

秦德萍, 闫峰, 杨乾展, 等. 2021年重庆市售水果中208种农药残留污染现状调查[J]. 环境化学, 2022, 41(6): 2146-2148.
QIN Deping, YAN Feng, YANG Qianzhan, et al. Investigation of 208 pesticide residues in fruits in Chongqing in 2021[J]. Environmental Chemistry, 2022, 41(6): 2146-2148.

2021年重庆市售水果中208种农药残留污染现状调查*

秦德萍¹ 闫峰^{2**} 杨乾展³ 黄思瑜¹ 陈果¹ 经灵巧¹

(1. 重庆市食品药品检验检测研究院, 国家市场监管重点实验室(调味品监管技术), 重庆, 401121; 2. 重庆警察学院, 重庆, 401331; 3. 岛津企业管理(中国)有限公司, 重庆, 400010)

摘要 了解重庆市售水果中208种农药残留现状, 为相关部门合理指导农药使用和食品安全防控措施提供数据支撑. 2021年从重庆市场上不同地点采集313份水果样品, 按照GB 23200.113-2018《食品安全国家标准 植物源性食品中208种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法》对208种农药残留量进行检测. 部分样品检出农药残留, 农药检出率为41.2%; 共检出39种农药, 毒死蜱检出率最高(15.3%); 有13份样品中农药残留量超国家限量值, 不合格率为4.2%, 其中, 柑橘类水果有7份, 不合格率最高(14.3%). 水果中存在一定农药残留的食品安全风险, 相关部门应加强监管, 采取措施预防和减少农药残留.

关键词 水果, 农药残留, 调查, 重庆.

Investigation of 208 pesticide residues in fruits in Chongqing in 2021

QIN Deping¹ YAN Feng^{2**} YANG Qianzhan³ HUANG Siyu¹
CHEN Guo¹ JING Lingqiao¹

(1. Chongqing Institute for Food and Drug Control, Key Laboratory of Condiment Supervision Technology for State Market Regulation, Chongqing, 401121, China; 2. Chongqing Police College, Chongqing, 401331, China; 3. Shimadzu (China) Co., LTD, Chongqing, 400010, China)

Abstract To Study the current situation of 208 pesticide residues in fruits in Chongqing and provide data support for relevant departments to guide the rational use of pesticides and food safety prevention and control measures. In 2021, 313 fruit samples were collected from different locations in chongqing market, and 208 pesticide residues were detected according to GB 23200.113-2018. Pesticide residues were detected in some samples, and the detection rate was 41.2%. A total of 39 pesticides were detected, with the highest detection rate of 15.3% of chlorpyrifos. There were 13 samples with pesticide residues exceeding the national limit value, with the unqualified rate of 4.2%. 7 samples of citrus fruits had the highest unqualified rate of 14.3%. There are certain food safety risks of pesticide residues in fruits, and relevant departments should strengthen supervision and take measures to prevent and reduce pesticide residues.

Keywords fruits, pesticide residues, investigation, chongqing.

水果营养价值丰富, 是人类膳食的组成部分. 水果在生长过程中, 主要通过喷洒农药来防治病虫害. 随着人们的生活水平提高, 水果中农药残留的安全问题越来越受到关注. 因此, 调查水果中农药残留污染现状, 对评估农药膳食风险和维护人体健康有重要的意义.

* 重庆市市场监督管理局科研计划项目(CQSJKJ20200025)资助.

Supported by Project of Administration for Market Regulation of Chongqing (CQSJKJ20200025).

** 通信联系人 Corresponding author, Tel: 15178752799, E-mail: yanfengchina@126.com

目前,国内外有很多水果中农药残留量的调查报告,但所用检测仪器的灵敏度和分辨率较低,涉及到的农药种类有限,为几种到几十种之间。薛雷等^[1]在2016—2018年调查了西安市水果中17种农药残留风险状况。高艳青等^[2]监测了2017—2019年北京市大兴区主产水果中39种农药残留量。为保障消费安全,国家和地区部门每年对水果中农药残留进行了监测,其农残种类也较少,在10个以内,均不能真实有效的评价水果中多农药残留污染状况。在农药残留的检测技术方面,QuEChERS^[3-4]前处理方法结合三重四极杆质谱^[5-6],可同时对样品中多种农药残留进行快速定性和定量。

本研究随机采集重庆市售水果,通过气相色谱-三重四极杆质谱仪监测分析有机磷、有机氯、拟除虫菊酯等类农药残留共208种,了解重庆市售水果中农药残留状况,为科学指导水果种植、消费和监管提供科学依据。

1 材料与方法(Materials and methods)

1.1 材料与仪器

气相色谱-质谱联用仪(TQ8050NX):日本岛津公司;天平(MS204TS):梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司;振荡器(SR-2ES):日本TAITEC公司;冷冻离心机(5810R):德国Eppendorf公司;VF-1701毛细管色谱柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm):美国安捷伦科技有限公司。全自动氮吹仪(Turbovap LV):英国Biotage。

208种农药混合标准溶液(100 mg·L⁻¹,天津阿尔塔科技有限公司,208种农药名称信息见GB 23200.113-2018),环氧七氯B标准溶液(100 mg·L⁻¹,天津阿尔塔科技有限公司),乙酸乙酯和乙腈(色谱纯,安徽时联特种溶剂股份有限公司),QuEChERS果蔬萃取盐包(苏州纳微科技股份有限公司),QuEChERS果蔬净化管(苏州纳微科技股份有限公司)。

水果样品:随机采集重庆市超市、商店、商场、农贸市场、生产基地、小贩处的水果样品2—3 kg,共计313份。所有水果分为仁果类、核果类、柑橘类、浆果和其他小型水果、热带和亚热带水果、瓜果类水果,其中梨71份,苹果78份,桃7份,柑橘49份,柠檬10份,橙10份,葡萄3份,草莓4份,猕猴桃2份,香蕉25份,芒果31份,火龙果13份,菠萝4份,百香果1份,桂圆1份,西瓜2份,甜瓜类2份。

1.2 试验方法

1.2.1 标准溶液制备

10 mg·L⁻¹208种农药混合标准储备溶液:准确移取208种农药混合标准溶液1.0 mL,乙酸乙酯定容到10 mL,备用。
4 mg·L⁻¹环氧七氯B内标储备溶液:准确移取环氧七氯B标准溶液1.0 mL,乙酸乙酯定容到25 mL,备用。

农药标准工作溶液:准确移取10 mg·L⁻¹208种农药混合标准储备溶液1.0 mL,乙酸乙酯定容到10 mL,作为208种农药混合标准储备中间溶液;准确移取208种农药混合标准储备中间溶液0.01、0.02、0.04、0.05、0.075、0.10 mL于1.0 mL容量瓶中,用苹果的空白基质溶液定容,加入4 mg·L⁻¹环氧七氯B内标储备溶液,得到0.020—0.200 mg·L⁻¹混合农药标准工作溶液。

1.2.2 样品处理及仪器条件

参照国家卫健委、农业农村部和市场监督管理总局联合发布GB 23200.113-2018《食品安全国家标准 植物源性食品中208种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法》,对208种农药残留量进行检测分析。

1.3 判定标准

以GB 2763-2021《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》为依据,对样品中208种农药残留量判定是否超标。

质控评价:根据GB/T 27404-2008^[7]要求,农药各组分加标回收率范围均为60%—120%,即符合要求。

2 结果与讨论(Results and discussion)

2.1 农药残留量总体检出情况

本次研究共检测水果样品313份,农药残留项目208个,有129份样品共检出39种农药,水果中农药检出率为41.2%。其中,同一样品检出农药种类最多有8种。有13份样品中农药残留量超国家限量值,农药残留量不合格率为4.2%,不合格项目为丙溴磷、苯醚甲环唑、氯唑磷、联苯菊酯、乙酰甲胺磷、氧乐果、克百威,共7种农药残留;某些水果中检出的部分农药在GB 2763-2021里无限量值,如菠萝中乙螨唑。检出农药名称见表1。本次研究的水果检出率和不合格率均大于张国红等^[8]监测2015—2019年太原市水果中农药残留的检出率(3.74%)和不合格率(0%)。

2.2 不同水果中农药残留量检出情况

本次调查,一共有17种水果,每种水果的农药检出率为:梨36.7%,苹果10.3%,桃0%,柑橘73.4%,橙80.0%,柠檬80.0%,葡萄100%,草莓75.0%,猕猴桃50.0%,香蕉60.0%,芒果50.0%,火龙果0.0%,菠萝0%,百香果100%,桂圆100%,西瓜50.0%,蜜瓜100%。由检测结果可知,桂圆、百香果、蜜瓜、葡萄样品农药检出率最高,达到100%,其次为橙、柠檬、草莓、柑橘,农药检出率均大于70%,桃和火龙果样品均未检出农药。在13份不合格水果中,柑橘类水果有7份,不合格率最高,为14.3%,不合格项目为丙溴磷(2份,含量为0.200—0.332 mg·kg⁻¹)、苯醚甲环唑(1份,含量为0.218 mg·kg⁻¹)、氯唑磷(3份,含量为0.013—0.163 mg·kg⁻¹)、联苯菊酯(1份,含量为0.072 mg·kg⁻¹);芒果有3份,不合格项均是乙酰甲胺磷(含量为0.043—0.111 mg·kg⁻¹),不合格率为9.7%,梨、柠檬和苹果分别有1份(氯唑磷0.025 mg·kg⁻¹、氧乐果0.054 mg·kg⁻¹、克百威0.023 mg·kg⁻¹)。柑橘类水果中农药残留量不合格率最高,可能与该类水果易腐烂,货架期长有关,国家相关部门应加强指导柑橘类水果的合理种植和消费。

2.3 不同农药检出情况

在随机采集的 313 份水果样品中, 208 种农药检出的份数情况见表 1。从表 1 可看出, 39 种农药有不同程度的检出。毒死蜱检出份数最多, 有 48 份, 检出率为 15.3%。检出份数大于 10 份的其它农药为乙螨唑、抑霉唑、苯醚甲环唑、戊唑醇、氯氟氰菊酯、丙溴磷、异菌脲, 检出率分别为 8.9%、7.3%、7.3%、6.7%、6.1%、3.5%、3.5%, 其余 31 种农药检出率均较低, 为 0.3%—2.9%。

表 1 水果中不同农药检出情况

Table 1 Detection of different pesticides in fruits

序号 Serial number	名称 Pesticide name	检出份数 Number of copies	序号 Serial number	名称 Pesticide name	检出份数 Number of copies	序号 Serial number	名称 Pesticide name	检出份数 Number of copies
1	毒死蜱	48	14	多效唑	6	27	水胺硫磷	2
2	乙螨唑	28	15	氯氟菊酯	5	28	增效醚	2
3	抑霉唑	23	16	腈苯唑	4	29	甲霜灵	1
4	苯醚甲环唑	23	17	乙酰甲胺磷	4	30	三唑磷	1
5	戊唑醇	21	18	氯唑磷	4	31	啉霉胺	1
6	氯氟氰菊酯	19	19	氧乐果	3	32	肟菌酯	1
7	丙溴磷	11	20	腐霉利	3	33	吡丙醚	1
8	异菌脲	11	21	啶酰菌胺	3	34	生物烯丙菊酯	1
9	氟环唑	9	22	甲氧菊酯	3	35	丙环唑	1
10	氰戊菊酯	9	23	环氟菌胺	3	36	马拉硫磷	1
11	烯虫酯	9	24	哒螨灵	2	37	醚菌酯	1
12	联苯菊酯	8	25	噻唑膦	2	38	克百威	1
13	腈苯唑	7	26	乙嘧啶磺酸酯	2	39	仲丁威	1

注: 其余农药检出率为 0。

Note: The detection rate of other pesticides is 0.

在 39 种农药中, 除多效唑属于植物生长调节剂外, 其余检出农药均属于杀虫剂、杀螨剂和杀菌剂, 除草剂均未检出。表明水果在生长和贮存的过程中, 杀虫剂、杀螨剂和杀菌剂的使用较多, 或其降解半衰期较长, 残留较久。

3 结论(Conclusion)

本次采集的部分重庆市售水果中检出农药残留, 检出率为 41.2%, 共检出 39 种农药, 有 38 种农药属于杀虫剂、杀螨剂和杀菌剂类; 农药残留量不合格率为 4.2%, 部分水果中检出的农药在 GB 2763-2021 里无限量值。因此, 水果中存在一定农药残留的食品安全风险, 尤其是柑橘类水果, 相关部门除了加强食品安全监测, 还应指导果农合理使用农药, 做好宣传教育, 并完善水果中农药残留量的国家标准信息, 有效地预防和减少农药残留。

参考文献 (References)

- [1] 薛雷, 孙红艳, 贾琦. 2016—2018年西安市水果中17种农药残留风险状况分析 [J]. 黑龙江农业科学, 2019(7): 80-85.
XUE L, SUN H Y, JIA Q. Analysis of risk status of 17 pesticide residues in fruit of Xi'an City from 2016 to 2018 [J]. Heilongjiang Agricultural Sciences, 2019(7): 80-85 (in Chinese).
- [2] 高艳青, 李倩, 房宁. 2017-2019年北京市大兴区主产水果中39中农药残留量监测结果分析 [J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(2): 827-831.
GAO Y Q, LI Q, FANG N. Analysis of the monitoring results of 39 pesticide residues in the main fruits of Daxing district, Beijing from 2017 to 2019 [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2021, 12(2): 827-831 (in Chinese).
- [3] MARCHIS D, FERRO G L, BRIZIO P, et al. Detection of pesticides in crops: A modified QuEChERS approach [J]. Food Control, 2012, 25(1): 270-273.
- [4] 刘亚伟, 董一威, 孙宝利, 等. QuEChERS在食品中农药多残留检测的应用研究进展 [J]. 食品科学, 2009, 30(9): 285-289.
LIU Y W, DONG Y W, SUN B L, et al. Summary of application of QuEChERS method in multi-residue determination of pesticides in food [J]. Food Science, 2009, 30(9): 285-289 (in Chinese).
- [5] HE Z Y, WANG L, PENG Y, et al. Multiresidue analysis of over 200 pesticides in cereals using a QuEChERS and gas chromatography-tandem mass spectrometry-based method [J]. Food Chemistry, 2015, 169: 372-380.
- [6] HOU X, HAN M, DAI X H, et al. A multi-residue method for the determination of 124 pesticides in rice by modified QuEChERS extraction and gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Chemistry, 2013, 138(2/3): 1198-1205.
- [7] 国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 实验室质量控制规范 食品理化检测: GB/T 27404—2008 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [8] 张国红, 许雅鑫, 李云云, 等. 2015—2019年太原市蔬菜水果农药残留监测结果分析 [J]. 中国公共卫生管理, 2021, 37(4): 510-512.
ZHANG G H, XU Y X, LI Y Y. Analysis of monitoring results of pesticide residues in vegetables and fruits in Taiyuan City from 2015 to 2019 [J]. Chinese Journal of Public Health Management, 2021, 37(4): 510-512 (in Chinese).