

# 2017—2019年北京市大兴区主产水果中 39种农药残留量监测结果分析

高艳青\*, 李倩, 房宁

(北京市大兴区疾病预防控制中心, 北京 102600)

**摘要:** **目的** 了解大兴区主产水果中 39 种农药的残留现状。**方法** 2017—2019 年从大兴区不同地点采集 546 份水果样品, 按照 NY/T 761—2008《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》对 39 种常用农药的残留量进行检测。**结果** 在 546 份样品中, 西瓜的农残检出率为 12.78%, 葡萄的农残检出率为 22.5%, 梨检出率为 4.72%, 桑椹无检出。共有 11 种农药有不同程度的检出, 检出率为 8.33%~17.65%, 超标率为 1.43%~5.45%。**结论** 大兴区主产水果中, 存在一定的食品安全潜在风险, 需加强监管, 采取相应措施以提高食品安全性。

**关键词:** 农药残留; 气相色谱-质谱法; 水果

## Analysis of the monitoring results of 39 pesticide residues in the main fruits of Daxing district, Beijing from 2017 to 2019

GAO Yan-Qing\*, LI Qian, FANG Ning

(Daxing Center for Disease Control and Prevention, Beijing 102600, China)

**ABSTRACT: Objective** To understand the status of 39 pesticide residues in main fruits in Daxing district. **Methods** From 2017 to 2019, 546 fruit samples were collected from different locations in Daxing district, and according to NY/T 761—2008 *Determination of organophosphorus, organochlorine, pyrethroids and carbamate pesticide residues in vegetables and fruits*, the residues of 39 common pesticides were detected. **Results** Among the 546 samples, the watermelon residue detection rate was 12.78%, grape residue detection rate was 22.5%, pear residue detection rate was 4.72%, mulberry residue detection rate was none. A total of 11 pesticides had been detected to varying degrees, with a detection rate of 8.33% to 17.65%, and the exceeding rates were 1.43%–5.45%. **Conclusion** Among the main fruits produced in Daxing District, there are certain potential food safety risks, and it is necessary to strengthen supervision and take corresponding measures to improve food safety.

**KEY WORDS:** pesticide residues; gas chromatography-mass spectrometry; fruits

## 0 引言

农药最初的发明目的是用来保障农业生产, 杀灭昆虫、真菌和其他危害作物生长的生物。随着科技的发展, 人

们逐渐意识到农药所带来的环境影响和食品安全问题。目前商品化的农药大约有 650 余种, 其中有机磷及拟除虫菊酯类农药占全世界杀虫剂销售额的 32.3%<sup>[1-2]</sup>, 此 2 类农药绝大部分在农业生产中起增产促收作用, 但少部分不仅不

\*通信作者: 高艳青, 副主任医师, 主要研究方向为疾病预防控制。E-mail: cd1\_1@163.com

\*Corresponding author: GAO Yan-Qing, Associate Chief Technician, Daxing Center for Disease Control and Prevention, Beijing 102600, China. E-mail: cd1\_1@163.com

能有效地防治作物病虫害,浪费人力物力,而且还会污染环境、降低农产品质量,还可能产生毒副作用,严重影响人类的健康<sup>[3-4]</sup>。因此,借助农药分析技术对各个农药的危害性进行风险评估的相关研究,对农药的环境风险评估和维护人体健康均具有重要意义。

目前,水果生产中使用农药的现象非常普遍,随着人们的食品安全意识越来越强,对绿色安全果蔬的需求也越来越迫切,大兴区是北京市水果的重要种植基地,为全北京市提供了大量的水果产品,代表性水果有桑椹、西瓜、葡萄、梨等,本研究选取了列入国家食品安全风险监测项目的杀菌剂、杀虫剂等有机磷和拟除虫菊酯类农药作为研究对象,对上述4类水果中农药残留量进行监测分析,了解其残留状况,以控制污染,保证人民群众身体健康,为制定食品安全政策法规提供科学依据。

## 1 材料与方 法

### 1.1 样品来源

按照农业部 NY/T 762—2004《蔬菜农业残留检测抽样规范》<sup>[5]</sup>和 NY/T 789—2004《农药残留分析样本的采样方法》<sup>[6]</sup>,从农贸市场和生产基地等销售的新鲜水果中,选取大兴区主产的、具有代表性的水果进行样品采集,随机采样,其中320份样品来自农贸市场,226份样品来自生产基地,4种水果共计546份样品,样品来源情况见表1。其中包括桑椹60份,西瓜180份,梨106份,葡萄200份,填写好标签标明抽样地点、时间后,即送实验室检测。

### 1.2 主要仪器

GCMS-QP2010 气相色谱质谱联用仪(日本岛津公司);DB-5 色谱柱(30 m×0.32 mm, 0.25 μm, 北京 DIKMA 公司);ME104E 电子天平(瑞士 Mettler 公司);S10 匀浆机(上海精其公司);HY-2A 调频振荡器(上海精其公司);3K-15 高速冷冻离心机(德国 Sigma 公司);ANC-12S 氮吹仪(上海精其公司);QuEChERS 农残净化管4种(DIKMA 公司)。

氯化钠(优级纯,国药集团化学试剂有限公司);乙腈、丙酮(色谱纯)、39种农药标准储备液(农药国家二级标准物质,含量100 μg/mL)(北京 DIKMA 公司)。

### 1.3 检测项目

共检测农药39种,其中有机磷类包括:倍硫磷、对硫磷、毒死蜱、伏杀硫磷、甲胺磷、甲拌磷、甲基毒死蜱、甲基对硫磷、甲基异柳磷、久效磷、氯唑磷、马拉硫磷、三唑磷、杀螟硫磷、水胺硫磷、乐果、乙硫磷、乙酞甲胺磷、杀扑磷、亚胺硫磷、氧化乐果、乙拌磷、

皮蝇硫磷、哒嗪硫磷、敌百虫、敌敌畏、丙溴磷、甲基立枯磷、灭线磷共计29种;拟除虫菊酯类包括:氟氰菊酯、氯氟菊酯、甲氰菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯、联苯菊酯共计8种;有机氯类:三氯杀螨醇、五氯硝基苯2种。

## 1.4 检验方法

参照农业部 NY/T 761-2008《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》<sup>[7]</sup>和房宁等<sup>[8]</sup>发表的论文《气相色谱-串联质谱法测定植物性食品中50种农药残留》等方法,对39种农药的残留量进行定性和定量分析。

## 1.5 质量控制

检测样品按照样品量的10%进行加标回收测定,每个样品做3个平行检测,若平行样检测结果相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)值大于10%,则重新取同一编号样品的冷冻备样检测。若RSD值未超过10%,则取3次平行测定结果的平均值为该样品的最终结果。样品的回收率在80%~110%之间为合格<sup>[9-10]</sup>。

## 1.6 判定标准

以 GB 2763—2019《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》为依据<sup>[11]</sup>,判定39种农药在水果样品中残留量是否超标。

## 2 结果与分析

### 2.1 历年农药残留量检出情况

2017~2019年共检测水果样品546件,其中检测到农药残留样品73件,超标样品20件,各年份农贸市场和生产基地的检出率和超标率情况见表1,从表1可以看出各年份农贸市场农残检出率和超标率均比生产基地高。

### 2.2 不同农药残留量检出情况

在随机抽检的样品中,有11种农药有不同程度的检出,包括甲拌磷、甲基异柳磷、毒死蜱、三唑磷、水胺硫磷、氯唑磷等6种有机磷类农药,氯氰菊酯、氟氰菊酯、氰戊菊酯、氯氟菊酯等4种拟除虫菊酯类农药和有机氯类农药五氯硝基苯。具体检出情况见表2。

### 2.3 不同水果中农药残留量检出情况

监测的大兴区主产的4种水果中,葡萄的农药残留检出率最高,为22.5%。其次为西瓜和梨,农药残留检出率分别为12.78%和4.72%。桑椹未检出农药残留。具体农药残留检出情况见表3。由表3可以看出,葡萄不论检出率还是检出农药种类均最多。

表 1 2017~2019 年水果中农药残留情况  
Table 1 Status of pesticide residues in fruits from 2017 to 2019

年份	样品来源	样品数量	检出情况		超标情况	
			检出件数	检出率/%	超标件数	超标率/%
2017	农贸市场	90	14	15.56	4	4.44
	生产基地	60	5	8.33	1	1.67
2018	农贸市场	110	16	14.55	6	5.45
	生产基地	70	6	8.57	1	1.43
2019	农贸市场	136	24	17.65	6	4.41
	生产基地	80	8	10.00	2	2.50
合计		546	73	13.37	20	3.66

表 2 水果中农药残留检出情况  
Table 2 Status of pesticide residues detected in fruits

农药名称	桑葚		西瓜		葡萄		梨	
	检出件数	检出率/%	检出件数	检出率/%	检出件数 <sup>a</sup>	检出率/%	检出件数 <sup>a</sup>	检出率/%
甲拌磷	0	0.00	4	0.73	2	0.37	1	0.18
甲基异柳磷	0	0.00	3	0.55	13	2.38	2	0.37
毒死蜱	0	0.00	6	1.10	10	1.83	0	0.00
三唑磷	0	0.00	1	0.18	0	0.00	2	0.37
氯氰菊酯	0	0.00	5	0.92	12	2.20	0	0.00
氯氟氰菊酯	0	0.00	2	0.37	3	0.55	0	0.00
氟氯氰菊酯	0	0.00	4	0.73	3	0.55	0	0.00
五氯硝基苯	0	0.00	0	0.00	1	0.18	0	0.00
水胺硫磷	0	0.00	0	0.00	2	0.37	0	0.00
氰戊菊酯	0	0.00	0	0.00	4	0.73	0	0.00
氯唑磷	0	0.00	0	0.00	0	0.0	1	0.18
合计	0	0.00	25	4.58	50	9.16	6	1.10

注: a 表示有 8 份样品检出有 2 种农药残留, 因此此处检出件数之和与总检出件数不同。

表 3 不同种类水果农药残留情况  
Table 3 Status of pesticide residues detected in different kinds of fruits

水果种类	检测件数	检出件数	检出率/%	检出农药种类
西瓜	180	23	12.78	甲拌磷、甲基异柳磷、毒死蜱、三唑磷、氯氰菊酯、氟氯氰菊酯、氯氟氰菊酯
梨	106	5	4.72	甲拌磷、甲基异柳磷、三唑磷、氯唑磷
葡萄	200	45	22.5	甲拌磷、甲基异柳磷、毒死蜱、水胺硫磷、氯氰菊酯、氟氯氰菊酯、氰戊菊酯、氯氟氰菊酯、五氯硝基苯
桑葚	60	0	0	无

## 2.4 不同农药残留量超标情况

检测出农药残留的73件样品,按GB 2763-2019《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》中农药在水果中的最大残留限量,判定11种农药在水果样品中残留量是否超标,超标农药有甲拌磷、甲基异柳磷、水胺硫磷、氰戊菊酯、氯唑磷,超标的水果品种主要为葡萄和西瓜。具体超标情况见表4。

## 3 结论

目前,大兴区主要出产的水果是桑椹、西瓜、梨和葡萄,而在这4种水果中,有11种农药存在一定程度的检出,其中6种是有机磷类,在20件超标样品中有16件样品是有机磷类农药检出超标,尤其水胺硫磷最高的样品检测结果为0.21 mg/kg,比国家规定的卫生限值0.01 mg/kg高出了21倍。因此对水果中有机磷的监测不容忽视,除了加强食品安全监测外,还应及时进行食品安全预警<sup>[12-13]</sup>,提醒消费者可能存在的食用风险。

拟除虫菊酯类农药具有杀虫谱广,效果好、低残留等优点,因此大量应用于农业生产,其残留也广泛分布于食物链中,对人类的食品安全构成了一定威胁。在水果的农药残留检测中经常能检测到拟除虫菊酯类,超标问题也时有发生。2017~2019年大兴区主产水果中拟除虫菊酯类农药残留主要为氰戊菊酯、氯氰菊酯、氟氯氰菊酯和氯氟氰菊酯。其中葡萄和西瓜使用拟除虫菊酯类农药最为广泛,200件葡萄样品中共有22件检出阳性,180件西瓜样品中共有11件检出阳性,其中有4件葡萄样品农药残留量超标,最高检测结果为0.41 mg/kg,比国家规定的卫生限值0.2 mg/kg高出了2倍多。

由以上的数据分析可以看出,水果中农药残留量普遍较低,说明果农的施药量基本都能控制在国家标准允许范围之内,但也有少数指标存在超标情况。因此,应对果农合理使用农药进行指导,并加强监管,做好农药使用的宣传教育,定期展开监测,才能更有效地预防和控制由农药残留引起的食品安全问题<sup>[14-15]</sup>。

表4 水果中农药超标情况  
Table 4 Beyond-standard situation of pesticide residues in fruits

农药种类	年份	超标件数	超标水果种类	结果范围/(mg/kg)	卫生限值/(mg/kg)	超标率/%
甲拌磷	2017	3	西瓜、葡萄			2.00
	2018	2	西瓜、葡萄	0.019 ~ 0.032	0.01	1.11
	2019	0				
甲基异柳磷	2017	3	西瓜、葡萄			2.00
	2018	4	西瓜、葡萄	0.016 ~ 0.024	0.01	2.22
	2019	1	西瓜、葡萄			0.46
水胺硫磷	2017	1	葡萄			0.67
	2018	1	葡萄	0.019 ~ 0.21	0.05	0.56
	2019	0				
氰戊菊酯	2017	1	葡萄			0.67
	2018	2	葡萄	0.26 ~ 0.41	0.2	1.11
	2019	1	葡萄			0.46
氯唑磷	2017	1	梨			0.67
	2018	0		0.048	0.01	
	2019	0				

## 参考文献

- [1] 陈燕玲. 2014年世界杀虫剂市场概况[J]. 现代农业, 2016, 15(2): 1-7.  
CHEN YL. Overview of pesticide market in the world in 2014 [J]. Mod Agrochem, 2016, 15(2): 1-7.
- [2] AMELIA KW, ELIZABETH EH, KENNETH JR, *et al.* Pesticide residue intake from fruits and vegetables and fecundability in a North American preconception cohort study [J]. Environ Inter, 2020, 139: 105693.
- [3] GOVINDA B, PAUL Z, KISHOR A, *et al.* Pesticide residues in Nepalese vegetables and potential health risks [J]. Environ Res, 2019, 172: 511-521.
- [4] NARENDERAN ST, MEYYANATHAN SN, BABU B, *et al.* Review of pesticide residue analysis in fruits and vegetables, pre-treatment, extraction and detection techniques [J]. Food Res Inter, 2020, 133:

- 109141.
- [5] NY/T 762—2004 蔬菜农业残留检测抽样规范[S].  
NY/T 762—2004 Sampling specification for agricultural residue detection in vegetables [S].
- [6] NY/T 789—2004 农药残留分析样本的采样方法[S].  
NY/T 789—2004 Sampling method of pesticide residue analysis samples [S].
- [7] NY/T 761—2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定[S].  
NY/T 761—2008 Determination of organophosphorus, organochlorine, pyrethroid and carbamate pesticide residues in vegetables and fruits [S].
- [8] 房宁, 李倩, 王海云, 等. 气相色谱-串联质谱法测定植物性食品中 50 种农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(13): 4394-4400.  
FANG N, LI Q, WANG HY, *et al.* Determination of 50 kinds of pesticide residues in plant foods by gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(13): 4394-4400.
- [9] 程雪荣, 孙学文. 试论蔬菜和水果农药残留检测中的质量控制措施[J]. 食品安全导刊, 2018, (21): 83-84.  
CHENG XR, SUN XW. Discussion on the quality control measures in the detection of pesticide residues in vegetables and fruits [J]. *China Food Saf Magaz*, 2018, (21): 83-84.
- [10] ROKNU-AZAM SM, MA HL, XU BG. Efficacy of ultrasound treatment in the removal of pesticide residues from fresh vegetables: A review [J]. *Trends Food Sci Technol*, 2020, 97: 417-432.
- [11] GB 2763—2014 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量[S].  
GB 2763—2014 National food safety standard-Maximum residue limits of pesticides in food [S].
- [12] 舒小桂, 张媚玉, 贺利民. 食品中拟除虫菊酯类农药残留检测前处理技术研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(18): 6157-6164.  
SHU XG, ZHANG MY, HE LM. Research progress on pretreatment technology of pyrethroid pesticide residues in food [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(18): 6157-6164.
- [13] 祝愿, 李俊, 蔡滔, 等. 高效液相色谱-串联质谱法检测茶青中 124 种农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(8): 2317-2329.  
ZHU Y, LI J, CAI T, *et al.* Determination of 124 pesticide residues in tea green by high performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(8): 2317-2329.
- [14] 郭虹, 杨玉竹, 刘闯. 北京市通州区 2007—2008 年部分蔬菜水果中农药残留状况分析[J]. 现代预防医学, 2010, 37(2): 335-338.  
GUO H, YANG YZ, LIU C. analysis of pesticide residue in vegetable and fruits in Tong Zhou district of Beijing from 2007 to 2008 [J]. *Mod Prev Med*, 2010, 37(2): 335-338.
- [15] 陈瑜, 袁新跃, 张培洪, 等. 2012~2016 年杭州市富阳区蔬菜中农药残留监测及分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(12): 5083-5088.  
CHEN Y, YUAN XY, ZHANG PH, *et al.* Monitoring and analysis of pesticide residues in vegetables in Fuyang district of Hangzhou city from 2012 to 2016 [J]. *J Food Saf Qual*, 2016, 7(12): 5083-5088.

(责任编辑: 韩晓红)

## 作者简介



高艳青, 副主任医师, 主要研究方向为疾病预防控制。

E-mail: cd1\_1@163.com