



Application Note AN-RS-016

Detección de trazas de ferrocianuro de potasio en sal de mesa

Protegiendo la seguridad del consumidor con Misa

El ferrocianuro de potasio (KFC) es un compuesto antiaglomerante que se añade a la sal de mesa. Aunque KFC es un aditivo alimentario no tóxico común, su respuesta espectroscópica es representativa de compuestos de cianuro análogos. La detección de trazas de otros cianuros en los productos alimentarios es esencial para la seguridad

de los consumidores, ya que pueden ser tóxicos por consumo oral desde solo 20 $\mu\text{g/g}$. Esta aplicación demuestra el análisis rápido de trazas de ferrocianuro de potasio en sal de mesa con Misa (Metrohm Instant SERS Analyzer), en un formato de ensayo simple con un uso mínimo de reactivos de laboratorio.

INTRODUCCIÓN

Las pautas federales establecen que los niveles de KFC no pueden exceder los 13 $\mu\text{g/g}$ como aditivo para la sal de mesa. Esta nota de aplicación describe la detección de cantidades traza de ferrocianato de

potasio en sal de mesa con solución de nanopartículas de plata (Ag NP) de Misa y Metrohm Raman.

CIANURO EN EL ESPECTRO SERS

Un espectro de referencia SERS estándar (Figura 1) para KFC (100 $\mu\text{g/g}$, Ag NP) está dominado por un pico prominente a 2133 cm^{-1} correspondiente al modo de estiramiento CN. El tramo de cianuro CN es distintivo, ya que es uno de los pocos picos Raman que aparecen por encima de 1800 cm^{-1} . En un

espectro con corrección de y , este pico de cianuro fuerte y distintivo aparece para cualquier resto de cianuro, ya sea KFC benigno o gas de cianuro de hidrógeno tóxico, lo que convierte a SERS en una tecnología excelente para la detección de cianuro.

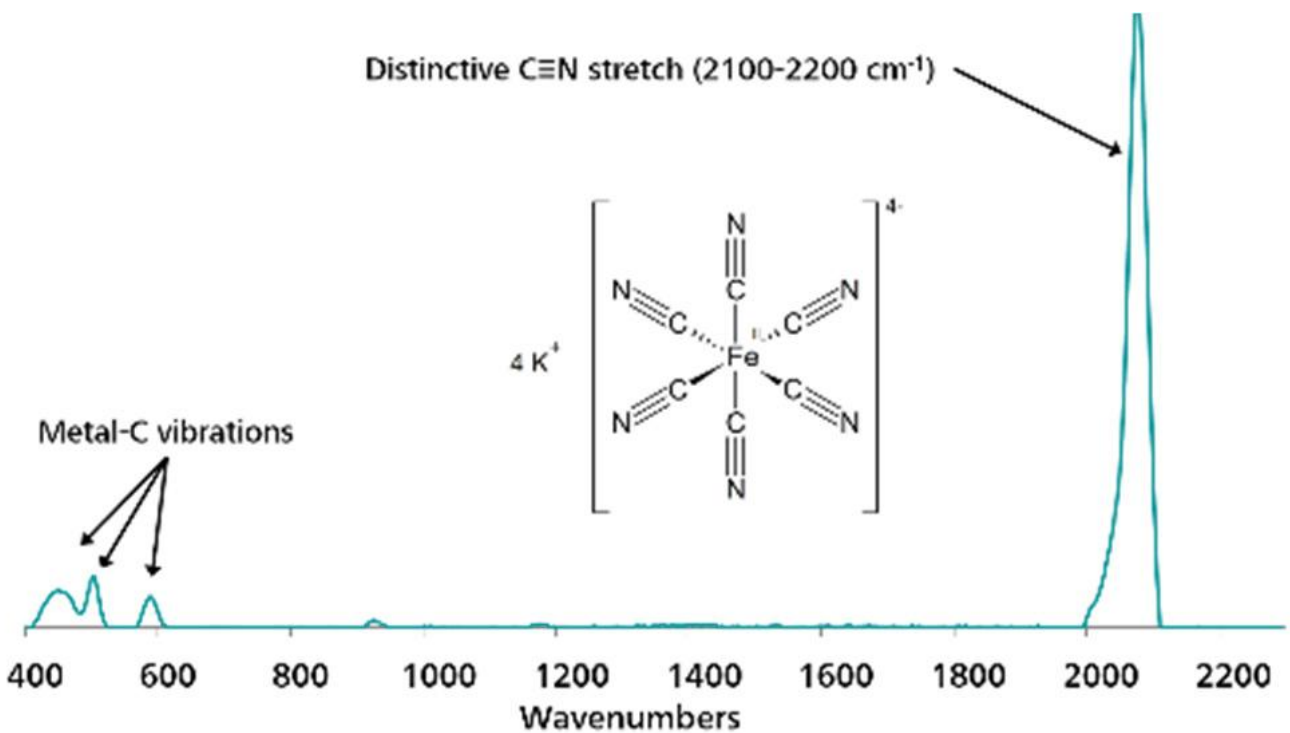


Figure 1. Espectro SERS representativo del cianuro.

EXPERIMENTO

Para preparar muestras enriquecidas, se dopó sal de mesa normal con trihidrato de hexacianoferrato(II) de potasio disuelto en agua para generar un rango de concentración de muestras de prueba: 10 000, 1 000, 100, 10, 1 $\mu\text{g/g}$ y 100 ng/g . Después de la adición del analito, las muestras se secaron al aire.

Para el análisis SERS, se disolvieron 100 mg de cada muestra en 0,5 ml de agua. Una alícuota de 100 μL de la muestra se mezcló completamente con 800 μL de NP de Ag y 50 μL de NaCl 50 mmol/L en un vial de vidrio. El vial de muestra se insertó en el accesorio del vial en Misa para realizar la prueba.



Tabla 1. Parámetros Experimentales

Aparato	Adquisición		
firmware	0.9.33	Potencia del láser	5
Software	MisaCal V1.0.15	En t. Tiempo	1 s
misa vial Adjunto archivo	6.07505.040	Promedios	10
Kit de identificación - Ag NP	6.07506.450	Trama	EN

RESULTADOS

Figura 2 muestra espectros de Ag NP SERS superpuestos adquiridos para diferentes

concentraciones de KFC, lo que demuestra una detección de hasta 1 $\mu\text{g/g}$.

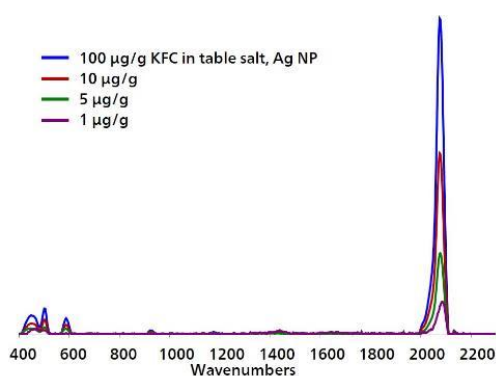


Figure 2. Espectros SERS superpuestos, con línea base y con sustracción de fondo de KFC en sal de mesa con Misa y Ag NP.

PROTOCOLO DE PRUEBA DE CAMPO

Detección de ferrocianuro de potasio en el campo

Usando el extremo grande de la cuchara, agregue 3 o 4 cucharadas de muestra a un vial de 2 ml. Agregue agua al vial hasta que ~1/4 lleno. Tapar y agitar el vial suavemente para disolver sólidos, luego deje reposar la muestra durante 2 minutos. Limpiar el vial y llenar

hasta la mitad con AgNP. Usando pipetas, agregue 2 gotas de solución de muestra y 1 gota de NaCl solución a Ag NP, luego tape y agite el vial suavemente para mezclar. Inserte en el accesorio del vial en Misa para medición.

Tabla 2. Requisitos para el protocolo de prueba de campo

Kit de identificación - Ag NP	6.07506.450
incluye:	Nanopartículas de plata (Ag NP)
	Cucharón
	Pipetas desechables
	viales de vidrio de 2 ml
Reactivos	
Agua	
solución de NaCl	3 g de NaCl en 100 ml de agua
Configuración de prueba	Utilizar Kit de identificación OP en Misa

CONCLUSIÓN

La detección rápida y sencilla de trazas de ferrocianuro de potasio en la sal de mesa de Misa hasta 1 µg/g está un orden de magnitud por debajo de los niveles permitidos. El sencillo procedimiento descrito en este documento requiere una preparación

mínima de la muestra y es ideal para pruebas in situ. Dada la similitud de los espectros de cianuro SERS, los resultados de este estudio sugieren que Misa puede usarse como un sensor de cianuro robusto.

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



MISA Advanced

El Metrohm Instant SERS Analyzer (MISA) es un sistema de análisis portátil de alto rendimiento para la rápida detección/identificación de sustancias prohibidas, aditivos alimentarios y trazas de contaminantes en los alimentos. El MISA tiene un espectrógrafo de alta eficiencia que está equipado con la tecnología única de Metrohm, el Orbital Raster Scan (ORS). Requiere un espacio mínimo y tiene una batería de larga duración, perfecta para pruebas in situ o aplicaciones de laboratorio móvil. MISA ofrece varios accesorios láser de clase 1 para opciones flexibles de toma de muestras. El analizador se puede manejar a través de Bluetooth o conectividad USB.

El paquete MISA Advanced es un paquete completo que permite al usuario realizar análisis SERS con las soluciones de nanopartículas y las tiras P-SERS de Metrohm.

El paquete MISA Advanced incluye un accesorio de vial MISA, un accesorio P-SERS, un patrón de calibración ASTM, un cable mini USB, una fuente de alimentación USB y el software MISA Cal para manejar el aparato MISA. También se incluye un resistente estuche protector para guardar de forma segura el aparato y los accesorios.



Kit de identificación: Nanopartículas de plata (Ag NP)

El kit de identificación Ag NP contiene los componentes requeridos por un usuario de Mira/Misa para realizar un análisis SERS con solución de plata coloidal. El kit contiene una espátula desechable, una pipeta de goteo, frascos de muestra y una botella con coloide de plata.