb		
Promedio	3.7425 ppb	Promedio :	3.7262 ppb		
SD	0.0912	SD	0.1341		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	3.7394	ppb	% Recuperación	:	73.5208 %
M2	3.7444	ppb	Promedio Concentración	:	3.7381 ppb
M3	3.7425	ppb	%RSD	:	0.2198 %
M4	3.7262	ppb	Concentración Teórica	:	5.0845 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : LUCUMA							
DETERMINACIÓN : METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 40 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	:	25.5	mg		
N° Lote	407-62B	Peso (W ST2)	:	25.6	mg		
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	:	25.55	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	0.199			
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.066829X + 1.626420					
		R2 :	0.999981				
		R :	0.999990				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0023 g	Promedio	:	2.0087 g			
BLANCO 2	2.0012 g	SD	:	0.0034			
M1	2.0036 g						
M2	2.0099 g	Dilución	1				
M3	2.0103 g	Factor de dilución	1				
M4	2.0109 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	0.528	Blanco 2I1	0.456				
Blanco 1I2	0.744	Blanco 2I2	0.274	Promedio Blanco :	0.491		
Blanco 1I3	0.372	Blanco 2I3	0.574	SD :	0.169		
Promedio	0.548	Promedio :	0.435				
SD1	0.187	SD2	0.151				
M1 I1	118.524	118.033	M2 I1	118.456	117.965	ST1I1	122.074
M1 I2	118.776	118.285	M2 I2	118.128	117.637	ST1I2	122.056
M1 I3	118.572	118.081	M2 I3	118.534	118.043	ST1I3	124.384
Promedio :	118.133	Promedio :	117.881	Promedio :	122.838		
SD 1 :	0.134	SD 2 :	0.215	SD 1 :	1.339		
M3 I1	118.225	117.733	M4 I1	118.476	117.985	ST2I1	122.594
M3 I2	118.166	117.675	M4 I2	118.242	117.751	ST2I2	125.854
M3 I3	118.078	117.587	M4 I3	118.794	118.303	ST2I3	125.886
Promedio :	117.665	Promedio :	117.665	Promedio	124.778		
SD 3 :	0.074	SD 4 :	0.074	SD 2	1.8915		
Promedio Muestras :	117.836	Promedio ST :	122.716				
Promedio SD :	0.1242	Promedio SD :	1.615				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	37.9565 ppb	M2 I1	37.9344 ppb				
M1 I2	38.0387 ppb	M2 I2	37.8274 ppb				
M1 I3	37.9722 ppb	M2 I3	37.9598 ppb	Promedio ST :	37.9208		
Promedio	37.9892 ppb	Promedio :	37.9072 ppb	Promedio SD :	0.0571		
SD	0.0436	SD	0.0703				
M3 I1	37.8589 ppb	M4 I1	37.9409 ppb				
M3 I2	37.8398 ppb	M4 I2	37.8646 ppb				
M3 I3	37.8111 ppb	M4 I3	38.0446 ppb				
Promedio	37.8366 ppb	Promedio :	37.9500 ppb				
SD	0.0241	SD	0.0903				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	37.9892 ppb			% Recuperación	93.2273 %		
M2	37.9072 ppb			Promedio Concentración	37.9208 ppb		
M3	37.8366 ppb			%RSD	0.1722 %		
M4	37.9500 ppb			Concentración Teórica	40.6756 ppb		

4.5.3. EXTRACCIÓN POR LA METODOLOGÍA QUERCHERS:

4.5.3.1 Muestras de camu camu

<u>ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS</u>							
MUESTRA : CAMU-CAMU							
DETERMINACIÓN : MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5ppb					
MÉTODO : PROPIO							
ESTANDAR							
Nombre	MalatiÓN	Peso (W ST1)	:	25.5	mg		
N° Lote	200611051	Peso (W ST2)	:	25.4	mg		
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	:	25.45	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991			
		Factor de dilución:		0.1982			
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 4.029185 X + 0.280993							
		R2 :		0.999990			
		R :		0.999995			
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0027 g	Promedio	:	2.006 g			
BLANCO 2	2.0017 g	SD	:	0.0024			
M1	2.0086 g						
M2	2.0045 g	Dilución		1			
M3	2.0074 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0035 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	1.814	Blanco 2I1		1.962			
Blanco 1I2	1.872	Blanco 2I2		1.946	Promedio Blanco :	1.885	
Blanco 1I3	1.870	Blanco 2I3		1.846	SD :	0.048	
Promedio	1.852	Promedio		1.918			
SD1	0.033	SD2		0.063			
M1 I1	14.478	12.593	M2 I1	14.788	12.903	ST11	21.360
M1 I2	14.856	12.971	M2 I2	14.404	12.519	ST12	21.974
M1 I3	14.053	12.168	M2 I3	14.764	12.879	ST13	20.130
Promedio :	12.577	Promedio	:	12.767	Promedio	21.155	
SD 1 :	0.402	SD 2 :		0.215	SD 1	0.939	
M3 I1	14.056	12.171	M4 I1	14.208	12.323	ST21	21.746
M3 I2	14.752	12.867	M4 I2	14.056	12.171	ST22	21.134
M3 I3	14.546	12.661	M4 I3	14.246	12.361	ST23	21.286
Promedio	12.566	Promedio	:	12.566	Promedio	21.389	
SD 3 :	0.358	SD 4 :		0.358	SD 2	0.3187	
Promedio Muestras :	12.619	Promedio ST			21.450		
Promedio SD :	0.3329	Promedio SD			0.629		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	3.0557 ppb	M2 I1		3.1326 ppb			
M1 I2	3.1495 ppb	M2 I2		3.0373 ppb			
M1 I3	2.9503 ppb	M2 I3		3.1267 ppb	Promedio ST :	3.0448	
Promedio	3.0519 ppb	Promedio		3.0989 ppb	Promedio SD :	0.0667	
SD	0.0997	SD		0.0534			
M3 I1	2.9510 ppb	M4 I1		2.9887 ppb			
M3 I2	3.1237 ppb	M4 I2		2.9510 ppb			
M3 I3	3.0726 ppb	M4 I3		2.9981 ppb			
Promedio	3.0491 ppb	Promedio		2.9793 ppb			
SD	0.0887	SD		0.0250			
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	3.0519	ppb		% Recuperación	60.3619 %		
M2	3.0989	ppb		Promedio Concentración	3.0448 ppb		
M3	3.0491	ppb		%RSD	1.6189 %		
M4	2.9793	ppb		Concentración Teórica	5.0442 ppb		

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Malatión	Peso (W ST1)	:	25.5	mg
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	:	25.4	mg
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	:	25.45	mg
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991	
		Factor de dilución	:	1.5856	
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 4.029185 X + 0.280993					
		R2 :	0.999990		
		R :	0.999995		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0027 g	Promedio	:	2.0058 g	
BLANCO 2	2.0017 g	SD	:	0.0021	
M1	2.0035 g				
M2	2.0050 g	Dilución	:	1	
M3	2.0060 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0086 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.814	Blanco 2I1	1.962		
Blanco 1I2	1.872	Blanco 2I2	1.946	Promedio Blanco :	1.885
Blanco 1I3	1.870	Blanco 2I3	1.846	SD :	0.048
Promedio	1.852	Promedio	1.918		
SD1	0.033	SD2	0.063		
M1 I1	154.0560	152.171	M2 I1	155.6560	153.771
M1 I2	154.2840	152.399	M2 I2	154.0840	152.199
M1 I3	154.5660	152.681	M2 I3	154.2680	152.383
Promedio :	152.417	Promedio :	152.784	Promedio :	160.907
SD 1 :	0.255	SD 2 :	0.859	SD 1 :	1.357
M3 I1	154.0560	152.171	M4 I1	155.6380	153.753
M3 I2	155.6540	153.769	M4 I2	154.0380	152.153
M3 I3	155.4560	153.571	M4 I3	155.2560	153.371
Promedio :	153.170	Promedio :	153.170	Promedio	161.238
SD 3 :	0.871	SD 4 :	0.871	SD 2	0.8061
Promedio Muestras :	152.886	Promedio ST :	160.910		
Promedio SD :	0.7143	Promedio SD :	1.082		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	37.6975 ppb	M2 I1	38.0946 ppb		
M1 I2	37.7540 ppb	M2 I2	37.7044 ppb		
M1 I3	37.8240 ppb	M2 I3	37.7501 ppb	Promedio ST :	37.8699
Promedio	37.7585 ppb	Promedio :	37.8497 ppb	Promedio SD :	0.1751
SD	0.0634	SD	0.2133		
M3 I1	37.6975 ppb	M4 I1	38.0901 ppb		
M3 I2	38.0941 ppb	M4 I2	37.6930 ppb		
M3 I3	38.0449 ppb	M4 I3	37.9953 ppb		
Promedio	37.9455 ppb	Promedio :	37.9261 ppb		
SD	0.2162	SD	0.2074		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	37.7585	ppb	% Recuperación	93.8455 %	
M2	37.8497	ppb	Promedio Concentración	37.8699 ppb	
M3	37.9455	ppb	%RSD	0.2245 %	
M4	37.9261	ppb	Concentración Teórica	40.3535 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Paratión	Peso (W ST1)	:	25.2	mg
N° Lote	LB58890	Peso (W ST2)	:	25.3	mg
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	:	25.25	mg
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991	
		Factor de dilución	:	1.5856	
Ecuación de la Curva de Calibración Y= 5.998175X + 2.173917					
		R2 :	0.999994		
		R :	0.999997		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0091 g	Promedio	:	2.0069 g	
BLANCO 2	2.0083 g	SD	:	0.0009	
M1	2.0064 g				
M2	2.0083 g	Dilución	1		
M3	2.0064 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0066 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	2.254	Blanco 2I1	2.244		
Blanco 1I2	2.244	Blanco 2I2	2.344	Promedio Blanco :	2.267
Blanco 1I3	2.272	Blanco 2I3	2.244	SD :	0.036
Promedio	2.257	Promedio	2.277		
SD1	0.014	SD2	0.058		
M1 I1	23.654	21.387	M2 I1	23.456	21.189
M1 I2	23.856	21.589	M2 I2	23.676	21.409
M1 I3	23.344	21.077	M2 I3	22.546	20.279
Promedio :	21.351	Promedio :	20.959	Promedio :	31.433
SD 1 :	0.258	SD 2 :	0.599	SD 1 :	0.446
M3 I1	22.476	20.209	M4 I1	22.546	20.279
M3 I2	23.854	21.587	M4 I2	22.056	19.789
M3 I3	23.047	20.780	M4 I3	22.746	20.479
Promedio :	20.859	Promedio :	20.859	Promedio	31.461
SD 3 :	0.692	SD 4 :	0.692	SD 2	0.3251
Promedio Muestras :	21.007	Promedio ST :	31.589		
Promedio SD :	0.5604	Promedio SD :	0.385		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	3.2032 ppb	M2 I1	3.1701 ppb		
M1 I2	3.2368 ppb	M2 I2	3.2068 ppb		
M1 I3	3.1515 ppb	M2 I3	3.0184 ppb	Promedio ST :	3.1116
Promedio	3.1972 ppb	Promedio :	3.1318 ppb	Promedio SD :	0.0794
SD	0.0430	SD	0.0999		
M3 I1	3.0068 ppb	M4 I1	3.0184 ppb		
M3 I2	3.2365 ppb	M4 I2	2.9367 ppb		
M3 I3	3.1020 ppb	M4 I3	3.0518 ppb		
Promedio	3.1151 ppb	Promedio :	3.0023 ppb		
SD	0.1154	SD	0.0592		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	3.1972	ppb	% Recuperación	62.1752 %	
M2	3.1318	ppb	Promedio Concentración	3.1116 ppb	
M3	3.1151	ppb	%RSD	2.6031 %	
M4	3.0023	ppb	Concentración Teórica	5.0046 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Paratión	Peso (W ST1)	: 25.2	mg	
N° Lote	LB58890	Peso (W ST2)	: 25.3	mg	
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	: 25.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991		
		Factor de dilución	: 1.5856		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 5.998175X + 2.173917			
		R2 :	0.999994		
		R :	0.999997		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0091 g	Promedio	:	2.0217 g	
BLANCO 2	2.0083 g	SD	:	0.0047	
M1	2.0283 g				
M2	2.0189 g	Dilución	1		
M3	2.0218 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0177 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	2.254	Blanco 2I1 :	2.244		
Blanco 1I2	2.244	Blanco 2I2 :	2.344	Promedio Blanco :	2.267
Blanco 1I3	2.272	Blanco 2I3 :	2.244	SD :	0.036
Promedio	2.257	Promedio :	2.277		
SD1	0.014	SD2	0.058		
M1 I1	233.458	231.191	M2 I1	233.344	231.077
M1 I2	231.854	229.587	M2 I2	233.964	231.697
M1 I3	233.652	231.385	M2 I3	233.052	230.785
	Promedio :	230.721		Promedio :	231.186
	SD 1 :	0.987		SD 2 :	0.466
				Promedio :	242.819
				SD 1 :	0.338
M3 I1	231.854	229.587	M4 I1	232.128	229.861
M3 I2	233.264	230.997	M4 I2	232.256	229.989
M3 I3	232.074	229.807	M4 I3	232.056	229.789
	Promedio :	230.130		Promedio :	230.130
	SD 3 :	0.759		SD 4 :	0.759
				Promedio	244.394
				SD 2	1.2975
	Promedio Muestras :	230.542		Promedio ST :	244.346
	Promedio SD :	0.7424		Promedio SD :	0.818
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.1811 ppb	M2 I1	38.1621 ppb		
M1 I2	37.9137 ppb	M2 I2	38.2655 ppb		
M1 I3	38.2135 ppb	M2 I3	38.1134 ppb	Promedio ST :	38.0625
Promedio	38.1028 ppb	Promedio :	38.1803 ppb	Promedio SD :	0.0964
SD	0.1645	SD	0.0776		
M3 I1	37.9137 ppb	M4 I1	37.9594 ppb		
M3 I2	38.1488 ppb	M4 I2	37.9807 ppb		
M3 I3	37.9504 ppb	M4 I3	37.9474 ppb		
Promedio	38.0043 ppb	Promedio :	37.9625 ppb		
SD	0.1265	SD	0.0169		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	38.1028	ppb		% Recuperación	95.0697 %
M2	38.1803	ppb	Promedio	Concentración	38.0625 ppb
M3	38.0043	ppb		%RSD	0.2579 %
M4	37.9625	ppb	Concentración Teórica		40.0364 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	407-62B	Peso (W ST2)	: 25.6	mg	
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	: 25.55	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.199		
Ecuación de la Curva de Calibración Y=3.066829X + 1.626420					
		R2 :	0.999981		
		R :	0.999990		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0032 g	Promedio	:	2.0051 g	
BLANCO 2	2.0064 g	SD	:	0.0037	
M1	2.0073 g				
M2	2.0013 g	Dilución	1		
M3	2.0092 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0027 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.074	Blanco 2I1	1.046		
Blanco 1I2	1.166	Blanco 2I2	1.186	Promedio Blanco :	1.089
Blanco 1I3	1.056	Blanco 2I3	1.004	SD :	0.077
Promedio	1.099	Promedio	1.079		
SD1	0.059	SD2	0.095		
M1 I1	10.126	9.037	M2 I1	10.184	9.095
M1 I2	10.146	9.057	M2 I2	10.366	9.277
M1 I3	10.128	9.039	M2 I3	10.044	8.955
Promedio :	9.045	Promedio :	9.109	Promedio :	15.359
SD 1 :	0.011	SD 2 :	0.161	SD 1 :	0.711
M3 I1	10.456	9.367	M4 I1	10.254	9.165
M3 I2	10.234	9.145	M4 I2	10.152	9.063
M3 I3	10.066	8.977	M4 I3	10.258	9.169
Promedio :	9.163	Promedio :	9.163	Promedio	16.253
SD 3 :	0.196	SD 4 :	0.196	SD 2	0.2051
Promedio Muestras :	9.120	Promedio ST :		15.782	
Promedio SD :	0.1409	Promedio SD :		0.458	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	2.4165 ppb	M2 I1	2.4354 ppb		
M1 I2	2.4230 ppb	M2 I2	2.4947 ppb		
M1 I3	2.4171 ppb	M2 I3	2.3897 ppb	Promedio ST :	2.4410
Promedio	2.4189 ppb	Promedio :	2.4400 ppb	Promedio SD :	0.0349
SD	0.0036	SD	0.0526		
M3 I1	2.5241 ppb	M4 I1	2.4582 ppb		
M3 I2	2.4517 ppb	M4 I2	2.4250 ppb		
M3 I3	2.3969 ppb	M4 I3	2.4595 ppb		
Promedio	2.4576 ppb	Promedio :	2.4476 ppb		
SD	0.0638	SD	0.0196		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	2.4189	ppb	% Recuperación	48.0088 %	
M2	2.4400	ppb	Promedio Concentración	2.4410 ppb	
M3	2.4576	ppb	%RSD	0.6724 %	
M4	2.4476	ppb	Concentración Teórica	5.0845 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CAMU-CAMU					
DETERMINACIÓN : METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	407-62B	Peso (W ST2)	: 25.6	mg	
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	: 25.55	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.199		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y=3.066829X + 1.626420			
		R2 :	0.999981		
		R :	0.999990		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0032 g	Promedio	:	2.0049 g	
BLANCO 2	2.0064 g	SD	:	0.0027	
M1	2.0044 g				
M2	2.0028 g	Dilución	1		
M3	2.0037 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0088 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.074	Blanco 2I1	1.046		
Blanco 1I2	1.166	Blanco 2I2	1.186	Promedio Blanco :	1.089
Blanco 1I3	1.056	Blanco 2I3	1.004	SD :	0.077
Promedio	1.099	Promedio	1.079		
SD1	0.059	SD2	0.095		
M1 I1	116.066	114.977	M2 I1	116.456	115.367
M1 I2	116.016	114.927	M2 I2	114.406	113.317
M1 I3	114.256	113.167	M2 I3	116.662	115.573
Promedio :	114.357	Promedio :	114.753	Promedio :	122.838
SD 1 :	1.031	SD 2 :	1.247	SD 1 :	1.339
M3 I1	114.446	113.357	M4 I1	115.842	114.753
M3 I2	116.046	114.957	M4 I2	116.056	114.967
M3 I3	116.152	115.063	M4 I3	115.464	114.375
Promedio :	114.459	Promedio :	114.459	Promedio	124.778
SD 3 :	0.956	SD 4 :	0.956	SD 2	1.8915
Promedio Muestras :	114.507	Promedio ST :		122.716	
Promedio SD :	1.0475	Promedio SD :		1.615	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	36.9603 ppb	M2 I1	37.0875 ppb		
M1 I2	36.9440 ppb	M2 I2	36.4190 ppb		
M1 I3	36.3701 ppb	M2 I3	37.1546 ppb	Promedio ST :	36.8265
Promedio	36.7581 ppb	Promedio	36.8870 ppb	Promedio SD :	0.2881
SD	0.3361	SD	0.4067		
M3 I1	36.4321 ppb	M4 I1	36.8873 ppb		
M3 I2	36.9538 ppb	M4 I2	36.9570 ppb		
M3 I3	36.9883 ppb	M4 I3	36.7640 ppb		
Promedio	36.7914 ppb	Promedio	36.8694 ppb		
SD	0.3117	SD	0.0977		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	36.7581	ppb	% Recuperación	90.5371 %	
M2	36.8870	ppb	Promedio Concentración	36.8265 ppb	
M3	36.7914	ppb	%RSD	0.1675 %	
M4	36.8694	ppb	Concentración Teórica	40.6756 ppb	

4.5.3.2 Muestras de chirimoya

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA	: CHIRIMOYA				
DETERMINACIÓN	: MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5ppb		
MÉTODO	: PROPIO				
ESTANDAR					
Nombre	Malatión	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	: 25.4	mg	
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	: 25.45		
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991		
		Factor de dilución:	0.1982		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 4.029185 X + 0.280993					
		R2 :	0.999990		
		R :	0.999995		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0027 g	Promedio	:	2.005325 g	
BLANCO 2	2.0010 g	SD	:	0.0017	
M1	2.0074 g				
M2	2.0054 g	Dilución	1		
M3	2.0053 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0032 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.852	Blanco 2I1	1.854		
Blanco 1I2	1.870	Blanco 2I2	1.872	Promedio Blanco	: 1.863
Blanco 1I3	1.854	Blanco 2I3	1.876	SD	: 0.011
Promedio	: 1.859	Promedio	: 1.867		
	: 0.010	SD2	: 0.012		
M1 I1	14.146	12.283	M2 I1	13.220	11.357
M1 I2	13.204	11.341	M2 I2	14.056	12.193
M1 I3	14.165	12.302	M2 I3	14.164	12.301
Promedio	: 11.975	Promedio	: 11.950	Promedio	: 21.155
SD 1	: 0.549	SD 2	: 0.517	SD 1	: 0.939
M3 I1	13.856	11.993	M4 I1	13.388	11.525
M3 I2	13.552	11.689	M4 I2	13.056	11.193
M3 I3	13.426	11.563	M4 I3	13.766	11.903
Promedio	: 11.748	Promedio	: 11.748	Promedio	: 21.389
SD 3	: 0.221	SD 4	: 0.221	SD 2	: 0.3187
Promedio Muestras	: 11.856	Promedio ST	: 21.450		
Promedio SD	: 0.3770	Promedio SD	: 0.629		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	2.9788 ppb	M2 I1	2.7489 ppb		
M1 I2	2.7450 ppb	M2 I2	2.9564 ppb		
M1 I3	2.9834 ppb	M2 I3	2.9832 ppb	Promedio ST	: 2.8598
Promedio	: 2.9024 ppb	Promedio	: 2.8962 ppb	Promedio SD	: 0.1019
SD	: 0.1363	SD	: 0.1282		
M3 I1	2.9068 ppb	M4 I1	2.7906 ppb		
M3 I2	2.8313 ppb	M4 I2	2.7082 ppb		
M3 I3	2.8001 ppb	M4 I3	2.8844 ppb		
Promedio	: 2.8461 ppb	Promedio	: 2.7944 ppb		
SD	: 0.0549	SD	: 0.0881		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	2.9024	ppb	% Recuperación	56.6942 %	
M2	2.8962	ppb	Promedio Concentración	2.8598 ppb	
M3	2.8461	ppb	%RSD	1.7600 %	
M4	2.7944	ppb	Concentración Teórica	5.0442 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Malatión	Peso (W ST1)	:	25.5	mg
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	:	25.4	mg
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST		25.45	mg
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991	
		Factor de dilución	:	1.5856	
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 4.029185 X + 0.280993					
		R2 :		0.999990	
		R :		0.999995	
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0027 g	Promedio	:	2.0035 g	
BLANCO 2	2.0010 g	SD	:	0.0028	
M1	2.0036 g				
M2	2.0012 g	Dilución		1	
M3	2.0019 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0074 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.852	Blanco 2I1	1.854		
Blanco 1I2	1.870	Blanco 2I2	1.872	Promedio Blanco :	1.863
Blanco 1I3	1.854	Blanco 2I3	1.876	SD :	0.011
Promedio	1.859	Promedio	1.867		
SD1	0.010	SD2	0.012		
M1 I1	153.7657	151.903	M2 I1	152.6580	150.795
M1 I2	153.7580	151.895	M2 I2	152.1180	150.255
M1 I3	153.6650	151.802	M2 I3	152.7760	150.913
Promedio :	151.867	Promedio :	150.654	Promedio :	160.907
SD 1 :	0.056	SD 2 :	0.351	SD 1 :	1.357
M3 I1	153.4640	151.601	M4 I1	154.6650	152.802
M3 I2	153.7760	151.913	M4 I2	154.8850	153.022
M3 I3	153.8580	151.995	M4 I3	154.6630	152.800
Promedio :	151.836	Promedio :	151.836	Promedio	161.238
SD 3 :	0.208	SD 4 :	0.208	SD 2	0.8061
Promedio Muestras :	151.548	Promedio ST :		160.910	
Promedio SD :	0.2057	Promedio SD :		1.082	
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	37.6309 ppb	M2 I1	37.3559 ppb		
M1 I2	37.6290 ppb	M2 I2	37.2219 ppb		
M1 I3	37.6059 ppb	M2 I3	37.3852 ppb	Promedio ST :	37.6074
Promedio	37.6219 ppb	Promedio :	37.3210 ppb	Promedio SD :	0.0461
SD	0.0139	SD	0.0871		
M3 I1	37.5560 ppb	M4 I1	37.8541 ppb		
M3 I2	37.6334 ppb	M4 I2	37.9087 ppb		
M3 I3	37.6538 ppb	M4 I3	37.8536 ppb		
Promedio	37.6144 ppb	Promedio :	37.8721 ppb		
SD	0.0516	SD	0.0317		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	37.6219	ppb	% Recuperación	93.1948 %	
M2	37.3210	ppb	Promedio Concentración	37.6074 ppb	
M3	37.6144	ppb	%RSD	0.5992 %	
M4	37.8721	ppb	Concentración Teórica	40.3535 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CHIRIMOYA							
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Paration	Peso (W ST1)	:	25.2	mg		
N° Lote	LB58890	Peso (W ST2)	:	25.3	mg		
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	:	25.25	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991			
		Factor de dilución	:	1.5856			
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 5.998175X + 2.173917							
		R2 :	0.999994				
		R :	0.999997				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0043 g	Promedio	:	2.0048 g			
BLANCO 2	2.0065 g	SD	:	0.0031			
M1	2.0043 g						
M2	2.0092 g	Dilución	:	1			
M3	2.0019 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0038 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	2.082	Blanco 2I1	2.201				
Blanco 1I2	2.026	Blanco 2I2	2.028	Promedio Blanco :	2.149		
Blanco 1I3	2.129	Blanco 2I3	2.425	SD :	0.125		
Promedio	2.079	Promedio	2.218				
SD1	0.052	SD2	0.199				
M1 I1	22.346	20.197	M2 I1	22.234	20.085	ST1I1	30.968
M1 I2	22.246	20.097	M2 I2	22.246	20.097	ST1I2	31.476
M1 I3	22.113	19.964	M2 I3	22.070	19.921	ST1I3	31.856
	Promedio :	20.086		Promedio :	20.035	Promedio :	31.433
	SD 1 :	0.117		SD 2 :	0.098	SD 1 :	0.446
M3 I1	22.089	19.940	M4 I1	22.468	20.319	ST2I1	31.744
M3 I2	22.221	20.072	M4 I2	22.789	20.640	ST2I2	31.106
M3 I3	22.579	20.430	M4 I3	22.893	20.744	ST2I3	31.534
	Promedio :	20.148		Promedio :	20.148	Promedio	31.461
	SD 3 :	0.254		SD 4 :	0.254	SD 2	0.3251
Promedio Muestras :	20.104			Promedio ST :	31.589		
Promedio SD :	0.1806			Promedio SD :	0.385		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	3.0048 ppb	M2 I1	2.9862 ppb				
M1 I2	2.9882 ppb	M2 I2	2.9882 ppb				
M1 I3	2.9660 ppb	M2 I3	2.9588 ppb	Promedio ST :	3.0068		
Promedio	2.9863 ppb	Promedio :	2.9777 ppb	Promedio SD :	0.0288		
SD	0.0195	SD	0.0164				
M3 I1	2.9620 ppb	M4 I1	3.0252 ppb				
M3 I2	2.9840 ppb	M4 I2	3.0787 ppb				
M3 I3	3.0437 ppb	M4 I3	3.0960 ppb				
Promedio	2.9966 ppb	Promedio :	3.0666 ppb				
SD	0.0423	SD	0.0369				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	2.9863	ppb			% Recuperación	60.0815 %	
M2	2.9777	ppb			Promedio Concentración	3.0068 ppb	
M3	2.9966	ppb			%RSD	1.3509 %	
M4	3.0666	ppb			Concentración Teórica	5.0046 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Paration	Peso (W ST1)	: 25.2	mg	
N° Lote	LB58890	Peso (W ST2)	: 25.3	mg	
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	: 25.25	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991		
		Factor de dilución	: 1.5856		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 5.998175X + 2.173917					
		R2 :	0.999994		
		R :	0.999997		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0043 g	Promedio	:	2.0049 g	
BLANCO 2	2.0065 g	SD	:	0.0025	
M1	2.0043 g				
M2	2.0072 g	Dilución		1	
M3	2.0017 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0065 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	2.082	Blanco 2I1	2.201		
Blanco 1I2	2.026	Blanco 2I2	2.028	Promedio Blanco :	2.149
Blanco 1I3	2.129	Blanco 2I3	2.425	SD :	0.125
Promedio	2.079	Promedio	2.218		
SD1	0.052	SD2	0.199		
M1 I1	232.748	230.599	M2 I1	232.117	229.968
M1 I2	232.193	230.044	M2 I2	231.949	229.800
M1 I3	232.868	230.719	M2 I3	231.758	229.609
	Promedio :	230.454		Promedio :	229.793
	SD 1 :	0.360		SD 2 :	0.180
				Promedio :	242.819
				SD 1 :	0.338
M3 I1	232.998	230.849	M4 I1	231.832	229.683
M3 I2	232.665	230.516	M4 I2	231.454	229.305
M3 I3	232.452	230.303	M4 I3	231.524	229.375
	Promedio :	230.556		Promedio :	230.556
	SD 3 :	0.275		SD 4 :	0.275
				Promedio :	244.394
				SD 2 :	1.2975
	Promedio Muestras :	230.340		Promedio ST :	244.346
	Promedio SD :	0.2725		Promedio SD :	0.818
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	38.0825 ppb	M2 I1	37.9773 ppb		
M1 I2	37.9900 ppb	M2 I2	37.9492 ppb		
M1 I3	38.1025 ppb	M2 I3	37.9175 ppb	Promedio ST :	37.9933
Promedio	38.0583 ppb	Promedio :	37.9480 ppb	Promedio SD :	0.0424
SD	0.0600	SD	0.0299		
M3 I1	38.1242 ppb	M4 I1	37.9298 ppb		
M3 I2	38.0686 ppb	M4 I2	37.8667 ppb		
M3 I3	38.0332 ppb	M4 I3	37.8784 ppb		
Promedio	38.0753 ppb	Promedio :	37.8916 ppb		
SD	0.0459	SD	0.0336		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	38.0583	ppb		% Recuperación	94.8969 %
M2	37.9480	ppb	Promedio	Concentración	37.9933 ppb
M3	38.0753	ppb		%RSD	0.2322 %
M4	37.8916	ppb		Concentración Teórica	40.0364 ppb

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA		: CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN		: METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR							
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	:	25.5	mg		
N° Lote	407-62B	Peso (W ST2)	:	25.6	mg		
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	:	25.55	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.995			
		Factor de dilución	:	0.199			
		Ecuación de la Curva de Calibración	:	Y=3.066829X + 1.626420			
		R2	:	0.999981			
		R	:	0.999990			
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0026 g	Promedio	:	2.0088 g			
BLANCO 2	2.0018 g	SD	:	0.0005			
M1	2.0086 g						
M2	2.0093 g	Dilución				1	
M3	2.0081 g	Factor de dilución				1	
M4	2.0090 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	2.052	Blanco 2I1	2.050				
Blanco 1I2	2.144	Blanco 2I2	2.146	Promedio Blanco	:	2.089	
Blanco 1I3	2.054	Blanco 2I3	2.086	SD	:	0.051	
Promedio	2.083	Promedio	2.094				
SD1	0.053	SD2	0.048				
M1 I1	11.470	9.381	M2 I1	11.468	9.379	ST1I1	15.854
M1 I2	10.268	8.179	M2 I2	11.734	9.645	ST1I2	15.678
M1 I3	10.132	8.043	M2 I3	11.690	9.601	ST1I3	14.544
Promedio	8.535	Promedio	9.542	Promedio	15.359		
SD 1	0.736	SD 2	0.143	SD 1	0.711		
M3 I1	10.254	8.165	M4 I1	11.490	9.401	ST2I1	16.206
M3 I2	10.350	8.261	M4 I2	11.092	9.003	ST2I2	16.076
M3 I3	10.978	8.889	M4 I3	11.264	9.175	ST2I3	16.478
Promedio	8.439	Promedio	8.439	Promedio	16.253		
SD 3	0.393	SD 4	0.393	SD 2	0.2051		
Promedio Muestras	8.739	Promedio ST	15.782				
Promedio SD	0.4164	Promedio SD	0.458				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	2.5286 ppb	M2 I1	2.5280 ppb				
M1 I2	2.1367 ppb	M2 I2	2.6147 ppb				
M1 I3	2.0924 ppb	M2 I3	2.6004 ppb	Promedio ST	:	2.3806	
Promedio	2.2526 ppb	Promedio	2.5810 ppb	Promedio SD	:	0.1200	
SD	0.2401	SD	0.0465				
M3 I1	2.1321 ppb	M4 I1	2.5352 ppb				
M3 I2	2.1634 ppb	M4 I2	2.4054 ppb				
M3 I3	2.3682 ppb	M4 I3	2.4615 ppb				
Promedio	2.2213 ppb	Promedio	2.4673 ppb				
SD	0.1282	SD	0.0651				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	2.2526	ppb		% Recuperación	46.8203	%	
M2	2.5810	ppb		Promedio Concentración	2.3806	ppb	
M3	2.2213	ppb		%RSD	7.2546	%	
M4	2.4673	ppb		Concentración Teórica	5.0845	ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : CHIRIMOYA					
DETERMINACIÓN : METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 40 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	407-62B	Peso (W ST2)	: 25.6	mg	
%Potencia	199.5000 %	Promedio ST	: 25.55	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.199		
Ecuación de la Curva de Calibración : $Y=3.066829X + 1.626420$					
		R2 :	0.999981		
		R :	0.999990		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0026 g	Promedio	:	2.0047 g	
BLANCO 2	2.0018 g	SD	:	0.0031	
M1	2.0016 g				
M2	2.0026 g	Dilución	1		
M3	2.0073 g	Factor de dilución	:	1	
M4	2.0074 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	2.052	Blanco 2I1	2.050		
Blanco 1I2	2.144	Blanco 2I2	2.146	Promedio Blanco :	2.089
Blanco 1I3	2.054	Blanco 2I3	2.086	SD :	0.051
Promedio	2.083	Promedio	2.094		
SD1	0.053	SD2	0.048		
M1 I1	115.924	113.835	M2 I1	115.856	113.767
M1 I2	115.976	113.887	M2 I2	115.728	113.639
M1 I3	115.772	113.683	M2 I3	115.934	113.845
Promedio :	113.802	Promedio :	113.751	Promedio :	122.838
SD 1 :	0.106	SD 2 :	0.104	SD 1 :	1.339
M3 I1	115.985	113.896	M4 I1	115.476	113.387
M3 I2	115.966	113.877	M4 I2	115.442	113.353
M3 I3	115.678	113.589	M4 I3	115.994	113.905
Promedio :	113.788	Promedio :	113.788	Promedio	124.778
SD 3 :	0.172	SD 4 :	0.172	SD 2	1.8915
Promedio Muestras :	113.782	Promedio ST :	122.716		
Promedio SD :	0.1385	Promedio SD :	1.615		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	36.5879 ppb	M2 I1	36.5658 ppb		
M1 I2	36.6049 ppb	M2 I2	36.5240 ppb		
M1 I3	36.5384 ppb	M2 I3	36.5912 ppb	Promedio ST :	36.5510
Promedio	36.5771 ppb	Promedio :	36.5603 ppb	Promedio SD :	0.0563
SD	0.0346	SD	0.0339		
M3 I1	36.6077 ppb	M4 I1	36.4418 ppb		
M3 I2	36.6016 ppb	M4 I2	36.4308 ppb		
M3 I3	36.5077 ppb	M4 I3	36.6108 ppb		
Promedio	36.5723 ppb	Promedio :	36.4945 ppb		
SD	0.0561	SD	0.1009		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	36.5771 ppb		% Recuperación	89.8599 %	
M2	36.5603 ppb		Promedio Concentración	36.5510 ppb	
M3	36.5723 ppb		%RSD	0.1050 %	
M4	36.4945 ppb		Concentración Teórica	40.6756 ppb	

4.5.3.3 Muestras de lucuma

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5ppb			
MÉTODO : PROPIO					
ESTANDAR					
Nombre	Malatión	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	: 25.4	mg	
%Potencia T	99.1000 %	Promedio ST	: 25.45		
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991		
		Factor de dilución:	0.1982		
Ecuación de la Curva de Calibración		Y= 4.029185 X + 0.280993			
		R2 :	0.999990		
		R :	0.999995		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0054 g	Promedio	:	2.006875 g	
BLANCO 2	2.0011 g	SD	:	0.0013	
M1	2.0083 g				
M2	2.0075 g	Dilución		1	
M3	2.0054 g	Factor de dilución		1	
M4	2.0063 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	1.856	Blanco 2I1	1.846		
Blanco 1I2	1.868	Blanco 2I2	1.846	Promedio Blanco :	1.867
Blanco 1I3	1.930	Blanco 2I3	1.854	SD :	0.022
Promedio :	1.885	Promedio :	1.849		
SD 1 :	0.040	SD 2 :	0.005		
M1 I1	13.478	11.611	M2 I1	12.788	10.921
M1 I2	12.856	10.989	M2 I2	13.404	11.537
M1 I3	13.053	11.187	M2 I3	12.764	10.897
Promedio :	11.262	Promedio :	11.119	Promedio :	21.155
SD 1 :	0.318	SD 2 :	0.363	SD 1 :	0.939
M3 I1	13.056	11.189	M4 I1	13.208	11.341
M3 I2	12.752	10.885	M4 I2	13.056	11.189
M3 I3	12.546	10.679	M4 I3	13.246	11.379
Promedio :	10.918	Promedio :	10.918	Promedio :	21.389
SD 3 :	0.257	SD 4 :	0.257	SD 2 :	0.3187
Promedio Muestras :	11.054	Promedio ST	21.450		
Promedio SD :	0.2984	Promedio SD	0.629		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	2.8121 ppb	M2 I1	2.6408 ppb		
M1 I2	2.6577 ppb	M2 I2	2.7937 ppb		
M1 I3	2.7067 ppb	M2 I3	2.6349 ppb	Promedio ST :	2.6977
Promedio :	2.7255 ppb	Promedio :	2.6898 ppb	Promedio SD :	0.0644
SD :	0.0789	SD :	0.0900		
M3 I1	2.7073 ppb	M4 I1	2.7451 ppb		
M3 I2	2.6319 ppb	M4 I2	2.7073 ppb		
M3 I3	2.5808 ppb	M4 I3	2.7545 ppb		
Promedio :	2.6400 ppb	Promedio :	2.7356 ppb		
SD :	0.0637	SD :	0.0250		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	2.7255	ppb	% Recuperación	53.4817 %	
M2	2.6898	ppb	Promedio Concentración	2.6977 ppb	
M3	2.6400	ppb	%RSD	1.6020 %	
M4	2.7356	ppb	Concentración Teórica	5.0442 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : CAMU-CAMU							
DETERMINACIÓN : MALATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	MalatiÓN	Peso (W ST1)	:	25.5	mg		
N° Lote	422-123A	Peso (W ST2)	:	25.4	mg		
%Potencia T.99.1000	%	Promedio ST	:	25.45	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991			
		Factor de dilución	:	1.5856			
		Ecuación de la Curva de Calibración	:	Y= 4.029185 X + 0.280993			
		R2	:	0.999990			
		R	:	0.999995			
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0054 g	Promedio	:	2.0070 g			
BLANCO 2	2.0011 g	SD	:	0.0034			
M1	2.0057 g						
M2	2.0120 g	Dilución	:	1			
M3	2.0044 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0059 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	1.856	Blanco 2I1	1.846				
Blanco 1I2	1.868	Blanco 2I2	1.846	Promedio Blanco	:	1.867	
Blanco 1I3	1.930	Blanco 2I3	1.854	SD	:	0.022	
Promedio	1.885	Promedio	1.849				
SD1	0.040	SD2	0.005				
M1 I1	152.6478	150.781	M2 I1	153.6570	151.790	ST1I1	160.006
M1 I2	152.5476	150.681	M2 I2	153.7580	151.891	ST1I2	162.468
M1 I3	152.6347	150.768	M2 I3	153.8800	152.013	ST1I3	160.248
Promedio	:	150.743	Promedio	:	151.898	Promedio	:
SD 1	:	0.054	SD 2	:	0.112	SD 1	1.357
M3 I1	152.7480	150.881	M4 I1	153.5520	151.685	ST2I1	160.912
M3 I2	152.7450	150.878	M4 I2	153.5280	151.661	ST2I2	162.156
M3 I3	152.6560	150.789	M4 I3	152.4530	150.586	ST2I3	160.646
Promedio	:	150.850	Promedio	:	150.850	Promedio	161.238
SD 3	:	0.052	SD 4	:	0.052	SD 2	0.8061
Promedio Muestras	:	151.085	Promedio ST	:	160.910		
Promedio SD	:	0.0677	Promedio SD	:	1.082		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	37.3525 ppb	M2 I1	37.6030 ppb				
M1 I2	37.3276 ppb	M2 I2	37.6280 ppb				
M1 I3	37.3493 ppb	M2 I3	37.6583 ppb	Promedio ST	:	37.4566	
Promedio	37.3431 ppb	Promedio	37.6298 ppb	Promedio SD	:	0.0525	
SD	0.0135	SD	0.0277				
M3 I1	37.3774 ppb	M4 I1	37.5769 ppb				
M3 I2	37.3766 ppb	M4 I2	37.5710 ppb				
M3 I3	37.3545 ppb	M4 I3	37.3042 ppb				
Promedio	37.3695 ppb	Promedio	37.4840 ppb				
SD	0.0130	SD	0.1558				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	37.3431	ppb			% Recuperación	92.8212 %	
M2	37.6298	ppb			Promedio Concentración	37.4566 ppb	
M3	37.3695	ppb			%RSD	0.3488 %	
M4	37.4840	ppb			Concentración Teórica	40.3535 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : LUCUMA							
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 5 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Paration	Peso (W ST1)	:	25.2	mg		
N° Lote	LB58890	Peso (W ST2)	:	25.3	mg		
%Potencia T	99.1000 %	Promedio ST	:	25.25	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.991			
		Factor de dilución	:	1.5856			
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 5.998175X + 2.173917							
		R2 :	0.999994				
		R :	0.999997				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0052 g	Promedio	:	2.0050 g			
BLANCO 2	2.0019 g	SD	:	0.0027			
M1	2.0025 g						
M2	2.0028 g	Dilución	1				
M3	2.0064 g	Factor de dilución	1				
M4	2.0081 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	2.586	Blanco 2I1	2.690				
Blanco 1I2	2.547	Blanco 2I2	2.398	Promedio Blanco :	2.562		
Blanco 1I3	2.744	Blanco 2I3	2.406	SD :	0.135		
Promedio	2.626	Promedio :	2.498				
SD1	0.104	SD2	0.166				
M1 I1	21.854	19.292	M2 I1	21.856	19.294	ST11	30.968
M1 I2	21.996	19.434	M2 I2	21.996	19.434	ST1I2	31.476
M1 I3	21.744	19.182	M2 I3	21.746	19.184	ST1I3	31.856
Promedio :	19.303	Promedio :	19.304	Promedio	31.433		
SD 1 :	0.126	SD 2 :	0.125	SD 1	0.446		
M3 I1	21.876	19.314	M4 I1	21.946	19.384	ST2I1	31.744
M3 I2	21.654	19.092	M4 I2	21.126	18.564	ST2I2	31.106
M3 I3	21.547	18.985	M4 I3	21.575	19.013	ST2I3	31.534
Promedio :	19.131	Promedio :	19.131	Promedio	31.461		
SD 3 :	0.168	SD 4 :	0.168	SD 2	0.3251		
Promedio Muestras :	19.217	Promedio ST :	31.589				
Promedio SD :	0.1468	Promedio SD :	0.385				
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	2.8539 ppb	M2 I1	2.8542 ppb				
M1 I2	2.8776 ppb	M2 I2	2.8776 ppb				
M1 I3	2.8356 ppb	M2 I3	2.8359 ppb	Promedio ST :	2.8354		
Promedio	2.8557 ppb	Promedio :	2.8559 ppb	Promedio SD :	0.0346		
SD	0.0211	SD	0.0209				
M3 I1	2.8576 ppb	M4 I1	2.8693 ppb				
M3 I2	2.8206 ppb	M4 I2	2.7325 ppb				
M3 I3	2.8028 ppb	M4 I3	2.8073 ppb				
Promedio	2.8270 ppb	Promedio :	2.8030 ppb				
SD	0.0280	SD	0.0685				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	2.8557	ppb			% Recuperación	56.6565 %	
M2	2.8559	ppb			Promedio Concentración	2.8354 ppb	
M3	2.8270	ppb			%RSD	0.8996 %	
M4	2.8030	ppb			Concentración Teórica	5.0046 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS							
MUESTRA : LUCUMA							
DETERMINACIÓN : PARATIÓN		% RECUPERACIÓN : 40 ppb					
ESTANDAR							
Nombre	Paration	Peso (W ST1)	:	25.2	mg		
N° Lote	LB58890	Peso (W ST2)	:	25.3	mg		
%Potencia T 99.1000	%	Promedio ST	:	25.25	mg		
		Dilución	:	Wm/100x1/100x1000x160uL/10*0.991			
		Factor de dilución	:	1.5856			
Ecuación de la Curva de Calibración : Y= 5.998175X + 2.173917							
		R2 :	0.999994				
		R :	0.999997				
MUESTRA							
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):							
BLANCO 1	2.0052 g	Promedio	:	2.0029 g			
BLANCO 2	2.0019 g	SD	:	0.0009			
M1	2.0036 g						
M2	2.0017 g	Dilución	:	1			
M3	2.0035 g	Factor de dilución	:	1			
M4	2.0028 g						
LECTURAS: Áreas							
Blanco 1I1	2.586	Blanco 2I1 :	2.690				
Blanco 1I2	2.547	Blanco 2I2 :	2.398		Promedio Blanco :	2.562	
Blanco 1I3	2.744	Blanco 2I3 :	2.406		SD :	0.135	
Promedio	2.626	Promedio :	2.498				
SD1	0.104	SD2	0.166				
M1 I1	232.074	229.512	M2 I1	232.074	229.512	ST1I1	242.906
M1 I2	231.452	228.890	M2 I2	231.246	228.684	ST1I2	242.446
M1 I3	231.054	228.492	M2 I3	232.560	229.998	ST1I3	243.104
Promedio :	228.965	Promedio :	229.398	Promedio :	242.819		
SD 1 :	0.514	SD 2 :	0.664	SD 1 :	0.338		
M3 I1	231.644	229.082	M4 I1	230.748	228.186	ST2I1	245.874
M3 I2	232.057	229.496	M4 I2	232.056	229.494	ST2I2	243.452
M3 I3	232.204	229.642	M4 I3	230.544	227.982	ST2I3	243.856
Promedio :	229.407	Promedio :	229.407	Promedio	244.394		
SD 3 :	0.290	SD 4 :	0.290	SD 2	1.2975		
Promedio Muestras :	229.294	Promedio ST :			244.346		
Promedio SD :	0.4398	Promedio SD :			0.818		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN							
M1 I1	37.9012 ppb	M2 I1	37.9012 ppb				
M1 I2	37.7975 ppb	M2 I2	37.7632 ppb				
M1 I3	37.7312 ppb	M2 I3	37.9823 ppb		Promedio ST :	37.8294	
Promedio	37.8100 ppb	Promedio :	37.8822 ppb		Promedio SD :	0.0954	
SD	0.0857	SD	0.1108				
M3 I1	37.8296 ppb	M4 I1	37.6802 ppb				
M3 I2	37.8985 ppb	M4 I2	37.8982 ppb				
M3 I3	37.9229 ppb	M4 I3	37.6462 ppb				
Promedio	37.8836 ppb	Promedio :	37.7415 ppb				
SD	0.0484	SD	0.1368				
RESULTADOS: Contenido de principio activo							
M1	37.8100	ppb			% Recuperación	94.4874 %	
M2	37.8822	ppb			Promedio Concentración	37.8294 ppb	
M3	37.8836	ppb			%RSD	0.1795 %	
M4	37.7415	ppb			Concentración Teórica	40.0364 ppb	

ANÁLISIS POR UPLC-MS/MS					
MUESTRA : LUCUMA					
DETERMINACIÓN : METAMIDOFOS		% RECUPERACIÓN : 5 ppb			
ESTANDAR					
Nombre	Metamidofos	Peso (W ST1)	: 25.5	mg	
N° Lote	407-62B	Peso (W ST2)	: 25.6	mg	
%Potencia T	99.5000 %	Promedio ST	: 25.55	mg	
		Dilución	: Wm/100x1/100x1000x20uL/10*0.995		
		Factor de dilución	: 0.199		
Ecuación de la Curva de Calibración : Y=3.066829X + 1.626420					
		R2 :	0.999981		
		R :	0.999990		
MUESTRA					
Peso (Wm) o Vol. Tomado (Vm):					
BLANCO 1	2.0082 g	Promedio	:	2.0059 g	
BLANCO 2	2.0094 g	SD	:	0.0031	
M1	2.0072 g				
M2	2.0085 g	Dilución	1		
M3	2.0065 g	Factor de dilución	1		
M4	2.0015 g				
LECTURAS: Áreas					
Blanco 1I1	2.194	Blanco 2I1 :	2.084		
Blanco 1I2	2.048	Blanco 2I2 :	2.106	Promedio Blanco :	2.124
Blanco 1I3	2.168	Blanco 2I3 :	2.146	SD :	0.055
Promedio	2.137	Promedio :	2.112		
SD1	0.078	SD2	0.031		
M1 I1	10.068	7.944 M2 I1	11.196	9.072	ST111 15.854
M1 I2	11.134	9.010 M2 I2	10.268	8.144	ST112 15.678
M1 I3	10.068	7.944 M2 I3	10.476	8.352	ST113 14.544
Promedio :	8.299	Promedio :	8.522	Promedio	15.359
SD 1 :	0.615	SD 2 :	0.487	SD 1	0.711
M3 I1	10.572	8.448 M4 I1	11.258	9.134	ST211 16.206
M3 I2	10.378	8.254 M4 I2	10.572	8.448	ST212 16.076
M3 I3	10.308	8.184 M4 I3	10.374	8.250	ST213 16.478
Promedio :	8.295	Promedio :	8.295	Promedio	16.253
SD 3 :	0.137	SD 4 :	0.137	SD 2	0.2051
Promedio Muestras :	8.353	Promedio ST :	15.782		
Promedio SD :	0.3440	Promedio SD :	0.458		
CALCULOS : CONCENTRACIÓN SEGÚN LA CURVA DE CALIBRACIÓN					
M1 I1	2.0599 ppb	M2 I1	2.4277 ppb		
M1 I2	2.4075 ppb	M2 I2	2.1251 ppb		
M1 I3	2.0599 ppb	M2 I3	2.1929 ppb	Promedio ST :	2.2190
Promedio	2.1757 ppb	Promedio :	2.2485 ppb	Promedio SD :	0.1388
SD	0.2007	SD	0.1588		
M3 I1	2.2242 ppb	M4 I1	2.4479 ppb		
M3 I2	2.1609 ppb	M4 I2	2.2242 ppb		
M3 I3	2.1381 ppb	M4 I3	2.1596 ppb		
Promedio	2.1744 ppb	Promedio :	2.2772 ppb		
SD	0.0446	SD	0.1513		
RESULTADOS: Contenido de principio activo					
M1	2.1757	ppb		% Recuperación	43.6426 %
M2	2.2485	ppb	Promedio	Concentración	2.2190 ppb
M3	2.1744	ppb		%RSD	2.3453 %
M4	2.2772	ppb		Concentración Teórica	5.0845 ppb

4.6. Comparación de valores de % de recuperación, obtenidos en diferentes procesos evaluados de frutas como blanco y frutas fortificadas con un mix estándares de plaguicida a una concentración de 40 ppb. (**Tabla 5, 6, 7**)

4.6.1 Camu-Camu.

Plaguicidas	QuEChERS %	Procedimiento SPE	
		C18 %	OASIS HLB %
Carbámicos			
Metomilo	84.48	94.73	98.03
Carbofurano	97.35	97.29	97.66
Aldicarb	96.55	97.24	97.67
Propoxur	96.83	99.18	99.69
Carbaryl	95.19	96.47	96.98
Organofosforados			
Malatión	93.85	95.84	98.19
Paratión Etil	95.07	99.04	100.10
Metamidofos	90.54	97.13	95.86

Tabla 5

4.6.2 Chirimoya.

Plaguicidas	QuEChERS %	Procedimiento SPE	
		C18 %	OASIS HLB %
Carbámicos			
Metomilo	89.23	94.87	97.80
Carbofurano	97.32	96.92	97.37
Aldicarb	96.59	96.90	97.56
Propoxur	96.40	98.78	99.69
Carbaryl	94.96	96.03	97.06
Organofosforados			
Malatión	93.19	95.55	96.94
Paratión Etil	94.89	98.81	99.25
Metamidofos	89.86	93.26	96.27

Tabla 6

4.6.3. Lúcuma.

Plaguicidas	QuEChERS	Procedimiento SPE	
		C18	OASIS HLB
Carbámicos			
Metomilo	88.59	93.21	97.24
Carbofurano	96.76	97.52	97.52
Aldicarb	96.46	96.89	97.46
Propoxur	96.37	98.09	98.95
Carbaryl	94.86	95.91	97.01
Organofosforados			
Malatión	92.82	95.26	96.62
Paratión Etil	94.49	98.35	98.95
Metamidofos	88.316	93.23	95.61

Tabla 7

4.7. Evaluación del % de recuperación en las frutas de Camu-Camu, Chirimoya y lúcuma en las concentraciones de 5ppb y 40ppb. (**Tabla 8, 9, 10**)

4.7.1 Camu-Camu

Plaguicidas	% Recuperación					
	5 ug/L			40 ug/L		
	QuEChERS	C18	OASIS	QuEChERS	C18	OASIS
Carbámicos						
Metomilo	68.72	87.34	99.20	84.48	94.73	98.03
Carbofurano	78.42	80.34	87.26	97.35	97.29	97.66
Aldicarb	78.94	85.85	91.27	96.55	97.24	97.67
Propoxur	66.13	86.97	93.03	96.83	99.18	99.69
Carbaryl	71.81	80.33	86.99	95.19	96.47	96.98
Organofosforados						
Malatión	60.36	83.78	93.27	93.85	95.84	98.19
Paratión Etil	62.18	77.99	88.97	95.07	99.04	100.10
Metamidofos	90.54	95.86	97.12	90.54	97.13	95.86

Tabla 8

4.7.2. Chirimoya.

Plaguicidas	% Recuperación					
	5 ug/L			40 ug/L		
	QuEChERS	C18	OASIS	QuEChERS	C18	OASIS
Carbámicos						
Metomilo	61.74	83.90	98.42	94.87	97.80	94.87
Carbofurano	77.96	76.99	82.47	96.92	97.37	96.92
Aldicarb	77.58	84.12	90.56	96.90	97.56	96.90
Propoxur	63.55	84.32	93.16	98.78	99.69	98.78
Carbaryl	69.93	75.28	85.84	96.03	97.06	96.03
Organofosforados						
Malatión	56.69	82.28	92.39	95.55	96.94	95.55
Paratión Etil	60.08	79.06	83.37	98.81	99.25	98.81
Metamidofos	46.82	76.43	83.25	93.26	96.27	93.26

Tabla 9

4.7.3. Lúcumá.

Plaguicidas	% Recuperación					
	5 ug/L			40 ug/L		
	QuEChERS	C18	OASIS	QuEChERS	C18	OASIS
Carbámicos						
Metomilo	69.95	80.32	97.95	88.59	93.21	97.24
Carbofurano	74.35	80.62	83.99	96.76	97.52	97.52
Aldicarb	76.55	83.79	90.08	96.46	96.89	97.46
Propoxur	59.02	79.72	92.29	96.37	98.09	98.95
Carbaryl	69.42	74.54	84.24	94.86	95.91	97.01
Organofosforados						
Malatión	53.48	79.94	86.66	92.82	95.26	96.62
Paratión Etil	56.66	77.12	81.32	94.49	98.35	98.95
Metamidofos	43.64	73.52	80.24	88.316	93.23	95.61

Tabla 10

4.8. Resultados óptimos de la adaptación y desarrollo del método con el cartucho SPE OASIS HLB. (Tabla 11, 12, 13)

4.8.1 Camu-Camu.

Plaguicidas	R2	% Recuperación		LOD (ug/L)	LOQ(ug/L)
		5 ug/L	40ug/L		
Carbámicos					
Metomilo	0.999997	99.20	98.03	2.1	4.1
Carbofurano	0.999998	87.26	97.66	2.7	4.6
Aldicarb	0.999998	91.27	97.67	1.4	3.5
Propoxur	0.999996	93.03	99.69	2.7	4.5
Carbaryl	0.999997	86.99	96.98	3.1	4.7
Organofosforados					
Malatión	0.999990	93.27	98.19	2.1	4.9
Paratión Etil	0.999994	88.97	100.10	2.6	4.8
Metamidofos	0.999981	97.12	95.86	2.9	4.9

Tabla 11

4.8.2. Chirimoya.

Plaguicidas	R2	% Recuperación		LOD (ug/L)	LOQ(ug/L)
		5 ug/L	40ug/L		
Carbámicos					
Metomilo	0.999997	98.42	94.87	2.3	4.3
Carbofurano	0.999998	82.47	96.92	2.8	4.8
Aldicarb	0.999998	90.56	96.90	1.5	3.6
Propoxur	0.999996	93.16	98.78	2.8	4.6
Carbaryl	0.999997	85.84	96.03	3.3	4.8
Organofosforados					
Malatión	0.999990	92.39	95.55	2.3	4.8
Paratión Etil	0.999994	83.37	98.81	2.7	4.9
Metamidofos	0.999981	83.25	93.26	3.0	4.7

Tabla 12

4.8.3. Lúcumá.

Plaguicidas	R2	% Recuperación		LOD (ug/L)	LOQ(ug/L)
		5 ug/L	40ug/L		
Carbámicos					
Metomilo	0.999997	97.95	97.24	2.4	4.4
Carbofurano	0.999998	83.99	97.52	2.9	3.7
Aldicarb	0.999998	90.08	97.46	1.9	4.6
Propoxur	0.999996	92.29	98.95	2.8	4.3
Carbaryl	0.999997	84.24	97.01	3.5	4.1
Organofosforados					
Malatión	0.999990	86.66	96.62	2.5	4.9
Paratión Etil	0.999994	81.32	98.95	2.6	4.9
Metamidofos	0.999981	80.24	95.61	3.1	4.8

Tabla 13

V. DISCUSIÓN

1. En primer lugar, las condiciones MS detector se optimizaron inyectando estándares de 1ppm de cada plaguicida de carbamicos y organofosforados mediante ionización por electrospray en el modo positivo. Pues los espectros de masas en su completa exploración se registraron con el fin de seleccionar el valor más abundante (m/z), optimizando la tensión del cono. El [M-H] de iones, resultaron ser el más abundante y se seleccionaron como iones precursores de los plaguicidas diana. Entonces, las energías de colisión fueron evaluados con el fin de encontrar los iones de productos más abundantes, la selección de la transición más sensible para la cuantificación y una segunda para su confirmación. **La Tabla 1 y 2** indica MS / MS transiciones para la cuantificación y confirmación, así como los parámetros optimizados para todos los plaguicidas estudiados. Los valores óptimos para otros parámetros en MS / MS determinación se indican en las **Tablas 3 y 4**.
2. Para optimizar la separación cromatográfica, se realizaron ensayos preliminares de comprobación de diferentes fases móviles que consiste en metanol, acetonitrilo y agua, adicionándoles ácido fórmico o acético ácido a diferentes concentraciones. Cuando se utilizó acetonitrilo como disolvente orgánico en la fase móvil, la forma de pico se observó asimétrico para algunos plaguicidas, tales como aldicarb, carbofurano y metomilo. El acetonitrilo no era seleccionado como disolvente orgánico en la fase móvil. Además, la señal MS para la mayoría de los plaguicidas tales como metomilo, propoxur (baygon), malatión y metamidofos disminuyó considerablemente cuando era con acetonitrilo en lugar de metanol, mientras que fue ligeramente mejor para unos pocos plaguicidas como paratión , aldicarb, carbaryl y carbofurano. Por otro lado, la adición de ácido fórmico proporcionan mejores resultados que el ácido acético y se utilizó para mejorar la eficiencia en su ionización . La separación óptima de 5 compuestos carbámicos y 3 compuestos organofosforados se logró utilizando una gradiente de elución con metanol y una solución acuosa de ácido fórmico al 0,1% (v / v), obteniéndose una elución en gradiente de 3 minutos para carbamicos y 5.5 minutos para los

organofosforados. Otros parámetros tales como el flujo , la inyección de volumen y temperatura de la columna se optimizaron. .

Cuando estas condiciones fueron utilizados, los tiempos de retención fueron constantes, con una desviación típica relativa (RSD) inferior a 2 %. Finalmente la determinación de los plaguicidas seleccionados por la detección de MRM de todos los compuestos se clasifican por sus tiempos de retención. Obteniéndose buenas simetrías en los picos, la **Fig. 4.3** muestra los cromatogramas de algunos compuestos coeluidos en la misma función y se puede observar que no se logra una completa resolución, pero MS/MS permite su determinación adecuada.

3. La optimización de los procedimientos de extracción y preparación de las muestras son a menudo la parte más crítica para un método de multiresiduo, debido a la diversidad de sustancias que tienen y que se extrae simultáneamente. Fueron probados 2 procedimientos : SPE y QuEChERS, el procedimiento de SPE se evaluó utilizando 2 cartuchos diferentes: Oasis HLB y High Capacity C18, mostrados los resultados en las **Tablas 11, 12 y 13** para las muestras de frutas de camu camu, chirimoya y lucuma. Se puede observar que Oasis y C18 proporciona mejores resultados que la metodología del QuEChERS , en las tres diferentes frutas y con una obtención de mayor concentración en las recuperaciones de los plaguicidas seleccionados, para SPE OASIS HLB y C18 se obtuvo una concentración mayor al 85% , mientras que las recuperaciones fueron inferiores al 85 % por la metodología QuEChERS . Lo que indica que el efecto de la matriz significativa para la metodología QuEChERS es deficiente, caso contrario se mostró mayor eficiencia en SPE, especialmente en los cartuchos OASIS HLB. Además, para una mayor eficiencia de recuperación, las frutas deben ser diluidas en agua para evitar los efectos de obstrucción en los cartuchos.
4. Se seleccionó el disolvente óptimo para evitar el efecto matriz en las muestrass, fueron considerados las proporciones de metanol / agua como los candidatos a una proporción de (50/50). Además, se evaporó el residuo en acetonitrilo de las muestras extraídas y se añadió a continuación una solución acuosa de ácido

fórmico 0,1% (50/50, v / v) y se obtuvo buena simetría de los picos y de % de recuperación. La evaporación del residuo en acetonitrilo, también proporciona buenos resultados, pero teniendo en cuenta que la dilución directa era más rápida y los límites de cuantificación inferior a 10ppb. A pesar de la dilución, este procedimiento se seleccionó y optimizó realizando las respuestas de % de recuperación a 5ppb y 40 ppb, obteniendo resultados óptimos de recuperación para la concentración de 40ppb como se muestran en las **Tablas 5, 6,7**.

5. Se hizo hincapié en la dilución de la muestra, ya que presentó algunas ventajas tales como menor cantidad de matriz cargada en la columna, reduciendo los efectos de matriz de las muestras de fruta, recalando que la muestra de lúcuma presenta más complejidad de matriz en comparación con las otras. **La Tabla 8, 9 y 10** muestra los valores medios de recuperación de las frutas de camu camu, chirimoya y lúcuma en blanco y muestras fortificadas a los 5ppb y 40 ppb, cuando este procedimiento se comparó con SPE convencional, se observó mejores resultados en los plaguicidas seleccionados cuando se aplicó el SPE OASIS HLB. Por ende, la SPE ofrece un mejor resultado que el QuEChERS para algunos plaguicidas como se muestra en las tablas.
6. El procedimiento de SPE produce altas tasas de recuperación y extractos limpios, permitiendo la preconcentración de los analitos. Este enfoque es menos laborioso y consume poco tiempo y es adecuado para todos los plaguicidas seleccionados en este estudio, donde, la SPE proporciona un método de preparación simple, rápido y robusto basado en disolvente de extracción que no requiere ningún paso de limpieza, dando una adecuada recuperación de todos los compuestos seleccionados, así que fue elegido para este estudio. Sin embargo, se puede indicar que la principal desventaja de QuEChERS versus SPE es que la muestra de 5ppb de concentración final del extracto fue inferior a los extractos concentrados obtenidos cuando se aplicó SPE, lo que podría aumentar el límite de cuantificación del método SPE. **Las Figuras 4.5, 4.6 y 4.7** muestra cromatogramas representativos de frutas de camu camu blanco fortificado al 5 ppb y 40ppb de los plaguicidas carbámicos, obteniéndose extractos limpios y altas altas concentraciones. Finalmente hay que destacar que, teniendo en cuenta el tiempo de análisis cromatográfico (5.5 min) y el tiempo de extracción

(Aproximadamente 10 min), la determinación de 8 plaguicidas en una muestra puede ser llevado a cabo en menos de 22 minutos, considerando todo el proceso (extracción, separación cromatográfica y detección MS / MS).

7. Para las tres diferentes frutas analizadas, indica un nuevo aporte al control de exportación de dichas frutas en nuestro país, pues no se cuenta con un nuevo y sofisticado sistema de análisis y una alta sensibilidad como UPLC MS/MS, siguiendo las rigurosas normas internacionales en LMRs para estos frutos nativos.

VI. CONCLUSIONES

1. Se adaptó y desarrolló un método de residuos de plaguicidas para la determinación rápida y simultánea de residuos de 5 plaguicidas carbámicos y 3 plaguicidas organofosforados en muestras de frutas de camu camu, chirimoya y lúcuma por UPLC-MS/MS, utilizando la metodología SPE y QuEChERS.
2. El método adaptado y desarrollado combina selectividad, alta capacidad de resolución y el análisis rápido de UPLC-MS/MS con las ventajas de SPE, proporcionando un análisis simple, rápido y fiable de los plaguicidas en muestras de fruta. Un consumo de bajo volumen de disolventes orgánicos en los procedimientos de extracción es otra ventaja que presenta.
3. Se determinó que las matrices de las muestras no interfirieron en la recuperación del analito.
4. El tiempo de análisis (menos de 30 minutos), incluyendo preparación de muestras y determinación fue más corta en comparación con métodos de extracción tradicionales,
5. Las recuperaciones varían de 70 a 110% , de acuerdo al Codex Alimentario y las normas europeas que se tomaron como referencia

VII. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. Programa Conjunto FAO/OMS sobre normas alimentarias, Comisión del Codex Alimentarius 2009.
2. REGLAMENTO (CE) No 299/2008 DEL PARLAMENTO EUROPEO Y DEL CONSEJO de 11 de marzo de 2008 por el que se modifica el Reglamento (CE) 396/2005, relativo a los límites máximos de residuos de plaguicidas en alimentos y piensos de origen vegetal y animal, por lo que se refiere a las competencias de ejecución atribuidas a la Comisión. Diario Oficial de la Unión Europea L97/67.
3. Wiley J. and Sons, Pesticide toxicology and international regulation, Food Standards Agency; London, 2004.
4. Osman KA, Al-Humaid AI, Al-Rehiyani SM, Al-Redhaiman KN. Estimated daily intake of pesticide residues exposure by vegetables grown in greenhouses in Al-Qassim region, Saudi Arabia. Food Control. 2010.
5. DECISION DE LA COMISION de 12 de agosto de 2002 por la que se aplica la Directiva 96/23/CE del Consejo en cuanto al funcionamiento de los métodos analíticos y la interpretación de los resultados. 2002/657/CE, Diario Oficial de las Comunidades Europeas, L221/8.
6. SANCO/2007/3131, Method validation and quality control procedures for pesticide residues analysis in food and feed. 31/October/2007, supersedes Document No. SANCO/10232/2006.<http://ec.europa.eu/food/plant/protection/resources/qualcontrol-en.pdf>.
7. Lambropoulou, D.A.; Albanis, T.A. Methods of sample preparation for determination of pesticide residue in food matrices by chromatography-mass spectrometry-based techniques: a review Anal. Bioanal. Chem.2007; 389: 1663-1683.
8. Ridgway, K.; Lalljie, S.P.D.; Smith, R.M. Sample preparation techniques for the determination of trace residues and contaminants in foods J. Chromatogr. A. 2009; 1153: 36-53.

9. Luke, M.A.; Masumoto, H.T.; Cairns, T.; Hundley, H.K. Levels and incidences of pesticide residue in various foods and animal feeds analyzed by the Luke multiresidue methodology for fiscal years 1982-1986 J. AOAC. 1988; 71: 415-433.
10. Hundley, H.K.; Cairns, T.; Luke, M.A.; Masumoto, H.T. (1988) Pesticide residue findings by the Luke method in domestic and imported foods and animal feeds for fiscal years 1982-1986 J. AOAC. 1990; 71: 875-892.
11. Cunniff, P. (Ed.) Official Methods of Analyses of AOAC International, AOAC International, Gaithersburg, 1997, p. 10, Chapter 10, method 985.22
12. Anastassiades, M.; Lehotay, S.J.; Štajnbaher, D.; Schenck, F.J. Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and "dispersive solid-phase extraction" for the determination of pesticide residues in produce J. AOAC. 2003; 86: 412-431.
13. Lehotay, S.J.; Maštovska, K.; Yun, S.J. Evaluation of two fast and easy methods for pesticide residue analysis in fatty food matrixes J. AOAC Int.2005; 88:630-638.
14. Lehotay, S.J.; Maštovska, K.; Amirav, A.; Fialkov, A.B.; Alon, T.; Martos, A.; de Kok,A.; Fernandez-Alba, A.R. Identification and confirmation of chemical residues in food by chromatography-mass spectrometry and other techniques Trends Anal. Chem. 2008; 27: 1070-1090.
15. Mol, H.G.J.; Rooseboom, A.; van Dam, R.; Roding, M.; Arondeus, K.; Sumarto, S. Modification and re-validation of the ethyl acetate-based multiresidue method for pesticides in produce Anal. Bioanal. Chem.2007; 389: 1715-1754.
16. Pihlstrom, T.; Blomkvist, G.; Friman, P.; Pagard, U.; Osterdahl, B.-G. Analysis of pesticide residues in fruit and vegetables with ethyl acetate extraction using gas and liquid chromatography with tandem mass spectrometric detection Anal. Bioanal. Chem. 2008; 389: 1773-1789.
17. P.D.McDonald,"The Quest for Ultra Performance in Liquid Chromatography: Origins of UPLC Technology", Waters Ireland, 2009.

18. Zrostlíková J, Hajslova H, Poustka J, Begany P. Alternative calibration approaches to compensate the effect of co-extracted matrix components in liquid chromatography–electrospray ionisation tandem mass spectrometry analysis of pesticide residues in plant materials. *J Chromatograph A*, 2002; 973: 13–26.
19. Andersen, W.C.; Turnipseed, S.B.; Karbiwnyk, C.M.; Clark, S.B.; Madson, M.R.; Gieseke, C.M.; Miller, R.A.; Rummel, N.G.; Reimschuessel, R. Determination and confirmation of pesticides residues in catfish, trout, tilapia, salmon and shrimp by liquid chromatography with tandem mass spectrometry *J. Agric. Food Chem.* 2008; 56 :4340-4347.
20. Hamaya, T.; Yoshida, H.; Todoroki, K.; Nohta, H.; Yamaguchi, M. Determination of polar organophosphorus pesticides in water samples by hydrophilic interaction liquid chromatography with tandem mass spectrometry *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 2008; 22: 2203-2210.
21. Sharma D, Nagpal A, B. Pakade A, Kaur Katnoria J. Analytical methods for estimation of organophosphorus pesticide residues in fruits and vegetables. *Talanta*, 2010; 82: 1077–1089.
22. Jansson, C.; Pihlstrom, T.; Osterdahl, B.-G.; Markides, K.E. A new multiresidue method for analysis of pesticide residues in fruit and vegetables using liquid chromatography with tandem mass spectrometric detection *J.Chromatogr. A*. 2004; 1023: 93-104.
23. Marín JM. Desarrollo de Metodología Analítica para la determinación de residuos de contaminantes orgánicos en aguas y vegetales mediante LC-MS/MS con analizador de triple cuadrupolo. Universidad de Jaume (España), Tesis Doctoral 2010.
24. González R, Garrido A, Martínez JL. Multiresidue method for fast determination of pesticides in fruit juices by ultra performance liquid chromatography coupled to tandem mass spectrometry. *Talanta*, 2008; 76:211–225.

25. Matuszewski, B.K.; Constanzer, M.L.; Chavez-Eng, C.M. Strategies for the assessment of matrix effect in quantitative bioanalytical methods based on HPLC-MS/MS *Anal. Chem.* 2003; 75: 3019-3030
26. Hoffmann, E.; Stroobant, V. *Mass Spectrometry: Principles and applications*. Second Edition John Wiley and sons Ltd. Ed. Germany, 2002; pag: 110-179.
27. Niessen, W.M.A. *Liquid Chromatography-Mass Spectrometry Third Edition Chromatographic Science Series vol. 97*, Ed. Taylor and Francis Group .Germany,2006.
28. Niessen, W.M.A.; Manini, P.; Andreoli, R. (2006) Matrix effects in quantitative pesticide analysis using liquid chromatography-mass spectrometry *Mass Spectrom. Reviews.* 2006; 25: 881-899
29. Dass, C. *Fundamentals of contemporary Mass Spectrometry Wiley-Interscience Series on Mass Spectrometry Desiderio D.M. and Nibbering N.M. Serie Editors.* Germany 2007
30. Hirabayashi, A.; Sakairi, M.; Koizumi, H. Sonic spray ionization method for atmospheric pressure ionization mass spectrometry *Anal. Chem.* 1994; 66: 4557-4559.
31. Kebarle, P. A brief overview of the present status of the mechanism involved in electrospray mass spectrometry *J. Mass Spectrom.*2000; 35: 804-817.
32. King, R.; Bonfiglio, R.; Fernandez-Metzler, C.; Miller-Stein, C.; Olah, T. Mechanistic investigation of ionization suppression in electrospray ionization *J. Am. Soc. Mass Spectrom.* 2001; 11: 942-950.
33. Poletini, A. *Applications of LC-MS in Toxicology Pharmaceutical Press* Ed.Raffaelli, A.; Saba, A. 2003 Atmospheric pressure photoionization mass spectrometry *Mass Spectrom. Rev.* 2007; 22: 318-331

34. Paya, P.; Anastassiades, M.; Mack, D.; Sigalova, I.; Tasdelen, B.; Oliva, J.; Barba, A. Analysis of pesticide residues using the Quick Easy Cheap Effective Rugged and Safe (QuEChERS) pesticide multiresidue method in combination with gas and liquid chromatography and tandem mass spectrometric detection *Anal. Bioanal. Chem.* 2007; 389: 1697-1714.
35. Krueve, A.; Kunnapas, A.; Herodes, K.; Leito, I. Matrix effect in pesticide residue analysis by liquid chromatography-mass spectrometry *J.Chromatogr. A.*2008; 1187: 58-66.
36. Bidari A, Reza M, Norouzi R, Reza Milani R, Assadi Y. Sample preparation method for the analysis of some organophosphorus pesticides residues in tomato by ultrasound-assisted solvent extraction followed by dispersive liquid-liquid microextraction. *Food Chemistry* .2011; 120: 826-858.
37. Stephen W.C. Chung, Benny T.P. Chan. Validation and use of a fast sample preparation method and liquid chromatography-tandem mass spectrometry in analysis of ultra-trace levels of 98 organophosphorus pesticide and carbamate residues in a total diet study involving diversified food types. *J Chromatograph A*, 2010; 1217: 4815-4824.
38. Pinho GP, Neves AA, Lopes ME, Oliveira F. Pesticide determination in tomatoes by solid-liquid extraction with purification at low temperature and gas chromatography. *Food Chemistry*, 2010; 121: 251-256.
39. Liu M, Hashi Y, Song Y, Lin JM. Simultaneous determination of carbamate and organophosphorus pesticides in fruits and vegetables by liquid chromatography-mass spectrometry. *J Chromatograph A*, 2005; 1097: 183-187.
40. Liu M, Hashi Y, Song Y, Lin JM. Simultaneous determination of carbamate and organophosphorus pesticides in fruits and vegetables by liquid chromatography-mass spectrometry. *J Chromatograph A*, 2005; 1097: 183-187.

VIII. ANEXOS

8.1 CURVA DE CALIBRACIÓN DE PLAGUICIDAS CARBÁMICOS.

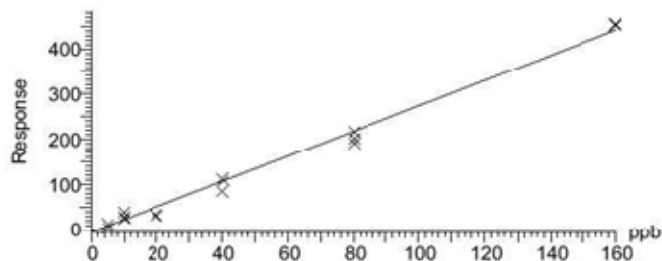
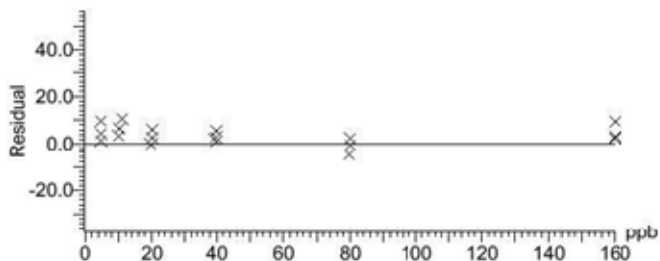
Quantify Calibration Report MassLynx 4.1 SCN 683

Dataset: C:\Proyectos\carbamicos.PRO\CurveDB\Celia Tesis.qld

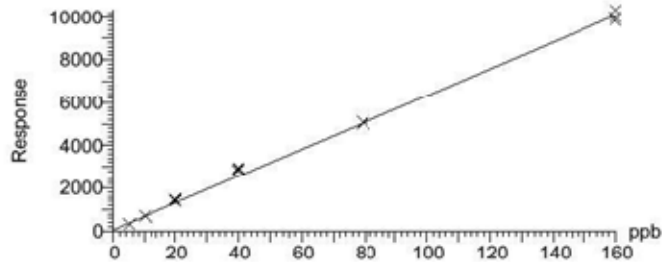
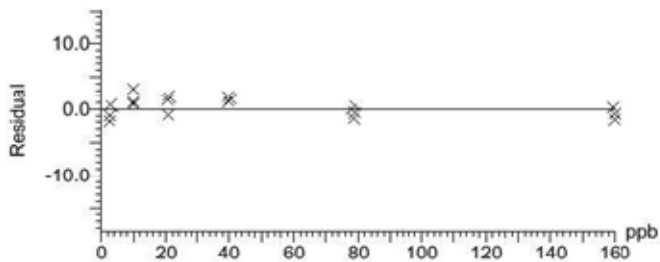
Last Altered: Friday, July 13, 2012 16:39:50 SA Pacific Standard Time
Printed: Friday, July 13, 2012 16:55:04 SA Pacific Standard Time

Method: C:\Proyectos\carbamicos.PRO\MethDB\Carbamates.mdb 13 Jul 2012 16:38:25
Calibration: 13 Jul 2012 16:38:36

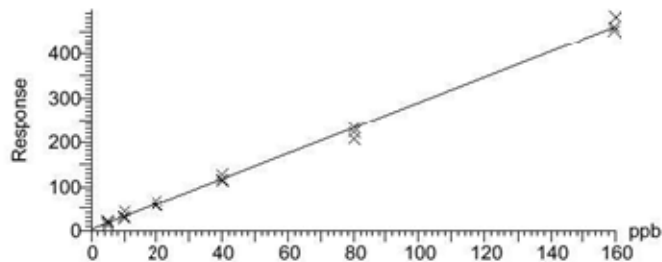
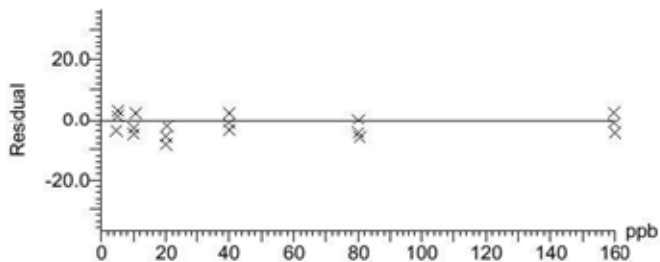
Compound name: Methomyl
Correlation coefficient: $r = 0.999998$, $r^2 = 0.999997$
Calibration curve: $3.0325 * x + 0.4211$
Response type: External Std, Area
Curve type: Linear, Origin: Exclude, Weighting: 1/x, Axis trans: None



Compound name: Aldicarb
Correlation coefficient: $r = 0.999999$, $r^2 = 0.999998$
Calibration curve: $21.4148 x + 1.1354$
Response type: External Std, Area
Curve type: Linear, Origin: Exclude, Weighting: 1/x, Axis trans: None



Compound name: Propoxur
Correlation coefficient: $r = 0.999998$, $r^2 = 0.999996$
Calibration curve: $3.4819 * x + 0.0062$
Response type: External Std, Area
Curve type: Linear, Origin: Exclude, Weighting: 1/x, Axis trans: None

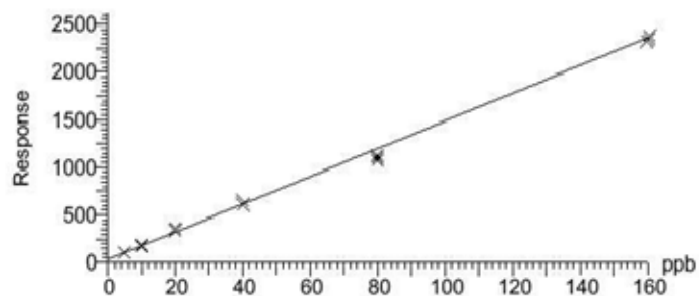
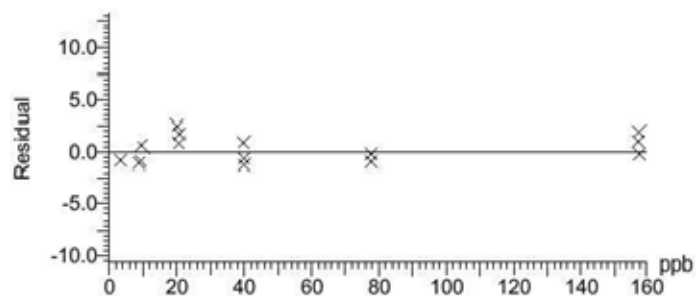


Quantify Calibration Report MassLynx 4.1 SCN 683

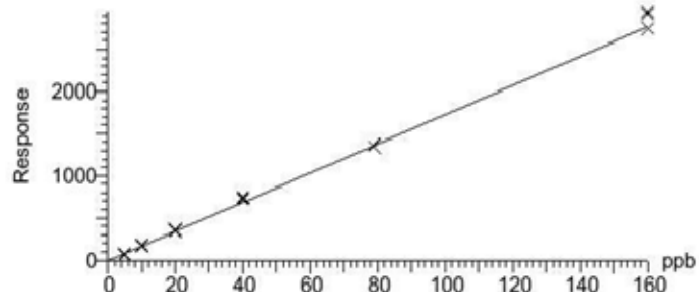
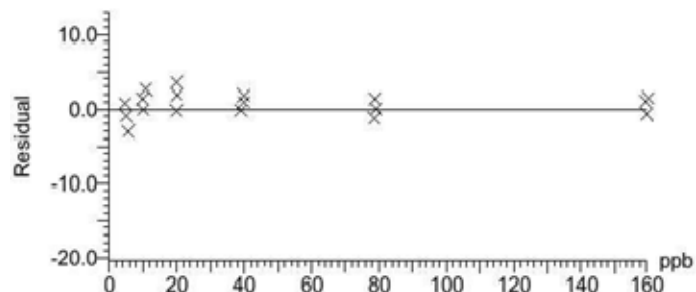
Dataset: C:\Proyectos\carbamicos.PRO\CurveDB\Celia Tesis.qld

Last Altered: Friday, July 13, 2012 16:39:50 SA Pacific Standard Time
Printed: Friday, July 13, 2012 16:55:04 SA Pacific Standard Time

Compound name: Carbofuran
Correlation coefficient: $r = 0.999999$, $r^2 = 0.999998$
Calibration curve: $20.1064 * x + 0.1181$
Response type: External Std, Area
Curve type: Linear, Origin: Exclude, Weighting: 1/x, Axis trans: None



Compound name: Carbaryl
Correlation coefficient: $r = 0.999998$, $r^2 = 0.999997$
Calibration curve: $14.0731 * x + 0.7796$
Response type: External Std, Area
Curve type: Linear, Origin: Exclude, Weighting: 1/x, Axis trans: None



8.2 CURVA DE CALIBRACIÓN DE PLAGUICIDAS ORGANOFOSFORADOS.

Quantify Calibration Report MassLynx 4.1 SCN 683

Dataset: C:\Proyectos\organofosforados\CurveDB\Celia Tesis.qld

Last Altered: Friday, July 09, 2012 10:30:10 SA Pacific Standard Time

Printed: Friday, July 09, 2012 17:55:11 SA Pacific Standard Time

Method: C:\Proyectos\organofosfoPRO\MethDB\Organophosphorus.mdb 09 Jul 2012 10:30:10

Calibration: 09 Jul 2012 10:30:10

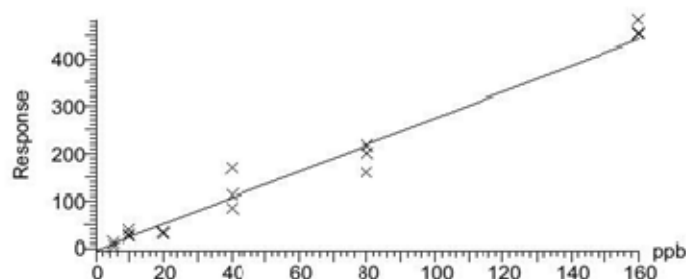
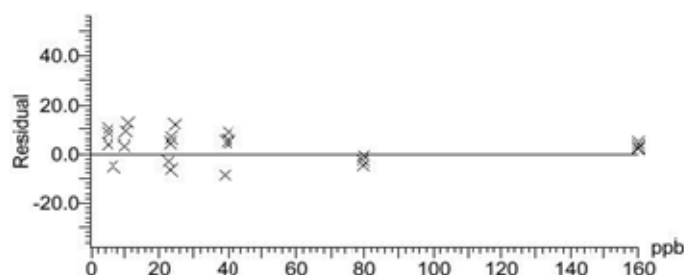
Compound name: Malathion

Correlation coefficient: $r = 0.999995$ $r^2 = 0.999990$

Calibration curve: $4.0292 x + 0.2809$

Response type: External Std, Area

Curve type: Linear, Origin: Exclude, Weighting: 1/x, Axis trans: None



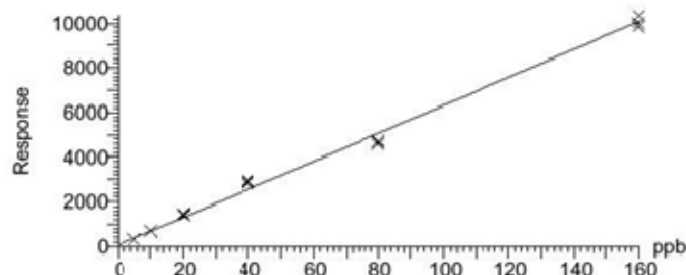
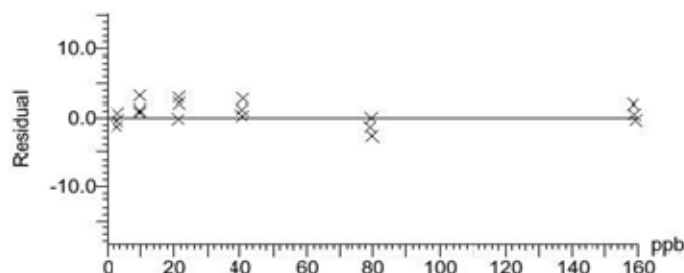
Compound name: Parathion Ethyl

Correlation coefficient: $r = 0.999997$ $r^2 = 0.999994$

Calibration curve: $5.9981 x + 2.1739$

Response type: External Std, Area

Curve type: Linear, Origin: Exclude, Weighting: 1/x, Axis trans: None



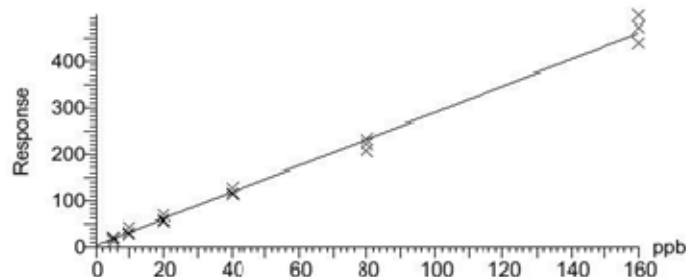
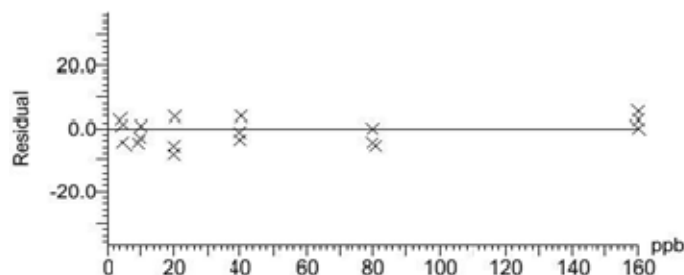
Compound name: Methamidophos

Correlation coefficient: $r = 0.999990$ $r^2 = 0.999981$

Calibration curve: $3.0668 x + 1.6264$

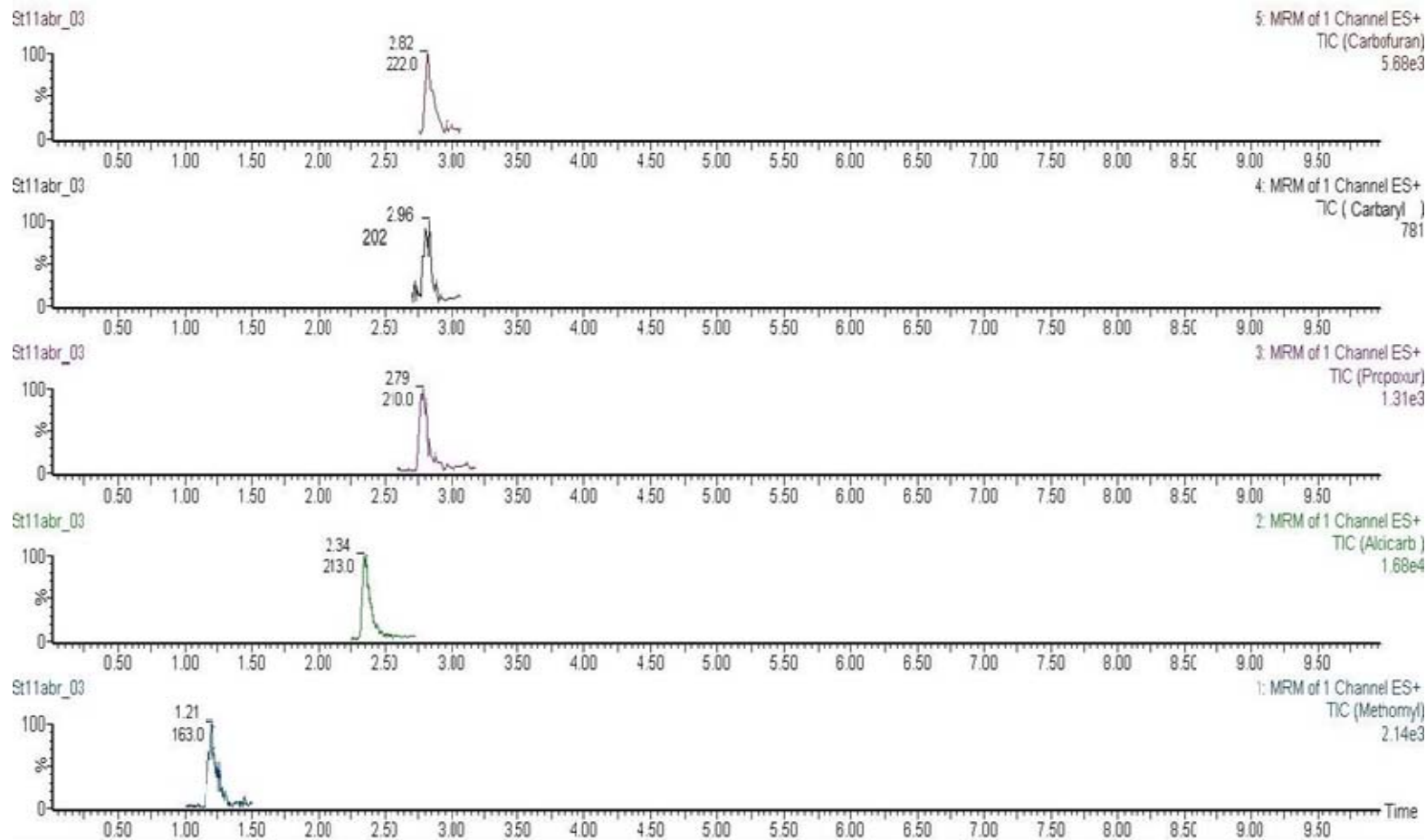
Response type: External Std, Area

Curve type: Linear, Origin: Exclude, Weighting: 1/x, Axis trans: None

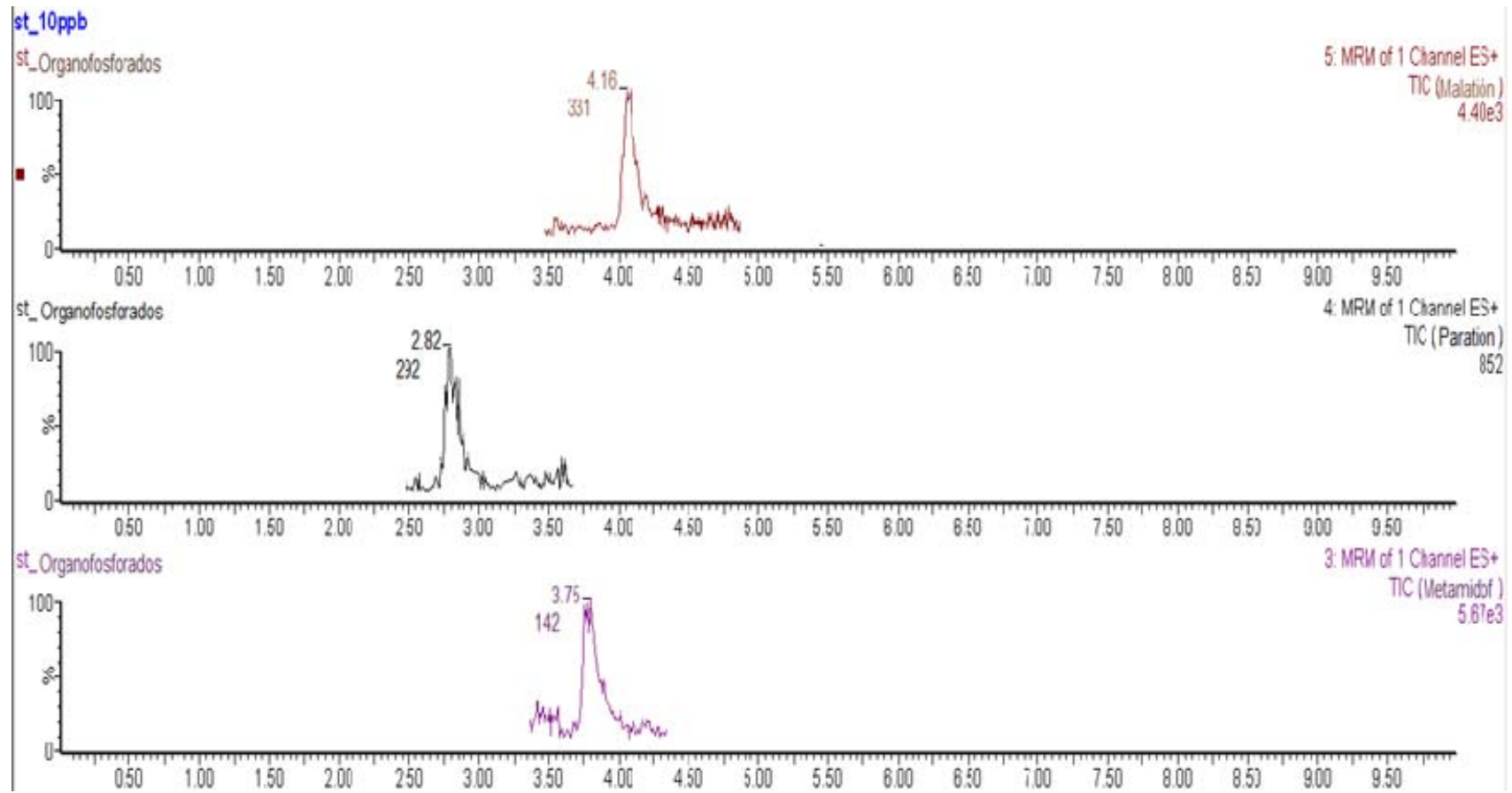


8.3 UPLC-MS/MS CROMATOGRAMAS OBTENIDOS EN LA ADAPTACIÓN Y DESARROLLO DE LA METODOLOGÍA.

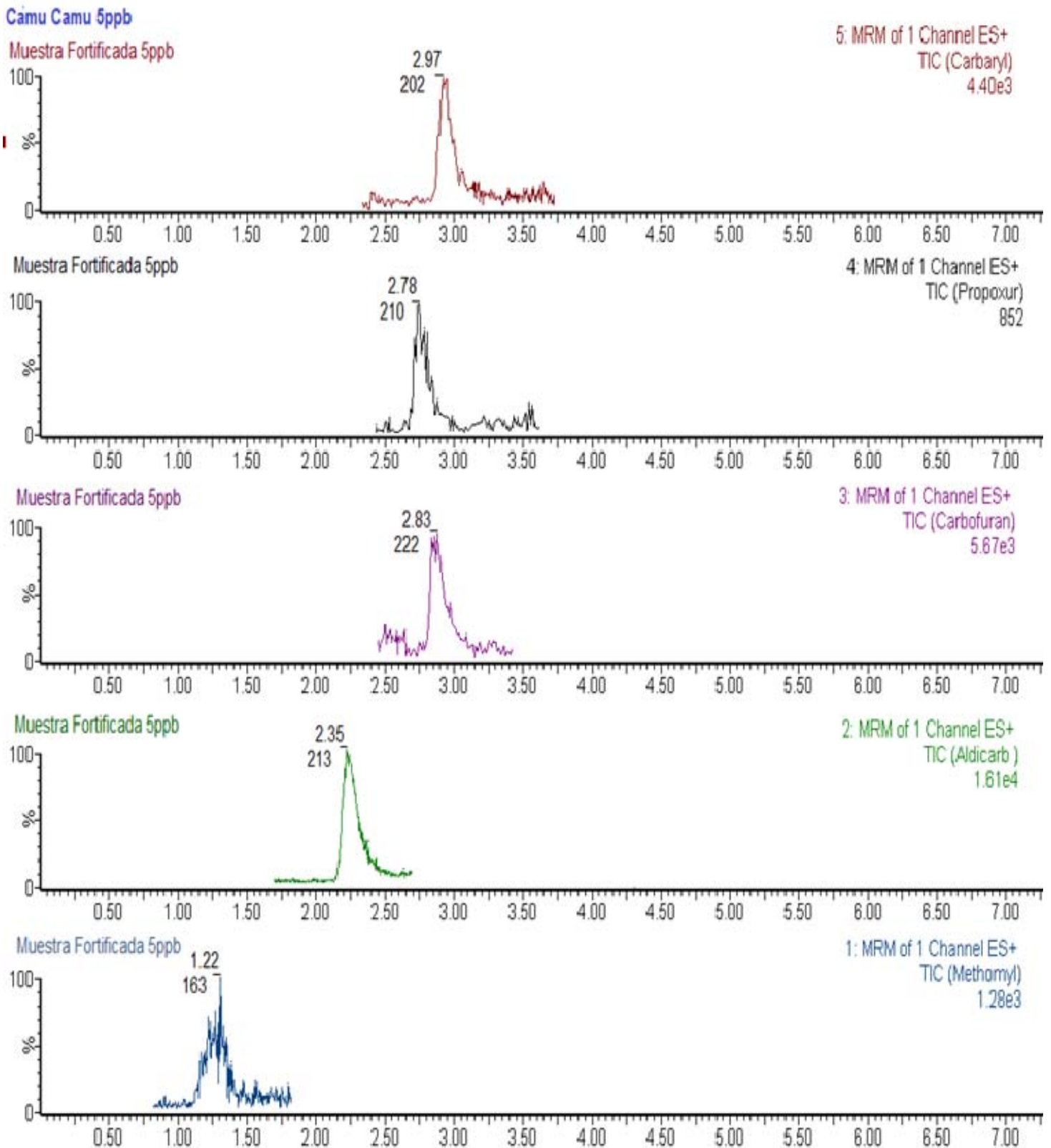
- **Figura N° 1** - Cromatogramas de mix de estándares de plaguicidas carbámicos a una concentración de 10 ppb.



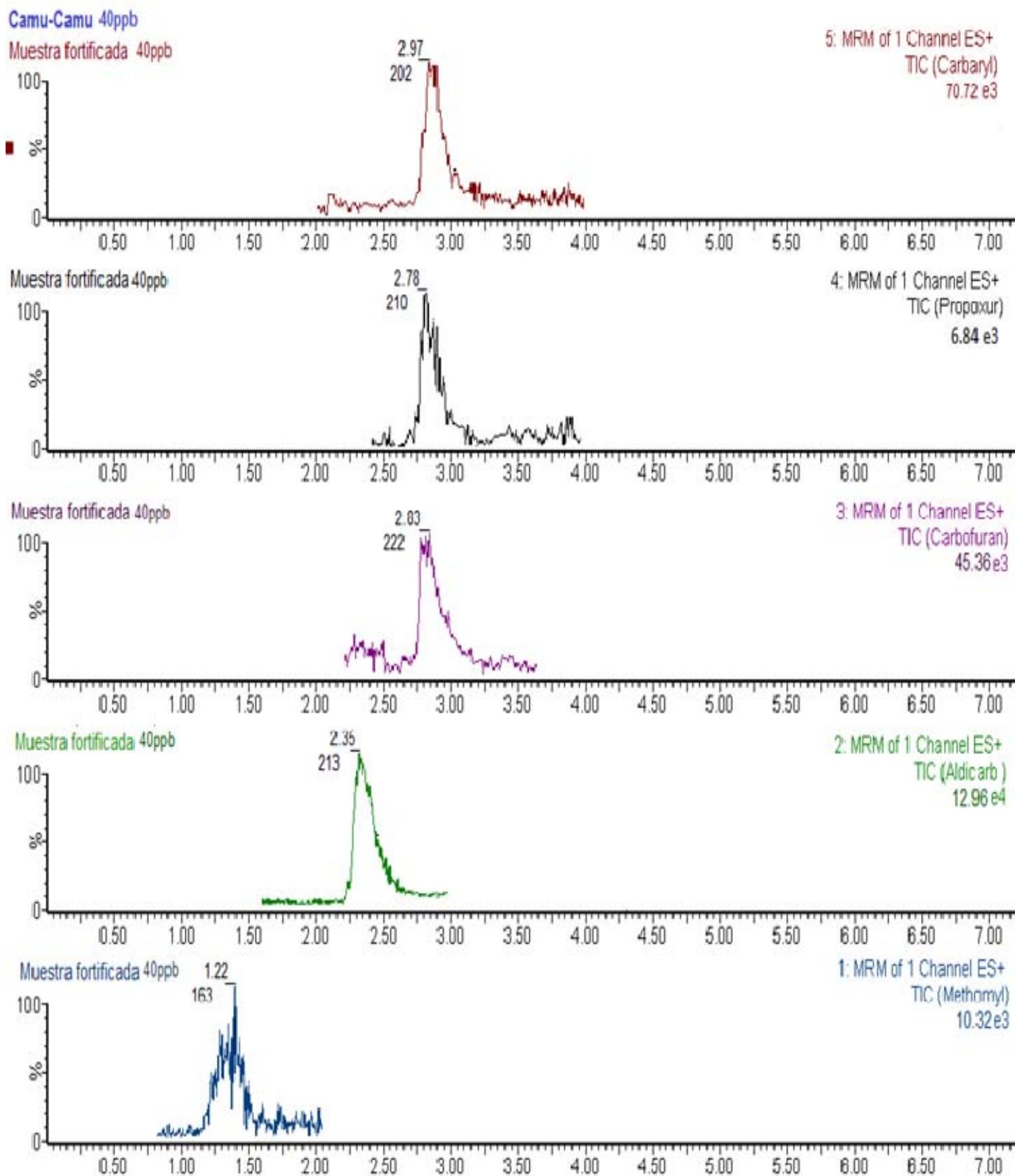
- **Figura N° 2** - Cromatogramas de mix de estándares de plaguicidas organofosforados a una concentración de 10 ppb.



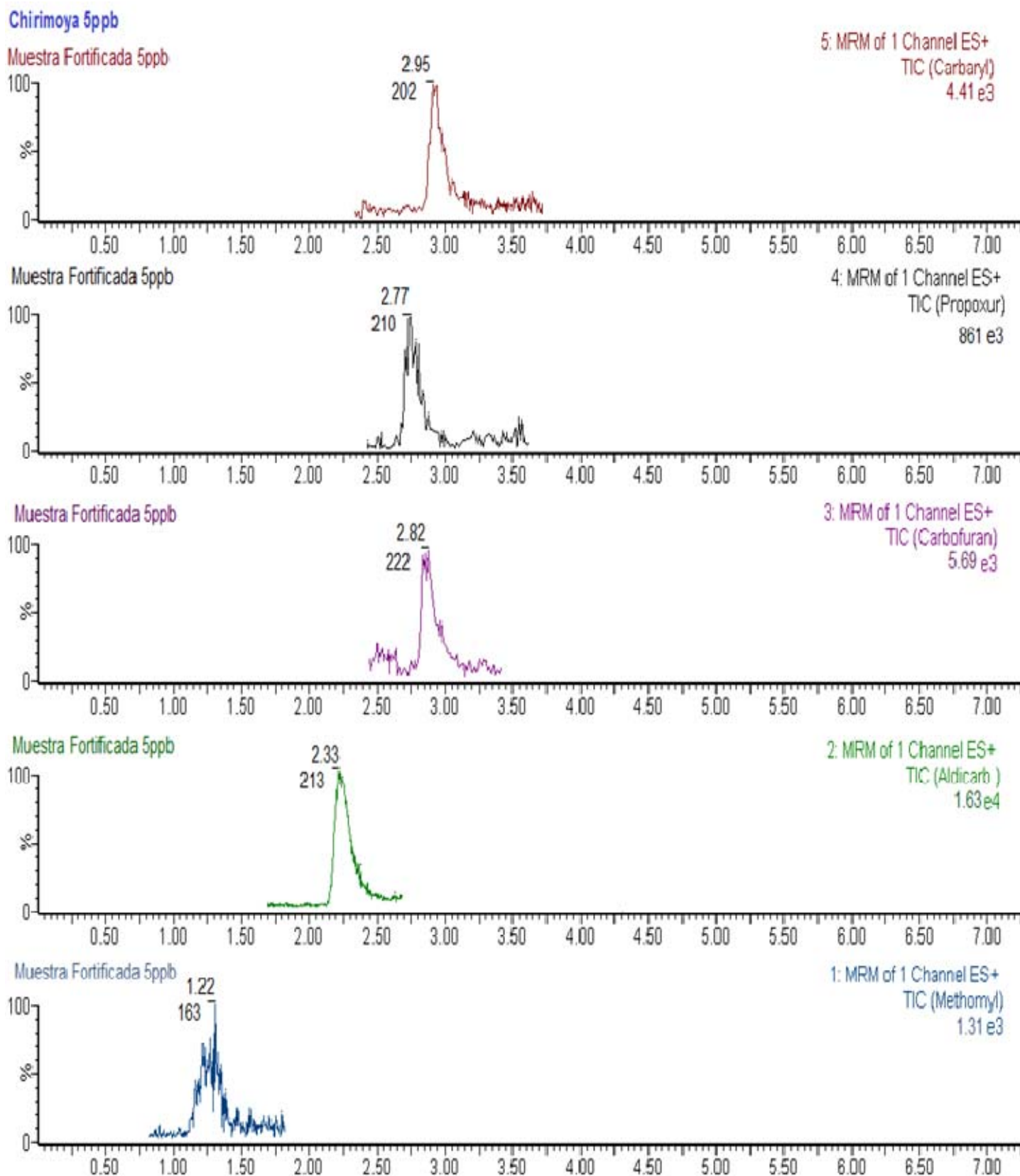
- **Figura N° 3** - Cromatogramas de plaguicidas carbámicos en muestras de camu camu a una concentración de fortificado de 5 ppb.



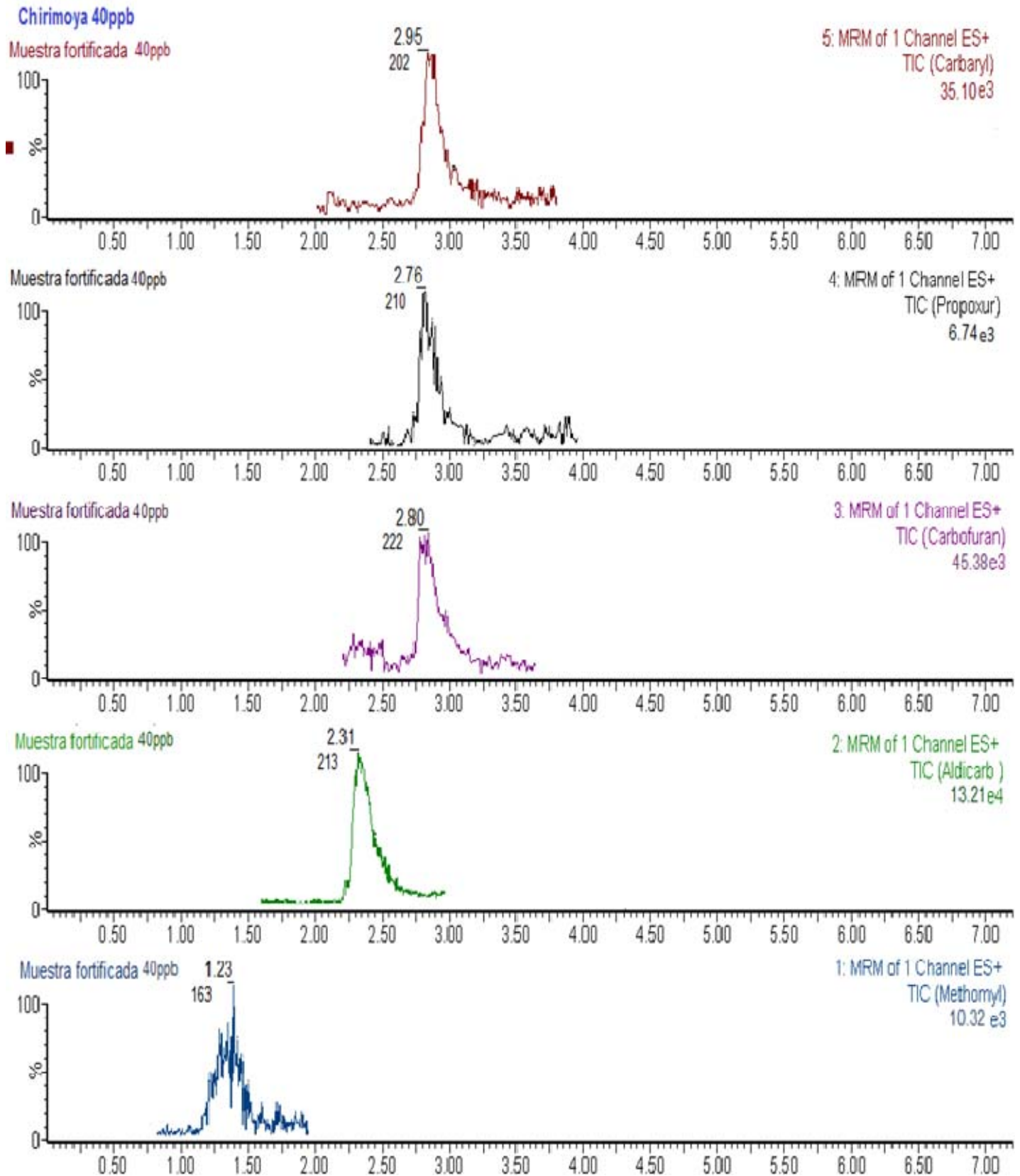
- **Figura N° 4** - Cromatogramas de plaguicidas carbámicos en muestras de camu camu a una concentración de fortificado de 40 ppb.



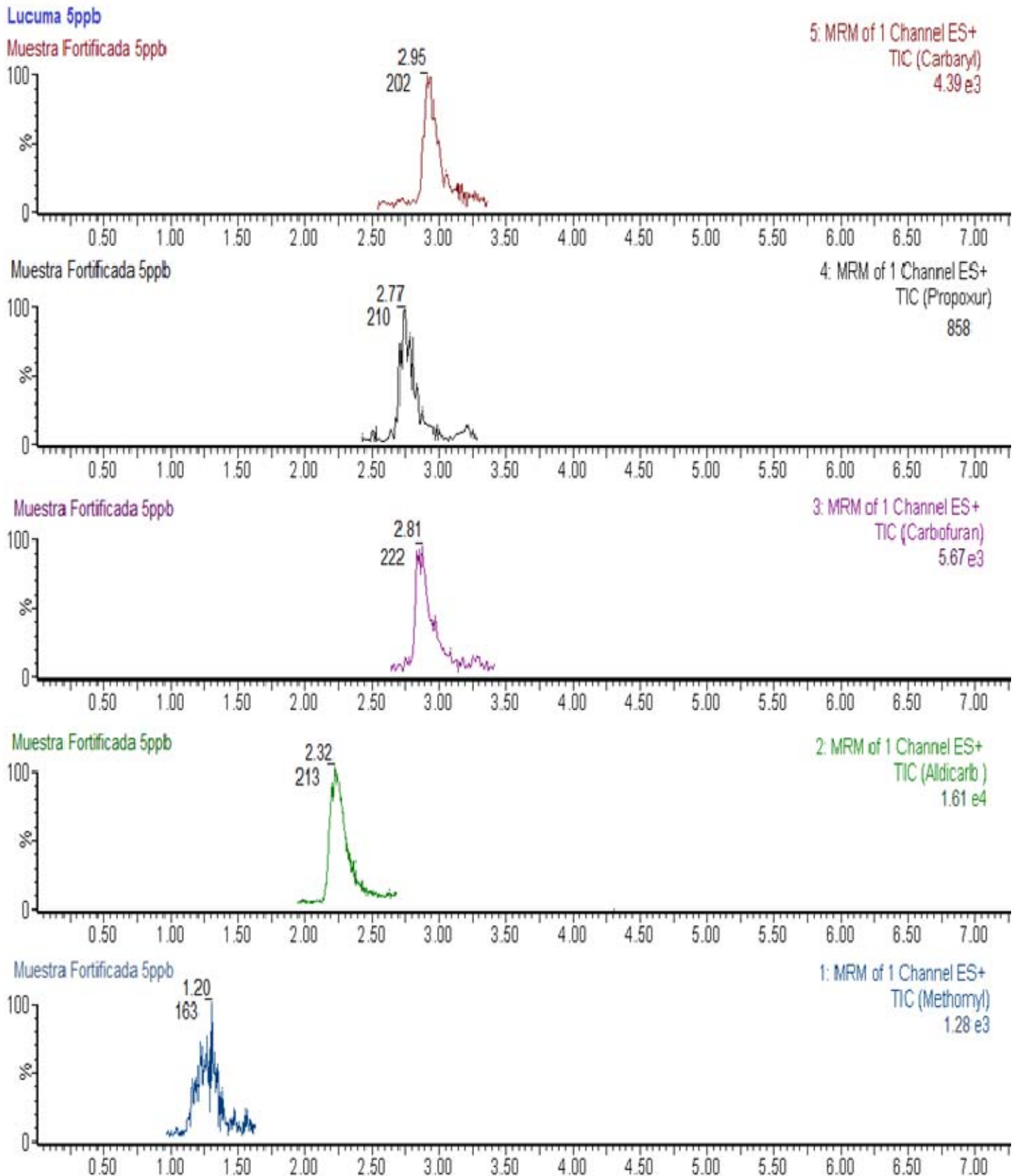
- **Figura N° 5** - Cromatogramas de plaguicidas carbámicos en muestras de chirimoya a una concentración de fortificado de 5 ppb.



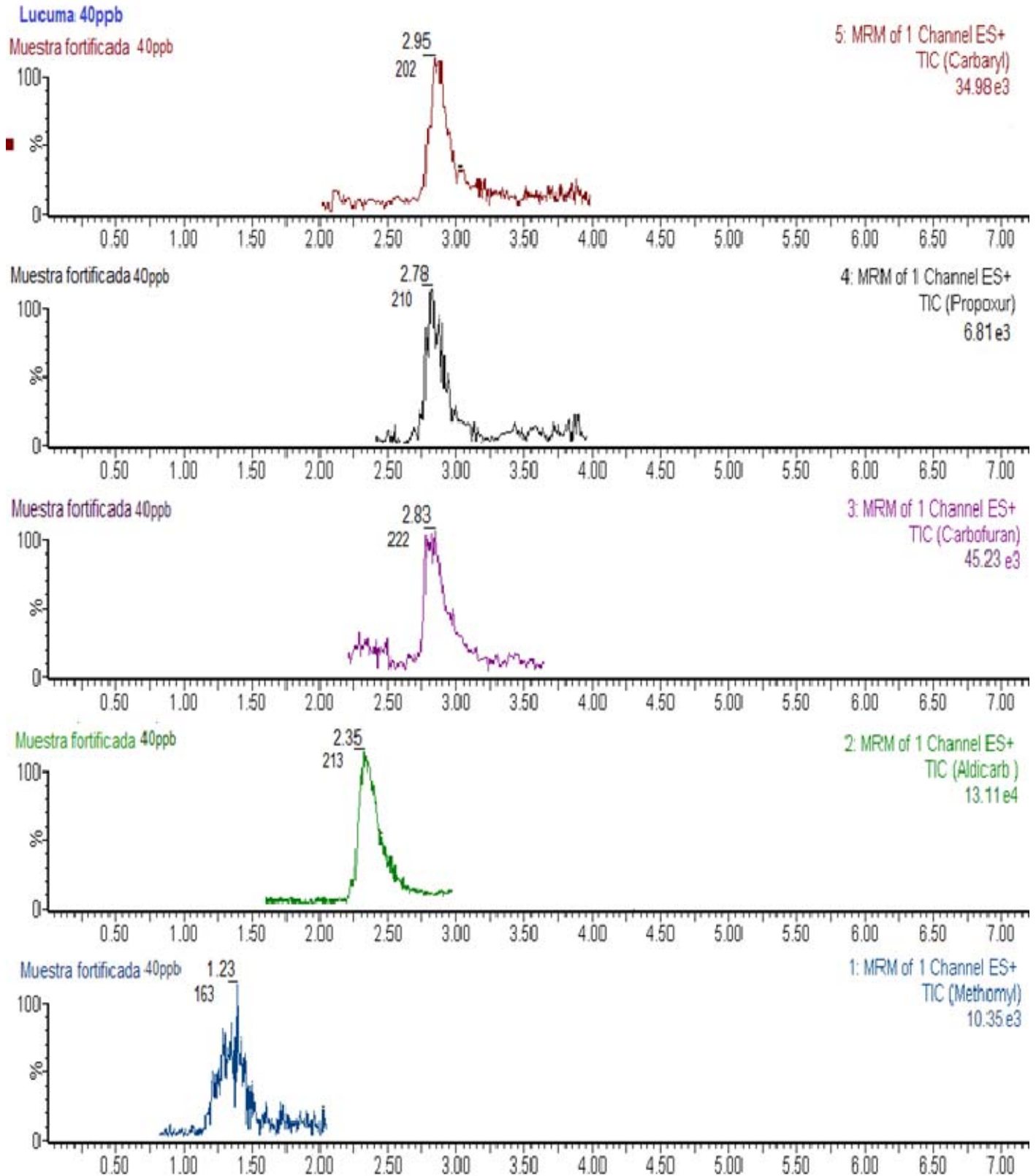
- **Figura N° 6** - Cromatogramas de plaguicidas carbámicos en muestras de chirimoya a una concentración de fortificado de 40 ppb.



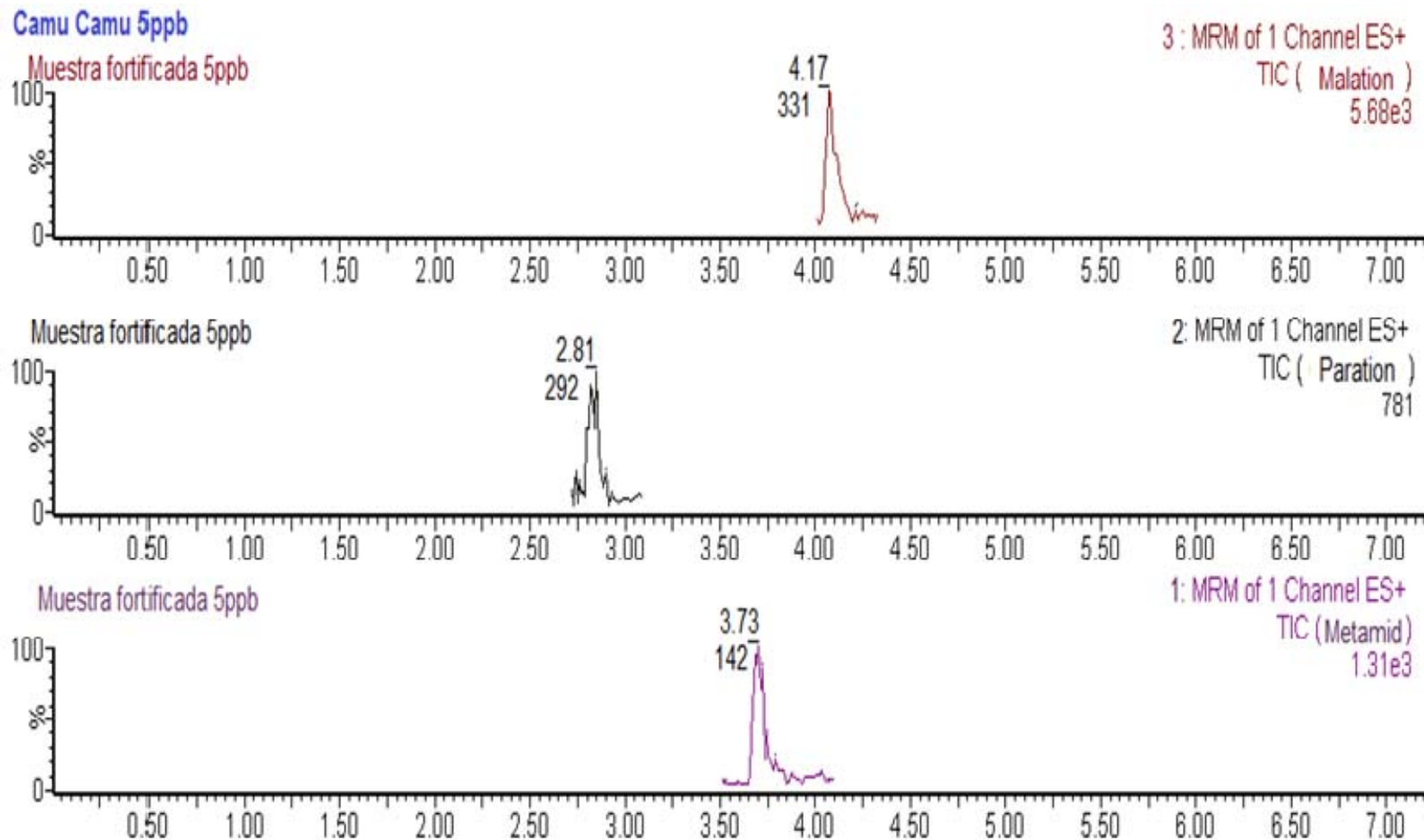
- **Figura N° 7** - Cromatogramas de plaguicidas carbámicos en muestras de lúcura a una concentración de fortificado de 5 ppb.



- **Figura N° 8** - Cromatogramas de plaguicidas carbámicos en muestras de lúcum a una concentración de fortificado de 40 ppb.

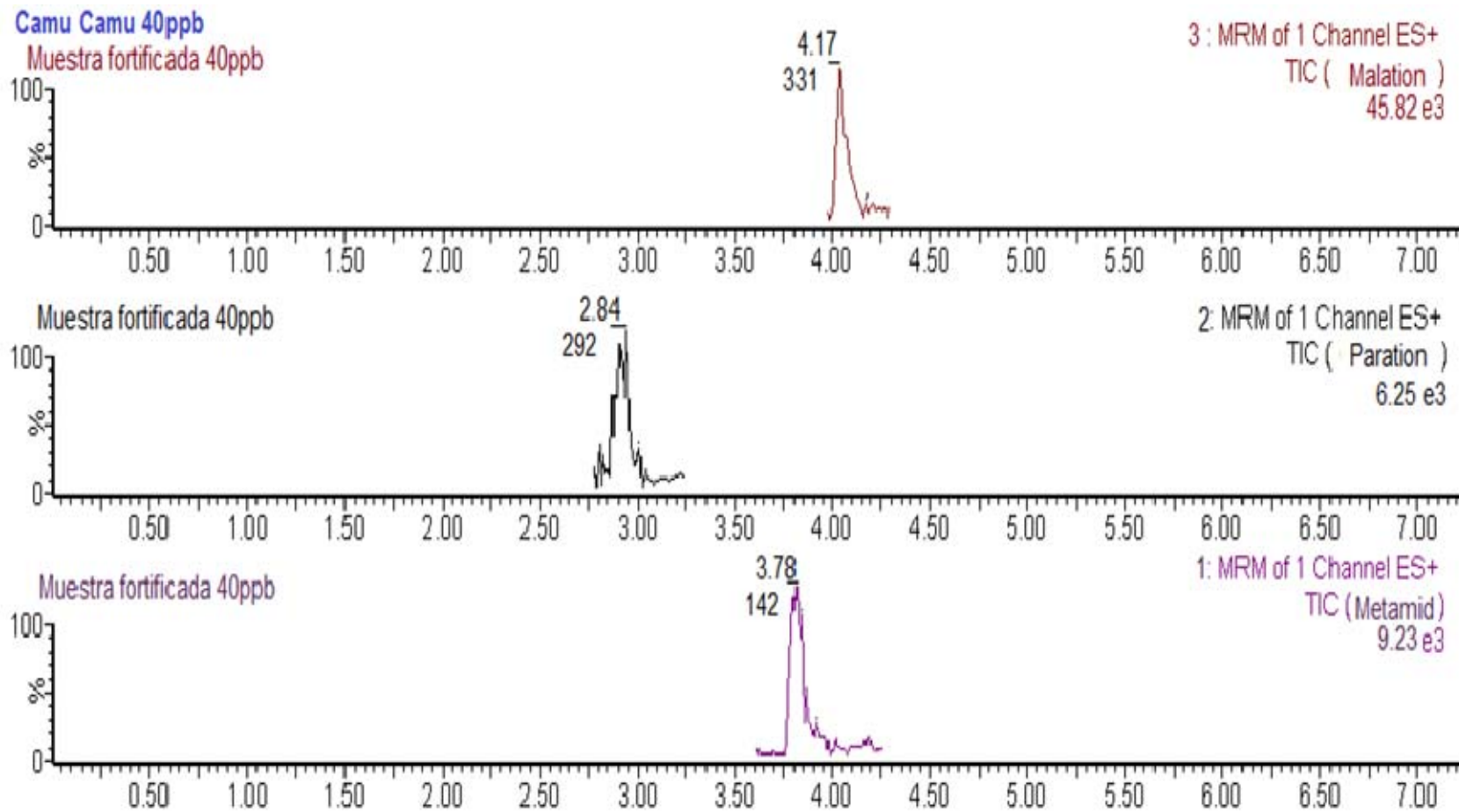


- **Figura N° 9** - Cromatogramas de plaguicidas organofosforados en muestras de camu camu a una concentración de fortificado de 5 ppb.

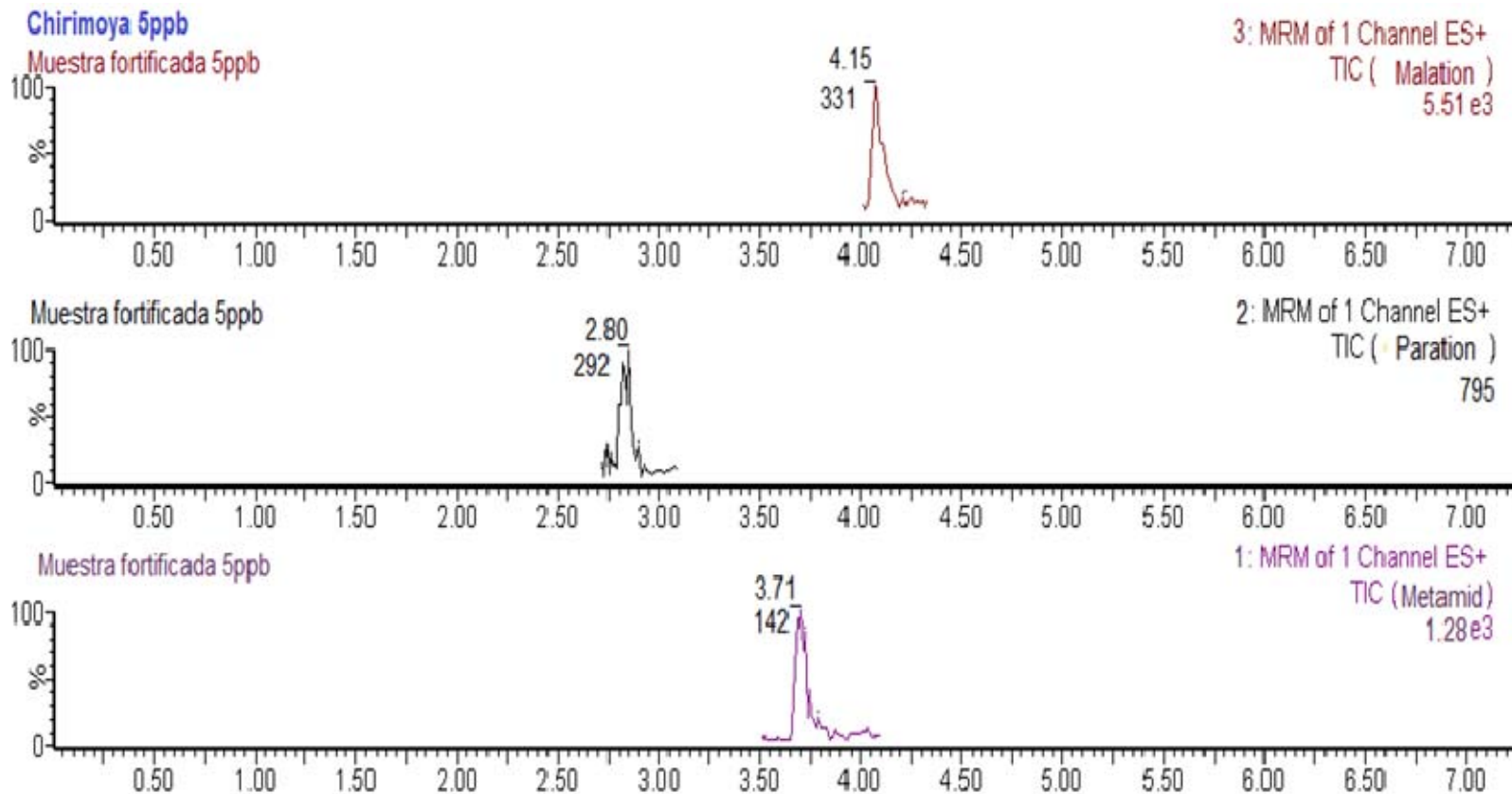


•

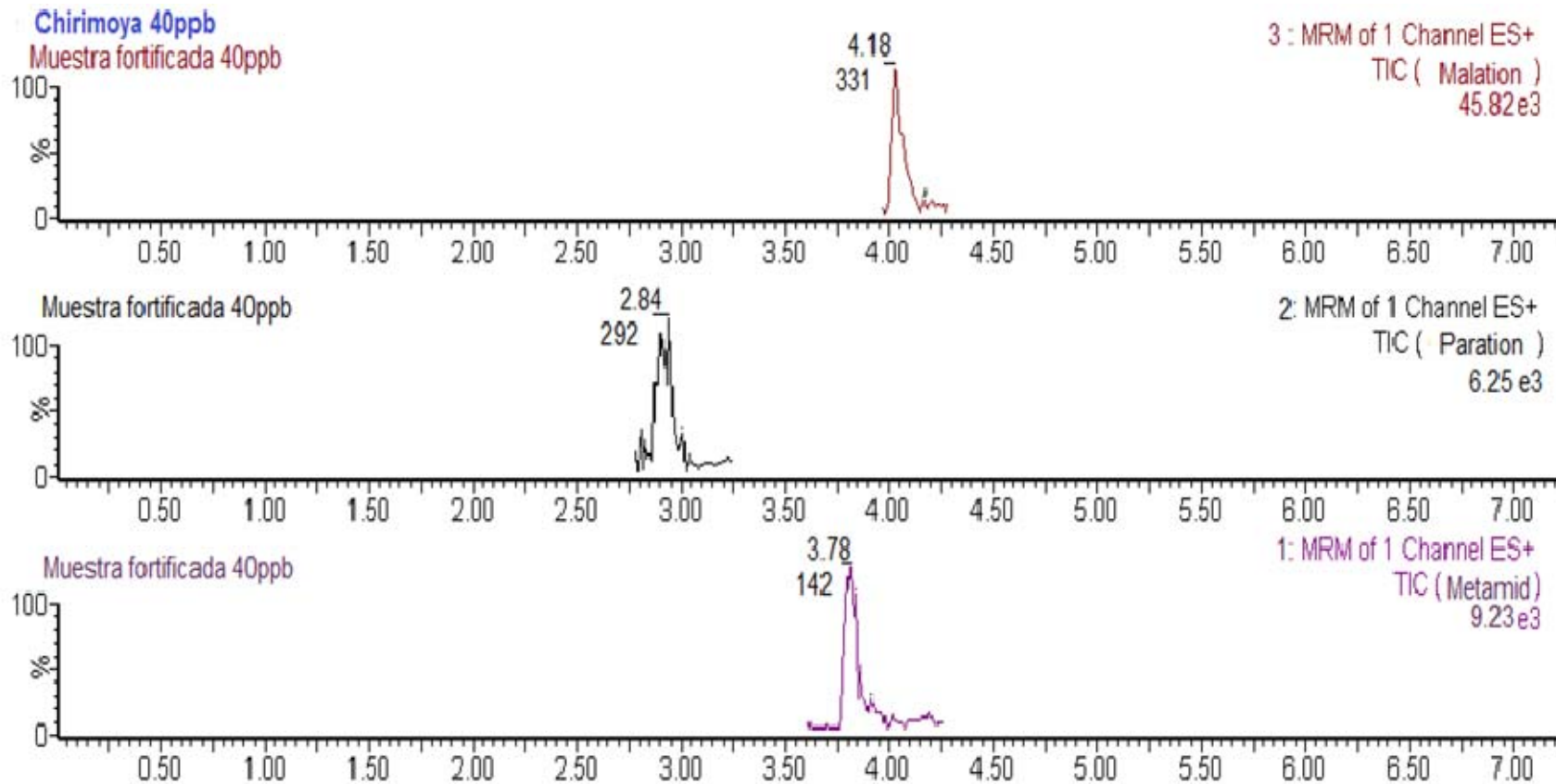
- **Figura N° 10** - Cromatogramas de plaguicidas organofosforados en muestras de camu camu a una concentración de fortificado de 40 ppb.



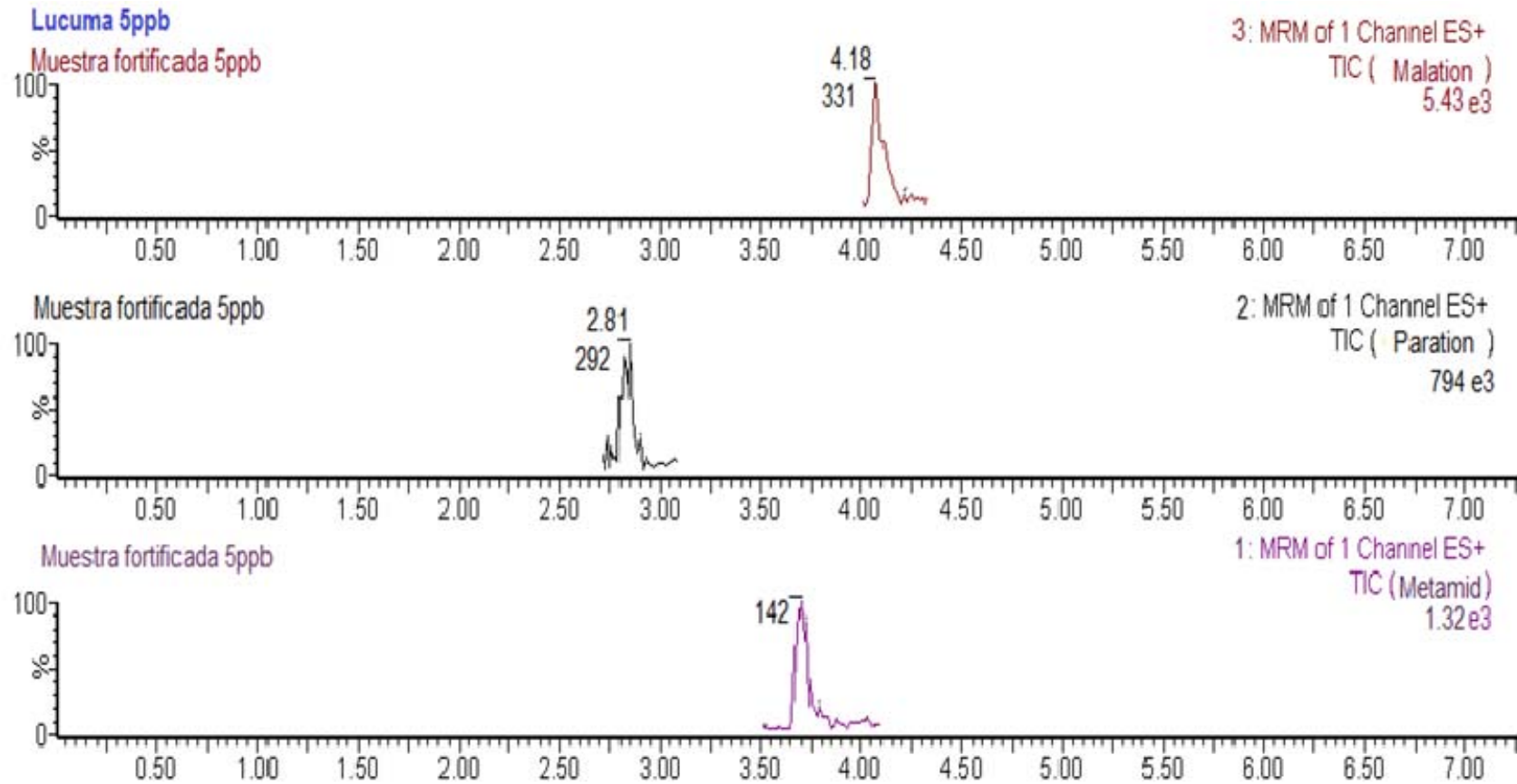
- **Figura N° 11** - Cromatogramas de plaguicidas organofosforados en muestras de chirimoya a una concentración de fortificado de 5ppb.



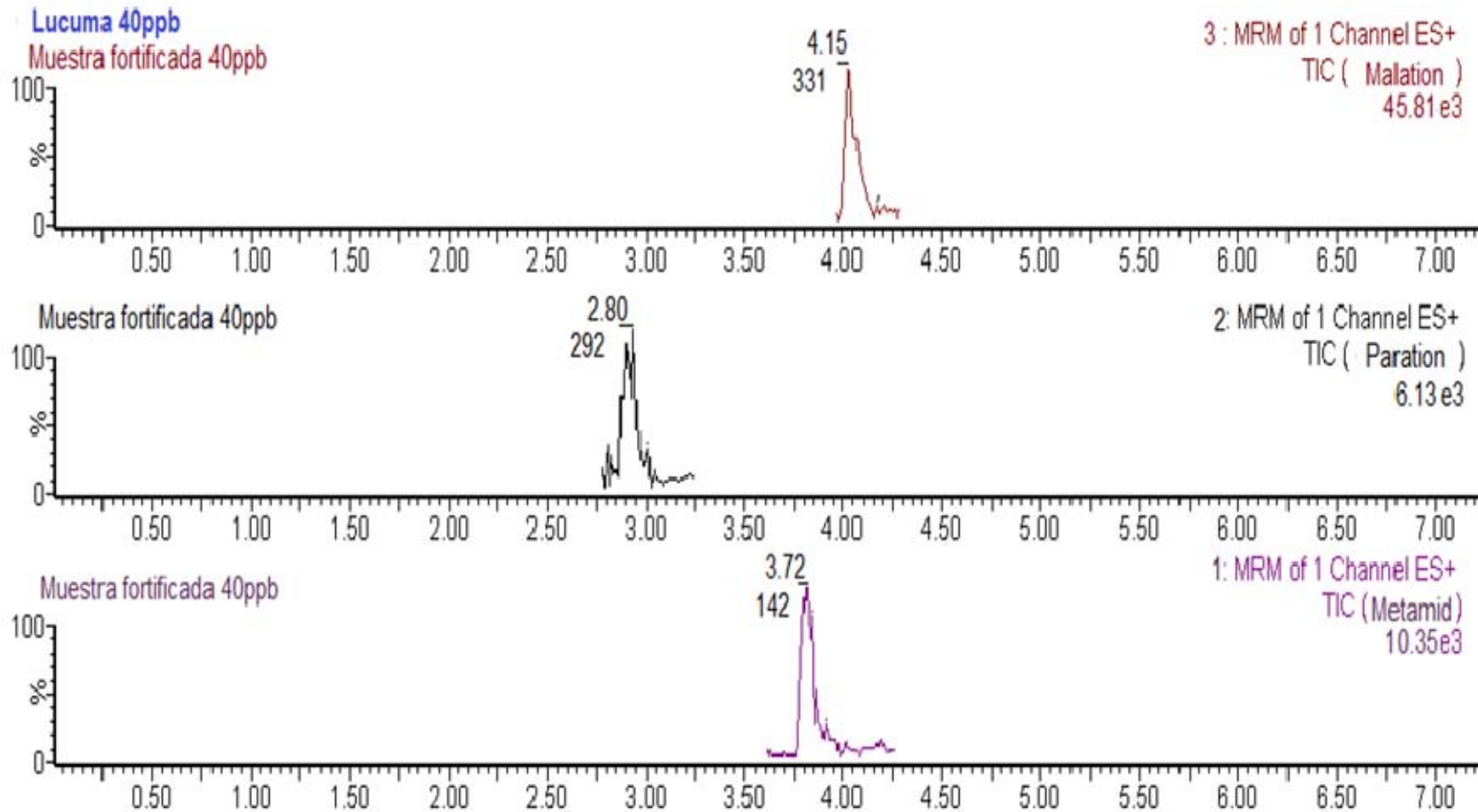
- **Figura N° 12** - Cromatogramas de plaguicidas organofosforados en muestras de chirimoya a una concentración de fortificado de 40ppb.



- **Figura N° 13** - Cromatogramas de plaguicidas organofosforados en muestras de lúcuma a una concentración de fortificado de 5ppb.



- **Figura N° 14** - Cromatogramas de plaguicidas organofosforados en muestras de lúcuma a una concentración de fortificado de 40ppb.



8.4. CERTIFICADOS DE ANALISIS DEL PLAGUICIDA ALDICARB



660 Tower Lane • P.O. Box 599 • West Chester, PA 19381-0599
1-800-452-9994 • 1-610-692-3026 • Fax 1-610-692-8729
info@chemservice.com • www.chemservice.com

CERTIFICATE OF ANALYSIS

INVOICE #: CS308081
PO #: 907038

CATALOG #: PS-734

CAS #: 116-06-3

DESCRIPTION: Aldicarb

LOT #: 425-8B

PURITY: 99.5%

EXPIRATION DATE: 05/13

Chem Service, Inc. guarantees the purity of this chemical $\pm 0.5\%$ deviation prior to the expiration date shown on the label and exclusive of any customer contamination.

Two or more of the following methods of analysis are used to determine purity: Melting point, refractive index, titration, FTIR, IR, TLC, GC/FID, GC/TCD, GC/ECD, GC/MS, HPLC or DSC.

Our standards are suitable for use with all EPA methods.

Certified By:

John Conrad
CSM/TC



ISO 9001

8.5. CERTIFICADOS DE ANALISIS DEL PLAGUICIDA CARBOFURANO



660 Tower Lane • P.O. Box 599 • West Chester, PA 19381-0599
1-800-452-9994 • 1-610-692-3026 • Fax 1-610-692-8729
info@chemservice.com • www.chemservice.com

CERTIFICATE OF ANALYSIS

INVOICE #: CS308081
PO #: 907038

CATALOG #: PS-754

CAS #: 1563-66-2

DESCRIPTION: Carbofuran

LOT #: 401-140A

PURITY: 99.5%

EXPIRATION DATE: 04/13

Chem Service, Inc. guarantees the purity of this chemical $\pm 0.5\%$ deviation prior to the expiration date shown on the label and exclusive of any customer contamination.

Two or more of the following methods of analysis are used to determine purity: Melting point, refractive index, titration, FTIR, IR, TLC, GC/FID, GC/TCD, GC/ECD, GC/MS, HPLC or DSC.

Our standards are suitable for use with all EPA methods.

Certified By:

John Conrad
CSM/TC



ISO 9001

8.6.CERTIFICADOS DE ANALISIS DEL PLAGUICIDA METOMILO



660 Tower Lane • P.O. Box 599 • West Chester, PA 19381-0599
1-800-452-9994 • 1-610-692-3026 • Fax 1-610-692-8729
info@chemservice.com • www.chemservice.com

CERTIFICATE OF ANALYSIS

INVOICE #: CS308081
PO #: 907038

CATALOG #: PS-775

CAS #: 16752-77-5

DESCRIPTION: Methomyl

LOT #: 401-88B

PURITY: 99.5%

EXPIRATION DATE: 04/14

Chem Service, Inc. guarantees the purity of this chemical $\pm 0.5\%$ deviation prior to the expiration date shown on the label and exclusive of any customer contamination.

Two or more of the following methods of analysis are used to determine purity: Melting point, refractive index, titration, FTIR, IR, TLC, GC/FID, GC/TCD, GC/ECD, GC/MS, HPLC or DSC.

Our standards are suitable for use with all EPA methods.

Certified By:

John Conrad
CSM/TC



ISO 9001

8.7. CERTIFICADOS DE ANALISIS DEL PLAGUICIDA CARBARYL



660 Tower Lane • P.O. Box 599 • West Chester, PA 19381-0599
1-800-452-9994 • 1-610-692-3026 • Fax 1-610-692-8729
info@chemservice.com • www.chemservice.com

CERTIFICATE OF ANALYSIS

INVOICE #: CS308081
PO #: 907038

CATALOG #: PS-84

CAS #: 63-25-2

DESCRIPTION: Carbaryl

LOT #: 418-13C

PURITY: 99.8%

EXPIRATION DATE: 05/13

Chem Service, Inc. guarantees the purity of this chemical $\pm 0.5\%$ deviation prior to the expiration date shown on the label and exclusive of any customer contamination.

Two or more of the following methods of analysis are used to determine purity: Melting point, refractive index, titration, FTIR, IR, TLC, GC/FID, GC/TCD, GC/ECD, GC/MS, HPLC or DSC.

Our standards are suitable for use with all EPA methods.

Certified By:

John Conrad
CSM/TC



ISO 9001

8.8. CERTIFICADOS DE ANALISIS DEL PLAGUICIDA PROPOXUR



660 Tower Lane • P.O. Box 599 • West Chester, PA 19381-0599
1-800-452-9994 • 1-610-692-3026 • Fax 1-610-692-8729
info@chemservice.com • www.chemservice.com

CERTIFICATE OF ANALYSIS

INVOICE #: CS308081
PO #: 907038

CATALOG #: PS-551

CAS #: 114-26-1

DESCRIPTION: Baygon (TM)

LOT #: 421-106A

PURITY: 99.5%

EXPIRATION DATE: 04/13

Chem Service, Inc. guarantees the purity of this chemical $\pm 0.5\%$ deviation prior to the expiration date shown on the label and exclusive of any customer contamination.

Two or more of the following methods of analysis are used to determine purity: Melting point, refractive index, titration, FTIR, IR, TLC, GC/FID, GC/TCD, GC/ECD, GC/MS, HPLC or DSC.


Our standards are suitable for use with all EPA methods.

Certified By:

John Conrad
CSM/TC



8.9. CERTIFICADOS DE ANALISIS DEL PLAGUICIDA METAMIDOFOS


660 Tower Lane • P.O. Box 599 • West Chester, PA 19381-0599
1-800-452-9994 • 1-610-692-3026 • Fax 1-610-692-8729
info@chemservice.com • www.chemservice.com

CERTIFICATE OF ANALYSIS

INVOICE #: CS308081
PO #: 907038

CATALOG #: PS-674 CAS #: 10265-92-6

DESCRIPTION: Methamidophos

LOT #: 407-62B

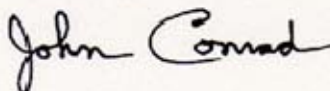
PURITY: 99.5%

EXPIRATION DATE: 07/13



Chem Service, Inc. guarantees the purity of this chemical \pm 0.5% deviation prior to the expiration date shown on the label and exclusive of any customer contamination.

Two or more of the following methods of analysis are used to determine purity: Melting point, refractive index, titration, FTIR, IR, TLC, GC/FID, GC/TCD, GC/ECD, GC/MS, HPLC or DSC.


Our standards are suitable for use with all EPA methods.

Certified By:


John Conrad
CSM/TC

 
ISO 9001

8.10. CERTIFICADOS DE ANALISIS DEL PLAGUICIDA MALATIÓN



660 Tower Lane • P.O. Box 509 • West Chester, PA 19381-0509
1-800-452-9994 • 1-610-692-3026 • Fax 1-610-692-8729
info@chemservice.com • www.chemservice.com

CERTIFICATE OF ANALYSIS

INVOICE #: CS308081
PO #: 907038

CATALOG #: PS-86 CAS #: 121-75-5

DESCRIPTION: Malathion

LOT #: 422-123A

PURITY: 99.1%

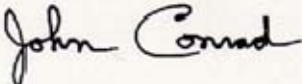
EXPIRATION DATE: 06/13

Chem Service, Inc. guarantees the purity of this chemical $\pm 0.5\%$ deviation prior to the expiration date shown on the label and exclusive of any customer contamination.


Two or more of the following methods of analysis are used to determine purity: Melting point, refractive index, titration, FTIR, IR, TLC, GC/FID, GC/TCD, GC/ECD, GC/MS, HPLC or DSC.

Our standards are suitable for use with all EPA methods.

Certified By:

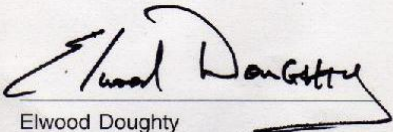



John Conrad
CSM/TC



ISO 9001

8.11. CERTIFICADOS DE ANALISIS DEL PLAGUICIDA PARATIÓN ETIL

Certificate of Analysis		
DESCRIPTION:	Parathion	
SYNONYM:	ETHYL PARATHION, BLADAN	
	MFG. DATE:	Jun 2008
CATALOG NO.:	49062 (1)	
LOT NO.:	LB58890	EXP. DATE: Jun 2013
CAS NUMBER:	56-38-2	MOLECULAR FORMULA: C10H14NO5PS
		MOLECULAR WEIGHT: 291
PHYSICAL PROPERTIES ASSAY		
PTIR	Matches: SUPELCO	Lib. No.: USER1 431
GC - Mass Spec	Matches: NIST	Lib. No.: 72564
Purity (2)	99.9%	
Purity (2)	99.1% (a)	
<p>Note: Supelco guarantees the purity of this chemical standard +/- 0.5% deviation prior to the expiration date shown on the label. This guarantee is exclusive of any contamination caused by the customer.</p> <p>(1) This product is packaged from R427230 Lot number LB56342. (2) Determined by GC-FID unless otherwise noted. (a) GC; detector NPD</p>		
<p> Elwood Doughty Quality Control Supervisor</p>		
<p>Supelco warrants that its products conform to the information contained in this publication. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. Please see the latest catalog or order invoice and packing slip for additional terms and conditions of sale.</p>		
<p> SUPELCO 595 North Harrison Road Bellefonte, PA 16823-0048 USA Phone (814) 359-3441</p>		

8.12. CERTIFICADOS DE ANALISIS DE LOS CARTUCHOS OASIS HLB



Certificate of Analysis

Oasis® HLB Extraction Cartridge

Sorbent: Oasis® HLB 30µm Cartridge Type: Bcc - 60mg
 Sorbent Batch #: 094A Cartridge Lot #: 094A39337A
 Part Number: WAT094226

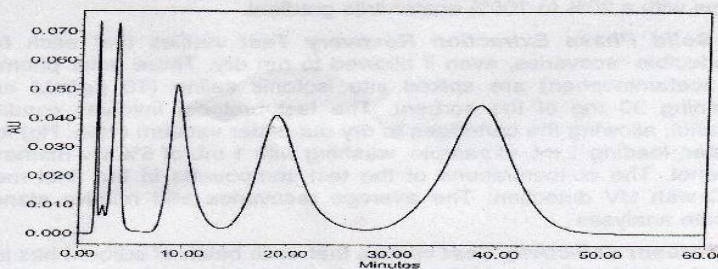
Sorbent Test Results (See reverse for description of tests)

	Specification	Result
Specific Surface Area (m ² /g)	727 - 889	799
Average Pore Diameter (Å)	73 - 89	87
Total Pore Volume (cm ³ /g)	1.18 - 1.44	1.37
Avg. Particle Diameter (µm)	25.0 - 35.0	29.9
Fines Content	≤ 1.0%	0.1
Cleanliness Test	Proprietary	Pass

Solid Phase Extraction Recovery Test		
Compound	Avg. Recovery % (n=6)	Rel. Std. Deviation % (n=6)
Procainamide	97	0.4
Ranitidine	96	0.4
Acetaminophen	98	0.7

Sorbent Selectivity Test

- Peak Identification**
1. Dihydroxyacetone
 2. Ranitidine
 3. Salicylic Acid
 4. Caffeine
 5. *p*-Toluamide



	Result	Chromatographic Conditions:
<i>k</i> <i>p</i> -Toluamide	22.0	Column: 3.9 x 150mm
Relative Retention		Flow Rate: 1.0 mL/min
Ranitidine/ <i>p</i> -Toluamide	0.0497	Mobile Phase: 30:70 (v/v) Methanol /
Salicylic Acid/ <i>p</i> -Toluamide	0.208	0.1 M Ammonium Acetate pH 5.10
Caffeine/ <i>p</i> -Toluamide	0.471	Temperature: 30.0°C

Cartridge Lot Test Results

Average Sorbent Weight (g) 0.0600 Sorbent Weight Std. Deviation (g) 0.0005
 Average Air Flow Rate (L/min) 4.0

Material Approved: Jean P. Boehman Date 30 September 2009
 Quality Control

Oasis, Symmetry, and Waters are trademarks of Waters Corporation.
 © Waters Corporation 2000. Printed in the U.S.A.

Form #1180, Rev. 3

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

Waters and The Science of What's Possible are trademarks of Waters Corporation. © 2008 Waters Corporation

Waters Corporation 34 Maple Street, Milford, Massachusetts 01757-3696 U.S.A. 508 478-2000 www.waters.com

WAT058813 Rev 6

8.13. CERTIFICADO DEL CARTUCHO PARA SPE C18

Solid-Phase Extraction Products

Quality Certificate

Packing Type: High Capacity C18

Lot No.: 0705000281

SPECIFICATIONS

Phase Type: Octadecylsilyl
Endcapped: Yes
Average Particle Size: 50 μ
Average Pore Size: 60 Å
Silica Surface Area: 527m²/g
Elemental Analysis: 16.7%C
Extract pH (dH₂O): 5.7

HPLC RETENTION ANALYSIS

Test Mix Components:
 Phenol (0.7 g/L)
 Benzaldehyde (0.1 g/L)
 N,N-Diethyl-mefa-toluamide (1.0 g/L)
 in 65:35 acetonitrile/water

External Standard:
 Benzene (2 μ L/mL in acetonitrile)

Test Chromatograms:
Column: Adsorbosphere C18, 5 μ ,
 250 x 4.6 mm ID
 (Part No. 287062)
Mobile Phase: Acetonitrile/Water (60:40 v:v)
Flow Rate: 1.20 mL/min
Detection: UV 254 nm

Procedure:

1. Condition 500 mg tube with methanol and then deionized water.
2. Apply 500 μ L of test mix to tube.
3. Wash tube with 1.6 mL of deionized water.
4. Elute tube with 1.25 mL of acetonitrile.
5. Dilute extract to 2 mL with acetonitrile.
6. Add 500 μ L of external standard to the eluent.
7. Determine recoveries by HPLC.

Recoveries:

Phenol: 53.8%
 Benzaldehyde: 99.8%
 Diethyltoluamide: 95.9%

Peak No.	Name
1	Phenol
2	Benzaldehyde
3	Diethyltoluamide
4	Benzene

Reference

Lot analysis

8.14. EQUIPO UPLC MS/MS



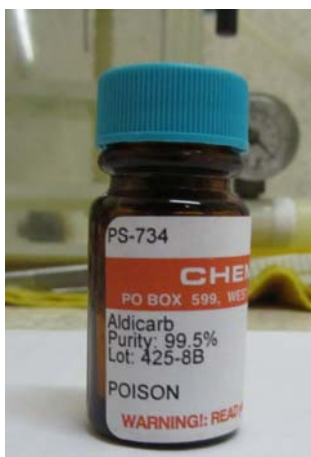
8.15. SISTEMA DE EXTRACCIÓN DE FASE SOLIDA.



8.16 CARTUCHOS DE EXTRACCIÓN C18 Y OASIS HLB



8.17. ESTANDARES DE PLAGUICIDAS CARBAMICOS



8.18. ESTANDARES DE PLAGUICIDAS ORGANOFOSFORADOS



8.19. COLUMNA CROMATOGRAFICA



8.20. MUESTRAS DE FRUTAS EXTRAIDAS POR SPE



8.21. FILTROS MILIPORE CON MEMBRANA DE NYLON 0.22um

