vinetur

Исследователи разработали 36-минутный тест на 107 пестицидов в белом вине

Метод различает зеркальные формы химических соединений, которые не выявляют стандартные тесты вина, включая скрытый при суммарном учёте остатков случай с фипронилом

вторник, 10 ноября 2026 г.



Исследователи представили более быстрый способ измерения остаточного содержания пестицидов в белом вине, который также позволяет различать зеркальные формы некоторых химических соединений, обычно учитываемые стандартными тестами как единое целое.

В исследовании, о котором в понедельник, 9 ноября, сообщило издание LCGC International и которое было опубликовано в журнале Analytica Chimica Acta, учёные рассказали, что использовали газовую хроматографию низкого давления в сочетании с тандемной масс-спектрометрией (LPGC-MS/MS), чтобы проверить белое вино на наличие 107 пестицидов за один 36-минутный цикл. Сбор аналитических данных занял 27 минут, а метод обеспечил достаточное разделение семи пар хиральных пестицидов, сообщили исследователи.

Работа посвящена давней проблеме анализа пестицидов. Многие из них хиральны, то есть существуют в виде двух зеркальных форм — энантиомеров. Эти формы могут по-разному вести себя в живых организмах и окружающей среде. Один энантиомер может обеспечивать основную часть ожидаемого эффекта в борьбе с вредителями, тогда как другой может быть менее эффективен или представлять иные токсикологические риски. Тем не менее нормы по остаточному содержанию обычно учитывают общее количество пестицида, а не количество каждого энантиомера.

В результате при стандартном контроле пищевых продуктов возникает пробел, особенно когда речь идёт о таком продукте, как вино: остатки в нём могут присутствовать в очень низких концентрациях в сложной химической матрице, включающей спирт, сахара, пигменты и множество природных соединений. Применявшиеся ранее методы анализа пестицидов в вине не разделяли эти зеркальные формы, даже если целевые соединения были хиральными.

По словам исследователей, новый подход призван преодолеть обычный для хиральной газовой хроматографии компромисс между скоростью, разрешением и объёмом пробы. При традиционном хиральном разделении часто используют длинные узкие колонки: они обеспечивают хорошее разрешение, но увеличивают время анализа и позволяют вводить лишь ограниченный объём пробы. Вместо

этого команда объединила короткую ширококанальную хиральную колонку с условиями низкого давления на выходе. Как сообщил ответственный автор исследования Mariosimone Zoccali, такая конфигурация позволила повысить скорость газового потока и ускорить разделение, сохранив достаточную разрешающую способность для целевого анализа пестицидов.

В выбранных условиях метод использовал ширококанальную колонку длиной 5 метров с γ-циклодекстрином и температурную программу с повышением температуры на 5 °C в минуту — от 50 °C до 180 °C. По словам Zoccali, наибольшее влияние на энантиомерное разрешение оказывал контроль температуры, поскольку взаимодействия, благодаря которым разделяются зеркальные формы, слабы и чувствительны к нагреву. При более крутом температурном градиенте качество разделения снижалось, тогда как более медленная программа — 2 °C в минуту — улучшала разрешение, но увеличивала время анализа примерно до 75 минут. Итоговый метод стал компромиссом между скоростью, разделением и качеством сигнала.

Согласно исследованию, ширококанальная колонка также упростила ввод пробы и повысила надёжность метода при рутинном использовании. Система допускала ввод 5 мкл концентрированного экстракта без деления потока, что повышало чувствительность к следовым остаткам, не перегружая колонку. По словам исследователей, конфигурация сохраняла работоспособность примерно на протяжении 450 вводов.

Для подготовки проб команда использовала модифицированную процедуру QuEChERS с экстракцией этилацетатом. Десять граммов вина экстрагировали 10 мл этилацетата в присутствии сульфата магния, хлорида натрия и цитратных солей, а затем концентрировали примерно в 100 раз под слабым потоком азота. Исследователи проверили дополнительную очистку методом дисперсионной твердофазной экстракции, но в итоге отказались от неё: она не улучшала аналитические характеристики и могла приводить к появлению мешающих соединений.

Для обнаружения использовали тандемный масс-спектрометр с тройным квадруполем в режиме мониторинга множественных реакций; для каждого пестицида отслеживали два перехода. Поскольку при газовой хроматографии низкого давления вещества элюируются быстрее, а пики становятся уже, метод предусматривал запланированную регистрацию сигналов для отдельных соединений с частотой 14 Гц. Это позволяло собрать достаточно данных по каждому пику, сохраняя чувствительность.

По словам исследователей, метод в целом соответствовал требованиям к характеристикам, применяемым в рамках европейского рутинного контроля пестицидов. Заявленные пределы количественного определения не превышали соответствующих максимально допустимых уровней остатков и составляли от 2,1 до 74,4 мкг/кг. Внутридневная прецизионность для проверенных соединений была ниже 15%, а средний коэффициент вариации составлял около 6%. Правильность результатов составляла от 73 до 125% при концентрации 0,01 мг/кг, от 85 до 118% при 0,05 мг/кг и от 89 до 107% при 0,1 мг/кг. Степень извлечения была ниже и сильнее варьировалась: в среднем около 56% при 0,01 мг/кг и 42% при 0,1 мг/кг, хотя связанная с ней прецизионность оставалась в пределах обычно применяемых критериев.

В исследовании также указана практическая причина разделять энантиомеры до того, как этого потребуют регулирующие органы. По словам Zoccali, в одной коммерческой пробе вина содержание одного энантиомера фипронила превышало применимый максимально допустимый уровень остатков, тогда как содержание другого было ниже него. Таким образом, единый результат по суммарному содержанию остатков, отметил он, может дать менее полное представление о фактическом загрязнении и воздействии.

Исследователи не представили метод как немедленную замену действующим нормам по остаточному содержанию. Напротив, они описали его как инструмент, который может помочь собрать данные для разработки более детальной нормативной базы: он позволит получать сведения о распространённости остатков и послужит основой для будущей оценки рисков, связанных с отдельными энантиомерами.

Для индустрии напитков у метода могут быть более широкие последствия, если он подтвердит свою надёжность за пределами первоначального исследования. Ускоренный анализ остатков в вине может помочь лабораториям проверять больше проб за меньшее время, а винодельням и органам по безопасности пищевых продуктов — получать более подробную картину загрязнения, чем при использовании традиционных методов многокомпонентного анализа. Это может быть особенно актуально для программ рутинного мониторинга, где добавление данных о хиральных формах традиционно требовало значительных дополнительных затрат времени.

Авторы считают, что метод лучше подходит для высокопроизводительного мониторинга, чем традиционные схемы хиральной газовой хроматографии, но также подчёркивают его ограничения. По их словам, прежде чем подход можно будет применять в полномасштабном рутинном регулирующем контроле, необходима более широкая межлабораторная валидация. Кроме того, потребуется провести дополнительные испытания на других типах вина и пищевых матрицах.

Авторы статьи — Giorgia Rinaldi, Zoccali, Peter Q. Tranchida и Luigi Mondello. В интервью Zoccali сказал, что команда стремилась не только сократить время анализа, но и сделать энантиоселективный анализ пестицидов более практичным для реального мониторинга, в котором лабораториям необходимы и скорость, и селективность.