

FSLB/SJ

佛山市食用农产品快速检测联盟标准

FSLB/SJ 15—2017

蔬菜水果中拟除虫菊酯类农药残留量 的快速检测

2017-10-30 发布

2017-10-31 实施

佛山市食用农产品快速检测标准联盟 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》规定编写。

本标准由佛山市食品药品监督管理局提出和归口管理。

本标准起草单位：佛山市质量和标准化研究院、佛山市食品药品检验检测中心、广东汇信农产品检验有限公司、华南农业大学食品学院、广州万联生物科技有限公司、广东达元绿洲食品安全科技股份有限公司、深圳市易瑞生物技术有限公司、广州安诺食品科学技术有限公司、佛山职业技术学院。

本标准主要起草人：郭友珍、陈瑞莲、伍志权、杨金易、吴文玲、谢俊平、金虹、马丽、郑琳。

本标准为首次发布。

引 言

近年来,随着一批高毒农药的禁用,拟除虫菊酯类农药在中国的使用量越来越大,其在农产品中的残留也越来越引起人们的重视。其中,含氰基拟除虫菊酯类农药种类多,用量大,在蔬菜、水果种植的应用尤其广泛,其残留造成的食品安全问题日益引起人们的关注。目前,常规检测方法有气相色谱法和高效液相色谱法等。这些方法的检出限低、灵敏度高,已有相关的技术标准可参考,但样品前处理复杂、仪器昂贵、操作技术要求高,对于食用农产品安全监控中要求的大批量样品快速初筛工作无法胜任。

本标准提供拟除虫菊酯类农药残留快速检测方法,能快速检测拟除虫菊酯类农药在蔬菜水果中的残留,以便及时发现问题,采取措施,控制高残留农药蔬菜水果的上市,保障食品安全。

蔬菜水果中拟除虫菊酯类农药残留量的快速检测

1 范围

本标准规定了蔬菜水果中拟除虫菊酯类农药残留量的快速检测方法。

本标准适用于叶菜类、果菜类、豆菜类、瓜菜类等蔬菜和苹果、梨、柑橘、香蕉、葡萄、菠萝等水果中氯氟氰菊酯、甲氰菊酯、氰戊菊酯、氯氰菊酯、溴氰菊酯、氟氯氰菊酯、氟胺氰菊酯、氟氰戊菊酯等农药残留的快速筛选测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/ T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

第一法 比色法

3 原理

应用比色法的原理，拟除虫菊酯类农药结构中的氰基，在一定条件下解离后，可催化显色试剂中化合物发生显红色反应，该类农药的浓度与反应显色深度呈正相关。

4 试剂与材料

4.1 除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，实验用水为 GB/T 6682 规定的至少三级的水。

4.2 菊酯（含氰基）类农药残留速测盒，包含层析柱、显色剂 A、显色剂 B、提取液、洗脱液、离心管、注射器、接头。

4.3 拟除虫菊酯标准物质：标准物质要求是基准试剂，或者采用具有标准物质证书的拟除虫菊酯类农药标准液或者标准品。氯氟氰菊酯、甲氰菊酯、氰戊菊酯、氯氰菊酯、溴氰菊酯、氟氯氰菊酯、氟胺氰菊酯、氟氰戊菊酯，纯度 $\geq 98\%$ ，具体纯度和不确定度以标准物质证书为准。

5 仪器设备

5.1 电子天平（电子天平：感量 0.01g）。

5.2 注射器：2.5mL，10mL。

6 分析步骤

6.1 取样及样品处理

称取 (5 ± 0.05) g有代表性的样品置于样品杯中，加入10mL提取液，拧紧盖子，上下翻转50次（不可剧烈振摇），对于整个处理的样品，取10mL提取液，反复淋洗样品表面5次。样品处理见表1。

表1 各品种样品处理表

序号	类别	种类	取样
1	叶菜类	大白菜、甘蓝、小白菜、上海青、油麦菜、芥蓝、芥菜、菜心、生菜、菠菜等	剪成 1cm 左右的碎片
2	葱蒜类	大葱、香葱、蒜、蒜台、韭菜、芹菜等	剪成 2cm 左右的小段
3	豆类	豆角、荷兰豆、扁豆、黄豆、绿豆等	豆角、荷兰豆剪成 2cm 左右的小段；黄豆、绿豆等整粒检测
4	茄果类、块茎类	茄子、白萝卜、马铃薯、姜、茭白等	取皮，剪成 1cm 左右的碎片
5	瓜果类	青瓜、黄瓜、西瓜、南瓜、冬瓜、丝瓜、苹果、梨、木瓜等	取皮，剪成 1cm 左右的碎片
6	含色素多的样品	辣椒、胡萝卜、西红柿、布林、油桃、草莓、李子、枇杷、柑橘类等	取蒂检测或整个处理

6.2 测定

6.2.1 过柱：将10mL注射器和层析柱串联，下面放置一个废液缸。将上述样品液经分离后倒入注射器中，从上口加压，使得样品液通过层析柱（建议约1s二滴），待样品液全部过柱后，加压挤干层析柱。

6.2.2 洗脱：移去10mL注射器，用2.5mL注射器取1mL洗脱液，串联到上述层析柱上，下面放置一个离心管，从上口加压，使得洗脱液通过层析柱（建议约1s一滴），用离心管收集全部洗脱液。

6.2.3 显色：往上述离心管中加入1滴显色剂A和1滴显色剂B，摇匀，反应1min，观察颜色变化。

7 结果判定

反应后，溶液显示粉红色为阳性，颜色越深，浓度越高。摇匀后放置时间不能超过3min，超过3min后颜色开始消退，影响结果观察

8 检出限

应符合表2规定。

表2 拟除虫菊酯类农药检出限

序号	拟除虫菊酯类农药	检出限（以氰基浓度算）
1	氯氟氰菊酯	0.5mg/kg
2	甲氰菊酯	
3	氰戊菊酯	
4	氯氰菊酯	
5	溴氰菊酯	
6	氟氯氰菊酯	
7	氟胺氰菊酯	
8	氟氰戊菊酯	

9 说明

9.1 若洗脱后收集到洗脱液颜色较深，尤其呈现红色或橙红色时，会对实验结果造成干扰，此时应改变取样部位进行重新取样检测。

9.2 检测时若发现加入显色剂 A 和显色剂 B 后出现粉红色很深，并迅速褪去或者变浅，表示样品中菊酯类农药可能含量太高。

第二法 胶体金免疫层析法

10 原理

应用竞争抑制免疫层析原理，样品中拟除虫菊酯类农药与胶体金标记的特异性抗体结合，抑制了抗体和检测卡中检测线（T线）上抗原的结合，从而导致检测线颜色深浅的变化。通过检测线与控制线（C线）颜色深浅比较，对样品中拟除虫菊酯类进行定性判定。

11 试剂与材料

11.1 除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，实验用水为 GB/T 6682 规定的至少三级的水。

11.2 菊酯类农药残留检测盒，包含菊酯类农药残留检测卡，塑料吸管，提取液，样品瓶。

11.3 拟除虫菊酯标准物质：标准物质要求是基准试剂，或者采用具有标准物质证书的拟除虫菊酯类农药标准液或者标准品。高效氯氟氰菊酯、甲氰菊酯、氯氰菊酯、溴氰菊酯，纯度 $\geq 98\%$ ，具体纯度和不确定度以标准物质证书为准。

12 仪器设备

12.1 电子天平（电子天平：感量 0.01g）。

12.2 移液器。

13 分析步骤

13.1 样品处理

选取代表性蔬果样品，冲洗掉表面泥土，剪成1cm见方左右碎片，称取2.5g（瓜果皮取5g，精确至0.01 g）于样品瓶中，加入5mL提取液，振荡摇匀3min（有条件可超声3min），得样品提取液即为待测液。

13.2 测定

从密封铝箔袋中取出检测卡，水平放置，用吸管吸入一定量待测液，滴3滴到加样孔，滴加时须缓慢逐滴加入。在滴加样品后5-10 min读结果，10 min后结果无效。

14 结果判定

14.1 观察步骤如图 1。

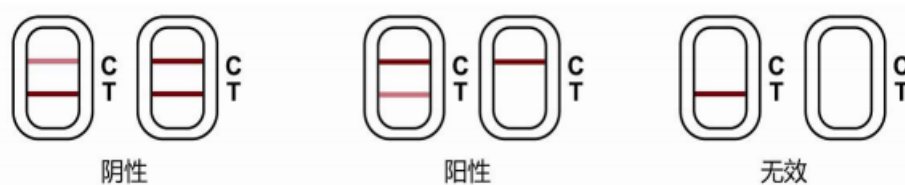


图1 检测结果判定图

14.2 阴性：在规定时间内，只要 T 线显色，判为阴性。

14.3 阳性：在规定时间内，只有 T 线不显色，判为阳性。

14.4 无效：C 线不显色，无论 T 线是否显色，该试纸均判为无效。

15 检出限

甲氰菊酯：1mg/kg，氯氰菊酯：2mg/kg，溴氰菊酯：8mg/kg，高效氯氟氰菊酯：5mg/kg。

16 验证试验

如被测样品中菊酯（含氰基）类农药残留检测结果为阳性时，应采用气相色谱法（GC-ECD）方法进行验证检测。

17 说明

本方法所述试剂、试剂盒信息、操作步骤及结果判定要求是为给方法使用者提供方便，在使用本方法时不做限定。方法使用者在使用替代试剂、试剂盒或操作步骤前，须对其进行考察，应满足本方法规定的各项性能指标。

18 快速检测产品评价

18.1 检测试剂生产厂家应按《总局关于规范食品快速检测方法使用管理的意见》要求，委托具有资质的检测机构，通过盲样测试、平行送实验室检验等方式对产品进行评价，并将评价报告提供给采购方和试剂使用方。

18.2 评价结果显示不符合国家相应要求的，不得采购或应立即停止使用。
