

KJ

食 品 快 速 检 测 方 法

KJ 202505

蔬菜水果中啶虫脒的快速检测 胶体金免疫层析法

2025-11-13 发布

国家市场监督管理总局 发布

蔬菜水果中啶虫脒的快速检测 胶体金免疫层析法

1 范围

本方法规定了蔬菜水果中啶虫脒的胶体金免疫层析快速检测方法。

本方法适用于叶菜类(普通白菜、大白菜、芹菜、菠菜、茎用莴苣叶)、茄果类(辣椒)、瓜类(节瓜、黄瓜)、豆类(豇豆)、鳞茎类(韭菜)、仁果类(苹果、梨)、热带和亚热带类水果(香蕉)、瓜果类(西瓜)、柑橘类(柑、橘、橙)等蔬菜水果中啶虫脒的快速定性检测。其他基质类别可根据本方法或试剂盒产品说明书参照执行。

2 原理

本方法采用竞争抑制免疫层析原理。试样中的啶虫脒经提取后与胶体金标记的特异性抗体结合,抑制了抗体和检测线(T线)上抗原的结合,从而导致检测线颜色深浅的变化,通过检测线(T线)与控制线(C线)颜色深浅比较,对试样中啶虫脒进行定性判定。

3 试剂和材料

除另有规定外,本方法所用试剂均为分析纯,水为GB/T 6682规定的三级水。

3.1 试剂

- 3.1.1 甲醇(CH_3OH)。
- 3.1.2 氯化钠(NaCl)。
- 3.1.3 十二水合磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)。
- 3.1.4 二水合磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。
- 3.1.5 吐温-20($\text{C}_{58}\text{H}_{114}\text{O}_{26}$)。

3.2 试剂配制

提取液(磷酸盐缓冲液):称取9 g氯化钠(3.1.2)、2.90 g十二水合磷酸氢二钠(3.1.3)、0.30 g二水合磷酸二氢钠(3.1.4),加入0.5 mL吐温-20(3.1.5),用水溶解并定容至1 000 mL。

3.3 标准品

啶虫脒($\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{ClN}_4$,CAS号:135410-20-7);纯度 $\geqslant 98\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

3.4 标准溶液的配制

3.4.1 啶虫脒标准储备液(1.0 mg/mL):准确称取啶虫脒标准品(3.3)10 mg,用甲醇(3.1.1)溶解后,全部转移至10 mL容量瓶中,定容至刻度,配制成质量浓度为1.0 mg/mL的标准储备液。 -18°C 及以下避光保存,有效期12个月。

3.4.2 喹虫脒标准工作液($10 \mu\text{g}/\text{mL}$)：准确移取喹虫脒标准储备液(3.4.1)1.0 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇(3.1.1)定容至刻度,配制成质量浓度为 $10 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的喹虫脒标准工作液。 -18°C 及以下避光保存,有效期 1 个月。

3.4.3 标准溶液为外部获取时,管理及使用应符合相关规定。

3.5 材料

喹虫脒胶体金免疫层析试剂盒:包含胶体金检测卡或试纸条及配套的试剂。

4 仪器和设备

4.1 电子天平:感量分别为 0.01 g 和 0.000 1 g。

4.2 组织捣碎机。

4.3 移液器:量程为 20 μL 、100 μL 、200 μL 、1 mL 和 5 mL。

4.4 涡旋混合器。

4.5 离心机:转速 $\geq 4000 \text{ r}/\text{min}$ 。

4.6 胶体金读数仪(可选)。

5 环境条件

温度 $4^\circ\text{C} \sim 35^\circ\text{C}$,或依据产品说明书规定的温度进行试验。

6 分析步骤

6.1 试样制备

参考 GB 2763—2021《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》表 A.1 测定部位进行取样,样品应不少于 200 g;取样后将其切碎,充分混匀,分为两份分别装入洁净容器作为试样和留样,密封,标记。留样置于 -18°C 及以下保存。或根据试剂盒产品说明书要求,满足现场快检要求即可。

6.2 试样的提取

准确称取试样 1 g(精确至 0.01 g)置于 15 mL 聚丙烯离心管中,加入 5 mL 试样提取液(3.2),涡旋提取 1 min,静置分层或 $4000 \text{ r}/\text{min}$ 离心 3 min,上清液即为试样液。不同基质试样液按表 1 进行稀释,即得待测液。

表 1 不同基质稀释方式

基质名称	稀释方式	检出限 mg/kg
辣椒、西瓜、节瓜	100 μL 试样液 + 300 μL 试样提取液(3.2)	0.2
豇豆	125 μL 试样液 + 875 μL 试样提取液(3.2)	0.4
柑、橘、橙	100 μL 试样液 + 900 μL 试样提取液(3.2)	0.5
苹果	62.5 μL 试样液 + 937.5 μL 试样提取液(3.2)	0.8
普通白菜、大白菜、黄瓜	50 μL 试样液 + 950 μL 试样提取液(3.2)	1

表 1 不同基质稀释方式 (续)

基质名称	稀释方式	检出限 mg/kg
韭菜、梨	25 μ L 试样液 + 975 μ L 试样提取液(3.2)	2
芹菜、香蕉	10 μ L 试样液 + 590 μ L 试样提取液(3.2)	3
菠菜、茎用莴苣叶	10 μ L 试样液 + 990 μ L 试样提取液(3.2)	5

注：表中数据为推荐的稀释比例，实际操作中可按照试剂盒说明书操作。

6.3 测定步骤

测试前，将检测卡取出恢复至室温。移取上述待检液 100 μ L 于检测卡加样孔中开始计时，在滴加样品后 5 min~10 min 内判读结果，其他时间结果判读无效。

注：加样时避免产生泡沫和气泡。检测卡(或试纸条)具体检测步骤可按照试剂盒说明书操作。

6.4 质控试验

6.4.1 通则

每批样品应同时进行空白试验和加标质控试验。

6.4.2 空白试验

不称取试样，按照 6.2 和 6.3 与试样同法操作。

6.4.3 加标质控试验

准确称取试样 1 g(精确至 0.01 g)置于 15 mL 聚丙烯离心管中，加入适量啶虫脒标准工作液(3.4.2)，使啶虫脒浓度达到表 2 的要求，静置 30 min，按照 6.2 和 6.3 与试样同法操作。

表 2 不同基质加标含量要求

基质名称	啶虫脒标准工作液加入量 μ L	加标含量 mg/kg
辣椒、西瓜、节瓜	20	0.2
豇豆	40	0.4
柑、橘、橙	50	0.5
苹果	80	0.8
普通白菜、大白菜、黄瓜	100	1
韭菜、梨	200	2
芹菜、香蕉	300	3
菠菜、茎用莴苣叶	500	5

7 结果表示

7.1 通则

通过对比控制线(C线)和检测线(T线)的颜色深浅进行结果判定。目视结果示意图见图1。必要时也可使用胶体金试纸条读卡仪判读,读卡仪的具体操作与判读原则参照读卡仪的使用说明书。

7.2 目视法结果判定

7.2.1 无效结果

控制线(C线)不显色,无论检测线(T线)是否显色,均表示试验结果无效。

7.2.2 阴性结果

控制线(C线)显色,若检测线(T线)颜色深于或等于控制线(C线),表示试样中不含待测组分或其含量低于方法检出限,视为阴性。

7.2.3 阳性结果

控制线(C线)显色,若检测线(T线)不显色或颜色浅于控制线(C线),表示试样中含有待测组分且其含量高于方法检出限,视为阳性。

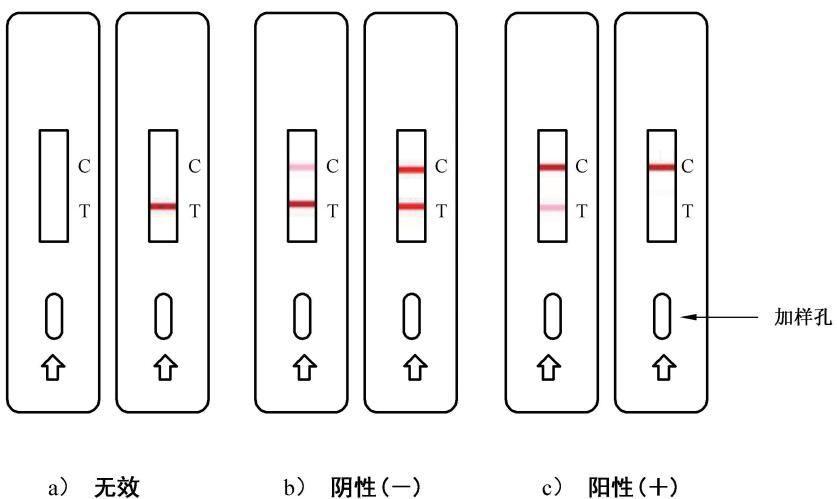


图1 目视判定示意图

7.3 质控试验结果

空白试验测定结果应为阴性,加标质控试验测定结果应为阳性。

8 结论

当检测结果为阳性时,应采用参比方法对结果进行确证。

9 性能指标

9.1 检出限:辣椒、西瓜、节瓜为 0.2 mg/kg;豇豆为 0.4 mg/kg;柑、橘、橙为 0.5 mg/kg;苹果为 0.8 mg/kg;

普通白菜、大白菜、黄瓜为 1 mg/kg;韭菜、梨为 2 mg/kg;芹菜、香蕉为 3 mg/kg;菠菜、茎用莴苣叶为 5 mg/kg。

9.2 灵敏度: $\geq 96\%$ 。

9.3 特异性: $\geq 90\%$ 。

9.4 交叉反应率: 本方法中啶虫脒与氯噻啉的交叉反应率为 6.7%;与噻虫胺的交叉反应率为 4%;与环氧虫啶的交叉反应率为 2%;与呋虫胺、哌虫啶、噻虫嗪、吡虫啉、烯啶虫胺、多菌灵、吡唑醚菌酯的交叉反应率 $<0.1\%$ 。

9.5 假阴性率: $\leq 4\%$ 。

9.6 假阳性率: $\leq 10\%$ 。

10 其他

本方法所述试剂、试剂盒信息及操作步骤是为给方法使用者提供方便,在使用本方法时不作限定。方法使用者在使用替代试剂、试剂盒或操作步骤前,应对其进行考察,应满足本方法规定的各项性能指标。

本方法参比标准为 GB 23200.121—2021《食品安全国家标准 植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》。

本方法起草单位:四川省食品检验研究院(李澍才、余晓琴、刘娜、黄璐瑶、杨诗嘉、郑海峰、黄丽娟、高珊珊)。