

# 宁波地区出口蔬菜农残监测报告

康继韬,俞雪军,谢东华,李佐卿,梁铭明,魏四军

(宁波出入境检验检疫技术中心,浙江 宁波 315010)

**摘 要:**对宁波地区出口蔬菜 20 余种 298 个样品进行了农残监测,检测结果发现,有机磷检出阳性的比例为检测项次的 3.2%;氯氰菊酯、氰戊菊酯的检测结果表明,直接判定为不合格的只有 6 个样品,占 2.6%;BHC、DDT 的检测结果均未超过国内外有关限量标准的要求。

**关键词:**宁波;蔬菜;农残;监测

**中图分类号:** O658

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1671-8798(2003)S0-0062-02

蔬菜是宁波地区传统的大宗出口农产品,90%以上输往日本。经过多年的发展,宁波的出口蔬菜已经形成了一定的规模,出口蔬菜的品种有蚕豆、毛豆、荷兰豆、青刀豆、芋仔、油菜花、白花菜、绿花菜、菠菜、油炸地瓜、香菇、甘兰菜、青葱、卷心菜等 20 多种,出口蔬菜的种类有速冻、盐渍、脱水、保鲜、调理蔬菜等。针对我国加入世贸组织的新形势,国外对我出口蔬菜提出了越来越苛刻的农残限量要求,为此,我们针对国外要求,在对宁波地区用于蔬菜种植的农药进行调查的基础上,确定了重点检查的农残项目。选定了有机磷类:甲胺磷、氧化乐果、久效磷、马拉硫磷、毒死蜱、敌敌畏、乙酰甲胺磷、对硫磷、乐果、杀螟硫磷、菊酯类:氯氰菊酯、氰戊菊酯;以及 BHC、DDT 等农药作为监控的重点。

## 1 实验部分

### 1.1 样品来源

样品主要来源于宁波周边地区的出口蔬菜加工厂,品种涉及到上述的 20 多种各类蔬菜。样品总数为 298 个。

### 1.2 测定方法

有机磷参照 SN 0334—95<sup>[1]</sup>,菊酯类参照 GB/T14929.4—1994<sup>[2]</sup>,BHC、DDT 参照 GB/T5009.19—1996<sup>[3]</sup>。

#### 1.2.1 试剂

无水硫酸钠:分析纯,650℃灼烧 4 h,冷却后备用。丙酮、石油醚、二氯甲烷:分析纯,重蒸馏。层析中性氧化铝:550℃灼烧 4 h,冷却后备用。临用前 140℃烘 1 h,加 3%水灭活。层析活性炭:550℃灼烧 4 h,冷却后备用。浓硫酸:优级纯。有机磷农药标准品:Sigma 公司提供,根据需要配制适当浓度的混合标准工作液。氯氰菊酯、氰戊菊酯标准品:Sigma 公司提供,根据需要配制适当浓度的混合标准工作液。BHC、DDT 标准品:由国家标准物质中心提供,共计 8 个异构体,1 mg/mL,安培瓶装。根据需要配制适当浓度的混合标准工作液。

#### 1.2.2 仪器和设备

气相色谱仪:配火焰光度检测器及电子捕获检测器,高速组织捣碎机,旋转蒸发器;台式离心机。

#### 1.2.3 色谱条件

有机磷色谱条件:参照文献[4]。

氯氰菊酯、氰戊菊酯色谱条件:色谱柱:HP-5(30 mm×0.53 mm×0.88 μm);柱温:100℃,保持 1 min,

收稿日期:2003-09-07

作者简介:康继韬(1968—),男,高级工程师,浙江人,主要从事色谱分析研究。



10℃/min至280℃,保持15 min;进样口:250℃,不分流进样,流量4 mL/min(He);检测器:300℃,尾吹60 mL/min(氮)。出峰顺序(min):氯氰菊酯-1(23.927),氯氰菊酯-2(24.144),氯氰菊酯-3(24.343),氰戊菊酯-1(26.402),氰戊菊酯-2(27.013),计算时分别以各自异构体总和计。

BHC、DDT色谱条件:色谱柱:HB-5(30 m×0.53 mm×0.88 μm);柱温:150℃,保持1 min,20℃/min至250℃/min,保持7 min;进样口:250℃,不分流进样,流量4 mL/min(He);检测器:300℃,尾吹60 mL/min(氮)。出峰顺序(min):α-BHC(5.850),γ-BHC(6.418),β-BHC(6.198),δ-BHC(6.473),p,p'-DDE(9.283),p,p'-DDD(9.533),o,p'-DDT(10.397),p,p'-DDT(10.512),计算时分别以各自异构体总和计。

#### 1.2.4 测定步骤

有机磷:取均浆后的样品10 g,加入无水硫酸钠研磨成干粉状,用60 mL二氯甲烷震荡提取1 h,抽滤,用2×50 mL二氯甲烷洗涤,滤液减压浓缩至干,用丙酮定容适当体积供气相色谱测定,外标法定量。

氯氰菊酯、氰戊菊酯:按照文献[2]的提取及净化步骤操作,外标法定量。

BHC、DDT:按照文献[3]的提取及净化步骤操作,外标法定量。

## 2 样品检测结果

有机磷:检测了乙酰甲胺磷(26份样品)、对硫磷(51份样品)、杀螟硫磷(11份样品)、马拉硫磷(140份样品)、久效磷(183份样品)、甲基对硫磷(9份样品)、敌敌畏(134份样品),结果均未检出。乐果(21份样品),检出1例,含量0.017 mg/kg;氧化乐果(178份样品),检出4例,含量0.020~0.047 mg/kg之间;毒死蜱(172份样品),检出5例,含量0.002~0.012 mg/kg之间;甲胺磷(252份样品),检出28例,含量0.005~0.77 mg/kg之间。

氯氰菊酯、氰戊菊酯:232份样品中,氯氰菊酯或氰戊菊酯含量大于0.1 mg/kg的样品共6例;含量在0.01~0.1 mg/kg之间的样品共48例;含量在0.004~0.01 mg/kg之间的样品共13例。

BHC、DDT:对107个样品进行检测,结果均未超过国内外有关限量标准的要求。

## 3 讨论

(1)本次监测结果表明,按照国外官方蔬菜农残限量标准界定,宁波地区出口蔬菜存在一定的农药污染。

(2)检测结果表现,有机磷农药的使用状况存在隐患,检出阳性的比例为有机磷检测项次的3.2%。4例氧化乐果,均在白花菜、绿花菜、甘兰菜中检出;5例毒死蜱,均在毛豆、蚕豆中检出;28例甲胺磷,在蚕豆、毛豆、荷兰豆、青刀豆中检出21例,其余产品检出7例。

(3)对氯氰菊酯、氰戊菊酯的检测结果表明,直接判定为不合格的只有6个样品,占2.6%,主要集中在毛豆(4例)、青刀豆(1例)、白花菜(1例)。但要引起注意的是含量在0.01~0.1 mg/kg之间的48个样品,种类分布较广,一旦对方提高限量要求,可能成为潜在的不合格因素。

(4)BHC、DDT的检测结果表明,长期禁用该类农药,已经取得明显的效果,检测结果均未超过国内外有关限量标准的要求。

(5)通过本次监测,需要引起注意的是,要进一步加强出口蔬菜的源头把关工作,禁止高毒高残留农药在蔬菜种植过程中的使用,宣传并指导菜农科学合理用药,注重在安全间隔期以后采收。

(6)出口蔬菜加工企业应当尽快建立原料种植基地,确保出口蔬菜质量必须从源头抓起,搞规模经营,从种子下地到施肥施药都要全过程监管,建立农产品的安全卫生质量保证体系,综合防治,全面提高农产品的安全卫生质量。同时大力开展绿色食品蔬菜生产技术和推广工作,实现“绿色食品蔬菜”的规范化栽培。

#### 参考文献:

- [1] SN 0334-95,出口水果和蔬菜中22种有机磷农药多残留量检验方法[S].
- [2] GB/T 14929.4-1994,食品中氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯残留量测定方法[S].
- [3] GB/T 5009.19-1996,食品中六六六、滴滴涕残留量测定方法[S].
- [4] 康继韬,俞雪军,谢东华等.宁波地区柑橘中有机磷农药残留的监测.中国卫生检验杂志[J].2002,12(3):318.

(下转第53页)