酶速测法检测茭白中农药残留的假阳性消除方法

蓝小飞*, 谢 琳

(嘉兴市食品药品检验检测院, 嘉兴 314001)

摘 要: 目的 建立一种能有效减小茭白中植物次生质对胆碱酯酶活性的影响的前处理方法。**方法** 将样品经高温水浴热处理后酶速测法检测, 通过比较水浴热处理前后酶抑制率的差异评价该方法的有效性。同时对 18 种具有代表性的机磷类农药或氨基甲酸酯类农药进行热稳定性实验和验证实验。**结果** 实验结果表明能最有效地消除茭白基质中假阳性发生的最佳前处理条件是水浴温度 90 ℃、热处理 7 min。18 种具有代表性的机磷类农药或氨基甲酸酯类农药热稳定性实验和验证实验结果表明在最佳实验条件下, 大部分有机磷类和氨基甲酸酯类农药不发生受热分解, 小部分农药(抗蚜威、甲基毒死蜱和对硫磷)易受热分解。**结论** 该前处理方法对热稳定性强的农药能有效消除或减少茭白中假阳性的发生, 但对少部分热稳定性差的农药并不一定能消除假阳性, 甚至由于易受热分解, 导致出现假阴性的检测结果。该方法简单、低成本, 对于现场快速检测具有重要的意义。

关键词: 假阳性; 快速检测; 茭白; 农药残留

Method for eliminating false positive results of pesticide residues in zizania by enzyme speed method

LAN Xiao-Fei*, XIE Lin

(*Jiaxing Institute for Food and Drug Control*, *Jiaxing* 314001, *China*)

ABSTRACT: Objective To establish a pretreatment method to reduce the plant secondary substance in zizania on cholinesterase activity. **Methods** The samples were treated by high temperature water bath and detected by enzyme rapid detection method. The effectiveness of the method was evaluated by comparing the difference of enzyme inhibition rate before and after water bath heat treatment. At the same time, thermal stability and validation experiments were carried out on 18 representative organophosphorus pesticides or carbamate pesticides. **Results** The results showed that the optimum pretreatment condition to eliminate the false positives in zizania matrix was to preheat the sample on water bath at 90 ℃ for 7 min. From thermal stability experiments and verifying experiments with 18 kinds of typical organophosphorus pesticides and carbamate pesticides aqueous solutions, the results showed that under the optimum pretreatment condition, thermal decomposition did not happen in most organophosphorus and carbamate pesticides, only in small fraction of pesticides (pirimicarb, chlorpyrifos-methyl and parathion). **Conclusion** This pretreatment method can effectively eliminate or reduce the false positive results in water shoot with high thermal stability, but it is not certain to eliminate false positives in a small number of pesticides with low thermal stability, or even lead to false negative test results due to their easy thermal decomposition. This method is simple and low cost, which has great significance for on-site rapid detection.

***通讯作者:** 蓝小飞, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: feilinxinyuan@126.com

***Corresponding author:** LAN Xiao-Fei, Master, Engineer, Jiaxing Institute for Food and Drug Control, No.39, Qingyi Road, Nanhu District, Jiaxing 314001, China. E-mail: feilinxinyuan@126.com

KEY WORDS: false positive results; rapid testing; zizania; pesticide residue

1 引　言

作为农业大国, 我国每年水果和蔬菜不仅产量大且品种多, 农药的使用是防治病虫危害和促进果蔬增产的有效手段。但农药的广泛使用带来果蔬中农药残留超标严重, 其中尤以有机磷和氨基甲酸酯类农药残留超标最为突出, 严重危害人体健康, 因此准确快速筛查果蔬中的农药残留是否超标具有重要意义[1−4]。当前农药残留检测最主要方法为色谱法和酶速测仪法等[5−8]。色谱法能定性、定量地检测农药种类, 具有准确率好、灵敏度高等优点, 但所需仪器昂贵且分析时间较长[9,10]。酶速测仪法是当前快速检测的常规方法, 国标 GB/T 5009.199-2003 对该方法做了具体的规定, 具有检测速度快、准确率高、成本低、操作简单等优点, 尤其适合现场快速检测[11−14]。但酶速测仪法检测某些蔬菜中农药时易产生假阳性的问题, 如葱、蒜、萝卜、韭菜、香菜、茭白、蘑菇、番茄汁等[15,16]。造成假阳性的主要原因是这些蔬菜中含有对酶活性抑制的植物次生物质, 因此采用酶抑制法快速检测这类蔬菜时消除植物次生物质对酶活性影响就显得特别重要[16−18]。葛静等[16,17]通过加热处理韭菜消除植物次生物质对酶的影响, 王文等[18]通过调整提取液的 pH 值消除大蒜中次生物质造成的假阳性。当前文献关于酶抑制法检测茭白时的假阳性消除研究较少报道, 为消除速测法过程中假阳性的干扰, 本实验通过对茭白样品前处理进行优化和改进, 并对多种典型性的农药进行了方法验证, 以期为准确排除速测法检测茭白样品的假阳性提供参考。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

乙酰胆碱酯酶(活性为 265 U/mg)、底物硫代乙酰胆碱、显色剂二硫代二硝基苯甲酸(dithiobisnitrobenzoicacid, DTNB)(上海博纳新技术研究所); 毒死蜱、氧化乐果、甲胺磷、克百威等 18 种农药标准品(浓度均为 100 μg/mL, 农业部环境保护科研检测所); 按照国家标准配制显色剂、磷酸盐(PBS)缓冲液、酶溶液和底物。

TTNJ-32 农残快速测定仪(湖北泰扬生物科技有限公司); HH.S21-6S 型电热恒温水浴锅(上海跃进医疗器械有限公司); SPH-5 便携式酸度计(杭州雷磁分析仪器厂); KH3200DE 型数控超声波清洗器(昆山禾创超声仪器有限公司); ME204E 电子分析天平(梅特勒-托利多有限公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 水浴加热处理对茭白假阳性消除的影响

取 2 g 切碎的茭白样本, 放入提取瓶内, 加入 20 mL 磷酸盐缓冲液, 2500 r/min 涡旋振荡 2 min, 倒出提取液, 提取液分别在 30、50、80、90、95 ℃中水浴加热 7 min, 取出冷却至室温后过滤。以空白磷酸盐(PBS)缓冲溶液为对照, 取 2.5 mL 预处理后的茭白提取液, 加入 0.1 mL 酶液, 0.1 mL 显色剂, 摇匀, 37 ℃水浴加热 10 min, 加入 0.1 mL 底物液, 摇匀, 快速检测得到酶抑制率, 做 3 次平行实验, 取平均值。对于无公害的茭白样品, 经过水浴加热处理后, 其抑制率比未经水浴加热处理降低且与定性判定结果一致, 则说明水浴加热处理对消除茭白假阳性是有效的, 反之则说明水浴加热处理无法消除茭白假阳性。

2.2.2 水浴加热处理方法对农药热稳定的影响

选取了典型的有机磷和氨基甲酸酯类农药 18 种, 配制成不同质量浓度的农药水溶液, 通过预实验选取酶抑制率低于 50%和高于 50%的农药浓度。对不同浓度农药水溶液按 2.2.1 温度水浴加热处理后测定农药水溶液酶抑制率, 以相同浓度未经水浴加热处理为对照。考察 2 种方法的酶抑制率的显著性差异, 若酶抑制率有显著的降低则说明水浴加热处理会促使农药分解, 该方法对该种农药不适用。

2.2.3 水浴加热前处理方法对消除假阳性的验证实验

根据 2.2.1 和 2.2.2 的实验结果, 高温水浴热处理样品的方法不仅能消除茭白基质的假阳性而且不影响农药的热稳定性, 实验选取了典型的有机磷和氨基甲酸酯类农药 18 种验证该方法的适用性。基于定性实验的特性, 向无公害茭白样品中添加检测限以上浓度和以下浓度的农药, 制备成模拟阳性样品, 分别测定经过高温水浴热处理的样品提取液的酶抑制率和未经前处理的样品提取液酶抑制率, 排除由于农药加热分解促使酶抑制率降低的情况外, 若酶抑制率降低, 则说明该前处理方法对茭白的假阳性消除是有效的; 反之说明该方法无效。

3 结果与分析

3.1 不同 pH 值对酶抑制率的影响

由于体系中 pH 值对酶活性具有重要的影响, 过高或者过低的 pH 值都有可能降低酶的活性, 通过调整提取液的 pH 值方法能消除假阳性[13]。实验选取无公害茭白样品为基质考察不同 pH 值对酶抑制率的影响(如图 1)。图 1 的结果表明当反应液 pH 值为 7.6 时酶抑制率为 72%, 大于 50%, 呈假阳性结果。调节反应液中 pH 值的大小, 当提高反应液的 pH(pH 值从 7.6~9.0), 酶抑制率由 72%升高至 77%, 或者降低反应液 pH(pH 值从 7.6~6), 酶抑制率由 72%升高至 88%, 该结果说明过高或者过低的 pH 值均能抑制酶的活性, 通过调节反应液 pH 值方法不能消除茭白基质的假阳性结果。

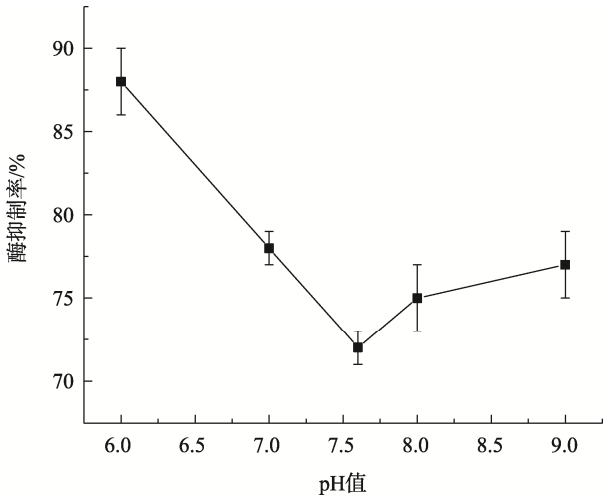

图 1 不同 pH 值对酶抑制率的影响 (n=3)

Fig.1 Effect of different pH values on enzyme inhibition rate (n=3)

3.2 加热前处理方法对消除假阳性的影响

3.2.1 加热温度对酶抑制率的影响

文献报道对韭菜样品加热前处理可以在一定程度上消除酶速测中韭菜假阳性影响[17]。本实验研究了加热茭白提取液的方法是否能消除假阳性的影响，分别选取 5 个不同水浴温度(30、50、80、90、95 ℃)加热处理无公害茭白样品 7 min，经不同温度处理后茭白样品的酶抑制率检测结果如图 2 所示。图 2 结果表明提高水浴温度能使酶的抑制率先增加后降低。当提取液温度从室温增加从 30 ℃到 50 ℃时，酶抑制率从 63%到 74%，继续提高水浴温度至 90 ℃，抑制率降低至 31%，进一步加温并不能显著降低抑制率，且低于蔬菜样品中有机磷或氨基甲酸酯类农药酶抑制率 50%检测限，定性结果一致。因此，该实验结果表明通过加热处理茭白样品能有效的去除茭白中次生质对酶的影响，从而消除假阳性结果，并且 90 ℃为较佳的前处理温度。

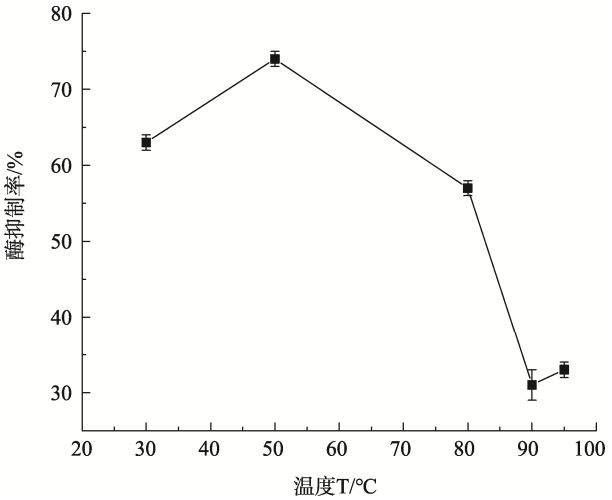

图 2 不同水浴温度处理后对酶抑制率的影响(n=3)

Fig.2 Effect of different treating temperatures on enzyme inhibition rate (n=3)

3.2.2 加热时间对酶抑制率的影响

实验还研究了茭白在水浴温度为 90 ℃下加热处理时间大小与酶抑制率的关系(图 3)。图 3 的实验结果表明水浴加热处理茭白的时间长短对酶抑制率具有重要的影响，随着水浴加热处理时间增加，酶抑制率逐步减小，当加热处理的时间为 7 min 时，酶抑制率达到最小水平，进一步增加预加热处理的时间到 10 min，酶抑制率反而增大，因此，水浴温度为 90 ℃条件下最佳水浴时间为 7 min。

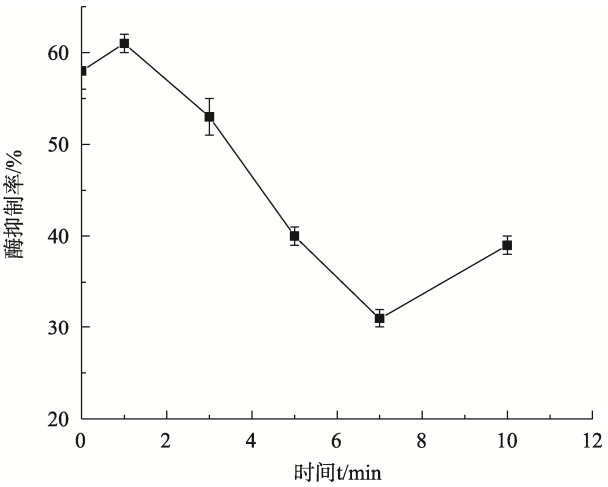

图 3 不同加热处理时间对酶抑制率的影响(n=3)

Fig.3 Effect of different heating time on enzyme inhibition rate (n=3)

3.3 水浴加热前处理方法对农药稳定性的影响

基于消除假阳性的方法是经过较高温度处理的，实验研究了 90 ℃水浴条件下几种典型的有机磷(毒死蜱)或氨基甲酸酯类(抗蚜威)的热稳定性。90 ℃水浴条件下分别加热处理不同浓度毒死蜱水溶液或抗蚜威水溶液后测定酶抑制率，以未经水浴加热处理的毒死蜱水溶液或抗蚜威水溶液检测结果做对照，结果分别如图 4 和图 5。图 4 结果显示毒死蜱水溶液的酶抑制率在 90 ℃水浴处理前后大小没有显著性差异，抗蚜威水溶液酶抑制率值则发生了显著性的变化，其高温加热处理的酶抑制率值(分别为 28%、33%和 49%)比未经水浴加热处理的值(44%、49%和 61%)分别下降 16%、16%和 12%，这说明高温水浴加热促使抗蚜威产生分解，降低酶抑制的效果。以上结果表明毒死蜱经 90 ℃水浴处理后仍具有较高稳定性，而抗蚜威则发生分解，进而导致假阴性结果的出现。

基于上述的实验结果，实验进一步的考察了常见、典型的有机磷和氨基甲酸酯类农药的热稳定性(表 1)。表 1 的实验结果显示抗蚜威、甲基毒死蜱和对硫磷等热稳定性较差的农药经过水浴加热处理后都不同程度地发生了分解，导致酶抑制率显著下降，而对热稳定性强的农药经高温水浴加热处理后酶抑制率没有显著性变化。根据国标规定，

酶的抑制率 50%作为定性判别的判断限，实验通过添加不同浓度的方法考察了不同农药的检测限(结果如表 1)。因此，水浴加热处理的消除假阳性方法只适用于热稳定性强的农药，对于热稳定性差的农药可能出现假阴性结果。

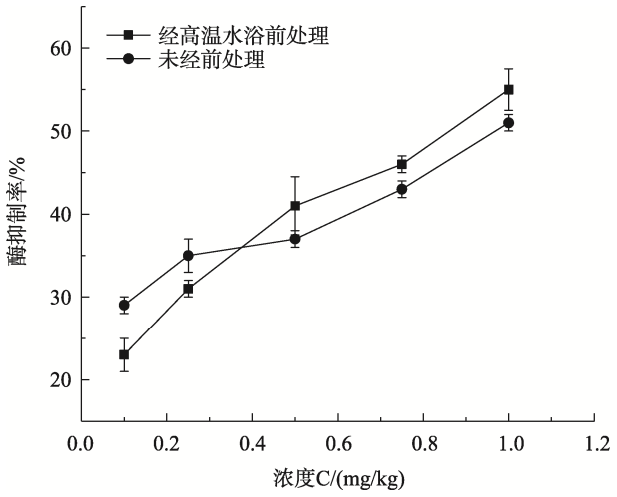

图 4　水浴加热毒死蜱水溶液对酶抑制率影响 (n=3)

Fig.4　Effect of water bath heating chlorpyrifos aqueous solution on enzyme inhibition rate (n=3)

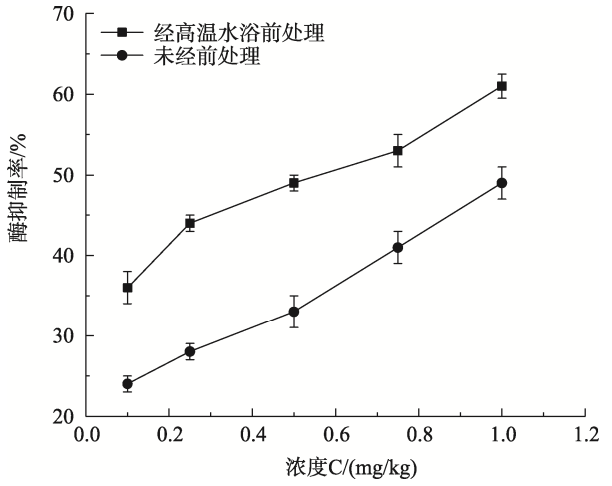

图 5　水浴加热抗蚜威水溶液对酶抑制率影响(n=3)

Fig.5　Effect of water bath heating anti-invitrovir aqueous solution on enzyme inhibition rate (n=3)

表 1　农药水溶液热稳定性实验(n=3)

Table 1　Thermal stability test of pesticide aqueous solution (n=3)

加标农药	加标量/(mg/kg)	酶抑制率/%	
		未经前处理	经水浴加热前处理
毒死蜱	0.1	23±0.087	29±0.034
	0.25	31±0.032	35±0.057
	0.5	41±0.085	37±0.027
	0.75	46±0.022	43±0.023
	1.0	55±0.046	51±0.020

续表 1

加标农药	加标量/(mg/kg)	酶抑制率/%	
		未经前处理	经水浴加热前处理
氧化乐果	0.2	39±0.015	30±0.085
	0.4	45±0.013	35±0.034
	0.8	58±0.094	51±0.038
甲胺磷	0.5	40±0.000	37±0.067
	1.0	48±0.083	36±0.016
	2.0	59±0.040	55±0.011
甲拌磷	0.005	28±0.091	33±0.036
	0.01	56±0.018	56±0.020
	0.02	73±0.029	66±0.097
克百威	0.0125	29±0.069	32±0.018
	0.025	42±0.014	44±0.080
	0.05	62±0.025	59±0.026
灭多威	0.025	39±0.015	47±0.043
	0.05	50±0.031	50±0.031
	0.1	63±0.024	65±0.069
抗蚜威	0.1	36±0.056	24±0.042
	0.25	44±0.023	28±0.036
	0.5	49±0.023	33±0.120
	0.75	53±0.038	41±0.049122
	1.0	61±0.025	49±0.041
丁硫克百威	0.0125	45±0.101	43±0
	0.025	51±0.030	49±0.041
	0.05	61±0.074	55±0.011
敌敌畏	0.025	46±0.013	41±0.036
	0.05	48±0.032	43±0.047
	0.1	66±0.023	52±0.048
乐果	0.75	40±0.062	40±0.028
	1.5	49±0.041	45±0.077
	3.0	64±0.016	56±0.036
甲基毒死蜱	0.0125	41±0.014	16±0.114
	0.025	50±0.011	22±0.240
	0.05	59±0.046	35±0.106
对硫磷	0.25	29±0.040	23±0.065
	0.5	42±0.059	33±0.108
	1.0	54±0.019	45±0.044
甲基对硫磷	0.075	30±0.085	35±0
	0.15	52±0.038	48±0.020
	0.3	54±0.011	56±0.036
三唑磷	0.025	42±0.059	44±0.013
	0.05	48±0.012	45±0.044
	0.1	56±0.018	48±0.020
稻瘟磷	0.05	40±0.028	40±0.037
	0.1	57±0.044	51±0.020
	0.2	65±0.056	60±0.042

续表 1

加标农药	加标量/(mg/kg)	酶抑制率/%	
		未经前处理	经水浴加热前处理
敌瘟磷	0.05	34±0.073	35±0.016
	0.1	59±0.026	65±0.056
	0.2	59±0.093	61±0.025
甲基异硫磷	1.25	40±0.015	40±0.039
	2.5	48±0.044	47±0.032
	5.0	62±0.040	59±0.010
杀螟硫磷	0.125	36±0.057	37±0.016
	0.25	43±0.059	43±0.035
	0.5	58±0.017	59±0.010

3.4 几种典型性有机磷和氨基甲酸酯农药对茭白样品的假阳性消除效果验证

基于定性实验的特性，向无公害的茭白样品中添加的毒死蜱溶液(毒死蜱检出限为 1.0 mg/kg)。无公害的茭白样品经检测酶抑制率为 72%，呈假阳性结果。分别测定经高温水浴热处理和未经前处理的茭白样品的酶抑制率。酶抑制率的检测结果如图 6 所示。该结果表明在茭白中添加不同浓度毒死蜱后样品未经高温水浴前处理的酶抑制率(分别为 73%、75%、81%、84%、86%)均大于定性判定的判定限(50%)，均表现出阳性结果，这与样品的假阳性结果呈一致性。样品经高温水浴热处理后酶抑制率(分别为 36%、40%、46%、49%、59%)得到显著的下降。毒死蜱水溶液热稳定性实验中(图 4)，当毒死蜱的浓度为 0.10、0.25、0.50、0.75、1.0 mg/kg 时，酶抑制率分别为 29%、35%、37%、43%和 51%，由此可知茭白样品中毒死蜱的浓度为 0.10、0.25、0.50、0.75 mg/kg 时酶抑制率定性结果均在定性限 50%以下，浓度为 1.0 mg/kg，酶抑制率为 59%，呈阳性结果，均符合定性结果。以上的结果说明高温水浴热处理的方法不仅能显著的消除茭白基质带来的假阳性结果并且不影响定性的判定。

为进一步验证高温水浴加热处理茭白的方法对其他农药是否适用，实验探讨了 17 种典型性的有机磷或氨基甲酸酯类农药的结果(表 2)。表 2 的结果显示，与 50%的检测限比较，毒死蜱、氧化乐果、甲胺磷、乐果、稻瘟磷等几种农药，其酶抑制率检测结果定性符合度均准确；而甲拌磷、克百威、敌敌畏、甲基对硫磷、杀螟硫磷能降低假阳性影响，但不能完全的消除假阳性，对于一些易分解的农药，如灭多威，敌瘟磷等，高温加热处理过程中农药受热易发生分解，并不能消除假阳性的情况，反而有可能发生假阴性的结果。

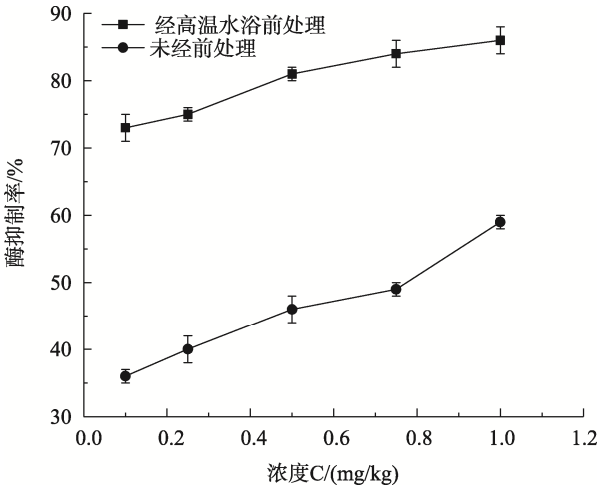

图 6 不同前处理方法对酶抑制率的影响(n=3)

Fig.6 Effect of different pretreatment methods on enzyme inhibition rate (n=3)

表 2 加热前处理方法对不同农药的酶抑制率影响(n=3)

Table 2 Effect of pretreatment method on enzyme inhibition rate of different pesticides (n=3)

加标农药	加标量/(mg/kg)	酶抑制率/%	
		未经前处理	经水浴加热前处理
毒死蜱	0.10	73±0.027	40±0.028
	0.25	75±0.060	40±0.031
	0.5	81±0.025	46±0.074
	0.75	84±0.024	54±0.019
	1.0	86±0.023	59±0.045
氧化乐果	0.2	78±0.032	30±0.050
	0.4	83±0.036	49±0.031
	0.8	87±0.017	61±0.034
甲胺磷	0.5	78±0.007	42±0.048
	1.0	87±0.023	48±0.012
	2.0	88±0.011	54±0.065
甲拌磷	0.005	76±0.013	55±0.091
	0.01	86±0.018	58±0.052
	0.02	90±0.006	70±0.029
克百威	0.0125	81±0.019	56±0.036
	0.025	87±0.011	58±0.052
	0.05	90±0.006	60±0.025
灭多威	0.025	86±0.007	79±0.039
	0.05	88±0.013	81±0.007
	0.1	92±0.006	89±0.017
抗蚜威	0.25	73±0.035	38±0.026
	0.5	75±0.028	53±0.048
	1.0	83±0.007	61±0.010

续表 2

加标农药	加标量/(mg/kg)	酶抑制率/%	
		未经前处理	经水浴加热前处理
丁硫克百威	0.0125	71±0.008	56±0.010
	0.025	77±0.007	63±0.016
	0.05	85±0.025	72±0.008
敌敌畏	0.025	71±0.008	47±0.032
	0.05	77±0.007	54±0.056
	0.	85±0.025	57±0.030
乐果	0.75	67±0.030	38±0.040
	1.5	69±0.044	42±0.059
	3.0	76±0.013	52±0.048
甲基毒死蜱	0.0125	72±0.035	40±0.039
	0.025	75±0.020	45±0.013
	0.05	80±0.007	46±0.032
对硫磷	0.25	80±0.007	57±0.036
	0.5	82±0.024	61±0.010
	1.0	88±0.011	70±0.036
甲基对硫磷	0.075	79±0.019	57±0.020
	0.15	82±0.012	67±0.030
	0.3	87±0.023	71±0.022
三唑磷	0.025	66±0.023	45±0.044
	0.05	68±0.031	50±0.020
	0.1	75±0.042	55±0.028
稻瘟磷	0.05	69±0.008	49±0.012
	0.1	79±0.039	56±0.037
	0.2	88±0.007	69±0.008
敌瘟磷	0.05	63±0.009	64±0.055
	0.1	70±0.029	66±0.039
	0.2	79±0.072	80±0.031
甲基异硫磷	1.25	69±0.065	74±0.008
	2.5	74±0.042	82±0.007
	5.0	74±0.058	86±0.020
杀螟硫磷	0.125	78±0.187	55±0.181
	0.25	80±0.128	61±0.152
	0.5	84±0.077	72±0.101

4 结　论

本文通过适宜的高温水浴热处理茭白样品，在一定程度上有效消除了茭白中植物次生质影响而造成的假阳性结果，在适宜的条件下(水浴温度 90 ℃加热 7 min)，该前处理方法不仅能消除假阳性，还能保证农药的正常检测。利用酶速测法对 18 种典型有机磷和氨基甲酸酯类农药的模拟茭白样品酶抑制率进行检测，实验结果表明茭白样品中若含毒死蜱、氧化乐果、甲胺磷、乐果、稻瘟磷等几种农药，其检测的定性结果均正确，能有效地消除假阳性；茭白样品中若含甲拌磷、克百威、敌敌畏、甲基对硫磷、杀螟硫磷等几种农药，并不能完全地消除假阳性，但能降低假阳性的发生；而茭白样品中若含灭多威、敌瘟磷等几种易受热分解的农药，其检测结果可能导致假阴性的发生。

综合上述检测结果可以看出，高温水浴热处理的方法对茭白的农残残留的快速检测能有效地消除假阳性的发生，但也存在着一定适用性。

参考文献

[1] 蒋雪松, 王维琴, 许林云, 等. 农产品/食品中农药残留快速检测方法研究进展[J]. 农业工程学报, 2016, (20): 267–274.
Jiang XW, Wang WQ, Xu LY, *et al*. Review on rapid detection of pesticide residues in agricultural and food products [J]. Trans Chin Soc Agric Eng, 2016, (20): 267–274.

[2] 胡明燕, 车明秀, 张艳, 等. 快速检测蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留方法的优化[J]. 湖北农业科学, 2018, 57(21): 112–114.
Hu MY, Che MX, Zhang Y, *et al*. Optimization of acetylcholinesterase-spectrophotometry for determination of organophosphate and carbamate pesticide residues in vegetables [J]. Hubei Agric Sci, 2018, 57(21): 112–114.

[3] 吕建华, 安红周, 郭天松. 农药残留对我国食品安全的影响及相应对策[J]. 食品科技, 2006, 31(11): 16–20.
Lv JH, AN Hong Z, Guo TS. Effects of pesticide residues on food safety and corresponding countermeasures in China [J]. Food Sci Technol, 2006, 31(11): 16–20.

[4] 郑敏, 吴辉燕, 龚静, 等. 急性有机磷农药中毒患者标准化洗胃方案的建立及实施[J]. 中华护理杂志, 2017, 52(11): 1342–1346.
Zheng M, Wu HY, Gong J, *et al*. Evidence-based practice of standardized gastric lavage for acute organophosphorus pesticide poisoning [J]. Chin J Nurs, 2017, 52(11): 1342–1346.

[5] 陈冬兰, 夏彤, 王志波, 等. 几种常用蔬菜农药残留检测技术概述及比较[J]. 现代农业科技, 2010, (9): 172–175.
Chen DL, Xia T, Meng HY, *et al*. Overview and comparison on several commonly used testing technology of pesticide residue in vegetables [J]. Mod Agric Sci Technol, 2010, (9): 172–175.

[6] 邱宇, 王亮亮. 果蔬农药残留快速检测技术及应用研究[J]. 现代食品, 2018, (3): 83–84.
Qiu Y, Wang LL. Rapid detection technology and application of pesticide residues in fruits and vegetables [J]. Mod Food, 2018, (3): 83–84

[7] 孙元欣, 陈炳太, 易森, 等. 有机磷农药残留的快速定量检测方法研究[J]. 光谱学与光谱分析, 2014, 34(5): 1338–1342.
Sun YX, Chen BT, Yi S, *et al*. Research on rapid and quantitative detection method for organophosphorus pesticide residue [J]. Spectrosc Spectr Anal, 2014, 34(5): 1338–1342.

[8] 蒋雪松, 王维琴, 许林云, 等. 农产品/食品中农药残留快速检测方法研究进展[J]. 农业工程学报, 2016, (20): 267–274.

Jiang XW, Wei WQ, Xu LY, *et al*. Review on rapid detection of pesticide residues in agricultural and food products [J]. Trans Chin Soc Agric Eng, 2016, (20): 267–274.

[9] 刘建慧, 孙鑫, 刘希光, 等. 果蔬中农药残留现状及检测技术的研究进展[J]. 食品研究与开发, 2014, (15): 119–122.
Liu JH, Sun X, Liu XG, *et al*. The present situation of pesticide residues in vegetables and fruits and the progress of detection technique [J]. Food Res Dev, 2014, (15): 119–122.

[10] Mahony J, Clarke L, Whelan M, *et al*. The use of ultra-high pressure liquid chromatography with tandem mass spectrometric detection in the analysis of agrochemical residues and mycotoxins in food challenges and applications [J]. J Chromatogr A, 2013, 1292: 83–95.

[11] GB/T 5009.199-2003 蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留量的快速检测[S].
GB/T 5009.199-2003 Rapid determination of organophosphorus and carbamates pesticide residues in vegetables [S].

[12] 栾云霞, 李杨, 平华, 等. 基于酶抑制法的农药残留快速检测仪器现状及评价[J]. 食品安全质量检测学报, 2012, 3(6): 690–694.
Luan YX, Li Y, Ping Hu, *et al*. Development and effective evaluation of rapid detection instruments of pesticide residues in fruits and vegetables based on enzyme inhibition method [J]. J Food Saf Qual, 2012, 3(6): 690–694.

[13] 李权龙. 蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯农药的快速检测新技术[D]. 厦门: 厦门大学, 2005.
Li QL. The new test technical of rapid determination for organophosphorus and carbamates pesticide residues in vegetables [D]. Xiamen: Xiamen University, 2005.

[14] 张文成, 宫洪景. 果蔬中农药残留快速检测法研究进展[J]. 食品科学, 2008, 29(12): 752–755.
Zhang WC, Gong HJ. Research progress of rapid determination technologies of pesticide residues in fruits and vegetables [J]. Food Sci, 2008, 29(12): 752–755.

[15] 刘宾, 郭栋梁, 万春燕, 等. 蔬菜农药残留速测中的问题与建议[J]. 山东农业科学, 2007, (4): 93–95
Liu B, Guo DL, Wang CY, *et al*. Problems and suggestion on rapid determination of pesticide residue in vegetable [J]. Shandong Agric Sci, 2007, (4): 93–95

[16] 葛静, 王素利, 钱传范, 等. 韭菜中农药残留酶速测法假阳性消除研究[J]. 食品科学, 2008, 29(4): 299–301.
Ge J, Wang SL, Qian CF, *et al*. Study on eliminating false positive results of pesticide residues in leek with enzyme screening method [J]. Food Sci, 2008, 29(4): 299–301.

[17] 桑园园, 柴丽娜, 魏朝俊, 等. 酶抑制法检测 4 种辛辣蔬菜农药残留假阳性消除的研究[J]. 中国农学通报, 2009, 25(11): 60–64.
Sang YY, Chai LN, Wei CJ, *et al*. Study on eliminating false positive results of pesticide residues in four acrid vegetables with enzyme inhibition assay [J]. Chin Agric Sci Bull, 2009, 25(11): 60–64.

[18] 王文, 刘瑾, 盛伟楠, 等. 采用酶抑制法检测大蒜中农药残留的改进方法[J]. 食品科学, 2013, 34(12): 135–139.
Wang W, Liu J, Sheng WN, *et al*. An improved enzyme inhibition method for detection of peptide residues in garlic [J]. Food Sci, 2013, 34(12): 135–139.

(责任编辑: 武英华)

作者简介

蓝小飞, 硕士, 工程师, 主要 研究方向为食品安全检测。
E-mail: feilinxinyuan@126.com