

ICS 65.020.01 (黑体五号)

CCS X XX (黑体五号)

T/GDNB

广东省农业标准化协会团体标准

T/GDNB XXXX—2022

农药登记残留试验质量保证检查技术 规程

Check technical procedures on pesticide registration residue quality assurance

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2022 - ** - **发布

2022 - ** - **实施

广东省农业标准化协会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广东省农业标准化协会提出并归口。

本文件起草单位：广东省农业科学院农业质量标准与监测技术研究所、湖南文谱检测技术研究有限公司、广东农科监测科技有限公司。

本文件主要起草人：邓义才、朱富伟、叶倩、唐雪妹、万凯、付启明、高毓文。

本文件为首次发布。

农药登记残留试验质量保证检查技术规程

1 范围

本文件规定了农药登记残留试验的术语和定义，机构设施、试验过程和试验项目检查计划的制定、检查内容、检查结果通报、反馈和检查文件归档。

本文件适用于农药登记残留试验过程中机构设施、试验过程和试验项目的质量保证检查。

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。

- GB/T 22274.1 良好实验室规范符合性监督程序指南
- GB/T 22275.1 质量保证与良好实验室规范
- GB 22278 良好实验室规范原则
- NY/T 788 农作物中农药残留试验准则
- NY/T 3094 植物源性农产品中农药残留储藏稳定性试验准则
- NY/T 1493 农药残留试验良好实验室规范
- 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/T 22274.1、GB/T 22275.1、GB 22278、NY/T 1493界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

良好实验室规范 good laboratory practice (GLP)
有关试验项目的设计、实施、审核、记录、归档和报告等的组织程序和试验条件的质量体系。

3.2

质量保证 quality assurance
独立于试验项目，旨在保证试验机构遵循良好实验室规范的体系，包括组织、制度、人员。

3.3

质量保证检查 quality assurance inspection
对所有试验进行检查，以确定其应遵循良好实验室规范原则执行，并确定试验人员应持有并遵循试验计划和标准操作规程。包括对机构设施、试验过程和试验项目的检查。

3.4

质量保证声明 quality assurance statement
是指在最终残留试验报告中，由质量保证部门负责人根据预先制定的检查计划，对该给定试验项目进行检查所签署的声明。

4 机构设施检查

不针对具体的试验项目，而是针对实验室必须的人员、试验场所和试验设施及日常活动所进行的检查。

4.1 检查计划的制定

4.2.1 每年年初质量保证部门（QAU）应制定本年度的机构与设施检查计划，其中应该包括检查类型、检查项目内容、检查人员、检查预定时间等内容。检查计划应由机构负责人批准后生效。

4.2.2 检查次数：每年不得少于 1 次。QAU 检查人员可以根据具体情况决定增加检查次数。

4.2.3 检查领域：组织机构设置、人员管理和培训，标准操作规程（SOP），主计划表，试验场所，仪器设备，被试物、对照物、样品和试剂等设施；消防和安全防护设施；废弃物处置设施；档案设施。

4.2 检查内容

4.2.1 组织机构和人员的检查

4.2.1.1 组织机构应职能明确、设置合理；

4.2.1.2 配备人员应足够，岗位应具备与所承担工作任务相适应的专业技能和工作经历；

4.2.1.3 各类人员应经相关技术培训、并经评估合格和任命上岗。

4.2.2 标准操作规程（SOP）的检查

4.2.2.1 SOP 基本内容

SOP 应包含《农药登记试验质量管理规范》第三十二条所涵盖的所有范围和试验所有环节、所有活动；其版本、编号、实施日期应现行有效，应有制（修）定人、审核人和批准人的签名；各 SOP 标准结构、格式应一致，内容应明确、具有可操作性，符合实际情况。

4.2.2.2 SOP 发放与保存

SOP 的原件应存档，SOP 的复印件应分发给相关人员。

4.2.2.3 SOP 修订与回收

必要时应对 SOP 进行修订，废止的 SOP 原件应回收、销毁或归档，并都有记录。

4.2.3 主计划表的检查

4.2.3.1 试验机构应制定和及时更新主计划表；

4.2.3.2 主计划表中项目编号、项目名称、被试物、供试作物、委托方、试验类型、项目负责人等信息应齐全和明确；

4.2.3.3 主计划表中试验项目启动时间、完成时间，试验开始时间、完成时间等时间安排和试验状态应清晰。

4.2.4 试验场所的检查

4.2.4.1 田间小区面积、配套设施等应满足 GLP 试验要求；

4.2.4.2 实验室应有足够的面积，GLP 和非 GLP 区域应进行有效隔离；

4.2.4.3 试验设备环境条件应符合试验要求，对试验结果有明显影响的环境要素应有控制、监测和记录；

4.2.4.4 电气管路、照明系统等设施设计应符合安全要求；

4.2.4.5 重要试验场所应有专人管理。

4.2.5 仪器设备的检查

4.2.5.1 施药器械应满足试验的需求，应根据农药类别区分施药器械；

4.2.5.2 采样及制样工具应满足试验的需求，应有效避免交叉污染；

4.2.5.3 天平应满足试验的需求，应有使用、检定、校准记录；

4.2.5.4 实验室前处理设备应满足试验的需求，应能正常运行；

4.2.5.5 实验室检测仪器应有唯一性标识，应满足试验的需求，应能正常运行；

4.2.5.6 实验室计算机及其他配套设备应满足试验的需求。

4.2.6 供试物、对照物、样本及化学试剂与存放设施的检查

4.2.6.1 被试物、对照物、样品应分别具有独立的储存区域；

4.2.6.2 被试物保存设施应满足试验要求，应能满足被试物保存条件要求；

4.2.6.3 对照物保存设施应能满足被试物保存条件要求；

4.2.6.4 样品保存设施应符合试验要求，应能保证样品不变质、不腐烂、不丢失；

4.2.6.5 化学试剂和危险物质的储存设施应符合 SOP 规定。

4.2.7 消防和安全防护设施的检查

4.2.7.1 应有合格的消防安全设施、保证试验场所安全；

4.2.7.2 应有合格的安全防护设施、保证实验室人员健康。

4.2.8 废弃物处置设施的检查

4.2.8.1 应具有专门的废弃物收集设施；

4.2.8.2 废弃物的收集、分类和储存应遵守相关规定。

4.2.9 档案设施的检查

4.2.9.1 应具有独立和足够的空间存放档案资料；

4.2.9.2 设施设计和环境条件应满足所存资料长期安全保存的要求；

4.2.9.3 被试物留样、对照物留样储存设施应符合保存要求；

4.2.9.4 应建立档案管理系统，便于分类、检索和查阅；

4.2.9.5 各类材料应按要求归档保存。

4.3 检查结果通报

4.3.1 检查结束后，QAU 检查人员根据记录的内容出具检查通报表，并向相应负责人和机构负责人通报检查结果；如发现影响具体试验项目的问题，也向相应项目负责人（SD）通报。

4.3.2 机构设施检查结果通报至少包括以下内容：QAU 检查人员，检查时间，检查项目内容，检查结果及发现问题，反馈期限，QAU 检查人员签名和日期。

4.4 反馈与再次检查

4.4.1 机构/设施管理人负责实施检查发现问题及时反馈。机构/设施管理人应该采取必要的纠正措施和预防措施进行整改，并形成书面反馈通报。其中要说明改进结果、采取的纠正措施及预防措施；如有必要，需提供见证性材料。

4.4.2 如果 QAU 检查人员认同机构/设施管理人的反馈，即在机构检查结果通报反馈表上签字，并发送给机构负责人。

4.4.3 如果 QAU 检查人员不认同机构/设施管理人的反馈，则机构/设施管理人需重新反馈，直至满意为止。

4.4.4 再次检查 QAU 检查人员可以根据具体反馈情况和所提供的整改见证性材料，决定应需要再次检查。

4.5 检查文件归档

每年12月底进行质量保证检查文件（检查计划表、检查记录表和检查结果通报表等）归档。按先后顺序进行文件整理，统一编页，制作目录，送交档案管理员归档。

5 试验过程检查

不针对具体的试验项目，而是针对实验室中重复进行的过程和步骤所进行的检查。

5.1 检查计划的制定

5.1.1 质量保证部门根据主计划表中的试验计划，针对各试验项目制定适合的试验过程检查计划。试验过程定义为项目启动后发生的试验操作。检查计划应该包括检查类型、检查项目内容、检查人员、检查预定时间等内容。检查计划须由机构负责人批准后生效。

5.1.2 试验过程检查即为试验关键期检查。试验过程检查的计划日期为预计的大致日期，质量保证部门可以根据试验进行情况，灵活确定具体检查日期及内容。

5.1.3 试验过程检查的关键环节：试验准备（如本环节被试物、对照物、试剂等验收、标识或存放等）、药液配置、田间施药、样品采集、样品制备、样品前处理、样品检测分析、试验数据偏离与修订、计算机系统安全管理等检查。如该年度有多个试验项目，试验过程检查计划可以根据项目实际情况选择性检查不同项目、不同环节的试验过程。

5.2 检查内容

5.2.1 检查要点：对以上试验过程中各关键环节的操作、运行和处理方法应符合农业部公告第 2570 号、实验室内相关 SOP、对应计划书（或实施方案）等的规定和要求。

5.2.2 QAU 检查人员根据制定的检查计划进行检查。QAU 检查人员如实记录检查中的各种发现。检查记录应该明确以下内容：检查的关键环节；检查结果；检查发现的不符合说明；QAU 检查人员签名和日期。

5.2.3 如果检查内容与计划不一致，应加以说明。

5.3 检查结果通报

5.3.1 检查完毕后，及时出具检查结果通报，向相应负责人、涉及的 SD 和机构负责人报告。

5.3.2 试验过程检查结果通报至少包括以下内容：QAU 检查人员名称，检查时间，检查项目内容，检查结果及发现问题，反馈期限，QAU 检查人员签名和日期。

5.4 反馈与再次检查

5.4.1 针对过程检查结果通报中提出的问题和意见，相应负责人或 SD 要采取必要的纠正、预防措施进行整改。在反馈期限内进行过程检查反馈，其中要说明改进结果、采取的纠正措施及预防措施。如有必要，需提供见证性材料。

5.4.2 如果 QAU 检查人员认同相应负责人/SD 的反馈，则在试验检查反馈文件上签字，并报送给机构负责人签名。

5.4.3 如果 QAU 检查人员不认同相应负责人/SD 的反馈，则需重新整改、重新反馈，直至获得满意结果。

5.4.4 再次检查

QAU 检查人员可以根据具体反馈情况和所提供的整改见证性材料，决定是否需要再次检查。

5.5 检查文件归档

每年1月10日前进行质量保证检查文件（检查计划表、检查记录表和检查结果通报表等）归档。按先后顺序进行文件整理，统一编页，制作目录，送交档案管理员归档。

6 试验项目检查

针对给定的试验项目日程，对确认的试验关键时期所进行的检查。

6.1 检查计划的制定

6.1.1 质量保证部门应根据机构负责人提供的主计划表中的试验计划，针对各试验项目制定试验项目检查计划，并按照检查计划进行检查。

6.1.2 检查计划至少包括以下内容：试验项目编号、检查类型、检查项目内容、检查人员、检查预定时间、向SD报告时间、向机构负责人报告时间等内容。检查计划须由机构负责人批准后生效。

6.2 检查内容

6.2.1 试验计划书的检查

6.2.1.1 试验计划书编写应符合《农药登记试验质量管理规范》和对应的SOP要求。

6.2.1.2 试验计划书基本内容应有试验项目名称，试验性质和目的，被试物、对照物相关信息；应详细描述试验委托方和试验单位信息；应详细描述被试物在试验作物上的残留试验信息。

6.2.1.3 试验计划书中试验日程应具体明确，相关试验设计（包括检测方法、储藏稳定性试验和田间试验）应详细记载，采用的方法有无描述引用准则、标准或文献等来源，引用的SOP与其内容应一致。

6.2.1.4 试验计划中试验体系、设施及相关的检测仪器应与其他试验冲突，对外委托试验的记载事项应清晰、合适。

6.2.1.5 试验计划书应有SD签字和日期；应有批准人/机构负责人监督的签字和日期。

6.2.2 检测方法报告的检查

6.2.2.1 检测方法报告的试验项目名称与试验计划书一致。

6.2.2.2 检测方法确证的设计、选择，所用仪器、试剂、材料应符合试验要求。

6.2.2.3 标准曲线的线性范围、添加回收浓度设置应合理，正确度、精密度和定量限结果应符合 NY/T 788 要求。

6.2.2.4 检测方法的有效性评价应符合相关要求。

6.2.2.5 试验原始记录和图谱应完整。

6.2.3 储藏稳定性试验的检查

6.2.3.1 试验的设计、选择的代表性作物、样品储存条件、取样间隔和试验分析方法应符合相关要求。

6.2.3.2 农药添加水平设置应合理，降解率应符合 NY/T 3094 规定。

6.2.3.3 试验结论应正确，应有本试验真实性和质量保证声明。

6.2.3.4 试验原始记录和图谱应完整。

6.2.4 田间试验的检查

6.2.4.1 田间试验设计与布置，包括田间试验设计、试验地信息、试验地耕种历史、试验地选择和田间试验小区布置应符合 SOP 规定。

6.2.4.2 田间施药，包括施药器械应标识和分类专用，施药器械的校准与清洗、被试物名称与浓度、农药配置、喷药行走步伐的校准、人员操作、施药健康和安全、田间试验标识等应符合 SOP 规定或相关要求。

6.2.4.3 样品采集和制备，包括采样方法和采样量应、样品包装和标签、样品运输、样品制备和样品储存应符合 SOP 规定或相关要求。

6.2.5 试验原始记录的检查

主要是检查试验是否按规定要求做出正确、完整的记录。检查内容要点如下：

6.2.5.1 试验应按 SOP 规定如实记录。

6.2.5.2 被试物接受、入库、领取、配制和处理记录，对照物（标准溶液）接受、入库、领取、配制和处理记录，样品入库、储存和流转记录应完整。

6.2.5.3 检测方法确证记录、储藏稳定性试验记录、田间试验数据记录和样品采集和制备记录应真实。

6.2.5.4 试验检测原始数据应真实可靠，试验数据偏离应及时记录，SD 应对偏离进行如实评价。

6.2.5.5 所有记录应与仪器设备中显示的数据一致、清晰，有签名和日期，所有的修改应有签名、日期及更改理由。

6.2.5.6 试验其他相关记录。QAU 检查人员核查试验数据至少 10%。如果发现原始记录未经认真核对，可以返还给 SD 进行核对。待其核对后再次提交给质量保证部门。这种情况应在检查结果通报中说明。

6.2.6 膳食风险评估报告的检查

6.2.6.1 膳食风险评估的试验项目名称与试验计划书一致。

6.2.6.2 评估的背景和目的应清晰、明确，评估的依据和方法应正确，评估的内容应全面和符合相关要求，评估的结果和建议应正确或合理。

6.2.7 残留试验报告的检查

包括试验报告的草稿和最终稿的检查，主要检查残留试验报告是否符合农药登记试验质量管理规范规定，是否按照试验计划书和相关 SOP 执行。检查内容要点如下：

6.2.7.1 试验报告内容及信息应齐全。试验报告应有试验项目编号和名称、QAU 和 GLP 申明、试验项目备案信息、新农药登记试验批准证书编号、被试物封样编号和被试物有效成分基本信息以及被试物 and 对照物基本信息，委托方和试验单位信息应完整，应有试验单位资质证明文件（试验单位证书复印件），并附有登记试验委托协议/合同复印件。

6.2.7.2 试验开始时间和完成时间应符合相关要求。

6.2.7.3 试验报告应说明所用仪器、试剂、材料和方法，应使用统计软件、统计方法对结果进行统计分析，试验结果应客观反应原始数据。

6.2.7.4 试验报告应对计划偏离的影响进行讨论，应依照现行标准给出关键因子和关键数据，做出正确

评价结论和合理使用建议。

6.2.7.5 最终试验报告及其相关材料（包括试验计划、被试物、对照物、原始记录等）应按要求归档保存。

6.3 检查结果通报

按5.3的要求执行。

6.4 反馈与再次检查

按 5.4 的要求执行。

6.5 质量保证声明

6.5.1 质量保证部门负责人在项目检查结束后，在最终试验报告中签署质量保证声明。

6.5.2 质量保证声明应列出试验项目编号和名称、检查类型、检查内容、检查结果，检查日期以及将检查结果通报给试验机构负责人、试验项目负责人/试验分项负责人的日期，同时确认最终试验报告反映原始数据的程度。

参 考 文 献

- [1] GB/T 1.1 标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则
- [2] GB/T 22274.1 良好实验室规范符合性监督程序指南
- [3] GB/T 22275.1 质量保证与良好实验室规范
- [4] GB/T 17997 农药喷雾机（器）田间操作规程及喷洒质量评定
- [5] GB/T 22278 良好实验室规范（GLP）原则
- [6] NY/T 788 农作物中农药残留试验准则
- [7] NY/T 3094 植物源性农产品中农药残留储藏稳定性试验准则
- [8] NY/T 1493 农药残留试验良好试验室规范
- [9] 农业农村部令2017年第7号 农药标签和说明书管理办法
- [10] 农业农村部第2570号 农药登记试验质量管理办法