

校园果蔬抽检样品前处理技术改进与效率提升

吴凤梅

永德县检验检测所

DOI:10.32629/as.v9i4.3888

[摘要] 云南省临沧市永德县地处滇西南边陲,全县共有各级各类学校120多所,在校学生逾5万名,校园食品安全直接关系到数万家庭的幸福安宁与社会稳定。近年来,该县创新推行食材集中采购统一配送模式,从源头强化风险管控,然而,受制于基层硬件条件与技术能力,前处理工作仍存在诸多短板。本文以永德县校园食品安全保障工作为背景,结合县域实际检测条件与技术能力,系统阐述校园果蔬抽检样品前处理的技术要点,深入剖析当前存在的主要问题,并提出针对性改进与效率提升措施。

[关键词] 校园果树; 抽检样品; 前处理技术; 改进措施

中图分类号: S66 文献标识码: A

Improvement and efficiency enhancement of pre-treatment technology for campus fruit and vegetable sampling samples

Fengmei Wu

Yongde County Inspection and Testing Institute

[Abstract] Yongde County, Lincang City, Yunnan Province is located on the southwestern border of Yunnan Province. There are more than 120 schools of all levels and types in the county, with over 50000 students. Campus food safety directly affects the happiness, peace, and social stability of tens of thousands of families. In recent years, the county has innovatively implemented a centralized procurement and unified distribution model for food ingredients, strengthening risk control from the source. However, due to the hardware conditions and technical capabilities at the grassroots level, there are still many shortcomings in the pre-processing work. This article takes the campus food safety guarantee work in Yongde County as the background, combined with the actual testing conditions and technical capabilities of the county, systematically expounds the technical points of pre-treatment of campus fruit and vegetable sampling samples, deeply analyzes the main problems currently existing, and proposes targeted improvement and efficiency enhancement measures.

[Key words] campus fruit trees; Sampling inspection samples; Pre-processing techniques; improvement measures

近年来,永德县推行“企业采购配送+校园严格验收+食堂规范操作”校园食品安全链条管理模式。样品检测是技术支撑核心环节,而样品前处理主要是对果蔬样品进行粉碎、提取、净化、浓缩,将待测物质分离并转化为适配仪器检测的状态。永德县基层校园果蔬抽检存在样品集中、时效要求高、基质复杂等特点,前处理质量直接影响检测结果准确性与公信力。为此,需总结实践经验,梳理现存问题并完善改进措施,持续提升样品前处理效率与质量。

1 校园果蔬抽检样品前处理技术要点

1.1 样品采集与运输环节

1.1.1 样品采集

永德县校园食材实行集中采购统一配送制度,全县校园专供食材由永德县城镇教育发展有限责任公司等企业统一采购配

送,采样途径一是在企业配送前的库存批次抽检,二是在食材送达校园后的入场验收环节。在采样过程中,须严格遵循随机性和代表性原则,对于叶菜类蔬菜,从不同包装箱或不同部位采集至少3~5个个体,去除明显枯萎、腐烂部分后,取可食用部分混合样品,样品总量不低于3kg;对于果菜类采集数量应不少于5个个体,沿纵轴切取1/4组成混合样;对于当地特色水果采集时注意果实大小、成熟度的均匀性,每个样品不少于6~8个果实。

1.1.2 采样后的运输

所有采集的样品应立即装入洁净的聚乙烯密封袋或广口瓶,粘贴唯一性标识,详细记录样品名称、采样地点、采样时间、采样人、样品批次等信息。对于新鲜果蔬样品,采样后必须迅速放入车载冷藏箱,在4℃左右的低温条件下运输至实验室,尤其夏季常达30℃以上,若运输环节缺乏有效控温,样品中的易降解农

药如有机磷类会在短时间内发生分解,导致检测结果严重偏低。从采样到实验室接收的时间间隔原则上不应超过4小时,特殊情况下最长不得超过8小时^[1]。

1.2 实验室制样

1.2.1 样品接收后登记与状态检查

样品接收后检验人员需核对样品信息与采样记录是否一致,记录样品状态、有无腐烂变质、包装是否完好等情况,对于冷链运输的样品,还应测量样品中心温度,确认是否符合4℃以下的低温要求。

1.2.2 制样前的预处理

叶菜类应先去除枯黄叶片及不可食用的根部,用去离子水快速冲洗表面尘土,然后用洁净纱布或滤纸吸干表面水分,需要注意的是,冲洗时间不宜过长,一般控制在30秒以内,避免水溶性农药的流失。果菜类如番茄、辣椒,应去除果柄,但保留果皮,根茎类如土豆、胡萝卜,需用洁净毛刷轻轻刷洗表面泥土,但不得削皮。

1.2.3 样品切分与匀浆

将预处理后的可食用部分切成1cm×1cm左右的小块,采用四分法缩分至200~300g。缩分后的样品放入组织捣碎机或匀浆机中快速打成匀浆。匀浆操作时要求转速控制在10000~15000R/min,匀浆时间1~2分钟,直至样品呈均匀细腻的糊状,无明显块状物。对于含水量较低的样品如香蕉、芒果,匀浆时可适当加入少量去离子水或缓冲溶液,以提高匀浆效果。

1.2.4 样品分装

匀浆结束之后,样品应该分装于洁净的样品瓶中,一份用于当天检测,其余作为留样冷冻保存于-18℃以下,确保每个检测批次应保留不少于100g的备份样品。整个制样工具在每处理一个样品后必须彻底清洗,先用自来水冲洗,再用去离子水淋洗,最后用丙酮或乙醇擦拭,防止交叉污染。

1.3 提取与净化技术要点

1.3.1 乙腈提取法

乙腈提取法是当前应用最广泛的方法,也是国家标准的推荐方法,操作时准确称取25.0g匀浆样品于250mL具塞锥形瓶中,加入50.0mL乙腈,在均质器上高速均质提取2分钟。对于含水量高的叶菜类,可适当增加提取溶剂比例至1:2.5(样品:溶剂)。提取过程中需确保溶剂与样品充分接触,对于易结块的样品,可加入适量无水硫酸钠帮助分散。在均质提取后,向提取液中加入5~7g氯化钠,立即盖塞剧烈振荡1分钟,使水相与有机相充分分离。盐析后在4℃条件下以4000r/min离心5分钟,使两相彻底分离,对于富含叶绿素的深绿色蔬菜,离心后上清液往往呈现深绿色,提示需要进一步净化。

1.3.2 净化处理

在净化处置过程中常用的方法是固相萃取(SPE)净化技术,其中以氨基固相萃取柱和石墨化碳黑固相萃取柱最为常用。操作时取上述提取上清液10.0mL,在40℃水浴中减压浓缩至近干,加入2.0mL乙腈-甲苯(3:1)溶解残渣,固相萃取柱预先用5.0mL

乙腈-甲苯(3:1)活化,当溶剂液面达到柱吸附层表面时,加入样品溶液,控制流速在1.0mL/min以内,用25mL离心瓶收集全部流出液,再用10mL乙腈-甲苯(3:1)淋洗固相萃取柱,合并收集液。

1.3.3 QuEChERS方法

除了乙腈提取方法之外,QuEChERS方法作为近年来快速发展的前处理技术,在永德县基层检测机构具有推广应用价值。操作过程中需要准确称取10.0g匀浆样品于50mL离心管中,加入10.0mL乙腈,剧烈振荡1分钟,然后加入4.0g无水硫酸镁、1.0g氯化钠、1.0g柠檬酸钠、0.5g柠檬酸氢二钠,立即剧烈振荡1分钟防止结块;以4000r/min离心5分钟;取上清液6.0mL转移至含900mg无水硫酸镁、150mgN-丙基乙二胺(PSA)吸附剂的净化管中,涡旋混合1分钟,离心后取上清液分析。该方法操作简便、试剂用量少、处理速度快,单个样品前处理时间可控制在20分钟以内^[2]。

1.4 浓缩与定容技术要点

1.4.1 旋转蒸发浓缩与氮吹浓缩

将净化收集液转移至250mL鸡心瓶中,在40℃水浴条件下减压浓缩,水浴温度严格控制在40℃以下,旋转蒸发仪的真空度通常控制在0.08~0.09MPa之间,转速为60~100R/min,当溶液浓缩至约1mL时,停止浓缩,用氮气轻轻吹干或继续旋转蒸发至近干;氮吹浓缩适用于小体积样品的精细浓缩,将样品转移至10mL具塞刻度试管中,置于40℃水浴的氮吹仪上,用细弱的氮气流吹扫液面,使溶剂匀速挥发,吹至近干(管底留有约0.2mL液体)即可停止。

1.4.2 定容与复溶

定容操作过程中需要向浓缩后的样品中加入1.0mL或2.0mL的初始流动相或丙酮、正己烷等溶剂,盖塞后充分涡旋震荡,使管壁残留物完全溶解。对于气相色谱分析的样品,常用丙酮或正己烷定容,对于液相色谱分析的样品,常用甲醇或乙腈-水混合溶液定容。定容后的样品经0.22μm有机相滤膜过滤至进样小瓶中,等待上机检测^[3]。

2 永德县校园果蔬抽检样品前处理存在的主要问题

2.1 硬件设施与设备配置不足

永德县作为边疆欠发达地区,检测机构硬件条件薄弱,承担校园食品抽检任务的机构普遍存在设备老化、配置不全问题。在前处理核心设备方面,多数实验室仍在用单通道手动固相萃取装置,无法实现多个样品的同时处理,批量处理能力严重受限。除此之外关键辅助设备缺失问题尤为突出,部分学校快检室缺乏低温冷藏离心机,盐析离心分离只能在普通离心机上进行,无法有效控制离心过程中样品的温度升高,导致热敏性农药损失。超纯水系统制水能力不足,在多个实验室同时用水时,出水水质下降,影响提取液的配制准确性。运输环节的冷链设施配备存在盲区,从采样现场到实验室的运输过程中,部分学校使用普通保温箱加冰袋的方式,保温时间难以超过2小时,超过运输距离较远的乡镇学校,样品运抵实验室时温度已接近室温,严重影响样品原始状态。

2.2 技术规范执行不到位

基层检测人员技术水平的参差不齐直接导致前处理操作的不规范。部分检测人员为追求速度, 随意减少样品称样量, 将标准要求的25.0g减少至15~20g, 且使用未经校准的电子天平, 导致检测结果的代表性下降, 匀浆操作期间还存在匀浆时间控制不一的问题, 有的为求彻底匀浆而过度延长匀浆时间, 造成样品温度升高, 农药降解加速, 有的则匀浆不充分, 样品颗粒过大, 部分样品在匀浆后未及时检测或冷冻保存, 在室温下放置数小时, 农药降解严重。留样管理不规范, 标签脱落、模糊不清现象时有发生, 一旦出现检测结果异常需复检时, 无法准确定位留样样品。

2.3 样品基质复杂性应对能力薄弱

永德县特色农产品如芒果、火龙果、紫甘蓝等色素含量极高, 采用常规的乙腈提取-氨基固相萃取柱净化, 往往无法彻底去除色素。深色色素进入检测系统会污染进样口、色谱柱, 导致色谱峰拖尾、基线漂移, 严重时可使色谱柱性能不可逆下降。高糖分样如芒果、荔枝、龙眼等热带水果在提取过程中糖类物质与乙腈形成黏稠状溶液, 盐析离心后分层困难, 部分糖类进入有机相, 在浓缩阶段焦化并包裹待测农药, 造成回收率严重偏低。此外, 叶菜类含水量高达90%以上, 提取溶剂会被样品中的水稀释, 导致提取液极性变化, 影响非极性农药的提取效率, 而芒果、香蕉等低含水量样品, 提取时溶剂渗透困难, 需额外加水浸润或延长提取时间。

3 改进与效率提升措施

3.1 优化前处理流程与方法参数

针对不同果蔬基质特性建立差异化的前处理方案, 是提升检测质量的核心举措, 其中对于叶菜类样品, 采用改进的QuEChERS方法, 在提取溶剂乙腈中加入1%乙酸, 提高酸性农药的提取效率, 净化管中除常规PSA和无水硫酸镁外, 加入适量石墨化碳黑去除叶绿素, 加入量25~50mg, 离心参数调整为4℃、5000r/min离心8分钟, 确保糖类、蛋白质充分沉淀; 对于热带水果类样品, 提取时按样品:水=2:1的比例预先加入去离子水浸润10分钟, 再行乙腈提取, 提高提取溶剂渗透性, 净化时增加PSA用量至200mg以上, 同时加入C18吸附剂去除脂溶性干扰物, 浓缩阶段严格控制水浴温度不超过35℃, 氮吹至近干后立即定容, 避免干燥停留时间过长。针对芒果等高糖样品, 可借鉴优化实验研究成果, 采用消化炉辅助前处理方法, 设置消化温度200℃、消化时间40分钟、硝酸用量6mL、称样量1.5g的参数组合, 可使敌敌畏、氯氰菊酯等目标农药回收率稳定在92%~96%, 相对标准偏差小于2%, 试剂用量减少20%以上, 单样处理时间从60分钟缩短至40分钟。而对于高色素样品, 还可以借鉴新型吸附材料的应用成果,

采用比表面积不小于1500m²/g的氮化硼纳米片作为QuEChERS吸附固定相, 能够有效去除色素及中弱极性干扰物, 净化效果显著优于传统吸附剂, 且对200种以上农药残留具有良好的回收率(70%~125%)。

3.2 引入自动化前处理设备

自动化是解决前处理效率瓶颈的根本途径, 有条件的可以优先配置自动均质仪和自动氮吹浓缩仪, 利用自动均质仪可同时对处理8~12个样品, 均质时间、转速程序化控制, 消除人工操作差异, 单批次处理时间缩短50%以上。自动氮吹浓缩仪配备48位样品架, 每个样品独立控制气流, 浓缩终点自动报警, 大幅减轻人工负荷。对于县级中心实验室还可以考虑引入全自动固相萃取系统, 自动完成固相萃取柱活化、上样、淋洗、洗脱全过程, 单批次处理12个样品仅需1.5小时, 较手工操作效率提升3倍以上。

3.3 加强人员技能培训与质量控制

针对永德县基层检测人员技术能力现状, 应建立多层次、常态化培训机制, 在培训内容制定过程中, 应该从单纯的操作技能扩展到方法原理与问题诊断, 除标准化操作流程培训外, 还应讲解不同农药的理化性质、基质干扰的形成机制、常见问题的排查方法等理论内容, 使操作人员不仅知其然更知其所以然。要求每批次样品前处理应设置空白样品、加标样品、质控样品和平行样品, 保证空白样品回收率控制在70%~120%之间为合格, 平行样品不少于样品总数的10%, 用于监控操作精密度, 相对偏差应小于15%。

4 结语

校园果蔬抽检样品前处理是保证检测结果准确可靠的关键, 兼具技术性、经验性与规范性。针对当前存在的硬件薄弱、技术不足、效率偏低等问题, 需从优化方法、完善设备、加强培训、健全质控、推进区域协作等方面综合发力, 推动样品前处理工作向高效、精准、安全方向提升。

[参考文献]

- [1]郝莉花, 巩凡, 乔青青, 等. 食品安全抽检环节芹菜中10种有机磷农药的残留降解规律研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2022, 13(2): 620-627.
- [2]郑伟. 果蔬中农药残留检测样品前处理技术研究进展[J]. 四川化工, 2021, 24(4): 1-3.
- [3]陈玲珑, 陈晶, 刘蓓蓓, 等. 菠菜中对硫磷残留酶联免疫分析方法的前处理方法改进[J]. 中国蔬菜, 2025, (12): 159-164.

作者简介:

吴凤梅(1976--), 女, 汉族, 云南永德人, 本科, 农艺师, 研究方向: 农产品质量安全检验检测。