vinetur

Investigadores desenvolvem teste de 36 minutos para detetar 107 pesticidas em vinho branco

O método distinguiu formas químicas em imagem de espelho que os testes de rotina ao vinho não detetam, incluindo um caso de fipronil ocultado pelos resíduos totais.

terça-feira, 10 de novembro de 2026



Investigadores apresentaram um método mais rápido para medir resíduos de pesticidas em vinho branco, que também permite distinguir formas em imagem de espelho de alguns compostos químicos que os testes-padrão costumam agrupar.

Num estudo divulgado na segunda-feira, 9 de novembro, pela LCGC International e publicado na Analytica Chimica Acta, a equipa afirmou ter utilizado cromatografia gasosa de baixa pressão acoplada à espectrometria de massa em tandem, ou LPGC-MS/MS, para analisar 107 pesticidas em vinho branco num ciclo de 36 minutos. A recolha de dados analíticos foi concluída em 27 minutos e o método permitiu uma separação aceitável de sete pares de pesticidas quirais, segundo os investigadores.

O trabalho aborda um problema antigo na análise de pesticidas. Muitos pesticidas são quirais, ou seja, existem sob duas formas em imagem de espelho, chamadas enantiómeros. Essas formas podem comportar-se de maneira diferente nos organismos vivos e no ambiente. Um enantiómero pode ser responsável pela maior parte do efeito pretendido no controlo de pragas, enquanto o outro pode ser menos eficaz ou apresentar riscos toxicológicos diferentes. Ainda assim, as regras relativas a resíduos tendem a centrar-se na quantidade total de um pesticida, e não na quantidade de cada enantiómero.

Esta situação cria uma lacuna na monitorização alimentar de rotina, sobretudo num produto como o vinho, em que os resíduos podem estar presentes em concentrações muito baixas numa matriz quimicamente complexa, que inclui álcool, açúcares, pigmentos e muitos compostos naturais. Os métodos anteriores de análise de pesticidas em vinho não separavam essas formas em imagem de espelho, mesmo quando os compostos em causa eram quirais.

Os investigadores afirmaram que a nova abordagem foi concebida para ultrapassar o compromisso habitual da cromatografia gasosa quiral entre velocidade, resolução e capacidade de amostra. As separações quirais convencionais recorrem frequentemente a colunas longas e estreitas, que podem proporcionar uma boa resolução, mas demoram mais tempo e aceitam quantidades limitadas de amostra. Em alternativa, a equipa combinou uma coluna quiral curta e de grande diâmetro interno com condições de baixa pressão à saída. Segundo Mariosimone Zoccali, autor correspondente, esta

configuração permitiu velocidades mais elevadas do gás e separações mais rápidas, mantendo uma capacidade de resolução suficiente para a análise direcionada de pesticidas.

Nas condições selecionadas, o método utilizou uma coluna de γ-ciclodextrina de grande diâmetro interno e 5 metros, com uma programação de temperatura de 5 °C por minuto, dos 50 °C aos 180 °C. Zoccali afirmou que o controlo da temperatura teve o maior efeito na resolução enantiomérica, uma vez que as interações que separam as formas em imagem de espelho são fracas e sensíveis ao calor. Rampas de temperatura mais acentuadas reduziram o desempenho, enquanto uma programação mais lenta, de 2 °C por minuto, melhorou a resolução, mas prolongou a análise para cerca de 75 minutos. O método final representou um compromisso entre velocidade, separação e qualidade do sinal.

O estudo refere que a coluna de grande diâmetro interno também facilitou a introdução de amostras e contribuiu para a robustez do método na utilização de rotina. O sistema permitiu uma injeção sem divisão de fluxo de 5 µL de extrato concentrado, o que melhorou a deteção de resíduos vestigiais sem sobrecarregar a coluna. Segundo os investigadores, a configuração continuou a ser utilizável ao longo de cerca de 450 injeções.

Para preparar as amostras, a equipa utilizou um procedimento QuEChERS modificado com extração por acetato de etilo. Dez gramas de vinho foram extraídas com 10 mL de acetato de etilo na presença de sulfato de magnésio, cloreto de sódio e sais de citrato, sendo depois concentradas cerca de 100 vezes sob uma corrente suave de azoto. Os investigadores afirmaram que também testaram uma etapa adicional de limpeza por extração em fase sólida dispersiva, mas acabaram por a excluir, por não melhorar o desempenho analítico e poder introduzir compostos interferentes.

A deteção foi realizada por espectrometria de massa de triplo quadrupolo no modo de monitorização de reações múltiplas, com duas transições monitorizadas para cada pesticida. Como a cromatografia gasosa de baixa pressão proporciona uma eluição mais rápida e picos mais estreitos, o método recorreu à aquisição programada, específica para cada composto, a 14 Hz, para recolher dados suficientes ao longo dos

picos, mantendo a sensibilidade.

Os investigadores afirmaram que, de um modo geral, o método cumpriu as expectativas de desempenho aplicadas na monitorização de rotina de pesticidas na Europa. Os limites de quantificação comunicados foram iguais ou inferiores aos limites máximos de resíduos aplicáveis, variando entre 2,1 e 74,4 µg kg^{-1}. A precisão intradia foi inferior a 15% para os compostos testados, com um coeficiente de variação médio de cerca de 6%. A exatidão variou entre 73 e 125% a 0,01 mg kg^{-1}, entre 85 e 118% a 0,05 mg kg^{-1} e entre 89 e 107% a 0,1 mg kg^{-1}. As recuperações foram mais baixas e variáveis, com médias de cerca de 56% a 0,01 mg kg^{-1} e 42% a 0,1 mg kg^{-1}, embora a precisão associada se tenha mantido dentro dos critérios habitualmente aplicados.

O estudo apontou também uma razão prática para separar enantiómeros antes de tal ser exigido pelos reguladores. Zoccali afirmou que uma amostra de vinho comercial revelou um caso em que um enantiómero do fipronil ultrapassava o limite máximo de resíduos aplicável, enquanto o outro ficava abaixo desse limite. Assim, acrescentou, um único resultado relativo aos resíduos totais poderia dar uma imagem menos informativa da contaminação e da exposição efetivas.

Os investigadores não apresentaram o método como uma substituição imediata das regras atuais relativas a resíduos. Descreveram-no, antes, como uma ferramenta que poderia ajudar a reunir os dados necessários para um quadro regulamentar mais detalhado, através da produção de dados sobre a ocorrência dos compostos e do apoio a futuras avaliações dos riscos associados a cada enantiómero.

Para o setor das bebidas, o método poderá ter implicações mais amplas se demonstrar ser fiável fora do estudo inicial. Uma análise mais rápida dos resíduos no vinho poderá ajudar os laboratórios a processar mais amostras em menos tempo, ao mesmo tempo que proporciona às adegas e às autoridades de segurança alimentar uma visão mais detalhada dos perfis de contaminação do que os métodos convencionais de análise multirresíduos. Tal poderá ser particularmente relevante nos programas de vigilância de rotina, em que a inclusão de informação quiral tem tradicionalmente implicado um aumento significativo do tempo de análise.

Os autores afirmaram que o método parece ser mais compatível com a monitorização de elevado rendimento do que os procedimentos tradicionais de cromatografia gasosa quiral, mas também sublinharam as suas limitações. Segundo os investigadores, ainda é necessária uma validação interlaboratorial mais abrangente antes de a abordagem poder ser considerada para utilização regulamentar de rotina em pleno. Acrescentaram que serão necessários testes adicionais noutros tipos de vinho e noutras matrizes alimentares.

O artigo é da autoria de Giorgia Rinaldi, Zoccali, Peter Q. Tranchida e Luigi Mondello. Na entrevista, Zoccali afirmou que o objetivo da equipa não era apenas reduzir os tempos de análise, mas também tornar mais prática a análise enantiosseletiva de pesticidas em condições reais de monitorização, nas quais os laboratórios precisam tanto de rapidez como de seletividade.