

自动化技术在中药材农药残留检测样品前处理中的应用

徐影 吕洪亮 陈锐锋 陈忠文 *

华润三九医药股份有限公司

摘要: 样品前处理是中药材农药残留检测的重要环节,是实现农药残留准确检测和中药材质量控制的关键。传统人工检验效率低,将自动化技术应用到农药残留检测样品前处理流程,可显著提升农药残留检测效率。从自动化技术在农药残留检测样品前处理中的应用情况及存在的问题进行论述,提出农药残留检测样品前处理自动化的深化应用思路,以期为提高农药残留检测样品前处理自动化技术水平,促进中药行业实验室检测自动化发展提供参考。

关键词: 中药材;农药残留;样品前处理;自动化技术

中药材主要来源于人工种植,在种植过程中农药施用过量或不规范,常导致中药材农药残留超标^[1]。中药材中农药残留超标会影响人体健康和中药材质量,为保障中药材使用安全和中药材产品质量,对中药材农药残留量进行检测控制具有重要意义,而中药材农药残留检测样品的前处理操作是农药残留检测的关键步骤,直接影响农药残留检测的高效和准确性^[2-3]。通过分析当前农药残留检测样品的传统和新型前处理方法的利弊,结合自动化技术在中药材农药残留检测样品前处理中的应用发展情况,探索自动化技术的进一步深化应用,以提升农药残留样品前处理效率、准确性和可追溯性。

1 中药材中农药残留的来源及危害

中药材中农药残留主要来源于直

接和间接污染。一方面,种植过程常需使用农药以调节植物生长和防御病虫害,从而引起农药对中药材的直接污染。另一方面,土壤、空气和水源等环境中存在的农药残留成分,以及中药材采摘、运输、加工、贮存过程中带入的农药成分,则会对中药材造成间接污染^[4-5]。当人体服用农药残留超标的中药材或它制成的中成药时,可导致肝脏、肾脏损伤和神经系统紊乱,如长期服用还可导致慢性中毒、致癌、基因突变等健康问题^[6]。此外,中药材农药残留还可与中药材有效成分发生化学反应,改变其化学结构,对中药材性状和内在质量产生影响,进而影响中药材有效性^[7]。

2 中药材中农药残留检测样品前处理的重要性

为保证中药材质量和安全,对中药材进行农药残留检测就显得尤为重要。中药材农药残留检测包括样品采集、样品前处理、分析检测以及数据处理与报告结果4个步骤。其中,样品前处理占据整个检验过程的约70%时间,

样品前处理的快慢和好坏会直接影响农药残留检测的效率和准确性^[8],而且,中药材基质多为固体,且包含色素、杂质等干扰成分,需要在前处理进行充分的净化除杂,以保证检测结果的准确。因此,做好农药残留检测样品前处理,建立可操作性强、快速、高效、准确的样品前处理方法,是完成中药材农药残留检测和中药材质量控制的关键^[9]。

3 中药材中农药残留检测样品前处理方法及存在的问题

中药材农药残留检测主要有薄层色谱法、气相色谱法、高效液相色谱法以及气相色谱-质谱联用、液相色谱-质谱联用等检测方法^[10-11]。对应的前处理方法,2020版药典^[12]归纳总结了植物类药材及饮片的3套前处理方法,包括直接提取法、快速样品处理法(QuEChERS法)、固相萃取法。黄捷等^[13]则归纳总结了中药材农药残留样品前处理常用提取方法包括振荡法、超声波提取法、索氏提取法、匀浆萃取法、

作者简介:通信作者陈忠文,助理工程师,研究方向为质量控制及自动化检验。

分散固相萃取法 (MSPD)、加速溶剂萃取法 (ASE), 净化方法主要包括磺化法、液-液分配法、吸附柱色谱法、固相萃取法 (SPE)、凝胶渗透色谱法 (GPC) 等。

这些传统常用的样品前处理方法可满足不同类型中药材的提取和净化需要, 回收率能达到检验要求。这些传统样品前处理方法自动化程度和检验效率比较低, 虽使用了涡旋振荡器、索式提取器、超声仪、均质器、固相萃取仪、微波辅助设备等自动化设备, 但仅作为辅助设备, 相应检验操作还是以人工操作为主, 并需要人工进行溶剂收集和转移^[14-15]。此外, 农药残留检测样品前处理因涉及均质、离心、加盐、加均质子、平行浓缩、固相萃取、加标、配标等多个复杂的提取、净化操作, 并需依据根、茎、叶、花等不同部位及含糖、挥发油、色素的多少对应采取不同处理方法^[16-17], 检验复杂繁琐, 容易出错。而传统前处理检验过程缺少过程追溯, 出现操作异常需要等到检验结果计算出来后才能往前追溯, 影响检验效率和准确性。

4 自动化技术在中药材农药残留检测样品前处理中的深化应用策略

针对传统常用前处理方法存在的问题, 通过自动化设备替代人工完成样品前处理操作的新型前处理方法正逐渐被应用。如温艳鸿等^[18]联合福建厦门睿科集团有限公司开发的全自动 QuEChERS 样品前处理平台, 集成了样品管理、开关盖、液体处理、加盐、垂直振荡、离心、水浴、涡旋等多个功能模块, 将 QuEChERS 法操作流程实现了全流程自动化检验操作, 处理效率相比人工提升了 200%。因此, 为进一步提升中药材农药残留检测样品前处理效率、准确性和可追溯性, 可在当前全自动样品前处理平台应用基础上, 借助

自动化技术深化应用, 创新设计检验流程和开发软硬件, 进一步提升自动化程度, 并满足过程追溯要求, 解决传统前处理方法存在的问题。

4.1 农药残留检测样品前处理自动化检验流程设计

农药残留检测通常从样品送检到收样、称量检验, 然后进行农药残留提取、浓缩和净化等前处理操作。在自动化设备机台设计时, 创新设计检验流程, 将检验流程靠前操作步骤涉及的模块放在前面, 靠后的操作模块放在后面, 并对机台进行流水线式布局, 避免样品在机台不同区域来回传递穿插, 实现自动化检验流程的精益化。在机台之间及机台各区域之间, 则利用 AGV 协作机器人和机械臂来进行物料转运及抓取, 使检验各功能模块高效对接。通过创新设计检验流程, 充分发挥自动化技术优势, 使检验效率更高。

4.2 农药残留检测样品前处理自动化检验设备开发设计

农药残留检验样品前处理包括直接提取法、QuEChERS 法、固相萃取法 (1 法、2 法、3 法) 等不同的前处理方法。因此相应设计 A、B、C 三个功能区, 其中 A 区设计为液体处理区域, 包括溶液抽液、溶液排液、倾倒、超声冷却、定容、称量、震荡、除水、加盐、加均质子、涡旋、均质、3 轴机械手、开关盖等模块, 完成样品的加液、均质等主要的液体处理操作。B 区设计为离心及物料传输功能区域, 包括离心、6 轴机械手、横移传送等模块, 完成样品溶液的离心净化操作。C 区设计为样品提取区域, 包括平行浓缩、溶液排废、溶液抽液、震荡、分取、涡旋、氮吹、固相萃取、过滤、配标、3 轴机械手等模块, 完成样品的农药残留成分的浓缩、萃取等提取操作。在三个区域之间设计 3 轴和 6 轴机械手进行物料传递, 并配套震荡、排废液、

开关盖等辅助功能模块, 以实现三种农药残留样品前处理方法的自动化操作。通过自动化设备硬件的开发, 让机器替代人工完成检验操作, 提升自动化程度。

4.3 农药残留检测样品前处理自动化中控系统软件开发设计

在软件方面, 为实现控制调度自动化设备和 AGV 运行, 设计开发中控系统软件管理自动化设备。通过中控系统软件, 让中控系统对接自动化设备各功能模块, 控制机台上功能模块 PLC 并下发执行指令, 实现自动化设备的自动化检验操作。同时, 设计开发权限管理、电子签名、备份还原等软件功能, 确保数据的准确、可靠和可追溯, 进而实现对整个检验过程的审计追踪。

5 讨论及展望

5.1 农药残留检测样品前处理检验自动化技术讨论及展望

综上所述, 自动化技术应用到农药残留检测样品前处理的提取、浓缩和净化及物料转运过程, 可显著提升检验效率。以此类推, 在纵向应用层面, 通过 AGV 协作机器人直接将自动化设备处理好的装有待测溶液的色谱瓶转到液质、气质等大型检验仪器的进样盘, 由中控系统控制液质、气质软件执行自动检验, 从而实现农药残留样品上机检验自动化操作。在横向应用层面, 通过农药残留检测样品前处理检验自动化建设积累的建设经验, 建设开发实验室理化检测样品前处理检验自动化、实验室称量自动化、实验室微生物检测样品前处理检验自动化、实验室高温检验自动化等各种实验室自动化检验应用场景, 从而大幅提升实验室自动化检验能力, 实现降本增效, 提升企业经济效益。

5.2 实验室检验自动化技术讨论及展望

随着自动化、信息化技术的发展, 以及人口老龄化的到来, 由机器替代



We are **E-Pharma**
sanitary heat exchanger
supplier

我们是 **意发玛**
卫生级换热器提供商

Your good **Partner**
良好的 **合作伙伴**

Specialized, Focus, Try for the Best
专业、专注、精益求精



Web: www.epharmatech.com
E-mail: info@epharmatech.com
Tel: +86-21-32503721 32503722
No.39, Xinjin Road Qingpu District, Shanghai, PRC
中国·上海市青浦区新金路39号

广告

人工进行转运和检验操作,进而实现QC实验室检验的自动化和全流程可追溯,具有越来越重要的经济和社会效益。但是,以仿照人工检验流程,集成人工检验使用的单机设备进行自动化设备开发,虽能很好地满足法规和监管要求,却限制了自动化设备检验流程的创新开发。而且,当前整套全自动检验设备开发成本还是太高,无法大规模应用普及这些全自动检验设备。亟需通过规模化、流程化的自动化设备生产,降低自动化设备生产成本,普及应用实验室整套全自动化前处理检验设备,并通过制订针对实验室自动化设备检验操作的法规和标准,以适配自动化设备操作完成实验室检验,从而提升实验室检验自动化开发空间,进而提升整个制药行业实验室检验自动化水平。

参考文献:

- [1] 彭彬,谢月亮,尹丽.中药材农药残留检测技术现状与前景[J].农业工程,2024,14(05):108-115.
- [2] 张冷思,裔群英,侯莉莉,等.农药残留检测前处理技术的应用与展望[J].农业科技与信息,2019,(19)76-77+79.
- [3] 傅小红.食品农药残留检测中的样品前处理技术研究[J].食品安全导刊,2022,(29):156-158.
- [4] 田海燕,王春雷,翟利然.中药材中农药残留现状及其应对策略[J].化工管理,2022,(34):59-61.
- [5] 李明辰,季宇彬,郎朗.中药中农药残留的研究现状[J].黑龙江科技信息,2016,(02):231-232.
- [6] 吴红进.食品中化学农药污染与残留的防治研究[J].食品安全导刊,2023,(11):23-25.
- [7] 苗水,毛秀红,恒,等.中药中农药残留防控的现状与建议[J].中国食品药品监管,2022,(03):96-103.
- [8] 黄柳芳.食品中农药残留检测的样品前处理技术研究[J].食品安全导刊,2023,(05):142-144.
- [9] 刘佳悦,徐军,董丰收,等.中草药中禁限用农药残留限量标准及分析方法研究进展[J].现代农药,2020,19(05):1-8+35.
- [10] 吴振廷,王春颖,朱琳,等.中药材农药残留成分检测方法研究进展[J].内蒙古林业科技,2023,49(01):60-64.
- [11] 雷豆豆,宋鹏悦,徐青斌,等.色谱及联用技术在中药材农药残留检测中的应用进展[J].分析试验室,1-15[2024-08-12].
- [12] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:2020版[M].北京.中国医药科技出版社,2020:275-276.
- [13] 黄捷,马双成.中药农药残留检测中前处理方法的应用现状及展望[J].中国药师,2011,14(07):1036-1039.
- [14] 庞文月.食品中农药残留检测前处理技术研究进展[J].食品安全导刊,2018,(09):102.
- [15] 刘霞.农药残留检测中样品前处理技术[J].食品安全导刊,2021,(19):89-90.
- [16] 袁华杨,杜蕾,胡贤锋,等.中药材农药残留检测技术研究现状及展望[J].现代农业科技,2024,(16):132-135+148.
- [17] 杜玲玲,王小东,冯华,等.GC-MS/MS测定8种中药材中31种农药残留[J].中成药,2024,46(05):1734-1739.
- [18] 翁艳鸿,李艳萍,巫鑫城,等.全自动样品前处理技术在中药禁用农药残留检测中应用[J].药学研究,2023,42(05):313-320+329.