

团 体 标 准

T/GDAQ 00005—2022

农产品中 I 型拟除虫菊酯类农药残留量的 快速检测 羧酸酯酶法

Rapid determination for Pyrethroids I pesticide residues in agricultural
products—Carboxylesterase method

2022-07-01 发布

2022-08-01 实施

广 东 省 质 量 协 会 发 布

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 1

5 试剂和材料 1

6 仪器和设备 2

7 样品处理 2

8 测定步骤 2

9 结果计算和判定 2

10 灵敏度 2

11 说明 3

参考文献 4

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中科检测技术服务（广州）股份有限公司提出。

本文件由广东省质量协会归口。

本文件起草单位：中科检测技术服务（广州）股份有限公司、广东轻工职业技术学院、中科广化检测技术服务（深圳）有限公司、广东环境保护工程职业学院、广州华鑫检测技术有限公司、广东省粤科标准化研究院、广东省质量协会、肇庆市粤科标准化研究院、肇庆市工程师学会、广东理工学院。

本文件主要起草人：周卓为、林新花、李国定、胡金梅、赵昆山、云娜、陈德斌、黄浩、孙家豪、谭少健、钟婉瑜、郭玮群、陈鸿韬、张建波、黄乙书、吴少敏、陶功浩、江曼、禰俊文、马少佳、朱莉莉、黎会友、曹彦卿、魏嫚、刘文红、陈伟华、李子耀、谢中阳、何衍锋。

农产品中 I 型拟除虫菊酯类农药残留量的快速检测 羧酸酯酶法

1 范围

本文件规定了羧酸酯酶法测定农产品中甲氰菊酯、联苯菊酯等 I 型拟除虫菊酯类农药残留量的快速检测方法。

本文件适用于农产品中蔬菜及水果甲氰菊酯、联苯菊酯等 I 型拟除虫菊酯类农药残留量的快速筛选测定。

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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品中的菊酯类农药经有机溶剂萃取、浓缩后再用磷酸盐缓冲液复溶。样品复溶液与动物源羧酸酯酶发生显色反应，其中羧酸酯酶与底物 α -乙酸萘酯进行酶促反应生成 α -萘酚， α -萘酚在可见光范围内是无色的，当与显色剂固蓝 B 盐相互结合时生成紫色的重氮化合物，在可见波长 525 nm 处测定。

5 试剂和材料

5.1 一般要求

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 中规定的一级水。

5.2 试剂

- 5.2.1 乙腈溶液：分析纯。
- 5.2.2 无水磷酸氢二钾（ K_2HPO_4 ）。
- 5.2.3 磷酸二氢钾（ KH_2PO_4 ）。
- 5.2.4 浓盐酸：浓度为 12 mol/L。
- 5.2.5 羧酸酯酶液（猪肝酶源）。
- 5.2.6 固蓝 B 盐溶液：浓度为 0.02%。
- 5.2.7 α -乙酸萘酯溶液：浓度为 0.015 mol/L。
- 5.2.8 十二烷基硫酸钠(SDS)水溶液：浓度为 3%。

5.3 试剂配制

- 5.3.1 稀盐酸溶液（0.6 mol/L）：取浓盐酸（5.2.4）5 mL，加蒸馏水定容至 100 mL。
- 5.3.2 磷酸盐缓冲液（pH 6.5）：称取无水磷酸氢二钾（5.2.2）11.9 g 与磷酸二氢钾（5.2.3）3.2 g，用蒸馏水 1 000 mL 溶解，用稀盐酸溶液（5.3.1）调节溶液的 pH 值至 6.5。
- 5.3.3 显色剂：将 2 体积的固蓝 B 盐溶液（5.2.6）加入到 5 体积的 SDS 水溶液（5.2.8）中，混匀。

警告：试剂配制过程中需用到强酸强碱，应做好实验防护。

5.4 试剂保存

显色剂（5.3.3）需在1℃~4℃冷藏保存，稀盐酸溶液（5.3.1）和磷酸盐缓冲液（5.3.2）常温保存，保质期3个月。

6 仪器和设备

- 6.1 紫外可见分光光度计或具有该功能的快速检测仪。
- 6.2 酸度计。
- 6.3 旋转蒸发仪。
- 6.4 低速离心机。
- 6.5 分析天平：感量 0.01 g。
- 6.6 恒温水浴锅。
- 6.7 氮吹仪。

7 样品处理

选取有代表性的样品，清洗掉表面泥土，剪成1 cm左右见方碎片，称取样品3 g，置于15 mL离心管中，加入乙腈溶液（5.2.1）10 mL振摇2 min，用低速离心机（6.4）在转速4 000 rpm/min下，离心5 min。取上清液5 mL用氮吹仪（6.7）氮吹至近干，再加入磷酸盐缓冲液（5.3.2）5 mL溶解，即为样品待测液。

8 测定步骤

8.1 试样溶液的测定

量取羧酸酯酶液（5.2.5）0.25 mL，与样品待测液5 mL混匀，加入α-乙酸萘酯溶液（5.2.7）0.3 mL，于37℃恒温水浴反应5 min；加入显色剂（5.3.3）0.5 mL，混匀，用紫外可见分光光度计或具有该功能的快速检测仪（6.1）于525 nm波长处测定吸光度并记录数据，即为试样溶液的吸光度值 A_t 。

8.2 空白试验

除用磷酸盐缓冲液（5.3.2）5 mL代替试样溶液外，均按8.1的测定步骤进行，测得值即为对照溶液吸光度值 A_0 。

9 结果计算和判定

9.1 结果计算

见式（1）。

$$\text{抑制率}(\%) = [(A_0 - A_t)/A_0] \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_0 ——对照溶液吸光度值；

A_t ——试样溶液吸光度值。

计算结果保留两位小数。

9.2 结果判定

结果以酶被抑制的程度（抑制率）表示。

当样品提取液对酶的抑制率≥50%时，表示蔬菜、水果中I型拟除虫菊酯类农药残留高于检测限，判定为阳性。阳性结果的样品需要重复检验2次以上。

对阳性结果的样品，可用其他方法进一步确定具体农药品种和含量。

10 灵敏度

酶抑制率法对部分I型拟除虫菊酯类农药的检出限见表1。

表 1 酶抑制率法对部分 I 型拟除虫菊酯类农药的检出限

农药名称	检出限/（mg/kg）
甲氰菊酯	1.0
联苯菊酯	1.0

11 说明

快速检测方法容易受个别颜色较深物质的影响，如菠菜、火龙果等，应在前处理时做进一步优化，可将整株样品浸提或采用表面测定法。

参 考 文 献

- [1] GB/T 5009.146 植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留量的测定
 - [2] GB/T 5009.199 蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留量的快速检测
 - [3] GB 23200.113 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
 - [4] GB 31658.8 食品安全国家标准 动物性食品中拟除虫菊酯类药物残留量的测定 气相色谱-质谱法
 - [5] GB/T 38148 生物产品降解拟除虫菊酯类农药功效评价技术规范
 - [6] NY/T 761 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定
 - [7] SN/T 0217 出口植物源性食品中多种菊酯残留量的检测方法 气相色谱-质谱法
 - [8] DB34/T 1075 蔬菜、水果、粮食、茶叶中30种有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留同时测定方法—气相色谱法
 - [9] 赵文婷, 李硕, 赵汗青, 等. 咖啡渣生物炭在富集水体中拟除虫菊酯类农药中的应用:202111146259.3[P]. 2021-09-28.
 - [10] 张维谊, 丰东升, 王敏, 等. 一种对10种拟除虫菊酯类农药残留进行原位快速检测的方法及其试剂盒:202111432113.5[P]. 2021-11-29.
 - [11] 徐斐, 朱念辛, 叶泰, 等. 一种快速检测拟除虫菊酯类农药残留的方法:201610459039.9[P]. 2016-11-16.
 - [12] 白冰, 张耀丹, 司文帅, 等. 一种农药残留的测定方法:202110802087.4[P]. 2021-07-15.
 - [13] 王秀国, 刘通, 陈丹, 等. 一种测定农作物中菊酯类农药残留的检测方法:202010518325.4[P]. 2020-10-13.
 - [14] 梅跃进, 姜沁成. 一种亚临界萃取除虫菊酯的方法:20171037580.9[P]. 2017-07-31.
 - [15] 赵妍. 拟除虫菊酯类农药残留快速检测方法的建立[D]. 上海:上海交通大学, 2020[2022-06-28].
-