vinetur

Des chercheurs mettent au point un test de 36 minutes pour détecter 107 pesticides dans le vin blanc

La méthode distingue les formes en miroir que les analyses courantes du vin ne détectent pas, notamment un cas de fipronil masqué par les résidus totaux

mardi 10 novembre 2026



Des chercheurs ont présenté une méthode plus rapide pour mesurer les résidus de pesticides dans le vin blanc, qui permet aussi de distinguer les formes en miroir de certaines molécules, généralement regroupées par les analyses standard.

Dans une étude évoquée lundi 9 novembre par LCGC International et publiée dans Analytica Chimica Acta, l'équipe indique avoir utilisé la chromatographie en phase gazeuse à basse pression couplée à la spectrométrie de masse en tandem, ou LPGC-MS/MS, pour rechercher 107 pesticides dans le vin blanc au cours d'un cycle de 36 minutes. La collecte des données analytiques a été achevée en 27 minutes et la méthode a permis une séparation satisfaisante de sept paires de pesticides chiraux, selon les chercheurs.

Ces travaux s'attaquent à un problème de longue date dans l'analyse des pesticides. De nombreux pesticides sont chiraux, c'est-à-dire qu'ils existent sous deux formes en miroir, ou énantiomères. Ces formes peuvent se comporter différemment dans les organismes vivants et dans l'environnement. L'un des énantiomères peut assurer l'essentiel de l'effet recherché contre les ravageurs, tandis que l'autre peut être moins utile ou présenter des risques toxicologiques différents. Pourtant, les règles relatives aux résidus portent généralement sur la quantité totale d'un pesticide plutôt que sur la quantité de chaque énantiomère.

Il en résulte une lacune dans le contrôle courant des aliments, notamment pour un produit comme le vin, où les résidus peuvent être présents à de très faibles concentrations dans une matrice chimiquement complexe comprenant de l'alcool, des sucres, des pigments et de nombreux composés naturels. Les méthodes d'analyse des pesticides utilisées auparavant pour le vin ne séparaient pas ces formes en miroir, même lorsque les molécules recherchées étaient chirales.

Les chercheurs expliquent que la nouvelle approche vise à dépasser le compromis habituel, en chromatographie en phase gazeuse chirale, entre rapidité, résolution et capacité d'échantillonnage. Les séparations chirales classiques reposent souvent sur des colonnes longues et étroites, qui offrent une bonne résolution mais nécessitent davantage de temps et n'acceptent que de faibles quantités d'échantillon. L'équipe a plutôt associé une colonne chirale courte à large diamètre à des conditions de sortie à

basse pression. Selon Mariosimone Zoccali, auteur correspondant de l’étude, cette configuration a permis d’augmenter la vitesse du gaz et d’accélérer les séparations tout en conservant une capacité de résolution suffisante pour l’analyse ciblée des pesticides.

Dans les conditions retenues, la méthode utilisait une colonne à large diamètre de 5 mètres à base de γ-cyclodextrine et une programmation de température de 5 °C par minute, de 50 °C à 180 °C. Zoccali a indiqué que le contrôle de la température avait le plus grand effet sur la résolution énantiomérique, car les interactions qui séparent les formes en miroir sont faibles et sensibles à la chaleur. Des rampes de température plus rapides réduisaient les performances, tandis qu’une programmation plus lente de 2 °C par minute améliorait la résolution, mais portait la durée de l’analyse à environ 75 minutes. La méthode finale constitue un compromis entre rapidité, séparation et qualité du signal.

Selon l’étude, la colonne à large diamètre a également facilité le chargement des échantillons et renforcé la robustesse de la méthode pour les analyses courantes. Le système permettait une injection sans division de 5 µL d’extrait concentré, améliorant la détectabilité des résidus à l’état de traces sans surcharger la colonne. Les chercheurs précisent que la configuration est restée opérationnelle pendant environ 450 injections.

Pour préparer les échantillons, l’équipe a utilisé une procédure QuEChERS modifiée avec une extraction à l’acétate d’éthyle. Dix grammes de vin ont été extraits avec 10 mL d’acétate d’éthyle, en présence de sulfate de magnésium, de chlorure de sodium et de sels de citrate, puis concentrés environ 100 fois sous un léger flux d’azote. Les chercheurs ont testé une étape supplémentaire de purification par extraction en phase solide dispersive, mais l’ont finalement écartée, car elle n’améliorait pas les performances analytiques et pouvait introduire des composés interférents.

La détection a été réalisée par spectrométrie de masse à triple quadripôle en mode de suivi de réactions multiples, avec deux transitions suivies pour chaque pesticide. La chromatographie en phase gazeuse à basse pression produisant une élution plus rapide et des pics plus étroits, la méthode a utilisé une acquisition programmée à 14 Hz,

spécifique à chaque composé, afin de recueillir suffisamment de données sur les pics tout en préservant la sensibilité.

Les chercheurs indiquent que la méthode répond généralement aux attentes de performance appliquées dans le cadre du contrôle courant des pesticides en Europe. Les limites de quantification rapportées étaient inférieures ou égales aux limites maximales de résidus pertinentes et s'échelonnaient de 2,1 à 74,4 µg kg^{-1}. La précision intrajournalière était inférieure à 15 % pour les composés testés, avec un coefficient de variation moyen d'environ 6 %. L'exactitude variait de 73 à 125 % à 0,01 mg kg^{-1}, de 85 à 118 % à 0,05 mg kg^{-1} et de 89 à 107 % à 0,1 mg kg^{-1}. Les taux de récupération étaient plus faibles et plus variables, avec une moyenne d'environ 56 % à 0,01 mg kg^{-1} et de 42 % à 0,1 mg kg^{-1}, même si la précision associée restait conforme aux critères couramment appliqués.

L'étude souligne également une raison pratique de séparer les énantiomères avant que les autorités de réglementation ne l'exigent. Zoccali a indiqué qu'un échantillon de vin commercial présentait un cas où un énantiomère du fipronil dépassait la limite maximale de résidus applicable, tandis que l'autre restait en dessous. Selon lui, un résultat portant uniquement sur les résidus totaux pourrait donc donner une image moins précise de la contamination réelle et de l'exposition.

Les chercheurs ne présentent pas cette méthode comme un remplacement immédiat des règles actuelles relatives aux résidus. Ils la décrivent plutôt comme un outil susceptible de contribuer à constituer les données nécessaires à un cadre réglementaire plus détaillé, en produisant des données sur la présence de ces molécules et en étayant de futures évaluations des risques portant sur chaque énantiomère.

Pour la filière des boissons, cette méthode pourrait avoir des implications plus larges si sa fiabilité se confirme au-delà de l'étude initiale. Un dépistage plus rapide des résidus dans le vin pourrait aider les laboratoires d'analyse à traiter davantage d'échantillons en moins de temps, tout en donnant aux domaines viticoles et aux autorités chargées de la sécurité des aliments une vision plus détaillée des profils de contamination que les méthodes multirésidus conventionnelles. Cela pourrait être particulièrement utile

dans les programmes de surveillance courante, où l’ajout d’informations sur la chiralité s’est traditionnellement traduit par un allongement important des délais.

Les auteurs estiment que la méthode semble mieux adaptée à un contrôle à haut débit que les méthodes traditionnelles de chromatographie en phase gazeuse chirale, mais ils en soulignent également les limites. Une validation interlaboratoires plus large reste nécessaire avant que cette approche puisse être envisagée pour un usage réglementaire courant à grande échelle, indiquent-ils. Ils ajoutent que des essais supplémentaires sur d’autres types de vins et d’autres matrices alimentaires seront nécessaires.

L’article a été rédigé par Giorgia Rinaldi, Zoccali, Peter Q. Tranchida et Luigi Mondello. Lors de l’entretien, Zoccali a expliqué que l’objectif de l’équipe n’était pas seulement de réduire la durée des analyses, mais aussi de rendre plus pratique l’analyse énantiosélective des pesticides dans des conditions de surveillance réelles, où les laboratoires ont besoin à la fois de rapidité et de sélectivité.