

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T ××-2016

农产品中农药残留加工试验准则

Guideline for the processing test on pesticide residue in commodities

2016-××-××发布

2016-××-××实施

中华人民共和国农业部发布

前 言

本准则按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本准则由中华人民共和国农业部种植业管理司提出并归口。

本准则负责起草单位：农业部农药检定所

本准则主要起草人：

农产品中农药残留加工试验准则

1 范围

本准则规定了农药登记残留加工试验的术语和定义、基本要求，包括田间试验、加工试验的适用性、试验设计和实施、样品采集及贮藏、残留物分析、试验记录及报告要求。

本准则适用于农药登记中初级农产品的残留加工试验。

2 术语和定义

2.1 残留加工试验 *processed testing of pesticide residues*

研究农药残留（母体、代谢物和降解产物）在农产品加工过程中的变化和分布，计算加工因子，明确加工过程对农药残留的影响。

2.2 临界良好农业规范 *critical good agricultural practice, cGAP*

从良好农业规范中选取最高施药剂量、最多施药次数和最短安全间隔期的一种最大化处理的方式。

2.3 加工因子 *processing factor, pf*

加工后农产品中的农药残留水平与加工前农产品中农药残留水平之比。

2.4 推荐剂量 *recommended dosage*

一种农药产品经田间药效试验后，提出的防治某种作物病、虫、草害的施药量(或浓度)。

2.5 采收间隔期 *interval to harvest*

采收距最后一次施药的间隔天数。

2.6 安全间隔期 *pre-harvest interval*

经残留试验确证的试验农药实际使用时采收距最后一次施药的间隔天数。

2.7 田间样品 *field sample*

按照规定的方法在田间采集的样品。

2.8 实验室样品 *laboratory sample*

田间样品按照样品缩分原则缩小以后的样品，用于冷冻贮藏、分析取样和复检。

2.9 分析样品 *analytical sample*

按照分析方法要求直接用于分析的样品。

2.10 最小检出量 *limit of detection, LOD*

使检测系统产生 3 倍噪音信号所需待测物的质量（以 ng 为单位表示）。

2.11 最低检测浓度（方法的定量限） limit of quantification, LOQ

用添加方法能检测出待测物在样品中的最低含量(以 mg/kg 为单位表示)。

3 基本要求

残留加工试验的背景资料包括，登记农药有效成份及其剂型的理化性能，登记应用的作物、防治对象、使用剂量、使用时期和次数、推荐的安全间隔期，残留分析方法以及已有的代谢、残留评价资料、加工流程及操作规则等，并记录农药产品标签中农药通用名称(中、英文)、注意事项以及生产厂家(公司)、产品批号等。

4 加工试验类型

4.1 有明确定义、典型的加工方式，应模拟其加工过程进行试验；

4.2 商业和家庭都使用的加工方式，可选择其中一种加工方式进行试验；

4.3 加工试验的外推

4.3.1 加工产品根据加工程序进行分类，经过相同或相似加工过程的产品，可以假定其加工试验结果可用于同类的其他产品，如橘子加工成橘子汁和橘子渣的结果可外推到其它柑橘类水果的加工。

4.3.2 外推附表详见附件 1。

5 田间试验设计

5.1 应确保进行加工处理样品中的农药残留水平大于 LOQ，至少为 0.1mg/kg 或为 LOQ 的 10 倍，以保证加工产品中加工因子的计算；

5.2 对加工处理样品中的农药残留量在加工前应尽快检测并出具报告；

5.3 GAP 的选择：参照农药登记残留试验提供的 cGAP 进行设计；

5.4 试验剂量的确定：在不发生药害的前提下，作物上施用农药的浓度应高于 cGAP 中的试药剂量的浓度，最大可增至 5 倍。

5.5 最终采收间隔期的选择：选取试验设计中最短的采收间隔。

5.6 试验点数选择：应在作物不同的主产区设两个以上独立的田间试验；

5.7 试验小区面积生产的样品量应满足加工程序所需要的加工产品的数量；

6 加工技术

加工试验中所使用的技术应尽可能与实际加工技术一致，商业生产的加工产品(比如麦片、蜜饯、果汁、糖、油)应使用具有代表性的工业化生产技术，如加工过程主要在家庭环节(如烹煮的蔬菜)应使用家庭通常使用的设备和加工技术。商业和家庭加工程序的差异应有明确体现并具体说明。

7 采样

7.1 田间样品

田间样品采样数量应根据加工过程的需要一次采集足够的量；

7.2 加工过程样品采集

7.2.1 加工过程中，应设置合适的采样点，每个采样点应设 3 次重复，并记录每次的采样量；

7.2.2 加工过程中采集的待分析样品，应立即进行分析或放入惰性容器中，冷冻保存待分析；

8 样品分析

样品分析方法应该符合《农药残留试验准则》9.1 的规定，同时，检测方法的定量限（LOQ）应满足加工试验的要求。

9 贮藏稳定性数据

应有样品中农药残留贮藏稳定性数据，以证明农药在农产品贮藏过程中未发生降解。具体过程应符合《农产品中农药残留贮藏试验准则》。

附件 1 农产品加工外推表

加工过程	加工环节	代表作物/初级农产品	外推	家庭制备或工业生产
第一类（主要的工业加工过程）				
加工果汁	也包括用于动物饲料的果渣及干果肉（副产品）。	橘子 苹果 葡萄	橘子→柑橘类（果汁、饲料）， 热带水果（仅果汁）	家庭/工厂
加工酒精饮料	发酵 制麦芽糖 酿造 蒸馏	葡萄（葡萄酒） 大米 大麦 酒花 其他谷物 （小麦、玉米、黑麦） 甘蔗	葡萄 ^① →除大米以外的所有可以加工为果酒的 RAC 大米（啤酒、酒）→无外推作物 大麦 ^② →所有用于加工啤酒的 RAC，大米及啤酒花除外 大麦→所有用于加工威士忌酒的 RAC	家庭/工厂
加工蔬菜汁	包括制备浓缩汁如土豆泥及糊	马铃薯 胡萝卜	马铃薯→所有的蔬菜	家庭/工厂
制油	压榨或提取 包括用于动物饲料的餐饼或压滤饼。	油菜籽 橄榄 玉米	1.溶剂提取（粉碎） 橄榄→无外推 棉籽↔大豆→油菜籽→其它油料种子 2.冷压榨 橄榄→无外推 棉籽↔大豆→油菜籽→其它油料作物 3.粉碎玉米（干或湿）→无外推	工厂
磨粉	包括用于动物饲料的糠和麸，及其他用于饲料的谷物粉碎物。	小麦 大米 玉米	小麦→除大米外的所有小谷物（燕麦、大麦、黑小麦、黑麦） 大米→野生稻 玉米（玉米、干粉）→高粱	工业生产
储藏饲料	重要的动物饲料	甜菜 牧草/紫花苜蓿	甜菜→根和块茎 牧草/紫花苜蓿→所有青储饲料	工业生产
制糖	糖浆和甘蔗渣（用于动物饲料）是制糖过程中唯一可能产生残留浓缩的产品。其他的加工产品如蔗糖，也应进行评估。	甜菜 蔗糖 甜高粱	甘蔗↔甜菜（仅用于精制糖）	工业生产
第二类（其他工业加工和家庭加工过程）				
浸泡液或提取液	浸泡液，包括绿茶和红茶。烘焙和提取（包括速溶咖啡）。	茶 可可 咖啡	无外推	家庭/工厂

罐装水果		罐装的： 苹果/梨 樱桃/桃子 菠萝	任何罐装的有皮水果→所有罐装水果	家庭/工厂
其他水果产品制备（初级加工程序）	包括果酱、果冻、调味汁/浓汤 ^① 。	仁果类水果 核果类 葡萄 柑橘类	任何水果→其它主要水果	家庭/工厂
在水中烹饪蔬菜、谷物（包括在蒸气中）		胡萝卜 豆类/豌豆（干） 豆类/豌豆（含水） 马铃薯 菠菜 糙米和精米	菠菜→叶类蔬菜，芸薹（苔）类蔬菜（小于 20min） 马铃薯→根茎类蔬菜，新鲜豆类蔬菜（大于 20min） 大米→所有谷物	家庭
罐装蔬菜		豆类（青豆或干豆） 玉米（甜） 豌豆 马铃薯 菠菜 甜菜 西红柿 豌豆或豆类	豆、玉米、豌豆或菠菜→其他蔬菜 马铃薯→甘薯	家庭/工厂
其他蔬菜的多种加工方式	油炸 微波 烘焙	马铃薯	马铃薯→所有蔬菜（微波方式） 马铃薯→所有蔬菜（油炸或烘焙方式）	家庭/工厂
脱水	除去水分	水果（葡萄干） 蔬菜、马铃薯、青草	无外推	工厂
大豆、大米和其他（酒精饮料除外）的发酵	发酵	甘蓝、大豆、大米	无外推	工厂
腌菜	通过使用盐溶液厌氧发酵保存食物的方法。	黄瓜 甘蓝	黄瓜→所有蔬菜	家庭/工厂

①红葡萄酒及白葡萄酒中均有必要进行加工研究。

②作为一种多组分多步骤的加工产品，尽管啤酒不属于初级加工产品，但是由于它本身的重要性将其归为第一类加工类型。

③果酱、果冻的加工程序并非初级加工程序，所以无需进行加工研究。因为加工过程中加入大量的糖（30%~60%含糖量），替代加工研究的计算的加工因子均应在 50%果汁量的基础上进行计算，或者在糖添加的加工过程中将加工因子设为 0.5（水果 RAC 中的残留量×0.5=果酱中残留量）。

附件 2

农药残留加工试验报告要求

1 测试物信息

化学名称、通用名称（中英文）、公司名称、CAS 号、结构式、分子式、相对分子量等

2 试验目的

详细说明试验目的，包括整个试验过程要解决的问题。

3 试验地点、加工程序

3.1 试验单位、试验地点、位置信息，包括面积、排灌及方位图；

3.2 选择家庭或工业加工方式的理由；

3.3 选择作物或加工产品种类的理由；

4 田间试验

4.1 农产品分类及名称；

4.2 GAP 信息：剂量、次数、采收间隔期、试验开始及结束时间等；

4.3 样品采集数量；

4.4 加工前样品的制备、贮藏条件（包括运输条件）、贮藏时间。

5 加工过程

5.1 详细说明加工过程，并以流程图表示，流程图中应标出采样点；

5.2 加工设备描述；

5.3 说明加工过程的取样点、样品状态及取样量。

6 分析方法

6.1 方法描述，包括方法验证、添加回收率及方法检测限、样品制备和处理的全过程，残留物及相关的代谢物等。

6.2 样品添加、提取、测试等，如果未在制备当日分析应说明贮藏条件。

6.3 提供控制样品、添加样品、样品的原始数据。

6.4 所用仪器及操作条件、试剂、提取、净化等。

7 结果与讨论

7.1 以文字及表格描述不同加工阶段的残留检测步骤；

7.2 列出包括控制样品在内的每个样品的残留量（未经回收率校正），不应仅列出平均值或范围；

7.3 提交样品采集、冷冻、提取、检测的日期、样品贮藏时间及温度。

7.4 加工因子描述及计算实例。

7.5 对试验计划的偏离及对结果影响的评价。

8 结论

得出施药剂量和次数对作物处理所获得的结论。结果高于 LOQ，则用表格的形式表述，同时应讨论活性成分和代谢及降解产物的残留显著性和分布情况。

9 表格

9.1 田间试验设计表；

9.2 添加回收率表格；

9.3 加工程序不同阶段的产品中母体及其代谢物的分布及含量表。

10 图

10.1 加工程序流程图；

10.2 方法回收率样品谱图；

10.3 不同加工阶段样品检测谱图。

11 参考文献

11.1 列出与加工试验相关的参考文献资料；

11.2 引用或参考发表或未发表的文献、公司报告、分析方法；

11.3 任何不适合放在报告中的相关资料。