

ICS 11.220

C 275

团体标准

T/ SDAHA XX—2024

香菇

LENTINUS

(征求意见稿)

2024 - XX - XX 发布

2024 - XX- XX 实施

山东省动物保健品协会 发布

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。

请注意本文件的某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。

本文件由山东省动物保健品协会提出并归口。

本文件起草单位：山东信得科技股份有限公司、山东省饲料兽药质量检验中心、四川华西动物药业有限公司、西峡县广隆菇品购销有限公司。

本文件主要起草人：张传津、章安源、李元晓、李秋、韩爱霞、邱梦洁、邱梅、李静静、苏治华、解龙霄、张志民、翟文泽。

本文件为首次发布。

香 菇

1 范围

本文件规定了兽用药材香菇的术语和定义、技术指标、抽样、试验方法、检验规则、包装、运输、贮存、保质期。

本文件适用于香菇药材的质量控制研究。

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/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

《中华人民共和国兽药典》二部

NY/T 1676-2008 食用菌中粗多糖含量测定

GH/T 1013-1998 中华全国供销合作总社行业标准——香菇

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件

香菇 LENTINUS

指按照《中华人民共和国兽药典》二部凡例及附录“药材和饮片检定通则”相关要求制备香菇药材，为侧耳科香菇属真菌香菇 *Lentinula edodes* (Berk.) pegler 的干燥子实体。全年采收，除去杂质，剪除附有朽木、泥沙或培养基质的下端菌柄，烘干或烘晒结合干燥。

4 技术要求

4.1 性状

本品子实体菌盖直径在 3~12cm 之间，半球形或扁平球形至稍平展。表面菱色、浅褐色、深褐色至深肉桂色，有深色鳞片，有的有天然裂纹，菌肉白色，细密。菌褶白色，密、弯生、不等长。干品菌柄中生至偏生，白色，常弯曲，长 0.8~3cm，直径 0.5~1cm，内实，纤维质。有香菇特有香味，微甘。

4.2 技术指标

技术指标应符合表 1 的要求

表 1 技术指标

技术指标		指标要求
菌丝、孢子鉴别		本品粉末灰黄色，菌丝众多，无色透明，具有分支和横隔。孢子椭圆形，有时一端稍尖，无色，壁表面光滑，长 5~7 μm ，宽 3~4 μm 。
木糖、半乳糖、葡萄糖鉴别		供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点
水分		$\leq 13.0\%$
总灰分		$\leq 7.0\%$
特征图谱		供试品图谱中应有 4 个特征峰，计算各特征峰相对于参照物的保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 5\%$ 之内，规定值为：0.508（峰 1）、0.618（峰 2）、0.866（峰 3）、0.988（峰 4）。
含量测定	按干燥品计算，粗多糖含量以 D-无水葡萄糖($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$)计	$\geq 7.8\%$

5 样品

5.1 组批

同原料、同工艺、同班次生产，质量均一、规格相同的产品为一批。

5.2 抽样

具体抽取样数量规则如下：设每批的总包装数量为 N，当 $N \leq 3$ 时，每件取样；当 N 为 $3 < N \leq 300$ 时，按抽样量 $\sqrt{N} + 1$ 随机抽样；当 $N > 300$ 时，按照抽样量 $\sqrt{N}/2 + 1$ 随机抽样，混合。

6 试验方法

6.1 性状

取本品适量，在自然光下观察。

6.2 菌丝、孢子显微鉴定

取本品适量，置载玻片上，加适量水合氯醛，加热透化，盖上盖玻片，置显微镜下观察：本品粉末灰黄色，菌丝众多，无色透明，具有分支和横隔。孢子椭圆形，有时一端稍尖，无色，壁表面光滑，长5~7 μ m，宽3~4 μ m。

6.3 半乳糖、葡萄糖、木糖鉴别

取本品粗粉20g，加水400mL，煎煮60分钟，过滤，滤渣再加水300mL，煎煮60分钟，过滤，合并滤液，浓缩至40mL左右（室温），加入乙醇使含醇量达60%，边加边搅，静置，过滤，取沉淀，先加60%乙醇50mL洗涤，再加适量95%乙醇洗涤，60℃真空干燥，得多糖样品。取多糖样品0.1g，加1mol/L硫酸溶液6.5mL，密封，置水浴中水解4小时，取出，放冷，加碳酸钡（固体）中和至中性，滤过，滤液作为供试品溶液。另取木糖对照品、半乳糖对照品、葡萄糖对照品，分别加水制成每1mL含5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中国兽药典》二部附录32页）试验，吸取上述供试品溶液、对照品溶液各3 μ L，分别点于同一硅胶H薄层板（10×20cm）上，以乙酸乙酯：无水乙醇：吡啶：水=8：2：2：1为展开剂，展开，取出，晾干，喷以苯胺-二苯胺-丙酮溶液（将2g二苯胺、2mL苯胺溶于100mL丙酮中，再加入10mL85%磷酸），于85℃加热10分钟。供试品溶液色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

6.4 水分

按照《中华人民共和国兽药典》二部 附录0832 第一法（烘干法）执行。

6.5 总灰分

按照《中华人民共和国兽药典》二部 附录2302 灰分测定法执行。

6.6 特征图谱

按照附录A执行。

6.7 含量测定（香菇粗多糖）

按照附录B执行。

7 检验规则

7.1 检验

7.1.1 检验项目：技术指标规定的全部项目。

7.1.2 检验由生产企业的质检部门负责。

7.1.3 检验合格的，签发“产品质量检验合格证”。

7.2 判定规则

抽取样品经检验，所检项目全部合格，判定该批产品为合格。检验结果如有1项指标不合格，应重新自同批产品中抽取两倍量的样品进行复检，以复检结果为准，若仍有不合格项，判定该批产品为不合格。

8 包装、运输、贮存、保质期

8.1 包装

包装材料应符合《中华人民共和国兽药典》二部 附录 9032 药包材通用要求指导原则及农业农村部
的规定，均应无毒、洁净，与内容物不发生化学反应，并不得影响内容物的质量。整洁、卫生、无破损。

8.2 运输

运输设备应清洁卫生、不得与有毒、有害、有腐蚀性和含有异味的物品混装，应避免受潮、暴晒。

8.3 贮存

密封贮存在阴凉、通风、干燥、清洁的仓库内，置干燥处，防霉，防蛀。不得与有毒、有害、有腐蚀性
性和含有异味的物品放在一起。

8.4 保质期

在符合运输、贮存条件的情况下，原包装产品的保质期与标签中标明的保质期一致。

附 录 A

(规范性)

香菇特征图谱测定方法

A.1 原理

试料中的多糖组分，采用高效分子排阻色谱法进行分离，不同分子量的多糖相对保留时间不同，建立香菇多糖组分的特征图谱。

A.2 试剂和材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。水为符合GB/T 6682规定的一级水。

A.2.1 磷酸二氢钾：分析纯。

A.2.2 无水乙醇：分析纯。

A.2.3 0.02mol/L 磷酸二氢钾溶液：取2.72g磷酸二氢钾（A.2.1），用水稀释至100mL。

A.2.4 60%乙醇：取乙醇（A.2.2）60mL，用水稀释至100mL。

A.2.5 95%乙醇：取乙醇（A.2.2）95mL，用水稀释至100mL。

A.2.6 D-无水葡萄糖对照品：含量测定用。

A.2.7 参照物溶液的制备：取经105℃干燥至恒重的D-无水葡萄糖对照品50mg，精密称定，置100mL量瓶中，加0.02mol/L 磷酸二氢钾溶液（A.2.3）使溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

A.2.8无机系过滤头（孔径为0.45 μm）

A.3 仪器和设备

A.3.1 高效液相色谱仪（配示差折光检测器）；

A.3.2 分析天平：感量0.0001g。

A.3.3 电热真空干燥箱：控温范围5-220℃

A.3.3 色谱柱：以TSK凝胶色谱柱G4000PWx1（7.8mm×300mm，10μm）；或性能相当者。

A.4 分析步骤

A.4.1 试液制备

取本品粗粉 20g，加水 400mL，煎煮 60 分钟，过滤，滤渣再加水 300mL，煎煮 60 分钟，过滤，合并滤液，浓缩至 40mL 左右，加入乙醇使含醇量达 60%，边加边搅，静置，过滤，取沉淀，先加 60%乙醇（A.2.4）50mL 洗涤，再加适量 95%乙醇（A.2.5）洗涤，60℃真空干燥，得多糖样品。取多糖样品 30mg，精密加入流动相 10mL，密封，水浴溶解，0.45 μm 微孔滤膜过滤，取续滤液，即得。

A.4.2 测定法

分别精密吸取供试品溶液（A. 4. 1）及参照物溶液（A. 2. 6）各20 μL，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图，即得。香菇多糖特征图谱见图1。

A. 4. 3 液相色谱参考条件

流动相：0. 02mol/L 磷酸二氢钾溶液。

流速：0. 6mL/min。

柱温：30℃。

A. 5 数据处理

供试品色谱中应有 4 个特征峰，计算各特征峰相对于参照物的保留时间。

A. 5. 1 相对保留时间

供试品中4个特征峰的相对保留时间，按式（A. 1）计算：

$$T_{\text{相对保留时间}} = \frac{T_{\text{样}}}{T_{\text{参照物}}} \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中：

$T_{\text{相对保留时间}}$ -----特征峰的相对保留时间；

$T_{\text{样}}$ -----样品特征峰的保留时间，单位为分钟（min）

$T_{\text{参照物}}$ -----参照物的保留时间，单位为分钟（min）；

测定结果保留至小数点后三位。

A. 6 结果判定

供试品色谱中 4 个特征峰的相对保留时间应在规定值的±5%之内，规定值为：0. 508（峰 1）、0. 618（峰 2）、0. 866（峰 3）、0. 988（峰 4）。

A. 7 附图

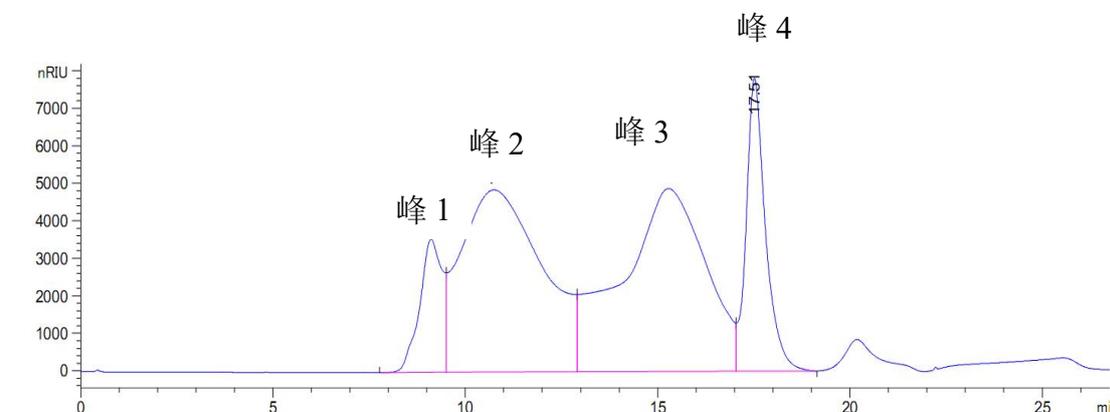


图1 供试品特征图谱

附 录 B

(规范性)

香菇中粗多糖含量测定方法

A.1 原理

试料中的多糖在硫酸作用下脱水生成糠醛衍生物，与苯酚生成橙红色物质，在 490nm 有最大吸收，用紫外-可见分光光度法测定，外标法定量。

A.2 试剂和材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

A.2.1 无水乙醇：分析纯。

A.2.2 硫酸：分析纯。

A.2.3 80%乙醇：取乙醇（A.2.1）80mL，用水稀释至100mL。

A.2.4 50%硫酸：取硫酸50mL，用水稀释至100mL。

A.2.5 苯酚：分析纯。

A.2.6 苯酚蒸馏：将苯酚置于 80 °C 的水浴中溶解，然后将一定量的苯酚移至蒸馏瓶中。放入玻璃珠数粒，于 182 °C 蒸馏，弃去最初 2~3min 蒸馏液，收集随后的蒸馏液，待冷却后备用。

A.2.7 5%苯酚：取苯酚（A.2.5）5mL，用水稀释至100mL。现用现配。

A.2.8 D-无水葡萄糖对照品：含量测定用。

A.2.9 对照品溶液的制备：取经105°C干燥至恒重的D-无水葡萄糖对照品10mg，精密称定，置100mL量瓶中，加50%硫酸（A.2.4）使溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

A.3 仪器和设备

A.3.1 紫外-可见分光光度检测器；1cm 比色皿。

A.3.2 分析天平：感量0.0001g。

A.3.3 离心机，转速在5000 rpm以上，离心管容量≥50mL。

A.3.4 超声波提取器：功率300W，频率40kHz。

A.3.5 真空干燥箱，10°C~250°C。

A.4 分析步骤

A.4.1 试液制备

取本品粉末（过三号筛）约0.5g，精密称定，置50mL三角烧瓶中，用5mL水浸润，缓慢加入20mL无水乙醇（A.2.1），混匀，置超声提取器中提取30分钟（功率300W，频率40kHz）。4000转/分钟离心10分钟，弃去上清液。沉淀用80%乙醇（A.2.3）溶液10mL洗涤，同法离心。用50mL水将沉淀转入圆底烧瓶中，

置水浴中回流提取2小时。放冷，过滤，残渣用水洗涤2~3次，合并滤液转移至1000mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得。

A. 4. 2 定量测定

精密量取试液（A. 4. 1）及对照品溶液（A. 2. 7）各1mL，分别置20mL具塞试管中，精密加5%苯酚（A. 2. 6）1. 0mL，摇匀，再迅速精密加5ml硫酸，立即混匀，放置10分钟。置30℃水浴中反应20分钟，取出，放置至室温，以相应试剂作空白参比，在490nm波长处测定吸光度，即得。

A. 5 数据处理

样品中粗多糖的含量 X_i 以 D-无水葡萄糖 ($C_6H_{12}O_6$) 计，以质量分数 (%) 表示，按式 (A. 1) 计算：

$$X_i = \frac{A_S \times M_R \times C_R \times V_S}{A_R \times M_S \times (1 - \text{水分}) \times V_R} \times 100\% \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中：

A_S -----样品的吸光度；

A_R -----D-无水葡萄糖对照品的吸光度；

M_S -----样品的质量，单位为克 (g)；

M_R -----D-无水葡萄糖对照品的质量，单位为克 (g)；

C_R -----D-无水葡萄糖对照品的含量；

V_S -----样品的稀释体积，单位为毫升 (mL)；

V_R -----D-无水葡萄糖对照品的稀释体积，单位为毫升 (mL)。

测定结果用平行测定的算数平均值表示，保留至小数点后一位。

A. 6 精密度

两个平行测定结果的相对偏差不大于2%。

A. 7 结果判定

本品按干燥品计算，粗多糖含量以无水葡萄糖 ($C_6H_{12}O_6$) 计，不得少于7. 8%。