



Application Note AN-RS-039

Detección de trazas de acetamiprid en pasas

Proteger la seguridad del consumidor con MISA

Estudios de prueba recientes realizados por el USDA [1] y la NVWA en Europa [2] han demostrado que las pasas, el popular bocadillo elaborado con uvas pasas, se encuentran en la parte superior de la lista de frutas y verduras que han demostrado contener niveles inaceptablemente altos de residuos de pesticidas. El 80 % de las pasas importadas en los Países Bajos están contaminadas con un promedio de 11,3 pesticidas diferentes por muestra, y casi todas las marcas de pasas comercializadas en los EE. UU. contienen al menos dos residuos de pesticidas diferentes [3]. La preocupación de salud fundamental es que se desconocen los efectos acumulativos a largo plazo del consumo de una variedad de pesticidas.

Claramente, esto desafía la suposición de que las pasas proporcionan una alternativa saludable y apta para niños a los bocadillos procesados. Para abordar tales problemas de seguridad alimentaria, existe la necesidad de realizar pruebas rápidas y precisas para examinar muestras de alimentos en busca de sustancias potencialmente peligrosas. En esta nota de aplicación, MISA (Metrohm Instant SERS Analyzer) de Metrohm Raman sobresale en la detección del pesticida acetamiprid en pasas de uva comercializadas. MISA es una alternativa viable a las pruebas analíticas de laboratorio en la búsqueda de evitar que los alimentos contaminados lleguen y danen a los consumidores.

INTRODUCCIÓN

Acetamiprid es un insecticida neonicotinoide sistémico altamente efectivo. Aunque la toxicidad para los humanos y otros mamíferos es baja, es de moderada a alta para las aves y la vida acuática, lo que representa una amenaza potencial para la vida

silvestre y la cadena alimentaria. Esta nota de aplicación demuestra la detección rápida y sensible de acetamiprid extraído de pasas utilizando el analizador Metrohm Instant SERS (Surface-Enhanced Raman Scattering).

DETECCIÓN SERS DE ACETAMIPRID EN PASAS

Como la espectroscopia Raman directa de apuntar y disparar no es adecuada para la detección de trazas de analitos, se utilizó SERS en este experimento. Se pipetearon diluciones de 1 mg/mL de acetamiprid en metanol en porciones individuales de 1 g de pasas, lo que produjo muestras que contenían 100, 25, 5 y 2 µg/mL (ppm) y 500 ng/mL (ppb) de acetamiprid. Cada muestra se secó y se colocó en un vial con 0,2 mL de diclorometano (DCM). Cada tubo se agitó

durante dos minutos y se dejó reposar durante 30 minutos, y luego el sobrenadante se transfirió a un vial limpio para el secado por evaporación. Después de agregar 0,9 ml de coloide de plata, cada vial se agitó durante un minuto. A esto le siguió la adición de 0,1 ml de NaCl de 500 mmol/l y una suave agitación del contenido. Cada vial se insertó en el soporte del vial de MISA para la medición.



RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Como se muestra en **Figura 1**, los espectros SERS para los extractos DCM de acetamiprid en pasas son idénticos al espectro de referencia para acetamiprid

puro (en azul oscuro). Los picos característicos altamente resueltos tienden a correlacionarse en intensidad con la concentración del analito.

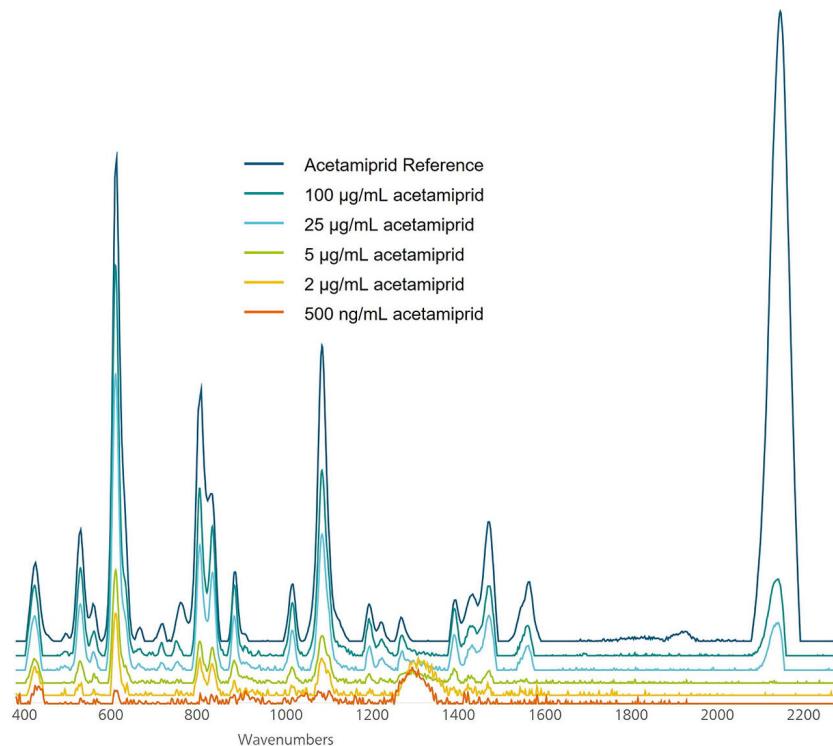


Figura 1. Pila de espectros Raman de referencia de acetamiprid y varias concentraciones (100 µg/mL hasta 500 ng/mL).

MEJORA DE LA SENSIBILIDAD SERS

El contenido de información de los espectros Raman es mayor a concentraciones de analito más altas. Algunos picos de firma mal resueltos en **Figura 1** persisten a 500 ng/mL (ppb), pero la sensibilidad a este nivel es esencial porque corresponde al nivel máximo de residuos aceptado para acetamiprid en Europa.

En concentraciones muy bajas, las siguientes dos estrategias pueden mejorar la detección de SERS:

1. Combine múltiples alícuotas de extracto en una muestra de prueba. En este caso, se combinaron en un vial tres o cuatro alícuotas de DCM de 0,2 ml (del mismo lote de prueba de pasas) antes del secado por evaporación.

2. Los tiempos de integración más largos en el instrumento pueden mejorar la sensibilidad. La función de integración automática en MISA es adecuada para concentraciones más altas; las concentraciones más bajas pueden requerir el ajuste manual de los tiempos de integración de cuatro a ocho segundos, por ejemplo.

Figura 2 superpone espectros para muestras que contienen una alícuota de 5 µg/mL, 2 µg/mL y 500 ng/mL de acetamiprid con una muestra que contiene cuatro alícuotas de 500 ng/mL de acetamiprid. Esta cifra proporciona una confirmación visual de la señal mejorada a través de alícuotas combinadas.

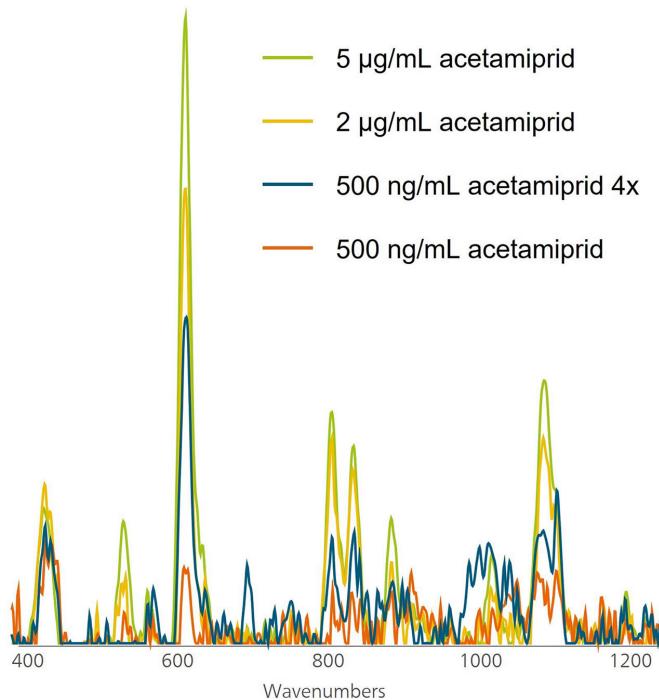


Figure 2. Los espectros SERS de muy baja concentración se pueden mejorar combinando varias alícuotas de muestra, como se ve aquí, con una sola alícuota de 500 ng/mL de acetaprimida (naranja) en comparación con el cuádruple de la muestra de 500 ng/mL de acetaprimida evaporada al mismo volumen de muestra para el análisis por MISA (azul). .

CONCLUSIÓN

MISA es una herramienta analítica de última generación, compacta y fácil de usar para garantizar la seguridad alimentaria. Facilita la toma de decisiones informativas al examinar muestras de alimentos que se sospecha que contienen residuos de plaguicidas.

Los sustratos SERS dedicados y una biblioteca bien desarrollada de pesticidas, herbicidas, fungicidas y aditivos alimentarios potencialmente daninos probados hacen de MISA una herramienta poderosa para aplicaciones de detección de trazas.

REFERENCIAS

1. *Raisin Grades & Standards | Agricultural Marketing Service.*
<https://www.ams.usda.gov/grades-standards/raisin-grades-standards> (consultado en 2022-07-26).
2. Group, E. W. *EWG's 2022 Shopper's Guide to Pesticides in ProduceTM.*
<https://www.ewg.org/foodnews/> (consultado en 2022-07-26).
3. Authority (EFSA), E. F. S. National Summary Reports on Pesticide Residue Analysis Performed in 2020. *EFSA Support. Publ.* 2022, 19 (3), 7216E.
<https://doi.org/10.2903/sp.efsa.2022.EN-7216>.

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.



MIRA XTR Advanced

El MIRA XTR es una alternativa para los sistemas de alta potencia de 1064 nm. Con un procesamiento computacional avanzado, el MIRA XTR utiliza un láser de 785 nm más sensible junto con algoritmos XTR para extraer los datos Raman de la fluorescencia de la muestra. El MIRA XTR también cuenta con el escaneo Orbital Raster Scanning (ORS) para proporcionar una mejor cobertura de la muestra, aumentando así la exactitud de los resultados.

El paquete Advanced de MIRA XTR incluye un patrón de calibración, el accesorio universal inteligente, el accesorio de ángulo recto, el accesorio para el vial y el accesorio MIRA SERS. Un paquete completo para cualquier tipo de análisis. Operación de clase 3B. El MIRA XTR es compatible con las librerías Raman de mano de Metrohm.



Coloide de plata, 50 mL

Solución activa de plata coloidal SERS. Entre los posibles analitos diana que funcionan bien con el coloide de plata se incluyen las drogas ilegales, los productos farmacéuticos, los colorantes y las aminas. Paquete de 50 mL.