



Application Note AN-RS-026

Detección de trazas de difenilamina en alimentos para bebés

Protegiendo la seguridad del consumidor con Misa

La difenilamina (DPA, por sus siglas en inglés) se utiliza como fijador de colorantes y antioxidante en aplicaciones industriales y como conservante de productos en operaciones agrícolas. A pesar de su baja toxicidad para el ser humano y el medio ambiente, existe controversia sobre su aplicación en frutas y hortalizas en poscosecha para garantizar su almacenamiento a largo plazo. A los defensores de la seguridad alimentaria les preocupa que la ingestión diaria de DPA, en particular en los alimentos destinados a los bebés, pueda tener efectos negativos en la salud infantil. Para mitigar los efectos potencialmente tóxicos de la DPA, tanto los Estados

Unidos como la Unión Europea estipulan un límite máximo de residuos (MRL, por sus siglas en inglés) de 5 $\mu\text{g/g}$ para las peras enteras y un estricto MRL de 10 ng/g para todos los alimentos infantiles procesados. Misa (Metrohm Instant SERS Analyzer) proporciona una alternativa fácil de usar y rentable a los métodos analíticos tradicionales utilizados para detectar DPA en los alimentos, como cromatografía de gases-espectroscopía de masas y cromatografía de gases-detector nitrógeno-fósforo. Con Misa, la detección de niveles de trazas de DPA en alimentos para bebés se logra rápida y fácilmente en un formato que se adapta fácilmente a diversas matrices de muestras.

INTRODUCCIÓN

Esta nota de aplicación describe un procedimiento de prueba simulado para detectar DPA en puré de peras comercializado como alimento para lactantes. El ensayo se basa en la adquisición de espectros

específicos de SERS para difenilamina en extractos de cloroformo utilizando Misa y nanopartículas de oro (Au NP).

MATERIAL DE REFERENCIA Y CREACIÓN DE BIBLIOTECAS.

Para establecer un espectro de referencia, se analizó un estándar de DPA puro (100 µg/g en etanol) usando Au NP. El espectro SERS único que se muestra

en **Figura 1** se puede utilizar para crear una entrada de biblioteca para DPA.

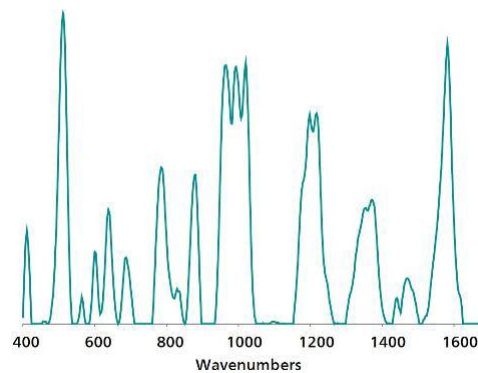


Figure 1. Espectro de referencia SERS de nanopartículas de oro estándar de difenilamina.

EXPERIMENTO

Se agregaron diluciones en serie de una solución madre de DPA en etanol a peras en puré compradas y vendidas como alimentos para bebés para proporcionar una gama de muestras de prueba: 100, 50, 25, 10, 5, 2,5 y 1 µg/g. Las muestras se mezclaron con un vórtice, luego se agregaron 0,5 ml de cloroformo y las muestras se mezclaron nuevamente durante 1 minuto. Después de permitir la separación de fases durante 10 minutos, se sifonaron 100 µL de la capa inferior de cloroformo con una pipeta y se transfirieron a un vial de vidrio para calentamiento por evaporación. El residuo del extracto se suspendió en 450 µL de Au NP y 50 µL de 0,5 mol/L de NaCl. Cada vial se agitó vigorosamente y se colocó inmediatamente en el accesorio de vial de Misa para la medición.

www.metrohm.com



Tabla 1. Parámetros experimentales

Aparato		Adquisición	
firmware	0.9.33	Potencia del láser	5
Software	MisaCal V1.0.15	En t. Tiempo	5 segundos
misa vial Adjunto archivo	6.07505.040	Promedios	10
Kit de identificación - Au NP	6.07506.440	Trama	EN

RESULTADOS

La superposición de espectros corregidos de línea base adquiridos para cada concentración probada

muestra detección de DPA de alta resolución de hasta 1 µg/g (Figura 2).

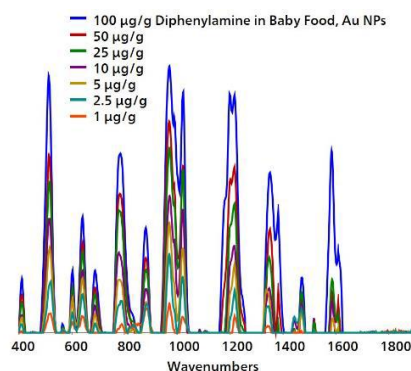


Figure 2. Perfil espectral Gold NP SERS para difenilamina en puré de peras, que demuestra detección de hasta 1 µg/g.

PROTOCOLO DE PRUEBA DE CAMPO

Detección de difenilamina en el campo

Agregue comida para bebés al vial de vidrio hasta aproximadamente 1/4 de su capacidad. Usando una pipeta, agregue cloroformo al mismo vial hasta la mitad. Agite la mezcla vigorosamente durante 1 minuto y luego descanse durante 10 minutos para permitir la separación. Usando una pipeta, retire con cuidado la mitad de la *capa inferior*, evitando la capa superior. Transferir esta solución a un *frasco de vidrio*

limpio y caliente hasta que se seque en una placa caliente (5 minutos). Usando pipetas limpias, agregue Au NP al vial hasta la mitad, luego agregue 2 gotas de solución de NaCl. Tape el vial y agite para mezclar, luego deje reposar durante 5 minutos antes de insertarlo en el accesorio del vial en Misa para realizar la prueba.

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

CONCLUSIÓN

Con una detección sensible y exitosa de difenilamina en alimentos para bebés, Misa ha demostrado ser una herramienta de control de calidad confiable para monitorear la seguridad alimentaria, especialmente para proteger la salud de los niños. Misa es un sistema portátil y completamente contenido, ideal para pruebas en el sitio y especialmente diseñado para

operar en una amplia gama de entornos diferentes. Además, los operadores de las instalaciones de tratamiento de productos agrícolas poscosecha que están en riesgo de exposición ocupacional de alto nivel, por ejemplo, se beneficiarían enormemente de un sistema de monitoreo móvil para tales peligros químicos.

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.