



UNIVERSIDAD CENTRAL DEL ECUADOR

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS  
ESCUELA DE BIOQUÍMICA Y FARMACIA  
CARRERA DE QUÍMICA DE ALIMENTOS

VALIDACIÓN DEL MÉTODO Y EVALUACIÓN DEL CONTENIDO DE  
OCRATOXINA A EN CAFÉ TOSTADO DE CONSUMO LOCAL POR EL  
MÉTODO DE CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA DE ALTA RESOLUCIÓN

Tesis para optar por el Título profesional de Química de Alimentos

Autor, María José Jácome Gallardo

Tutor, Dr. Marco Morán

Quito, Febrero del 2011

## RESUMEN

El Laboratorio de Servicios de Análisis e Investigación en Alimentos (LSAIA) del INIAP en la Estación Experimental Santa Catalina y se basó en los siguientes parámetros: selectividad, linealidad y rango lineal, precisión, exactitud, límite de detección y cuantificación e incertidumbre. La evaluación de los parámetros demostró lo siguiente: el método analítico es selectivo porque no se evidencia que otras sustancias interfieran en el análisis de la OTA y además se obtuvo un porcentaje de pureza de pico del 100%. Se probó que el método es lineal en un rango de 1,80 a 15,0 Mg/kg; es preciso ya que para la repetibilidad se obtuvo una RSD<sub>r</sub> < 20% y para la reproducibilidad una RSD<sub>R</sub> < 30%; y finalmente es exacto porque se obtuvo un porcentaje de recuperación de 89,64. Además los límites de detección y cuantificación fueron 0,54 Mg/kg y 1,80 Mg/kg respectivamente y el resultado final está asociado con una incertidumbre de 0,60.

Éste método fue aplicado satisfactoriamente en la determinación de OTA en 45 muestras de café tostado de cinco marcas diferentes tomadas en Quito en Septiembre, Octubre y Noviembre del 2010. Se obtuvo un 0% de OTA.

**PALABRAS CLAVE:** Micotoxinas, Ocratoxina A, Cromatografía Líquida de Alta Resolución, Café tostado, Validación.

## ABSTRACT

The validation of a quantitative analysis method to determine Ochratoxin A (OTA) in roasted coffee by High Performance Liquid Chromatography (HPLC), using immunoaffinity columns and a fluorescence detector is described. This validation was performed at the Analytical Services and Food Research Laboratory (LSAIA) of INIAP at Santa Catalina Station and it was based on the following parameters: selectivity, linearity and lineal range, precision, accuracy, detection and quantification limits and uncertainty. The evaluation of these parameters showed the following: the analytic method is selective because there is no evidence of interference with other substances in OTA analysis and because a 100% of peak purity was obtained. It was proved that the method is linear in the range of 1,80 to 15,0 Mg/kg; it is precise because  $RSD_r < 20\%$  was obtained for repeatability and a  $RSD_r < 30\%$  was obtained for reproducibility ; finally the method is exact because the recovery was 89,64%. Detection and quantification limits were 0,54 Mg/kg and 1,80 Mg/kg respectively, and the final result is associated with an uncertainty of 0,60.

This method was applied successfully in OTA determination of 45 samples of roasted coffee of five different brands taken in Quito in September, October and November of 2010. 0% of OTA was obtained.

**KEYWORDS:** Mycotoxins, Ochratoxin A, High Performance Liquid Chromatography, Roasted coffee, Validation.