

商洛市农学会团体标准

《木耳中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留测定》编制说明
(征求意见稿)

商洛市农学会团体标准

《木耳中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留测定》(征求意见稿)

编制说明

一、工作概况

(一)任务来源

提出单位：商洛市农产品质量安全中心

归口单位：商洛市农学会

(二)目的意义

近年来，随着人民生活品质的显著提升，消费结构持续升级，对农产品消费需求也从吃得饱向吃得好、吃得健康转变。木耳营养丰富，也是世界上公认的保健食品，深受国内外消费者喜爱。特别是在 2020 年习近平总书记来陕考察时点赞柞水木耳“小木耳，大产业”，一时间“柞水木耳”享誉全国，甚至一货难求。为此，省委省政府高度重视，专门组建木耳工作专班，在抓好全省木耳产品质量、标准研制和品牌保护等方面提出了新的目标、新的期望和新的要求。

木耳作为商洛的一个重要脱贫产业，对于发展地方经济、提高农民收入具有极其重要的作用。开展木耳产品质量安全监测，是保障木耳产品质量安全，打造木耳产品品牌，延伸木耳产业链条，提高木耳产业抗风险能力，推进木耳产业持续稳定高质量发展的有力抓手，对巩固脱贫攻坚成果，促进农民群众持续稳定增收具有十分重要的意义。但在开展木耳产品质量安全监测工作中，我们发现虽有 GB 23200.12-2016、

GB 23200.15-2016、GB 23200.112-2018、GB 23200.113-2018、GB 23200.116-2019、23200.121-2021 等有关食用菌中农药残留检测标准，但这些标准仅适用于新鲜木耳中农药残留检测，干木耳中农药残留检测目前没有可依据的方法标准。因此，木耳作为我市的一个特色产品，目前尚未建立常态化的监测体系，难以及时开展产品质量安全风险监测和风险评估，无法依据产品质量安全监测结果指导木耳实际生产，无法保证品牌产品质量的安全性和一致性，一定程度影响整个木耳产业的健康持续高质量发展。

《木耳中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留测定》标准的制定，为气相色谱或液相色谱法检测干、鲜木耳中农药残留提供可靠的方法依据，有效解决检测工作无据可依的问题，其具有以下重要的现实意义：

一是贯彻落实习近平总书记陕西考察重要指示精神的关键举措。2020 年习近平总书记柞水考察时点赞“小木耳，大产业”，给柞水木耳乃至整个陕西食用菌产业带来前所未有的发展机遇，同时在产品质量把控、特色品质保持和提升产品核心竞争力等方面提出了更高的要求，该标准的制定与实施是提高木耳产品质量把控、落实习总书记重要指示精神的关键举措。

二是推进木耳产业高质量发展的有力抓手。通过制定检测标准，进一步健全监测体系，全面实施木耳产品质量安全监测，及时发现问题、分析原因、制定和落实改进措施，进一步规范木耳生产经营行为，实现木耳生产全程质量控制，有效稳定产品内在特质、提升质量安全水平、提高品牌影响力、推进木耳产业高质量发展。

三是具有显著的生态、社会和经济效益。通过标准的制定和实施，一方面可有效监测木耳产品质量安全状况，不仅保障人民群众消费安全，而且为指导木耳产业化、规范化、标准化生产提供依据，对促进农业科技进步和农业标准化发展有重要意义；另一方面通过推进木耳标准化生产，规范投入品使用，减少因投入品使用不当造成的农业面源污染，有效保护生态环境。同时，通过推进木耳标准化生产，提升木耳产品品质，增强产品市场竞争力，实现优质优价，增加经济效益。

综上所述，该标准的研究制定和发布实施是广大民众消费安全的需要，是农业科技进步和农业标准化发展的需要，是保护生态环境的需要，也是农民增收、农业增效、巩固脱贫攻坚成果、实施乡村振兴战略的需要。

(三)承担单位

项目主导单位：商洛市农产品质量安全中心

项目参与单位：商洛市食品安全检验检测中心

(四)主要起草过程及工作计划

(1)预研阶段（2020年5月1日~2021年12月31日）

4月20日习近平总书记点赞柞水木耳，使柞水木耳瞬间享誉全国各地，成为淘宝等电商平台的热销商品。随之，柞水木耳产品质量安全便成为全国各级政府和广大民众关注的热点。为此，商洛市委市政府高度重视，在积极号召大力发展木耳产业的同时，要求必须加强木耳产品质量安全管控。作为市级农产品质量安全机构，我们积极响应市委市政府号召，及时组织开展木耳产品质量安全监测，但在工作过程中我们发现，目前还没有干木耳中农药残留检测可依据的

任何方法标准，也没有气相色谱法检测鲜木耳中有机氯及拟除虫菊酯类农药的相关标准。现有适用于新鲜木耳中农药残留检测的标准大都是质谱方法，市县级农检机构硬件设施条件无法满足方法标准要求。因此，为了切实做好木耳产品质量安全监测，我们组织力量开始摸索研究木耳中农药残留的气相色谱检测方法和液相色谱检测方法，形成了成熟的操作流程，为本标准的制定奠定了基础。

(2)成立起草工作组阶段（2022 年 1 月）

成立《木耳中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留测定》团体标准起草组，落实相关任务、明确具体分工。

(3)查新阶段（2022 年 2 月）

查阅了大量资料，在广泛搜集、整理有关木耳中农药残留检测等技术资料的基础上，确定 3 名专业人员，在食品伙伴网、国家标准信息公共服务平台和中国知网检索有关木耳中农药残留检测等方面的国家、行业、地方标准，查阅食品、农产品中农药残留检测前处理方法等相关文献。

(4)草案起草及立项阶段（2022 年 4 月）

起草人员认真查阅了标准制定的有关文件，对标准的格式、内容、术语表达方式等进行了深入学习，严格遵循 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》和农业部公告 2386 号《农药残留检测方法国家标准编制指南》所规定的标准编写要求和格式，在探索研究及大量试验工作的基础上将所有资料归类分析，形成《木耳中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留测定》（草案）提交立项申请。2022 年 4 月 21 日商洛市

农学会审查通过并批准立项。

(5)征求意见阶段（2022 年 7 月~8 月）

起草组在进一步开展方法实证试验的基础上，对草案进行修改完善，形成征求意见稿和编制说明上报市农学会。同时将征求意见稿及征求意见表发给相关的检验检测机构征求意见。本着遵循民主性、代表性的原则，广泛征求农业部食品质量监督检验测试中心(杨凌)、省农业检验检测中心、西安市农产品质量安全检验检测中心、商洛市产品质量监督检验所、陕西科仪阳光检测技术服务有限公司等机构专家意见。

(6)送审阶段（2022 年 9 月）

标准起草组对所征集的意见进行分析讨论，并对标准文本进行修改，最终形成标准送审稿。将标准送审稿、编制说明等相关资料上报市农学会进行审查。

(7)定审报批阶段（2022 年 10 月）

由市农学会组织召开专家评审会，标准起草工作组根据评审会专家提出的修改意见，对送审稿作进一步修改和完善，形成报批稿，报市农学会批准发布。

(8)标准宣贯阶段（2022 年 11 月开始）

标准发布后，通过网络媒体、线上宣讲、线下培训、发放资料等多种形式对标准进行推广，引导检测机构贯标用标，实施木耳产品质量安全监测。

(五)起草组成员及任务分工

标准起草与标准编制说明撰写总负责人：曹秀荣。详见下表：

团体标准起草组人员及分工

岗 位	姓 名	性 别	年 龄	专 业	所 在 单 位	职 称	主 要 职 责
组 长	曹秀荣	女	46	农业环保	商洛市农产品质量安全中心	高级农艺师	总负责，编制标准文本
组 员	董照锋	男	45	农学	商洛市农产品质量安全中心	研究员	负责标准文本审核
	李 俊	男	43	农学	商洛市农产品质量安全中心	高级农艺师	参与标准文本编写
	李 鹏	男	52	质检	商洛市食品质量检验检测中心	高级工程师	相关标准资料收集
	路 康	男	29	植物保护	商洛市农产品质量安全中心	农艺师	摸索方法、实证试验
	聂 森	男	30	资环	商洛市农产品质量安全中心	农艺师	摸索方法、实证试验
	徐 盼	男	32	分析化学	商洛市农产品质量安全中心	农艺师	摸索方法、实证试验
	赵亚婷	女	47	农学	商洛市农产品质量安全中心	技 师	样品管理与实验准备
	熊潇垚	女	31	农学	商洛市农产品质量安全中心	农艺师	协助标准文本审核
	陈妙妙	女	27	作物栽培	商洛市农产品质量安全中心	农艺师	参与实验
	徐艳	女	46	农学	商洛市农产品质量安全中心	农艺师	协助标准查新
	宋爽	男	27	农药学	商洛市农产品质量安全中心	农艺师	协助资料收集
	任岗	男	32	分析化学	商洛市农产品质量安全中心	农艺师	参与试验
	赵瑞丰	男	29	生物化学	商洛市农产品质量安全中心	农艺师	参与实验
	乔怡木	男	27	分析化学	商洛市农产品质量安全中心	农艺师	参与实验

二、编制原则和依据

本标准遵循科学性和实用性原则，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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》、GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》以及农业部公告 2386 号《农药残留检测方法国家标准编制指南》的要求进行编写。

本标准与 GB 2763-2021《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》、GB/T 6682-2008《分析实验室用水规格和试验方法》等相关标准、法规协调一致。

三、主要条款的说明

本标准名称为《木耳中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留测定》，主要包括五部分：范围、规范性引用文件、木耳中 16 种有机磷类农药残留量的测定--气相色谱法、木耳中 17 种有机氯类、拟除虫菊酯类农药残留量的测定--气相色谱法、木耳中 4 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定--高效液相色谱法。

(一)干木耳中农药残留提取参数实验

分别给 2g 干木耳样品中加入 10mL、20mL、30mL 水，充分混匀后浸泡 30min，再分别加入 50mL 乙腈匀浆提取，结果显示，加水 10mL 和 20mL 的样品自身吸取了大量提取溶剂乙腈，导致提取液体积不足，后续实验无法进行，但加水 30mL 的样品未吸取或吸取乙腈较少，能够保障后续实验正产开展，故每克干木耳样品需加水 15mL。

2. 离心转速、离心时间

匀浆提取后的样品分别经 7000 r/min、8000 r/min、9000 r/min 各离心 3min、5min、8min，结果显示，7000 r/min 分别离心 3min、5min、8min 以及 8000 r/min、9000 r/min 各离心 3min 均达不到理想的固液分离效果，8000 r/min、9000 r/min 各离心 5min、8min，其固液分离效果较好且无明显差异，故选择 8000 r/min 离心 5min。

3. 取样量、匀浆转速、匀浆时间

考虑方法的适用性和可操作性原则，称样量应控制在 3g 以下，设置取样水平为 1.0g、2.0g 和 3.0g；匀浆转速设置为 14000 r/min、15000 r/min、16000 r/min；匀浆时间设置为 1min、1.5min、2min，在离心转速 8000 r/min、离心时间 5min 条件不变的情况下，设计 3 因素 3 水平正交试验，结果显示，相同阳性添加水平下，取样量 2.0g、匀浆转速 15000 r/min、匀浆时间 2min 的处理回收率最好。

通过以上实验，最终确定干木耳中农药残留提取参数为取样量 2.0g、加水 30mL、加乙腈 50mL、15000 r/min 匀浆提取 2min、8000 r/min 离心 5min；鲜木耳中农药残留提取参数为取样量 25.0g、加乙腈 50mL、15000 r/min 匀浆提取 2min、8000 r/min 离心 5min。

(二)基质效应实验

采用相对响应值法即用空白基质溶液中添加中浓度农药标样与纯溶剂中添加同浓度农药测定结果的比值 (ME 值) 来定量分析基质效应的方法，对木耳基质效应进行分析，并用

ME 值对基质效应进行评价, $ME = (\text{空白基质中农药的信号峰面积} / \text{纯溶剂中的农药信号峰面积}) \times 100\%$ 。若 $ME < 0.85$, 说明基质对分析物的响应产生抑制作用; $ME > 1.15$, 则说明基质会增强分析物的响应; $0.85 < ME < 1.15$, 则表示该基质不存在基质效应或者基质效应非常小。实验结果显示: 15 中有机磷类农药和 17 种有机氯及拟除虫菊酯类农药的 ME 值均大于 1.15, 即木耳基质会增强 15 种有机磷类、17 种有机氯及拟除虫菊酯类农药的响应; 4 种氨基甲酸酯类农药的 ME 值均处于 0.85 至 1.15 之间, 即木耳基质对 4 种氨基甲酸酯类农药不存在基质效应或者基质效应非常小。

通过实验, 确定木耳中有机磷类、有机氯及拟除虫菊酯类农药残留的气相色谱法检测需要考虑基质效应, 用基质标定量; 氨基甲酸酯类农药残留的高效液相色谱法检测无需考虑基质效应, 用溶剂标定量。

四、验证实验

(一)方法的线性关系

对木耳空白基质按该方法进行样品前处理, 得到空白基质溶液, 取 1 mL 空白基质溶液氮气吹干, 分别用 1 mL 质量浓度为 0.01、0.05、0.50、1.00、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准溶液复溶, 过微孔滤膜, 上机测定, 以峰面积比率对质量浓度比率作回归曲线, 结果显示: 15 中有机磷类农药、17 种有机氯及拟除虫菊酯类农药和 4 种氨基甲酸酯类农药在 0.01 ~ 2.00 $\mu\text{g/mL}$ 范围内线性关系良好, 线性相关系数 (r) 均大于 0.99。分别以目标物 10 倍信噪比 ($S/N=10$) 确定各目

标物的方法定量限，15 种有机磷类农药的方法定量限在 0.01 ~ 0.2mg/kg 之间，17 种有机氯类及拟除虫菊酯类农药方法定量限在 0.007 ~ 0.03mg/kg 之间，4 种氨基甲酸酯类农药方法定量限在 0.03 ~ 0.1mg/kg 之间。

(二)方法的准确性、精密度

按木耳中 15 种有机磷类农药残留量的测定——气相色谱法、木耳中 17 种有机氯类、拟除虫菊酯类农药残留量的测定——气相色谱法、木耳中 4 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定——高效液相色谱法，分别设高、中、低 3 个添加水平，每个水平重复 6 次，由市农安中心实验室同一操作者使用同一设备在 1 天内完成实验，计算各添加水平 6 次重复的平均值，结果显示：该方法有机磷类、有机氯及拟除虫菊酯类、氨基甲酸酯类回收率均符合 GB/T 27404 标准中规定的不同添加水平对回收率范围的要求，故该方法准确度能满足分析要求。计算以上实验各添加水平的 6 个重复间相对标准偏差，其结果符合 GB/T 27404 标准中规定的实验室内相对标准偏差要求，故该方法重复性能满足分析要求。对该方法进行 3 个实验室间比对验证，其结果符合 GB/T 27404 标准中规定实验室间相对标准偏差要求，故该方法再现性能满足分析要求。

上述结果表明，该方法的准确性、精密度、可靠性及稳定性均能满足分析要求。

五、知识产权说明

本标准不涉及相关知识产权。

六、采标情况

通过文献检索，查阅了有关木耳中农药残留检测的国内外标准资料，未查到任何相同或相近的适用于干木耳中农药残留检测国内外标准，相近的适用于鲜木耳中农药残留检测的现行有效的国内标准有查到与本标准同类的现行有效标准有：GB 23200.12-2016《食品安全国家标准 食用菌中440种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-质谱法》、GB 23200.15-2016《食品安全国家标准 食用菌中503种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法》、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》、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》、GB 23200.116-2019《食品安全国家标准 植物源性食品中90种有机磷类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法》、GB 23200.121-2021《食品安全国家标准 植物源性食品中331种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》。

与以上同类标准比较，本标准不仅规定了鲜木耳中有机磷类、有机氯类及拟除虫菊酯类、氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定，还同时规定了干木耳的检测方法，并且所用设备为市县级农检机构更普及的气相色谱仪和高效液相色谱仪，因此本标准兼备了检测农药类别多、检测效率高、

方法适用性广、实用性强的特点，填补了干木耳中农药残留检测标准的空白，达到国内标准先进水平。

七、重大意见分歧的处理

本标准文本未见重大意见分歧。

八、参考标准和资料

GB/T 1.1 标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则

农业部公告 2386 号农药残留检测方法国家标准编制指南

GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB/T 20001.4 标准编写规则 第4部分：试验方法标准

GB/T 27404 实验室质量控制规范 食品理化检测

GB/T 27417 合格评定 化学分析方法确认和验证指南

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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测定

GB 23200.116 食品安全国家标准 植物源性食品中90种有机磷类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法

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

标准起草组

2022年7月10日