

附件 2

DBS 43

湖南省食品安全地方标准

DBS43/014—2022

食品安全地方标准

茯苓

2022-12-09 发布

2023-06-09 实施

湖南省卫生健康委员会 发布

前言

本文件为首次发布。

食品安全地方标准 茯苓

1. 范围

本文件规定了茯苓的术语和定义、技术要求、标签、包装、运输和贮存。

本文件适用于湖南地区生产的茯苓。

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 2762	食品安全国家标准 食品中污染物限量
GB 2763	食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量
GB 4806.7	食品安全国家标准 食品接触用塑料材料及制品
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 5749	生活饮用水卫生标准
GB/T 6543	运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
GB 7718	食品安全国家标准 预包装食品标签通则
GB 14881	食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
GB 31621	食品安全国家标准 食品经营过程卫生规范
JJF 1070	定量包装商品净含量计量检验规则

原国家质量监督检验检疫总局第 75 号（2005）令 《定量包装商品计量监督管理办法》

3. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

茯苓：真菌茯苓 *Poria cocos* (Schw.) Wolf 的菌核，经采挖、去泥、清洗、去皮、切割、干燥等工序制成，用作食品加工原料。

4. 技术要求

4.1 原料要求

茯苓：茯苓应新鲜、无虫蛀、无霉变、无病斑，呈不规则团块，大小不一。外皮薄而粗糙，棕褐色至黑褐色，有明显的皱缩纹理。质坚实，断面呈颗粒性，内部白色，少数淡红色。

4.2 生产用水

应符合 GB 5749 的规定。

4.3 感官要求

应符合表 1 规定。

表 1 感官要求

项目	要求	检验方法
色泽	外皮棕褐色至黑褐色，内部白色，少数淡红色	取适量样品置于洁净白色瓷盘中，在自然光线下目视色泽、组织形态、杂质，嗅其气味，用温开水漱口后尝其滋味
气味、滋味	呈本品特有的气味及滋味，无异味	
形态	具有产品应有的形态，无霉变、无虫蛀	
杂质	无正常视力可见的外来杂质	

4.4 理化指标

应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目	指标	检验方法
水分/（%）≤	12.0	GB 5009.3
总灰分/（%）（以干基计）≤	2.0	GB 5009.4 第一法
总三萜/（%）≥	0.5	附录 A
茯苓酸/（%）≥	0.05	附录 B

4.5 污染物限量

污染物限量应符合 GB 2762 中食用菌及其制品的规定。

4.6 农药残留限量

农药残留限量应符合 GB 2763 中食用菌的规定。

4.7 净含量

预包装食品净含量应符合原国家质量监督检验检疫总局第 75 号（2005）令《定量包装商品计量监督管理办法》的要求，净含量检测应按照 JJF 1070 的规定执行。

5. 生产加工过程中的卫生要求

生产加工过程中的卫生要求应符合 GB 14881 的规定。

6. 标签、包装、运输、贮存

6.1 预包装食品标签应符合 GB 7718 的规定。

6.2 产品内包装应符合 GB 4806.7 的规定，产品外包装箱应符合 GB/T 6543 的规定。

6.3 运输和贮存应符合 GB 31621 的规定。

附录 A

1. 原理

茯苓中三萜类物质在酸性条件下与香草醛反应生成蓝紫色产物,在 550nm 波长下有最大吸收,吸收光度值与总三萜含量呈正比。

2. 试剂与材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

2.1 无水乙醇 (C_2H_5OH)。

2.2 高氯酸 ($HClO_4$)。

2.3 冰醋酸 (CH_3COOH)。

2.4 甲醇 (CH_3OH)。

2.5 5%香草醛-冰醋酸溶液:称取香草醛 5g,加入约 70mL 冰醋酸溶解,溶解后加冰醋酸定容至 100mL。

2.6 齐墩果酸标准品: CAS 号 508-02-1,纯度 $\geq 99\%$ 。

2.7 齐墩果酸标准储备溶液:准确称取 105℃干燥至恒重的齐墩果酸标准品 20mg(精确至 0.1mg),用甲醇溶解并定容至 100mL。该标准液中齐墩果酸的质量浓度为 200 $\mu g/mL$,4℃冰箱密封保存,有效期 1 个月。

3. 仪器和设备

3.1 分析天平:感量为 0.1mg。

3.2 分光光度计:配 1cm 比色皿,波长 550nm。

3.3 水浴锅:温度控制范围在 60℃-100℃。

3.4 超声波提取仪:500W。

3.5 离心机:8000r/min。

3.6 样品粉碎机。

3.7 0.425mm 标准网筛。

4. 分析步骤

4.1 样品制备

取不少于 200g 具有代表性样品,用样品粉碎机粉碎,过 0.425mm 标准网筛,将样品装于密封容器中,0℃-20℃保存备用。

4.2 样品提取

称取样品 0.5g（精准至 0.0001g）至 250mL 具塞锥形瓶中，准确加入无水乙醇 50mL，盖紧塞子，摇匀，置于超声波提取仪中超声提取 1h，其间经常摇动，提取后混合均匀，取适当体积于 8000r/min 的离心机中离心 10min，取上清液作为样品提取液备用。

4.3 测定

4.3.1 标准曲线

准确移取齐墩果酸标准储备溶液 0mL、0.1mL、0.2mL、0.3mL、0.4mL、0.5mL，置于 10mL 试管中，标准品质量分别为 0μg、20μg、40μg、60μg、100μg，将试管置于温度为 90℃-100℃ 水浴锅中挥干溶剂，加入 5%香草醛-冰醋酸溶液 0.1mL、高氯酸 0.8mL，混匀后于 60℃ 水浴中显色 20min，取出后迅速置于冰水浴中冷却 3min-5min，终止显色反应，再加入 5.0mL 冰醋酸，混匀，室温放置 10min，立即用 1cm 比色皿，以 0 管调节零点，于波长 550nm 处测定吸光度。以齐墩果酸标准品质量为纵坐标、吸光度为横坐标，绘制标准曲线。

4.3.2 样品测定

准确移取适量体积样品提取液于 10mL 试管中，置于温度为 90℃-100℃ 的水浴锅中挥干溶剂，以下操作同 4.3.1，同时做试剂空白，并根据样品提取液的吸光度计算总三萜含量。若样品中总三萜含量测定值超出标准曲线范围，应适当稀释或增加移取体积后再次测定。

5. 试验数据处理

样品中总三萜（以齐墩果酸计）的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{m_1 \times V_1 \times f}{m_2 \times V_2 \times 10^6} \times 100$$

式中：X——样品中总三萜的含量，单位为百分号（%）

m_1 ——从标准曲线上查的样品反应液的总三萜的量（以齐墩果酸计），单位为微克（μg）

V_1 ——提取时准确加入的无水乙醇体积，单位为毫升（mL）

f——样品溶液稀释倍数

m_2 ——样品的质量，单位为克（g）

V_2 ——比色测定时移取的样品提取液的体积，单位为毫升（mL）

10^6 ——克换算成毫克的换算系数

总三萜的测定结果以 2 次测定结果的算术平均值表示，测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留 3 位有效数字。

6. 重复性

在重复性条件下获得 2 次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

附录 B

1. 仪器与材料

1.1 仪器 高效液相色谱仪系统，数控超声波清洗器，紫外可见分光光度计，分析天平。

1.2 材料 茯苓酸（质量分数 $\geq 98\%$ ）对照品，乙腈，甲醇（色谱纯），甲酸（分析纯），超纯水。

2. 检测方法

2.1 色谱条件 色谱柱：C18 柱（150 mm $\times$ 4.6 mm，5 μ m）；流动相：乙腈-0.2%甲酸溶液（76：24），流速：1.0 mL/min；柱温：32 $^{\circ}$ C；检测波长：222 nm；进样量：20 μ L。

2.2 对照品溶液的制备 精密称取对照品茯苓酸 5.10 mg 至 25 mL 量瓶，加甲醇溶解，配成每 1 mL 含有茯苓酸 0.204 mg 对照品溶液。

2.3 供试品溶液的制备 取茯苓粉末（过 60 目筛）1g，精密称定，移入 50 mL 具塞锥形瓶中后，加入 95%甲醇 20 mL，称定质量，轻微振摇使粉末充分分散。于 40 $^{\circ}$ C 超声（360 W，40 kHz）处理 30 min，冷却至室温，再称定质量，用甲醇补足减失的质量，吸取上清液，滤过，即得。

2.4 线性关系考察 分别精密吸取混合对照品溶液 0.025、0.05、0.1、0.25、0.5、1.0 mL，用甲醇定容至 1.0 mL，得到系列浓度的混合对照品溶液。分别吸取上述混合对照品溶液 20 μ L 进样，按上述色谱条件进样测定，记录峰面积，以峰面积值为纵坐标，对照品进样浓度为横坐标，进行线性回归。

2.5 精密度试验 取同一份混合对照品溶液，于同 1 d 内连续重复进样 6 次，每次 20 μ L，测得茯苓酸的峰面积 RSD（n=6）。再取同一份混合对照品溶液，按“2.1”项下色谱条件连续 3 d 重复进样 2 次，每次 20 μ L，测得茯苓酸的峰面积 RSD。

2.6 重复性试验 取同一样品 6 份，按“2.3”项下方法制备供试品溶液，进样测定，计算茯苓酸含量的 RSD。

2.7 稳定性试验 取同一供试品溶液，分别于 0、2、4、6、8、12h，在“2.1”项下色谱条件测定，并记录峰面积。

2.8 样品含量测定 称取茯苓粉末 1.0g，按“2.3”项下操作制备样品溶液，进样 20 μ L，在上述色谱条件下平行测定 3 次，计算样品中茯苓酸的含量。