

蔬菜中农药残留检测样品前处理方法研究

果布次仁

(西藏贡觉县哈加乡农牧综合服务中心, 西藏 昌都 854200)

摘要:蔬菜作为人们日常饮食生活中不可缺少的组成部分,其质量安全问题受到广泛关注,蔬菜中农药残留超标问题是近几年来食菜安全存在的主要问题之一。为制止和避免出现蔬菜农药残留超标导致食物中毒等现象,蔬菜中农药残留快速检测占据保障食品安全监管工作的重要地位。农药残留检测中样品前处理是整个检测过程中至关重要的一步,通常检测蔬菜中的农药残留时按照蔬菜的叶绿素含量,运用各种不同的样品前处理方法,但快速检测过程中,因样品前处理方法不当,会导致出现假阳性、检测失败等各现象。为进一步规范样品前处理方法,对9批次蔬菜采取整珠提取法和整体测定法两种不同的样品前处理方法,根据检测结果及每个蔬菜的叶绿素含量,实现不同品种蔬菜各自较合适的样品前处理方法。

关键词:农药残留;快速检测;样品前处理;方法;叶绿素

中图分类号:S481.8

文献标志码:A

Study on Sample Pretreatment of Pesticide Residues in Vegetables

Guobuciren

(Agriculture and Animal Husbandry Integrated Service Center, Hajia Township, Gonjo County, Tibet Changdu 854200, China)

Abstract: As an indispensable part of people's Daily Diet, the problem of vegetable quality and safety has received extensive attention. The problem of pesticide residue exceeding the standard in vegetables is one of the main problems in food safety in recent years. In order to prevent and avoid food poisoning caused by excessive pesticide residues in vegetables, rapid detection of pesticide residues in vegetables plays an important role in food safety supervision. In the detection of pesticide residues, sample pretreatment is an important step in the whole detection process. Usually, different sample pretreatment methods are applied to detect pesticide residues in vegetables according to their chlorophyll content. However, in the process of rapid detection, false positives and detection failures often occur due to improper sample pretreatment methods. In order to further standardize the sample pretreatment methods, nine batches of vegetables were tested by two different sample preparation methods, the whole-bead extraction method and the whole-body determination method. According to the detection results and the chlorophyll content of each vegetable, the suitable sample pretreatment methods for different kinds of vegetables were realized.

Key Words: pesticide residues; rapid detection; sample pretreatment; method; chlorophyll.

在一定条件下,有机磷和氨基甲酸酯类农药对胆碱酯酶正常功能起到一定的抑制作用,同时抑制率与农药的浓度呈正相关。在正常情况下,酶通过催化神经传导代谢产物乙酰胆碱水解,其水解产物与显色剂发生反应,产生黄色物质,该产物在食品快速检测仪器中用分光光度计在412 nm处测定吸光度随时间的变化值并计算抑制率,通过抑制率的高低可以判断出蔬菜是否含有高剂量有机磷或氨基甲酸酯类农药残留。在蔬菜中高剂量的有机磷

和氨基甲酸酯类农药残留会引发食物中毒和影响身心健康,快速检测蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留,可及时发现问题,控制高剂量农药残留蔬菜上市,杜绝发生各类食品安全事故。但是,快速检测结果无法保证不出现假阳性等情况,在我国偏远地区和农村普遍使用快速检测来满足和保障农产品使用安全,一旦出现假阳性等情况,无法及时经气相色谱法等实验技术验证快速检测结果,因此规范的样品前处理方法对于快速检测结果的准确性至关重要,以确保减少和避免假阳性等情况频繁出现。

收稿日期:2021-07-13

作者简介:果布次仁(1991-),男,助理农艺师,主要从事农产品检测研究,E-mail-2534133904@qq.com

1 材料及方法

1.1 试剂及设备

试剂配置:量取1 mL缓冲液(100x),加入100 mL纯净水,摇匀,于常温保存。

试剂:缓冲液,显色剂,酶试剂,底物。

设备:食品安全快速检测仪(深圳市易瑞生物技术股份有限公司,中国)、电子天平、比色皿。漏斗、滤纸、移液枪、枪头、试管、菜板、试管架、剪刀。

样品:小白菜、娃娃菜、木耳、西红柿、胡萝卜、黄瓜、土豆、香菜、香菇。

1.2 样品前处理

1.2.1 整珠提取法

选出样品,擦干表面泥土及灰尘,称取2 g非剪碎整珠样品,放入三角瓶或50 mL离心管中,加入10 mL缓冲液,轻轻震摇1~2 min,静置5 min以上,用滤纸过滤,滤液作为样品待测液^[8]。

1.2.2 整体测定法

选出样品,擦干表面泥土及灰尘,剪成1 cm左右见方碎片,称取2 g剪碎的样品,放入三角瓶或50 mL离心管中,加入10 mL缓冲液,轻轻震摇1~2 min,静置5 min以上,用滤纸过滤,滤液作为样品待测液。

1.3 对照测试

在比色皿中依次加入3.0 mL缓冲液,100 μL酶试剂和100 μL显色剂,混匀;静置10 min,加入100 μL底物,迅速摇匀,立即上机进行对照测试。对照测试ΔA值必须大于0.1(1 min测试)或0.3(3 min测试)。

1.4 样品测试

在比色皿中依次加入3.0 mL样品待测液,100 μL酶试剂和100 μL显色剂,混匀,静置10 min,加入100 μL底物,迅速摇匀,立即上机进行样品测试。

蔬菜作为日常生活所必须的食品,它的安全性直接关系到人们的身体健康,由于蔬菜生产方式主要以分散种植为主,且大部分种植户安全生产意识淡薄,农药使用方法和用量上不统一,导致蔬菜上市后农药残留超标现象相对较多。为避免出现大量的蔬菜农药残留超标蔬菜上市现象,国家出台了蔬菜农药残留快速检测方法和检出限标准(表1)。

表1 部分农药的检出限表

| 序号 | 农药名称 | 检出限/(mg·kg ⁻¹) |
|----|-------|----------------------------|
| 1 | 敌敌畏 | 0.1 |
| 2 | 敌百虫 | 0.2 |
| 3 | 丁硫克百威 | 0.05 |
| 4 | 对硫磷 | 1.0 |
| 5 | 乐果 | 1.3 |

2 结果与分析

2.1 结果判定

蔬菜农药残留快速检测抑制率大于等于50%表示检测结果不合格,在出现阳性结果时需做2次以上重复检测,按照重复检测结果判定,确保检测结果准确无误;蔬菜农药残留检测抑制率小于50%表示农药含量符合相关标准要求,即检测结果合格。

根据整珠提取法检测结果表2显示,以下9批次样品检测结果均合格,按照检测结果和叶绿素含

表2 整株提取法检测结果表

| 序号 | 样品名称 | 稀释倍数 | 测试时间/min | ΔAbs | 抑制率 | 结果 |
|----|------|------|----------|-------|-------|----|
| 1 | 对照 | 1 | 1 | 0.121 | 0.0% | 合格 |
| 2 | 小白菜 | 1 | 1 | 0.108 | 10.7% | 合格 |
| 3 | 木耳 | 1 | 1 | 0.102 | 15.3% | 合格 |
| 4 | 娃娃菜 | 1 | 1 | 0.110 | 9.1% | 合格 |
| 5 | 西红柿 | 1 | 1 | 0.102 | 15.7% | 合格 |
| 6 | 黄瓜 | 1 | 1 | 0.107 | 11.7% | 合格 |
| 7 | 胡萝卜 | 1 | 1 | 0.106 | 12.4% | 合格 |
| 8 | 土豆 | 1 | 1 | 0.096 | 20.8% | 合格 |
| 9 | 香菜 | 1 | 1 | 0.099 | 18.3% | 合格 |
| 10 | 香菇 | 1 | 1 | 0.096 | 20.8% | 合格 |

量分析,以下样品中小白菜、西红柿、胡萝卜、香菜适合利用整珠提取法进行样品前处理并检测有机磷和氨基甲酸酯类农药残留。

根据整体测定法检测结果表3显示,以下9批次样品中,西红柿、黄瓜、胡萝卜、土豆、香菜的检测结果明显高于整珠提取法的检测结果,如叶绿素含量越高会导致整体测定法的检测结果越高,西红

柿、黄瓜、胡萝卜等5种样品应按照整珠测定法进行样品前处理,反之采取整体测定法进行样品前处理。

2.2 结果分析

按照试剂的加入顺序和加入量,加入底物,立刻观察溶液颜色变化情况。若试管内溶液颜色立刻变黄,无逐渐过程,说明底物已经分解,不能再

表3 整体测定法检测结果表

| 序号 | 样品名称 | 稀释倍数 | 测试时间/min | Δ Abs | 抑制率 | 结果 |
|----|------|------|----------|--------------|-------|----|
| 1 | 对照 | 1 | 1 | 0.114 | 0.0% | 合格 |
| 2 | 小白菜 | 1 | 1 | 0.099 | 12.9% | 合格 |
| 3 | 木耳 | 1 | 1 | 0.101 | 11.0% | 合格 |
| 4 | 娃娃菜 | 1 | 1 | 0.115 | 0.1% | 合格 |
| 5 | 西红柿 | 1 | 1 | 0.080 | 29.1% | 合格 |
| 6 | 黄瓜 | 1 | 1 | 0.089 | 21.9% | 合格 |
| 7 | 胡萝卜 | 1 | 1 | 0.091 | 20.1% | 合格 |
| 8 | 土豆 | 1 | 1 | 0.078 | 31.5% | 合格 |
| 9 | 香菜 | 1 | 1 | 0.090 | 20.6% | 合格 |
| 10 | 香菇 | 1 | 1 | 0.088 | 22.4% | 合格 |

用,若试管颜色一直没变化,表明酶已失效;若试管内溶液颜色逐渐变黄,说明试剂基本正常。样品检测时,室内温度低于37℃时,酶反应速度随之放慢,加入酶液和显色剂后放置反应的时间相对延长,同时确保1min的对照测试 ΔA_0 值在0.1以上。叶绿素含量较高的蔬菜检测农药残留时会对快速检测结果产生影响,因此按照检测结果表2、表3及叶绿素含量显示,西红柿、黄瓜、胡萝卜、香菜应用整珠提取法进行样品前处理,确保检测结果的规范和准确性。

2.3 结 论

农产品安全是关系民生问题的主要因素之一,蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留的检测对农产品安全发展具有重要意义,通过对10个品种蔬菜采取不同的样品前处理方法,分析了2种样品前处理方法对不同农产品的适应性,从而避免了农药残留检测过程中假阳性等现象的出现。

参考文献:

[1] 王全红,刘 哥.蔬菜中有机磷农药残留检测样品前处理方法[J].食品界,2017(9):86.
[2] 李冬玲.浅谈食品农药残留检测中样品前处理技术[J].食品安全导刊,2020(33):166-167.
[3] 黄眷丽,金 利,李燕猛.食品农药残留检测中样品前处理技术分析[J].现代食品.2020(6):62-74.

[4] 吴智民.分光光度法在蔬菜农药残留检测中的实践[J].食品安全导刊,2019(9):32.
[5] 史昕航.食品农药残留检测中样品前处理技术探究[J].食品安全导刊,2019(12):97.
[6] 李云.食品中农药残留检测技术及样品前处理技术[J].食品界,2018(4):148.
[7] 魏 巍,张宝华.农药残留检测中样品前处理技术[J].河南农业,2018(5):53-55.
[8] 果布次仁,索朗曲珍.蔬菜水果农药残留检测方法研究[J].农技服务,2019,36(12):22-23.
[9] 张红霞.食品农药残留检测中样品前处理技术研究进展[J].农业开发与装备,2018(10):70-71.
[10] 张风海.食品农药残留检测中样品前处理技术的分析与研究[J].科技创新与应用,2017(17):24.
[11] 蔡红梅,汪孟丽,田子玉.蔬菜中农药残留检测前处理方法概述[J].现代农业科技,2019(3):93-94.
[12] 纪淑娟,佐藤元昭.有色蔬菜农药多残留检测样品预处理方法研究[J].食品科学,2007(7):411-414.
[13] 杨应龙.气质联用技术在食品农药残留测定中应用[J].工艺技术,2017(9):121.
[14] 彭广东.液相色谱-串联质谱在农药残留测定中的应用[J].农业开发与装备,2018(7):96.
[15] 唐常青,陈 嫫.蔬菜中农药残留测定前处理方法综述[J].南方农业,2019(7):137-138.
[16] 相文清,周明星.蔬菜中有机氯农药残留测定前处理方法综述[J].河北农机,2019(11):21.
[17] 曾 佩,刘 艳,唐小苏,等.农药残留样品前处理综述[J].广州化工,2013(3):62-63,126.