

农业农村部办公厅文件

农办农〔2023〕6号

农业农村部办公厅关于做好 农药登记试验单位整改的通知

上海市农药研究有限公司：

根据《农药管理条例》《农药登记试验管理办法》等有关规定，我部组织专家对上海市农药研究有限公司进行现场监督检查，发现登记试验单位存在一些问题需要整改。一是产品化学、环境影响实验室不符合农药登记试验要求；二是仪器使用和试验过程未遵循农药登记试验技术准则和方法；三是试验单位认定现场检查时要求的整改事项未全面得到落实。此外，监督检查中还发现46项其他问题。

现将监督检查中发现的问题反馈你单位,请按要求从即日起全面整改,整改期间出具的试验数据不作为农药登记试验报告的依据。整改结束后将整改报告、证明材料纸质版及电子版提交我部农药管理司,我部将再次组织专家进行现场检查。符合条件后,将书面通知恢复正常登记试验。同时,请上海市农业农村委员会加强对上海市农药研究有限公司的监督检查,依法处理。

联系电话:010-59193280,邮箱:pmd@agri.gov.cn。

附件:上海市农药研究有限公司问题清单



附件

上海市农药研究所有限公司问题清单

一、突出问题

1. 鸟类急性经口毒性试验中受试鹌鹑品种错误,违反规定擅自改变受试动物材料,影响试验准确性。采购的受试鹌鹑来自某肉鹌鹑养殖专业合作社,引入时仅记录其“健康、合格”,无相关鉴别记录。经核查,该养殖场提供的鹌鹑品种为肉鹌鹑(法国巨型鹌鹑)。法国巨型鹌鹑的体重及其增长速度(30日龄约3两,37日龄约4两)不同于农药登记环境影响试验推荐品种——蛋鹌鹑(日本鹌鹑)。

2. 产品化学、环境影响实验室不符合农药登记试验要求,与农药登记试验单位认定时实验室地点不一致。

3. 仪器使用和试验过程未遵循农药登记试验技术准则和方法。

4. 试验单位认定现场检查时要求的整改事项未全面得到落实。

二、其他问题

(一)产品化学试验

5. 编号 SOP-M-007《标准操作程序和表格的编制、审核、批准

和管理》,编号已变更为 SOP-GL-001,相关变更说明仅记录了“为统一各试验领域体系文件而进行新建”,经询问 QAM,按此生效 SOP,但至监督检查时尚未完成所有体系文件变更生效,存在相同或相似内容的体系文件多个版本并行现象。为一般项,偏离《农药登记试验质量管理规范》(以下简称《规范》)第五条。

6. 产品化学试验场地破拆,无法现场核查产品化学试验体系,且 FM、SD 自述从 2021 年取得产品化学登记试验资质至今未开展委托试验,取消 2021 年底上报的主计划表中全部三项产品化学领域试验项目(编号分别为 HX-21-001(LH)某公司委托的 10% 敌草快二氯盐可溶液剂理化性质试验、HX-21-001(ZL)10% 敌草快二氯盐可溶液剂产品质量试验、HX-21-001(CC)10% 敌草快二氯盐可溶液剂常温储存试验)。为一般项,偏离《规范》第十六条。

7. 检查组进入样品室未见批准和记录。为一般项,偏离《规范》第十六条。

8. 档案室灭火器使用干粉灭火器,不适用档案室管理。为一般项,偏离《规范》第十六条。

9. 查看了丙酮的易制毒化学品管理表单,2021 年 12 月 23 日至 2022 年 6 月 14 日丙酮入库和领用及盘点的保管人只体现谢某一人签字,2022 年 6 月 14 日丙酮领料单中发货人只体现谢某一人签字。为一般项,偏离《规范》第二十三条。

10. 未见母液、储备液及标准工作溶液编号的 SOP。为一般

项,偏离《规范》第三十二条。

(二) 药效试验

11. 生测楼3楼被试物对照物室未见灭火器,灭火器放在室外。为一般项,偏离《规范》第十六条。

12. 编号为 SPRI-WS-176 温湿度计已过校准有效期(2022.7.27)。为一般项,偏离《规范》第二十二条。

13. YX-22-008 被试物领用时,《被试物、对照物领用登记表》领用人未签字。为一般项,偏离《规范》第二十六条。

14. 药效样品室样品柜中样品均为待检状态,无法区分是否待检、在检、已检。为一般项,偏离《规范》第二十七条。

15. 编号为 SOP-GL-014“原始数据记录”中规定,原始记录应放置于试验人员视线所及之处,妥善保管,暂时不用时应锁在专用文件柜中,但现场观察环境影响、药效试验的 SD 等人员办公室,未归档试验项目文件/原始记录均放置各自 SD 办公桌,未见存放上述资料的专用文件柜。为一般项,偏离《规范》第三十四条。

16. 项目为 YX-22-007 的被试物、对照物接收单中出现数据更改,但未见更改理由及更改人签署姓名和日期。为一般项,偏离《规范》第三十五条。

17. 农药登记田间药效试验报告模板中 QA 的声明与环境报告模板中的 QA 的声明内容不一致。为一般项,偏离《规范》第三十七条。

18. 现场观察档案室,QA 档案柜(药效部分)未按编号为 SOP-GL-008《档案管理》的要求独立上锁。该 SOP 规定 QA 档案柜由 TFM 管理,不满足 QAU 独立性要求。为一般项,偏离《规范》第三十八条。

(三) 残留试验

19. ①生测楼 111 房间天平室环境条件监控记录缺少 8 月 24 日监测记录;②一楼标准溶液间的冰箱温湿度计损坏;③SPRI-WD-032 温度记录仪(残留样本室)未见检定标识和仪器编号及状态标识,未见操作规程。为一般项,偏离《规范》第十六条。

20. 生测楼 1 楼气瓶室的部分氮气瓶未固定。为一般项,偏离《规范》第十六条。

21. 生测楼 3 楼的残留与药效领域被试物对照物样品室的冰箱有存放农药残留标准物质,但未见适宜称量标准物质的十万分之一天平和使用维护记录。为一般项,偏离《规范》第二十条。

22. ①生测楼仪器室编号为 SPRI-MS-010 的液相色谱串联质谱仪同时用于环境影响试验和残留试验,两个领域使用仪器时分页填写仪器使用记录表格;SPRI-E-008 SOP 液相色谱质谱联用仪的验证中规定出峰时间和峰面积重复率分别小于 1% 和 3% 判定为满足要求,但 MS-010 面积重复性为 1.3% 和 4.7%,MS-006 面积重复性为 4.0%,不满足 SOP 规定的要求;②编号为 SPRI-TP-038、SPRI-TP-041 电子天平未检定;残留前处理室的高速分散器

等无需检定的仪器都未见功能检查记录。为一般项,偏离《规范》第二十二条。

23. 编号为 SPRI-LC-015 液相色谱仪的甲醇流动相的配制标识无有效期;农药残留前处理室 PH 计的电极保护水已过期未及时更换。为一般项,偏离《规范》第二十三条。

24. 残留与环境标液放置冰箱 BX-051 未上锁且无温度控制装置和记录。为一般项,偏离《规范》第二十七条。

25. 现场观察 SPRI-MS-010 液相色谱质谱联用仪工作站未设置屏保,经询问有关人员,相关 SOP 未见有关要求。为一般项,偏离《规范》第三十二条。

26. 生测楼 1 楼制样间未见制样操作规程、制样表、未见相关制样仪器的使用记录维护表。为一般项,偏离《规范》第三十二条。

(四)环境影响试验

27. 生态毒性试验 SD 赖某为大专毕业。为一般项,偏离《规范》第五条。

28. ①检查编号为 HP-22-003 (BFT) 和 (BDI) 已完成试验项目,其水中实测浓度所使用的分析色谱仪(编号为 SPRI-LC-015) LOQ 的原始谱图显示其信噪比小于 3 : 1,达不到浓度定量测定的要求,前处理和仪器分析方法需要进一步优化;②检查编号为 HP-19-039 (BFT) 已完成试验项目的仪器(编号为 SPRI-MS-006 的液

相色谱质谱联用仪)分析数据显示,未在合理的基线处积分,5个浓度手动积分未进行合理的有效积分。为一般项,偏离《规范》第六条。

29. 编号为 HP-20-002(BAOT)鸟类急性经口毒性试验计划书分发记录显示,计划书仅分发给 QA,未分发给相关试验人员。为一般项,偏离《规范》第六条。

30. 编号为 HP-21-049(BHTT)的蜜蜂急性接触毒性试验项目,试验报告完成日期为 2022.7.15,未按照档案管理 SOP-GL-008-02 的要求及时归档。为一般项,偏离《规范》第六条。

31. 编号为 HP-20-002(BAOT)鸟类急性经口毒性试验项目的 QA 检查档案中,操作环节检查结果记录表记录了 2020.5.13、5.20 两次检查,但 QA 将检查结果反映给 SD 及 FM 的时间为 2020.5.13,记录不完整。为一般项,偏离《规范》第八条。

32. 现场观察环境试验区域功能分区标识只写了培养室、实验室、处理室等含糊房间分类。环境影响领域水生生物生态毒性试验区域发生明显变化,从生测楼 4 层搬至其副楼未见相关报备记录。为一般项,偏离《规范》第十六条。

33. 环境样品室留样档案柜未上锁,不受控。为关键小项,偏离《规范》第十八条。

34. ①鱼类毒性试验设施采用空调进行水温控制难以保证试验温度控制有效性;②鸟类毒性试验中所使用的电子称(SPRI-

DEC-001)精确度(分度值 10 g,起跳值 5g)不满足受试鹌鹑体重(约 100g)称量需要,且该天平 2020 年至今未进行检定;③试验项目编号为 HP-21-056(BET)《20% 虫螨腈·联苯菊酯水乳剂对蚯蚓急性毒性试验及评价》的试验报告书记录中显示,蚯蚓称重选择大量程天平进行(天平编号为 SPRI-TP-041,测量范围为 0.1g-3kg,准确度和精密度为 $e=1g, d=0.1g$),不满足蚯蚓体重称量一般要求。为一般项,偏离《规范》第二十条。

35. ①编号为 SPRI-PH-007 的 pH 计已过校准有效期(2022.1.3);编号为 SPRI-WS-176 温湿度计已过校准有效期(2022.7.27);编号为 SPRI-DDL-001 的电导率仪未进行外部校准;编号为 SPRI-YY-048、050、052、058、060、061、064、087、094 等的移液器未进行外部校准;大型蚤试验用培养箱 SPRI-QH-009 未进行外部校准;②编号为 SPRI-TR-061 的万分之一天平校准记录显示,最低校准点重量为 0.5g,未涵盖环境影响试验被试物、标准品常见称量范围;③SPRI-PH-003pH 计和 SPRI-TP-049 天平的验证标签未及时更新;SPRI-TP-050 天平未调水平;环境试验用天平 TP-061,未见维护记录;抽查 SESAL-EB-001(SPRI-TP-031)仪器设备档案,追溯检定证书,未见对 2019 年 6 月 25 日检定结果进行确认;SPRI-RY-003 溶解氧测定仪的仪器设备档案,追溯校准证书,未见 2019 年 9 月 20 日的校准结果进行确认。为一般项,偏离《规范》第二十二条。

36. 对照物、被试物室的冰箱和冰柜中标准物质未分类存放；编号为 SM2-BX-051 冰箱的标准溶液存放于容量瓶中，未见标准溶液的配制相关信息（配制人、配制日期、有效期、编号、储存方式等）。为一般项，偏离《规范》第二十三条。

37. 未见穗状狐尾藻和浮萍的培养或保种；批次为 20220606 的斑马鱼明显大小不一，斑马鱼验收记录中验收指标仅为“体表无溃烂”，无体长及其他健康检查信息等；未见斑马鱼饲养日常水质测定记录；大型蚤、瓢虫、蚜虫等生物试材未按前次检查整改要求进行自繁生物批次的标识；2022.3.17 号后孵化了约 20 批瓢虫，未见后续相关培养记录。为一般项，偏离《规范》第二十五条。

38. 环境影响样品室多个保存条件为 -10°C — -18°C 的标准品（例如 HP-DZ-21-004、HP-DZ-22-002）保存温度显示为 -24.6°C ；多个保存条件为 -10°C — 18°C 的标准品（例如 HP-DZ-22-014）保存在 0°C — 8°C 冷藏箱（SPRI-BX-053）。为一般项，偏离《规范》二十六条。

39. 生态毒理标准溶液标签记录无有效期、配置人等信息；标液放置冰箱 BX-051 未上锁且无温度控制装置和记录；环境样品室样品柜中样品均为待检状态，无法区分是否待检、在检、已检。为一般项，偏离《规范》第二十七条。

40. “生物试材的购买”SOP 中规定了应确认引入的品种为日本鹌鹑，但未给出详细的判别标准；“鹌鹑的日常管理”SOP 中未对

鸟类到达实验室后的隔离检疫进行规定;“试验用鱼的日常管理”SOP 中未对斑马鱼的安乐死进行相关规定。为一般项,偏离《规范》第三十二条。

41. 调取编号为 HP-21-052 正在进行的鸟类急性毒性试验资料,试验已于 2022.1 月完成,但除 3 页原始记录外,项目负责人无法提供纸质版计划书等资料。为关键小项,偏离《规范》第三十三条。

42. 现场正在进行某个大型蚤预实验,试验容器上未见试验研究号、浓度等关键信息。为一般项,偏离《规范》第三十五条。

43. ①查阅 HP-20-002(BAOT)鸟类急性经口毒性试验 QA 检查记录,2020.5.20 进行操作环节检查时,记录其核对的最高剂量组(002-05)中受试鹌鹑存活数为 10 只,与试验原始记录不符(存活数为 5 只);记录核对的执行安乐死的受试鹌鹑数量为 60 只,与试验原始记录不符(55 只);②检查结果第 3 条为“原始数据存在书写不规范”,未指出具体书写不规范之处,且未见相关问题反馈与整改记录等。为一般项,偏离《规范》第三十五条。

44. 编号为 HP-21-056 捕食性天敌急性毒性试验资料档案中未见数据处理与统计分析原始记录;HP-21-052 鸟类急性毒性试验原始记录只有试验人员签字,未见审核人员签字;试验液稀释过程取用上一级浓度试验液 40ml,加入 60ml 水稀释,未见仪器编号;试验药液配制、染毒等原始记录显示,仪器编号仍然未与相关操作

一一对应。为一般项,偏离《规范》三十五条。

45. 项目编号为 HP-19-039(BFT)的 RM-19-007 对照物的标准工作溶液配制记录表中出现移取体积数值更改,但未见更改理由及更改人签署姓名和日期。为一般项,偏离《规范》第三十五条。

46. ①试验项目编号为 HP-20-002(BHOT)的《1%蛇床子素可溶液剂对蜜蜂经口急性毒性及评价》试验报告书,12.1.1 描述的移液器编号(SPRI-YY-053)与试验药液配制记录表原始记录中移液器编号不一致(原始记录中描述为 SPRI-YY-054),且未见编号为 SPRI-YY-053、SPRI-YY-054 等 2 支移液器在 2020 年的使用记录;②编号为 HP-20-002(BHOT)的《1%蛇床子素可溶液剂对蜜蜂经口急性毒性及评价》试验报告书,12.4.1 描述被试物称样量为 0.3083 克,与试验药液配制记录表中称样量(0.3038 克)不一致;③抽查项目编号为 HP-19-039(BFT)的《25%高效氯氟氰菊酯·噻虫胺微囊悬浮·悬浮剂对鱼类急性毒性试验及评价》试验报告书,抽查编号为 RM-19-007 对照物的标准工作溶液配制记录表中未见移液器编号记录。为一般项,偏离《规范》第三十七条。

47. ①抽查项目 HP-22-003(BFT)和(BDI)的原始记录和报告中 1-2 试验组和 1 试验组浓度测定结果均为未检出,原始记录和报告中未体现质量控制“受试物浓度不低于初始浓度的 80%”的判断过程和结论,无法判断该化合物是否满足不低于初始浓度

80%的质量控制要求;②抽查项目编号为 HP-19-039(BFT)的《25%高效氯氟氰菊酯·噻虫胺微囊悬浮·悬浮剂对鱼类急性毒性试验及评价》试验报告,报告20页至22页5组正式试验药液中高效氯氟氰菊酯在0h、24h、96h均未检出,方法检出限为0.00204mg/L,其建立的水中高效氯氟氰菊酯分析方法不满足水中被试物浓度检测要求,且未完全按照试验项目编号为 AN-19-012噻虫胺水中分析方法验证试验的前处理步骤(提取的手摇时间、加盐量、静置时间等)进行。为一般项,偏离《规范》第三十七条。

48. HP-20-002(BAOT)鸟类急性经口毒性试验报告中,最高剂量组出现5只死亡,但死亡率统计为0%(原始记录显示,从2020.5.14~20期间,最高剂量组(002-05)受试鹌鹑死亡数均为5只)。为一般项,偏离《规范》第三十七条。

49. 编号为 HP-20-002(BAOT)计划书、试验报告中均未写明相关试验资料、供试物留样的归档保存时间。为一般项,偏离《规范》第三十七条。

50. 编号为 SPRI-MS-006液质联用仪2021年使用和维护记录未按照编号为 SOP-GL-008《档案管理》规定归档。为关键小项,偏离《规范》第三十八条。

抄送：各省、自治区、直辖市农业农村(农牧)厅(局、委)，新疆生产建设兵团农业农村局。

农业农村部办公厅

2023 年 1 月 19 日印发
