

《冬虫夏草中有机氟化物的检测》

编制说明

东莞市标准化协会

2023 年 7 月

《冬虫夏草中有机氟化物的检测》标准编制说明

一、 标准制定的背景及意义

冬虫夏草是传统滋补中药材，具有很高的药用价值。近年来，由于过度采挖使冬虫夏草资源濒临灭绝，继而价格持续上涨，被称为“黄金草”。因此，市场上出现大量冬虫夏草产品掺伪掺杂的现象，严重影响了消费者的健康和权益。目前常见的掺杂方法有浸盐、浸糖、浸白矾、插木棍、插金属丝、掺铅粉、掺石墨粉等。鉴于以上掺杂现象，尚可通过“称、看、摸、嗅、尝”五法进行区分鉴别。然而，近两年市场上出现了一种通过添加有机氟化物的新型增重手段，可将冬虫夏草增重 10%~20%，这类有机氟化物无色无味，从外观和显微观察均难以将这种增重冬虫夏草和正常冬虫夏草区分。这些有机氟化物多用于建筑材料、纺织品、电子器件等领域，如制备防水、防油、防污染的表面涂层，或用作机械设备的润滑油、润滑脂等产品，或作为化工原料用于制造化学品，但从未用于食品工业领域。对消费者和患者而言，长期服用添加了有机氟化物的冬虫夏草，不仅造成他们经济上的损失，还可能对他们的身体产生不可挽回的损害。这将严重打击消费者对冬虫夏草这种传统中药材的使用信心，严重破坏冬虫夏草的市场秩序，严重影响冬虫夏草行业的健康持续发展。

目前有关冬虫夏草的标准，多为产品质量标准、商品规格等级标准、采挖、培植技术规范等，另有国家药品补充检验方法增加了有关冬虫夏草的染色物质的检测。而对于这种新型的增重手段，尚无检测该类物质的方法标准。因此，制定《冬虫夏草中有机氟化物的检测》团体标准具有行业标准的补充性和必要性。可为规范市场秩序，保障消费者权益提供有力的法律依据，以引领冬虫夏草行业健康、绿色、可持续发展。

二、 编制原则和依据

（一）编制原则

本标准编制过程中遵循以下三点原则。

1、科学性：本标准中建立的冬虫夏草中有机氟化物的检测方法参考了《中国药典》2020 年版四部通则 0301 一般鉴别试验中的检测方法，并依据《中国药典》9101 药品质量标准分析方法验证指导原则进行方法学验证。所建立的方法专属性、检测限、耐用性均符合要求，确保标准科学严谨。

2、适用性：本标准在编制前期，对市场上添加了有机氟化物的冬虫夏草进行了多方面的检测研究，通过查阅相关资料，了解非法添加物的性质和特点，为冬虫夏草中有机氟化物的检测建立了一项专属性强、并且普遍适用的比色法。在标准编制期间，随着收集到的冬虫夏草增重样本的数量增多，结合不同增重物的特点，在资料性附录中补充了气相色谱-质谱方法，可用于佐证比色法的检测结果。确保了标准的普遍适用性。

3、可操作性：本标准建立的方法所需样品量少，使用的设备器材简单易得，操作步骤简单，分析速度快，具有很强的可操作性。

（二）依据

本标准在格式上按 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》给出的规则起草；与现行的国家标准接轨；与我国现行法律法规无抵触，与相关强制性标准无冲突。

三、 标准编制过程

近两年冬虫夏草市场上有机氟化物增重情况的陆续出现，东莞市东阳光冬虫夏草研发有限公司结合前期的研究及自身技术提出了《冬虫夏草中增重物质的检

测方法》团体标准立项申请，东莞市标准化协会于 2023 年 6 月 11 日组织相关专家进行立项书面审查，审查通过并同意立项。根据团体标准要求及专家立项评审意见，东莞市东阳光冬虫夏草研发有限公司积极组织筹备开展标准起草工作，期间广泛征集各起草单位的意见，经过研究讨论，完成标准草案，标准名称修改为《冬虫夏草中有机氟化物的检测》。

东莞市标准化协会于 2023 年 7 月 4 日组织起草单位代表及相关专家对该项团体标准进行线上讨论会议。根据讨论会上收集的建议，通过查阅资料以及补充实验确认，在标准草案的基础上进一步修改和完善，形成了征求意见稿。具体的修改情况如下：（1）补充“有机氟化物”的定义；（2）补充“仪器和设备”的关键参数要求；（3）删除制备供试品溶液的“过筛”操作规定；（4）补充“离子色谱法”作为第三种验证方法；（5）参照 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》、GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》及已发布的国家标准，查纠格式、表述等问题。

四、 标准的主要内容

（一）标准的名称

本标准名称为《冬虫夏草中有机氟化物的检测》。

（二）标准的基本内容

本标准包括范围、规范性引用文件、术语和定义、原理和方法、试剂和材料、仪器和设备、分析步骤、结果判定、附录和参考文献。

（三）标准的相关说明

本标准建立的方法参考了《中国药典》2020 年版四部通则 0301 一般鉴别试验中的检测方法，采用氧瓶燃烧法将有机氟化物破坏，并用碱性溶液吸收，生成

无机氟离子；再利用无机氟离子与茜素氟蓝和硝酸亚铈在酸性缓冲溶液中生成蓝紫色螯合物，从而鉴定冬虫夏草中是否添加了有机氟化物。经过摸索，按照氧瓶燃烧法灼烧冬虫夏草时，以 50mg 取样量为宜。进行显色反应时，氟离子与茜素氟蓝、 Ce^{3+} 按照摩尔比 1:1:1 结合形成蓝紫色的螯合物，当氟离子浓度过高，最终溶液颜色会发生变化而不呈蓝紫色。由于供试品中添加的有机氟化物种类未知，添加量也未知，检验时，则取不同体积的供试品溶液（一份 2mL，另一份为 0.2mL 并用水稀释至 2mL）进行显色反应。如果冬虫夏草中含有机氟化物，则至少有一份供试品溶液会显蓝紫色，从而被检出。本标准所建立的方法依据《中国药典》9101 药品质量标准分析方法验证指导原则进行方法学验证，其专属性、检测限、耐用性均符合要求。

本标准提供了关于冬虫夏草中有机氟化物检测的气相-质谱法、离子色谱法作为资料性附录，包括三种分析方法。第一种为液体进样方式的气相-质谱法，适合于在正庚烷中溶解性较好的有机氟化物，或不具备顶空进样装置的实验室；第二种为顶空进样方式的气相-质谱法，适合于找不到合适提取溶剂，或者液体进样时，目标物受溶剂峰影响较大而不易被检出的情况；第三种离子色谱法是通过分离氟离子和其他阴离子后，直接检测样品溶液中的氟离子。

五、 标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

六、 与执行现行法律、法规、政策及其他标准的关系

本标准参考了《中国药典》2020年版四部通则0301一般鉴别试验中“有机氟化物”的检查方法，按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结

构和编写》的起草规则。现行标准中，未有关于冬虫夏草中有机氟化物的检测方法。

《冬虫夏草中有机氟化物的检测》团体标准编制组

2023 年 7 月 11 日