vinetur

Un nuevo análisis identifica 107 plaguicidas en vino blanco con separación quiral

El sistema puede revelar diferencias de riesgo que el residuo total no muestra

martes 10 de noviembre de 2026



Un equipo de investigadores ha desarrollado un método que permite analizar 107 plaguicidas en vino blanco en un ciclo total de 36 minutos y, además, separar de forma aceptable siete pares de compuestos quirales, es decir, moléculas con dos versiones en

espejo. Los autores sostienen que se trata del primer procedimiento que combina una columna quiral de gran diámetro interno con cromatografía de gases a baja presión y espectrometría de masas en tándem para este tipo de análisis en vino.

El trabajo, publicado en Analytica Chimica Acta, parte de un problema conocido en seguridad alimentaria. Muchos plaguicidas son quirales y sus enantiómeros pueden comportarse de manera distinta: uno puede ser el responsable de la acción contra la plaga y el otro tener menos utilidad o un perfil toxicológico diferente. Sin embargo, la regulación suele medir el residuo total de cada plaguicida, sin separar cada una de esas formas. Para los investigadores, ese enfoque puede dar una imagen incompleta de la exposición real del consumidor.

El vino es una matriz difícil para este tipo de controles porque los residuos aparecen en cantidades muy bajas y conviven con alcohol, azúcares, pigmentos y muchos otros compuestos que complican la extracción y la lectura instrumental. Los autores recuerdan que los métodos habituales usados hasta ahora para buscar plaguicidas en vino no distinguen entre esas formas en espejo, aunque una parte de los compuestos estudiados sí es quiral.

La base del nuevo sistema es una combinación de cromatografía de gases a baja presión y una columna quiral corta de tipo γ-ciclodextrina, con un diámetro interno amplio. Mariosimone Zoccali, autor de correspondencia del estudio, explica que la cromatografía quiral convencional obliga a elegir entre buena separación, rapidez y capacidad de carga de muestra. Las columnas largas y estrechas pueden separar bien, pero alargan mucho el análisis y admiten menos muestra. Si se acorta la columna o se acelera demasiado el gas portador, la separación pierde calidad. La propuesta del equipo intenta corregir ese equilibrio.

Según describe Zoccali, las condiciones de baja presión elevan la velocidad lineal óptima del gas y permiten acortar los tiempos sin perder nitidez en la señal. La columna de gran diámetro, además, admite más extracto. Con esa configuración, todos los plaguicidas incluidos en el método se analizaron en un ciclo de 36 minutos, con la adquisición de datos terminada en 27 minutos.

El equipo eligió una columna de unos 0,53 mm de diámetro interno porque la baja presión solo funciona de forma eficaz si el vacío del espectrómetro de masas puede transmitirse a lo largo de casi toda la columna. En una columna estrecha, la resistencia al flujo es más alta y esa caída de presión se concentra cerca de la salida, lo que limita el efecto buscado. Para que el sistema funcionara, los investigadores añadieron un capilar restrictor entre el inyector y la columna analítica. Esa pieza permitió mantener el inyector a presión positiva, con una inyección a 240 kPa durante un minuto, pese a que la columna trabajaba a presión inferior a la atmosférica.

Esa arquitectura también hizo posible una inyección splitless de 5 µL, un volumen útil para residuos presentes a trazas. Los autores señalan que la mayor capacidad de muestra de la columna mejoró la detectabilidad y contribuyó a que el sistema pudiera operar durante unas 450 inyecciones. A cambio, asumieron algunas desventajas de este tipo de columnas, como una menor eficiencia cromatográfica, más consumo de gas portador y la necesidad de una conexión adicional, aunque consideran que esas limitaciones eran asumibles al tratarse de un análisis dirigido con detección muy selectiva.

La separación de los enantiómeros dependía mucho de la temperatura. El estudio evaluó distintos gradientes y concluyó que los más rápidos empeoraban el rendimiento porque varios compuestos salían durante el mantenimiento final a 180 °C, una zona en la que la fase de ciclodestrina pierde capacidad para discriminar entre enantiómeros. El método final usó un gradiente de 5 °C por minuto desde 50 hasta 180 °C. Zoccali afirma que el programa de temperatura fue el parámetro con más efecto directo sobre la resolución quiral. Con un programa más lento, de 2 °C por minuto, la resolución media rondó 2,0 bajo ciertas condiciones; con el programa elegido, bajó a unas 1,6, pero el tiempo de trabajo se redujo de forma clara y la relación señal-ruido mejoró.

El panel de 107 compuestos incluía plaguicidas quirales y no quirales con volatilidades muy distintas. Para abarcar ese rango, el equipo ajustó de forma conjunta la cromatografía, la detección y la calibración en matriz. La lista final se definió en función de la utilidad analítica, la disponibilidad de patrones comerciales y la compatibilidad con los límites térmicos de la columna. La detección se hizo con un espectrómetro de masas de triple cuadrupolo en modo MRM, con dos transiciones por compuesto y una

frecuencia de adquisición de 14 Hz, suficiente para recoger datos en picos estrechos.

En la parte analítica, la preparación de muestra se basó en un procedimiento QuEChERS modificado con extracción en acetato de etilo. Los investigadores trabajaron con 10 g de vino y 10 mL de disolvente en presencia de sulfato de magnesio, cloruro sódico y sales de citrato. Después concentraron el extracto unas 100 veces con una corriente suave de nitrógeno, sin evaporarlo por completo para evitar pérdidas de compuestos volátiles. El estudio añade que una limpieza adicional mediante dispersive-SPE no mejoró el resultado analítico y, en cambio, podía introducir interferencias, por lo que fue descartada.

Los datos de validación muestran un rendimiento que, en términos generales, encaja con las expectativas del marco SANTE de la Unión Europea para el control de residuos de plaguicidas. Todos los límites de cuantificación quedaron iguales o por debajo de los límites máximos de residuos aplicables, con valores entre 2,1 y 74,4 µg kg^{-1}. La precisión intradía fue inferior al 15% en todos los compuestos estudiados, con un coeficiente de variación medio cercano al 6%. La exactitud osciló entre el 73% y el 125% a 0,01 mg kg^{-1}, entre el 85% y el 118% a 0,05 mg kg^{-1} y entre el 89% y el 107% a 0,1 mg kg^{-1}. Las recuperaciones fueron más variables y más bajas de media, en torno al 56% a 0,01 mg kg^{-1} y al 42% a 0,1 mg kg^{-1}, aunque la precisión asociada sí cumplió con los criterios habituales.

Uno de los puntos más relevantes del trabajo es su posible impacto en la interpretación del riesgo. Los autores citan el caso de una muestra comercial de vino en la que un enantiómero de fipronil superó el límite máximo de residuo aplicable, mientras el otro quedó por debajo. A juicio del equipo, un resultado basado solo en el residuo total puede ocultar esa diferencia y ofrecer una descripción menos útil del perfil real de contaminación.

Ese matiz puede tener consecuencias para el sector de bebidas si el método se confirma en más estudios. Para los laboratorios de control, las bodegas y los servicios de vigilancia alimentaria, disponer de análisis más rápidos y con información quiral puede facilitar campañas con más muestras y aportar una lectura más precisa sobre qué residuos están presentes y en qué forma. En productos como el vino, donde las

concentraciones suelen ser bajas y la matriz complica la medida, reducir el tiempo de análisis sin perder selectividad puede ayudar a mejorar la capacidad de control.

El propio equipo, no obstante, pide prudencia antes de pensar en una implantación regulatoria amplia. El estudio no comparó de forma directa este método con una cromatografía quiral convencional aplicada al mismo panel de plaguicidas, aunque recuerda que los enfoques clásicos suelen trabajar con rampas de temperatura cercanas a 2 °C por minuto, mucho más lentas que la seleccionada aquí. Además, los autores consideran necesaria una validación entre laboratorios y su aplicación a más tipos de vino y a otras matrices alimentarias antes de usarlo de forma rutinaria en programas oficiales de gran volumen.