

KJ

食 品 快 速 检 测 方 法

KJ 202508

蔬菜水果中噻虫胺残留的快速检测 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

蔬菜水果中噻虫胺残留的快速检测 胶体金免疫层析法

1 范围

本方法规定了蔬菜和水果中噻虫胺残留的胶体金免疫层析快速检测方法。

本方法适用于蔬菜(豇豆、扁豆、菜豆、芹菜、茄子、辣椒、甜椒、姜、青花菜、花椰菜、芥蓝、菜薹、胡萝卜、萝卜、大蒜、结球甘蓝、番茄、大白菜、普通白菜、茎用莴苣叶、叶用莴苣、油麦菜)和水果[香蕉、鳄梨、杧果、蓝莓、柠檬、枸杞(鲜)、猕猴桃、油桃、苹果、枇杷、橙、柑、葡萄、枣(鲜)、梨]中噻虫胺残留的快速定性检测。

2 原理

本方法采用胶体金竞争抑制免疫层析原理,样品中残留的噻虫胺与胶体金标记的特异性抗体结合,抑制抗体和检测线(T线)上竞争抗原的结合,从而导致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,对样品中噻虫胺进行定性判定。

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 氯化钠(NaCl)。
- 3.1.2 氯化钾(KCl)。
- 3.1.3 十二水合磷酸氢二钠(Na₂HPO₄ · 12H₂O)。
- 3.1.4 磷酸二氢钾(KH₂PO₄)。
- 3.1.5 甲醇(CH₃OH)。

3.2 试剂配制

3.2.1 稀释液(PBS,0.01 mol/L):称取8.00 g NaCl(3.1.1)、0.20 g KCl(3.1.2)、2.90 g Na₂HPO₄ · 12H₂O(3.1.3)、0.24 g KH₂PO₄(3.1.4),加入900 mL水充分搅拌至溶解,加水定容至1 L,混匀备用。

3.3 标准品

噻虫胺标准品的中文名称、英文名称、CAS号、分子式、相对分子质量见表1,纯度≥99%。

注:或等同可溯源物质。

表1 噻虫胺标准品的中文名称、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
噻虫胺	Clothianidin	210880-92-5	C ₆ H ₈ ClN ₅ O ₂ S	250.2

3.4 标准溶液配制

3.4.1 噻虫胺标准储备液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):精密称取噻虫胺标准品(3.3)10 mg(精确至0.01 mg),置于小烧杯中,用甲醇(3.1.5)溶解,全部转移至100 mL容量瓶中,再用甲醇(3.1.5)定容至刻度,摇匀,−18 ℃避光保存,有效期6个月。

3.4.2 噻虫胺标准中间液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$):准确量取噻虫胺标准储备液(3.4.1)1 mL置于10 mL容量瓶中,用甲醇(3.1.5)定容至刻度,摇匀,4 ℃避光保存,有效期3个月。

3.4.3 噻虫胺标准工作液(1 $\mu\text{g}/\text{mL}$):准确量取噻虫胺标准中间液(3.4.2)1 mL置于10 mL容量瓶中,用甲醇(3.1.5)定容至刻度,摇匀,4 ℃避光保存,有效期2周。

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

噻虫胺胶体金免疫层析试剂盒:一般包含检测卡或检测条、稀释液等,适用于蔬菜、水果。

4 仪器和设备

4.1 电子天平:感量分别为0.01 mg和0.01 g。

注:当实验室可获得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 均质器。

4.3 涡旋混合器。

4.4 离心机:转速 $\geq 4\,000\text{ r}/\text{min}$ 。

4.5 移液器:量程分别为20 μL 、50 μL 、200 μL 、1 mL、5 mL。

4.6 胶体金读数仪(可选)。

5 环境条件

环境温度15 ℃~40 ℃。

6 分析步骤

6.1 试样制备

采集具有代表性的样品,根据GB 2763—2021《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》中附录A称取样品测定部位约200 g,使用均质器粉碎混匀,分别装入洁净容器作为试样和留样,密封,标记。留样置于−18 ℃以下保存。

6.2 试样提取

准确称取试样(6.1)2 g $\pm 0.05\text{ g}$ 于15 mL离心管中,加3 mL稀释液(3.2.1),涡旋振荡3 min,4 000 r/min 离心3 min,离心后上清液按照表2进行稀释操作,获取待测液。

表 2 样本稀释方法表

食品类别/名称	残留限量要求 mg/kg	稀释方法 (上清液+稀释液)
豇豆、扁豆、菜豆	0.01	不稀释
香蕉	0.02	220 μ L+180 μ L
鳄梨	0.03	300 μ L+300 μ L
杧果、芹菜	0.04	110 μ L+290 μ L
茄子、辣椒、甜椒	0.05	100 μ L+300 μ L
蓝莓、柠檬、枸杞(鲜)、猕猴桃	0.07	45 μ L+240 μ L
姜、青花菜、花椰菜、芥蓝、菜薹、胡萝卜、萝卜、油桃	0.2	30 μ L+370 μ L
苹果、枇杷	0.4	20 μ L+780 μ L
大蒜、结球甘蓝、橙、柑	0.5	10 μ L+420 μ L
葡萄	0.7	15 μ L+685 μ L
番茄、枣(鲜)	1	20 μ L+980 μ L
大白菜、普通白菜、茎用莴苣叶、叶用莴苣、油麦菜、梨	2	10 μ L+1440 μ L

6.3 测定步骤

用移液器吸取 100 μ L 样品待测液加入检测卡上的加样孔中, 反应 8 min, 根据示意图判定结果。

注: 测定步骤(6.3)也可按照试剂盒说明书进行操作。

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。

6.4.2 空白试验

称取空白试样, 按照 6.2 和 6.3 步骤与样品同法操作。

6.4.3 加标质控试验

准确称取同类基质空白试样 2.0 g \pm 0.05 g 于 15 mL 离心管中, 根据样本中噻虫胺残留 1 倍限量要求加入相应体积的噻虫胺标准工作液(3.4.3), 按照 6.2 和 6.3 步骤与样品同法操作。

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),表示试样中不含噻虫胺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),表示试样中含噻虫胺且其含量高于方法检出限,视为阳性。

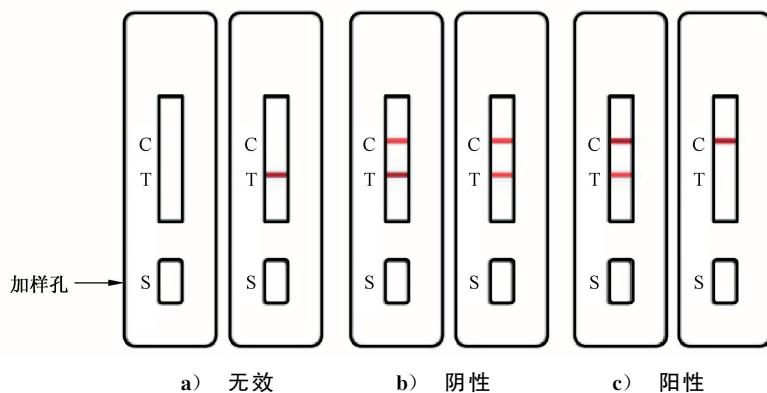


图 1 目视结果示意图

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

方法检出限见表 3。

表 3 方法检出限

试样名称	检出限 mg/kg
豇豆、扁豆、菜豆	0.01
香蕉	0.02
鳄梨	0.03
杧果、芹菜	0.04
茄子、辣椒、甜椒	0.05

表 3 方法检出限(续)

试样名称	检出限 mg/kg
蓝莓、柠檬、枸杞(鲜)、猕猴桃	0.07
姜、青花菜、花椰菜、芥蓝、菜薹、胡萝卜、萝卜、油桃	0.2
苹果、枇杷	0.4
大蒜、结球甘蓝、橙、柑	0.5
葡萄	0.7
番茄、枣(鲜)	1
大白菜、普通白菜、茎用莴苣叶、叶用莴苣、油麦菜、梨	2

9.2 灵敏度

灵敏度 $\geqslant 95\%$ 。

9.3 特异性

特异性 $\geqslant 95\%$ 。

9.4 交叉反应率

与噻虫啉的交叉反应率 $\leqslant 2\%$;与呋虫胺的交叉反应率 $\leqslant 10\%$;与吡虫啉、啶虫脒、烯啶虫胺、氯噻啉、噻虫嗪、哌虫啶、氟啶虫酰胺、氟啶虫胺腈、氟虫腈、丙溴磷的交叉反应率均 $<0.1\%$ 。

9.5 假阴性率

假阴性率 $\leqslant 5\%$ 。

9.6 假阳性率

假阳性率 $\leqslant 5\%$ 。

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。

本方法参比方法为 GB 23200.39—2016《食品中噻虫嗪及其代谢物噻虫胺残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法》(包括所有的修改单)。

本方法起草单位:深圳市计量质量检测研究院(林振华、王韦达、卢灿鑫、杨睿、蓝勇波、林长虹、刘梦倩、陈琳玲、林若漫、陈晓丹、徐舒然、林海依)、南京农业大学植物保护应用技术中心(华修德、王鸣华)。