

ICS 11.120.20
CCS C 23

T/QCSA

团 体 标 准

T/QCSA 4—2022

青海冬虫夏草菌粉制品

2022 - 10 - 31 发布

2022 - 11 - 15 实施

青海冬虫夏草行业协会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 质量要求	1
5 检验方法	3
附录 A （规范性） 标志性成分粗多糖和腺苷的检验方法	4

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。

请注意本文件的有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。

本文件由青海省冬虫夏草行业协会归口。

本文件起草单位：青海省畜牧兽医科学院、青海省冬虫夏草协会、青海省药品检验检测院。

本文件主要起草人：李秀璋、李玉玲、姚孝宝、海平、张炜。

青海冬虫夏草菌粉制品

1 范围

本文件规定了青海冬虫夏草菌粉制品的术语和定义、质量要求及检验方法。
本文件适用于由青海冬虫夏草分离所得冬虫夏草真菌菌种形成的菌粉制品。

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 4789.2	食品安全国家标准	食品微生物学检验	菌落总数测定
GB 4789.3	食品安全国家标准	食品微生物学检验	大肠菌群计数
GB 4789.4	食品安全国家标准	食品微生物学检验	沙门氏菌检验
GB 4789.5	食品安全国家标准	食品微生物学检验	志贺氏菌检验
GB 4789.10	食品安全国家标准	食品微生物学检验	金黄色葡萄球菌检验
GB 4789.11	食品安全国家标准	食品微生物学检验	β 型溶血性链球菌检验
GB 4789.15	食品安全国家标准	食品卫生微生物学检验	霉菌和酵母菌计数
GB 5009.3	食品安全国家标准	食品中水分的测定	
GB 5009.4	食品安全国家标准	食品中灰分的测定	
GB 5009.5	食品安全国家标准	食品中蛋白质的测定	
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 5009.17	食品安全国家标准	食品中总汞及有机汞的测定	
GB/T 5009.19	食品中有机氯农药多组分残留量的测定		

3 术语和定义

3.1

冬虫夏草菌粉

从新鲜青海冬虫夏草中分离出的冬虫夏草真菌菌种经专门的工艺所形成的制品。

4 质量要求

4.1 感官指标应符合表1规定。

表 1 感官指标

项目	指标
色泽	淡黄色，色泽均匀
气味、味觉	具有虫草特有气味，微腥
杂质	无肉眼可见的外来杂质

4.2 标志性成分应符合表 2 规定。

表 2 标志性成分

成分	指标
粗多糖 (g/100g)	≥6
腺苷 (mg/100g)	≥80
蛋白质 (%)	≥40

4.3 理化指标应符合表 3 规定。

表 3 理化指标

项目	指标
水分 (%)	≤9
灰分 (%)	≤12
铅 (以 Pb 计, mg/kg)	≤0.5
砷 (以 As 计, mg/kg)	≤0.3
汞 (以 Hg 计, mg/kg)	≤0.3
六六六 ^a (mg/kg)	≤0.2
滴滴涕 ^b (mg/kg)	≤0.1
注： ^a ^b 为风险污染物。	

4.4 微生物指标应符合表 4 规定。

表 4 微生物指标

项目	指标
菌落总数 (cfu/g)	≤1000
大肠菌群 (MPN/100g)	≤40
霉菌 (cfu/g)	≤25
酵母菌 (cfu/g)	≤25
沙门氏菌	不得检出
志贺氏菌	不得检出
金黄色葡萄球菌	不得检出
溶血性链球菌	不得检出

5 检验方法

5.1 感官指标

取样品5.00g，置于一洁净的白色瓷皿中，在自然光下，用肉眼观察色泽，检查无异味，嗅味及尝试味道有无异常。

5.2 标志性成分

5.2.1 粗多糖：按照中国药典 2020 玉竹下方法，具体按 A.1 规定。

5.2.2 腺 苷：按照中国药典 2020 玉竹下方法，具体按 A.2 规定。

5.2.3 蛋白质：按 GB/T 15673（GB 5009.5）规定的方法测定。

5.3 理化指标

5.3.1 水分：按 GB 5009.3 规定的方法测定。

5.3.2 灰分：按 GB 5009.4 规定的方法测定。

5.3.3 砷：按 GB 5009.11 规定的方法测定。

5.3.4 铅：按 GB 5009.12 规定的方法测定。

5.3.5 汞：按 GB 5009.17 规定的方法测定。

5.3.6 六六六、滴滴涕残留量：按 GB/T 5009.19 规定的方法测定。

5.4 微生物指标

5.4.1 菌落总数：按 GB 4789.2 规定的方法检验。

5.4.2 大肠菌群：按 GB 4789.3 规定的方法检验。

5.4.3 霉菌和酵母菌：按 GB 4789.15 规定的方法检验。

5.4.4 致病菌：按 GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10、GB 4789.11 规定的方法检验。

附 录 A

(规范性)

标志性成分粗多糖和腺苷的检验方法

A.1 粗多糖的测定

A.1.1 试剂

A.1.1.1 无水葡萄糖、乙醇、苯酚、浓硫酸。

A.1.1.2 本方法所用试剂除特殊注明外，均为分析纯。

A.1.1.3 所用水为蒸馏水。

A.1.2 仪器

可见分光光度计、离心机、恒温水浴锅。

A.1.3 分析步骤

A.1.3.1 对照品溶液的制备：称取105℃干燥至恒重的无水葡萄糖对照品60 mg，精密称定，置100mL的量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，即得(每mL中含无水葡萄糖0.6 mg)。

A.1.3.2 4%苯酚溶液配制：称取苯酚4.0 g，加水溶解并稀释至100 mL，混匀。

A.1.3.3 精密量取对照品溶液0 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL、3.0 mL，分别置25 mL量瓶中，加水至刻度，摇匀。精密吸取上述各溶液2 mL，置具塞试管中，分别加4%苯酚溶液1mL，混匀，迅速加入硫酸7.0 mL，摇匀，于40℃水浴中保温30 min，取出，置冰水浴中放置5 min，取出，以第一份为空白，照紫外—可见分光光度法，在490 nm波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

A.1.3.4 供试品溶液的测定：称取样品1.0 g，精密称定，置100 mL量瓶中，加水约80 mL，置沸水中加热提取30 min，立即冷却，加水至刻度，摇匀，离心(3000 r/min, 5 min)，静置，滤过。精密吸取上清液2 mL，加无水乙醇8 mL，搅拌约5 min，离心(3000r/min, 5 min)，弃去上清液，残渣用80%乙醇(体积分数)溶液数毫升洗涤，离心后弃去上清液，反复操作2次，残渣用水溶解置25 mL量瓶中，并稀释至刻度。精密量取2 mL，照标准曲线的制备项下的方法，自“加入4%苯酚溶液1 mL起”依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中无水葡萄糖的重量，计算，即得。

A.1.4 数据处理

粗多糖的计算按公式A.1计算。

$$X = \frac{M \times V \times V_1}{W \times V_2 \times V_3 \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

X——样品中粗多糖含量，g/100g；

M——测定液中以葡萄糖计的粗多糖含量，μg；

V1——样品定容总体积，ml；

V_2 ——沉淀粗多糖所用样品溶液体积, ml;

V_3 ——测定用样品溶液体积, ml;

M ——试样质量, g。

A. 2 腺苷的测定

A. 2.1 试剂

A. 2.1.1 在分析中仅使用双蒸水。

A. 2.1.2 磷酸二氢钾: 分析纯。

A. 2.1.3 无水乙醇: 优级纯。

A. 2.1.4 甲醇: 优级纯。

A. 2.1.5 提取液 (体积比): 乙醇: 水=3: 2

5.5 腺苷标准溶液: 准确称量腺苷标准品 0.0100 g, 加入水溶解并定容至 25 mL。此溶液腺苷浓度为 0.4mg/ml。

A. 2.2 仪器

A. 2.2.1 高效液相色谱仪: 附紫外检测器 (UV)。

A. 2.2.2 超声波清洗器。

A. 2.2.3 离心机。

A. 2.3 分析步骤

A. 2.3.1 试样处理: 准确称取试样 0.5 g (精确至 0.001 g), 于 25 mL 容量瓶中, 加入约 20 mL 提取液, 超声提取 10 min。取出后加入提取液定容至刻度, 混匀后以 3000 rpm/min 离心 3 min。经 0.45 μ m 滤膜过滤后供液相色谱分析用。

A. 2.3.2 液相色谱参考条件如下:

a) 色谱柱: C18 柱 4.6 mm \times 150 mm, 5 μ m;

b) 柱温: 室温;

c) 紫外检测器: 检测波长 254 nm;

d) 流动相: 甲醇: 0.01 mol/L 磷酸二氢钾溶液 (体积比) = 10:90;

e) 流速: 1.0 mL/min;

f) 进样量: 10 μ L;

g) 色谱分析: 取 10 μ L 标准溶液及试样溶液注入色谱仪中, 以保留时间定性, 以试样峰高或峰面积与标准比较定量。

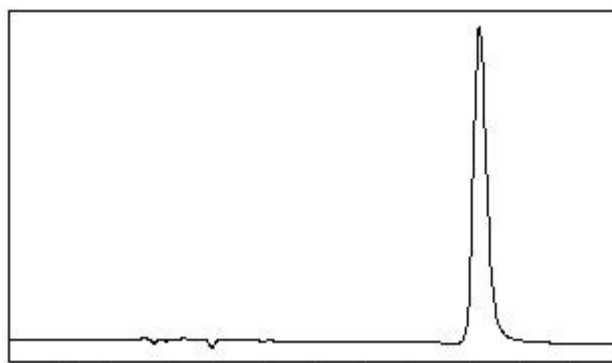


图 A.1 腺苷标准溶液色谱图

A.2.3.3 标准曲线制备分别配制浓度为0.40 ug/mL、2.0 ug/mL、4.0 ug/mL、20.0 ug/mL、60.0 ug/mL 腺苷标准溶液,在给定的仪器条件下进行液相色谱分析,以峰高或峰面积对浓度作标准曲线。

A.2.4 数据处理

腺苷的含量按公式(A.2)计算。

$$X = \frac{h_1 \times C \times V \times 100}{h_2 \times m \times 1000} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

X ——试样中腺苷的含量, mg/100g;

H ——试样峰高或峰面积;

C ——标准溶液浓度, ug/mL;

V ——试样定容体积, mL;

h_2 ——标准溶液峰高或峰面积;

m ——试样质量, g。