



Application Note AN-RS-030

Rilevamento di tracce di Fenthion nell'olio di oliva

Protezione della sicurezza del consumatore con Misa

Il Fenthion è un insetticida multiuso utilizzato in molti Paesi per il controllo delle zanzare. Sebbene designato come moderatamente tossico per l'uomo, il fenthion è altamente tossico per uccelli, pesci e invertebrati acquatici. Per ridurre al minimo l'esposizione per l'uomo e l'avvelenamento accidentale della fauna, l'agenzia EPA degli Stati Uniti ha classificato il Fenthion come insetticida ad uso limitato. Tuttavia, dal momento che il prodotto viene spruzzato ampiamente sugli oliveti nei Paesi del Mediterraneo, talvolta negli oli di oliva si riscontra il superamento dei limiti di residuo massimo stabilito per le olive.

Misa (Metrohm Instant SERS Analyzer) permette facilmente di rilevare in modo sensibile tracce di Fenthion nell'olio di oliva con aggiunta di analita dopo una semplice estrazione con solvente organico. In questa Application Note si presenta un esempio eccellente di come il segnale proveniente dai substrati SERS possa competere con il segnale obiettivo a livelli di rilevamento molto bassi. Questo è un evento comune che Misa e Misa Cal affrontano tramite l'assegnazione di picco nelle librerie SERS di Misa Cal. Questo è solo uno dei vantaggi integrati che rendono Misa così facile da usare.

INTRODUZIONE

Questa Application Note descrive una procedura di prova simulata per rilevare il fenthion nell'olio d'oliva. Il test si basa sull'acquisizione di spettri SERS specifici

per il fenthion in estratti di acetonitrile utilizzando Misa e nanoparticelle d'oro (Au NPs).

MATERIALE DI RIFERIMENTO E CREAZIONE DI LIBRERIE

Per stabilire uno spettro di riferimento, lo standard di fenthion puro a una concentrazione di 100 µg/mL in metanolo è stato analizzato utilizzando Au NPs. Lo

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

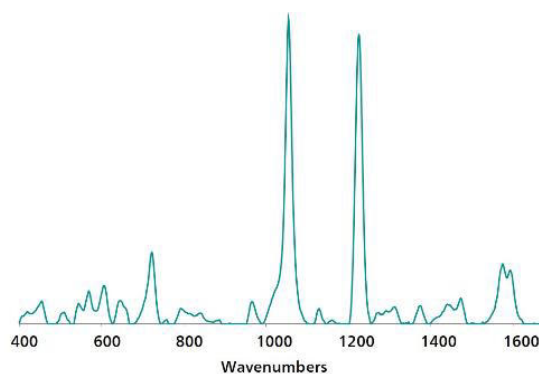


Figure 1. Spettro di riferimento standard Au NP SERS del fenthion.

ANALISI

Una soluzione madre di fenthion in metanolo è stata utilizzata per aggiungere l'olio d'oliva, creando una gamma di campioni di prova: 100, 10, 5 e 1 µg/mL e 500 ng/mL. Ad ogni aliquota sono stati aggiunti 0,5 mL di cicloesano, seguiti da 0,5 mL di acetonitrile e 50 µL di acqua. Il contenuto è stato miscelato mediante agitazione e ciascuna fiala è stata lasciata a riposo per 10 minuti per consentire la separazione delle fasi.

Utilizzando una pipetta, 200 µL dello strato inferiore di acetonitrile sono stati accuratamente rimossi e trasferiti in una nuova fiala. L'acetonitrile è stato rimosso mediante riscaldamento per evaporazione. Il residuo essiccato è stato risospeso mediante l'aggiunta sequenziale di 450 µL di Au NP e 50 µL di 0,5 mol/L NaCl, agitato per miscelare e quindi inserito 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	5 sec
Fiala Misa Allegato	6.07505.040	medie	10
Kit di identificazione - Au NP	6.07506.440	Raster	SU

RISULTATI

Gli spettri sovrapposti corretti per la linea di base acquisiti per l'intervallo di concentrazione del fenthion

utilizzato per aumentare l'olio d'oliva mostrano un rilevamento fino a 500 ng/mL (**figura 2**).

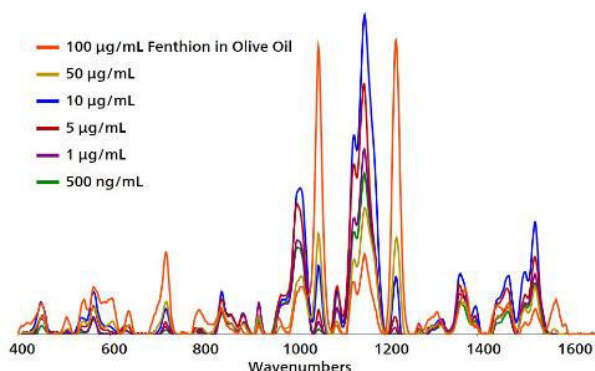


Figure 2. Profilo di concentrazione Au NP SERS del fenthion estratto dall'olio d'oliva addizionato.

Dopo un'attenta considerazione, la **figura 2** sembra essere un composto di due porzioni distinte. È noto che le capacità di rilevamento delle tracce derivano dal miglioramento del segnale attraverso l'interazione dell'analita target con il substrato SERS. Ciascun substrato SERS contribuisce con il proprio segnale a uno spettro, che può essere distinto a questi livelli di rilevamento molto bassi. Un'ispezione più ravvicinata

dei picchi più forti in questa figura rivela la relazione inversa prevista tra l'aumento dell'intensità dei picchi del fenthion e la diminuzione del segnale dal substrato, visto in **Figura 3**.

Le voci della libreria dedicata di Misa Cal includono assegnazioni di picco per ciascuna sostanza, che consentono l'identificazione del bersaglio anche in quello che sembra essere uno spettro misto.



Figure 3. Relazione inversa tra fenthion e segnali di substrato Au NP SERS a concentrazioni molto basse

PROTOCOLLO DI PROVA SUL CAMPO

Rilevamento di fenthion in campo

Usando una pipetta, aggiungi 4 gocce di olio d'oliva in una fiala da 2 ml. Riempi la fiala a metà con cicloesano e agita finché l'olio non è in soluzione. Aggiungi l'acetonitrile fino a quando la fiala è quasi piena, agita e lascia riposare per 10 minuti. Con una pipetta pulita, decanta accuratamente una porzione di *strato di*

fondo nella *fiala pulita*. Scalda per rimuovere il solvente. Aggiungi Au NPs a questa fiala fino a ~ 1/3 pieno, seguito da 3 gocce di soluzione di NaCl. Chiudi e agita delicatamente il flaconcino per miscelarlo, quindi inseriscilo nell'attacco del flaconcino su Misa per la 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	
Cicloesano	
Acetonitrile	
soluzione di NaCl	3 g di NaCl in 100 ml di acqua
Impostazioni di prova	Utilizzo Kit ID OP su MISA

CONCLUSIONE

Il limite per il fention nell'olio d'oliva è di 1 µg/mL negli Stati Uniti. Sulla base del semplice protocollo riportato in questa Application Note, Misa fornisce una sensibilità sufficiente per rilevare il fention a concentrazioni che soddisfano il limite stabilito per le olive.

Dai flussi di lavoro automatizzati inclusi nell'ID Kit OP all'operazione one-touch alle librerie di pesticidi dedicate, Misa Cal è un potente compagno di Misa nell'identificazione di adulteranti alimentari a livello di tracce.

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