



CENTRO NACIONAL DE ALIMENTACIÓN

Agencia Española de Seguridad Alimentaria

JORNADAS DE REFERENCIA

Majadahonda, 9 de Junio de 2026

Sergio Algar Lizana

Unidad de Residuos de Plaguicidas del CNA –AESAN OA



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030

25 años cuidando de tu alimentación



agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición



Centro
Nacional de
Alimentación



EUROPEAN UNION REFERENCE LABORATORY

PESTICIDE RESIDUES IN FOOD OF ANIMAL
ORIGIN & COMMODITIES WITH HIGH FAT CONTENT



Training course on analysis of pesticide residues in food of animal origin and high fat content held at the EURL-AO in Freiburg (Germany)



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición



Centro
Nacional de
Alimentación

ÍNDICE

1. Desafíos analíticos Alfa-Cipermetrina
2. Preparación de muestras GC.

State Institute for Chemical and
Veterinary Analysis (CVUA) de Friburgo
de Brigobia (Alemania)



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición



Centro
Nacional de
Alimentación

1. Desafíos analíticos Alfa-Cipermetrina

Estado actual

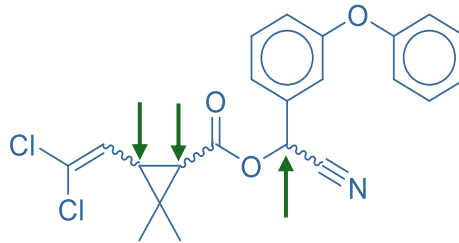
- LMR actual: Suma de todos los isómeros, incluyendo alfa cipermetrina.
- Establecimiento de un valor LMR adicional para la alfa-cipermetrina debido a su mayor toxicidad en comparación con los otros isómeros (previsto para 2026).



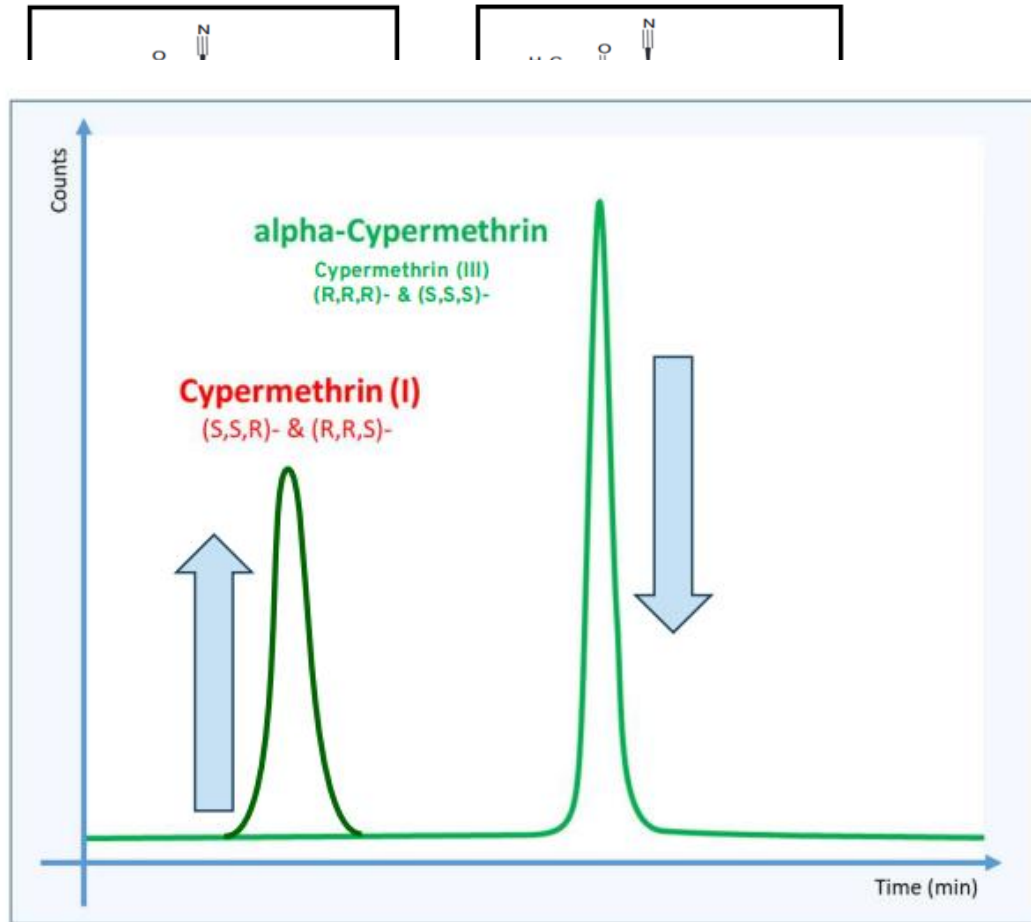
Trabajo de los EURL sobre desafíos analíticos (por ejemplo, isomerización)

a) Cypermethrin (cypermethrin including other mixtures of constituent isomers (sum of isomers))

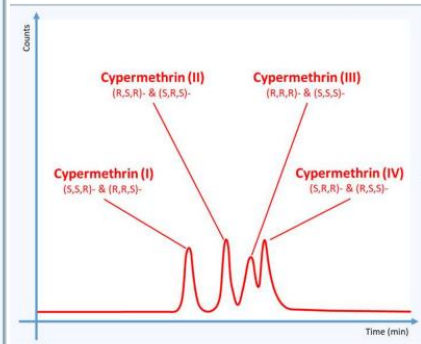
b)



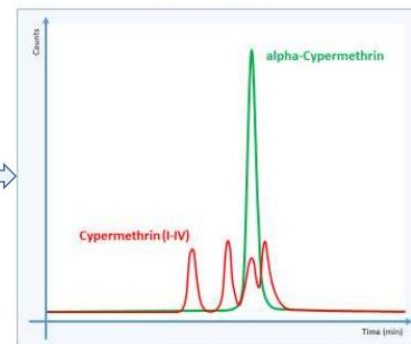
1. Desafíos analíticos Alfa-Cipermetrina



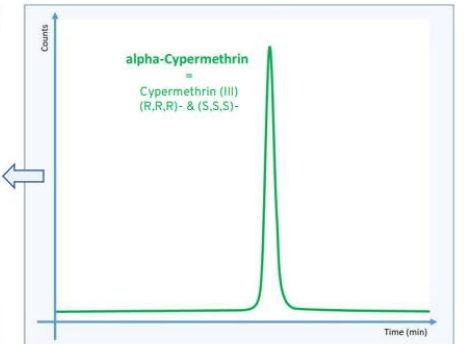
Cypermethrin (technical)
8 Isomers, 4 Peaks



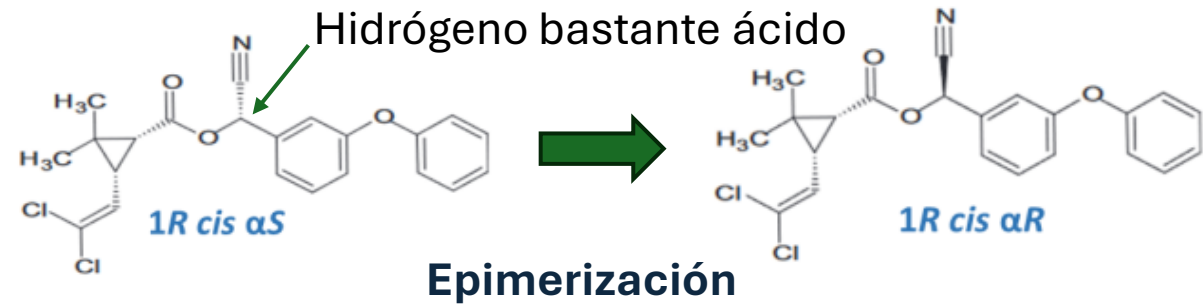
Overlay



alpha-Cypermethrin (no isomerisation)
2 Isomers, 1 Peak



1R-cis-alpha-S, 1S-cis-alpha-R
→ higher toxicity than other isomers



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición



Centro
Nacional de
Alimentación

1. Desafíos analíticos Alfa-Cipermetrina

ILS aC-03
Interlaboratory Study on alpha-
Cypermethrin in Animal Fat and
Liquid Cream



Conclusiones

- La mayoría de los laboratorios pudieron cuantificar la alfa cipermetrina
- Factores que eliminan o reducen la isomerización:
 - Eliminar procesos de clean-up y el uso de PSA (básico)
 - Métodos de GPC en lugar de QuEChERS.
 - Utilización de EtOAc en lugar de ACN.
 - Uso de protectores de analitos.
 - Evitar exposición a la luz.

Desde el CNA, también podemos aportar que el uso de ácido fórmico (1%) durante el proceso de extracción (Método SweEt modificado) evita la isomerización (% isomerización <5%).

1. Desafíos analíticos Alfa-Cipermetrina

MÉTODO EXTRACCIÓN

Muestra (5g)



- 1) Añadir 20 mL EtOAc 1% ác. Fórmico
- 2) MgSO₄ y NaCl (primeras sales sin tampón citrato)

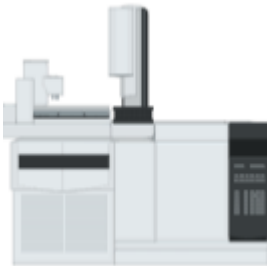


Agitar (20 min)

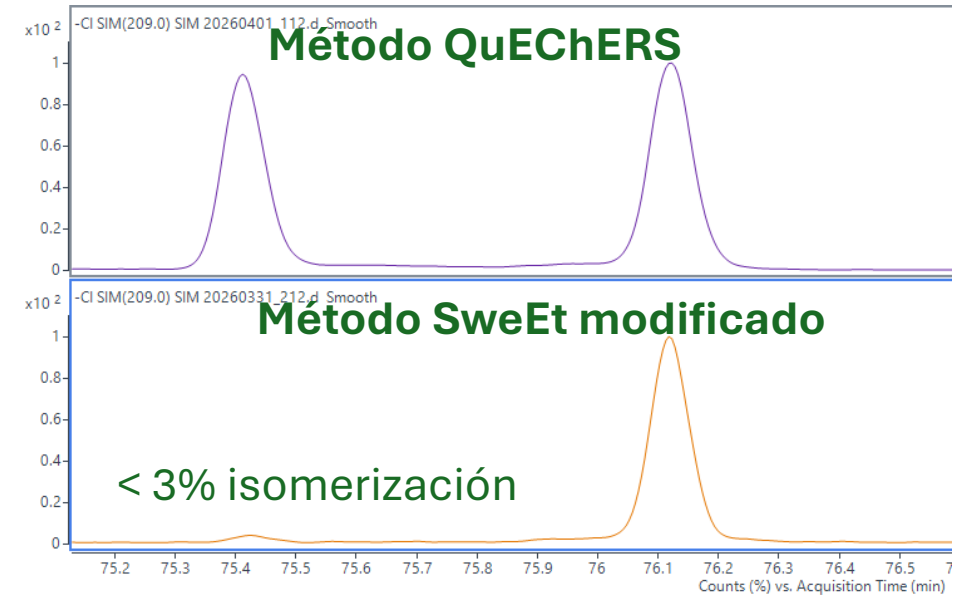


5 min

Centrifugar



GC-MS/MS o GC-MS



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030

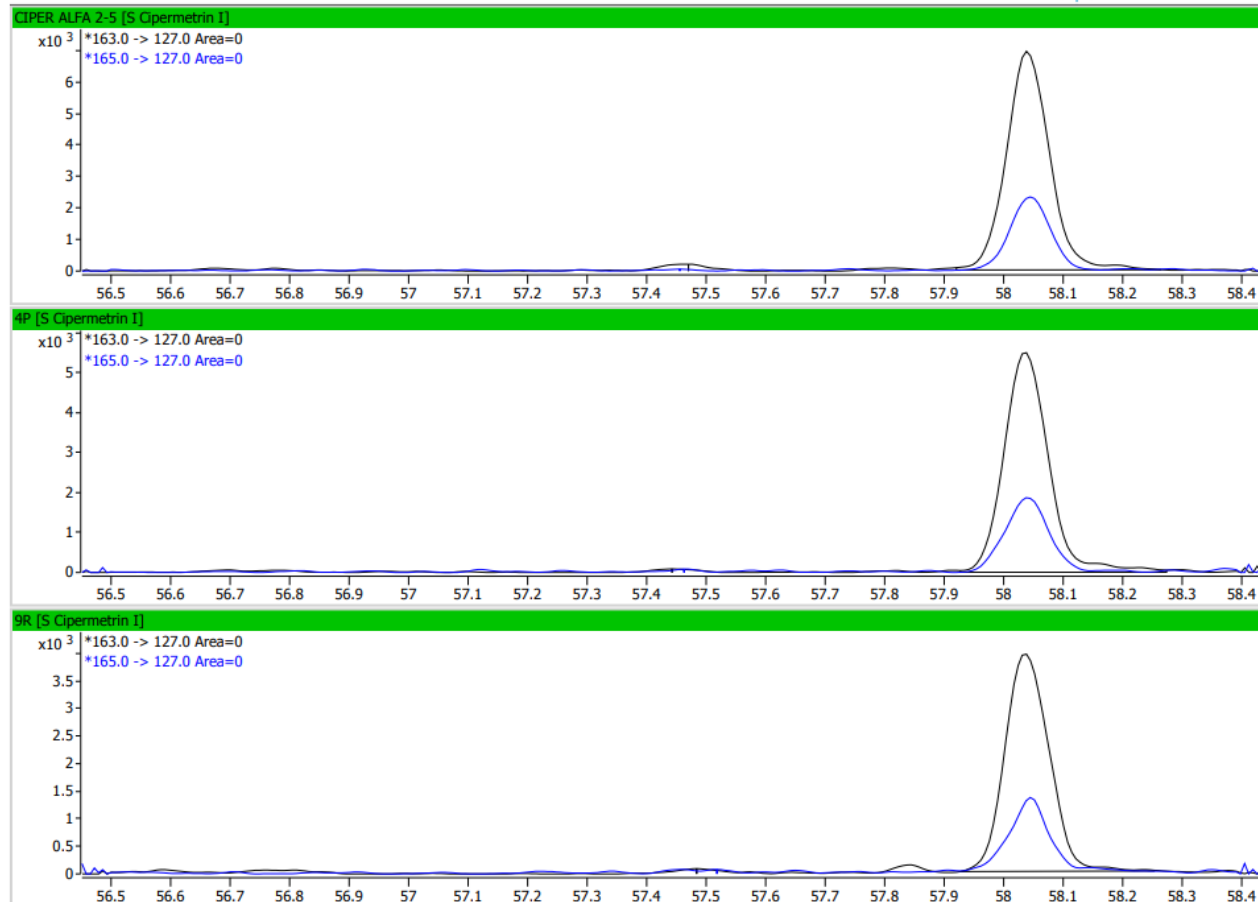


agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición



Centro
Nacional de
Alimentación

1. Desafíos analíticos Alfa-Cipermetrina



Animal fat

CNA (Lab code: 30)

[α -ciper] = 0.0407 mg/kg

Z-score = -0.6

Liquid cream

CNA (Lab code: 30)

[α -ciper] = 0.099 mg/kg

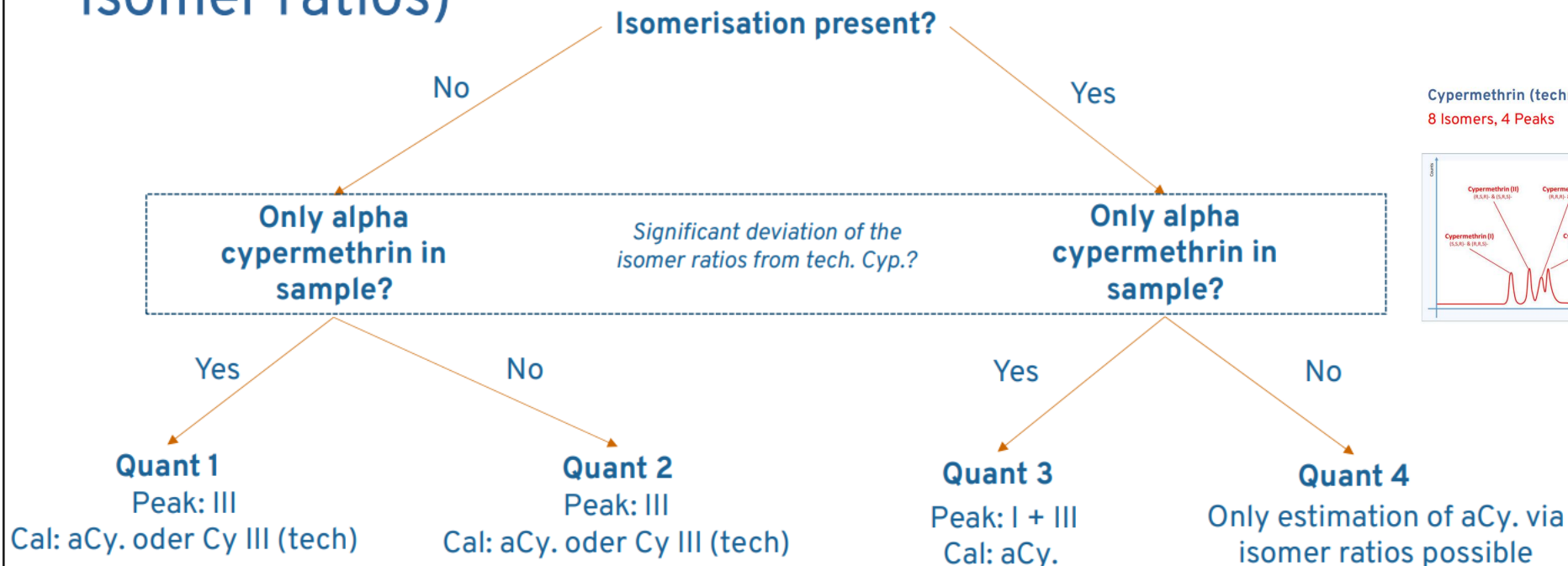
Z-score = 0.3

1. Desafíos analíticos Alfa-Cipermetrina

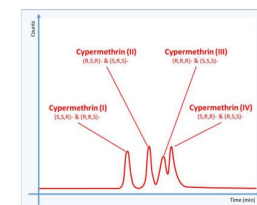
European Union Reference Laboratory – AO

EURL-AO

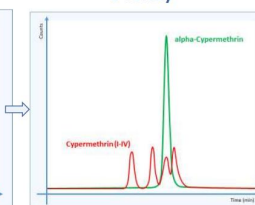
Quantification of alpha-cypermethrin (standard: known isomer ratios)



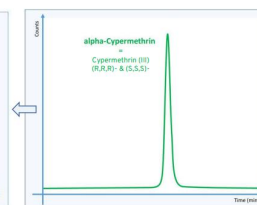
Cypermethrin (technical)
8 Isomers, 4 Peaks



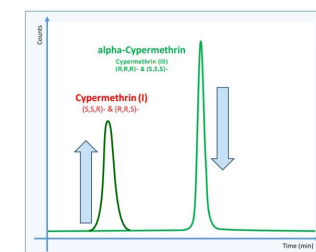
Overlay



alpha-Cypermethrin (no isomerisation)
2 Isomers, 1 Peak



1R-cis-alpha-S, 1S-cis-alpha-R
→ higher toxicity than other isomers



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



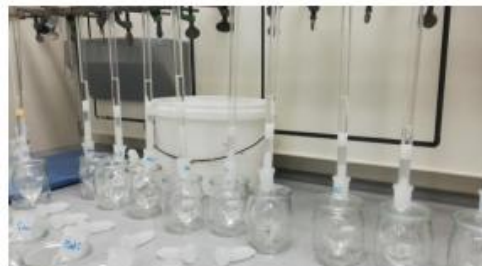
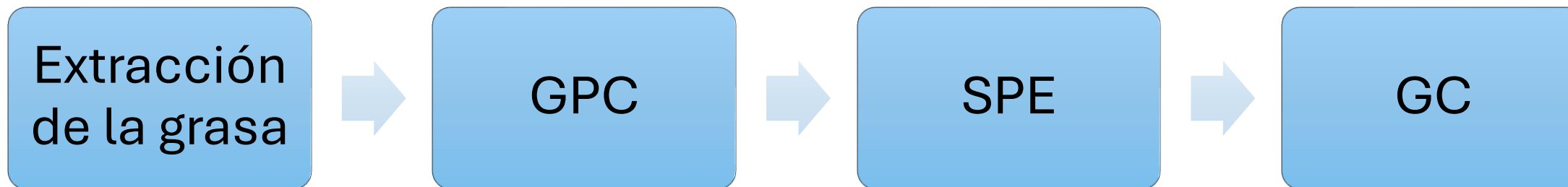
agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición



Centro
Nacional de
Alimentación

2. Preparación de muestra GC

- EN1528



- Elevada cantidad de disolventes.
- Elevado tiempo.
- Requiere experiencia.

2. Preparación de muestra GC

IKA



- first automated method developed in our laboratory
- application in our routine and EURL projects
- most experiences

Extract

μ -SPE

- current method development for food of animal origin
- aim of study: to implement the method for routine



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



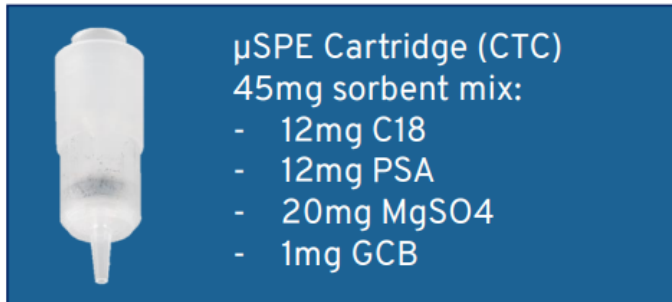
agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición



Centro
Nacional de
Alimentación

2. Preparación de muestra GC

- Desarrollos de μ -SPE en productos de origen animal
 - Extracción en fase sólida (SPE) miniaturizada
 - Posibilidad de preparación automatizada de muestras
 - Bajos requerimientos de muestra y solventes
 - Posibilidad de acoplamiento a sistemas GC-MS/MS y LC-MS/MS



CTC recommended use:

- extract load volume of up to 500 μ L
- 5 μ L/s flow rate



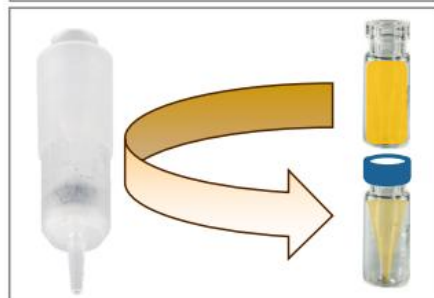
2. Preparación de muestra GC

Acondicionamiento



300 μL de disolvente
5 $\mu\text{L/s}$
No se recolecta (desecho)

Carga de muestra



200 μL de extracto sucio
5 $\mu\text{L/s}$
Recolección en microinserto

Soplado (“Blow out”)



1000 μL de aire
10 $\mu\text{L/s}$
Recuperación total del extracto



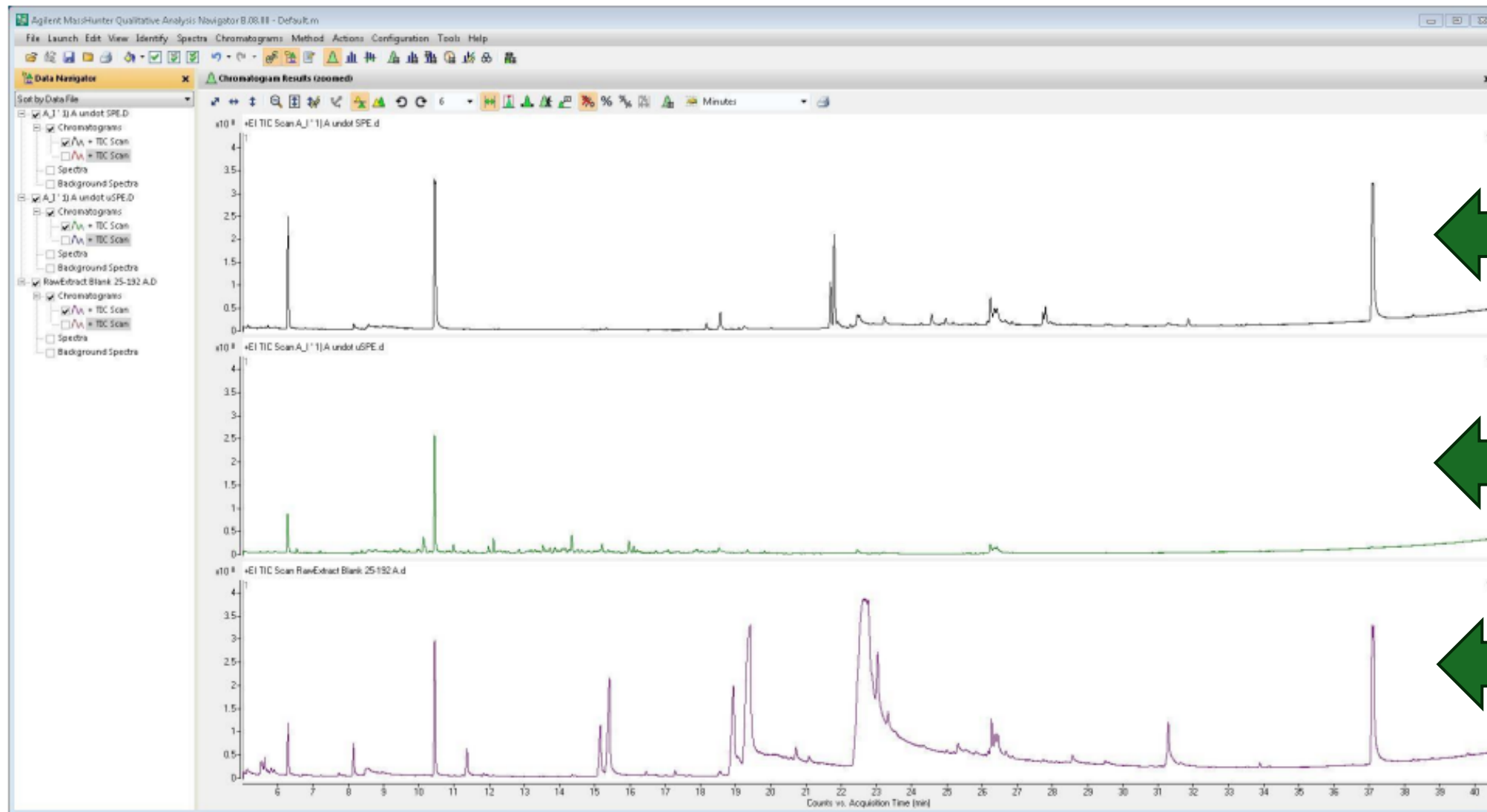
MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición



Centro
Nacional de
Alimentación



Mismo
extracto
después de
SPE manual

Mismo
extracto de
 μ SPE

Muestra sin
dopar tras
extracción



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición



Centro
Nacional de
Alimentación

GRACIAS POR VUESTRA ATENCIÓN

Contacto: plaguicidas-cna@aesan.gob.es



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición



Centro
Nacional de
Alimentación