

# DB 5304

## 玉 溪 市 地 方 标 准

DB 5304/T 011.14—2019

代替 DG 5304/T 011-2016

### 华宁柑桔综合标准 第 14 部分：质量安全监测规范

地方标准信息服务平台

2019 - 11 - 25 发布

2020 - 02 - 24 实施

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的规定起草。  
本标准是DB5304/T 011-2019《华宁柑桔综合标准》的第14部分，本标准共分为15个部分：

- 第1部分：标准化管理标准
- 第2部分：产地环境条件
- 第3部分：柑桔园规划与建设
- 第4部分：育苗技术规范
- 第5部分：生产技术规范
- 第6部分：病虫害防治规程
- 第7部分：肥料使用规范
- 第8部分：农药使用规范
- 第9部分：农资管理与服务规范
- 第10部分：种植技术推广服务规范
- 第11部分：技术培训管理规范
- 第12部分：质量分级
- 第13部分：包装与标识管理要求
- 第14部分：质量安全监测规范
- 第15部分：产地环境保护规范

本标准由华宁县人民政府、华宁县农业农村局、华宁县市场监督管理局、华宁县财政局、云南华宁泉乡早熟柑桔专业合作社提出。

本标准由玉溪市农业农村局归口。

本标准起草单位：华宁县人民政府、华宁县农业农村局、华宁县市场监督管理局、华宁县财政局、云南华宁泉乡早熟柑桔专业合作社。

本标准主要起草人：王虎能、普文跃、易金海、徐有才、李永祥、沈涛、杨娇、沐昆涛、赵岚、孔祥春、朱联书、董德祥、李冬云、赵美琼、周红磊、马光磊、李波、李文竣、陆双全、李团英。

# 华宁柑桔综合标准

## 第 14 部分：质量安全监测规范

### 1 范围

本标准规定了农产品质量安全监测的抽样、检测、检测质量管理、检测结果上报等要求。本标准适用于柑桔质量安全监测。

### 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。

NY/T 789 农药残留分析样本的采样方法

### 3 抽样

#### 3.1 抽样原则

3.1.1 抽样由专业技术人员进行。

3.1.2 采样的样本应具有代表性。

3.1.3 样本采集制备过程中应防止待测定组发生化学变化、损失、避免污染。

3.1.4 抽样过程中，应及时、准确记录采样相关信息。

#### 3.2 抽样准备

3.2.1 抽样前应组织抽样人员，根据本年度的监测方案，研究制定抽样方案、学习抽样技术、明确抽样工作纪律。

3.2.2 在每次抽样前准备好抽样所需要的物品，包括抽样单和抽样工具等，抽样工具由专人负责检查与管理，保证干净，避免污染。

#### 3.3 抽样要求

3.3.1 每次抽样人数应不得少于 2 人，其中一人应是相对稳定的有一定抽样工作经验技术人员，负责对抽样工作程序的具体实施及相关情况的协调处理。

3.3.2 抽样人员应主动向受检单位出示有关监测工作的有效证件，如抽样人员工作证件，提交样品抽样单。抽样人员应衣着整齐，态度端正，工作作风严谨，树立良好形象。

3.3.3 抽样工作应由抽检人员严格按照规定独立完成，不受其他因素干扰。抽样人员应亲自到现场抽样，不得由受检单位人员或其他人员取样。对抽取的样品应据实付款。

- 3.3.4 抽样人员在现场应认真填写抽样单，填写的信息要齐全、准确，字迹要清晰、工整。经抽样人员和受检单位人员或被抽样人员双方确认无误后签字。
- 3.3.5 在抽样过程中，抽样人员应对柑桔生产情况进行调查了解，并及时向本单位负责人汇报，以便为上级主管部门提供参考。
- 3.3.6 柑桔抽样工作按照农药残留分析样本的抽样按 NY/T 789-2004《农药残留分析样本的采用方法》的规定执行，柑桔抽取量为 2~3kg。
- 3.3.7 各抽样人员在抽样过程中发现问题或遇到特殊情况应及时与县农产品质量安全检测站联系，沟通情况。
- 3.3.8 样品一经封样，在送达实验室检测之前，任何人不得擅自开封或更换，否则该样品作废，并追究相关人员责任。
- 3.3.9 样品到达检测单位后，接样人员应对样品进行认真检查，对封样情况、样品数量、状态、质量、样品编号及抽样单进行一一核对。检查合格后，方可入库。

## 4 农药残留检测

### 4.1 总体要求

#### 4.1.1 统一检测方法

严格按方案中的方法规定的要求进行检测，检测人员不得擅自更改方法。

#### 4.1.2 统一标准溶液

应使用符合检测方法标准要求的标准物质及试剂。

#### 4.1.3 统一判定标准

检测结果按照相关标准以及相关规定进行判定。

### 4.2 检测质量控制

#### 4.2.1 检测前准备

##### 4.2.1.1 检查仪器设备

每次检测工作开始前，应对检测仪器设备进行检查。调整仪器工作条件，使仪器处于最佳工作状态。用标准溶液检查仪器灵敏度，对达不到灵敏度要求的仪器应及时维修，没有达到要求前不能进行样品检测。

##### 4.2.1.2 检查试剂和药品

每进一批试剂和药品，按检测方法进行检验，对其进行杂质的检查，排除试剂对检测结果的干扰，如有必要应进行处理后再使用。检查标准物质和标准溶液是否在有效期内。

##### 4.2.1.3 检查环境

检测工作中，应对实验室、样品储藏室、前处理室和仪器室等环境进行控制，保证环境的温湿度符合检测的要求。样品前处理室要进行控温，防止试剂的过度挥发，影响结果的准确性。湿度较大的时候，仪器室要除湿。

#### 4.2.1.4 检查器皿

器皿使用前要进行清洗，检查，保证器皿干净。

### 4.3 检测

#### 4.3.1 制样

去掉明显腐烂和萎蔫部分，取样品食用部分，尽量避免有泥沙的样品。充分混合后用四分法取样进行粉碎。处理样品用的刀、板子、粉碎机等在处理一个样品后要进行清洗。样品粉碎后尽快称样，称样时要充分搅匀。剩余样品立即放入冷冻箱内低温保存。待监测结果上报后，确认没有问题时，再进行销毁处理。

#### 4.3.2 提取

样品提取过程严格按方法规定的固液比进行，不得擅自改变比例。在提取过程中要保证提取条件的一致性，如提取时间、振摇幅度和频率等。

#### 4.3.3 净化

过萃取柱时应严格按照标准规定操作，控制好流速，在保证待测组分收集完成的同时，有效去除杂质，保证待测组分保留时间范围内没有大的杂质峰干扰。

#### 4.3.4 衍生化

衍生化过程要确保样品中无水分、样品瓶密封完好，保证定容准确。

#### 4.3.5 浓缩

在样品浓缩过程中，要防止蒸干。样品一经定容应尽快测定，防止试剂的挥发和农药的降解，影响检测结果的准确性。

#### 4.3.6 测定

样品在测定时，要严格按照监测方案中的规定，首先做试剂空白，每测定10个样品进一个标准溶液，每测定30个样品做一个添加回收率。如发现回收率达不到规定的范围时，该批次样品要重做。检测结果保留2位小数。

### 4.4 检测结果确证

对超标或接近限量值的样品，应重新称样进行测定。并使用极性不同的柱子或不同检测器进行确认。采用酶联免疫法检测的，对筛选后的可疑阳性应进行确证。

### 4.5 检测问题处理与复检

检测过程中出现有可能影响检测结果的问题时，检测人员应根据相应工作程序，及时上报中心技术负责人，出现下列情况之一，均应按有关规定进行复检：

- a) 在检测过程中如出现停水、停电、仪器出现故障时；
- b) 在检测结果离散度较大时；
- c) 审核人员对检测结果提出合理异议，主检人员解释不清时。

## 5 检测质量管理

### 5.1 实验室内部考核

除按检测方法进行回收率检测外，中心质量保证人在每次监测工作时，进行 1~2 次盲样的考核。并做好如下工作：

- a) 根据本单位的质量体系要求，增加保证检测工作质量的措施；
- b) 检测人员要认真填写原始记录，不得事后追记。字迹要工整、清晰，信息要全，应具有可追溯性和重现性；
- c) 校核人员要对空白试剂、标准溶液和样品的图谱进行审核，对检测结果重新进行计算确认，并检查结果的有效数位是否符合要求，检测项目是否有漏检；
- d) 审查人员对原始记录进行全面的审查，审查内容同校核内容记录。

## 6 检测结果上报

- 6.1 检测单位要如实上报检测结果，保证检测结果的准确性和真实性，不得弄虚作假，不得随意更改。
- 6.2 检测单位要根据检测方法和要求，认真进行分析总结。在规定时间内将检测结果及总结分析报告报送上级主管部门。