



Application Note AN-RS-039

Rilevamento di tracce di acetamiprid sull'uvetta

Tutela della sicurezza dei consumatori con MISA

Recenti studi di prova condotti dall'USDA [1] e la NVWA in Europa [2] hanno dimostrato che l'uvetta, il popolare spuntino a base di uva appassita, è in cima alla lista di frutta e verdura che hanno dimostrato di contenere livelli inaccettabilmente elevati di residui di pesticidi. L'80% dell'uvetta importata nei Paesi Bassi è contaminata da una media di 11,3 diversi pesticidi per campione e quasi tutte le marche di uvetta commercializzate negli Stati Uniti contengono almeno due diversi residui di pesticidi [3]. La preoccupazione fondamentale per la salute è che gli effetti cumulativi a lungo termine del consumo di una varietà di pesticidi sono sconosciuti. Chiaramente, questo mette

in discussione il presupposto che l'uvetta fornisca un'alternativa sana e adatta ai bambini agli snack trasformati. Per affrontare tali problemi di sicurezza alimentare, sono necessari test rapidi e accurati per selezionare i campioni alimentari per le sostanze potenzialmente pericolose. In questa Application Note, MISA (Metrohm Instant SERS Analyzer) di Metrohm Raman eccelle nel rilevamento del pesticida acetamiprid sull'uvetta in commercio. MISA è una valida alternativa ai test di laboratorio analitici nella ricerca per evitare che gli alimenti contaminati raggiungano e danneggino i consumatori.

INTRODUZIONE

Acetamiprid è un insetticida neonicotinoide sistemico altamente efficace. Sebbene la tossicità per l'uomo e altri mammiferi sia bassa, è da moderatamente a altamente tossica per gli uccelli e la vita acquatica, rappresentando una potenziale minaccia per la fauna

selvatica e la catena alimentare. Questa Application Note dimostra il rilevamento rapido e sensibile dell'acetamiprid estratto dall'uvetta utilizzando l'analizzatore Metrohm Instant SERS (Surface-Enhanced Raman Scattering).

Poiché la spettroscopia Raman point-and-shoot diretta non è adatta per il rilevamento di tracce di analiti, in questo esperimento è stato utilizzato SERS. Diluizioni di 1 mg/mL di acetamiprid in metanolo sono state pipettate su singole porzioni da 1 g di uvetta, ottenendo campioni contenenti 100, 25, 5 e 2 µg/mL (ppm) e 500 ng/mL (ppb) di acetamiprid. Ciascun campione è stato essiccato e posto in una fiala con 0,2 mL di diclorometano (DCM). Ciascuna

provetta è stata agitata su vortice per due minuti e fatta riposare per 30 minuti, quindi il surnatante è stato trasferito in una fiala pulita per l'essiccazione per evaporazione. Dopo aver aggiunto 0,9 mL di colloide d'argento, ciascuna fiala è stata agitata su vortice per un minuto. Ciò è stato seguito dall'aggiunta di 0,1 mL di 500 mmol/L NaCl e da una leggera agitazione del contenuto. Ciascuna fiala è stata inserita nell'attacco del supporto della fiala di MISA per la misurazione.



RISULTATI E DISCUSSIONE

Come mostrato in **Figura 1**, gli spettri SERS per estratti DCM di acetamiprid su uvetta sono identici allo spettro di riferimento per acetamiprid puro (in blu

scuri). I picchi di firma altamente risolti tendono a correlare in intensità alla concentrazione di analita.

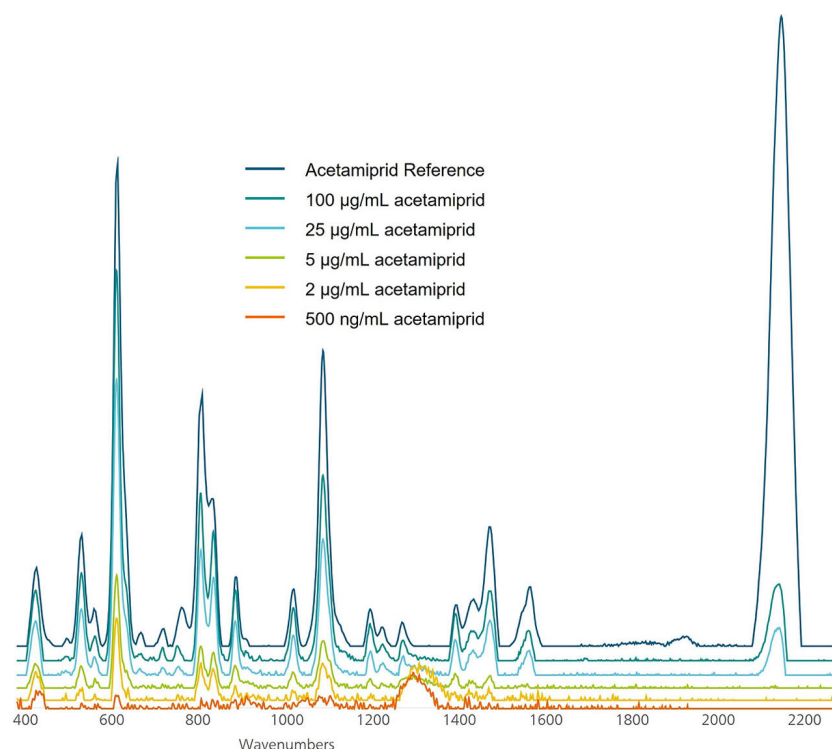


Figure 1. Stack di spettri Raman di riferimento di acetamidrid e varie concentrazioni (100 µg/mL fino a 500 ng/mL).

MIGLIORAMENTO DELLA SENSIBILITÀ SERS

Il contenuto di informazioni dagli spettri Raman è maggiore a concentrazioni di analiti più elevate. Alcuni picchi di firma scarsamente risolti nella **Figura 1** persistono a 500 ng/mL (ppb), ma la sensibilità a questo livello è essenziale perché corrisponde al livello massimo di residui accettato per acetamidrid in Europa.

A concentrazioni molto basse, le due strategie seguenti possono migliorare il rilevamento SERS:

1. Combina più aliquote di estratto in un campione di prova. In questo caso, da tre a quattro aliquote di DCM da 0,2 ml (dalla stessa partita di prova di uvetta) verrebbero combinate in una fiala prima dell'essiccazione per evaporazione.
2. Tempi di integrazione più lunghi sullo strumento possono migliorare la sensibilità. La funzione di integrazione automatica su MISA è adeguata per concentrazioni più elevate; concentrazioni più basse possono richiedere l'impostazione manuale dei tempi di integrazione da quattro a otto secondi, ad esempio.

La **Figura 2** sovrappone gli spettri per campioni contenenti un'aliquota di 5 µg/mL, 2 µg/mL e 500 ng/mL di acetamidrid con un campione che contiene quattro aliquote di 500 ng/mL di acetamidrid. Questa cifra fornisce una conferma visiva per un segnale migliorato attraverso aliquote combinate.

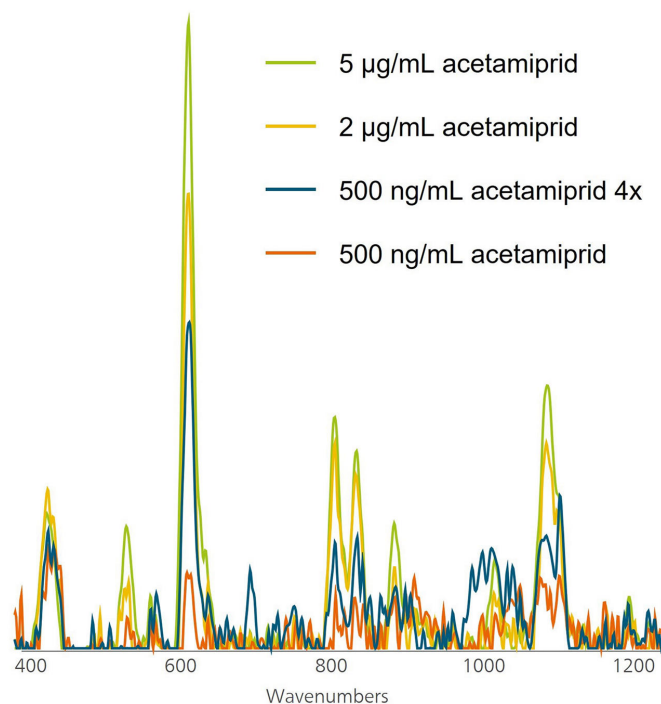


Figure 2. Gli spettri SERS a concentrazione molto bassa possono essere migliorati combinando più aliquote di campione come mostrato qui con una singola aliquota di acetaprimide da 500 ng/mL (arancione) rispetto al quadruplicare il campione di acetaprimide da 500 ng/mL evaporato allo stesso volume del campione per l'analisi mediante MISA (blu).

CONCLUSIONE

MISA è uno strumento analitico compatto, facile da usare e all'avanguardia per garantire la sicurezza alimentare. Facilita il processo decisionale informativo durante lo screening di campioni alimentari sospettati di contenere residui di pesticidi. Substrati SERS

dedicati e una libreria ben sviluppata di pesticidi, erbicidi, fungicidi e additivi alimentari potenzialmente dannosi rendono MISA un potente strumento per applicazioni di rilevamento di tracce.

RIFERIMENTI

1. Gradi e standard di uvetta | Servizio di marketing agricolo.
<https://www.ams.usda.gov/grades-standards/raisin-grades-standards> (accesso 26-07-2022).
2. Gruppo, E. w. *EWG 2022 Shopper's Guide to Pesticides in Produce™*.
<https://www.ewg.org/foodnews/> (accesso 26-07-2022).
3. Autorità (EFSA), E. F. S. Rapporti di sintesi nazionali sull'analisi dei residui di pesticidi eseguita nel 2020. *Supporto dell'EFSA. Publ.* **2022**, 19 (3), 7216E.
<https://doi.org/10.2903/sp.efsa.2022.EN-7216>.

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



MISA Advanced

Metrohm Instant SERS Analyzer (MISA) è un sistema di analisi portatile ad alte prestazioni che consente di rilevare/identificare rapidamente sostanze illegali, additivi alimentari e impurità negli alimenti a livello di tracce. MISA dispone di uno spettrografo ad alta efficienza dotato della tecnologia unica Orbital-Raster-Scan (ORS) di Metrohm. Si caratterizza per un ingombro minimo e la lunga durata della batteria, caratteristiche che lo rendono perfetto per eseguire prove sul posto o per applicazioni di laboratorio mobili. MISA prevede diversi accessori laser di classe 1 per garantire la flessibilità nel campionamento. L'analizzatore funziona tramite Bluetooth o collegamento USB.

MISA Advanced è un pacchetto completo che consente all'utente di eseguire analisi SERS con le soluzioni di nanoparticelle di Metrohm e le strisce P-SERS.

Il pacchetto MISA Advanced contiene un accessorio per fiale MISA, un accessorio P-SERS, uno standard di calibrazione ASTM, un minicavo USB, un alimentatore USB e il software MISA Cal per il funzionamento dello strumento MISA. Viene fornito con in dotazione una robusta valigetta per lo stoccaggio sicuro dello strumento e dei relativi accessori.



MIRA XTR Advanced

MIRA XTR è un'alternativa ai sistemi ad alta potenza da 1.064 nm. Alimentato da un'elaborazione computazionale avanzata, MIRA XTR utilizza un laser a 785 nm più sensibile insieme agli algoritmi XTR per estrarre i dati Raman dalla fluorescenza del campione. MIRA XTR dispone anche di Orbital Raster Scanning (ORS) per fornire una migliore copertura del campione aumentando la precisione dei risultati.

Il pacchetto MIRA XTR Advanced include lo standard di calibrazione, il supporto universale intelligente, il supporto rettangolare, il porta vial e l'accessorio SERS MIRA. Un pacchetto completo per qualsiasi tipo di analisi. Funzionamento classe 3B. MIRA XTR supporta le librerie Raman palmari Metrohm.



Argento colloidale, 50 mL

Soluzione d'argento colloidale attivo per SERS. Tra i potenziali analiti obiettivo che presentano prestazioni vantaggiose con l'argento colloidale vi sono droghe illegali, farmaci, coloranti e ammine. Confezione da 50 mL.