

团 体 标 准

T/SATA 090—2025

韭菜中多组分农药残留的快速检测 胶体金免疫层析法

Rapid detection of multi-pesticide residues in leek—colloidal gold
immunochromatography

2025 - 10 - 24 发布

2025 - 11 - 24 实施

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	2
5 试剂与材料	2
6 仪器与设备	3
7 环境条件	3
8 分析步骤	3
9 结果判定	4
10 结果确认	5
11 性能指标	5
12 其他	6

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由深圳市分析测试协会提出。

本文件由深圳市分析测试协会归口。

本文件起草单位：深圳市易瑞生物技术股份有限公司、深圳市计量质量检测研究院、深圳市农产品质量安全检验检测中心、华南农业大学、中国测试技术研究院生物研究所、甘肃省食品检验研究院、广州市食品检验所、深圳海关食品检验检疫技术中心、烟台海关技术中心、深圳职业技术大学、青岛市食品药品检验研究院、安溪县农产品质量安全中心、泉州安瑞中农科技发展有限公司、广西壮族自治区亚热带作物研究所、广东省食品质量安全重点实验室。

本文件主要起草人：王炳志、吴金玲、黄永健、朱宇、李城、张静、林晓冰、覃冬梅、任雪梅、高荣健、张世伟、沈金灿、张玲、徐振林、雷红涛、叶秋雄、周李华、叶德萍、岳振峰、孙世鑫、罗擎颖、陈旭东、潘怀阳、廖丁菊、吕丽兰、包汇川、王水树、吴文钦、廖建南。

韭菜中多组分农药残留的快速检测

胶体金免疫层析法

1 范围

本文件规定了韭菜中毒死蜱、克百威、氟虫腈、三唑磷、水胺硫磷、甲氰菊酯、啉菌酯、吡虫啉、多菌灵、啶虫脒、腐霉利、异菌脲12种农药残留的胶体金免疫层析快速检测方法。

本文件适用于韭菜中毒死蜱、克百威、氟虫腈、三唑磷、水胺硫磷、甲氰菊酯、啉菌酯、吡虫啉、多菌灵、啶虫脒、腐霉利、异菌脲12种农药残留的快速定性测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 42233 快速检测 术语与定义

3 术语和定义

GB/T 42233-2022界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

快速检测方法 method for rapid detection

与参比方法相比,具备检测时间少、易于人工操作或者自动操作、小型化、检测成本低等特点的并满足用户适当需求的替代方法。

[来源: GB/T 42233-2022, 3.1]

3.2

参比方法 reference method

具备清楚而严密的检测条件和程序,能够对物质一种或多种特征值进行测量的,用于与快速检测方法(3.1)进行比较的方法。

注:该方法已经证明具有与预期用途相称的准确度及其他性能。原则上参比方法通常为常规的国家标准方法或者行业标准方法。

[来源: GB/T 42233-2022, 3.4]

3.3

灵敏度 sensitivity

定量分析中,被测量物的质量或质量分数变化一个单位所引起的测量信号响应量的变化。定性分析中,在试验条件下达到的实际最低检出水平时,检出阳性结果的阳性样品占总阳性样品数的百分比。

[来源: GB/T 42233-2022, 4.8]

3.4

假阴性率 false-negative rate

使用的快速检测方法或快速检测产品在阳性样品中检出阴性结果的百分比。

[来源: GB/T 42233-2022, 4.3]

3.5

假阳性率 false-positive rate

使用的快速检测方法或快速检测产品在阴性样品中检出阳性结果的百分比。

[来源: GB/T 42233-2022, 4.2]

4 原理

本方法采用竞争抑制免疫层析原理。试样中的待测目标物经提取后与胶体金标记的特异性抗体结合，抑制了抗体和试纸条中检测线（T线）上抗原的结合，从而导致检测线（T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，对试样中待测目标物进行定性判定。

5 试剂与材料

5.1 试剂

除另有说明外，所有试剂均为分析纯，实验室用水应符合GB/T 6682中三级水的要求。

- 5.1.1 氯化钠（NaCl）。
- 5.1.2 十二水合磷酸氢二钠（ $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ）。
- 5.1.3 二水合磷酸二氢钠（ $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）。
- 5.1.4 丙酮（ CH_3COCH_3 ）：色谱纯。
- 5.1.5 甲醇（ CH_3OH ）：色谱纯。

5.2 试剂配制

样品提取液（0.2 mol/L磷酸盐缓冲溶液）：准确称取9 g氯化钠（5.1.1）、6 g十二水合磷酸氢二钠（5.1.2）、0.4 g二水合磷酸二氢钠（5.1.3），在烧杯中用水溶解后转移至100 mL容量瓶中，定容至100 mL，摇匀。

5.3 标准物质

毒死蜱、克百威、氟虫腈、三唑磷、水胺硫磷、甲氰菊酯、啞菌酯、吡虫啉、多菌灵、啶虫脒、腐霉利、异菌脲中文名称、英文名称、CAS登录号、分子式、相对分子量见表1，纯度 $\geq 98\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

表1 标准物质信息表

中文名称	英文名称	CAS 登录号	分子式	相对分子量
毒死蜱	Chlorpyrifos	2921-88-2	$\text{C}_9\text{H}_{11}\text{Cl}_3\text{N}_3\text{O}_3\text{PS}$	350.59
克百威	Carbofuran	1563-66-2	$\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{NO}_3$	221.252
氟虫腈	Fipronil	120068-37-3	$\text{C}_{12}\text{H}_4\text{Cl}_2\text{F}_6\text{N}_4\text{OS}$	437.15
三唑磷	Triazophos	24017-47-8	$\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_3\text{O}_3\text{PS}$	313.31
水胺硫磷	Isocarbophos	24353-61-5	$\text{C}_{11}\text{H}_{16}\text{NO}_4\text{PS}$	289.288
甲氰菊酯	Fenprothrin	39515-41-8	$\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{NO}_3$	349.423
啞菌酯	Azoxystrobin	131860-33-8	$\text{C}_{22}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_5$	403.39
吡虫啉	Imidacloprid	105827-78-9	$\text{C}_9\text{H}_{10}\text{ClN}_5\text{O}_2$	255.661
多菌灵	Carbendazim	10605-21-7	$\text{C}_9\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_2$	191.19
啶虫脒	Acetamiprid	135410-20-7	$\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{ClN}_4$	222.67
腐霉利	Procymidone	32809-16-8	$\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{Cl}_2\text{NO}_2$	284.14
异菌脲	Iprodione	36734-19-7	$\text{C}_{13}\text{H}_{13}\text{Cl}_2\text{N}_3\text{O}_3$	330.17

5.4 标准溶液配制

- 5.4.1 毒死蜱、克百威、氟虫腈、三唑磷、水胺硫磷、甲氰菊酯、啞菌酯、吡虫啉、多菌灵、啶虫脒、

腐霉利、异菌脲标准储备溶液（1 000 $\mu\text{g/mL}$ ）：准确称取适量经纯度折算后的毒死蜱、克百威、氟虫腈、三唑磷、水胺硫磷、甲氧菊酯、啞菌酯、吡虫啉、多菌灵、啶虫脒、腐霉利、异菌脲标准物质（5.3）各 10 mg（精确至 0.01 mg），分别置于小烧杯中，根据标准物质的溶解性和测定需求选丙酮（5.1.4）或甲醇（5.1.5）溶解并定量转移至 10 mL 容量瓶中，再用丙酮（5.1.4）或甲醇（5.1.5）定容，摇匀，制成浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的毒死蜱、克百威、氟虫腈、三唑磷、水胺硫磷、甲氧菊酯、啞菌酯、吡虫啉、多菌灵、啶虫脒、腐霉利、异菌脲标准储备溶液。0℃左右避光保存，有效期 6 个月。

5.4.2 毒死蜱、克百威、氟虫腈、三唑磷、水胺硫磷、甲氧菊酯、啞菌酯、吡虫啉、多菌灵、啶虫脒、腐霉利标准中间溶液 A（100 $\mu\text{g/mL}$ ）：准确量取 1 mL 毒死蜱、克百威、氟虫腈、三唑磷、水胺硫磷、甲氧菊酯、啞菌酯、吡虫啉、多菌灵、啶虫脒、腐霉利标准储备溶液（1 000 $\mu\text{g/mL}$ ）（5.4.1），分别置于 10 mL 容量瓶中，用丙酮（5.1.4）或甲醇（5.1.5）等对应的溶剂定容至刻度，摇匀，制成浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 的毒死蜱、克百威、氟虫腈、三唑磷、水胺硫磷、甲氧菊酯、啞菌酯、吡虫啉、多菌灵、啶虫脒、腐霉利标准中间溶液 A。0℃~5℃冷藏避光保存，有效期 2~3 周。

5.4.3 毒死蜱、克百威、氟虫腈、三唑磷、水胺硫磷标准中间溶液 B（10 $\mu\text{g/mL}$ ）：准确量取 1 mL 毒死蜱、克百威、氟虫腈、三唑磷、水胺硫磷标准中间溶液 A（100 $\mu\text{g/mL}$ ）（5.4.2），分别置于 10 mL 容量瓶中，用丙酮（5.1.4）或甲醇（5.1.5）等对应的溶剂定容至刻度，摇匀，制成浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 的毒死蜱、克百威、氟虫腈、三唑磷、水胺硫磷标准中间溶液 B。0℃~5℃冷藏避光保存，有效期 2~3 周。

5.4.4 毒死蜱、克百威、氟虫腈、三唑磷、水胺硫磷标准工作溶液（1 $\mu\text{g/mL}$ ）：准确量取 1 mL 毒死蜱、克百威、氟虫腈、三唑磷、水胺硫磷标准中间溶液 B（10 $\mu\text{g/mL}$ ）（5.4.3），分别置于 10 mL 容量瓶中，用丙酮（5.1.4）或甲醇（5.1.5）等对应的溶剂定容至刻度，摇匀，制成浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 的毒死蜱、克百威、氟虫腈、三唑磷、水胺硫磷标准工作溶液。0℃~5℃冷藏避光保存，有效期 2~3 周。

5.5 材料

韭菜中多组分农药残留胶体金快速检测试剂盒：一般包含金标微孔（含胶体金标记的特异性抗体）、检测卡或试纸条等。按产品要求保存。

6 仪器与设备

6.1 电子天平：感量为 0.01 g 和 0.01 mg。

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。

6.2 移液器：100 μL 、200 μL 、1 mL、5 mL。

6.3 粉碎机或搅拌机。

6.4 涡旋振荡器。

6.5 低速离心机：1800 g。

6.6 胶体金读数仪（可选）。

7 环境条件

温度 15℃~35℃，相对湿度 $\leq 80\%$ RH。

8 分析步骤

8.1 试样制备

样品测定部位应按照 GB 2763 中附录 A 的规定执行。

称取不少于 100 g 具有代表性的韭菜样品，剪碎，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。

8.2 试样提取

准确称取 2 g（精确至 0.1 g）制备的试样放入 15 mL 离心管中，加入 8 mL 样品提取液（5.2），涡旋或上下振荡 1 min，静置分层或 1800 g 离心 1 min。根据不同基质及最大残留限量，需对上清液进行进一步稀释，根据表 2 所述稀释方法，将上清液与一定体积样品提取液（5.2）混合，混合液即为待测液。

表2 不同药物的最大残留限量及上清液稀释方法

药物名称	最大残留限量 (mg/kg)	上清液 (μL)+样品提取液 (μL)
毒死蜱	0.02	无需稀释
克百威	0.02	无需稀释
氟虫腈	0.02	无需稀释
三唑磷	0.05	无需稀释
水胺硫磷	0.05	无需稀释
甲氧菊酯	1	100+300
啉菌酯	1	100+100
吡虫啉	1	100+2900
多菌灵	2	100+2400
啶虫脒	2	100+1900
腐霉利	5	100+900
异菌脲	25	50+4950

8.3 测定步骤

8.3.1 测试前，将未开封的检测卡或试纸条恢复至室温。

8.3.2 吸取待测液 200 μL 加入金标微孔中，缓慢抽吸 5~10 次至待测液与金标微孔充分混匀，室温反应 3 min。

8.3.3 将试纸条插入到金标微孔中，室温反应 6 min。

8.3.4 从金标微孔中试纸条，除去试纸条下端的样品垫，进行结果判定。

8.4 质控试验

质控试验包括空白试验和加标质控试验。

8.4.1 空白试验

称取空白试样，按照8.2和8.3步骤与试样同法操作。

注：空白试样应经参比方法检测且未检出目标物。

8.4.2 加标质控试验

准确称取2 g（精确至0.1 g）空白试样置于15 mL离心管中，不同药物分别添加一定体积的标准储备溶液、标准中间溶液或标准工作溶液，制备浓度达到最大残留限量值的加标质控试样（见表3），按照8.2和8.3步骤与试样同法操作。

表3 不同药物加标质控试样制备方法

药物名称	标准溶液	标准溶液体积 (μL)	试样中标准品浓度 (mg/kg)
毒死蜱	标准工作溶液 (1 μg/mL)	40	0.02
克百威	标准工作溶液 (1 μg/mL)	40	0.02
氟虫腈	标准工作溶液 (1 μg/mL)	40	0.02
三唑磷	标准工作溶液 (1 μg/mL)	100	0.05
水胺硫磷	标准工作溶液 (1 μg/mL)	100	0.05
甲氧菊酯	标准中间溶液 A (100 μg/mL)	20	1
啉菌酯	标准中间溶液 A (100 μg/mL)	20	1
吡虫啉	标准中间溶液 A (100 μg/mL)	20	1
多菌灵	标准中间溶液 A (100 μg/mL)	40	2
啶虫脒	标准中间溶液 A (100 μg/mL)	40	2
腐霉利	标准中间溶液 A (100 μg/mL)	100	5
异菌脲	标准储备溶液 (1000 μg/mL)	50	25

9 结果判定

9.1 读数仪测定结果

按读数仪说明书要求操作，直接读取读数并进行结果判定。

9.2 目视判定

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。目视判定示意图见图1。

9.2.1 无效

控制线（C线）不显色，无论检测线（T线）是否显色，均表示实验结果无效。

9.2.2 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，判为阳性。

9.2.3 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，判为阴性。

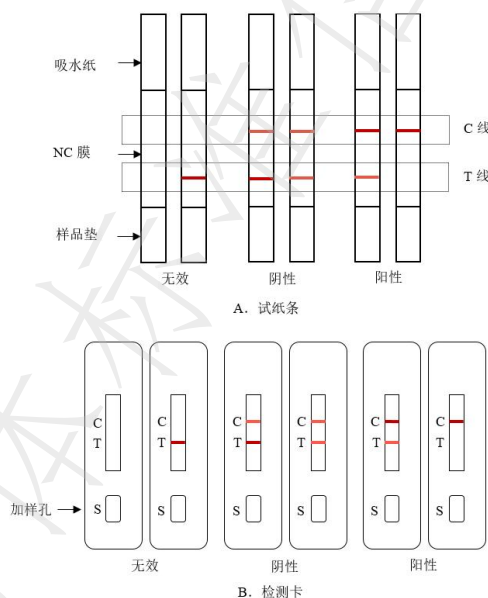


图1 目视判定示意图

9.3 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。

10 结果确认

当检测结果为阳性时，采用参比方法进行确证。

11 性能指标

11.1 检出限

毒死蜱：0.02 mg/kg；克百威：0.02 mg/kg；氟虫腈：0.02 mg/kg；三唑磷：0.05 mg/kg；水胺硫磷：0.05 mg/kg；甲氰菊酯：1 mg/kg；啉菌酯：1 mg/kg；吡虫啉：1 mg/kg；多菌灵：2 mg/kg；啶虫脒：2 mg/kg；腐霉利：5 mg/kg；异菌脲：25 mg/kg。

11.2 灵敏度

灵敏度 $\geq 95\%$ 。

11.3 交叉反应率

相关药物交叉反应情况详见表4。

表4 交叉反应结果

目标化合物	交叉反应率	农药种类
毒死蜱	50%~100%	甲基毒死蜱
	<0.1%	杀螟硫磷、水胺硫磷、三唑磷
克百威	<0.1%	异丙威、灭多威、涕灭威、甲萘威
氟虫腈	<0.1%	毒死蜱、克百威、三唑磷、虫螨腈
三唑磷	<0.1%	二嗪磷、对硫磷、毒死蜱、杀螟硫磷
水胺硫磷	50%~100%	甲基异柳磷
	<0.1%	毒死蜱、多菌灵、三唑磷
甲氧菊酯	50%~100%	氯氟氰菊酯、高效氯氟氰菊酯
	<0.1%	联苯菊酯、氰戊菊酯
啉菌酯	<0.1%	烯酰吗啉、多菌灵、腐霉利、异菌脲
吡虫啉	<0.1%	噻虫胺、毒死蜱、水胺硫磷、三唑磷
多菌灵	<0.1%	烯酰吗啉、啉菌酯、腐霉利、异菌脲
啶虫脒	<0.1%	吡虫啉、噻虫嗪、噻虫胺、吡蚜酮
腐霉利	<0.1%	烯酰吗啉、多菌灵、啉菌酯、异菌脲
异菌脲	<0.1%	烯酰吗啉、多菌灵、腐霉利、啉菌酯

11.4 假阴性率

假阴性率 $\leq 5\%$ 。

11.5 假阳性率

假阳性率 $\leq 15\%$ 。

12 其他

12.1 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。方法使用者在使用试剂、试剂盒或操作步骤之前,应对其进行考察,性能指标应满足本方法规定的各项性能指标。

12.2 本方法参比方法:

毒死蜱、三唑磷、水胺硫磷、甲氧菊酯、腐霉利、异菌脲参比方法为GB 23200.113-2018 《食品安全国家标准 植物源性食品中208种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法》;克百威参比方法为GB 23200.112-2018 《食品安全国家标准 植物源性食品中9种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-柱后衍生法》;氟虫腈参比方法为SN/T 1982-2007 《进出口食品中氟虫腈残留量检测方法 气相色谱-质谱法》;啉菌酯参比方法为GB 23200.46-2016 《食品安全国家标准 食品中啉菌酯、啉菌胺、腈菌唑、啉菌酯残留量的测定 气相色谱-质谱法》;吡虫啉、多菌灵、啶虫脒参比方法为GB/T 20769-2008 《水果和蔬菜中450种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》。