



Universidade do Minho  
Escola de Ciências

# Desenvolvimento de um método de análise de Pesticidas na Indústria Vitivinícola

## *Development of a method for pesticides analysis in wine industry*

Sara Sofia Marques Fernandes

Orientadores: Professor Doutor Pier Parpot

Departamento de Química da Universidade do Minho

Dra. Isabel Araújo

Empresa Vinalia - Soluções de Biotecnologia para a Vitivinicultura

Mestrado em Técnicas de Caracterização e Análise Química

### **Resumo**

Foi desenvolvido um método de análise de multi-resíduos de pesticidas em vinhos brancos, por microextração em fase sólida / cromatografia em fase gasosa / espectrometria de massa. A análise foi realizada utilizando cromatografia em fase gasosa com detector de espectrometria de massa com ionização por impacto electrónico e com aquisição de dados em *Full Scan* e *MS/MS*. Foi obtida boa resolução cromatográfica para todos os compostos com um tempo total de análise cromatográfica de 35 minutos. Os pesticidas foram extraídos das amostras por microextração em fase sólida usando uma fibra polimérica de PDMS 100  $\mu\text{m}$ . A adição de um sal, temperatura e tempo de extracção foram os parâmetros estudados para a optimização de condições de extracção. Os melhores resultados foram obtidos sem adição de sal, com 30 minutos de imersão, a 35 °C. As curvas de calibração resultaram em respostas lineares para todos os pesticidas, para *Full Scan* e *MS/MS*. Os Limites de Quantificação obtidos para *Full Scan* estão compreendidos entre 0,08-1,31 ppm, enquanto para *MS/MS* estão entre os 0,01-0,03 ppm, dependendo de cada composto.

A melhoria do método de aquisição para *MS/MS* não foi efectuada para todos os pesticidas, devido a uma avaria no instrumento *GC-MS*. A análise de amostras de vinho branco, e a monitorização dos níveis de pesticidas durante o processo de formação do vinho, também não foi possível.

### **Abstract**

A multi-residue solid-phase microextraction / gas chromatography / mass spectrometry detection method for pesticide analysis in white wines was developed. Analysis was performed using capillary gas chromatography with electron impact mass spectrometry detection in Full Scan and MS/MS acquisition

mode. Good resolution of all compounds was achieved with a run time of 35 minutes. The pesticides were extracted from the samples using solid-phase microextraction on a polymeric fiber PDMS 100  $\mu\text{m}$ . Salt addition, extraction temperature and extraction time were the parameters studied in order to optimize the extraction conditions. The best results were obtained with no salt addition, 30 minutes immersion, at 35 oC. Calibration curves of extracted standards gave linear responses for all the pesticides under Full Scan and MS/MS acquisition mode. Quantification limits between 0,08-1,31 ppm were obtained with Full Scan acquisition mode, and from 0,01 to 0,03 ppm under MS/MS acquisition mode, depending on each pesticide analyte.

The improvement of the analysis parameters for the MS/MS acquisition mode was not achieved for all pesticides, due to some technical problems related to the GC-MS instrument. Wine samples analysis and the monitoring of pesticides levels during vinification were also not possible.