



Application Note AN-RS-025

Rilevamento di tracce di Paraquat nelle foglie di tè

Protezione della sicurezza del consumatore con Misa

Il Paraquat è un erbicida altamente efficace utilizzato per la gestione delle erbe infestanti nelle operazioni agricole. È anche eccezionalmente tossico, causando effetti debilitanti sulla salute che possono provocare la morte ritardata dopo l'esposizione. Nella sola Cina, si stima che oltre 5000 decessi ogni anno siano attribuiti all'esposizione durante l'applicazione e la produzione di Paraquat. In riconoscimento del pericolo del Paraquat, l'UE e molti altri paesi ne hanno vietato l'uso per qualsiasi applicazione. L'EPA statunitense consente un uso limitato del Paraquat da parte di applicatori autorizzati. Nonostante il regolamento stringente, il Paraquat continua a essere

prodotto e liberamente utilizzato come erbicida in oltre 100 Paesi senza un controllo da parte delle autorità normative.

I test per il rilevamento del Paraquat di solito richiedono un complesso trattamento del campione e analisi, effettuate da chimici addestrati e con costosi strumenti di laboratorio, come HPLC, CE e LC/MS. Con Misa è possibile rilevare tracce di residui di Paraquat nelle foglie di tè in un sistema completamente integrato, portatile e intelligente, per un'analisi sul campo semplice eseguibile anche da personale non tecnico.

INTRODUZIONE

Questa Application Note descrive una semplice procedura per il rilevamento di tracce di Paraquat sulle foglie di tè, basata sull'acquisizione di spettri

SERS di Paraquat in estratti di cloroformio utilizzando Misa e nanoparticelle d'oro (Au NPs).

SPETTRO DI RIFERIMENTO E CREAZIONE DI LIBRERIE

Per stabilire uno spettro di riferimento, lo standard di Paraquat puro a una concentrazione di 1 µg/g in acqua è stato analizzato utilizzando Au NPs. Lo

spettro SERS unico mostrato in **Figura 1** può essere utilizzato per creare una voce nella libreria per il Paraquat.

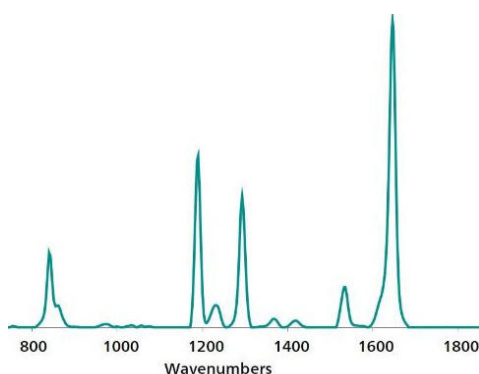


Figure 1. Spettro di riferimento standard SERS Au NP del paraquat.

ANALISI

Diluizioni seriali di Paraquat in acqua sono state aggiunte ad aliquote di 0,1 g di tè finemente macinato in fiale di vetro per produrre un intervallo di concentrazione di campioni di prova addizionati: 50, 25, 10, 5 e 1 µg/g, 100 e 50 ng/g. Questi campioni sono stati essiccati a 80°C e ad ogni fiala è stato aggiunto 1 mL di cloroformio. Ciascun campione è stato agitato per un'accurata bagnatura delle foglie di tè macinate e lasciato riposare per 15 minuti per facilitare la decantazione e l'estrazione. Dopo aver atteso il tempo richiesto, 10 µL di estratto di cloroformio sono stati travasati in una fiala fresca, asciugati brevemente e risospesi in 450 µL di Au NPs e 50 µL di 0,5 mol/L NaCl. Le fiale del campione sono state agitate delicatamente e immediatamente collocate nell'attacco della fiala su Misa per la misurazione.



Tabella 1. Parametri sperimentali

Strumento		Acquisizione	
Firmware	0.9.33	Potenza laser	5
Software	Misa Cal V1.0.15	int. Ora	1 s
Misa Fiala Allegato	6.07505.040	medie	10
Kit di identificazione - Au NP	6.07506.440	Raster	SU

RISULTATI

Gli spettri Au NP SERS sovrapposti acquisiti per una gamma di campioni di tè addizionati con Paraquat dimostrano un rilevamento fino a 1 µg/g (figura 2).

Gli spettri sono stati corretti in base alla linea di base e sottratti in background con il software Misa Cal.

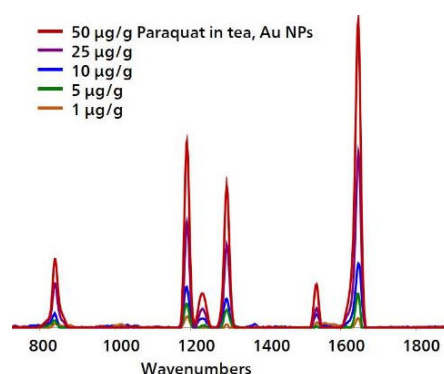


Figure 2. Spettri SERS per un intervallo di concentrazione di paraquat nel tè.

PROTOCOLLO DI PROVA SUL CAMPO

Rilevamento del paraquat in campo

Se le foglie di tè sono molto grandi, macinalo, schiacciale o tritale. Utilizzando l'estremità grande del misurino, aggiungi 3-4 misurini di campione in una fiala da 2 ml. Aggiungi cloroformio nella fiala fino a metà. Chiudi e agita la fiala delicatamente, quindi lascia riposare il campione per 15 minuti. Riempi una fiala pulita ~ 1/2 piena con Au NPs. Usando una

pipetta, aggiungi 2 gocce di estratto di cloroformio ad una *fiala pulita* e rimuovi il solvente con riscaldamento per evaporazione. Riempi questa fiala a metà con la soluzione Au NP, aggiungi 1 goccia di soluzione di NaCl e agita delicatamente per mescolare. Inserisci nell'attacco del flaconcino su Misa per misurazione.

Tabella 2. Requisiti per il protocollo di test sul campo

Kit ID - Au NP	6.07506.440
include:	Nanoparticelle d'oro (Au NP)
	Notizia in anticipo
	Pipette monouso
	Fiale di vetro da 2 ml
Reagenti	
Cloroformio	
soluzione di NaCl	3 g di NaCl in 100 ml di acqua
Impostazioni di prova	Utilizzo Kit ID OP su MISA

CONCLUSIONE

Il livello di rilevamento qui riportato per il Paraquat sulle foglie di tè è significativamente inferiore ai livelli consentiti di residui consentiti per la maggior parte delle colture di ortaggi, erbe e frutta. Il campionamento con Misa è semplificato grazie alle procedure operative integrate che automatizzano i

parametri di acquisizione, l'elaborazione del campione e il reporting dei risultati. Il software dedicato di Misa, Misa Cal, può essere utilizzato per l'elaborazione spettrale, le corrispondenze delle librerie e la condivisione dei risultati.

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.



Kit identificativo – Au NP

Il kit identificativo - Au NP contiene i componenti che servono all'utente Mira/Misa per eseguire un'analisi SERS con soluzione d'oro colloidale. Il kit contiene una spatola monouso, una pipetta contagocce, flaconcini per campioni e un flacone di oro colloidale