



Application Note AN-RS-025

Detección de trazas de paraquat en hojas de té

Protegiendo la seguridad del consumidor con Misa

El paraquat es un herbicida muy eficaz que se utiliza para controlar las malas hierbas en las operaciones agrícolas. También es excepcionalmente tóxico y causa efectos debilitantes para la salud que pueden provocar la muerte tardía después de la exposición. Solo en China, se estima que más de 5000 muertes cada año se atribuyen a la exposición durante la aplicación y producción de paraquat. En reconocimiento del peligro del paraquat, la UE y varios otros países han prohibido su uso para cualquier aplicación. La EPA de EE. UU. permite el uso limitado de paraquat por parte de aplicadores

autorizados. UU. y, sin embargo, permite obtener resultados rápidos.

Las pruebas para detectar el paraquat requieren típicamente un procesamiento de muestras complejo y el análisis por parte de químicos cualificados que utilizan instrumentos de laboratorio costosos como HPLC, CE y LC/MS. Misa logra la detección del nivel de trazas de residuos de paraquat en las hojas de té en un sistema inteligente, portátil y totalmente integrado para facilitar las pruebas *in situ* por parte de personal no técnico.

INTRODUCCIÓN

Esta nota de aplicación describe un procedimiento simple para la detección de trazas de paraquat en hojas de té, basado en la adquisición de espectros

SERS de paraquat en extractos de cloroformo utilizando Misa y nanopartículas de oro (Au NP).

ESPECTRO DE REFERENCIA Y CREACIÓN DE BIBLIOTECAS

Para establecer un espectro de referencia, se analizó el patrón de paraquat puro a una concentración de 1 $\mu\text{g/g}$ en agua usando Au NP. El espectro SERS único

que se muestra en **Figura 1** se puede utilizar para crear una entrada de biblioteca para paraquat.

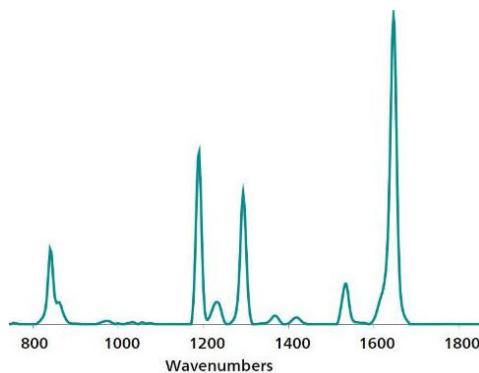


Figure 1. Espectro estándar de referencia SERS Au NP de paraquat.

EXPERIMENTO

Se agregaron diluciones en serie de paraquat en agua a alícuotas de 0,1 g de té finamente molido en viales de vidrio para producir un rango de concentración de muestras de prueba enriquecidas: 50, 25, 10, 5 y 1 $\mu\text{g/g}$, 100 y 50 ng/g. Estas muestras se secaron a 80 °C y se anadió 1 mL de cloroformo a cada vial. Cada muestra se agitó para humedecer a fondo las hojas de té molidas y se dejó reposar durante 15 minutos para facilitar la sedimentación y la extracción. Después de esperar el tiempo requerido, se decantaron 10 μL de extracto de cloroformo a un vial nuevo, se secaron brevemente y se resuspendieron en 450 μL de Au NP y 50 μL de 0.5 mol/L NaCl. Los viales de muestra se agitaron suavemente y se colocaron inmediatamente en el accesorio de viales de Misa para la medición.



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 - Au NP	6.07506.440	Trama	EN

RESULTADOS

Los espectros superpuestos de Au NP SERS adquiridos para una gama de muestras de té enriquecidas con paraquat demuestran una detección de hasta 1 µg/g

(Figura 2). Los espectros se corrigieron con la línea base y se restaron los antecedentes con el software Misa Cal.

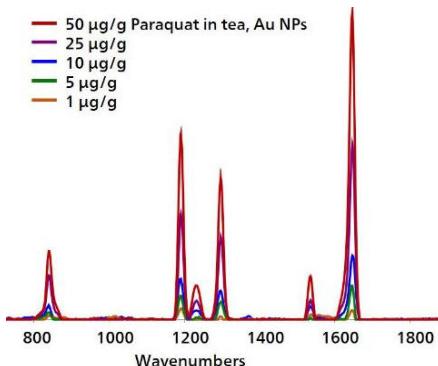


Figure 2. Espectros SERS para un rango de concentración de paraquat en té.

PROTOCOLO DE PRUEBA DE CAMPO

Detección de paraquat en el campo

Si las hojas de té son muy grandes, tritúrelas, tritúrelas o córtelas. Con el extremo grande de la cuchara, agregue 3 o 4 cucharadas de muestra a un vial de 2 ml. Anadir cloroformo a el vial hasta la mitad. Tape y agite el vial suavemente para mezclar, luego deje reposar la muestra durante 15 minutos. Llene un vial limpio ~ 1/2 lleno con Au NP. Usando una pipeta,

agregue 2 gotas de extracto de cloroformo a un *limpio frasco* y eliminar el disolvente con calentamiento por evaporación. Llene este vial hasta la mitad con Au NP solución, agregue 1 gota de solución de NaCl y agite 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 - Au NP	6.07506.440
incluye:	Nanopartículas de oro (Au NP)
	Cucharón
	Pipetas desechables
	viales de vidrio de 2 ml
Reactivos	
Cloroformo	
solución de NaCl	3 g de NaCl en 100 ml de agua
Configuración de prueba	Utilizar Kit de identificación OP en MISA

El nivel de detección informado aquí para el paraquat en las hojas de té es significativamente más bajo que los niveles permisibles de residuos permitidos para la mayoría de los cultivos de hortalizas, hierbas y frutas. El muestreo con Misa se simplifica con los procedimientos operativos integrados que

automatizan los parámetros de adquisición, el procesamiento de muestras y los informes de resultados. El software dedicado de Misa, Misa Cal, se puede utilizar para procesamiento espectral, coincidencias de bibliotecas y uso compartido de resultados.

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: Au NP

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