

KJ

食 品 快 速 检 测 方 法

KJ 202507

蔬菜水果中氯吡脲的快速检测 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

蔬菜水果中氯吡脲的快速检测 胶体金免疫层析法

1 范围

本方法规定了蔬菜水果中氯吡脲的胶体金免疫层析快速检测方法。

本方法适用于黄瓜、橙、枇杷、葡萄、猕猴桃、西瓜、甜瓜类水果(包括薄皮甜瓜、网纹甜瓜、哈密瓜、白兰瓜、香瓜等)中氯吡脲的快速定性测定。

2 原理

本方法采用竞争抑制免疫层析原理。样品中的氯吡脲经提取后与胶体金标记的特异性抗体结合,抑制抗体和试纸条中检测线(T线)上抗原的结合,从而产生检测线颜色深浅的变化,通过检测线与控制线(C线)颜色深浅比较,对样品中氯吡脲进行定性判定。

3 试剂与材料

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 乙腈(CH_3CN)。

3.1.2 十二水磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)。

3.1.3 二水磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

3.2 试剂配制

样品提取液(0.02 mol/L 磷酸盐缓冲溶液,pH 为 7.6):称取 2.58 g 十二水磷酸氢二钠(3.1.2),0.44 g 二水磷酸二氢钠(3.1.3),用水溶解并定容至 500 mL。

3.3 标准品

氯吡脲标准品的中文名称、英文名称、CAS 号、分子式、相对分子质量见表 1,纯度 $\geqslant 99.0\%$ 。

注:或等同可溯源物质。

表 1 氯吡脲标准品的中文名称、英文名称、CAS 号、分子式、相对分子质量

中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	相对分子质量
氯吡脲	Forchlorfenuron	68157-60-8	$\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{ClN}_3\text{O}$	247.68

3.4 标准溶液配制

3.4.1 氯吡脲标准储备液(100 mg/L):准确称取 10 mg(精确至 0.01 mg)氯吡脲标准品(3.3)于 50 mL 烧杯中,用乙腈(3.1.1)溶解并转移至 100 mL 容量瓶中,用乙腈(3.1.1)定容至刻度,摇匀,−18 ℃冷冻

避光保存,有效期6个月。

3.4.2 氯吡脲标准中间液(10 mg/L):准确吸取1mL氯吡脲标准储备液(3.4.1),加入10mL容量瓶中,用乙腈(3.1.1)稀释至刻度,摇匀,4℃下保存,有效期1个月。

3.4.3 氯吡脲标准工作液(1 mg/L):准确吸取1mL氯吡脲标准中间液(3.4.2),加入10mL容量瓶中,用乙腈(3.1.1)稀释至刻度,摇匀,现配现用。

3.4.4 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

氯吡脲胶体金免疫层析试剂盒(性能指标符合本方法规定):一般包含胶体金检测卡或试纸条及配套试剂,适用于蔬菜和水果,按产品要求保存。

4 仪器和设备

4.1 电子天平:感量为0.01 g 和 0.01 mg。

注:如直接使用符合规定的标准溶液时,无需配备感量为0.01 mg的天平。

4.2 移液器:量程为100 μL、200 μL、1 mL、10 mL。

4.3 移液管:10 mL。

4.4 涡旋混合器。

4.5 组织捣碎机。

4.6 胶体金读数仪(可选)。

5 环境条件

温度15℃~35℃。

6 分析步骤

6.1 试样制备

称取约200g具有代表性的蔬菜水果试样,取样部位参考GB 2763—2021《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》。捣碎至匀浆,分别装入洁净容器作为试样和留样,密封,标记。留样置于-18℃及以下保存。

6.2 试样提取

6.2.1 橙、枇杷、葡萄、猕猴桃

准确称取试样1g(精确至0.01 g)于15mL离心管中,加入6mL提取液(3.2),涡旋提取1min或手动振摇1min,静置1min,上清液即为待测液。

6.2.2 黄瓜、西瓜、甜瓜类水果(包括薄皮甜瓜、网纹甜瓜、哈密瓜、白兰瓜、香瓜等)

准确称取试样1g(精确至0.01 g)于15mL离心管中,加入6mL提取液(3.2),涡旋提取1min或手动振摇1min,静置1min,上清液备用。取1.5mL离心管,吸取0.2mL提取液(3.2),加入0.2mL上清液,混匀即为待测液。

6.3 测定步骤

吸取 100 μL 待测液垂直滴于检测卡加样孔中,于环境温度下反应 10 min 判读结果。

注: 若试剂盒冷藏保存, 使用前恢复至环境温度。

6.4 质控试验

6.4.1 通则

每批试样应同时进行空白试验和加标质控试验。空白试样应经参比方法检测且未检出氯吡脲。

6.4.2 空白试验

称取同类基质空白试样,按照 6.2 和 6.3 步骤与试样同法操作。

6.4.3 加标质控试验

6.4.3.1 橙、枇杷、葡萄、猕猴桃

准确称取同类基质空白试样 1 g(精确至 0.01 g),置于 15 mL 离心管中,加入 50 μL 氯吡脲标准工作液(3.4.3),使试样中氯吡脲含量为 0.05 mg/kg,按照 6.2 和 6.3 步骤与试样同法操作。

6.4.3.2 黄瓜、西瓜、甜瓜类水果(包括薄皮甜瓜、网纹甜瓜、哈密瓜、白兰瓜、香瓜等)

准确称取同类基质空白试样 1 g(精确至 0.01 g),置于 15 mL 离心管中,加入 100 μL 氯吡脲标准工作液(3.4.3),使试样中氯吡脲含量为 0.1 mg/kg,按照 6.2 和 6.3 步骤与试样同法操作。

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。目视判定示意图如图 1 所示。必要时也可使用胶体金读数仪判读,读数仪的具体操作与判读方法参照产品使用说明书。

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。

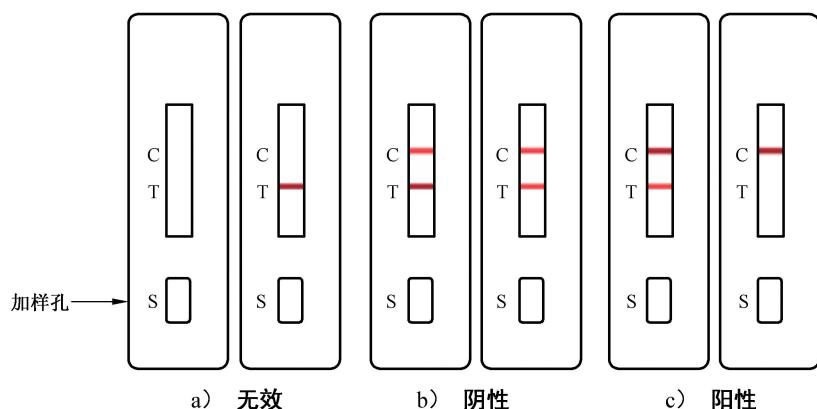


图 1 目视结果示意图

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:橙、枇杷、葡萄、猕猴桃为 0.05 mg/kg;黄瓜、西瓜、甜瓜类水果(包括薄皮甜瓜、网纹甜瓜、哈密瓜、白兰瓜、香瓜等)为 0.1 mg/kg。

9.2 灵敏度: $\geqslant 95\%$ 。

9.3 特异性: $\geqslant 90\%$ 。

9.4 交叉反应率:噻苯隆 $\leqslant 25\%$,尼卡巴嗪、灭幼脲、敌敌畏、多菌灵、氧乐果、阿维菌素、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐、哒螨灵、腐霉利、甲拌磷、克百威、噻虫嗪、乙螨唑、乙酰甲胺磷、异丙威、苯醚甲环唑、己唑醇、氯氟氰菊酯、氯氰菊酯、霜霉威、氟虫腈、联苯菊酯、丙溴磷、杀扑磷、三唑磷、水胺硫磷、氯唑磷、狄氏剂、烯酰吗啉、虫酰肼、敌草快、伏草隆、敌草隆、赤霉素、2,4-二氯苯氧乙酸、乙烯利 $<0.1\%$ 。

9.5 假阴性率: $\leqslant 5\%$ 。

9.6 假阳性率: $\leqslant 5\%$ 。

10 其他

本方法所述试剂、试剂盒信息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 23200.110—2018《食品安全国家标准 植物源性食品中氯吡脲残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》(包括所有的修改单)。

本方法起草单位:贵阳市食品药品检验检测中心(雷晓青、张磊、陆雅丽、周敏、赵应梅、杨静、刘艳飞、张前飞、陈舒忆、李美位、黄曼捷、唐艺、吴健、祝贤芳、高愉悦、伍勋、顾晔、周宇)。