



Application Note AN-RS-030

Detección de trazas de fentiión en aceite de oliva

Protegiendo la seguridad del consumidor con Misa

El fentiión es un insecticida de uso múltiple que se utiliza en muchos países para la lucha contra los mosquitos. Aunque está designado como moderadamente tóxico para los humanos, el fentiión es altamente tóxico para las aves, los peces y los invertebrados acuáticos. Para minimizar la exposición humana y el envenenamiento involuntario de la fauna, la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos ha clasificado el fentiión como un insecticida de uso restringido. Sin embargo, la fumigación generalizada de los olivares en los países mediterráneos da lugar a que los aceites de oliva superen ocasionalmente los límites máximos de

residuos establecidos para las aceitunas.

El Misa (Metrohm Instant SERS Analyzer) logra fácilmente la detección sensible de trazas de fentiión en aceite de oliva con aditivos después de una simple extracción con disolvente orgánico. Esta Application Note presenta un excelente ejemplo de cómo la señal de los sustratos SERS puede competir con la señal objetivo a niveles de detección muy bajos. Esta es una ocurrencia común que Misa y Misa Cal abordan a través de la asignación de picos en las bibliotecas SERS de Misa Cal. Esta es solo una de las ventajas integradas que hacen que Misa sea tan fácil de usar.

INTRODUCCIÓN

Esta nota de aplicación describe un procedimiento de prueba simulado para detectar fenti3n en aceite de oliva. El ensayo se basa en la adquisici3n de espectros

específicos de SERS para fenti3n en extractos de acetonitrilo utilizando Misa y nanopartículas de oro (Au NP).

MATERIAL DE REFERENCIA Y CREACI3N DE BIBLIOTECAS

Para establecer un espectro de referencia, se analiz3 el est3ndar de fenti3n puro a una concentraci3n de 100 µg/mL en metanol usando Au NP. El espectro

SERS único que se muestra en **Figura 1** se puede utilizar para crear una entrada de biblioteca para fenti3n.

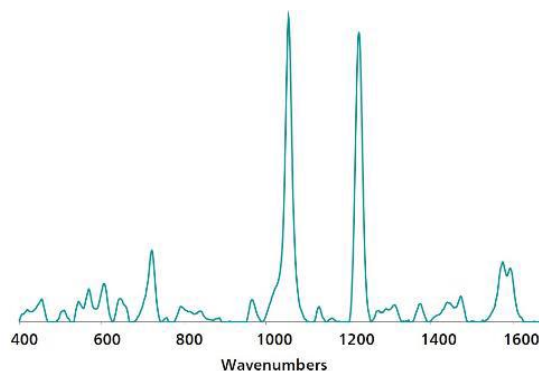


Figure 1. Espectro de referencia est3ndar Au NP SERS de fenti3n.

EXPERIMENTO

Se utiliz3 una soluci3n madre de fenti3n en metanol para enriquecer el aceite de oliva, creando una gama de muestras de prueba: 100, 10, 5 y 1 µg/mL y 500 ng/mL. A cada alícuota se le anadieron 0,5 mL de ciclohexano, seguido de 0,5 mL de acetonitrilo y 50 µL de agua. Los contenidos se mezclaron mediante agitaci3n y cada vial se dej3 reposar durante 10 minutos para permitir la separaci3n de fases. Con una

pipeta, se retiraron con cuidado 200 µL de la capa inferior de acetonitrilo y se transfirieron a un vial nuevo. El acetonitrilo se elimin3 mediante calentamiento por evaporaci3n. El residuo seco se resuspendi3 mediante la adici3n secuencial de 450 µL de Au NP y 50 µL de 0,5 mol/L de NaCl, se agit3 para mezclar y luego se insert3 en el accesorio del vial en Misa para la medici3n.

Tabla 1. Parámetros experimentales

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

RESULTADOS

Los espectros superpuestos corregidos de la línea de base adquiridos para el rango de concentración de fentión utilizado para aumentar el aceite de oliva

muestran una detección de hasta 500 ng/mL (Figura 2).

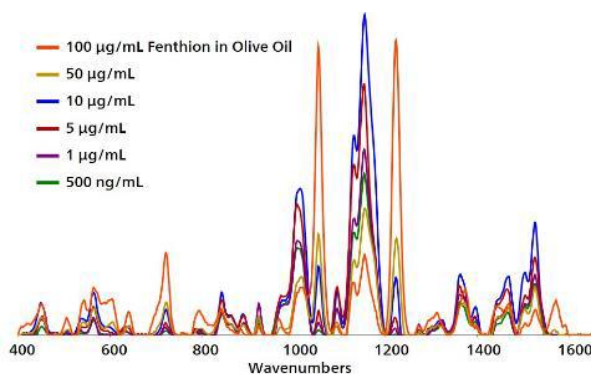


Figure 2. Perfil de concentración de Au NP SERS de fentión extraído de aceite de oliva enriquecido.

Tras una cuidadosa consideración, **Figura 2** parece ser un compuesto de dos fracciones distintas. Es bien sabido que las capacidades de detección de trazas provienen de la mejora de la señal a través de la interacción del analito objetivo con el sustrato SERS. Cada sustrato SERS contribuye con su propia señal a un espectro, que puede ser distinto en estos niveles muy bajos de detección. Una inspección más cercana

de los picos más fuertes en esta figura revela la relación inversa esperada entre el aumento de la intensidad de los picos de fentión y la disminución de la señal del sustrato, visto en **figura 3**.

Las entradas de la biblioteca dedicada de Misa Cal incluyen asignaciones de picos para cada sustancia, lo que permite la identificación del objetivo incluso en lo que parece ser un espectro mixto.

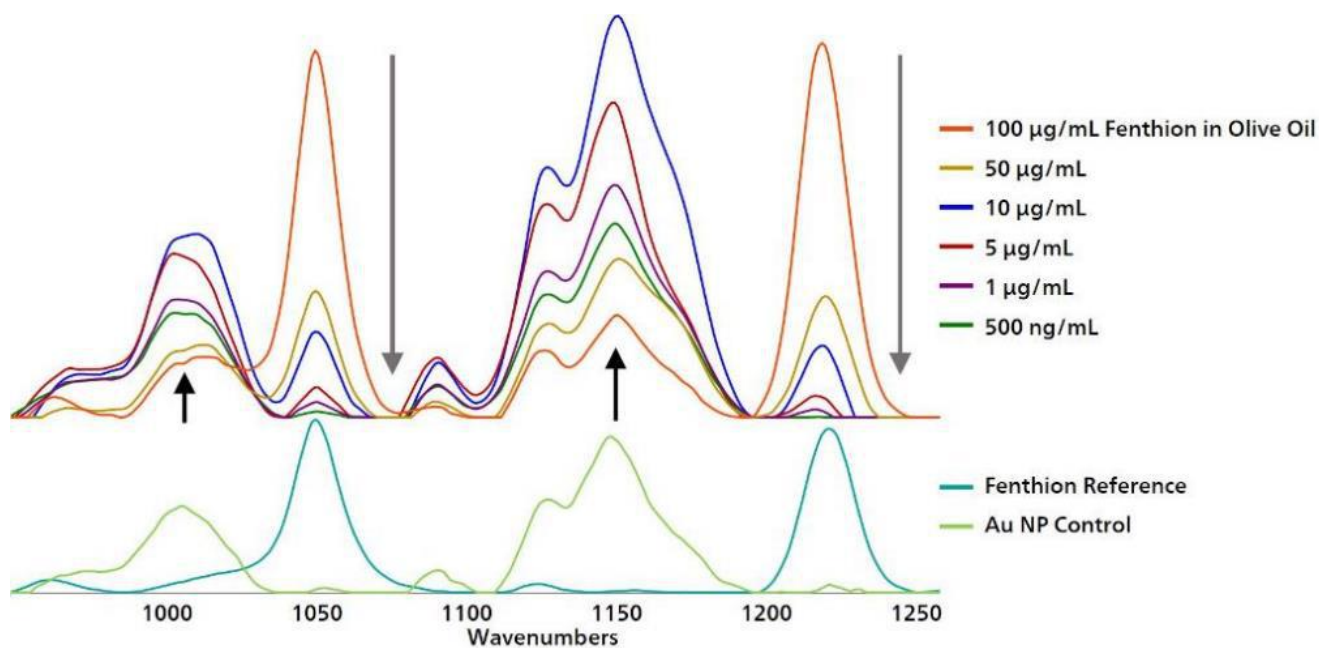


Figure 3. Relación inversa entre el fentión y las señales de sustrato Au NP SERS en concentraciones muy bajas

PROTOCOLO DE PRUEBA DE CAMPO

Detección de fentión en el campo

Usando una pipeta, agregue 4 gotas de aceite de oliva a un vial de 2 ml. Llene el vial hasta la mitad con ciclohexano y agite hasta que el aceite se disuelva. Agregue acetonitrilo hasta que el vial esté casi lleno, agite y deje reposar durante 10 minutos. Con una pipeta limpia, decantar con cuidado una porción de la

capa inferior dentro *vial limpio*. Calentar para eliminar el disolvente. Agregue Au NP a este vial hasta ~ 1/3 lleno, seguido de 3 gotas de solución de NaCl. Tape y agite suavemente el vial para mezclar, luego insértelo en el accesorio del vial en Misa para medir.

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	
ciclohexano	
acetonitrilo	
solución de NaCl	3 g de NaCl en 100 ml de agua
Configuración de prueba	Utilizar Kit de identificación OP en MISA

CONCLUSIÓN

El límite para el fentión en el aceite de oliva es de 1 µg/mL en los EE. UU. Basado en el protocolo simple informado en esta nota de aplicación, Misa proporciona suficiente sensibilidad para detectar fentión en concentraciones que cumplen con el límite establecido para las aceitunas.

Desde los flujos de trabajo automatizados incluidos en ID Kit OP hasta la operación de un solo toque y las bibliotecas de pesticidas dedicadas, Misa Cal es un poderoso compañero de Misa en la identificación de adulterantes alimentarios a nivel de trazas.

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.