研究人员开发出36分钟检测白葡萄酒中107种农药的方法

该方法可区分常规葡萄酒检测会遗漏的镜像化学形态，包括一个因按总残留量报告而被掩盖的氟虫腈案例

2026年11月10日星期二



研究人员报告了一种更快捷的白葡萄酒农药残留检测方法，同时还能区分某些化学物质的镜像形态，而标准检测通常会将这些形态合并处理。

LCGC International于11月9日星期一介绍了这项研究。研究发表于《Analytica Chimica Acta》，研究团队表示，他们采用低压气相色谱-串联质谱法（LPGC-MS/MS），在36分钟内完成对白葡萄酒中107种农药的筛查。研究人员称，分析数据采集在27分钟内完成，该方法还实现了对7对手性农药的有效分离。

这项研究针对的是农药检测领域长期存在的问题。许多农药具有手性，也就是说，它们存在两种互为

镜像的形态，即对映异构体。这些形态在生物体内以及环境中的表现可能不同。一种对映异构体可能发挥了大部分预期的害虫防治作用，而另一种则可能效果较弱，或具有不同的毒理学风险。尽管如此，残留规定通常关注的是农药总量，而非各对映异构体的含量。

这使常规食品监测存在盲区，尤其是在葡萄酒这类产品中：其中的残留可能浓度极低，且基质化学成分复杂，包含酒精、糖、色素和许多天然化合物。此前用于葡萄酒农药检测的方法无法分离这些镜像形态，即使目标化合物具有手性也是如此。

研究人员表示，新方法旨在解决手性气相色谱中速度、分辨率和样品容量之间通常难以兼顾的问题。传统的手性分离往往依赖较长、较窄的色谱柱，虽然能提供良好的分辨率，但运行时间较长，且可接受的样品量有限。研究团队改用短而大口径的手性色谱柱，并结合低压出口条件。通讯作者Mariosimone Zoccali表示，这种配置能够提高气体流速、加快分离，同时保持足够的分辨能力，以开展目标农药分析。

在选定条件下，该方法使用一根5米长的大口径γ-环糊精色谱柱，并采用每分钟升温5 ° C、从50 ° C升至180 ° C的程序。Zoccali表示，温度控制对对映异构体分离效果的影响最大，因为分离镜像形态的相互作用较弱，对热十分敏感。更快的升温会降低分离效果；而每分钟升温2 ° C的较慢程序虽能提高分辨率，却会将运行时间延长至约75分钟。最终采用的方法是在速度、分离效果和信号质量之间取得平衡。

研究指出，大口径色谱柱还有助于增加样品进样量，并提升常规操作的稳健性。该系统可采用5 μL不分流进样，注入浓缩提取液，从而提高痕量残留的检出能力，同时避免色谱柱过载。研究人员表示，该配置在约450次进样后仍可使用。

样品制备方面，研究团队采用了改良的QuEChERS方法，并以乙酸乙酯进行提取。在硫酸镁、氯化钠和柠檬酸盐存在的条件下，用10 mL乙酸乙酯提取10克葡萄酒，随后在温和的氮气流下将提取液浓缩约100倍。研究人员称，他们测试了使用分散固相萃取的额外净化步骤，但最终予以省略，因为该步骤并未改善分析性能，还可能引入干扰化合物。

检测采用三重四极杆质谱仪，以多反应监测模式运行，每种农药监测两个离子跃迁。由于低压气相色谱的洗脱速度更快、峰宽更窄，该方法采用按化合物设定的定时采集，采集频率为14 Hz，以便在保持灵敏度的同时，获得足够的色谱峰数据点。

研究人员表示，该方法总体上达到了欧洲常规农药监测所采用的性能要求。报告的定量限不高于相关最大残留限量，范围为2.1至74.4 μg kg^{-1} 。受测化合物的日内精密度低于15%，平均变异系数约为6%。在0.01 mg kg^{-1} 浓度下，准确度为73%至125%；在0.05 mg kg^{-1} 下为85%至118%；在0.1 mg kg^{-1} 下为89%至107%。回收率较低且波动更大，在0.01 mg kg^{-1} 和0.1 mg kg^{-1} 浓度下的平均值分别约为56%和42%，但相关精密度仍符合通常采用的标准。

研究还指出了在监管机构提出要求之前就分离对映异构体的一项现实意义。Zoccali表示，一份商业葡萄酒样品显示，其中一种氟虫腈对映异构体超过了适用的最大残留限量，而另一种则低于限量。他说，因此，单一的总残留量检测结果可能无法充分反映实际污染和暴露情况。

研究人员并未将该方法称为现行残留规定的即时替代方案。相反，他们将其描述为一种工具，可通过生成农药检出数据，并支持未来针对单个对映异构体的风险评估，为制定更细致的监管框架积累所需

证据。

如果事实证明该方法在初步研究之外同样可靠，它可能对饮料行业产生更广泛的影响。更快速地筛查葡萄酒中的残留，或可帮助检测实验室在更短时间内处理更多样品，同时也让酒庄和食品安全主管部门比使用传统多残留检测方法时更全面地了解污染特征。这对于常规监测计划可能尤为重要，因为以往加入手性信息通常意味着检测时间会显著延长。

作者表示，与传统手性气相色谱流程相比，该方法似乎更适合高通量监测，但也强调了其局限性。他们指出，在该方法可用于全面的常规监管检测之前，仍需开展更广泛的实验室间验证；还需要在其他葡萄酒类型和食品基质中进行更多测试。

论文作者为Giorgia Rinaldi、Zoccali、Peter Q. Tranchida和Luigi Mondello。Zoccali在采访中表示，团队的目标不仅是缩短运行时间，还要让对映选择性农药分析在实际监测中更具可行性，因为实验室需要兼顾速度和选择性。