

调查研究

2006 - 2007 年福建省地产茶叶中有机氯农药残留调查

叶雅真 王文伟 朱宝平 贾玉珠 白艳艳 骆和东
(厦门市疾病预防控制中心,福建 厦门 361021)

摘要:目的 了解福建省地产茶叶中有机氯农药残留现状。方法 2006 - 2007 年在福建省主要产茶地随机抽取不同品种茶叶共 72 份,参照 GB/T 5009.19—2003 《食品中六六六、滴滴涕残留量的测定方法》,采用毛细管气相色谱法进行检测。结果 所测 72 份茶叶中,六六六残留量合格率为 95.8%;滴滴涕残留量合格率为 63.9%。六六六的主要残留成分为 γ -HCH,滴滴涕的主要残留成分为 p, p' -DDE。闽南地区的有机氯农药残留远高于闽北地区。结论 福建省地产茶叶中有机氯农药残留状况不容乐观,应引起重视,加强监管。

关键词:茶叶;有机氯农药;残留;六六六;滴滴涕

中图分类号:R135.1 ;S63;S56 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2010)02-0154-05

Investigation on Organochlorine Pesticide Residues in Tea Samples in Fujian from 2006 to 2007

YE Ya-zhen, WANG Wen-wei, ZHU Bao-ping, JIA Yu-zhu, BAI Yan-yan, LUO He-dong
(Xiamen Municipal Center for Disease Control and Prevention, Fujian Xiamen 361021, China)

Abstract: Objective To understand the situation of organochlorine pesticide residues in tea grown in Fujian province. **Method** The contents of HCH and DDT of 72 tea samples randomly collected in Fujian province from 2006 to 2007 were determined by capillary gas chromatography based on the national standard GB/T 5009.19—2003. **Results** The qualified rate for HCH was 95.8% and that for DDT was 63.9%. The major residues of HCH was γ -HCH, while the main residues for DDT was p, p' -DDE. **Conclusion** The status of organochlorine pesticides residues in tea can not be optimistic in Fujian province. Regulating and monitoring organochlorine pesticides residues in tea should be strengthened.

Key words: Tea; Organochlorine Pesticide; Residues; HCH; DDT

茶叶中农药残留问题历来是人们关注的热点,有机氯农药具有化学性质稳定、难氧化、难分解、毒性大的特点,易在环境中长期残留,并通过生物富集和食物链进入动物体和人体,干扰体内正常分泌物的合成、释放、运转、代谢、结合等过程,激活或抑制内分泌系统功能,危害人体健康。有研究表明,有机氯可能引发乳腺癌、胆囊癌、前列腺癌、血液肿瘤等恶性肿瘤^[1]。因此我国国家标准 GB 2763—2005 《食品中农药最大残留限量》中规定茶叶中六六六 ≤ 0.2 mg/kg,滴滴涕 ≤ 0.2 mg/kg^[2]。

为全面了解福建省地产茶叶中有机氯农药残留状况,于 2006 - 2007 年在福建省主要产茶地随机抽取不同品种茶叶 72 份,进行有机氯农药的检测,调查结果如下。

1 材料与方法

1.1 样品来源及种类

2006 - 2007 年,在福建省主要产茶地随机抽取茶叶样本 72 份,主要品种和数量有:武夷岩茶 5 份,工夫红茶 6 份,正山小种 3 份,永春佛手 4 份,乌龙茶 4 份,梅占 5 份,黄金桂 9 份,铁观音 17 份,毛蟹 7 份,本山 12 份。

1.2 主要仪器与试剂

6890 气相色谱仪带电子捕获检测器(美国 Agilent 公司),GM200 研磨仪(德国 Retsch 公司),KQ-300E 型超声波清洗器(昆山市超声仪器公司),Turbovap II 浓缩氮吹仪(美国 Zymark 公司)。

有机氯农药标准溶液(国家标准物质研究中心)。

1.3 测定方法

参照 GB/T 5009.19—2003 《食品中六六六、滴滴涕残留量的测定》第一法^[3],改用毛细管气相色谱法进行检测。

色谱条件:DB-35 毛细管柱 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m,检测器温度 280 $^{\circ}$ C,进样口温度 260 $^{\circ}$ C,柱温:起始 110 $^{\circ}$ C,初始化时间 0.5 min,平衡时间

收稿日期:2009-05-04

基金项目:厦门市卫生局青年创新科研项目(WQK0624)

作者简介:叶雅真 女 硕士生 技师 研究方向为食品卫生理化检验

通信作者:骆和东 男 主任技师 E-mail: luohedong@126.com

0.5 min,以15℃/min升至280℃,保持2.5 min。载气(高纯氮)2 ml/min;尾吹气(高纯氮)20 ml/min;不分流。

1.4 质量控制

所有样品测定均在质量控制下进行,均进行平行分析和回收率测定,控制平行样相对偏差<10%,六六六、滴滴涕的平均回收率分别为85.4%和107.5%,各组分的方法检出限分别为(mg/kg): α -六六六0.0002、 β -六六六0.0003、 γ -六六六0.0006、 δ -六六六0.0003、 p,p' -DDE 0.0024、 p,p' -DDD 0.0147、 o,p' -DDT 0.0027和 p,p' -DDT 0.0178。对检出阳性样品,用GC-MS验证。实验室参加国家认

可委有机氯测定的能力验证,并通过考核,全部合格。

2 结果

2.1 不同品种茶叶中六六六残留水平

所采集的10个品种共72份茶叶中有66份检出六六六,检出范围0.0019~0.5340 mg/kg,平均含量0.0589 mg/kg,合格率为95.8%。其中超过国家限量标准0.2 mg/kg的有3份(见表1)。超标的茶叶品种为来自闽南地区的黄金桂、本山、铁观音各一份,含量最高的为本山茶叶0.534 mg/kg。采用GC-MS对该份茶叶进行确证,检出 α -HCH(见图1)。

表1 不同品种茶叶中六六六残留情况

品种	样品份数	检出份数	检出范围(mg/kg)	平均值(mg/kg)	合格份数	合格率(%)
武夷岩茶	5	4	0.0234~0.0631	0.0338	5	100
工夫红茶	6	6	0.0156~0.1290	0.0432	6	100
正山小种	3	3	0.0199~0.0284	0.0255	3	100
永春佛手	4	4	0.0167~0.1480	0.0563	4	100
乌龙茶	4	2	0.0051~0.0439	0.0122	4	100
梅占	5	4	0.0041~0.0616	0.0303	5	100
黄金桂	9	8	0.0374~0.2220	0.0697	8	88.9
铁观音	17	16	0.0076~0.2150	0.0749	16	94.1
毛蟹	7	7	0.0102~0.0908	0.0490	7	100
本山	12	12	0.0019~0.5340	0.0888	11	91.7
合计	72	66	0.0019~0.5340	0.0589	69	95.8

2.2 不同品种茶叶中滴滴涕残留水平

所采集的10个品种共72份茶叶中有40份检出滴滴涕,检出范围0.0438~19.1 mg/kg,平均含量1.07 mg/kg,合格率为63.9%(见表2)。其中产自闽北的武夷岩茶和正山小种两个品种未检出滴滴

涕。滴滴涕含量较高的为来自安溪蓬莱的黄金桂和安溪金谷的铁观音,分别为19.1 mg/kg和10.9 mg/kg。图2为其中一份铁观音茶叶中检出的 p,p' -DDE组分的质谱图和标准谱图。

2.3 不同农残组分在茶叶中残留情况

表2 不同品种茶叶中滴滴涕残留情况

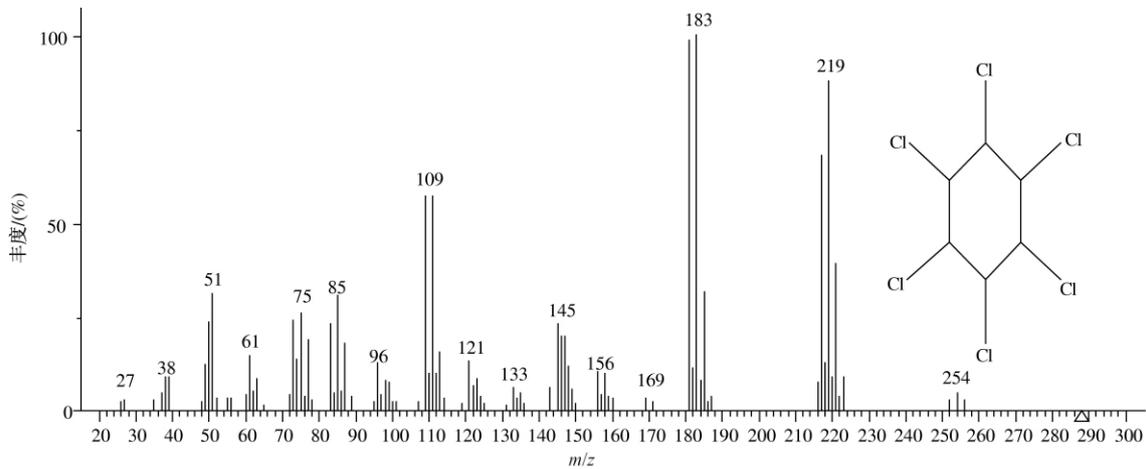
品种	样品份数	检出份数	检出范围(mg/kg)	平均值(mg/kg)	合格份数	合格率(%)
武夷岩茶	5	0	-	-	5	100
工夫红茶	6	3	0.0687~0.154	0.0618	6	100
正山小种	3	0	-	-	3	100
永春佛手	4	4	0.220~6.47	1.98	0	0
乌龙茶	4	2	0.0696~0.124	0.0484	4	100
梅占	5	2	0.525~5.92	1.28	3	60
黄金桂	9	6	1.34~19.1	4.15	3	33.3
铁观音	17	11	0.0438~10.9	0.751	13	76.5
毛蟹	7	3	0.399~0.936	0.274	4	57.2
本山	12	9	0.0721~3.52	0.834	5	41.7
合计	72	40	0.0438~19.1	1.07	46	63.9

注:“-”表示低于检出限。

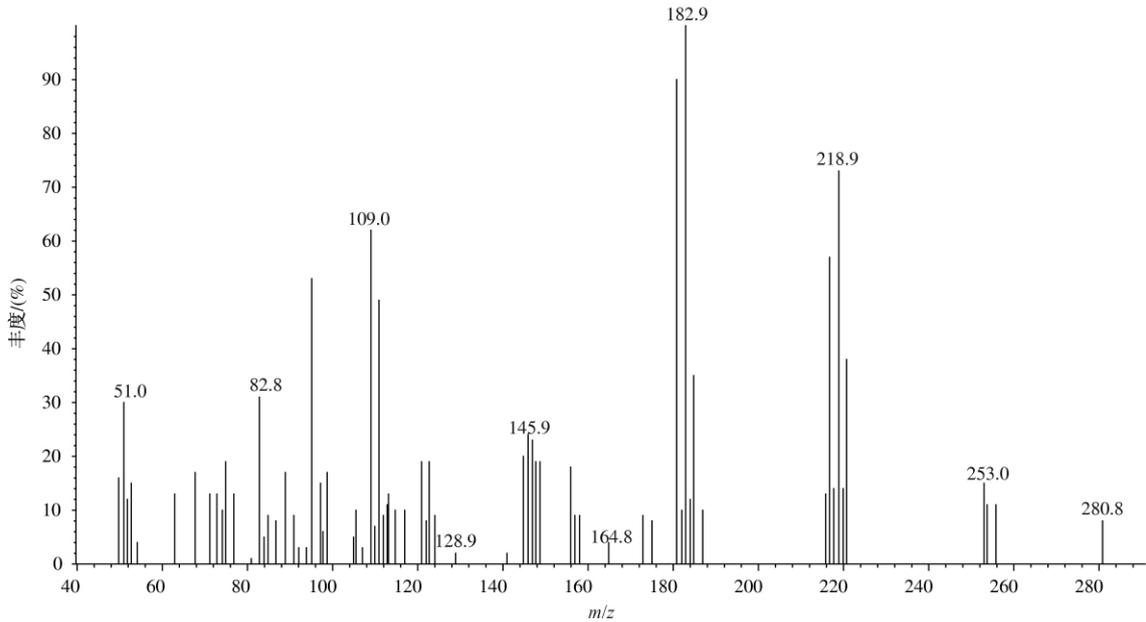
根据不同的农药残留组分划分,在72份茶叶中,六六六4个组分的检出率 γ -HCH> α -HCH> δ -HCH> β -HCH,六六六的残留以 γ -HCH为主;滴滴涕4个组分的检出率 p,p' -DDE> p,p' -DDT> p,p' -DDD> o,p' -DDT,滴滴涕的残留以 p,p' -DDE为主(见表3)。

2.4 不同地区茶叶中有机氯农药残留水平

按产地进行划分来看(见表4),产于闽北地区的茶叶六六六检出与闽南地区相当,但滴滴涕检出远低于闽南地区,而且所检出的六六六和滴滴涕均未超标。产于闽南地区的茶叶六六六和滴滴涕合格率分别为94.8%和55.2%。



α-HCH标准质谱图
扫描 160 (7.265 分): 090828006.D\data.ms



茶叶样品质谱图

图 1 α-HCH 标准和样品质谱图

表 3 茶叶中六六六、滴滴涕各组分残留情况

组分	检出份数	检出范围 (mg/kg)	平均值 (mg/kg)	检出率 (%)
α-HCH	42	0.0006 ~ 0.0343	0.0046	58.3
β-HCH	5	0.0010 ~ 0.0374	0.0009	6.9
γ-HCH	65	0.0049 ~ 0.5125	0.0509	90.3
δ-HCH	23	0.0035 ~ 0.0201	0.0034	31.9
<i>p, p'</i> -DDE	49	0.0029 ~ 5.5274	0.3454	68.1
<i>p, p'</i> -DDD	39	0.0259 ~ 2.5684	0.0974	54.2
<i>o, p'</i> -DDT	37	0.0077 ~ 1.4160	0.0936	51.4
<i>p, p'</i> -DDT	41	0.0228 ~ 13.8292	0.5370	56.9

3 讨论

福建是历史悠久的产茶大省, 乌龙茶集中在泉州和武夷山地区, 尤以安溪铁观音和武夷山岩茶而驰名中外。由于乌龙茶具有良好的保健功效, 越来

越受消费者的青睐, 因而有必要加强茶叶卫生质量监控。本次调查结果显示, 我省茶叶中有机氯残留以滴滴涕为主, 检出合格率 63.9%, 主要残留成分为 *p, p'*-DDE。而六六六残留量的合格率 95.8%, 主要残留成分为 γ-HCH。

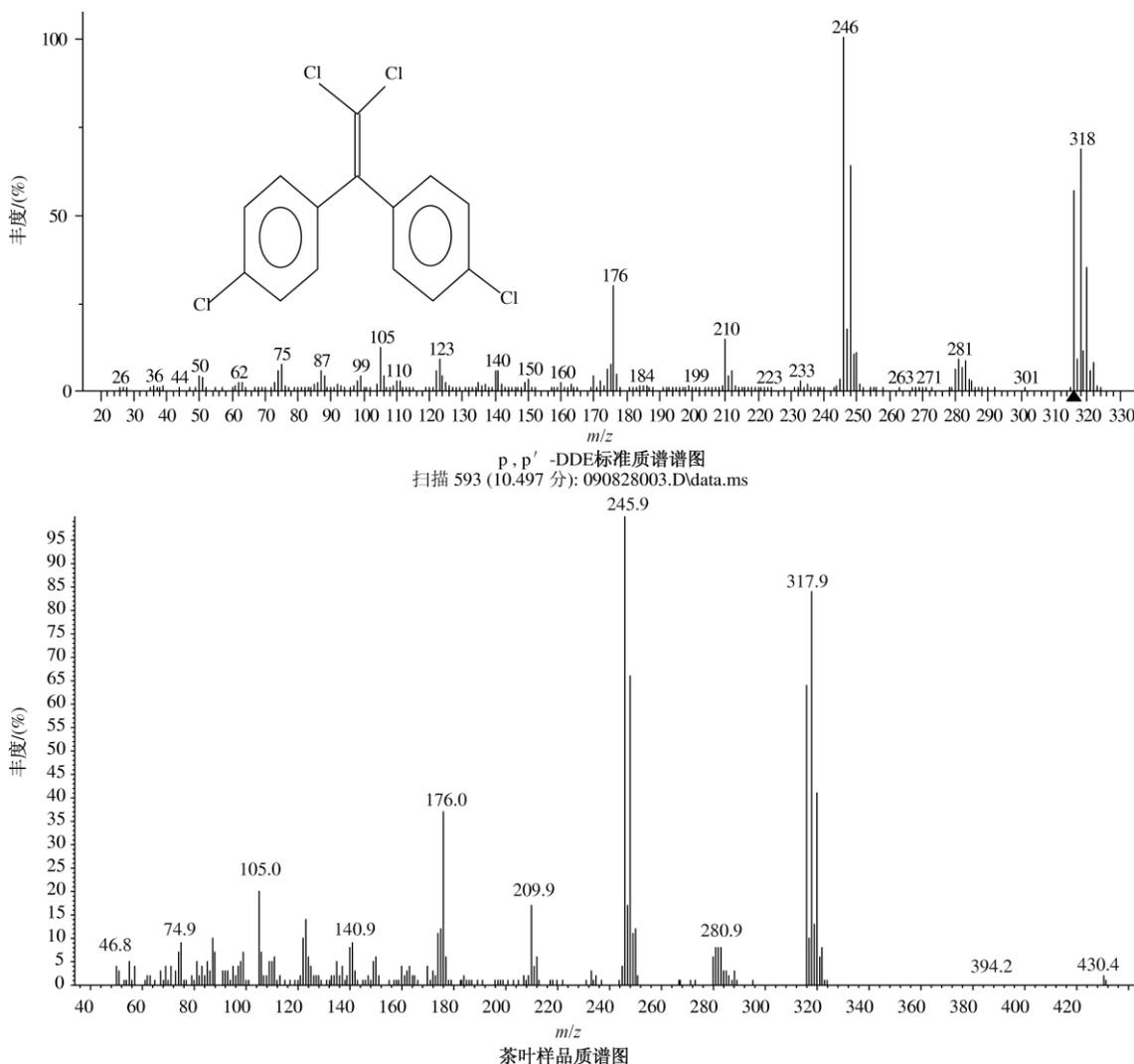


图2 p, p'-DDE 标准和样品质谱图

表4 不同地区茶叶中有机氯农药残留水平

地区	主要品种	样品份数	组分	检出份数	平均值 (mg/kg)	合格份数	合格率 (%)
闽北	武夷岩茶、工夫红茶、正山小种	14	六六六	13	0.0360	14	100
			滴滴涕	3	0.0265	14	100
闽南	永春佛手、乌龙茶、梅占、黄金桂、铁观音、毛蟹、本山	58	六六六	53	0.0644	55	94.8
			滴滴涕	37	1.3200	32	55.2

从地域分布来看,我省南部地区茶叶有机氯农药的检出率和超标率均高于北部地区。这可能与南部地区多高温高湿天气,虫害易生长,喷洒的农药量较多有关。

六六六、滴滴涕对害虫有极强的触杀和胃毒作用,对于各种害虫都有很好的效果,而且价格低廉,因而被广泛使用。但由于它化学性质稳定,不易被生物分解,进入食物链后也不易被破坏,虽然我国早在20世纪70年代末期就禁止使用此类农药,农民也基本不再使用此类农药,但它至今仍在各种环境介质和组织中广泛存在。本次调查结果也发现,在我省不同的产茶区、不同的茶叶品种均有不同程度的有机氯农药检出。茶叶中的六六六主要从土壤中吸收^[4],在喷药过程中,约有80%~90%的农药会

流失到土壤中,在土壤中蓄积。六六六有一定内吸特性,通过根系在吸取水分和营养物质的同时,将农药输送到梢部。滴滴涕无内吸性,通过土壤吸收进入茶叶的可能性很小,造成滴滴涕超标的原因是使用了三氯杀螨醇农药^[5]。三氯杀螨醇含有滴滴涕原液,当茶农使用了该农药时,实际上间接使用了难降解的滴滴涕农药。

加强对茶叶中农药残留的监管,一方面要严格执行农业部发布的农发(1997)11号文件《关于禁止在茶树上使用三氯杀螨醇的通知》;另一方面,改善种植环境,包括土壤、水质等,加强监测,严禁农药残留超标的茶叶进入市场销售。

参考文献

[1] 常娜,袁聚祥. 有机氯农药对人体健康的危害及其研究进展

- [J]. 华北煤炭医学院学报, 2008, 10(2): 174-176.
- [2] 中华人民共和国卫生部. GB 2763—2005 食品中农药最大残留限量[S]. 北京:中国标准出版社, 2005.
- [3] 中华人民共和国卫生部. GB/T 5009.19—2003 食品中六六六、滴滴涕残留量的测定[S]. 北京:中国标准出版社, 2004.
- [4] 沈耘. 自强之后的“烦恼”——我国茶叶农药残留的主要成因[N]. 中国化工报, 2001-03-03.
- [5] 赵道辉, 吴晶文, 倪蕾, 等. 茶叶中三氯杀螨醇、六六六及滴滴涕农药残留量检测与现状分析[J]. 中国卫生检验杂志, 2004, 14(3): 327-328.

调查研究

2008 - 2009 年北京市大兴区食品中镉污染状况分析

赵冬丽 巩俐彤 郭晓宇
(北京市大兴区疾病预防控制中心, 北京 102600)

摘要:目的 了解北京市大兴区部分食品中镉的污染状况。方法 按照 GB/T 5009.15—2003《食品中镉的测定方法》对样品进行前处理,采用石墨炉原子吸收光谱法检测镉含量。结果 2008 - 2009 年共监测 248 件样品,镉的检出率为 74.19%,超标率为 6.45%。结论 大兴区各类食品中都检出镉,说明存在不同程度的污染,需要加强监测。

关键词:食品;镉;污染

中图分类号:R155.55; R135.1 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2010)02-0158-02

Status of Cadmium Pollution in Foods in Daxing District of Beijing from 2008 to 2009

ZHAO Dong-li, GONG Li-tong, GUO Xiao-yu

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

Abstract: Objective To understand the status of cadmium pollution in Daxing district of Beijing and to provide the scientific basis for reducing polluted foods. **Method** The contents of cadmium in foods were determined by graphite furnace atomic absorption spectrometry based on the national standard method GB/T 5009.15—2003. **Results** The positive rate for cadmium in 248 food samples monitored in 2008 - 2009 was 74.2%, and the rate of exceeding standard was 6.45%. **Conclusion** Cadmium pollution was detected in all kinds of foodstuffs in Daxing District. Reinforcing surveillance and controlling food production to protect consumers' health should not be neglected.

Key words: Food; Cadmium; Contamination

重金属是对人类健康威胁最大的十大污染物之一,日本的“痛痛病”就是镉污染粮食引起的慢性中毒。镉对人体毒性很大,是 WHO 确定的优先研究的污染食品的 17 种毒物之一,随食物进入体内的镉大部分蓄积在肾脏和肝脏,摄入过多后,可引起肾脏慢性中毒、高血压和动脉粥样硬化^[1]。

本文通过近两年对北京市大兴区食品中镉进行监测分析,旨在了解其镉污染状况,以控制污染,保证人民群众身体健康。现将结果报告如下。

1 材料与方法

1.1 样品

2008 - 2009 年日常监测的样品和食品污染物监测样品。包括北京市大兴区本地产的粮食、蔬菜、猪肾、奶类和肉类,以及产自其他地区在大兴区市售的菌类和藻类食品,其中菌类食品产地为吉林和黑龙江,藻类食品产地均为福建。

1.2 方法

1.2.1 样品前处理 干燥样品经粉碎成粉末;新鲜果蔬样品用去离子水洗 3 次,晾干表面水分,取可食部分制成匀浆;肉及猪肾类样品取可食部分制成肉糜。

1.2.2 检测方法 镉的检测按照 GB/T 5009.15—2003《食品中镉的测定方法》测定^[2]。

收稿日期:2009-09-27

作者简介:赵冬丽 女 副主任技师 研究方向为原子吸收分光光度法 E-mail: kathy_glt@163.com