

农产品检测样品制备技术要点

曾广华, 刘菊才*, 方晓燕, 吴虹玥, 包从武, 刘 剑, 冯 燕, 赖维成, 胡明英, 戚俊峰

成都市农业质量监测中心, 四川 成都

收稿日期: 2024年11月11日; 录用日期: 2024年12月9日; 发布日期: 2024年12月17日

摘 要

农产品质量安全关系人民群众的身体健康和生命安全, 农产品检测是农产品质量安全监管和执法的重要技术支撑, 是保障人民群众“舌尖上的安全”的重要手段, 而农产品检测样品的制备是检测工作的一个重要环节, 关系到检测结果的科学性和准确性。农产品检测涉及样品种类多, 样品成分复杂, 检测的参数也多, 本文从制度、人员、场所、工具、样品确认、制备方法、样品备份和标识、制备记录等方面阐述了农产品检测样品制备工作的流程和技术要点。

关键词

农产品检测, 样品, 制备, 技术

Technical Points of Sample Preparation for Agricultural Product Testing

Guanghua Zeng, Jucai Liu*, Xiaoyan Fang, Hongyue Wu, Congwu Bao, Jian Liu, Yan Feng, Weicheng Lai, Mingying Hu, Junfeng Qi

Chengdu Agricultural Quality Monitoring Center, Chengdu Sichuan

Received: Nov. 11th, 2024; accepted: Dec. 9th, 2024; published: Dec. 17th, 2024

Abstract

The quality and safety of agricultural products are related to the health and life safety of the people. The testing of agricultural products is an important technical support for the supervision and enforcement of the quality and safety of agricultural products, and an important means to ensure the “safety of the tip of the tongue” of the people. The preparation of samples for testing of agricultural

*通讯作者。

products related to the scientificity and accuracy of the test results is an important part of the testing work. The characteristics of agricultural product testing include a wide variety of sample types, complex sample components, and multiple detection parameters. In this paper, the process and technical points of the preparation of agricultural product testing samples are expounded from institution, personnel, site, tools, sample confirmation, preparation method, sample backup, identification, and preparation record.

Keywords

Agricultural Product Testing, Sample, Preparation, Technology

Copyright © 2024 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

农产品质量安全关系人民群众的身体健康和生命安全。而农产品质量安全检验检测是农产品质量安全监管、执法和生产的重要技术支撑，是保障人民群众“舌尖上的安全”的重要手段[1]。农产品质量安全检测包括抽样、样品接收、样品制备、检测、结果分析等环节。农产品质量安全检测对象有蔬菜、水果、食用菌、茶叶、畜禽肉、禽蛋、生鲜牛乳、蜂产品、水产品及小麦、稻谷、土壤等，样品成分复杂，检测参数包括理化指标、安全指标、营养指标等。样品制备的目的在于保证样品的代表性、均匀性，同时保持样品特征的原始性，被测物的性质符合检测要求并不得损失，因而样品制备关系到检测结果的科学性和准确性。目前农产品抽样技术、检测方法等均有完善的国家或行业标准，但缺乏指导性、系统性的样品制备技术标准。规范农产品质量安全检测样品制备技术，可有效提升农产品质量安全检测技术水平，保障农产品质量安全检测的结果准确可靠，才能为农产品质量安全监管、执法和农业产业发展提供强有力的技术支撑。

作者所在的成都市农业质量监测中心每年制备各种样品 5000 个左右，累计制备各类样品 10 余万个，根据大量的工作实践，系统总结了各类检测样品的制备技术要点，主要内容如下。

2. 样品制备管理制度

某些实验室认为样品制备只是检测工作的小环节，往往忽视了样品制备管理制度的建立。作为影响检测结果的重要环节，需要建立适宜的管理制度。

管理制度内容包括：制备人员须经过培训，授权上岗；按照检测项目所依据的标准制备，满足分析测试要求，制备的样品具有代表性，避免污染或分析物的损失；对于鲜活农产品样品须在接受样品的当日进行制备，应急检测或性状易变、待测组分不稳定等样品应在第一时间完成样品制备，其它样品按照检测周期规定及时制备；制备样品时需着工作装，干样制备要戴手套和口罩；制备样品时不得吸烟、不得吃零食、不得有无关人员在场；制备室不得存放食物等其他与制备无关物品，应保持整洁卫生；及时、准确地记录样品制备的相关信息；质量监督员要定期对样品制备人员进行监督检查。

3. 样品制备人员

农产品质量安全检测机构应指定专人负责样品制备，对样品制备人员应进行技术培训，并经考核合格后由机构最高管理者授权才能上岗[2]。

4. 制备场所

实验室应设置专门的样品制备室，通风、无扬尘、无易挥发物质，水、电、工作台、通风、空调等设施应满足样品制备要求，配备电子天平、纯水机、冰箱或冰柜(样品暂存)等仪器设备，制备场所应洁净卫生；稻谷、小麦、土壤等样品的机构须设置干样制备室和样品风干室，风干室要求向阳、通风，但是避免阳光直射；稻谷、小麦、土壤等样品的干样制备室应与其他农产品制样室分区。农产品监督抽查需要在抽样现场制备样品，制样场所要求具有自来水、电、桌子、干净的场地等基本条件，水产品在现场制样时须铺设一次性台布以便于进行样品处理。

某些实验室不注意制备场所的分区，不同类别的样品在同一个房间进行制备，容易造成样品的交叉污染，从而影响检测结果。

5. 制备工具

选择满足样品检测要求的制备器具，易清洗，对样品不造成污染(详见表 1)。工具、容器及包装应清洁、干燥、无异味、无渗漏，不与样品发生反应，不对检验结果造成影响。每次制样后应将制备工具清洗或清理干净，防止制备过程交叉污染。制样工具有备用、保持完好，分装容器材质、规格应满足技术要求，粉碎、研磨等设备要定期维护。

某些实验室常见的问题就是每次制备样品未进行全面的清洁，容易造成样品的二次污染，从而影响检测结果。

Table 1. Common sample preparation tools

表 1. 常用样品制备工具

样品种类	样品制备工具
蔬菜、水果、食用菌	无色聚乙烯砧板、不锈钢刀、匀浆机、 不锈钢食品加工机或聚乙烯塑食品加工机、聚乙烯塑料盒(瓶)等。
畜禽产品、水产品	不锈钢刀、手术刀剪、高速组织分散机、 无色聚乙烯砧板、手套、一次性桌布、聚乙烯塑料盒(瓶)等。
稻谷、小麦、大米、茶叶、土壤、	砻谷机、精米机、植物粉碎机、玛瑙研钵机、不锈钢磨、旋风磨、陶瓷刀、 木棒、有机玻璃棒、搪瓷盘、木盘刷子、吹风机、筛子、具塞无色聚乙烯容器、具塞磨口玻璃瓶等

6. 制备样品确认

制备人员应对样品进行确认，将所有样品进行清理、校对、排序。确认样品的状况和信息，并记录样品编号、样品名称、样品包装情况、样品量、样品状态、有无污染、变质等内容。根据来样的编号，对清洁干燥的样品容器进行编号，同时放入样品袋中。样品出现特殊情况应与客户沟通并在委托协议上注明。经确认不符合检测要求的样品应该拒绝制备。

某些实验室不注意样品状态的确认，容易造成样品的混淆和损坏。

7. 制备方法

7.1. 蔬菜、水果、食用菌(鲜样)样品制备方法

包括取样部位、预处理、缩分、制备、分装、处置等几方面。

7.1.1. 取样部位

农药残留检测按照 GB 2763-2021 中“资料性附录 A 食品类别及测定部位”要求进行取样[3]；元素检测按照《GB 2762-2022 食品安全国家标准食品中污染物限量》中“附录 A 食品类别(名称)说明”取可食用部分[4]；其它检测依据该方法标准要求取样。

7.1.2. 样品预处理

首先要去除样品表面污物和杂质，农药残留检测样品不能用水洗，如样品表面有附着物，应用毛刷或纱布擦去；用于元素检测的样品先用自来水冲洗，再用去离子水冲洗三遍，用干净纱布轻轻擦去样品表面水分；蔬菜样品应去除已明显枯萎、腐烂的叶子；花椰菜、青花菜等要去除叶，叶菜类蔬菜要去除根，茄果类和瓜类蔬菜要去除柄，菜用大豆、蚕豆、豌豆要去除荚，根茎类如萝卜、胡萝卜要去除顶部叶及叶柄；水果样品应去除柄、壳等非食用部分；食用菌样品去除其根部带的栽培基质或覆土。

7.1.3. 样品缩分

食用菌(个体较大的杏鲍菇除外)及其它个体较小的样品(如樱桃、葡萄等)充分混匀，可随机取若干个体；一般蔬菜样品取样采用上、中、下，左、右部位进行；对于柑橘、梨、黄瓜、茄子、莴苣等个体较大基本均匀样品，沿生长轴十字纵剖，对角线取样；对细长、扁平或不规则个体较大的样品，切段混匀后四分，对角线取样；大型瓜果类，如西瓜、南瓜、冬瓜等，进行多次四分法同向对角线取样；对于桃、枇杷、樱桃、芒果等去核取样，按规定称取果核重量。取得的样品按照四分法缩分，一般不少于 1 kg。

7.1.4. 样品制备

包括切碎样品和匀浆。

(1) 切碎样品

使用清洁的无色聚乙烯砧板或不锈钢刀具对所取样品进行切碎，切碎到便于匀浆为止；切碎后的样品量仍然较大，应进行均匀四分法对角线取样；切碎完一个样品后，对砧板、刀具进行清洗，用干毛巾或纱布擦干，才能处理下一个样品；有特殊检验项目的样品还要用有机溶剂清洗，再用蒸馏水清洗，擦干后，再做下一个样品。

(2) 匀浆

将碎好的均匀样品，倒入匀浆机的杯中进行匀浆(含水量较低或含糖量较高的样品用组织捣碎机或其它方法)；匀浆量根据检验项目和留样要求而定；匀好的样品倒入相应的清洁样品容器中；每匀浆一次后要对匀浆杯及相关工具进行彻底清洗，再用干毛巾或纱布擦干；有特殊检验项目的样品要用有机溶剂清洗，再用蒸馏水清洗，擦干后，才做下一个样品。

7.1.5. 样品分装

样品制备后，装入聚乙烯容器中密封，根据不同检测需要留存必要份数，每份 200 g 左右，加贴样品标识，备用。

7.1.6. 原始样品处置

样品制备后不再保留剩余原始样品，按照规定处理。

7.2. 畜禽产品、水产品样品制备方法

制备人员操作前手须清洗干净，不能使用含有抗生素的药品，有外伤时应带手套或经其它合适处理后方可进行制样；水产品现场制样时，每个样品制样后将残留物用一次性台布包裹起来，重新铺设台布、清洗刀具和案板，再进行下一个样品的制样，防止样品之间交叉污染。

7.2.1. 取样部位

用于检测兽药残留的样品按照《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》(GB 31650-2019)等标准规定的靶组织进行取样[5]; 用于检测农药残留的样品按照《食品安全国家标准食品中农药最大残留限量》(GB 2763-2021)中“附录 A(规范性)食品类别及测定部位”进行取样。

7.2.2. 样品预处理

猪肉、猪肝及牛羊肉: 猪肉、牛羊肉剔除筋膜和脂肪, 猪肝剔除血管, 取肌肉剪成小块。

鸡肉、鸭肉、鹅肉、兔肉: 去骨, 去皮, 去内脏, 剔除筋膜和脂肪, 取肌肉剪成小块。

禽蛋: 全部鸡蛋样品去壳后将蛋白蛋清装入洁净容器。

水产品: 去皮去壳、去骨、去鳞, 去内脏, 取肌肉等可食部分切成片或小块。

7.2.3. 样品缩分

将全部预处理的样品切碎, 混匀, 采用四分法缩分至 500 g 左右。

7.2.4. 样品制备

包括切碎样品和匀浆。

(1) 切碎样品

使用清洁的无色聚乙烯砧板, 用不锈钢刀具对所取样品进行切碎, 切碎到便于匀浆为止; 切碎后的样品量仍然较大, 应进行均匀四分法对角线取样; 切碎完一个样品后, 对砧板、刀具用热水进行清洗, 用干毛巾或纱布擦干, 确认无附着物、无水残留后才能对下一个样品的碎样; 有特殊检验项目的样品还要用有机溶剂清洗, 再用蒸馏水清洗, 擦干后, 再做下一个样品。

(2) 匀浆

将碎好的均匀样品, 倒入清洁的匀浆杯中进行匀浆(高速组织分散机); 匀浆量根据检验项目和留样要求而定; 匀好的样品倒入相应的清洁样品容器中; 每匀浆一次后, 要对匀浆杯及相关工具进行彻底清洗用干毛巾或纱布擦干; 有特殊检验项目的样品要用有机溶剂清洗, 再用蒸馏水清洗, 擦干后, 才做下一个样品。鸡蛋样品按 7.2.2 直接匀浆。

7.2.5. 样品分装

样品制备后, 装入聚乙烯容器中密封, 根据不同检测需要留存必要份数, 每份 200 g 左右, 加贴样品标识, 备用。

7.2.6. 原始样品处置

样品制备后不再保留剩余原始样品, 需要按照规定进行无害化处理。

7.3. 干样(粮食、茶叶、土壤)制备方法

包括取样部位、预处理、缩分、制备、分装、处置等几方面。

7.3.1. 取样部位

元素检测样品按照 GB 2762-2022 中“附录 A 食品类别(名称)说明”取可食用部分; 取样量是原样品量的三分之二; 农药残留检测样品按照 GB 2763-2021 中“附录 A 食品类别及测定部位”要求进行取样。

7.3.2. 样品预处理

粮食类样品应去除壳等非食用部分, 土壤样品去除杂质; 土壤样品用白色搪瓷盘或木盘自然风干, 粮食类样品水分较高时也需要晾晒, 达到制样要求。

7.3.3. 样品缩分和取样方法

粮食作物、土壤等，充分混匀，四分法或分样器取样；茶叶样品全部用于制备。

7.3.4. 样品制备

茶叶、粮食作物样品用植物粉碎机进行粉碎并全部过筛，细度按照检测方法标准要求过不同粒径的筛子；粉碎完一个样品后，用干毛巾、刷子、吹风机等对粉碎机和筛子进行清理，才能对下一个样品的进行粉碎。

风干后的土壤样品用木棒或有机玻璃棒进行研压、锤打，或用玛瑙研磨机研磨，过尼龙筛，根据检测方法标准要求制成不同细度的样品并过筛：10 目、20 目、60 目、100 目等；碎完一个样品后，用干毛巾、刷子、吹风机等对筛子进行清理，才能对下一个样品的进行制备。

7.3.5. 样品分装

样品制备后，装入具塞无色聚乙烯容器或具塞磨口玻璃瓶中密封，土壤样品由于制成不同规格，样品可以用纸袋装好再放入大的磨口玻璃瓶中。根据不同检测需要和复检要求留存必要份数，每份 100 g 左右，加贴样品标识，备用。

7.3.6. 原始样品处置

样品制备后保留剩余原始样品至检测工作结束。

某些实验室常见的问题就是样品制备不均匀，影响了结果的可靠性；还有一个问题就是没有针对不同的检测方法和待测物选择合适的样品制备方法，结果导致检测结果不准确或无法检测。

8. 样品备份和标识

制备好的样品应分成试样、留样和备样(必要时)，样品量应满足每次完整分析的需要，分样时，必须避免污染或任何能引起残留物含量变化因素的产生。制备好的样品需加贴样品标识，标识内容应包含样品名称、唯一性编号、样品性质(试样、留样、备样)、检测状态(待检、在检、检毕)，必要时标识检测项目、样品状态和保存条件等，字迹清晰可辨，粘贴牢固，保证标识在流转和检测过程不脱落、不损坏；样品应盛装在洁净、容量合适的容器中[6]。盛装样品容器不应产生污染，保存和流转中不易破损、泄漏。宜选用聚乙烯、玻璃等惰性材质容器，需冷冻保存的样品不宜使用塑料袋盛装。特殊样品应按照相应要求封装。

某些实验室试样、留样不分，标识没有明确样品性质和检测状态，容易造成样品的混淆。

9. 样品清理、校对、分类

每批样品制备完后，要进行清理、校对和分类。核对数量是否正确。对制备完成样品，要第二次校对相关信息，是否有误，有问题及时纠正。对制备好的样品按试样、留样、备份样进行分类包装。清理、校对、分类好的制备样品分送检验科和留样室，签字认可。在制备好的样品确认后，才能处理剩余样品。

10. 制备记录

样品的制备记录应完整、可追溯。制备记录应包括样品编号、样品名称、制备前后样品状态、制样的方法(研磨、匀浆等)、过筛的孔径、制样时间、制样人员、制样份数、样品量等。

某些实验室忽视制备记录的编制和保存，造成检测工作可追溯性缺少了关键的一环。

11. 清理工作

制备完成后，应及时清洁场所、设备、器具，防止交叉污染。

在实施过程中,样品的制备一般包括接样、预处理、制备、保存、登记等几个步骤。制备过程除按上述要点规范操作外,还需要对以下影响因素进行质量控制:一是取样部位须按规定的部位进行取样,以保证样品的代表性;二是制备工具要清洗干净,避免交叉污染;三是样品的缩分要充分,以保证合适的样品量进行检测工作;四是样品登记要无遗漏,保证能够溯源。

12. 结束语

农产品样品的制备是检测工作的一个重要环节,关系到检测结果的科学性和准确性。农产品检测涉及样品种类多,样品成分复杂,检测的参数也多,样品制备相应的也很复杂,需要从制度、人员、场所、工具、样品确认、制备方法、样品备份和标识、制备记录等方面进行规范,做好样品制备工作,对整个农产品检测有重大的意义。

参考文献

- [1] 《中华人民共和国农产品质量安全法》[EB/OL].
http://www.moa.gov.cn/govpublic/ncpzlaq/202304/t20230418_6425498.htm, 2024-10-19.
- [2] 《农产品质量安全检测机构考核评审细则》农业部公告第 1239 号[EB/OL].
<http://law.foodmate.net/show-163904.html>, 2024-10-19.
- [3] 国家卫生健康委员会、农业农村部、国家市场监督管理总局. GB 2763-2021. 《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》[S]. 北京: 中国农业出版社, 2021.
- [4] 国家卫生健康委员会、国家市场监督管理总局. GB 2762-2022. 《食品安全国家标准 食品中污染物限量》[S]. 北京: 中国标准出版社, 2022.
- [5] 国家卫生健康委员会、农业农村部、国家市场监督管理总局. GB 31650-2019. 《食品安全国家标准 食品中兽药最大残留限量》[S]. 北京: 中国农业出版社, 2020.
- [6] 农业农村部. NY/T3304-2018. 《农产品检测样品管理技术规范》[S]. 北京: 中国农业出版社, 2019.