

ICS 65.020
B60

LY

中华人民共和国林业行业标准

LY/T 2800—2017

经济林产品质量安全监测技术规程

Technical regulations for monitoring the quality safety of non-wood forest
productions

2017-06-05 发布

2017-09-01 实施

国家林业局

发布

目 次

前言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 抽样.....	1
3.1 基本要求.....	1
3.1.1 代表性.....	2
3.1.2 随机性.....	2
3.1.3 适量性.....	2
3.1.4 原样（状）性.....	2
3.1.5 公正性.....	2
3.2 抽样方法.....	2
3.3 分样.....	3
3.4 封样.....	3
3.4.1 封样原则.....	3
3.4.2 封样方式.....	3
3.5 抽样包装.....	3
4 运输.....	4
5 制样与贮存.....	4
5.1 基本要求.....	4
5.2 制样与贮存方法.....	4
5.3 贮存标签信息.....	4
6 检测方法.....	5
6.1 农药残留.....	5
6.2 黄曲霉毒素.....	5
6.3 重金属.....	5
7 超标样品的确证.....	5
7.1 确证原则.....	5
7.1.1 内部质量控制.....	5
7.1.2 外部异议处理.....	5
7.2 确证方法.....	5

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由国家林业局提出。

本标准由全国经济林产品标准化技术委员会（SAC/TC557）归口。

本标准起草单位：中国林业科学研究院亚热带林业研究所，湖南省林产品质量检验检测中心，河北省林果桑花质量监督检验管理中心

本标准的主要起草人：刘毅华，莫润宏，汤富彬，沈丹玉，余佳荣，倪张林，钟冬莲，屈明华，谭利娟，孙福江，曹彦卫

经济林产品质量安全监测技术规程

1 范围

本标准规定了经济林产品质量安全监测技术方法和结果判定依据。

本标准适用于坚果、食用菌、油茶籽、竹笋等四类经济林产品的质量安全监测。

2 规范性引用文件

下列文件中条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定

GB 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定

GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定

GB 5009.123 食品安全国家标准 食品中铬的测定

GB/T 5009.23 食品中黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2 的测定

GB/T 5009.184 蔬菜、粮食中噻嗪酮残留量的测定

GB/T 19648 水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留的测定 气相色谱-质谱法

GB/T 20769 水果和蔬菜中 450 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

GB/T 23202 食用菌中 440 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

GB/T 23216 食用菌中 503 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法

GB/T 23380 水果、蔬菜中多菌灵残留的测定 高效液相色谱法

NY/T 761 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定

NY/T 789 农药残留分析样本的采样方法

3 抽样

3.1 基本要求

抽样要求随机取样，样品具有代表性、适量性、原样（状）性和公正性。

3.1.1 代表性

抽样地需要有代表性，该产品在采样区域有较大规模分布；采集的样品应具有足够的代表性，应在大批量样品中间隔一定距离抽取多个小样集成一个大样来代表该批样品的实际情况，不应以单个或单株样品来代表整体。

3.1.2 随机性

采集的用于评价整体产品质量的样品，应为按随机原则采集的样品。

3.1.3 适量性

采集的样品数量在保证随机性和代表性的前提下，应适量采集。

3.1.4 原样（状）性

在产品达到正常的成熟状态时进行抽样。避开受病虫害影响的非正常植株，并在抽样过程中保证样品的外观完好无损，避免挤压、碰撞。

3.1.5 公正性

抽样工作原则上由承检机构承担，也可协商或协议委托当地市（或县、区）级经济林产品质检机构承担。抽样工作需要按照既定抽样方案进行；抽样人员至少由 2 人组成，并应熟知抽样程序和方法，应携带有效证件、监测文件、封条和抽样单等，亲自到现场抽样。抽样使用《经济林产品质量安全监测抽样单》（样式见附录 A）记录抽样信息。抽样单必须由抽样人员和被抽查单位代表（个人）签字。抽样单一式四份，分别留存于被抽查单位的上级主管部门、组织监督抽查的部门、被抽查单位（个人）和抽样单位。抽样单不得随意涂改，需要更改的应由抽样人员、被抽查单位（个人）共同签字确认。

3.2 抽样方法

四类产品抽样方法及抽样量要求见表 1。

表 1 产品抽样方法

产品	抽样方法	抽样量	备注
坚果	用随机法在种植区内 5 棵~7 棵树木的上、中、下、里、外等不同部位采集，每棵树采样量基本相同。	3 kg~5 kg	脱壳后果仁不少于 1.5 kg
食用菌	用随机法在种植区（大棚）内 7 个~10 个菌包上采集。	1.0 kg	/
油茶籽	用随机法在种植区内 5 棵~7 棵树木的上、中、下、里、外等不同部位采集油茶果，每棵树采样量基本相同。	3 kg~5 kg	脱壳后油茶籽仁不少于 1.5 kg
竹笋	根据实际地形区域，可选择随机取样法、五点取样法、等距取样法，取样点不少于 5 个。竹笋在竹鞭处切断，整株取出作为一个完整样品。	2 kg~3 kg	采集毛竹笋等个体较大的笋时，取 3 株~5 株；剥壳后笋肉不少于 1.5 kg。

3.3 分样

样品现场抽取、混合均匀后，等分为两份，分别包装，一份为待测用样，一份为备份用样。其中，备份用样原则上应冷藏保存于抽样当地，当地不具备贮藏条件的，由承检单位带回实验室单独存放；待测用样优先采取现场制样后分为检测用样和复检用样，基地或种植户抽样时不具备现场制样条件的，应将待测用样运回实验室制样后分为检测用样和复检用样。

3.4 封样

3.4.1 封样原则

封样可采取直接封样和现场制样后封样两种方式。具备现场制样、封样条件的，优先采取现场制样后封样方式，以保证抽取样品的签封状态与复检环节样品的签封状态一致。同时，抽样人员应告知被抽查单位（个人）现场制样、封样的必要性和依据。

3.4.2 封样方式

样品按待测用样（检测用样和复检用样）、备份用样分装后现场封样。抽样人员现场填写《经济林产品质量安全监测封样单》（样式见附录 A），经抽样人员和被抽查单位（个人）签字确认后封样有效。

3.5 抽样包装

样品包装选用洁净无污染的食品级塑料袋或网袋，将采集的样品放于干净的塑料袋（或网袋）内，并在样品袋内外两面显著位置分别贴上标识（标签），要求标识字迹清楚、牢固防破损。

4 运输

加封后的样品应在 48h 内送达检测实验室。运输工具应清洁卫生，运输过程中需保持外包装结实、避光、透气，以避免样品变质、受损、失水或遭受污染；有条件时，可采取 0-4℃ 低温冷藏运输。

5 制样与贮存

5.1 基本要求

制备样品时应戴一次性塑料手套，制备每一个处理的样品后，都应更换手套，清理制样设备，防止交叉污染。

5.2 制样与贮存方法

油茶籽、坚果待测用样，脱壳后取果仁（籽仁）以四分法缩分取样至 400 g~600 g；食用菌待测用样直接以四分法缩分取样至 400 g~600 g；竹笋待测用样脱壳后将笋肉纵向切分，取一半切成小块以四分法缩分取样至 400 g~600 g。缩分后的样品经食品粉碎机粉碎，充分混匀，取均匀样品两份，一份作为检测用样，一份作为复检用样。制样后贴上贮存标签再进行贮存。贮存容器应选择洁净无污染的合适容器，制备好的样品应于低温（-20℃）下保存。

注1：解冻后应立即分析。取冷冻样本进行检测时，应不使水、冰晶与样本分离，分离严重时应重新匀浆。

5.3 贮存标签信息

标签包含以下基本内容：

- a) 样本名称；
- b) 抽样地点信息；
- c) 样本的实验室唯一标识；
- d) 贮存日期；
- e) 贮存方式；
- f) 贮存地点；
- g) 制样数量；
- h) 制样人签名或盖章；

6 检测方法

6.1 农药残留

油茶籽、坚果、竹笋中农药残留测定按 NY/T 761 执行；

食用菌中农药残留测定按 GB/T 23202、GB/T 23216 或 NY/T 761 执行；

经济林产品中噻嗪酮测定按 GB/T 5009.184 执行；

经济林产品中多菌灵测定按 GB/T 23380 执行。

6.2 黄曲霉毒素

经济林产品（油茶籽和坚果）中黄曲霉毒素测定按 GB/T 5009.23 规定执行。

6.3 重金属

经济林产品中总砷测定按 GB 5009.11 规定执行；

经济林产品中铅测定按 GB 5009.12 规定执行；

经济林产品中镉测定按 GB 5009.15 规定执行；

经济林产品中总汞测定按 GB 5009.17 规定执行；

经济林产品中铬测定按 GB 5009.123 规定执行。

7 超标样品的确证

7.1 确证原则

7.1.1 内部质量控制

针对农药、重金属和黄曲霉毒素超过限量值的样品，采用复检用样进行复检，对结果仍然为超标的样品，在条件允许的情况下，采用确证方法进行结果确证。

7.1.2 外部异议处理

监测结果上报后，被抽查单位（个人）、组织监督抽查的部门对检测结果有异议的，可要求承检单位或另外指定有资质的检测机构采用备份用样进行检测或结果确证。

7.2 确证方法

经济林产品（油茶籽和坚果）中农药残留确证按附录 B 中确证方法执行；

食用菌中农药残留确证按 GB/T 23202、GB/T 23216 或附录 B 中确证方法执行；

竹笋中农药残留确证按 GB/T 19648、GB/T 20769 或附录 B 中确证方法执行；

油茶籽和坚果中黄曲霉毒素确证按附录 C 中确证方法执行；

经济林产品中总砷确证按 GB 5009.11 中第一法规定执行；

经济林产品中重金属铅、镉、铬、总汞确证按附录 D 中确证方法执行。

附录 A 经济林产品质量安全监测中典型表单

(资料性附录)

表 A.1 经济林产品质量安全监测抽样单 (样式)

编号:

任务来源		监督检查类别	
产品 抽样 信息	产品名称	样品状态	☐ 鲜样 ☐ 干样 ☐ 其他:
	抽样日期	抽样地点	
	抽样基数	抽样数量	
	销售单价		
	其中备样数量	备份样品 存封地点	
	执行标准、技术文件和明示质量指标	封样状态	
受检 单位	单位名称	联系人	
	地 址	邮 编	
	联系电话	传 真	
抽样 单位	单位名称		
	地 址	邮 编	
	联系人	电话/传真	
受检单位对所填内容和抽样产品有效性有异议应在此栏进行说明。		抽样人员 (签名):	
受检单位 (签章)		(抽样单位公章)	
年 月 日		年 月 日	
备注			

第 联:

注: 1、本单一式 3 份。受检单位、抽样单位、受检单位所在地省级林业主管部门、任务下达部门各一份。

2、技术文件指执行标准外的图纸、技术合同、产品说明书等有关产品技术的文件。

3、本单选择项用“√”表示, 栏目无内容用“/”表示。

4、受检单位应对所填内容进行确认。

表 A.2 经济林产品质量安全监测封样单（样式）

经济林产品质量安全监测 封 样 单	
样品名称：	样品编号：
抽样人员（签名）：_____	被抽查单位（个人）_____
	联系人（签名）：
抽样单位（印章） 年 月 日封	被抽查单位（个人）（印章）
为保证抽取的样品的签封状态与复检环节样品的签封状态一致，建议现场制样后封样。	

表 A.3 经济林产品质量安全监测样品交接单（样式）

序号	样品名称	样品编号	抽样数量	抽样日期
抽样人员（2人） （签名）				
接样人员 （签名）				
发出样品时间		接收样品时间		
组织监督抽查部门		任务来源 （监督抽查方案文件名称 及文号）		

注：1.一式三联，其中一联抽样单位留存，一联由检测机构留存，一联由组织监督抽查的部门留存。

2.样品由抽样单位或者协助抽样的检测机构负责保管并送达检测机构。

表 A.4 经济林产品中农药残留/黄曲霉素/重金属监测结果（包括判定结果）（样式）

样品编号	产品名称	受检单位（个人）	产地	检测指标 （限量值）	检测指标 （限量值）	检测指标 （限量值）	综合判定

表 A.5 经济林产品中农药残留/黄曲霉素/重金属超标样品确证结果（样式）

样品编号	产品名称	受检单位（个人）	检测指标	初测结果	复检结果	确证结果

附录 B 经济林产品中检出农药的确证

(规范性附录)

表 B.1 经济林产品中农药残留确证方法

油茶籽 坚果	提取	称取试样 5.0 g (精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 乙腈用均质器高速提取 2 min。加入 3 g 无水硫酸镁、2 g 氯化钠, 旋紧盖子剧烈振摇 1 min, 8000 r/min 离心 2 min。取 15 mL 上清液于 -5℃~10℃ 低温放置 12 h, 用玻璃纤维滤纸低温过滤, 取滤液 10 mL 于鸡心瓶, 40℃ 水浴中旋转蒸发浓缩至 1 mL。
	净化	把提取液转移至研钵中, 加入 2 g PSA, 研磨成均匀粉末状。混合物转移至小柱中, 小柱连接固相萃取真空装置并控制流速为 1 mL/min, 用 5 mL 乙腈+二氯甲烷 (7+3) 洗脱。收集洗脱液用氮气吹干后, 用 0.5 mL 乙腈溶解, 过 0.22 μm 有机滤膜供液相色谱质谱测定。
食用菌	提取	称取试样 10 g (均精确至 0.01g) 于 50 mL 离心管中, 加入 4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠和 20 mL 乙腈, 旋紧盖子剧烈振摇 2 min, 5000 r/min 离心 5 min。
	净化	取上清液 5 mL 于 10mL 离心管中, 加 100 mg 无水硫酸镁、50 mg PSA 粉末, 再次剧烈振摇 2 min, 5000 r/min 离心 5 min, 取上清液 1 mL, 过 0.22 μm 有机滤膜供液相色谱质谱测定。
竹笋	提取	称取试样 5.0 g (精确至 0.01g) 于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 乙腈用均质器高速提取 2 min。加入 3 g 无水硫酸镁、2 g 氯化钠, 旋紧盖子剧烈振摇 1 min, 8000 r/min 离心 2 min。取 10 mL 上清液于 40℃ 水浴中旋转蒸发浓缩至 1 mL。
	净化	把提取液转移至研钵中, 加入 2 g PSA, 研磨成均匀粉末状。混合物转移至小柱中, 小柱连接固相萃取真空装置并控制流速为 1 mL/min, 用 5 mL 乙腈+二氯甲烷 (7+3) 洗脱。收集洗脱液用氮气吹干后, 用 0.5 mL 乙腈溶解, 过 0.22 μm 有机滤膜供液相色谱质谱测定。
气相色谱质谱法条件		见附录 E
液相色谱质谱法条件		见附录 F

附录 C 经济林产品中检出黄曲霉毒素的确证

(规范性附录)

表 C.1 黄曲霉毒素确证方法

提取和净化						
提取	称取试样 25.0 g（精确至 0.01g）于 250 mL 锥形瓶中，加入 5.0 g 氯化钠，甲醇-水（7+3）至 125.0 mL，均质器高速提取 2 min。定量滤纸过滤后，滤液再次用玻璃纤维滤纸过滤。					
净化	黄曲霉毒素免疫亲和柱用 10 mL 水预淋洗，取 5 mL 滤液，加入 10 mL 去离子水，混匀后上样，控制流速 1 滴/s ~2 滴/s，用 10 mL 去离子水分两次淋洗小柱，用 1 mL 甲醇洗脱，收集洗脱液					
液相色谱质谱法条件						
色谱柱	Waters Symmetry C18，5.0 μm,150 mm×3.9 mm（内径）或者相当					
流动相	A：5mmol/L 乙酸铵水溶液；B：乙腈					
梯度洗脱	A：50%（0~2 min）-A：50%~0（2~6 min）-A：0（6~8 min）-A：0~50%（8~8.1 min）~50%（8.1~10 min）					
流速	0.5 mL/min	进样量	10 μL	柱温	35℃	
离子源	ESI	扫描方式	正离子扫描	电喷雾电压	3000 V	
脱溶剂气温度	450℃	脱溶剂气流速	650 L/h			
检测方式	多反应监测					
质谱参数						
中文名称	英文名称	保留时间 /min	定量离子	定性离子	锥孔电压/V	碰撞能量/V
黄曲霉毒素 B ₁	Aflatoxin B1	3.68	312.9/285	312.9/273.5	25	25； 22
黄曲霉毒素 B ₂	Aflatoxin B2	3.37	314.5/287.2	314.5/243.1	42	25； 40
黄曲霉毒素 G ₁	Aflatoxin G1	3.42	329/243	329/311	32	30； 30
黄曲霉毒素 G ₂	Aflatoxin G2	3.05	331/245	331/ 313.1	40	35； 25

附录 D 经济林产品中检出重金属的确证

(规范性附录)

表 D.1 铅、镉、铬、总汞确证方法

微波消解	称取适量(精确至 0.0001 g)样品于微波消化管中,加入 3 mL~5 mL 硝酸,预消解 30 min,冷却后加入 2 mL~3 mL 过氧化氢,密封好消化管,放入微波消解器,消解完毕后,冷却后采用超纯水少量多次洗涤定容至 50 mL。		
微波消解程序			
消解步骤	温度/℃	升温时间/min	保留时间/min
1	110	10	5
2	135	10	5
3	180	20	30
待测元素的质量数、内标元素及标准曲线			
元素	质量数	曲线范围/μg/L	内标
Pb	207.98	1, 2, 5, 10, 20	²⁰⁹ Bi
Cd	113.90	1, 2, 5, 10, 20	¹⁰³ Rh
Cr	51.94	1, 2, 5, 10, 20	⁷⁴ Ge
Hg	201.97	0.1, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0	²⁰⁹ Bi
ICP~MS 工作参数			
参数	设定值	参数	设定值
RF 功率	1500 W	模拟电压	-1600 V
雾化气流量	1.00 L/min	脉冲电压	800 V
等离子气流量	15 L/min	扫描方式	Peaking
重复次数	3 次	扫描次数	20 次

附录 E 确证方法的仪器条件

(规范性附录)

表 E.1 气相色谱质谱法仪器条件

色谱柱	HP-5MS (30 m×0.32 mm×0.25 μm)或者相当				
升温程序	初始温度 60℃保持 2 min，以 13℃/min 的速度升到 200℃保持 5 min，再以 25℃/min 的速度升到 260℃，并保持 3min。				
柱流速	1.5 mL/min	进样量	1 μL	进样方式	不分流
进样口温度	260℃	离子源温度	230℃	四级杆温度	150℃
溶剂延迟	4min	辅助加热器温度	280℃		
检测方式	多反应监测				
质谱参数（节略）					
中文名称	英文名称	保留时间/min	母离子	定量子离子	定性子离子
α-六六六	α-BHC	14.608	181	144.8	108.7
β-六六六	β-BHC	15.265	180.5	144.8	108.8
γ-六六六	γ-BHC	15.463	180.6	144.8	108.7
五氯硝基苯	Quintozene	15.615	236.7	142.7	118.8
δ-六六六	δ-BHC	16.144	180.5	144.8	145.7
艾氏剂	Aldrin	18.957	262.6	192.7	227.6
三唑酮	Triadimefon	19.156	128	65.1	99.8
α-硫丹	α-Endosulfan	20.542	194.4	124. 7	88. 7
p,p`-滴滴伊	p,p`-DDE	20.948	245.7	175.9	149.7
狄氏剂	Dieldrin	21.041	263	192.7	106.7
噻嗪酮	Buprofezin	21.135	104	77	51.1
β-硫丹	β-Endosulfan	21.666	194.2	124.9	88.6
p,p`-滴滴滴	p,p`-DDD	21.785	234.8	165	198.9
o,p`-滴滴涕	o,p`-DDT	21.876	235	165	198.9

附 录 E（续）确证方法的仪器条件

（规范性附录）

质谱参数（节略）					
中文名称	英文名称	保留时间/min	母离子	定量子离子	定性子离子
p,p'-滴滴涕	p,p'-DDT	22.611	234.6	165	198.9
联苯菊酯	Bifenthrin	23.882	181	164.8	140.9
甲氰菊酯	Fenpropathrin	24.092	180.7	151.7	126.9
氯氟氰菊酯	Cyhalothrin	25.648	180.6	151.7	126.7
氯氰菊酯	Cypermethrin	30.00~30.9	164.9	91	74.8
氰戊菊酯	Fenvalerate	33.7~34.9	181	152	127
溴氰菊酯	Deltamethrin	37.93	253	90.9	76.9

附录 F 确证方法的仪器条件

(规范性附录)

表 F.1 液相色谱质谱法仪器条件

色谱柱	Waters HSS T3, 5.0 μm,100 mm×2.1mm（内径）或者相当					
流动相	A: 5mmol/L 乙酸铵水溶液；B: 乙腈					
梯度洗脱	A: 10~90%（0~5 min）-A: 90~10%（5~10 min）-A: 10~80%（10~14 min）-A: 80%（14~15 min）					
流速	0.3 mL/min	进样量	10 μL	柱温	35℃	
离子源	ESI	扫描方式	正离子扫描	电喷雾电压	3500 V	
脱溶剂气温度	450℃	脱溶剂气流速	550 L/h			
检测方式	多反应监测					
质谱参数（节略）						
中文名称	英文名称	保留时间 /min	定量离子	定性离子	锥孔电压/V	碰撞能量/V
多菌灵	Carbendazim	4.61	192/160	192/132	30	18； 27
甲萘威	Carbaryl	6.96	202.1/145	202.1/117	35	20； 28
敌敌畏	Dichlorvos	6.72	221/108.9	221/79	20	18； 25
甲胺磷	Methamidophos	1.05	142/93.9	142/125	30	13； 13
乙酰甲胺磷	Acephate	1.06	184/142.9	184/94.9	15	7； 24
甲拌磷	Phorate	9.08	261.1/75.0	261.1/96.8	30	20； 35
氧乐果	Omethoate	1.06	214.1/124.9	214.1/108.9	28	20； 20
久效磷	Monocrotophos	1.31	224.1/127	224.1/109	35	15； 25
乐果	Dimethoate	4.59	230.1/199	230.1/124.9	24	10； 24
倍硫磷	Fenthion	8.87	279.1/168.9	279.1/105	20	16； 15
毒死蜱	Chlorpyrifos	10.13	349.9/197.9	349.9/96.9	23	20； 27
水胺硫磷	Isocarbophos	9.70	291.2/231.2	291.2/249.2	14	15； 8