

# 中国菌物学会团体标准

T/MSC001-2019

---

## 鲜冬虫夏草（繁育品）

### 【征求意见稿】

2019-\*\*-\*\*发布

2019-\*\*-\*\*实施

中国菌物学会发布



# 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 要求 .....	2
4.1 感官要求 .....	2
4.2 理化指标 .....	2
4.3 安全指标 .....	2
4.4 农药残留量 .....	3
5 试验方法 .....	3
5.1 感官要求 .....	3
5.2 理化指标 .....	3
5.3 安全指标 .....	3
6 检验规则 .....	4
6.1 组批规则 .....	4
6.2 抽样 .....	4
6.3 出厂检测 .....	4
6.4 型式检验 .....	4
6.5 判定规则 .....	4
7 标志、包装、运输和贮存 .....	4
7.1 标志 .....	4
7.2 包装 .....	4
7.3 运输和贮存 .....	4
附录 A（规范性附录）特征图谱测定法 .....	5
A.1 原理 .....	5
A.2 试剂和材料 .....	5
A.3 仪器和设备 .....	5
A.4 分析步骤 .....	5
A.5 定性判定 .....	6
A.6 色谱图 .....	6
附录 B（规范性附录）油酸和亚油酸总量检测方法 .....	8
B.1 原理 .....	8
B.2 试剂和材料 .....	8
B.3 仪器和设备 .....	8
B.4 分析步骤 .....	9
B.5 测定 .....	9
B.6 测定结果的计算 .....	10
B.7 重复性 .....	10

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写》的规定编制。

本标准由中国菌物学会归口。

本标准起草单位：广东东阳光药业有限公司、中国科学院微生物研究所、广东省食品药品检验所、东莞市标准化协会、宜昌山城水都冬虫夏草有限公司、西藏林芝高原雪都冬虫夏草有限公司、乳源瑶族自治县东阳光大健康销售有限公司、广东东阳光电子商务有限公司。

本标准主要起草人：钱正明、李文佳、刘杏忠、李华、李文庆、叶志辉、周建桥、李光荣

本标准首次发布时间：2019年\*月\*\*日。

# 鲜冬虫夏草（繁育品）

## 1 范围

本标准规定了鲜冬虫夏草（繁育品）的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存。

本标准适用于繁育的鲜冬虫夏草。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 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 5009.11 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 5009.268 食品安全国家标准 食品中多元素的测定
- GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留量
- 中华人民共和国药典 2015年版 一部
- 中华人民共和国药典 2015年版 四部

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

#### 鲜冬虫夏草（繁育品）

本品为模拟原生态条件下繁育的冬虫夏草鲜品，由线虫草科(Ophiocordycipitaceae)真菌冬虫夏草菌 [*Ophiocordyceps sinensis* (Berk.) G.H. Sung, J.M. Sung, Hywel-Jone, & Spatafora≡*Cordyceps sinensis* (Berk.) Sacc.]寄生在蝙蝠蛾科昆虫幼虫体内形成的虫形菌核以及在虫形菌核上生长形成的近长圆柱形或近长棒形子座构成。在生态繁育条件下，鲜冬虫夏草全年均可采收；在子座出土、子囊壳未形成时采收，除去泥土及虫体外菌膜即可获得鲜冬虫夏草（繁育品）。

### 3.2

#### 发霉草

体表有霉菌滋生的鲜冬虫夏草。

### 3.3

## 腐烂草

微生物的滋生程度高，从而破坏虫草组织，虫体部分变软有异味，产生了腐败现象的鲜冬虫夏草。

### 4 要求

#### 4.1 感官要求

感官要求应符合表1规定。

表 1 感官要求

项目	要求
形态	由虫形菌核以及从虫形菌核头部长出的真菌子座相连而成。虫形菌核保留了蝙蝠蛾科昆虫幼虫的外壳形状及大部分外表特征，形状似蚕，长3 cm~6 cm，直径0.3 cm~0.8 cm；有环纹20~30个，足8对；胸节具细密环纹，腹侧具胸足3对；腹节每节具1个宽环纹和3个窄环纹，中部具明显的腹足4对；末节略呈钩状回弯，具扁平臀足1对；质稍柔，易折断，断面略平坦；有的虫形菌核中部可见残留消化道痕迹，呈点状、“一”字形或“V”字形等不规则形状，有的不明显。子座长圆柱形至近棒形，顶端常略尖，长2 cm~7 cm，直径0.1 cm~0.4 cm；质柔韧。
色泽	虫形菌核表面黄白色至棕黄色，头部黄棕色至红棕色；胸节颜色较浅，呈黄白色至浅棕黄色；腹节浅棕黄色至棕黄色；断面白色至淡黄白色。子座表面浅黄褐色至棕褐色，渐变灰褐色或暗褐色，断面白色至近白色。
风味	具有鲜冬虫夏草特有的气味和滋味，无异味。
杂质	无肉眼可见泥土和虫卵等杂质。
发霉草、腐烂草	不得出现。

#### 4.2 理化指标

理化指标应符合表2规定。

表 2 理化指标

项目	指标
特征图谱	试样特征图谱中应呈现6个特征峰，其中2个峰应分别与相应的参照物峰保留时间一致，与腺苷参照物峰相应的峰为S峰，计算特征峰1、峰3、峰4、峰5的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%以内。规定值为：0.20（峰1）、0.58（峰3）、0.60（峰4）、0.67（峰5）、1.00（峰S）
水分，%	60.0~80.0
总灰分，%	≤6.0
腺苷，%	≥0.010
油酸和亚油酸总量，%	≥8.5

注：本表中总灰分、腺苷、油酸和亚油酸总量三项指标均以干燥品计算。

#### 4.3 安全指标

安全指标应符合表3规定。

表 3 安全指标

项目	指标
铅（以Pb计），mg/kg	≤1.0
镉（以Cd计），mg/kg	≤0.2
总砷（以As计），mg/kg	≤0.5
总汞（以Hg计），mg/kg	≤0.1

#### 4.4 农药残留量

应符合GB 2763的规定。

### 5 试验方法

#### 5.1 感官要求

取适量试样置于洁净的白色瓷盘中，在自然光下观察，用精度为1 mm的刻度尺测定长度与直径。切开试样观察断面及其消化道。闻其气味，用温开水漱口，品其滋味。

#### 5.2 理化指标

##### 5.2.1 特征图谱

按照附录A规定的方法测定。

##### 5.2.2 水分

按GB 5009.3规定的方法测定。

##### 5.2.3 总灰分

按GB 5009.4规定的方法测定。

##### 5.2.4 腺苷

取本品105℃干燥后粉碎，过三号筛，按《中华人民共和国药典》2015年版一部冬虫夏草项下“含量测定”规定的方法测定。

##### 5.2.5 油酸和亚油酸总量

按照附录B规定的方法测定。

#### 5.3 安全指标

##### 5.3.1 铅

按GB 5009.12或GB 5009.268规定的方法测定，以GB 5009.12为仲裁法。

##### 5.3.2 镉

按GB 5009.15或GB 5009.268规定的方法测定，以GB 5009.15为仲裁法。

##### 5.3.3 总汞

按GB 5009.17或GB 5009.268规定的方法测定，以GB 5009.17为仲裁法。

#### 5.3.4 总砷

按GB 5009.11或GB 5009.268规定的方法测定，以GB 5009.11为仲裁法。

### 6 检验规则

#### 6.1 组批

同一产地、同一时期采收的鲜冬虫夏草（繁育品）作为一批次。

#### 6.2 抽样

按《中华人民共和国药典》四部通则0211规定的方法抽样，最终抽样量是检测用量3倍。

#### 6.3 出厂检测

每批出厂的产品均需经厂质量监督检验部门按本标准进行检验，检验合格并出具质量合格证明后方可出厂。

出厂检验项目：感官要求、水分、灰分、腺苷、油酸和亚油酸。

#### 6.4 型式检验

6.4.1 型式检验项目为本标准全部项目。

6.4.2 正常生产每年进行一次型式检验；有下列情况时也应进行型式检验。

- A) 更换主要设备、工艺有较大改变时或是生产环境有发生变化；
- B) 停产三个月以上，恢复生产时；
- C) 本次生产结果与上次结果较大差异；
- D) 监督部门提出要求时；

#### 6.5 判定规则

如有一项不合格，允许在同批次加倍抽样，对不合格指标进行复检，若仍有一项不合格，即判定该批产品不合格。

### 7 标志、包装、运输和贮存

#### 7.1 标志

应标明：品名、产地、生产日期、生产者或销售者的名称、地址、联系方式。

#### 7.2 包装

包装应用洁净、无毒的材料，包装材料应符合卫生要求。

#### 7.3 运输和贮存

7.3.1 运输工具和贮存环境应清洁、卫生，不应与有毒、有害、有异味的物品和污染物混装运输或贮存。

7.3.2 运输时应轻装、轻卸、防重压，避免机械损伤。

7.3.3 运输和贮存应防日晒及雨淋。

7.3.4 在0℃以下条件运输和贮存。

附 录 A  
(规范性附录)  
特征图谱测定法

### A.1 原理

样品经 90 % 甲醇回流提取后, 以高效液相色谱法在 260 nm 波长下测定并建立特征图谱。通过判断未知试样在相同条件下得到的色谱图是否与特征图谱具有相同的特征峰, 判断样品的真实性。

### A.2 试剂和材料

除非另有说明, 本方法所用的试剂均为分析级, 水为 GB/T 6682 规定的一级水。

#### A.2.1 试剂

- A.2.1.1 磷酸二氢钾 ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )。
- A.2.1.2 无水甲醇 ( $\text{CH}_3\text{OH}$ )。
- A.2.1.3 甲醇 ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ), 色谱级。

#### A.2.2 试剂配制

- A.2.2.1 甲醇溶液 (90 %): 量取 900 mL 无水甲醇 ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ), 加水定容至 1 000 mL。
- A.2.2.2 磷酸二氢钾溶液 (0.04 mol/L): 称取 5.44 g 磷酸二氢钾 ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ), 加水搅拌使溶解并定容至 1 000 mL, 经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜滤过, 脱气。

#### A.2.3 标准品

- A.2.3.1 腺苷 ( $\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{N}_5\text{O}_4$ ): CAS 号: 58-61-7, 纯度  $\geq 99.0\%$ 。
- A.2.3.2 尿苷 ( $\text{C}_9\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_6$ ): CAS 号: 58-96-8, 纯度  $\geq 98.0\%$ 。

#### A.2.4 参照物溶液配制

准确称取腺苷、尿苷标准品各约 20 mg, 置 20 mL 容量瓶中, 用 90 % 甲醇溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密吸取 1.0 mL, 置 50 mL 容量瓶中, 用 90 % 甲醇稀释至刻度, 摇匀, 此参照物溶液每 1 mL 含 20  $\mu\text{g}$  腺苷、20  $\mu\text{g}$  尿苷。4  $^{\circ}\text{C}$  冰箱保存, 有效期 1 个月。

### A.3 仪器和设备

- A.3.1 实验室用样品粉碎机。
- A.3.2 分析天平, 感量 0.1 mg。
- A.3.3 电热恒温水浴锅, 控制温度 20  $^{\circ}\text{C}$  ~ 100  $^{\circ}\text{C}$ , 控温  $\pm 2$   $^{\circ}\text{C}$ 。
- A.3.4 电热恒温干燥箱。
- A.3.5 高效液相色谱仪, 配有紫外检测器或者二极管阵列检测器。

### A.4 分析步骤

#### A.4.1 样品前处理

取本品 105 °C 干燥后粉碎，过三号筛。称取试样粉末 0.5 g（精确至 0.1 mg）置于具塞三角瓶中，精密加入 90 % 甲醇 10 mL，密塞，摇匀，称定重量，加热回流 30 min，放冷，再称定重量，用 90 % 甲醇补足减失的重量，摇匀，取适量样液经 0.45 μm 有机系滤膜过滤后，作为待测溶液。

#### A. 4. 2 测定

##### A. 4. 2. 1 色谱条件

- a) 色谱柱：C<sub>18</sub> 柱，150 mm×4.6 mm (i.d.)，5 μm，或相当规格色谱柱。
- b) 流动相：甲醇+0.04 mol/L 磷酸二氢钾溶液，梯度洗脱（梯度时间表见表 A.1）
- c) 流速：1.0 mL/min
- d) 柱温：30 °C
- e) 检测波长：260 nm
- f) 进样量：1 μL
- g) 检测条件应满足理论塔板数 (*N*) 按腺苷峰计算应不低于 5000。

表 A. 1 液相色谱的梯度洗脱条件

时间 (min)	流速 (mL/min)	0.04 mol/L 磷酸二氢钾溶液 (%)	甲醇 (%)
0	1.0	100	0
10	1.0	100	0
20	1.0	98	2
30	1.0	98	2
40	1.0	85	15
60	1.0	50	50

##### A. 4. 2. 2 特征图谱测定

分别精密吸取参照物溶液与待测溶液，按“A.4.2.1”色谱条件检测，记录色谱图。对色谱图中 6 个特征峰进行积分，比对。

##### A. 4. 2. 3 各峰相对保留时间的计算

各峰相对保留时间按照下式进行计算：

$$RR_{T_i} = R_{T_{特征}} / R_{T_{腺苷}} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

RR<sub>T</sub>——各峰的相对保留时间；

R<sub>T 特征</sub>——特征峰保留时间，min；

R<sub>T 腺苷</sub>——腺苷峰保留时间，min。

#### A. 5 定性判定

试样特征图谱中应呈现 6 个特征峰，其中 2 个峰应分别与相应的参照物峰保留时间一致，与腺苷参照物峰相应的峰为 S 峰，计算特征峰 1、峰 3、峰 4、峰 5 的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10 % 以内。规定值为：0.20（峰 1）、0.58（峰 3）、0.60（峰 4）、0.67（峰 5）、1.00（峰 S）。

#### A. 6 色谱图

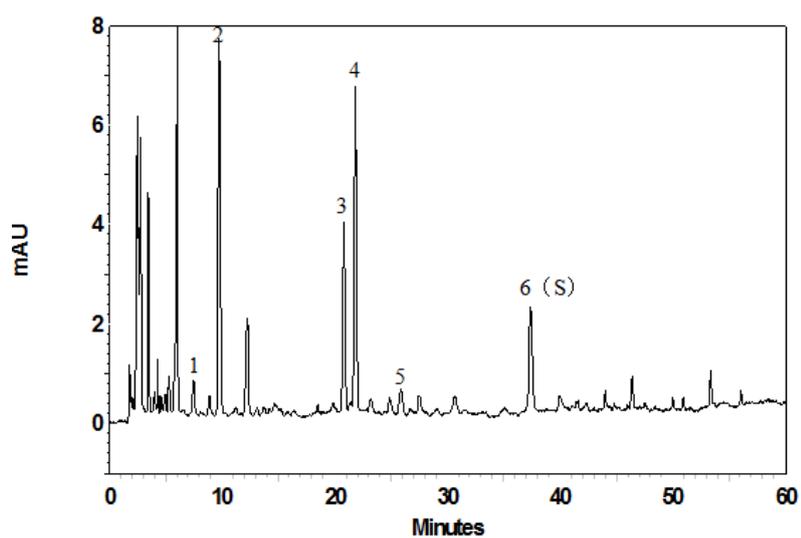
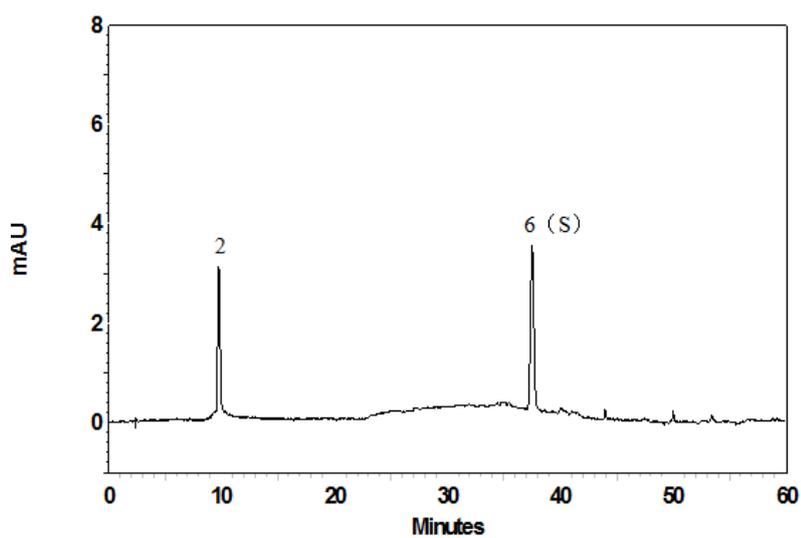


图 A.1 鲜冬虫夏草（繁育品）特征图谱



说明:

2 ——尿苷;

6(S) ——腺苷。

图 A.2 参照物图谱

附 录 B  
(规范性附录)  
油酸和亚油酸总量检测方法

### B.1 原理

试样经石油醚提取，挥干溶剂，得到脂肪。脂肪在碱性条件下，皂化和甲酯化，生成脂肪酸甲酯，加入内标，经毛细管柱气相色谱分析，内标法定量测定油酸和亚油酸总量。

### B.2 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用的试剂均为分析级，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

#### B.2.1 试剂

- B.2.1.1 石油醚，沸程 60 °C~90 °C。
- B.2.1.2 无水甲醇 (CH<sub>3</sub>OH)。
- B.2.1.3 氯化钠 (NaCl)。
- B.2.1.4 三氟化硼乙醚溶液，浓度为 46.5 %。
- B.2.1.5 氢氧化钾 (KOH)。
- B.2.1.6 正己烷 (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>)。
- B.2.1.7 乙醚 (C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>O)。

#### B.2.2 试剂配制

- B.2.2.1 氢氧化钾甲醇溶液 (0.5mol/L)：称取 16.5 g 氢氧化钾加无水甲醇溶解并定容至 500 mL，混匀，密封保存。
- B.2.2.2 三氟化硼乙醚溶液 (15 %)：量取 100 mL 三氟化硼乙醚加 200 mL 乙醚，混匀，2 °C~8 °C 保存。
- B.2.2.3 饱和氯化钠溶液：称取 360 g 氯化钠加水溶解并定容至 1 000 mL，澄清备用。

#### B.2.3 标准品

- B.2.3.1 油酸 (C<sub>18</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub>)：CAS 号：112-80-1，纯度 ≥99.0 %。
- B.2.3.2 亚油酸 (C<sub>18</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub>)：CAS 号：60-33-3，纯度 ≥99.0 %。
- B.2.3.3 苯甲酸苯酯 (C<sub>13</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>)：CAS 号：93-99-2，纯度 ≥99.0 %。

#### B.2.4 标准溶液配制

- B.2.4.1 苯甲酸苯酯内标溶液 (4 mg/mL)：准确称取 40 mg (精确至 0.1 mg) 苯甲酸苯酯至 100 mL 容量瓶，加入正己烷溶解并定容至刻度，摇匀，放在冰箱中冷藏保存。
- B.2.4.2 混合脂肪酸标准溶液：准确称取 150 mg 油酸和 60 mg 亚油酸 (精确至 0.1 mg) 至 100 mL 容量瓶中，加入正己烷溶解并定容至刻度，摇匀，放在冰箱中冷藏保存。

### B.3 仪器和设备

- B.3.1 实验室用样品粉碎机。

- B. 3.2 分析天平，感量 0.1 mg。
- B. 3.3 电热恒温水浴锅：控制温度 20 °C~100 °C，控温±2 °C。
- B. 3.4 气相色谱仪：具有氢火焰离子检测器（FID）。
- B. 3.5 超声波清洗仪。
- B. 3.6 电热恒温干燥箱。
- B. 3.7 离心机（转速≥5 000 r/min）。
- B. 3.8 涡旋仪。
- B. 3.9 氮吹仪。

## B. 4 分析步骤

### B. 4.1 脂肪提取

取本品干燥后粉碎，过二号筛。称取均匀试样 3 g（精确至 0.1mg），置于 50 mL 离心管，加入石油醚（60 °C~90 °C）30 mL，涡旋混匀，超声提取（功率 500 W，频率 40 kHz）1 h；取出，离心（5 000 r/min）3 min，上清液转移至 100 mL 容量瓶中；沉淀再加石油醚（60 °C~90 °C）30 mL 重复处理 1 次，合并上清液于同一容量瓶中；用石油醚（60 °C~90 °C）15 mL 分 2 次洗涤沉淀，洗液并入同一容量瓶，加石油醚（60 °C~90 °C）稀释至刻度，摇匀。

### B. 4.2 样品脂肪的皂化和脂肪酸的甲酯化

转移“B.4.1”部分溶液至 15 mL 离心管，离心（5 000 r/min）3 min，准确量取上清液 3 mL，置 15 mL 离心管中，用氮气吹干，加入 0.5 mol/L 氢氧化钾甲醇溶液 2 mL，涡旋混匀，置于 60 °C 水浴中皂化 25 min 至油珠全部消失，取出，放冷；加入 15 % 三氟化硼乙醚溶液 2 mL，涡旋振荡，置于 60 °C 水浴中甲酯化 2 min，取出，放冷；准确加入正己烷 2 mL，涡旋混匀，再加入饱和氯化钠溶液 1 mL，涡旋混匀，静置，取上层溶液备用。准确吸取上层溶液和内标溶液各 1 mL，摇匀，取样液过 0.45 μm 微孔滤膜至上机瓶中，待测。

### B. 4.3 混合脂肪酸标准溶液的甲酯化

准确吸取“B.2.4.2”混合脂肪酸标准溶液 5 mL，自“置 15 mL 离心管中，用氮气吹干”起，同“B.4.2 样品脂肪的皂化和脂肪酸甲酯化”方法制备脂肪酸标准测定液。

## B. 5 测定

### B. 5.1 色谱参考条件

- a) 毛细管色谱柱：以硝基对苯二酸改性的聚乙二醇为固定相，15m×0.25mm×0.25μm，或相当者。
- b) 进样器温度：250 °C。
- c) 检测器温度：250 °C。
- d) 柱温：205 °C。
- e) 载气：氮气。
- f) 分流比：50:1。
- g) 进样体积：1 μL。
- h) 检测条件应满足理论塔板数（*N*）按油酸峰计算不低于 5000，分离度（*R*）不低于 1.5。

### B. 5.2 试样测定

在上述色谱条件下将混合脂肪酸标准测定液及试样测定液分别注入气相色谱仪,以色谱峰峰面积定量。

## B.6 测定结果的计算

试样中各脂肪酸含量按下式进行计算:

$$W = \frac{A_x / A_{x13} \times \rho_{13} \times f \times V}{3 \times M} \times 100 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

- $W$  ——试样中脂肪酸含量(以质量分数计), %;
- $A_x$  ——试样中脂肪酸的峰面积;
- $A_{x13}$  ——试样中加入的内标物苯甲酸苯酯的峰面积;
- $\rho_{13}$  ——苯甲酸苯酯浓度, mg/mL;
- $f$  ——脂肪酸的响应因子;
- $V$  ——试样体积, mL;
- $M$  ——试样质量, mg。

计算结果保留至小数点后1位。

脂肪酸的响应因子  $f$  按下式进行计算:

$$f = \frac{A_{13} \times \rho_r \times 5}{\rho_{13} \times A_r} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

- $f$  ——脂肪酸的响应因子;
- $A_{13}$  ——苯甲酸苯酯的峰面积;
- $\rho_r$  ——脂肪酸标准品的浓度, mg/mL;
- $\rho_{13}$  ——苯甲酸苯酯浓度, mg/mL;
- $A_r$  ——脂肪酸标准品的峰面积。

## B.7 重复性

在重复条件下,获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的5%。