

DB34

安徽省地方标准

DB34/T 486—2004

霍山石斛

2004-11-09 发布

2004-11-09 实施

安徽省质量技术监督局 发布

目 次

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 产地范围 1

4 定义 1

5 原植物形态 1

6 要求 2

7 试验方法 3

8 检验规则 4

9 包装、标志、运输、贮存 4

附 录 A （规范性附录） 石斛多糖含量的测定方法 5

附 录 B （规范性附录） 石斛总生物碱含量的测定方法 6

前 言

本标准是对霍山石斛生产销售使用进行分析研究的基础上，总结多年实践经验，按照 GB/T1.1-2000《标准化工作导则第 1 部分：标准的结构和编写规则》的规定，参照《中国药典》2000 年版一部，并根据实际情况编制的。

本标准由安徽国家农业标准化与监测中心提出。

本标准起草单位：安徽国家农业标准化与监测中心

本标准主要起草人：耿天霖、吴南侠、陈 萍、丁昌东、程 禹

本标准于2004年11月9日首次发布。

霍山石斛

1 范围

本标准规定了霍山石斛的产地、定义、形态、要求、试验方法、检验规则、及包装标志、运输、贮存。

本标准适用于采收期为三年以上霍山石斛干品。

2 规范性引用文件

下列文件中的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（不包括勘误的内容）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/T5009.11	食品中总砷的测定方法
GB/T5009.12	食品中总铅的测定方法
GB/T5009.15	食品中总镉的测定方法
GB/T5009.17	食品中总汞的测定方法
GB/T5009.22	食品中黄曲霉毒素B ₁ 的测定方法
GB/T5009.19	食品中六六六、滴滴涕残留量的测定方法
《中国药典》2000年版一部	附录II A 药材取样法
《中国药典》2000年版一部	附录IX H 水分测定法

3 产地范围

本标准所指霍山石斛为安徽省霍山县境内所产石斛。

4 定义

4.1 霍山石斛

本标准霍山石斛指著名道地产区安徽省霍山县所产三种石斛：霍山米斛（*Dendrobium huoshanense* C. Z. Tang et S. J. Cheng）、霍山铁皮石斛（*Dendrobium officinale* Kimura et Migo）、霍山铜皮石斛（*Dendrobium crispulum* Kimura et Migo）。

4.2 龙头凤尾

石斛剪去部分须根经揉制、整形、烘烤等加工，制成螺旋形金黄色的商品，茎基残留短须根，习称龙头，茎末保留顶梢较细习称凤尾。

4.3 足干

指经过加工干燥含水量达到标准。

5 原植物形态

5.1 霍山米斛（*Dendrobium huoshanense* C. Z. Tang et S. J. Cheng）

茎丛生，直立，肉质状，长3~9cm，从下部向上逐渐变细，下部直径0.25~0.3cm或更宽，具3~7节，淡黄绿色，有时带淡紫红色斑点。叶薄革质，2~3片互生于茎的上部，舌状长圆形，长通常2~3cm，宽0.5~0.7cm，端钝并且微凹。总状花序出自于已经落了叶的茎上部；花苞片浅白色带栗色，卵形，

长约 0.3cm；花黄绿色，稍有香气，中萼片卵状披针形，长 1.2~1.4cm，宽 0.4~0.5cm，端钝；侧萼片镰刀状披针形，长 1.2~1.4cm，基部宽 0.5~0.7cm，端钝；萼囊短钝而近圆形；花瓣卵状长圆形，与中萼片等长而稍宽，端钝；唇瓣近阔菱形，长宽约相等，1~1.5cm，基部楔形并且具一个胼胝体，上部稍 3 裂，侧裂片近半卵形，两侧裂片之间密生短毛；中裂片半周状三角形，基部密生长白毛，并且具一个椭圆形横向的黄色斑块，端近尖；蕊柱足密生长白毛；药帽绿白色，近半球形，顶端微凹。花期 5 月。

5.2 铁皮石斛 (Dendrobium officinale Kimura et Migo)

茎直立，圆柱形，通常长 20~35cm，粗 0.2~0.4cm。幼嫩茎长 5~7 cm，肥壮饱满，可粗达 0.9cm。长茎着花时略弯垂。叶 3~5 枚，生于茎上部节上。二列，长圆状披针形，纸质，长 3~4 (~7) cm，宽 0.9~ 1.1 (~1.5) cm，先端钝且多稍钩转。花序生于无叶的茎上部节上，花序轴稍弯曲，长 2~4cm，具 2~3 花；花直径 1.5~2 cm，萼片花瓣淡黄绿色或白色，唇瓣白色而在上部具 1 枚紫红色大斑块，下部两侧具紫红色条纹，中萼片与花瓣相似，长圆状披针形，长 1.7~1.9cm，宽 0.4~0.5cm；萼囊圆锥形，长 0.5cm，唇瓣卵状披针形，长 1.6cm。不明显 3 裂或不裂；唇盘上密被乳突状短柔毛，基部有 1 枚黄绿色胼胝体。花期 3~6 月。

5.3 铜皮石斛 (Dendrobium crispulum Kimura et Migo)

茎多直立，圆柱形，灰绿色、紫绿色或紫红色，通常长 25~40cm，粗 0.3~0.5cm。近基部稍纤细，具多节，被膜质鞘。叶披针形，长 4~6cm，宽 0.7~0.9cm。先端钝且稍不等侧 2 裂。花序生于无叶茎的节上，通常具 2 花，花苞片膜质，浅白色带赤褐色斑痕，花白色至淡黄色，萼片与花瓣披针形至狭卵状披针形，长 1.5~1.7 (~2.5) cm，宽 0.3~0.4 (~0.9) cm；萼囊圆锥形，长 4~5cm；唇瓣卵状披针形，长 1.4~2.5cm，不明显 3 裂，中裂片卵状长圆形，先端急尖至渐尖，无毛，密布短柔毛，基部常具 1 枚椭圆形胼胝体，唇盘在两侧裂片之间近中裂片基部常具 1 个紫红色、淡褐色或淡黄色斑块。花期 3~5 月。

6 要求

6.1 等级标准

各品种商品分级标准见表1

表 1 等级技术要求

品别	等级	感 官	规 格
霍山 米斛	特级	足干，螺旋形紧贴，2—4个旋纹，身幼细结实，全部具有“龙头凤尾”，金黄色，无杂质，无霉，不捶破，表面光滑，无叶鞘。	条长 2.8cm 以内，直径 0.25cm 以内。
	一级	足干，螺旋形紧贴，2—4个旋纹，身幼细结实，金黄色。无杂质，无霉，不捶破，表面光滑，无叶鞘。	条长 2.8cm 以内，直径 0.30cm 以内。
	二级	足干，螺旋形紧贴，2—4个旋纹，身幼细结实，金黄色，无杂质，无霉。不捶破，表面光滑，无叶鞘。	条长 3.0cm 以内，直径 0.35cm 以内。
霍山 铁皮 石斛	一级	足干，螺旋形紧贴，2—4个螺旋纹，质地结实，暗金黄色，无杂质，无霉，不捶破。	条长 3.5cm 以内，直径 0.4cm 以内。
	二级	足干，螺旋形紧贴，3—5个旋纹，质地结实，暗金黄色，无杂质，无霉，不捶破。	条长 4cm 以内，直径 0.4cm 以内。

续表 1

霍山 铜皮 石斛	一级	足干，螺旋紧贴，2—4个旋纹，质地结实，无杂质，无霉，不捶破，黄绿色或金黄色，表面光滑。	条长 3.5cm 以内，直径 0.4cm 以内。
	二级	足干，螺旋形紧贴，3—5个旋纹，质地结实，无杂质，无霉，不捶破，黄绿色或金黄色，表面光滑。	条长 4cm 以内，直径 0.4cm 以内。

6.2 理化指标

理化指标见表2

表2 理化指标

项 目	指 标	
水分	$\leq 13\%$	
多糖	霍山米斛	$\geq 17.00\%$
	霍山铁皮石斛	$\geq 8.0\%$
	霍山铜皮石斛	$\geq 6.0\%$
总生物碱	霍山米斛	$\geq 0.025\%$
	霍山铁皮石斛	$\geq 0.050\%$
	霍山铜皮石斛	$\geq 0.025\%$
铅	$\leq 5.0\text{mg/kg}$	
镉	$\leq 0.3\text{mg/kg}$	
砷	$\leq 2.0\text{mg/kg}$	
汞	$\leq 0.2\text{mg/kg}$	
黄曲霉毒素 B_1	$\leq 5\mu\text{g/kg}$	
六六六	$\leq 0.1\text{mg/kg}$	
DDT	$\leq 0.1\text{mg/kg}$	

7 试验方法

7.1 等级标准检验

感官用感官检查，规格用游标卡尺测量。

7.2 理化指标测定

7.2.1 水分

按《中国药典》2000年版一部附录 IX H 水分测定法的规定执行。

7.2.2 多糖含量的测定

按附录 A 规定执行。

7.2.3 总生物碱含量的测定

按附录 B 规定执行。

7.2.4 铅的测定

按 GB/T5009.12 的规定执行。

7.2.5 镉的测定

按 GB/T5009.15 的规定执行。

7.2.6 砷的测定

按 GB/T5009.11 的规定执行。

7.2.7 汞的测定

按 GB/T5009.17 的规定执行。

7.2.8 黄曲霉毒素 B1 的测定

按 GB/T5009.22 的规定执行。

7.2.9 六六六、DDT 的测定

按 GB/T5009.19 的规定执行。

8 检验规则

8.1 抽样

按《中国药典》2000 年版一部附录 II A 药材抽样方法规定进行。

8.2 判定

8.2.1 理化指标任一项不符合本标准要求判为不合格。

8.2.2 感观和规格两项指标中以最低一项指标判定等级。

9 包装、标志、运输、贮存

9.1 包装

预包装的容器（箱、袋）要求大小一致，整洁、干燥、牢固、符合包装卫生标准的包装材料。

9.2 标志

每件包装上应标明品名、产地、包装日期、执行标准号、等级、重量（毛重、净含量）、生产单位或供货单位。

9.3 运输

9.3.1 运输工具应清洁、卫生、无毒、无污染。

9.3.2 运输时应防潮、防暴晒、防污染。

9.4 贮存

9.4.1 贮存场所应通风、干燥、避光、无污染、防蛀。

9.4.2 按等级、规格分别贮存。

附 录 A
(规范性附录)
石斛多糖含量的测定方法

1 仪器

分光光度计

2 试剂

葡聚糖标准品
无水乙醇
香草醛-冰乙酸
高氯酸
乙酸乙酯

3 方法

3.1 制作标准曲线

准确称取标准葡聚糖 20mg 于 500ml 容量瓶中，加水至刻度，分别吸取 0.4ml、0.6 ml、0.8 ml、1.0 ml、1.2 ml、1.4 ml、1.6 ml 及 1.8 ml，各以蒸馏水补至 2.0ml，然后加入 6%苯酚 1.0ml 以及浓硫酸 5.0ml，静置 10 分钟，摇匀，室温放置 20 分钟后，于 490nm 测光密度。用 2.0ml 水按同样显色操作为空白，以横坐标为多糖为微克数，纵坐标为吸光度值，得标准曲线。

3.2 样品多糖含量测定

精确称取石斛粗粉（60 目）50g，加三倍体积蒸馏水，80℃提取 2 小时，重复二次，合并三次提取离心上清液，旋转蒸发浓缩至一定体积，流水透析过夜后，继续用蒸馏水透析 2 小时，取 5ml 透析液，定容至 250ml，测定时吸取该液 0.3 ml、0.5 ml、1.0 ml。按上述步骤操作，测定吸光度，以标准曲线计算多糖含量。

4 计算

按下式计算样品中多糖含量：

$$\text{样品多糖含量 (\%)} = \frac{A \times V_2 \times 250}{V_1 \times 100 \times 50}$$

A——标准曲线对应的多糖含量

V₁——吸取样液体积

V₂——透析后实际体积

附 录 B
(规范性附录)
石斛总生物碱含量的测定方法

1 仪器

分光光度计

2 试剂

pH4.5 缓冲液: 0.2mol/L、pH=4 的邻苯二甲酸氢钾, 用 0.2mol/L 调至 Ph=4.5。

0.04%溴甲酚氯溶液: 溴甲酚氯 40.0mg, 加 100mlpH4.5 缓冲液, 过滤。

氢氧化钠

无水乙醇

石斛碱对照品 (分析纯)

氯仿

其他试剂为分析纯

3 方法

3.1 标准曲线的制备

精称石斛碱对照品 1mg, 置 100ml 容量瓶, 加氯仿至刻度。精取 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0ml 分别置于分液漏斗中, 用氯仿稀释至 10.0ml, 加入 Ph4.5 缓冲液 5.0ml 和 0.04%溴甲酚氯溶液 2.0ml, 剧烈振摇 3 分钟, 静置 30 分钟, 氯仿层通过经氯仿浸泡处理并干燥的药棉滤过。取续滤液 5.0ml, 加 0.01mol/L 氢氧化钠无水乙醇溶液 1.0ml, 摇匀。以氯仿 10.0ml, 同法操作, 作为空白对照, 于 620nm 处测得吸光度。

3.2 样品的测定

精取石斛粗粉 0.5g, 用适量氨水湿润, 密封放置 30 分钟, 精密加入氯仿 10.0ml, 置水浴上加热回流 2 小时, 冷却后称重, 补足失重, 过滤。精去续滤液 2.0ml 于分液漏斗中, 加氯仿液 8.0ml (稀释 5 倍), 作为样品液。将样品液按标准曲线项同法操作。同时精密量取石斛碱对照品溶液 2.0ml 置分液漏斗中, 同法操作, 测得吸光度, 计算总生物碱含量。

4 计算

按下式计算样品总生物碱含量:

$$\text{总生物碱含量 (\%)} = \frac{A \times 5 \times 10 \times 10}{2 \times 0.5}$$

A——标准曲线对应的石斛碱含量