vinetur

Forschende entwickeln 36-Minuten-Test für 107 Pestizide in Weißwein

Das Verfahren erkennt spiegelbildliche Formen, die routinemäßige Weinanalysen übersehen – darunter einen durch Gesamtrückstände verdeckten Fipronil-Fall

Dienstag, 10. November 2026



Forschende haben ein schnelleres Verfahren zur Messung von Pestizidrückständen in Weißwein vorgestellt, das zugleich zwischen spiegelbildlichen Formen einiger Chemikalien unterscheidet, die bei Standardtests üblicherweise zusammengefasst werden.

In einer am Montag, dem 9. November, von LCGC International besprochenen und in Analytica Chimica Acta veröffentlichten Studie erklärte das Team, es habe Weißwein mithilfe der Niederdruck-Gaschromatographie in Kopplung mit Tandem-Massenspektrometrie (LPGC-MS/MS) in einem 36-minütigen Durchlauf auf 107 Pestizide untersucht. Die analytische Datenerfassung war nach 27 Minuten abgeschlossen. Bei sieben Paaren chiraler Pestizide erzielte das Verfahren eine ausreichende Trennung, so die Forschenden.

Die Arbeit befasst sich mit einem seit Langem bestehenden Problem bei der Pestizidanalytik. Viele Pestizide sind chiral, das heißt, sie kommen in zwei spiegelbildlichen Formen, sogenannten Enantiomeren, vor. Diese Formen können sich in lebenden Organismen und in der Umwelt unterschiedlich verhalten. Ein Enantiomer kann für die gewünschte Schädlingsbekämpfung maßgeblich sein, während das andere weniger wirksam ist oder andere toxikologische Risiken mit sich bringen kann. Dennoch beziehen sich Rückstandsregelungen in der Regel auf die Gesamtmenge eines Pestizids und nicht auf die Menge der einzelnen Enantiomere.

Dadurch entsteht eine Lücke bei der routinemäßigen Lebensmittelüberwachung, insbesondere bei einem Produkt wie Wein. Hier können Rückstände in sehr niedrigen Konzentrationen in einer chemisch komplexen Matrix vorkommen, die Alkohol, Zucker, Farbstoffe und zahlreiche natürliche Verbindungen enthält. Frühere Pestizidanalysen für Wein konnten diese spiegelbildlichen Formen nicht voneinander trennen, selbst wenn es sich bei den Zielverbindungen um chirale Substanzen handelte.

Nach Angaben der Forschenden sollte der neue Ansatz den üblichen Zielkonflikt zwischen Geschwindigkeit, Auflösung und Probenkapazität bei der chiralen Gaschromatographie überwinden. Herkömmliche chirale Trennverfahren beruhen häufig auf langen, dünnen Säulen, die zwar eine gute Auflösung ermöglichen, aber längere Laufzeiten erfordern und nur begrenzte Probenmengen aufnehmen können.

Das Team kombinierte stattdessen eine kurze, weitlumige chirale Säule mit Niederdruckbedingungen am Säulenausgang. Wie der korrespondierende Autor Mariosimone Zoccali erklärte, ermöglicht dieser Aufbau höhere Gasgeschwindigkeiten und schnellere Trennungen, ohne dass die für die gezielte Pestizidanalytik erforderliche Trennleistung verloren geht.

Unter den ausgewählten Bedingungen kam eine 5 Meter lange, weitlumige γ-Cyclodextrin-Säule mit einem Temperaturprogramm von 50 °C bis 180 °C und einer Steigerung um 5 °C pro Minute zum Einsatz. Zoccali zufolge hatte die Temperatursteuerung den größten Einfluss auf die Enantiomerentrennung, da die Wechselwirkungen, durch die die spiegelbildlichen Formen getrennt werden, schwach und wärmeempfindlich sind. Steilere Temperaturanstiege verschlechterten die Leistung, während ein langsameres Programm mit 2 °C pro Minute die Auflösung verbesserte, die Laufzeit jedoch auf etwa 75 Minuten verlängerte. Das endgültige Verfahren stellte einen Kompromiss zwischen Geschwindigkeit, Trennung und Signalqualität dar.

Laut der Studie erleichterte die weitlumige Säule außerdem die Probenaufgabe und sorgte für eine höhere Robustheit im Routinebetrieb. Das System ermöglichte eine splitless Injektion von 5 µL konzentriertem Extrakt. Dadurch ließen sich Spurenrückstände besser nachweisen, ohne die Säule zu überladen. Nach Angaben der Forschenden blieb der Aufbau über etwa 450 Injektionen hinweg einsatzfähig.

Für die Probenaufbereitung verwendete das Team ein modifiziertes QuEChERS-Verfahren mit Ethylacetat-Extraktion. Zehn Gramm Wein wurden in Gegenwart von Magnesiumsulfat, Natriumchlorid und Citratsalzen mit 10 mL Ethylacetat extrahiert und anschließend unter einem milden Stickstoffstrom etwa 100-fach aufkonzentriert. Ein zusätzlicher Reinigungsschritt mittels dispersiver Festphasenextraktion wurde getestet, letztlich jedoch weggelassen. Er verbesserte die analytische Leistung nicht und konnte störende Verbindungen einbringen, so die Forschenden.

Die Detektion erfolgte mittels Triple-Quadrupol-Massenspektrometrie im Multiple-Reaction-Monitoring-Modus. Für jedes Pestizid wurden zwei Übergänge überwacht. Da bei der Niederdruck-Gaschromatographie die Substanzen schneller eluieren und

schmalere Peaks entstehen, nutzte das Verfahren eine zeitgesteuerte, verbindungsspezifische Datenerfassung mit 14 Hz. So konnten über die Peaks hinweg genügend Datenpunkte erfasst werden, ohne die Empfindlichkeit zu beeinträchtigen.

Nach Angaben der Forschenden erfüllte das Verfahren im Allgemeinen die Leistungsanforderungen, die bei der routinemäßigen Pestizidüberwachung in Europa gelten. Die angegebenen Bestimmungsgrenzen lagen bei oder unter den jeweils geltenden Rückstandshöchstgehalten und reichten von 2,1 bis 74,4 µg kg^{-1}. Die Präzision innerhalb eines Tages lag bei den untersuchten Verbindungen unter 15 %, der durchschnittliche Variationskoeffizient betrug etwa 6 %. Die Richtigkeit lag bei 0,01 mg kg^{-1} zwischen 73 und 125 %, bei 0,05 mg kg^{-1} zwischen 85 und 118 % und bei 0,1 mg kg^{-1} zwischen 89 und 107 %. Die Wiederfindungsraten waren niedriger und stärker variabel: Sie betrugen im Durchschnitt etwa 56 % bei 0,01 mg kg^{-1} und 42 % bei 0,1 mg kg^{-1}. Die zugehörige Präzision lag jedoch weiterhin innerhalb der üblicherweise angewandten Kriterien.

Die Studie verwies auch auf einen praktischen Grund, Enantiomere zu trennen, bevor die Behörden dies vorschreiben. Zoccali zufolge zeigte eine handelsübliche Weinprobe einen Fall, in dem ein Fipronil-Enantiomer den geltenden Rückstandshöchstgehalt überschritt, während das andere darunter blieb. Ein einzelner Messwert für den Gesamtrückstand könne daher ein weniger aussagekräftiges Bild der tatsächlichen Kontamination und Exposition ergeben.

Die Forschenden stellten das Verfahren nicht als unmittelbaren Ersatz für die geltenden Rückstandsregelungen dar. Vielmehr beschrieben sie es als Instrument, das durch die Erhebung von Vorkommensdaten und die Unterstützung künftiger Risikobewertungen für einzelne Enantiomere dazu beitragen könnte, die nötige Evidenz für ein detaillierteres Regelwerk zu schaffen.

Für die Getränkeindustrie könnte das Verfahren weitreichendere Folgen haben, wenn es sich auch außerhalb der ersten Studie als zuverlässig erweist. Ein schnelleres Screening von Rückständen in Wein könnte Prüflaboren helfen, in kürzerer Zeit mehr Proben zu bearbeiten. Zugleich könnten Weingüter und Lebensmittelsicherheitsbehörden dadurch ein detaillierteres Bild der Kontaminationsprofile erhalten, als es herkömmliche

Multirückstandsverfahren ermöglichen. Besonders relevant könnte dies für routinemäßige Überwachungsprogramme sein, bei denen die Erfassung chiraler Informationen bislang mit einem erheblichen zusätzlichen Zeitaufwand verbunden war.

Die Autoren erklärten, das Verfahren scheine sich besser für die Überwachung mit hohem Probendurchsatz zu eignen als herkömmliche Arbeitsabläufe der chiralen Gaschromatographie. Zugleich betonten sie seine Grenzen. Bevor der Ansatz für den vollständigen routinemäßigen Einsatz in der Regulierung infrage komme, sei eine umfassendere Validierung in mehreren Laboren erforderlich. Außerdem müssten weitere Tests mit anderen Weintypen und Lebensmittelmatrices durchgeführt werden.

Die Studie wurde von Giorgia Rinaldi, Zoccali, Peter Q. Tranchida und Luigi Mondello verfasst. Im Interview sagte Zoccali, das Ziel des Teams sei nicht nur gewesen, die Laufzeiten zu verkürzen, sondern auch die enantioselektive Pestizidanalytik in der Praxis der Überwachung anwendbarer zu machen, wo Labore sowohl auf Geschwindigkeit als auch auf Selektivität angewiesen sind.