附件1

2018年全省动物及动物产品兽药残留监控计划

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 市 | 动物产品兽药残留监控任务 | | | | | | | 备注 |
| 鸡/肝 | 鸡肉 | 猪肉 | 牛奶 | 猪/肝 | 小计 | 送样时间 |
| 1 | 太原 | / | / | 10 | 20 | 5 | 35 | **鸡肝、鸡肉**为一、三季度（每次采样量为总数的一半）  **牛奶**为三季度  **猪肉、猪肝二**、四季度  （每次采样量为总数的一半）  每季送样截止时间为  3、1  4、25  7、20  10、20 |  |
| 2 | 晋城 | / | / | 10 | / | 5 | 15 |
| 3 | 晋中 | 15 | 20 | 10 | / | 5 | 50 |
| 4 | 吕梁 | 15 | 30 | 10 | / | 10 | 65 |
| 5 | 阳泉 | / | / | 10 | / | 5 | 15 |
| 6 | 大同 | / | / | 10 | 20 | 5 | 35 |
| 7 | 朔州 | / | / | 10 | 20 | 5 | 35 |
| 8 | 忻州 | / | / | 10 | 20 | 5 | 35 |
| 9 | 长治 | / | / | 10 | / | 5 | 15 |
| 10 | 运城 | 15 | 20 | 10 | / | 5 | 50 |
| 11 | 临汾 | 15 | 20 | 10 | / | 5 | 50 |
| 部计划安排  任务 | | 50 | 磺胺类50、硝基呋喃类50 | 磺胺类50批、四环素类50批、替米考星50批 | 66 | 50 | 416 |  |  |
| 省配套任务20% | | 10 | 20 | 30 | 14 | 10 | 84 |  |  |
| 实际抽样合计 | | 60 | 90 | 110 | 80 | 60 | 400 |  |  |

注 抽样点：鸡肉、鸡肝、猪肉样品从屠宰环节抽取，牛奶样品从奶牛养殖场（户）、生鲜乳收购站抽取。

附件2

2018年兽药残留抽样和检测技术操作要点

1.2018年国家兽药残留监控计划分为4个时段执行，每个时段约70天。各地要严格执行本时段抽样、本时段检测的总体要求，不得采取全年监控计划集中在一个时段完成或一次抽样、集中或分时段检测的做法。

2．国家残留监控计划抽样数量、检测品种必须按照下达的计划执行。

3．抽样办法

3.1 畜禽产品抽样由具有官方兽医资格的单位承担。

3.1.1 养殖场抽样（尿样、蛋、奶）

3.1.1.1 根据动物饲养基数计算抽样数量，进行鸡、鸡蛋、尿液中化合物检测的，必须至少有三分之一的样品来源于养殖场。

**猪尿样**

动物数量（样本数） 抽样数（个）

<500 3

501~1000 7

1001~5000 10

5001~10000 12

>10000 15

**牛奶**

动物数量（样本数） 抽样数（个）

<50 5

51~100 8

101~500 12

>500 15

**家禽（蛋）**

动物数量（样本数，只） 抽样数（个）

<1000 1

1001~5000 3

5001~10000 5

>10000 8

3.1.1.2 一个样品的组成及取样量

**尿样**

收集清晨饲喂前的尿液100～200 ml。

**初级产品**

蛋：从产蛋架上抽取，取样量不少于10枚；

奶：从全场混合奶中取，取样量不少于1000 ml。

3.1.2 屠宰厂抽样（动物组织）

3.1.2.1 根据屠宰动物数计算抽样个数方法

**家畜（猪、羊、牛）**

屠宰量（样本数，头） 抽样数（个）

<100 5

101~500 8

501~2000 10

>2000 15

**家禽（鸡）**

屠宰量（样本数，只） 抽样数（个）

<1000 1

1001~5000 3

5001~10000 5

>10000 8

3.1.2.2 一个组织样品的组成如下表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 动物品种 | 肌肉 | 肝 |
| 牛 | 300-500克 | 400-500克(取整叶) |
| 羊 | 300-500克 | 400-500克(取整叶) |
| 猪 | 300-500克 | 400-500克(取整叶) |
| 鸡 | 300-500克 | 200-500克(取6只鸡全肝) |

3.1.3 取样：取样时不得将待取样品和已取样品进行任何洗涤处理，取样时用不锈钢手术剪或手术刀割取样品，戴一次性塑料手套操作。

3.1.4 样品分割：抽样后要求由官方兽医在现场将样品分成两份，一份送检，一份留在被抽样单位。

3.1.5 样品包装：用清洁干燥的塑料袋包装，外附标签，放入塑料盒内后用胶带密封，在盒外贴上抽样封条，再用塑料袋密封（标签和抽样封条应按规定内容填写，并盖上抽样单位公章）。样品包装，标签和封条要统一。

3.1.6 样品保存：取样过程中应采取低温保温措施，取样后应立即将样品放在-20°C以下保存。

3.1.7 送样：将样品盒放入干净容器（如硬纸板箱、塑料泡沫箱）中密封装运，并采取保温措施（温度控制在0-5°C），填写送样单一并送检。

3.2 蜂蜜抽样办法：蜂产品抽样由检测单位承担。70%样品从蜂蜜加工厂抽取，30%样品从蜂场抽取，每个样品量为1000克。抽样时间由承担检测任务单位根据蜂蜜生产情况确定，样品流转程序参照本办法执行。

4. 抽样单填写说明。

**样品编号**：格式为[动物品种代码]/[样品种类代码]/[抽样日期]。代码如下：

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 动物品种 | 牛 | 羊 | 猪 | 鸡 | 鱼 | 蜂蜜 |
| 代 码 | B | O | P | C | F | Be |

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品种类 | 肌肉 | 肝 | 尿液 | 蛋 | 奶 | 蜂蜜 |
| 代 码 | M | L | U | E | Mi | Hb |

例：2016年7月10日抽取的鸡肉样品第一份，其编号为：C/M/160710-1。

**样品名称**：所取样品的种类及部位。例：全肝，背脊肉等。

**动物品种**：所取样品动物的名称。

**年 龄**：牛、羊按年计，猪按月计，鸡按日计。

**抽样基数**：抽样当天的出栏率（养殖场）、屠宰量（屠宰厂）、存货量（冷库）。

**样本数量**：所取样品的重量或体积。

**批 号**：样品所在批的批号，若无，则填“无”。

**保存情况**：运输前所采取的保存方式、保存温度及持续时间。

**封装情况**：样品在运输过程中所采用的大容器封装。

**运输情况**：所采用的样品运输方式和运输过程中的温度及持续时间。

5．送样单填写说明

**送样单编号：**由抽样单位根据本单位当年残留监控抽样来编号，一个样品一份送样单，编号格式为[邮政编码前4位]年月日序号，如北京2016年8月10日送出的第6份样，则送样单编号为[1000]2016/08/10/06。

**样品编号**：同抽样单中的编号。

**样品名称**：同抽样单中的内容。

**样品数量**：所取样品的重量或体积。

**包封情况：**指包装单个样品用的容器（盒、塑料袋）。

**保存情况**：同抽样单中的内容。

**运输情况**：同抽样单中的内容。

**检验项目**：指要检测残留的药物品种。

6．样品流转程序

6.1 官方兽医抽取样品并将所取样品分成2份，1份样品留被抽样单位保存，1份样品送检，并填写抽样单一式三份，分别由抽样单位、被抽样单位（随留样保存）和残留办保存；

6.2 抽样单位填写送样单一式二份，由抽样单位送样人签名后保存一份，另一份随样品送到检验单位；

6.3 检验单位业务管理部门收样后填写样品入库单并保存样品，再将样品重新编号送检验室检验（随送检单），检测室收样后由室负责人安排检测，检验员应在接样后15天内完成检测，并填写检验记录。检测采用双盲法，即检验员不得知道样品的来源地和样品编号；

6.4 检验室出具原始报告到检验单位业务管理部门，由检验单位业务管理部门最后出具检验结果汇总表，报残留办。

7．检验标准：执行农业部公布的残留检测方法或国际公认的残留检测方法标准。

8．检测技术参数的考核：在检测样品之前一定要进行技术参数考核试验。外标法要进行标准曲线（一般要求5-6个浓度，并且要覆盖1/2MRL，MRL，2MRL），回收率试验（设立1/2MRL，MRL，2MRL 3个浓度）和变异系数测定（一般要重复3-5次回收率试验），得到在本试验室操作条件下的各项参数，以后检样时只设1个阳性添加进行考察即可。对有残留限量的药物在计算检测结果时，要按平均回收率折算（本检测实验室获得的平均回收率），对于禁用药物则不必折算。内标法也要进行回收率和变异系数考察。检测时必须设立阴性和阳性添加对照组。

9．检测报告制度

9.1 检验员向检验单位业务管理部门出具每一份样品的检验报告，并应附残留量计算方法。

9.2 承担检测任务单位应负责残留检测结果分析报告和检验结果汇总表编制工作。其中检测结果分析报告应包括本计划和辖区计划执行情况、残留超标样品来源分析、与2016年和2017年残留趋势比较分析、存在问题和建议等。检验结果汇总表（见表）“检测结果”一栏应有两种填写方式：未检出的（低于检测限），以ND表示；检出残留物质的，需填写具体检测数据。检测结果汇总一律采用A4纸横排打印（汇总表格式见附件）。

9.3 检测阳性结果必须在10个工作日内报送抽样单位和残留办，由抽样单位组织跟踪调查处理，书面调查处理意见需报残留办备案。

9.4 检测分析报告和检测结果汇总表纸质材料和电子件分四次上报残留办。

附件3

2018年畜禽及畜禽产品抽样情况、检测结果和追踪检测结果汇总表

一、兽药残留监控计划抽样情况汇总表（2018年度第×时段）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 样品名称 | 被抽样单位  名称 | 样品产地  （检疫证号） | 样品  编号 | 抽样单位 | 抽样人 | 抽样  时间 | 送样人 | 备注 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

注：同一检测项目应集中排序

二、兽药残留监控计划检测结果汇总表（2018年度第×时段）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号(1) | 样品  名称 | 送样单位 | 样品编号 | 检测样品编号 | 被检药物 | 残留限量  MRL(μg/Kg) | 检测方法 | 检测限  (μg/Kg) | 检测结果  (μg/Kg) | 检验结论(2) | | | 备注 |
| 未检出 | 检出<MRL | 超标>MRL |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

注：(1) 同一检测项目应集中排序；(2) 在相应的检验结论栏目中填写阿拉伯数字“1”。

三、兽药残留监控计划阳性样品追踪检测结果汇总表（2018年度第×时段）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号（1） | 样品  名称 | 送样单位 | 样品编号 | 检测样品编号 | 被检药物 | 残留限量  MRL(μg/Kg) | 检测方法 | 检测限  (μg/Kg) | 检测结果  (μg/Kg) | 检验结论（2） | | | 备注 |
| 未检出 | 检出<MRL | 超标>MRL |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

注：(1) 同一检测项目应集中排序；(2) 在相应的检验结论栏目中填写阿拉伯数字“1”。

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 附件4 | | | | |
| 动物及动物产品兽药残留检测方法及残留限量 | | | | |
| **化合物 Compound** | **动物/组织 Species/ Matrix** | **推荐检测方法 Recommended Methods** | **检测限(或定量限) Detection or Quantification Limit(μg/kg orμg/L）** | **残留限量 MRL（μg/kg）** |
| 硝基咪唑类 Nitiomidazoles | 鸡/肝 Chicken/Liver | 动物源食品中甲硝唑、地美硝唑及其代谢物 残留检测 液相色谱-串联质谱法（见附录3） | 甲硝唑 Metronidazole 0.5 | 不得检出 ND |
| 羟基甲硝唑 Metronidazole-OH 0.5 |
| 地美硝唑 Dimetridazole 0.5 |
| 羟基地美硝唑 Dimetridazole-OH 0.5 |
| 磺胺类 Sulphonamides | 鸡/肉Chichen/Muscle | 高效液相色谱法HPLC（农牧发[2001]38号） 高效液相色谱法HPLC（GB 29694-2013） 液相色谱质谱法LC-MS-MS（1025号公告-23-2008） | 磺胺二甲基嘧啶 Sulfamethazine 0.5-20 | 100 |
| 磺胺间二甲氧嘧啶Sulfadimethoxine 0.5-20 |
| 磺胺嘧啶 Sulfadiazine 0.5-20 |
| 磺胺喹噁啉Sulfaquinoxaline 0.5-20 |
| 磺胺类 Sulphonamides | 鸡/肉Chichen/Muscle | 高效液相色谱法HPLC（农牧发[2001]38号） 高效液相色谱法HPLC（GB 29694-2013） 液相色谱质谱法LC-MS-MS（1025号公告-23-2008） | 磺胺间甲氧嘧啶 Sulfamonomethoxine 0.5-20 | 100 |
| 磺胺甲氧嗪 Sulfamethoxypyridazine 0.5-20 |
| 磺胺甲噁唑 Sulfamethoxazole 0.5-20 |
| 磺胺醋酰Sulfacetamide 0.5-5 |
| 磺胺吡啶Sulfapyridine 0.5-5 |
| 磺胺甲基嘧啶Sulfamerazine 0.5-5 |
| 磺胺噁唑Sulfamoxol 0.5-5 |
| 磺胺异噁唑Sulfisoxazole 0.5-5 |
| 苯甲酰磺胺Sulfabenzamide 0.5-5 |
| 磺胺氯哒嗪 Sulfachloropyridazine 0.5-5 |
| 磺胺苯吡唑Sulfaphenazole 0.5-5 |
| 磺胺甲噻二唑Sulfamethizole 0.5 |
| 磺胺邻二甲氧嘧啶 Sulfadoxine 0.5 |
| 磺胺噻唑 Sulfathiazole 0.5 |
| 硝基呋喃类代谢物 Nitrofuran Metabolites（AOZ、AMOZ、AHD、SEM） | 鸡/肉 Chicken/Muscle | 液相色谱质谱法LC-MS-MS （781号公告-4-2006） | 氨基唑烷酮 AOZ 0.25 | 不得检出 ND |
| 甲基吗啉氨基唑烷酮AMOZ 0.25 |
| 氨基乙内酰脲 AHD 0.25 |
| 氨基脲 SEM 0.25 |
| 甲砜霉素 Thiamphenicol | 牛/奶 Cow/Milk | 高效液相色谱法HPLC （GB 29689-2013） | 甲砜霉素Thiamphenicol 10 | 50 |
|
| 磺胺类 Sulphonamides | 猪/肉 Pig/Muscle | 高效液相色谱法HPLC（GB 29694-2013） 液相色谱质谱法LC-MS-MS（1025号公告-23-2008） | 磺胺二甲基嘧啶 Sulfamethazine 0.5-5 | 100 |
| 磺胺间二甲氧嘧啶Sulfadimethoxine 0.5-5 |
| 磺胺间甲氧嘧啶 Sulfamonomethoxine 0.5-5 |
| 磺胺甲氧嗪 Sulfamethoxypyridazine 0.5-5 |
| 磺胺甲噁唑 Sulfamethoxazole 0.5-5 |
| 磺胺醋酰Sulfacetamide 0.5-5 |
| 磺胺吡啶Sulfapyridine 0.5-5 |
| 磺胺甲基嘧啶Sulfamerazine 0.5-5 |
| 磺胺噁唑Sulfamoxol 0.5-5 |
| 磺胺异噁唑Sulfisoxazole 0.5-5 |
| 磺胺类 Sulphonamides | 猪/肉 Pig/Muscle | 高效液相色谱法HPLC（GB 29694-2013） 液相色谱质谱法LC-MS-MS（1025号公告-23-2008） | 苯甲酰磺胺Sulfabenzamide 0.5-5 | 100 |
| 磺胺氯哒嗪 Sulfachloropyridazine 0.5-5 |
| 磺胺苯吡唑Sulfaphenazole 0.5-5 |
| 磺胺嘧啶 Sulfadiazine 0.5 |
| 磺胺类 Sulphonamides | 猪/肉 Pig/Muscle | 高效液相色谱法HPLC（GB 29694-2013） 液相色谱质谱法LC-MS-MS（1025号公告-23-2008） | 磺胺喹噁啉Sulfaquinoxaline 0.5 |
| 磺胺甲噻二唑Sulfamethizole 0.5 |
| 磺胺邻二甲氧嘧啶 Sulfadoxine 0.5 |
| 磺胺噻唑 Sulfathiazole 0.5 |
| 四环素类 Tetracyclines | 猪/肉 Pig/Muscle | 液相色谱质谱法LC-MS-MS （1025号公告-12-2008） | 四环素 tetracycline 5 | 100 |
| 土霉素 Oxytetracycline 5 |
| 金霉素 Chlortetracycline 5 |
| 四环素类、磺胺类和 氟喹诺酮类Tetracyclines,Sulphonamides and Fluoroquinolones | 猪/肉 Pig/Muscle | 动物性食品中四环素类、磺胺类和氟喹诺酮类药物多残留的测定 液相色谱-串联质谱法（见附录8） | 四环素 tetracycline 2 | 100 |
| 土霉素 Oxytetracycline 2 |
| 金霉素 Chlortetracycline 2 |
| 多西环素 Doxycycline 2 | 100 |
| 乙酰磺胺 Sulfacetamide 2 | 100 |
| 磺胺吡啶 Sulfapyridine 2 |
| 磺胺嘧啶 Sulfadiazine 2 |
| 磺胺甲噁唑 Sulfamethoxazole 2 |
| 磺胺噻唑 Sulfathiazole 2 |
| 磺胺甲嘧啶 Sulfamerazine 2 |
| 磺胺甲基异噁唑 Sulfamethoxazole 2 |
| 磺胺甲二唑 Sulfamethizole 2 |
| 苯甲酰磺胺 Sulfabenzamide 2 |
| 磺胺二甲基异嘧啶 Sulfisomidine 2 |
| 磺胺二甲嘧啶 Sulfadimidine 2 |
| 四环素类、磺胺类和 氟喹诺酮类Tetracyclines,Sulphonamides and Fluoroquinolones | 猪/肉 Pig/Muscle | 动物性食品中四环素类、磺胺类和氟喹诺酮类药物多残留的测定 液相色谱-串联质谱法（见附录8） | 磺胺间甲氧嘧啶 Sulfamonomethoxine 2 | 100 |
| 磺胺甲氧哒嗪 Sulfamethoxypyridazine 2 |
| 磺胺对甲氧嘧啶 Sulfameter 2 |
| 磺胺氯哒嗪 Sulfachloropyridazine 2 |
| 磺胺邻二甲氧嘧啶 Sulfadoxine 2 |
| 磺胺间二甲氧嘧啶 Sulfadimethoxine 2 |
| 磺胺苯吡唑 Sulfaphenazole 2 |
| 酞磺胺噻唑 Phthalylsulphathiazole 2 |
| 达氟沙星 Danofloxacin 2 | 100 |
| 二氟沙星 Difloxacin 2 | 400 |
| 恩诺沙星 Enrofloxacin 2 | 100 |
| 环丙沙星 Ciprofloxacin 2 |
| 氟甲喹 Flumequine 2 | 500 |
| 噁喹酸 Oxolinic acid 2 | 100 |
| 洛美沙星 Lomefloxacin 2 | 不得检出 ND |
| 氧氟沙星 Ofloxacin 2 |
| 诺氟沙星 Norfloxacin 2 |
| 培氟沙星 Pefloxacin 2 |
| 替米考星 Tilmicosin | 猪/肉 Pig/Muscle | 高效液相色谱法HPLC （1025号公告-10-2008） | 替米考星 Tilmicosin 10 | 100 |
|
| 卡巴氧和喹乙醇残留标示物 Marker Residues of Carbadox and Olaquindox | 猪/肝 Pig/Liver | 高效液相色谱法HPLC（781号公告-3-2006） 液相色谱质谱法HPLC-MS-MS(GB-T 20746-2006） | 喹噁啉-2-羧酸 QCA 10(定量限） | 不得检出 ND |
| 3-甲基喹噁啉-2-羧酸 MQCA 10（定量限） | 50 |
|