

ICS 65.100.01
B 17

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 788—2018
代替 NY/T 788—2004

农作物中农药残留试验准则

Guideline for the testing of pesticide residues in crops

2018-07-27 发布

2018-12-01 实施



中华人民共和国农业农村部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 NY/T 788—2004《农药残留试验准则》。与 NY/T 788—2004 相比,除编辑性修改外主要变化如下:

- 标准名称由《农药残留试验准则》修改为《农作物中农药残留试验准则》;
- 增加了规范性引用文件;
- 修改了在田间试验设计中供试作物品种、试验小区数量、试验小区面积和施药器具等要求(见 5);
- 修改了最终残留量试验中施药剂量、次数、间隔和时期的要求(见 6);
- 消解动态试验修改为残留消解试验,修改了试验点数、试验小区和采样间隔期等要求(见 7);
- 修改了田间样品采集数量、样品制备、运输和储藏的相关要求(见 8);
- 修改了残留物检测中待测残留物确定、检测方法、样品检测及结果计算的部分要求(见 10);
- 附录 A 修改了标题及田间采样部位、检测部位和采样量的部分要求;
- 附录 B 修改为农作物中农药残留试验报告要求,删除农药残留试验田间试验记录表;
- 附录 C 修改为农药残留检测方法报告要求;
- 增加了参考文献。

本标准由农业农村部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位:农业农村部农药检定所、山西省农业科学院农产品质量安全与检测研究所。

本标准主要起草人:李富根、朴秀英、乔雄梧、秦曙、秦冬梅、穆兰、朱光艳、郑尊涛、廖先骏、龚勇、李晋栋、齐艳丽、孙丰收、崔凯。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- NY/T 788—2004。

农作物中农药残留试验准则

1 范围

本标准规定了农作物中农药残留试验的术语和定义、基本要求、田间试验设计、最终残留量试验、残留消解试验、田间样品、实验室样品、残留物检测、试验记录和试验报告等要求。

本标准适用于农药登记残留试验,用于农药膳食摄入评估、最大残留限量及合理使用准则的制定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

NY/T 789 农药残留分析样品的采样方法

农业部令 2017 年第 7 号 农药标签和说明书管理办法

农业部公告第 2308 号 食品中农药残留风险评估指南 食品中农药最大残留限量制定指南

农业部公告第 2386 号 农药残留检测方法国家标准编制指南

农业部公告第 2569 号 农药登记资料要求

农业部公告第 2570 号 农药登记试验质量管理规范

3 术语和定义

GB 2763、农业部公告第 2308 号、农业部公告第 2386 号界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

推荐使用剂量 recommended application dosage

供试农药产品经药效试验后,提出的防治某种作物病、虫、草害等的施药剂量。

3.2

采收间隔期 interval to harvest

采收距最后一次施药的间隔天数。

3.3

安全间隔期 pre-harvest interval (PHI)

经残留试验验证后农药登记管理部门批准的农药产品实际使用时采收距最后一次施药的间隔天数。

3.4

田间样品 field sample

按照规定的方法采集的试验样品,包括田间试验样品和仓储试验样品。

3.5

实验室样品 laboratory sample

田间样品制备后用于储藏、检测和复检的样品。

4 基本要求

4.1 试验背景资料

包括供试农药有效成分的名称、CAS号及理化性质、供试农药产品名称和剂型、有效成分含量、登记作物及防治对象、推荐的使用剂量、使用方法、使用时期和次数、施药间隔及安全间隔期、植物中农药代谢资料、农药残留储藏稳定性资料、残留物、检测方法以及国内外最大残留限量(MRL)等。

4.2 试验设计原则

4.2.1 根据供试农药产品申请登记使用范围及推荐的使用剂量、使用方法、使用时期和次数、施药间隔和安全间隔期,期望得到可能产生的最大残留水平设计试验。

4.2.2 与药效试验不同,防治对象存在与否并不影响残留试验方案的实施,但施药时期尽可能与生产实际相一致。

4.2.3 作物可食用部位形成后施用的农药,应进行残留消解试验。

5 田间试验设计

5.1 试验点数

按照农业部公告第2569号附件9“农药登记残留试验点数要求”确定。

5.2 试验地点

5.2.1 按照农药登记残留试验区域布局原则和要求确定。

5.2.2 试验前应调查试验地点的气候、土壤类型、前茬作物和农药使用历史等,应选择作物长势良好、均匀,地势平整的地块。

5.2.3 试验地点的前茬作物和试验进行中均不得施用与供试农药类型相同的农药,以免干扰对供试农药的分析测试。

5.2.4 对于直接施用于土壤的农药,除5.2.2的要求外,还应提供土壤质地、pH、阳离子代换量和有机质含量等参数。

5.2.5 对用于环境条件相对稳定场所的农药,应按照使用技术要求在常用储藏条件的代表性场所进行试验。

5.3 供试作物品种

5.3.1 供试作物品种应具有代表性,一般应为当地主栽品种。

5.3.2 选择供试作物品种时,需考虑其形态差异、种植季节、栽培方式、生长期和成熟期的差异及用途。

5.4 试验小区

5.4.1 每个试验点设置1个处理小区和1个对照小区。

5.4.2 试验小区大小应满足附录A样品采样量要求。

5.4.3 根据作物种类确定田间试验小区规模,粮食作物不应小于100 m²,蔬菜不应小于50 m²,果树不应少于4株,单株栽培的葡萄树不应少于8株,对于藤蔓交织自然连片的作物不应小于50 m²。

5.4.4 对照小区和处理小区应设置在相邻区域,但应采取必要措施避免污染。

5.4.5 对于收获期很短的作物(如小麦)和采收间隔期很短的施药方法(如杀青剂),应根据不同采收间隔期设置多个试验小区分别施药,同时采收,从而得到不同间隔期的样品。

5.5 施药方法和器具

5.5.1 根据推荐的使用方法,应采用常规施药方法、器具。

5.5.2 施药前应对施药器具彻底清洗,并经检查、校准后使用,确保其工作状态良好和控制药液量。

5.5.3 施药应均匀一致,避免喷雾边缘重叠或转弯处的偶然液滴滴落导致的施药剂量增大或由于飘移导致的剂量减少。

5.5.4 如果试验点所在区域机动器械施药较为普遍,可采用经过校准的机动器械设备施药,应保证施

药准确性和均匀性、足够大小的小区面积、不产生交叉污染。

5.6 田间管理

为保证供试作物的正常生长而需要使用其他农药时,选择使用与供试农药没有分析干扰的农药,处理小区和对照小区应保持一致。

5.7 气象条件

不应在风速大于 3 m/s、气温高于 40℃、降雨和预计施药后 2 h 内有降雨的情况下施药。

6 最终残留量试验

6.1 施药剂量

6.1.1 采用推荐的最高使用剂量。

6.1.2 施药剂量的单位表述应符合农业部令 2017 年第 7 号的规定。

6.2 施药次数、间隔和时期

6.2.1 采用推荐的最多施药次数和最短施药间隔。

6.2.2 供试农药推荐安全间隔期的,根据 6.2.1 确定的施药次数和间隔以及推荐的安全间隔期,参考实际防治时期,确定施药时期。

6.2.3 根据农业部令 2017 年第 7 号的规定,农药标签可以不标注安全间隔期的,根据推荐的施药时期施药,记录施药时作物的生长期和实际的采收间隔期。

6.3 采收间隔期

6.3.1 对于根据农业部令 2017 年第 7 号的规定,农药标签要求标注安全间隔期的农药,一般设 2 个采收间隔期,设置要求见表 1。

表 1 最终残留量试验采收间隔期设置

推荐的 PHI d	采收间隔期 d
3	推荐的 PHI 和 3
5	3 和 5
7	5 和 7
10	7 和 10 10 和 14
≥14	7 的倍数 其他 推荐的 PHI 和推荐的 PHI+7 推荐的 PHI 和推荐的 PHI+10

6.3.2 对于根据农业部令 2017 年第 7 号的规定,农药标签可以不标注安全间隔期的农药,一般设 1 个采收间隔期。

7 残留消解试验

7.1 作物可食用部位形成后施用的农药,应对可食用部位进行残留消解试验。

7.2 对于某一作物具有不同成熟期的农产品(如玉米、大蒜、大豆等),应对不同成熟期的农产品均开展残留消解试验。

7.3 残留消解试验的施药剂量、次数、间隔和时期与最终残留量试验一致。

7.4 残留消解试验一般在最终残留量试验小区中开展,不需额外设置试验小区,但是应保证满足残留试验采样量要求。

7.5 除最终残留量试验设置的采收间隔期外,残留消解试验应在推荐的安全间隔期前后至少再设3个采样时间点,一般设为最后一次施药后0 d(在施药后2 h之内,药液基本风干)、1 d、2 d、3 d、5 d、7 d、10 d、14 d、21 d和28 d等。特殊情况下,可根据农药性质和作物生长情况设置采收时间点。

7.6 当5.1确定的试验点数为8个及以上时,应至少在4个试验点开展残留消解试验;试验点数为8个以下时,应至少在50%试验点中开展残留消解试验。

8 田间样品

8.1 田间样品采集的一般要求

8.1.1 应采集具有代表性的田间样品,能够反映整个处理小区的农药残留状况,并考虑可能影响农药残留分布的各种因素,如植株形态、作物生长差异等。

8.1.2 处理小区应至少采集2个样品。

8.1.3 第一次和最后一次采集处理小区样品时,应同时采集对照小区样品。

8.1.4 应按先对照小区后处理小区顺序采样。

8.2 采样方法

8.2.1 一般采用随机法、对角线法和棋盘法等确定试验小区中的采样点。

8.2.2 应避免采集有病虫害等不具有代表性的样品。采集果树样品时,应在植株各部位(上、下、内、外、向阳和背阴面)采样。

8.2.3 避免在地头或边缘采样(留0.5 m边缘),按规定采集所有可食用及可饲用部位,尽可能符合农产品采收实际要求。

8.2.4 对于用于环境条件相对稳定场所的农药,应从上、中、下分层采样,每层采样时从中心及四周随机采样,保证样品代表性。

8.3 采样部位及采样量

8.3.1 田间样品的采样要求见附录A,最终残留量试验应采集作物可食用和可饲用部位,残留消解试验仅采集作物可食用部位。

8.3.2 对照小区样品的采样量还应满足残留检测方法确证的需求。

8.3.3 附录A中未包含的作物,可参照相似形态的作物,确定采样部位和采样量。

8.4 样品制备与包装

8.4.1 可用软刷子刷掉或干布去除黏附在样品上的土壤等,处理时应避免交叉污染。

8.4.2 对于农业生产实践中需要晾晒、干制等处理的农产品(如谷物、茶叶等),应按实际要求处理样品。

8.4.3 对于检测部位与采样部位不一致的,应在冷冻储藏前将其分离,并按残留量计算要求对检测部位和其他部位进行称重。

8.4.4 按照NY/T 789的规定,进行样品缩分。

8.4.5 对于处理小区每个样品,应至少制备2份样品,一份用于检测,一份用于备份,备份样品应在试验结束后至少保存半年。

8.4.6 样品包装物应不易破损且不含干扰分析检测的物质。

8.4.7 样品包装后应贴好标签,标签信息至少应包括试验项目编号、试验地点、样品编号、样品名称、样品类型(对照或处理)、采收间隔期、采样日期、田间试验单位名称等。

8.5 样品储藏和运输

8.5.1 对于较为稳定的农药,样品应在采集后8 h内冷冻(低于-18℃)保存;对于不稳定的农药,样品

应在采集(或制备)后立即冷冻保存。

8.5.2 样品应在冷冻状态下运输,并记录运输过程中的温度。

9 实验室样品

9.1 田间样品抵达实验室后,接收人员应检查样品及相关资料的符合性和完整性。

9.2 到达实验室后不能立即检测的样品,应在低于 -18°C 条件下储藏,并且连续监控温度。

9.3 样品可采用冷冻粉碎等操作,但应保证不能造成农药残留的损失。

10 残留物检测

10.1 待测残留物的确定

根据植物中农药代谢试验推荐或已确定的残留物(用于膳食摄入评估)中的所有化合物。

10.2 检测方法

10.2.1 检测方法选择

10.2.1.1 检测方法应能够对确定的待测残留物进行定量检测。优先选择已发布施行的农药残留检测方法标准。

10.2.1.2 当待测残留物含多个同分异构体或类似物时,尽可能采用能分别检测不同的异构体或类似物的方法。当不能对多个待测残留物分别检测时,可采用非特异性检测方法或基于共同基团的检测方法,但应进行合理解释。如果使用共同基团法时,应对所有相关化合物进行单独验证。

10.2.2 检测方法的确证

10.2.2.1 定量限(LOQ)

定量限一般为 0.01 mg/kg ~ 0.05 mg/kg ,并且应小于或等于MRL值。

10.2.2.2 正确度

10.2.2.2.1 检测方法的正确度用回收率试验评价,应至少设置3个添加水平,每个添加水平至少设5个重复。

10.2.2.2.2 如果已制定相关MRL,添加水平应包括MRL值和检测方法定量限;如果尚未制定MRL,添加水平应包括定量限和高于10倍定量限的浓度。样品检测中检出高于添加水平的残留量,应再增加1个能覆盖最高残留量的添加水平的回收率试验。

10.2.2.2.3 空白样品中添加的农药标准溶液总体积应不大于 2 mL ,当提取液总体积较小时,一般不应超过提取液总体积5%。添加后应充分混合,并至少放置 30 min 后进行提取。

10.2.2.2.4 分别计算每个添加水平回收率的平均值,不同添加水平对回收率的要求见表2。

表2 不同添加水平对回收率和相对标准偏差的要求

添加水平(C) mg/kg	回收率(R) %	相对标准偏差(RSD) %
$C > 1$	70~110	≤ 10
$0.1 < C \leq 1$	70~110	≤ 15
$0.01 < C \leq 0.1$	70~120	≤ 20
$0.001 < C \leq 0.01$	60~120	≤ 30
$C \leq 0.001$	50~120	≤ 35

10.2.2.2.5 应检测基质空白和溶剂空白,其响应不应超过定量限添加水平响应的30%。

10.2.2.2.6 对于较复杂基质如烟草、啤酒花、咖啡、茶叶和香辛料等或难分析的特殊农药,如果精密度符合要求,回收率要求可适当放宽范围。

10.2.2.3 精密度

检测方法的精密度用回收率试验的相对标准偏差衡量,不同添加水平对应的相对标准偏差要求见表2。

10.2.2.4 标准曲线

以农药的进样浓度(mg/L)为横坐标,响应值(如峰高或峰面积)为纵坐标制作标准曲线。标准曲线的浓度范围尽可能覆盖2个数量级,至少做5个点(不包括原点)。

10.3 样品检测

10.3.1 定性

在检测结果定性不确定的情况下,可通过使用不同的色谱柱或检测器进行确证分析,以免做出错误结论。

10.3.2 定量

10.3.2.1 一般采用外标法和标准曲线,每批样品检测均应绘制标准曲线。如果标准曲线线性回归方程的相关系数大于或等于0.99,可使用单点定量,标准溶液的浓度应在样品浓度的±30%范围内。

10.3.2.2 在特定情形下可使用内标法。通常在进样前添加内标物,内标物应与待测残留物性质相似,不应发生明显的降解和导致显著基质效应。

10.3.3 质控样品

每批样品检测应设置2个平行质控样品,其添加水平尽可能与实际样品接近。

10.4 结果计算和表述

10.4.1 根据检测方法计算残留量,残留量以每千克农产品中农药残留的毫克数表示,单位为毫克每千克(mg/kg)。

10.4.2 应分别给出同一试验小区2个样品的残留量及其平均值。

10.4.3 应分别给出所有待测残留物的残留量(除共同基团法),并分别计算用于膳食摄入评估的残留物和用于监测的残留物的残留量。

10.4.4 按照附录A的要求,应给出所有检测部位的残留量及计算结果。

10.4.5 应给出质控样品的检测结果。

10.4.6 样品检测结果不能用回收率校正。

10.4.7 结果一般以2位有效数字表达(如0.11,1.1,11和 1.1×10^2 等),在残留量低于0.01 mg/kg时可用1位有效数字表达。根据统计需要可增加1位有效数字。当残留量低于LOQ时,应以“<LOQ数值”表示。回收率一般以整数表示。

11 试验记录

11.1 田间试验记录应包括田间试验相关人员信息,供试农药信息,试验地信息,配药和施药记录,气象和灌溉记录,样品采集、运输和储藏记录,试验计划修订和偏离,观察、解释和交流记录等。

11.2 实验室检测记录应包括实验室样品的接收、制备、储存、流转和处理记录,标准物质的接收、标识、储存、流转和处理记录,标准溶液的配制、标识和保管记录,检测方法确证,样品检测记录、仪器使用记录、样品检测及结果计算的原始记录等。

11.3 记录应符合农业部公告第2570号第五章、第七章和第九章的规定。

12 试验报告

试验报告应符合农业部公告第2570号第十章的规定,农作物中农药残留试验报告要求参见附录B,农药残留检测方法报告要求参见附录C。

附录 A

(规范性附录)

田间采样部位、检测部位和采样量要求

田间采样部位、检测部位和采样量要求见表 A.1。除非特别声明,采样部位等同于检测部位。

表 A.1 田间采样部位、检测部位和采样量要求

组别	组名	作物种类	田间采样部位及检测部位	每个样品采样量	
1	谷物	稻类:水稻、早稻等	稻谷 分别检测糙米和稻壳,并应计算稻谷残留量	不少于 12 个点,至少 1 kg	
			秸秆,并计算以干重计的残留量(用含水量折算)	不少于 12 个点,至少 0.5 kg	
		麦类	小麦	籽粒	不少于 12 个点,至少 1 kg
				秸秆,并计算以干重计的残留量(用含水量折算)	不少于 12 个点,至少 1 kg
			大麦、燕麦、黑麦、荞麦等	籽粒	不少于 12 个点,至少 1 kg
		旱粮类	玉米	鲜食玉米(包括玉米粒和轴)	从不少于 12 株上至少采集 12 穗,至少 2 kg
				籽粒	从不少于 12 株上至少采集 12 穗,至少 1 kg
				秸秆,并计算以干重计的残留量(用含水量折算)	不少于 12 株,每株分成 3 个等长的小段(带叶),取 4 个上部小段、4 个中部小段和 4 个下部小段,至少 2 kg
			高粱、粟、稷、薏仁等	籽粒	不少于 12 个点,至少 1 kg
			杂粮类:绿豆、小扁豆、鹰嘴豆、赤豆等	籽粒	不少于 12 个点,至少 1 kg
2	鳞茎类	鳞茎葱类:大蒜、洋葱、薤等	去除根和干外皮后的整个个体	从不少于 12 株上至少采集 12 个球茎,至少 2 kg	
		绿叶葱类:韭菜、葱、青蒜、蒜薹、韭葱等	去除泥土、根和干外皮后的整个个体	不少于 24 株,至少 2 kg	
		百合	鳞茎头	从不少于 12 株上至少采集 12 个鳞茎头,至少 2 kg	
	芸薹属类	结球芸薹属:结球甘蓝、球茎甘蓝、孢子甘蓝等	去除明显腐坏和萎蔫部分茎叶后的整个个体 孢子甘蓝:检测芽状小甘蓝	不少于 12 个个体,至少 2 kg	
		头状花序芸薹属:花椰菜、青花菜等	花序和茎	不少于 12 个个体,至少 1 kg	
		茎类芸薹属:芥蓝、菜薹、茎芥菜、雪里蕻等	茎芥菜:去除顶部叶子后的球茎 其他作物:茎叶	不少于 12 个个体,至少 1 kg	
		大白菜	去除明显腐坏和萎蔫部分茎叶后的整个个体	不少于 12 个个体,至少 2 kg	

表 A.1 (续)

组别	组名	作物种类	田间采样部位及检测部位	每个样品采样量	
2	蔬菜	叶菜类	绿叶类:菠菜、普通白菜(小油菜、小白菜)、叶用莴苣、蕹菜、苋菜、萝卜叶、甜菜叶、茼蒿、叶用芥菜、野苣、菊苣、油麦菜等	去除明显腐坏和萎蔫部分的茎叶后的整个个体	不少于12株,至少1kg
		叶柄类:芹菜、小茴香等	去除明显腐坏和萎蔫部分的茎叶	不少于12株,至少1kg	
		茄果类	番茄、辣椒、甜椒、酸浆等	从不少于12株上至少采集24个果实,至少2kg	
		茄子	去除果梗和萼片后的整个果实	从不少于12株上至少采集12个果实,至少1kg	
		辣椒	从不少于12株上至少采集24个果实,至少1kg		
		黄瓜	去除果梗后的整个果实	从不少于12株上采集不少于12个果实,至少2kg	
		瓜类	小型瓜类:西葫芦、丝瓜、苦瓜、瓠瓜、瓢瓜、节瓜等	去除果梗后的整个果实	从不少于12株上至少采集12个果实,至少2kg
		大型瓜类:冬瓜、南瓜、笋瓜等	去除果梗后的整个果实	从不少于12株上至少采集12个果实	
		豆类	菜可食类:豇豆、菜豆、豌豆、四棱豆、扁豆、刀豆等	鲜豆类(含籽粒)	不少于12株,至少2kg
		菜不可食类:青豆、蚕豆、利马豆等	籽粒	不少于12株,至少1kg	
		茎类	芦笋、茎用莴苣、刺鲜笋等	去除明显腐坏和萎蔫部分的可食茎、嫩芽	不少于12个个体,至少2kg
		大葱	茎	不少于12个个体,至少1kg	
		根和块茎类	根类:萝卜、胡萝卜、甜菜根、根芹菜、根芥菜、辣椒、芡苢、姜等	去除泥土的根	不少于12个个体,至少2kg
		块茎和球茎类:马铃薯、甘薯、山药、牛蒡、木薯等	去除块茎顶部的整个块茎	从不少于6株上至少采集12个大的块茎或24个小的块茎,至少2kg	
		水生类	茎叶类:水芹、豆瓣菜、茭白、蒲菜等	可食部位	不少于12个个体,至少1kg
		果实类:菱角、芡实等	整个果实(去壳)	不少于12个个体,至少1kg	
		根类:莲藕、荸荠、慈姑等	莲藕:块茎、莲子 荸荠:块茎 慈姑:球茎	块(球)茎:从不少于6株上至少采集12个大的块(球)茎或24个小的块(球)茎,至少2kg 莲子:不少于6株,至少1kg	
		其他类:竹笋、黄花菜等	竹笋	幼芽	不少于12株,至少1kg
		黄花菜	花朵(鲜) 分别检测花朵(鲜)和花朵(干)	不少于12株,至少1kg	

表 A.1 (续)

组别	组名	作物种类	田间采样部位及检测部位	每个样品采样量		
3	水果	柑橘类	橙、橘、柑等	整个果实 分别检测全果和果肉(仅去除果皮)	从不少于4株果树上至少采集12个果实,至少2kg	
			佛手柑、金橘	整个果实	从不少于4株果树上至少采集12个果实,至少1kg	
		仁果类:苹果、梨、榲桲、柿子、山楂等		去除果梗后的整个果实 山楂;检测去除籽的整个果实,但残留量计算包括籽	从不少于4株果树上至少采集12个果实,至少2kg	
		核果类:桃、枣、油桃、杏、枇杷、李子、樱桃等		去除果梗后的整个果实 检测去除果核后的整个果实,但残留量计算包括果核	从不少于4株果树上至少采集12个果实,至少2kg 枣、樱桃等小型水果:不少于4株果树,至少1kg	
		浆果和其他小型水果	藤蔓和灌木类	枸杞	去除果柄和果托的整个果实	不少于12个点,至少1kg
				其他类:蓝莓、桑葚、黑莓、覆盆子、醋栗、越桔、唐棣等	去除果柄的整个果实	不少于12个点或6丛灌木,至少1kg
			小型攀缘类	皮可食:葡萄、五味子等	去除果柄的整个果实	从不少于8个藤上至少采集12串,至少1kg
				皮不可食:猕猴桃、西番莲等	整个果实	从不少于4株果树上至少采集12个果实,至少2kg
			草莓		去除果柄和萼片的整个果实	不少于12株,至少1kg
			皮可食:杨桃、杨梅、石榴、橄榄、无花果等		整个果实 杨梅;检测果肉,但残留量计算包括果核	从不少于4株果树上至少采集12个果实,至少1kg
		热带和亚热带水果	皮不可食	小型果:荔枝、龙眼、黄皮、红毛丹等	整个果实 检测去果核后的整个果实和果肉,但整个果实的残留量计算包括果核	从不少于4株果树上至少采集12个果实,至少2kg
				中型果:芒果、鳄梨、石榴、番荔枝、西榴莲、山竹等	整个果实 芒果、鳄梨、山竹;检测去除果核后的整个果实和果肉,但整个果实的残留量计算包括果核	从不少于4株果树上至少采集12个果实,至少2kg
			大型果:香蕉、木瓜、椰子等	去除果柄和花冠后的整个果实 香蕉;分别检测全果和果肉 椰子(果肉和果汁);去除壳后的整个果实,分别检测果肉和果汁,残留量以整个可食部分(果肉和果汁)计算	木瓜:从不少于4株果树上至少采集12个果实,至少2kg 香蕉:从不少于4株果树上至少采集24个果实 椰子:不少于12个果实	
			带刺果:菠萝、菠萝蜜、榴莲、火龙果等		菠萝和火龙果:去除叶冠后的整个果实,分别检测全果和果肉 菠萝蜜和榴莲:整个果实,检测果肉,残留量计算包括果核	不少于12个果实
			瓜果类	西瓜、甜瓜、哈密瓜、白兰瓜等	去除果梗后的整个果实	不少于12个果实,至少2kg

表 A.1 (续)

组别	组名	作物种类	田间采样部位及检测部位	每个样品采样量	
4	坚果	小粒坚果:杏仁、榛子、腰果、松仁、开心果、白果等	去壳后的整个可食部位	不少于4株果树,至少1kg	
		大粒坚果:核桃、板栗、山核桃等	去壳或去皮后的整个可食部位	不少于4株果树,至少1kg	
5	糖料作物	甘蔗	茎	不少于12株,每株分成3个等长的小段,取4个上部小段、4个中部小段和4个下部小段	
		甜菜	根	不少于12株,至少2kg	
6	油料作物	小型油籽类:油菜籽、芝麻、亚麻籽、芥菜籽等	种子	不少于12个点,至少0.5kg	
		大豆	青豆(带荚)	不少于12个点,至少0.5kg	
			籽粒	不少于12个点,至少0.5kg	
		其他类	花生	籽粒,并计算以干重计的残留量(用含水量折算)	不少于12个点,至少1kg
			花生	花生仁	不少于12个点,至少1kg
			花生	籽粒,并计算以干重计的残留量(用含水量折算)	不少于12个点,至少1kg
		棉籽	棉籽	不少于12个点,至少1kg	
葵花籽	籽粒	不少于12个点,至少1kg			
油茶籽	籽粒	不少于12个点,至少1kg			
7	饮料作物	茶	茶叶(鲜) 分别检测茶叶(鲜)和茶叶(干)	不少于12个点,至少1kg	
		咖啡豆、可可豆	豆	不少于12个点或6丛灌木,至少1kg	
		啤酒花	圆锥花序(鲜) 分别检测圆锥花序(鲜)和圆锥花序(干)	不少于4株,至少1kg	
		菊花、玫瑰花等	花(鲜) 分别检测花(鲜)和花(干)	不少于12个点,至少1kg	
8	食用菌	蘑菇类:平菇、香菇、金针菇、茶树菇、竹荪、草菇、羊肚菌、牛肝菌、口蘑、松茸、双孢蘑菇、猴头、白灵菇、杏鲍菇等	整个子实体	不少于12个个体,至少0.5kg	
		木耳类:木耳、银耳、金耳、毛木耳、石耳等	整个子实体	不少于12个个体,至少0.5kg	
9	调味料	叶类:芫荽、薄荷、罗勒、紫苏等	叶片(鲜) 分别检测叶片(鲜)和叶片(干)	至少0.5kg鲜(0.2kg干)	
		果实类:花椒、胡椒、豆蔻等	整个果实	至少0.5kg鲜(0.2kg干)	
		种子类:芥末、八角茴香等	成熟种子	至少0.5kg鲜(0.2kg干)	
		根茎类:桂皮、山葵等	整棵	至少0.5kg鲜(0.2kg干)	
10	饲料作物	苜蓿、黑麦草等	整个植株	不少于12个点,至少0.5kg	
		青贮玉米	秸秆(鲜)(含玉米穗)	不少于12株,每株分成3个等长的小段(带叶),取4个上部小段、4个中部小段和4个下部小段	

表 A.1 (续)

组别	组名	作物种类	田间采样部位及检测部位	每个样品采样量
11	药用 作物	根茎类:人参、三七、天麻、甘草、半夏、白术、麦冬等	根或茎(鲜) 分别检测根或茎(鲜)和根或茎(干)	不少于12个根或茎,至少2 kg
		叶及茎秆类:车前草、鱼腥草、艾、蒿等	去除根部及萎蔫叶后的整个茎叶部分	不少于12株,至少1 kg
		花及果实类:金银花等	花(鲜) 分别检测花(鲜)和花(干)	不少于12株,至少1 kg
12	其他	烟草	叶(鲜) 分别检测叶(鲜)和叶(干)	不少于12个点,至少1 kg

附录 B
(资料性附录)
农作物中农药残留试验报告要求

- 
- B.1 试验声明
 - B.2 委托方及试验机构信息
 - B.3 摘要
 - B.4 供试农药
 - B.4.1 有效成分概述
 - B.4.2 供试农药信息
 - B.5 田间试验
 - B.5.1 试验时间
 - B.5.2 试验地点
 - B.5.2.1 土壤类型
 - B.5.2.2 气候条件
 - B.5.2.3 前茬作物、农药使用历史
 - B.5.3 供试作物及品种
 - B.5.4 施药方法和器具
 - B.5.5 田间管理
 - B.5.6 最终残留量试验
 - B.5.6.1 试验小区
 - B.5.6.2 施药剂量、间隔、次数和时期
 - B.5.6.3 田间样品采样
 - B.5.7 残留消解试验
 - B.5.7.1 试验小区(若有)
 - B.5.7.2 施药剂量、间隔、次数和时期(若有)
 - B.5.7.3 田间样品采样
 - B.6 实验室样品制备与储藏
 - B.7 残留物检测
 - B.7.1 残留物
 - B.7.2 检测方法概述

B.7.3 样品检测

B.7.3.1 质控样品

B.7.3.2 定性和定量方法

B.8 试验结果

B.8.1 最终残留量试验结果

B.8.2 残留消解试验结果

B.9 结论

B.9.1 试验结果分析

B.9.2 合理使用建议

B.10 附件

B.10.1 田间试验设计

B.10.2 田间试验记录汇总

B.10.2.1 最终残留量试验作物生长状态记录表

B.10.2.2 残留消解试验作物生长状态记录表

B.10.3 试验结果汇总表

B.10.3.1 最终残留量试验

B.10.3.2 残留消解试验

B.10.4 谱图

提供所有检测样品的原始谱图。

B.11 参考文献

附录 C
(资料性附录)
农药残留检测方法报告要求

- C.1 方法原理
- C.2 试剂与材料
 - C.2.1 试剂
 - C.2.2 标准品
 - C.2.3 溶液配制
 - C.2.4 材料
- C.3 仪器设备及型号
- C.4 检测步骤
 - C.4.1 提取
 - C.4.2 净化
 - C.4.3 仪器测定
 - C.4.4 结果计算
- C.5 检测方法确证
 - C.5.1 添加回收试验
 - C.5.1.1 正确度
 - C.5.1.2 精密度
 - C.5.2 定量限
 - C.5.3 标准曲线
- C.6 检测方法有效性评价
- C.7 谱图
 - 提供检测方法有效性评价所有原始谱图。
- C.8 参考文献

参 考 文 献

- [1]FAO. Submission and evaluation of pesticide residues data for the estimation of maximum residue levels in food and feed, Rome, 2016.
- [2]OECD. Testing Guideline 509; Crop Field Trial. OECD Guideline for the Testing of Chemicals, 2009.
- [3]OECD. ENV/JM/MONO(2007)17. Guidance Document on Pesticide Residue Analytical Method, 2007.
- [4]EPA. OPPTS 860.1500; Crop Field Trials. Residue Chemistry Test Guidelines, 1996.
- [5]EPA. OPPTS 860.1340; Residue Analytical Method. Residue Chemistry Test Guidelines,1996.
-

