

# 《中药材、中药饮片、土壤及水体中三 嗪类除草剂扑草净的快速检测胶体金免 疫层析法》

## 编制说明

提出单位：中国医学科学院药用植物研究所

归口单位：中华中医药学会

起草单位：中国医学科学院药用植物研究所、北京中医药大学、北京市药品检验研究院、中国中药公司、上海市药材有限公司、无锡中德伯尔生物技术有限公司、盛实百草药业有限公司、山西振东制药股份有限公司、北京振东光明药物研究院有限公司、亳州市沪谯药业有限公司、北京园禾方圆植物科技股份有限公司、上海复振科技有限公司、北京鸿测科技发展有限公司。

主要起草人：杨美华、孙晓波、骆骄阳、翟华强、郭洪祝、兰青山、李琦、罗长财、李刚、李安平、秦文杰、张洪坤、王其丰、孟宪军、曹丽娟、陈涌、徐涛、张连中、豆小文、王玉丹、郭梦月、秦家安、孔丹丹、张磊、赵祥升、张竞。

二〇二二年三月

## 目 次

一、工作简况 .....	1
二、主要技术内容 .....	4
三、主要编制过程 .....	20
四、与国内外同类标准的对比和最新标准采用情况.....	23
五、与现行强制性国家标准或政策法规的关系.....	24
六、代表性分歧意见的处理经过和依据 .....	24
七、宣传、贯彻标准和后效评价标准的要求和措施.....	24
八、废止现行有关标准的建议 .....	25
九、相关附录 .....	<b>错误!未定义书签。</b>

## 一、工作简况

### 1. 任务背景

#### (1) 中药材及饮片中扑草净检测的必要性

中医药作为中华民族的宝贵财富，为当代医学的发展做出了巨大的贡献，并且中药在治疗慢性病和各种复杂疾病方面具有独特的优势。随着中药市场需求的扩大，野生中药资源已不能满足中药的发展需求，因而人工种植的中药材产量逐渐增长。为保证种植中药材的质量和产量，中药材在种植、加工、运输或储存过程中，不得不使用农药以防治病虫害。然而，由于农药使用过量或施用不规范，产生中药材农药残留的问题，不仅降低药物的治疗效果，严重者更会威胁人类的身体健康<sup>[1]</sup>。

扑草净（prometryn）作为一种选择内吸传导型三嗪类除草剂，可经根和叶吸收并传导，具有高效、广谱、持效期长、使用成本低等特点。自20世纪50年代被推出以来，以预防农田杂草生长的高效除草剂的作用在全球范围内广泛使用，并在中药及农业领域发挥了重要的作用。尽管近年来有新型除草剂逐渐取代三嗪类除草剂的趋势，但扑草净等三嗪类除草剂仍是我国所采用的大型品种系列，每年产量、用量均很大<sup>[2]</sup>。中药、土壤环境及水产品中扑草净残留时有报道，吴明根等<sup>[3-5]</sup>在前期筛选东当归、桔梗、轮叶党参和地黄适宜化学除草剂的基础上，分别在春季种植过程中对中药材进行扑草净处理，秋季采收时应用GC-MS法测定中药中的扑草净残留，结果显示上述中药中均有扑草净的检出，其水平为0.0235~0.0590 mg/kg。王小春等<sup>[6]</sup>应用高效液相色谱-串联质谱法同时测定农田土壤中31种三嗪类除草剂残留，扑草净为主要的检出品种，其中七批次土壤中有四批均有扑草净检出，检出水平为0.33~2.36 µg/kg。周明莹等<sup>[7]</sup>利用气相色谱-质谱联用技术测定五批紫菜中扑草净的残留量，其中两批样品中有检出，水平为3.1~3.8 µg/kg。中药作为一种特殊的农产品，被广泛用作日常保健和药物治疗的药食两用产品，如山药、西洋参、三七、黄芪、知母和牛膝等。在中药的种植过程中，除了扑草净的直接施用带来的残留，水体和土壤环境中<sup>[8]</sup>的扑草净残留也可通过根系吸收在中药中积累，特别是在多年生的中药。

近年来，为了有效控制三嗪类除草剂扑草净的用量，我国出台了一系列的使用标准，包括GB/T 18629-2002《食品中扑草净残留量的方法 气相色谱法》、SN/T

1968-2007《进出口食品中扑草净残留量检测方法 气相色谱-质谱法》、SC/T 9412-2014《水产养殖环境中扑草净的测定 气相色谱法》、DB21/T 3451-2021《渔业水体中扑草净残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》、GB/T21925-2008 GB/T 21925-2008《水中除草剂残留测定 液相色谱/质谱法》等。我国《食品中农药最大残留限量》(GB2763-2021)规定了扑草净在谷物、蔬菜、调味料和油料等食用农产品中14类残留限量,限量从0.02 mg/kg到0.5 mg/kg。扑草净在中药种植、采收、炮制加工、储藏等过程中均可能存在污染的情况,以导致部分农药残留,对人们的健康造成潜在的危害,并对中药的进出口贸易也具有较大的影响<sup>[9]</sup>。因此,迫切需要建立一种快速、现场、高通量的检测方法来筛选和测定中药中药材、饮片及中药种植土壤、水体中的扑草净残留,以规范检测方法的应用为目标,制定标准规范。

扑草净作为中药农残严峻问题之一,我国已全面启动该农药的生产、使用和安全风险情况调查并希望通过扑草净替代品、相应禁限用监管措施来应对扑草净的残留危害问题。建立可靠的扑草净胶体金试纸条快速检测标准,对控制中药产业污染及时阻断,对保障中药安全与提升中药品质具有重要意义。

## (2) 中药材及饮片中扑草净残留快速检测方法研究现状

目前,扑草净的主要检测方法主要包括气相色谱法(GC)、高效液相色谱法(HPLC)、气相色谱-质谱联用法(GC-MS)、液相色谱-质谱联用法(HPLC-MS)和液相色谱-串联质谱法(HPLC-MS/MS)等<sup>[10]</sup>,此类方法虽然在准确性、灵敏度方面都具有一定的优势,但仪器设备昂贵,操作复杂,对操作人员的专业技术水平及实验室的环境均具有较高的要求,因此,开发高灵敏度、高选择性、简单快速、便携式的农药残留快速检测分析方法日益成为广大医药工作者的研究热点。快速检测方法胶体金免疫层析试纸条具有:(1)利用胶体金的可视化检测及颜色强度可直观辨别其含量水平;(2)基于抗原-抗体的特异性反应原理,具有较高的特异性和选择性;(3)操作简单,检测成本低、时间短,不依赖专业人员,易于普及推广;(4)便于携带,适合产业化。免疫分析快速检测方法是近年来农残快检技术的主要研究方向,关于扑草净的酶联免疫分析方法已有文献报道研制成功<sup>[11]</sup>。目前尚无适用于中药中扑草净半定量检测的胶体金试纸条的报道。制备扑草净的半定量快速检测试纸条,对于中药的全产业链中扑草净的残留监控和质量

安全保障具有重要意义。

### (3) 亟需建立中药材及饮片中扑草净残留快速检测标准

基于当今市场对于适合现场大量筛查的快检技术的需求,目前已有如《SNT 2921-2011 农产品中甲萘威、毒死蜱、霜霉威、甲霜灵、甲草胺、异丙草胺残留胶体金快速检测方法》等快速检测方法标准出台,规定了特定食品中相应目标物的快速检测方法标准。基于农药残留问题的普遍性和严重性,关于农残快速检测方法标准如《GB/T 5009.199-2003 蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留量的快速检测》(2003年发布)、《NY/T 488-2001蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留量的快速检测方法》(2001年发布)等的出台,规定了特定农药的快速检测标准,对农残快检技术的样品制备、操作规范、结果判断等过程都作了具体的要求和规范,使农残快检技术更加规范化、科学化及法制化。同时,市场上也开发出了配套的快检试剂盒和快检仪器(如北京智云达科技公司、广州达元食品安全技术有限公司、东莞市三为生物科技有限公司等),其应用于中药检测时,快检试剂盒与精密仪器测定结果符合率82%,快检仪器符合率100%<sup>[12]</sup>。

然而,对于中药中残留严重的扑草净的快速检测缺乏专门的快检技术法规和政策。因此,亟需推出扑草净快速检测技术标准,确保中药材的安全。

### (4) 制定本方法的目的和意义

我国作为中药材的生产和使用大国,中药材的质量安全一直是中药全球化的难点之一,尤其是农药残留问题,这也已经成为我国中药材发展亟待解决的问题。农药的不当使用导致其在中药、农作物、土壤以及水体中的广泛分布,造成严重污染问题,破坏生态平衡。建立快速、灵敏和准确的检测方法测定中药材、土壤及水体中的扑草净对中药材质量控制和人类健康具有重要意义。中药材及饮片中扑草净残留快速检测方法的制定,旨在推进中药材及饮品中扑草净残留快速检测方法的标准化操作流程。制定出中药中扑草净农药的快速检测方法,使其不受时间、地点、环境及实验人员等条件限制,有利于及时发现问题、采取措施,快速准确高通量地实现中药材及中药产品中扑草净的残留筛查,以保证中药材及中药产品的安全性和有效性。因此,该团体标准的建立有助于保障人民用药的安全性和有效性,进而不断提高中药材及中药产品在国内外的经济及医用价值水平。

## 2. 任务来源

本任务来源于国家自然科学基金（No. 81573595）课题，由中国医学科学院药用植物研究所负责组织完成，立项时间 2015 年，项目主持人杨美华；中国医学科学院医学与健康科技创新工程协和重大协同创新项目“中药安全风险预警及防控”（2017-I2M-1-013），由中国医学科学院药用植物研究所负责组织完成，立项时间 2017 年，项目首席专家杨美华。

### 3. 标准起草单位

中国医学科学院药用植物研究所、北京中医药大学、北京市药品检验所、中国中药公司、上海市药材有限公司、无锡中德伯尔生物技术有限公司、盛实百草药业有限公司、山西振东制药股份有限公司、北京振东光明药物研究院有限公司、亳州市沪谯药业有限公司、北京园禾方圆植物科技股份有限公司、上海复振科技有限公司、北京鸿测科技发展有限公司。

## 二、主要内容

### 1. 胶体金试纸条的制备

1. 胶体金制备：柠檬酸三钠作为还原剂，加入氯金酸水溶液中，加热搅拌，得到呈酒红色的稳定的胶体金溶液（见图 1）。

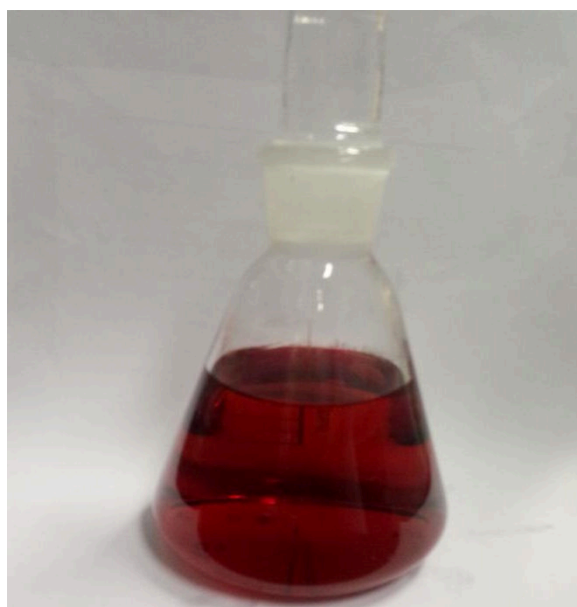


图 1 稳定胶体金溶液

2. 金标抗体的偶联：扑草净抗体选择  $0\ \mu\text{g}\sim 9\ \mu\text{g}$ ，反应一定时间，使扑草净抗体与胶体金充分偶联，得到稳定的金标抗体，加入高浓度 NaCl 溶液，观察颜色反应，得到加入抗体的最佳量。选择  $0\ \mu\text{L}\sim 7\ \mu\text{L}\ 0.2\ \text{M}\ \text{K}_2\text{CO}_3$  确定金标抗体的

偶联 pH，进行点样，观察结果确认最佳静电吸附偶联 pH。

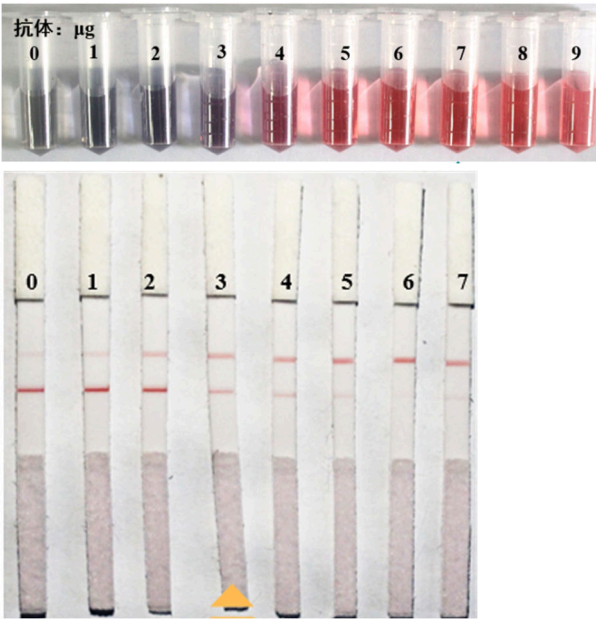


图 2 金标抗体的偶联及喷垫示意图

3. 试纸条检测线以及质控线的配制与划线：通过实验确定羊抗鼠二抗的最佳浓度（0.2 mg/mL~0.5 mg/mL），以及扑草净抗原（0.05 mg/mL~0.8 mg/mL）。最后划线浓度为最佳浓度二抗划线浓度为 0.5 mg/mL，抗原划线浓度为 0.05 mg/mL。

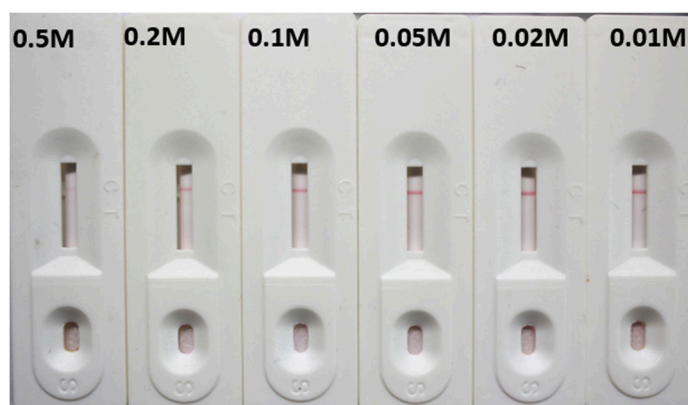
4. 试纸条组装：将 NC 膜、吸水垫、样品垫按顺序黏贴在底板上，组装成检测扑草净的胶体金试纸条。

## 2. 稀释液条件优化

1. PBS溶液浓度考察：使用不同浓度的PBS溶液稀释金标抗体，滴加试纸条，观察消线和出线情况确定最佳浓度。结果表明0.02 M~0.2 M PBS溶液条件效果较好。最终选定0.1 M PBS溶液稀释（见图3）。



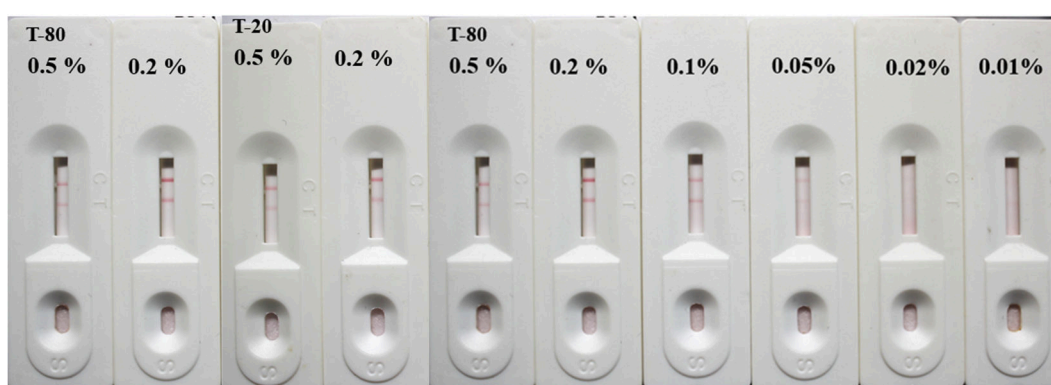
(A) 出线结果



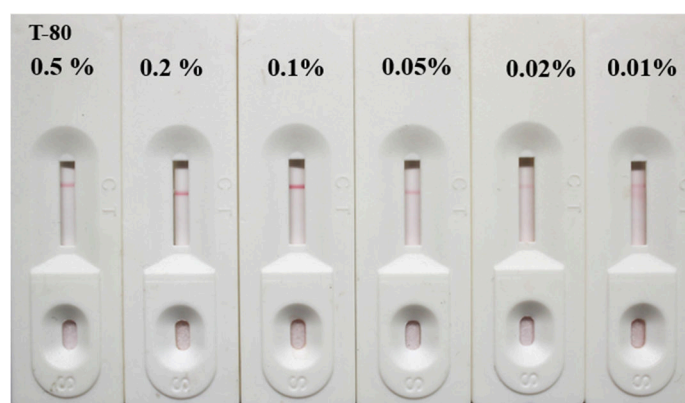
(B) 消线结果

图3 PBS溶液浓度考察

2. 吐温种类及用量考察：用含不同浓度的吐温20和吐温80的稀释液稀释金标抗体，滴加到试纸条上，观察消线和出线情况，确定吐温最佳种类及浓度。结果表明吐温80较优于吐温20，且0.05%~0.2%含量条件效果较佳。最终选定1%吐温80稀释（见图4）。



(A) 出线结果



(B) 消线结果

图4 吐温种类以及用量考察



3. 稀释液优化：以人参基质为例，在稀释液中加入 1% OVA 或 1% BSA 观察消线效果。选定 1% OVA 作为封闭液（见图 5）。

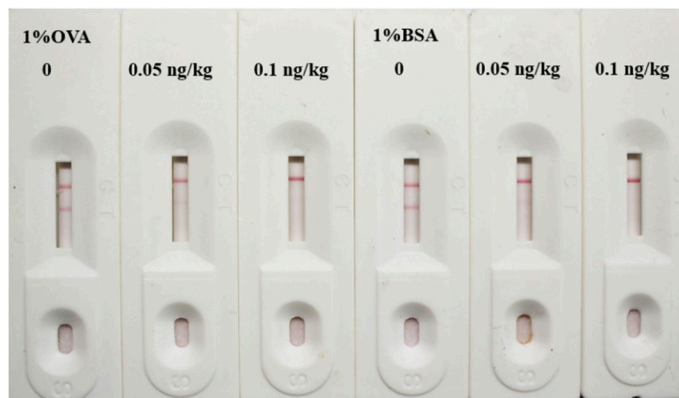


图5 稀释液优化

### 3. 扑草净胶体金试纸条性能测试

（1）灵敏度及半定量范围的确定：用不同浓度的扑草净标准溶液，滴加于不同试纸条上进行检测，确定胶体金试纸条的灵敏度：浓度为  $\geq 1 \text{ ng/mL}$  时，检测线（T 线）完全消线；根据检测线（T 线）完全消线确定  $(R) \geq 1 \text{ ng/mL}$ 。

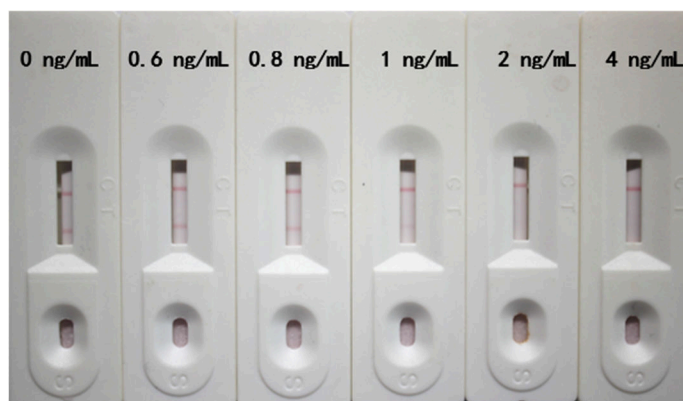


图6 灵敏度测试

（2）特异性的确定：用于扑草净结构相似的农药标品配制成检测溶液，滴加于试纸条上进行检测，确定胶体金试纸条的特异性（见图 7）。结果显示：该试纸条与叠氮津交叉率  $< 4\%$ ，与仲丁通交叉率  $< 8\%$ ；扑灭通交叉率  $16\%$ 。



叠氮津



仲丁通



扑灭通

图7 特异性的确定

(3) 甲醇耐受性的确定：扑草净在甲醇中溶解度较好，样品提取及检测使溶剂中的甲醇可能会影响试纸条的性能，故配制不同浓度的甲醇-磷酸盐缓冲液混合溶液，滴加于试纸条上，确定胶体金试纸条的甲醇耐受性（见图 8），试验结果表明，当甲醇浓度不超过 30%时，金标抗体释放完全，试纸条的检测线和质控线的显色情况较好。因此当检测液中甲醇含量不超过 30%时，本实验研制的胶

体金免疫层析试纸条的性能不受影响，能够满足正常检测。

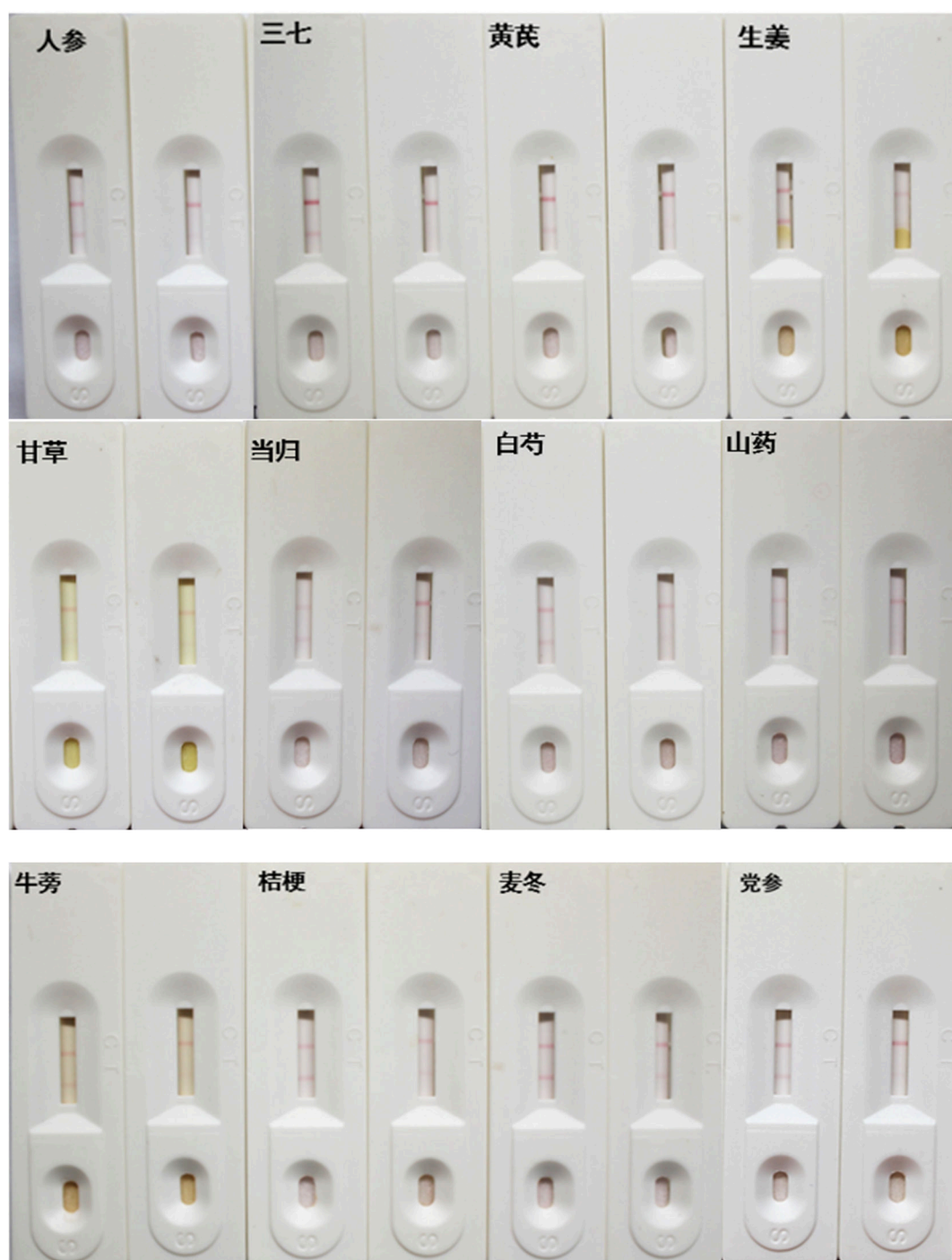


图 8 甲醇耐受性的考察

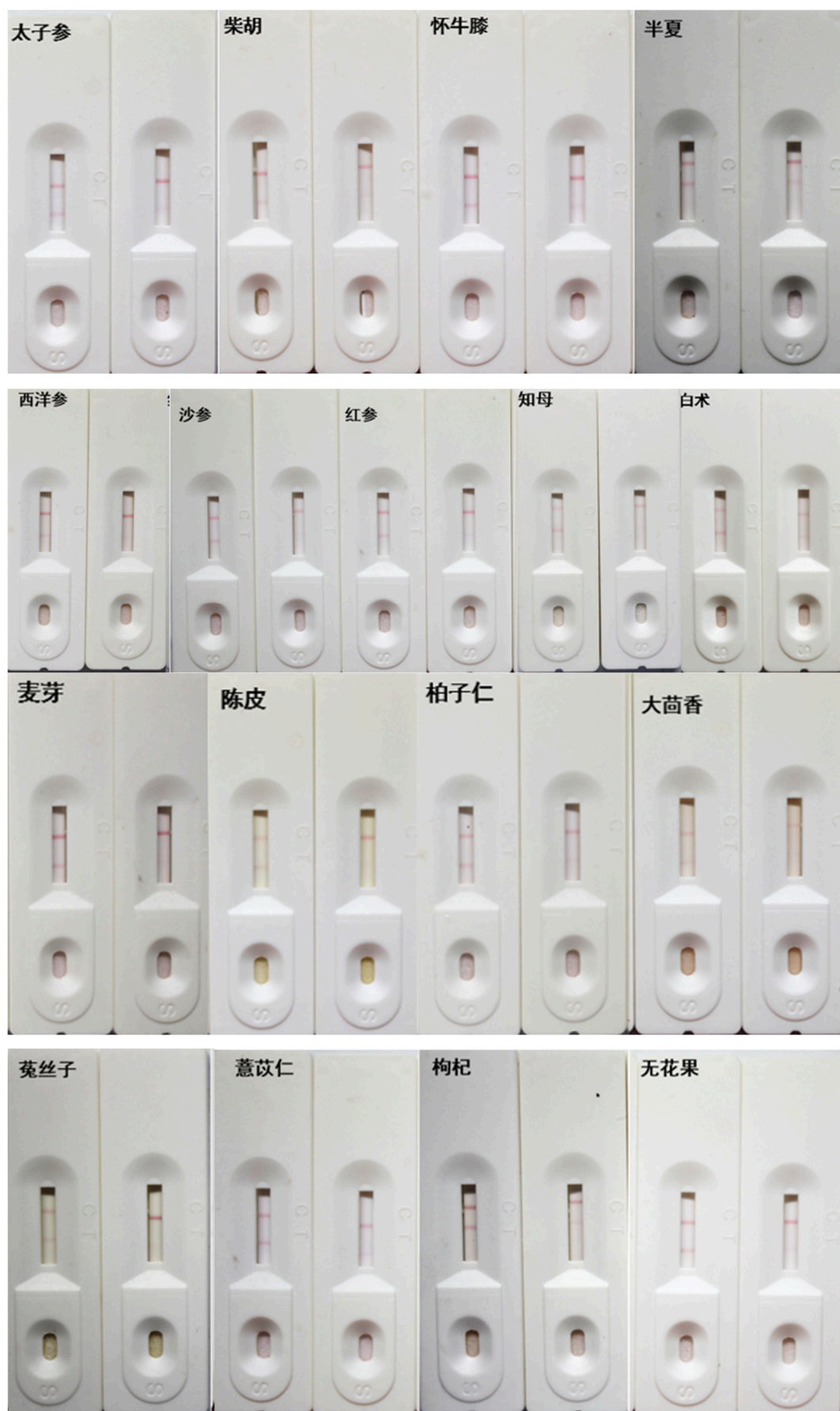
#### 4. 扑草净检测卡在中药中的适用性考察

该检测技术的优点在于：中药样品基质复杂，本试纸条法通过简单的提取和稀释，利用基质溶液中的扑草净与金标垫中的金标抗体发生抗原-抗体结合反应，从而与检测线上的扑草净抗原竞争金标抗体。通过添加回收实验，确定本试纸条在不同中药基质中的适用性。

分别选取常用根茎类中药 21 种（人参、三七、黄芪、生姜、甘草、当归、白芍、山药、党参、红参、麦冬、半夏、沙参、白术、太子参、西洋参、柴胡、怀牛膝、牛蒡、知母、桔梗），种子果实类中药 16 种（陈皮、柏子仁、山楂、麦芽、薏苡仁、使君子、大茴香、梔壳、益智仁、菟丝子、决明子、大枣、胡椒、莲子、无花果、枸杞），花、叶及全草类中药 5 种（菊花、金银花、蒲公英、红花、白花蛇舌草）。分别对阴性样品及阴性加标样品（0.1 mg/kg）进行检测，确定不同种类中药基质对试纸条检测的影响（见图 9）。为保证扑草净试纸条能够适用于不同部位中药材，对试纸条的适用性进行了考察。结果表明，该试纸条对于包括陈皮、蒲公英、三七、金银花等不同部位的药材（果实及种子、叶及全草、根及茎叶、花）均有良好的适用性。







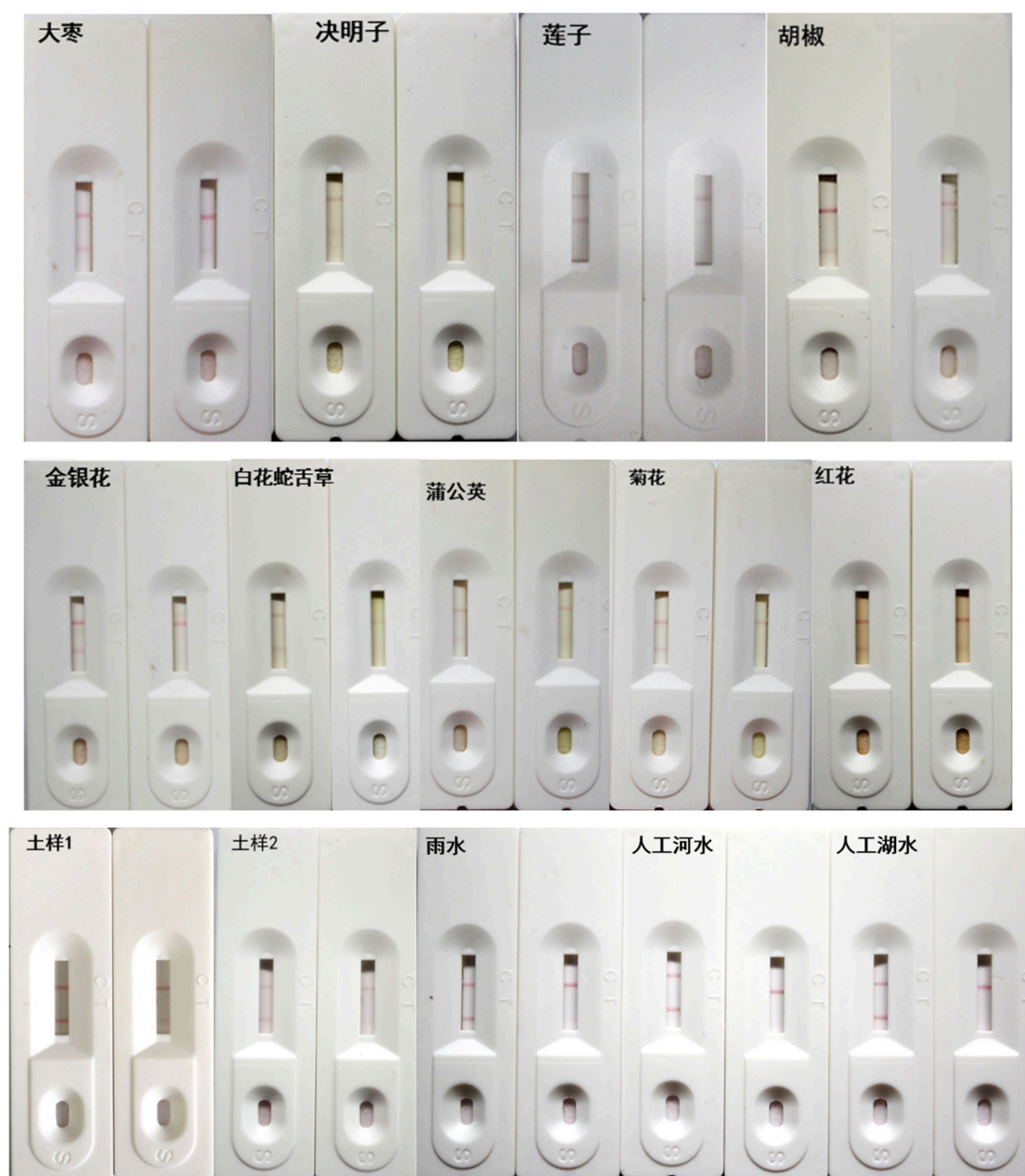


图 9 适用性的考察

## 5. 中药中扑草净污染结果

应用扑草净试纸条对68批中药材（西洋参10批，山药5批，三七12批，黄芪5批，沙参3批，牛膝4批，菊花14批，生姜9批，菟丝子6批）进行了实际中药材及饮片的快速检测，代表性结果如图10所示。

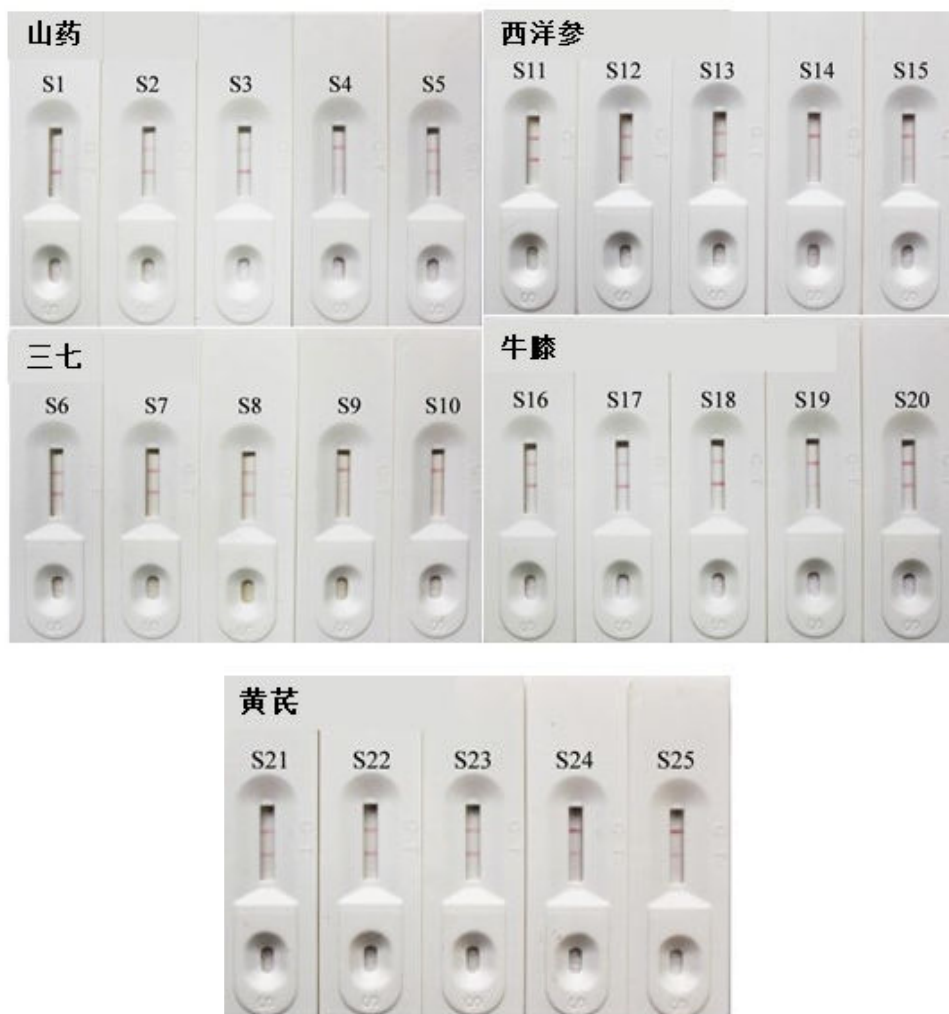


图 10 代表性实际样品检测

## 6. 第三方验证复核结果

将所建立的上述扑草净试纸条快速检测方法送检至第三方华测检测认证集团股份有限公司进行验证。华测检测认证集团股份有限公司，是一家集检测、校准、检验、认证及技术服务为一体的第三方机构，在全球范围内提供一站式质量解决方案，是中国第三方检测与认证服务的开拓者（见图 10-11）。华测检测认证集团股份有限公司对我们生产的扑草净胶体金快速检测试纸条进行了指标的复核。检测内容为三七、西洋参中扑草净的测定，盲样总数为 200 个，其中包括阴性样品 50 个和阳性样品 150 个，检出限为 0.1 mg/kg，评价指标参照国家食品药品监管总局办公厅 2017 年 3 月 28 日下发的《总局办公厅关于印发食品快速检测方法评价技术规范的通知》（食药监办科（2017）43 号）。评价结果表明，该产品的技术指标为：灵敏度为 100%，特异性为 100%，假阴性率为 0，假阳性率为 0，相对准确度为 100%（见图 12-15）。





## 中国合格评定国家认可委员会 实验室认可证书

(注册号: CNAS L4474)

兹证明:

**华测检测认证集团北京有限公司**

**北京市北京经济技术开发区**

**科创十四街 99 号 20 幢, 21 幢, 100176**

符合 ISO/IEC 17025: 2005《检测和校准实验室能力的通用要求》  
(CNAS-CL01《检测和校准实验室能力认可准则》)的要求, 具备承担本  
证书附件所列服务能力, 予以认可。

获认可的能力范围见标有相同认可注册号的证书附件, 证书附件是  
本证书组成部分。

签发日期: 2018-03-21

有效期至: 2022-10-21

初次认可: 2010-03-19



中国合格评定国家认可委员会授权人

肖尹华

中国合格评定国家认可委员会 (CNAS) 经国家认证认可监督管理委员会 (CNCA) 授权, 负责实施合格评定国家认可制度。  
CNAS 是国际实验室认可合作组织 (ILAC) 和亚太实验室认可合作组织 (APLAC) 的互认协议成员。  
本证书的有效性可登陆 [www.cnas.org.cn](http://www.cnas.org.cn) 获认可的机构名录查询。

图 10 华测检测认证集团 CNAS 资质 (1)





# 检验检测机构 资质认定证书

编号: 180000344085

名称: 华测检测认证集团北京有限公司

地址: 北京市北京经济技术开发区科创十四街 99 号  
20 幢, 21 幢(101111)

经审查, 你机构已具备国家有关法律、行政法规规定的基  
本条件和能力, 现予批准, 可以向社会出具具有证明作用的数  
据和结果, 特发此证。资质认定包括检验检测机构计量认证。

检验检测能力(含食品)及授权签字人见证书附表。

你机构对外出具检验检测报告或证书的法律责任由 华  
测检测认证集团北京有限公司 承担。

许可使用标志



发证日期: 2018 年 03 月 26 日

有效期至: 2024 年 03 月 25 日

发证机关:



本证书由国家认证认可监督管理委员会监制, 在中华人民共和国境内有效。

图 11 华测检测认证集团 CNAS 资质 (2)

## 检测报告

名 称:	扑草净胶体金快速检测卡
规 格:	20T/盒
委托单位:	中国医学科学院药用植物研究所
检测类型:	委托测试



华测检测认证集团北京有限公司  
Centre Testing International (Beijing) Co., Ltd.

www.cti-cert.com

检验检测专用章

1101051731295

图 12 华测检测报告 (1)

## 检测报告

报告编号: A2210337671101001C

第 1 页 共 3 页

### 1 实验目的

对中国医学科学院药用植物研究所生产的扑草净胶体金快速检测卡进行技术指标的复核。

### 2 原理:

扑草净检测卡应用了竞争抑制胶体金免疫层析原理。若样本中含有扑草净达到或超过0.1mg/kg时,在层析过程中与胶体金标记的特异性抗体相结合,从而抑制了金标抗体和硝酸纤维素膜上包被的扑草净抗原相结合,则T线不显色,结果为阳性。反之,结果为阴性。

### 3 评价方式:

采用已知含量的样品,用扑草净胶体金快速检测卡进行复核测定。

### 4 前处理方式

4.1 取 1g 药材粉末(20 目)于 10mL 样品提取管中,加入 5mL 甲醇,涡旋震荡 1min,超声提取 5min 后,5000rpm 离心 5min;

4.2 移取上清液 100 $\mu$ L 加入 900 $\mu$ L 样品稀释液,混匀,即得到待测液;

4.3 从原包装铝箔袋中取出检测卡,将检测卡放平,用移液器移取 80  $\mu$ L 待测液于加样孔中;反应 7-10min,进行结果判读。

#### 4.4 结果判读:

阴性:若 C、T 线都出现红色条带,表明样品中扑草净含量低于 0.1mg/kg 或者无扑草净。

阳性:若 C 线出现红色条带,T 线不显红色都,表明样本品中扑草净达到或者超过 0.1mg/kg。

无效:若 C 线不显色,则检测结果无效。



图 13 华测检测报告(2)



## 检测报告

报告编号: A2210337671101001C

第 2 页 共 3 页

产品名称	扑草净胶体金检测卡	规格	20T/盒
生产日期	2021.08.08	批号	PCJ2108001
标示生产厂家	中国医学科学院药用植物研究所	有效期	2022.08.07
委托方	中国医学科学院药用植物研究所	产品来源	厂家
检测项目	三七、西洋参中扑草净测定		
标称检出限	0.1mg/kg		
存储条件	4℃-30℃阴凉避光干燥处保存		
评价指标依据	参照国家食品药品监管总局办公厅 2017 年 3 月 28 日下发的《总局办公厅关于印发食品快速检测方法评价技术规范的通知》（食药监办科〔2017〕43 号）		
参比方法	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》		
盲样组成	盲样数：__200__（阴性样品__50__，阳性样品__150__）		
盲样典型基质	三七、西洋参		
盲样浓度	0mg/kg、0.1mg/kg、0.2mg/kg		
评价结果			
项目	待评价快检产品技术指标		
灵敏度	100%		
特异性	100%		
假阴性率	0		
假阳性率	0		
相对准确度	100%		

图 14 华测检测报告 (3)

## 检测报告

报告编号: A2210337671101001C

第 3 页 共 3 页

评价结论	待评价产品的技术指标: 灵敏度为 100%、特异性为 100%、假阴性率为 0、假阳性率为 0、相对准确度为 100%。
备注	
以下空白	

编制: 孟薇

审核: 李爽

批准: 授权签字人

日期: 2021 年 08 月 27 日

华测检测认证集团北京有限公司

检测地址: 北京市北京经济技术开发区科创十四街 99 号 20 幢  
公司地址: 北京市北京经济技术开发区科创十四街 99 号 21 幢

### 声明:

1. 报告无批准人签字、检验检测专用章及报告骑缝章, 或经涂改, 以及复印报告未加盖红色检验检测专用章均视为无效;
2. 未经本公司批准, 不得部分复制本报告;
3. 样品信息由客户提供, 本报告检测结果仅对受检样品负责;
4. 不得擅自使用检测结果进行不当宣传;
5. 如果对检测结果有异议, 请于收到报告之日起 15 日内提出, 逾期不予受理。

\*\*\* 报告结束 \*\*\*

图15 华测检测报告 (4)

### 三、主要编制过程

#### （一）提案、申请、立项

2019年6-9月，调研国内外扑草净检测技术与污染水平，组织成立立项组并进行提案和立项申请。

2019年9-10月，立项申请材料提交、立项答辩及立项通过，立项审查会议纪要见附件1。

#### （二）成立标准起草组

##### 1. 标准起草组成立方式

标准起草起源于在进行样本检测过程中发现有扑草净阳性结果，通过与各药材种植公司沟通了解到：部分药材在种植过程中涉及到应用扑草净做除草剂。因此，通过微信联系，电话沟通等方式组织和成立了本标准产学研及监督检验机构结合的项目组成员。

##### 2. 标准起草组组成情况

###### ① 标准起草组组成情况：

起草单位：中国医学科学院药用植物研究所、北京中医药大学、北京市药品检验所、中国中药公司、上海市药材有限公司、无锡中德伯尔生物技术有限公司、盛实百草药业有限公司、山西振东制药股份有限公司、北京振东光明药物研究院有限公司、亳州市沪谯药业有限公司、北京园禾方圆植物科技股份有限公司、上海复振科技有限公司、北京鸿测科技发展有限公司。起草人包括研究人员、教职人员、药检机构从业人员、企业（中药制药企业、中药饮片企业、生物技术企业）创始人和高管等。

###### ② 标准起草组成员名单及分工：

表1 标准起草组成员及其工作内容

序号	姓名	单位	职务/职称	专业	工作内容
1	杨美华	中国医学科学院药用植物研究所	研究员	药物分析学	标准的建立、制作、审核与推广应用
2	孙晓波	中国医学科学院药用植物研究所	研究员	药理学	标准指导与宣传
3	骆骄阳	中国医学科学院药用植物研究所	副研究员	药物分析学	标准的建立、制作、审核与推广应用

4	翟华强	北京中医药大学	教授	中药调剂学	标准评审与宣传贯彻
5	郭洪祝	北京市药品检验所	主任药师	中药质量控制	标准评审与宣传贯彻
6	兰青山	中国中药公司	主任中药师	中药学	标准的推广应用与意见反馈
7	李琦	上海市药材有限公司	高级工程师	中药质量管理	标准的推广应用与意见反馈
8	罗长财	无锡中德伯尔生物技术有限公司	高级工程师	食品安全检测	标准的推广应用与意见反馈
9	李刚	盛实百草药业有限公司	高级国际商务师	工商管理	标准的推广应用与意见反馈
10	李安平	山西振东制药股份有限公司	主任药师、高级工程师	中药学	标准的推广应用与意见反馈
11	秦文杰	北京振东光明药物研究院有限公司	研究员	中药学	标准的推广应用与意见反馈
12	张洪坤	亳州市沪谯药业有限公司	执业药师	中药学	标准的推广应用与意见反馈
13	王其丰	亳州市沪谯药业有限公司	高级工程师	中药学	标准的推广应用与意见反馈
14	孟宪军	北京园禾方圆植物科技股份有限公司	总经理	中药检验及生产加工	标准的推广应用与意见反馈
15	曹丽娟	上海市药材有限公司	研究员	中药学	标准的推广应用与意见反馈
16	陈涌	上海复振科技有限公司	高级工程师	产品开发	标准的推广应用与意见反馈
17	徐涛	上海复振科技有限公司	高级工程师	产品开发	标准的推广应用与意见反馈
18	张连中	北京鸿测科技发展有限公司	总经理	中药学	标准的推广应用与意见反馈
19	豆小文	中国医学科学院药用植物研究所	助理研究员	药物分析学	标准相关背景调研
20	王玉丹	中国医学科学院药用植物研究所	无	药物分析学	标准实验验证与草案撰写
21	秦家安	中国医学科学院药用植物研究所	无	药物分析学	标准实验验证与草案撰写
22	孔丹丹	中国医学科学院药用植物研究所	副研究员	药物分析学	标准推广应用
23	张磊	中国医学科学院药用植物研究所	助理研究员	药物分析学	标准相关背景调研
24	赵祥升	中国医学科学院药用植物研究所	副研究员	药物分析学	标准评审与宣传贯彻
25	张竞	中国医学科学院药用植物研究所	无	药物分析学	标准实验验证与草案撰写

### 3. 利益冲突声明

标准起草组成员不存在利益冲突。

#### （三）标准研制详细工作内容

##### 1. 调研和资料收集

2019 年 6-9 月,中国医学科学院药用植物研究所组织标准编制工作小组查阅了大量国内、国外有关标准和相关专业期刊上发表的文献等技术资料,深入分析国内外扑草净检测技术与污染水平,结合标准起草单位实验室的条件、仪器特性和方法技术特点,初步设计编制方案。

## **2. 形成标准草案**

在标准的制定过程中,结合我国的实际情况,邀请行业内相关专家进行探讨,吸纳专业意见和建议。参阅相关文献资料,建立了中药材、饮片、土壤及水体中三嗪类除草剂扑草净的快速检测-胶体金免疫层析法,包括:胶体金试纸条的制备、稀释液条件优化、扑草净胶体金试纸条性能测试、扑草净检测卡在中药中的适用性考察,以及基于试纸条检测中药中扑草净污染结果判定,最终形成了该标准的文本内容和编制说明内容。并于 2019 年 9-10 月,提交了相关立项申请材料、通过了答辩及项目立项,立项审查会议纪要见附件 1。

## **3. 技术内容修改完善**

2019 年 10 月-2022 年 4 月期间,通过参与标准起草相关单位的研讨会,邀请国标委专家进行基础资料的修订,及第三方单位的复核工作,完成了针对该草案的技术内容修改完善。详细内容如下:于 2021 年 8 月完成了针对“中药材、饮片、土壤及水体中三嗪类除草剂扑草净的快速检测-胶体金免疫层析法”的第三方验证复合,结果表明该标准具有较高的可行性和普适性;分别于 2022 年 3 月和 2023 年 2 月通过与国标委专家、研究所、及中药产业链相关单位及基地技术人员的研讨沟通,完成了标准草案的意见征集,针对 151 条修改意见进行了多次修改,包括:样品处理条件、胶体金免疫层析法的制备方法及操作细节、方法适用范围等。

## **4. 验证与应用推广**

### **① 第三方公司验证**

将所建立的上述扑草净试纸条快速检测方法送检至第三方华测检测认证集团股份有限公司进行验证。所选第三方检测公司的资质及扑草净胶体金快速检测试纸条的性能指标复合结果见上文中第二部分(主要内容 6. 第三方验证复核结果)。



## ② 应用推广

标准草案工作组通过调研和走访不同厂家设备的技术人员和操作使用人员，进行了深入的技术交流，并对标准草案进行反复研讨，获得了相关的技术支持和宝贵的编制建议。同时，工作组人员在国内外多个学术会议以及中医药产业相关网络平台进行了研究成果的报告和标准草案的推广工作，该团体标准累计进行了9次学术技术报告及中药材种植基地和检测单位的推广和培训，主要包括：在CAMS Oxford Institute - Institute of Medicinal Plant Development Joint Symposium会议中给出了题目为“Development and application of the rapid and high-throughput detection technology for triazine herbicides in Chinese herbal medicines”的报告（海口，2019.09.21-22）；在第七届中药材基地共建共享交流大会，给出“中药中农药残留快速检测关键技术研究—以三嗪类除草剂的快速检测技术研究为例”的报告（天津，2019.12.01）；在2019年全国药物质量分析与过程控制学术产业大会，给出“中药中三嗪类除草剂快速检测关键技术研究”报告（咸阳，2019.12.01）；第十一届质谱网络会 iCMS2020 的分组报告，报告题目为“中药材中三嗪类除草剂快速检测关键技术研究”（北京，2020.12.09）；在亳州市沪谯药业有限公司进行了快速检测的培训，同时针对“中药中外源有害污染物研究进展”做了详细解读（亳州，2020.12.16-17）；在第三届中药质量控制与农残检测技术发展论坛大会作了邀请报告“中药中真菌毒素与农药残留现场快速检测”（北京，2021.04.15）；工作组成员与广东中达药业有限公司线上交流和推广（北京，2021.12.03）；在实验与分析在线公开课讲解“中药风险物质检测及纯水使用规范”（北京，2022.03.21）等。

## 5. 形成征求意见稿及标准草案答复

根据标准化工作程序，起草单位根据各行业专家和各起草人的多方沟通提出的修订意见和建议对标准草案进行汇集并修改，由中国医学科学院药用植物研究所负责完成标准征求意见稿的正式文本。相关征求意见稿及意见答复与草案的修改，详见附件“征求意见汇总处理表”。

## 四、与国内外同类标准的对比和最新标准采用情况

（一）目前国内已发布且正在实施中的同领域标准为：T/CATCM 010-2019《植物类中药材及饮片多菌灵残留的快速检测-胶体金免疫层析法》，本标准与该标准具有相同的实验原理和结果判定标准，区别在于本标准用于快速筛查三嗪类除草剂扑草净的残留，并且本标准适用于中药材、饮片、土壤及水体中扑草净的残留的快速检测。

（二）本标准按照GB/T 6682《分析实验室用水规格和试验方法》要求保证所用试验用水符合标准；按照GB/T 12998《水质 采样技术指导》、GB/T 12999《水质采样 样品的保存和管理技术规定》、GB/T 36199《土壤质量 土壤采样程序设计指南》和《中国药典》2020年版 第四部 0211 药材和饮片取样法，用于指导和规范样品取样和保存过程。此外，GB 23200.11-2016 食品安全国家标准《桑枝、金银花、枸杞子和荷叶中413种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-质谱法》作为本标准阳性结果的进一步确证方法。

## **五、与现行强制性国家标准或政策法规的关系**

本标准与现行强制性国家标准及政策法规不存在矛盾或冲突。此外，本标准以现行标准 GB 23200.11-2016 《食品安全国家标准 桑枝、金银花、枸杞子和荷叶中 413 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-质谱法》作为阳性确证标准。

## **六、代表性分歧意见的处理经过和依据**

代表性分歧意见：如何解决本标准假阳性和假阴性结果。

处理经过和依据：本标准作为快速检测标准，可实现田间地头现场快速筛查。对于疑似阳性样本和阳性样本，进行多次测定确定，并且可以通过现行国家标准 GB 23200.11-2016 《食品安全国家标准 桑枝、金银花、枸杞子和荷叶中 413 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-质谱法》作为阳性确证标准；对于假阴性结果本标准通过使用高特异性识别扑草净的抗体，制定合适的检测限，并且通过适用基质的筛查，选择出能够准确测定扑草净残留的中药材及饮片种类，从而减少假阴性结果的出现。

## **七、宣传、贯彻标准和后效评价标准的要求和措施**

## **（一）宣传、贯彻标准的措施**

### **1. 标准的实施单位**

拟于中国中药控股有限公司、上海市药材有限公司、无锡中德伯尔生物技术有限公司、盛实百草药业有限公司、山西振东制药股份有限公司、亳州市沪谯药业有限公司、北京园禾方圆植物科技股份有限公司、上海复振科技有限公司、北京鸿测科技发展有限公司等相关单位进行本标准的实施和推广应用。

### **2. 其他宣传、贯彻本标准的措施**

（1）借助中药行业的学术论坛如药植论坛、世中联举办的中药质量相关会议、仪器信息网以及中药质量控制研究方面的会议力量，对本标准进行宣传和推广。宣传推广次数不低于 5 场次。

（2）开展标准合作，通过与起草单位及相关生产应用单位进行合作，在公司内进行培训应用，将该标准推广应用于实际中药种植基地。

（3）通过媒体宣传，通过团队自创的“药材安全学习于创新”公众号，检测方法微视频的录制及通过仪器信息网进行本标准的推广应用。

（4）发表学术论文，国内外发表论文 1-2 篇进行该标准的推广。

## **（二）标准的用户评价**

拟于 2022 年 9 月起将本标准检测方法交付各中药材种植与研究公司进行标准的使用评价，同时以上述传宣、贯彻的措施对本标准进行推广应用，并及时获取用户的应用反馈意见。拟进行为期一年的推广应用，整合各行业对本标准的用户评价，对本标准进行进一步的优化和修订。

## **（三）标准的修订**

本标准的检测限与中药材、饮片、土壤及水体中三嗪类除草剂扑草净的限量要求紧密相关。目前该标准的检测限小于或等于国内外限量要求，随着国内外限量标准的修订，拟对本标准的检测限进行优化和修订。

## **八、废止现行有关标准的建议**

目前国内外暂无应用胶体金免疫层析法快速检测中药材、饮片、土壤及水体

中三嗪类除草剂扑草净的相关标准，因此不存在有关标准的废止。

## 附件 1

### 立项审查会议纪要

**会议时间：**2019 年 9 月 18 日上午 9: 00

**会议地点：**北京

**专 家 组：**杨秀伟教授、刘春生、许保海、杜守颖、李国辉、肖小河、吴剑坤、沈欣、陈世忠、赵奎军

**参会人员：**杨美华、骆骄阳、王玉丹、秦家安、翟华强、孟宪军



**记 录 人：**秦家安

**会议议题：**《中药材、饮片、土壤及水体中三嗪类除草剂扑草净的快速检测-胶体金免疫层析法》团体标准立项审查

**会议内容（提问及回复）：**

1、拓展检测品种，拓展检测方法的应用领域。

**回复：**感谢专家的建议，我们将在标准的制定过程中积极尝试扩大标准应用范围，如环境、食品、农业等领域，以及标准在其他三嗪类除草剂及其他类型农药中的应用的推广。

2、建立检测标准还是限量标准？检测仅是个方法，标准是什么，建议理清。

**回复：**感谢专家的提问，我们所建立的标准为扑草净胶体金免疫层析快速检测的方法标准，主要对该快速检测方法的使用与操作进行规范要求。

3、拓展应用，如检测水、土壤，拓展检测品种其它农残。

**回复：**同意意见 1，我们已将环境样品土壤及水体样品拟定入本标准，并且在标准

的制定过程中会积极尝试扩大标准应用领域，以及标准在其他类型农药中的应用。

4、此标准对接和使用的目标和意义，建议进一步明确。

**回复：**感谢专家的意见，我们在立项申请书中补充并强调所建标准对接和使用的目标和意义。

本项目任务目的在于提出一种快速检测方法用于中药材、饮片及中药种植土壤、水体中三嗪类除草剂残留的快速筛查，以规范检测方法的应用为目标，制定标准规范。基于便携式的胶体金免疫层析试纸开发的快检测方法，不仅可从中药材种植源头土壤、水体、周边环境监测残留水平，做到风险预警，还可应用于中药流通市场、企业和临床，保障中药原料安全、投料质量，规范中药产业，确保用药安全，对于保证中药材、饮片安全具有重要的意义。

5、研究立项中应考虑到实用及可推广，快速测检。

**回复：**同意专家的意见，在立项申请书中补充了该快速检测标准的实用性和推广策略。

实用性：三嗪类除草剂扑草净检测目前主要依赖实验室高精尖仪器的检测识别，精密的液相色谱及质谱分析要求专业培训、严格的操作环境、并且很难现场快速甄别其污染与否。胶体金免疫层析技术具有便携、快速、高效、现场可视化的优势，是精密仪器检测的有力补充，利用胶体金免疫检测手段快速筛查污染源头水体、土壤中的三嗪类除草剂，从源头有效控制农药污染态势扩大意义重大；中药材及饮片种植生产企业多、散，流通量大，胶体金免疫层析检测技术可极大降低检测成本、便于推广应用，实用性强。

标准可推广性：量胶体金免疫层析试纸条产品，其应用方便，只需简单培训即可完成检测和结果的判断，不需要特殊专业技术，广大使用者对于快速检测已有基础了解，易于接受。此外，该标准中将明确规定适用范围与操作规范，可在参与标准的企业中优先使用推广，并逐渐推广到更多的应用范围。

6、拓展应用范围；充分优选胶体盒制作的佳条件。

**回复：**感谢专家的建议，我们将尝试从样品基质及农药类型两方面拓展标准应用范围，优化胶体金免疫层析法快速检测的制作条件，以期获得应用范围广、使用便捷、结果可靠的检测技术和规范标准。

7、快速检测方法是对于现场检测十分必要，建议在本标准制定过程中也将其推广到其它类型的农药中。

**回复：**感谢专家意见，我们会在本标准制定过程中积极探索和考察相关影响因素及关键技术，发现问题解决问题，累积经验，为其他类型农药快速检测方法标准的制定提供研究基础和参考。

8、拓宽应用范围。

**回复：**同意见 1，我们会尝试将标准适用范围扩展到食品、环境、农业样品中三嗪类除草剂扑草净残留快速检测的应用，并且探索和优化该检测技术在其他类型农药中的应用。