

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 789—2004

农药残留分析样本的采样方法

Guideline on sampling for pesticide residue analysis

2004-04-16 发布

2004-06-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准起草单位：农业部农药检定所和中国农业大学应用化学系。

本标准主要起草人：何艺兵、刘丰茂、潘灿平、刘光学、钱传范、龚勇、秦冬梅、朱光艳、李友顺、宋稳成。

农药残留分析样本的采样方法

1 范围

本标准规定了农药残留田间试验样本(植株、水、土壤)、产地和市场样本的采集、处理、贮存方法。本标准适用于种植业中农药残留分析样本的采样过程。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注明日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 8302 茶 取样

GB/T 8855 新鲜水果和蔬菜的取样方法

GB/T 12530 食用菌取样方法

GB/T 14699.1 饲料采样方法

NY/T 398 农、畜、水产品污染监测技术规范

NY/T 788—2004 农药残留试验准则

3 采样原则

3.1 采样应由专业技术人员进行。

3.2 采集的样本应具有代表性。

3.3 样本采集、制备过程中应防止待测定组分发生化学变化、损失,避免污染。

3.4 采样过程中,应及时、准确记录采样相关信息。

4 采样方法

4.1 产地样本采样

4.1.1 样本采集

按照产地面积和地形不同,采用随机法、对角线法、五点法、Z形法、S形法、棋盘式法等进行多点采样。产地面积小于 1 hm^2 时,按照NY/T 398 规定划分采样单元;产地面积大于 1 hm^2 小于 10 hm^2 时,以 $1\text{ hm}^2\sim 3\text{ hm}^2$ 作为采样单元;产地面积大于 10 hm^2 时,以 $3\text{ hm}^2\sim 5\text{ hm}^2$ 作为采样单元。每个采样单元内采集一个代表性样本。不应采有病、过小的样本。采果树样本时,需在植株各部位(上、下、内、外、向阳和背阴面)采样。

4.1.2 样本预处理及采样量

4.1.2.1 块根类和块茎类蔬菜

采集块根或块茎,用毛刷和干布去除泥土及其他黏附物。样本采集量至少为6个~12个个体,且不少于3 kg。代表种类有:马铃薯、萝卜、胡萝卜、芜菁、甘薯、山药、甜菜、块根芹。

4.1.2.2 鳞茎类蔬菜

韭菜和大葱:去除泥土、根和其他黏附物;鳞茎、干洋葱头和大蒜:去除根部和老皮。样本采集量至少为12个~24个个体,且不少于3 kg。代表种类有:大蒜、洋葱、韭菜、葱。

4.1.2.3 叶类蔬菜

去掉明显腐烂和萎蔫部分的茎叶。菜花和花椰菜分析花序和茎。采集样本量至少为4个~12个个体,不少于3 kg。代表种类:菠菜、甘蓝、大白菜、莴苣、甜菜叶、花椰菜、萝卜叶、菊苣。

4.1.2.4 茎菜类蔬菜

去掉明显腐烂和萎蔫部分的可食茎、嫩芽。大黄:只取茎部。采集样本量至少为12个个体,且不少于2 kg。代表种类有:芹菜、朝鲜蓟、菊苣、大黄等。

4.1.2.5 豆类蔬菜

取豆荚或籽粒。采集样本量鲜豆(荚)不少于2 kg,干样不少于1 kg。代表种类有:蚕豆、菜豆、大豆、绿豆、豌豆、芸豆、利马豆。

4.1.2.6 果菜类(果皮可食)

除去果梗后的整个果实。采集样本量为6个~12个个体,不少于3 kg。代表种类有:黄瓜、胡椒、茄子、西葫芦、番茄、黄秋葵。

4.1.2.7 果菜类(果皮不可食)

除去果梗后的整个果实,测定时果皮与果肉分别测定。采集样本量为4个~6个个体。代表种类:哈密瓜、南瓜、甜瓜、西瓜、冬瓜。

4.1.2.8 食用菌类蔬菜

取整个子实体。至少12个个体,不少于1 kg。代表种类有:香菇、草菇、口蘑、双孢蘑菇、大肥菇、木耳等。

4.1.2.9 柑橘类水果

取整个果实。外皮和果肉分别测定。至少6个~12个个体,不少于3 kg。代表种类有:橘子、柚子、橙子、柠檬等。

4.1.2.10 梨果类水果

去蒂、去芯部(含籽)带皮果肉共测。至少12个个体,不少于3 kg。代表种类有:苹果、梨等。

4.1.2.11 核果类水果

除去果梗及核的整个果实,但残留计算包括果核。至少24个个体,不少于2 kg。代表种类有:杏、油桃、樱桃、桃、李子。

4.1.2.12 小水果和浆果

去掉果柄和果托的整个果实,样本采集量不少于3 kg。代表种类有:葡萄、草莓、黑莓、醋栗、越桔、罗甘莓、酸果蔓、黑醋栗、覆盆子。

4.1.2.13 果皮可食类水果

枣、橄榄:分析除去果梗和核后的整个果实,但计算残留量时以整个果实计。无花果取整个果实。样本采集量不少于1 kg。代表种类有:枣、橄榄、无花果。

4.1.2.14 果皮不可食类水果

除非特别说明,应取整个果实。鳄梨和芒果:整个样本去核,但是计算残留量时以整个果实计。菠萝:去除果冠。样本采集量为4个~12个个体,不少于3 kg。代表种类有:鳄梨、芒果、香蕉、番木瓜果、番石榴、西番莲果、新西兰果、菠萝。

4.1.2.15 谷物

对于稻谷,取糙米或精米。鲜食玉米和甜玉米,取籽粒加玉米穗轴(去皮)。样本采集至少12点,不少于2 kg。代表种类有:水稻、小麦、大麦、黑麦、玉米、高粱、燕麦、甜玉米。

4.1.2.16 饲草作物类

取整个植株。至少5个个体,不少于2 kg。代表种类有:大麦饲料、玉米饲料、稻草、高粱饲料。

4.1.2.17 经济作物

整个籽粒或食用部分。花生、去掉外皮。多点采集不少于 0.1 kg~0.5 kg(干样)或 1 kg~2 kg(鲜样)。代表种类有:花生、棉籽、红花籽、亚麻籽、葵花籽、油菜籽、菜叶、成茶、可可豆、咖啡豆。

4.1.2.18 豆科饲料作物

取整个植株。多点采 1 kg~2 kg,干草 0.5 kg。代表种类有:紫花苜蓿饲料、花生饲料、大豆饲料、豌豆饲料、苜蓿饲料。

4.1.2.19 坚果

去壳后的整个可食部分。板栗去皮处理。多点采样且不少于 1 kg。代表种类有:杏核、澳洲坚果、栗子、核桃、榛子、胡桃。

4.1.2.20 中草药

取整个药用部分。多点采不少于 0.5 kg(干样)或 1 kg(鲜样)。

4.1.2.21 香草类

取整个食用部分。多点采不少于 0.1 kg(干样)或 0.2 kg(鲜样)。

4.1.2.22 调味品类

整个食用部分。多点采不少于 0.2 kg(干样)或 0.5 kg(鲜样)。

4.1.2.23 土壤

土壤样本一般从作物生长小区内采集,采集 0 cm~15 cm 耕作层,每个小区设 5 个~10 个采样点,采样量不少于 1 kg。

4.1.2.24 水和其他液体样本

从作物生长小区内多点采集 5 L 水样,充分混合。去除漂浮物、沉淀物和泥土。在报告结果时,应指明水样是否包含漂浮物和沉淀物。

4.2 农药残留田间试验样本采样

根据试验目的和样本种类实际情况,按照随机法、对角线法或五点法在每个采样单元内进行多点采样。样本预处理方法按照 4.1.2 进行。采样数量按照 NY/T 788—2004 进行。

4.3 市场样本采样

4.3.1 散装样本

对于散装成堆样本,应视堆高不同从上、中、下分层采样,必要时增加层数,每层采样时从中心及四周五点随机采样。抽检样本的采样量按照 GB/T 8855 规定进行。样本预处理方法按照 4.1.2 进行。

4.3.2 包装产品

对于包装产品,抽检样本的采样量按照 GB/T 8855 规定进行随机采样。采样时按堆垛采样或甩箱采样,即在堆垛两侧的不同部位上、中、下或四角中取出相应数量的样本,如因地点狭窄,按堆垛采样有困难时,可在成堆过程中每隔若干箱甩一箱,取出所需样本。样本预处理方法按照 4.1.2 进行。

4.3.3 特殊样本

茶样本,按照 GB/T 8302 进行。

食用菌样本按照 GB/T 12530 进行。

饲料样本按照 GB/T 14699.1 进行。

样本预处理方法按照 4.1.2 进行。

5 样本的缩分

5.1 谷物样本

样本经粉碎后,过 0.5 mm 孔径筛,按四分法缩分取 250 g~500 g 保存待测。

5.2 土壤样本

土壤样本不应风干。过 1 mm 孔径筛,取 250 g~500 g 保存待测,测试同时做水分含量测定。不能

过筛的土壤样品去除其中石块、动植物残体等杂物后待测。最终检测结果以土壤干重计。

5.3 小体积蔬菜和水果

均匀混合后,按四分法缩分,用组织捣碎机或匀浆器处理后取 250 g~500 g 保存待测。

5.4 大体积蔬菜和水果

切碎后,按四分法缩分,取 600 g~800 g 保存待测。

5.5 冷冻样本

冷冻状态下破碎后进行缩分。如需解冻处理,须立即测定。

5.6 水样本

滤纸过滤,混匀后,依照分析方法和待检物浓度取相应数量样本待测。

5.7 其他

其他种类的样本,按照四分法缩分后,取出实验室分析所需样本量,保存待测。

6 样本包装、贮存

6.1 样本的包装

采集的样本用惰性包装袋(盒)装好,写好标签(包装内外各一个)和编号(伴随样本各个阶段,直至报告结果)。样本及有关资料(样本名称、采样时间、地点及注意事项等)在 24 h 内运送到实验室,在运输过程中应避免样本变质、受损、失水或遭受污染。

6.2 样本的贮存

6.2.1 对含性质不稳定的农药残留样本,应立即进行测定。

6.2.2 容易腐烂变质的样本,应马上捣碎处理,在低于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下冷冻保存。

6.2.3 水样在冷藏条件下贮存,或者通过萃取等处理,得到提取液,在冷冻条件下贮存。

6.2.4 短期贮存(小于 7 d)的样本,应按原状在 $1\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下保存。

6.2.5 贮藏较长时间时,应在低于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下冷冻保存。解冻后应立即分析。取冷冻样本进行检测时,应不使水、冰晶与样本分离,分离严重时应重新匀浆。

6.2.6 检测样本应留备份并保存至约定时间,以供复检。

7 样本记录

样本记录表包括以下基本内容:

- a) 样本名称、种类、品种;
- b) 识别标记或批号、样本编号;
- c) 采样日期;
- d) 采样时间;
- e) 采样地点;
- f) 样本基数及采样数量;
- g) 包装方法;
- h) 采样(收样)单位、采样(收样)人签名或盖章;
- i) 贮存方式、贮存地点、保存时间;
- j) 采样时的环境条件和气候条件;
- k) 对市场抽检样品需标明原编号及生产日期、被抽样单位,并经被抽样单位签名或盖章。