

DB5304

玉溪市地方标准

DB 5304/T XX—2022

玉溪市除虫菊栽培综合标准 第5部分 除虫菊干花

2022-11-01 发布

2022-02-01 实施

玉溪市市场监督管理局

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》给出的规定起草。

《玉溪市除虫菊栽培综合标准》分为五个部分。本部分为《玉溪市除虫菊栽培综合标准》的第5部分。

- 第1部分：除虫菊露地育苗技术规程
- 第2部分：除虫菊漂浮育苗技术规程
- 第3部分：除虫菊托盘育苗技术规程
- 第4部分：除虫菊栽培技术规程
- 第5部分：除虫菊干花

本文件由玉溪市农业科学院提出。

本文件由玉溪市农业农村局归口。

本文件起草单位：玉溪市农业科学院、云南南宝生物科技有限责任公司、峨山彝族自治县农业综合服务中心、易门县农业技术推广站。

本文件起草人：马文彬、刘科新、蒋其军、杨淑艳、飞兴文、邓思、张军云、张钟、王爱明、金红云、徐建、倪文匡、柏锦学、龙晓亮、任玉琼、乔春玲、杨云斌、张艳军、郭世明、罗斌、瞿观、张文健、左丽娟、蔡述江、卢芯彤、柏廷钰、饶辉、柏自顺、张云明、朱自芬、王兆东、孙平忠。

玉溪市除虫菊栽培综合标准 第5部分 除虫菊干花

1 范围

本文件规定了除虫菊干花的要求、检测方法、检测规则、包装、标识、运输及贮存等要求。
本文件适用于玉溪市除虫菊干花的生产、加工、销售等活动。

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，仅所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/T 5009.34 食品中亚硫酸盐的测定

GB/T 9008 液相色谱法术语

GB/T 16631 液相色谱法通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

除虫菊干花

经自然晾晒或干燥设备脱水的除虫菊头状花序。

3.2

花蕾

花芽已经分化，但未开放的除虫菊花朵。

3.3

不合格花

有霉变、焦糊等缺陷的除虫菊干花。

3.4

过度成熟花

管状花全开、舌状花枯萎脱落，并伴有籽粒成熟的花朵。

3.5

杂质

除虫菊花以外的物质及本文件3.2、3.3、3.4的规定。

3.6

除虫菊素

除虫菊花中所含具有杀虫活性的6种成分总称，即除虫菊素 I（Pyrethrin I）、除虫菊素 II（Pyrethrin II）、瓜叶菊素 I（Cinerin I）、瓜叶菊素 II（Cinerin II）、茉莉菊素 I（Jasmine I）和茉莉菊素 II（Jasmine II）。

4 要求

4.1 除虫菊干花质量要求

4.1.1 感观

4.1.1.1 色泽

花托呈绿色，舌状花白色，管状花呈黄色、黄绿色或黄褐色。

4.1.1.2 气味

特有的除虫菊干花气味。

4.1.2 理化指标

应符合表1的规定。

表1 除虫菊干花理化指标

等级	除虫菊素含量(%)	水分(%)	杂质(%)	自然水分千朵干花重(g/1000朵干花)	二氧化硫(g/kg)	霉变	色泽	气味
一级	≥2.5	≤8	≤0	≥150	≤1.8	无霉变	正常	正常
二级	≥2.0		≤3	≥150				
三级	≥1.5		≤5	≥150				
不合格花	--	≤8	≤8	--	--	有霉变	霉变、黑色	发霉的气味

4.2 保质期

常温下不透光密封保存1个月。

5 检测方法

5.1 感官

色泽和气味用目测、嗅闻的方法检验。

5.2 水分

5.2.1 初检

在收购点用手搓的方法检验。手搓除虫菊干花能将管状花轻松分离，须由2人以上确认。

5.2.2 入库检测

5.3.2.1 方法原理

在 $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的条件下，对测试样品进行加热至水分及挥发物完全散尽，测定样品损失的质量。

5.3.2.2 主要仪器

万分之一分析天平、称量瓶、剪刀、烘箱、干燥器。

5.3.2.3 试样的制备

将样品粉碎至粒径小于2mm后混匀备用。

5.3.2.4 分析步骤

取供试品 M_0 2g~5g（精确至0.0001g），平铺于干燥至恒重的扁形称量瓶中，厚度不超过5mm，打开瓶盖置于 $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥5小时，将瓶盖盖好，移置干燥器中，冷却30分钟，称量 M_1 （准确至0.0001g），再重复加热、冷却及称量的步骤，直到连续两次称重的差值不超过5mg为止。根据减失的重量，计算供试品中含有水分的百分数。

5.3.2.5 水分含量的计算

干花水分含量按公式（1）计算。

$$X_1 = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_1 —为除虫菊干花含水率，%；

M_1 —为烘干前称量瓶和试样的质量，g；

M_2 —为烘干后称量瓶和试样的质量，g；

M_0 —为称量瓶的质量，g。

5.3 除虫菊素

按GB/T 9008《液相色谱法术语》和GB/T 16631《液相色谱法通则》执行。

5.3.1 方法原理

试样经无水乙醇浸溶，以乙腈和水为流动相，使用以 C_{18} 为填料的不锈钢柱和紫外检测器在波长225nm下，对试样中的除虫菊素进行反相高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

5.3.2 试剂

除虫菊素标样：已知除虫菊素质量分数为53.70%或已知量；

无水乙醇：分析纯；

乙腈：色谱级；

水：新蒸二次蒸馏水。

5.3.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；
色谱数据处理机或工作站；
色谱柱：250mm×4.6mm (i.d.) 不锈钢柱，内装Hypersil C₁₈ 5 μm填充物（或同等效果的柱子）；
过滤器：滤膜孔径约0.45 μm；
微样进样器：50 μL；
定量进样管：10 μL；
超声波清洗器。

5.3.4 高效液相色谱操作条件

流动相：乙腈和水；
流速：1.0mL/min；
检测波长：225nm；
柱温：30℃或室温（温差变化应不大于2℃）；
进样体积：10 μL。

流动相程序

时间/min	流动相比例 (%)	
	乙腈	水
0	48	52
10	62	38
19	62	38
23	68	32
30	68	32
40	80	20
42	48	52
50	48	52

注：根据色谱柱和检测仪器的不同，流动相梯度可以做适当的调整，使除虫菊素各成分分离达到最佳效果。

5.3.5 溶液配制

5.4.5.1 试样的制备

称取 0.03g 除虫菊素标样 M₃（精确至 0.0002g），置于 100mL 容量瓶中，用适量无水乙醇溶解，超声振荡 5min 使标样溶解，冷却至室温，用无水乙醇稀释至刻度，闭塞摇匀，备用。

5.3.5.1 5.4.5.2 样品溶液的制备

称取与除虫菊素标准品相当量的除虫菊花粉 M₄（精确至 0.0002g），准确加入 25ml 无水乙醇，称重后超声波震荡 20min，放冷后用无水乙醇补足重量，微孔滤膜过滤，取过滤液进样。

5.3.6 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，当相邻两次进样，其有效成分峰面积的相对偏差小于 1.5% 后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

5.3.7 除虫菊素质量分数的计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中除虫菊素峰面积，分别进行平均。

除虫菊素的总质量分数X（瓜叶菊素 I、II，除虫菊素 I、II，茛菊素 I、II）（%）按式（2）计算：

$$X_2 = \frac{A_2 \times M_3 \times P_1 \times V_2}{A_1 \times M_4 \times V_1} \times 100\% \dots \dots \dots (2)$$

式中：

X₂—除虫菊素的总质量分数；

A₁—标样溶液中，瓜叶菊素 I、II，除虫菊素 I、II，茛菊素 I、II 总峰面积的平均值；

A₂—试样溶液中，瓜叶菊素 I、II，除虫菊素 I、II，茛菊素 I、II 总峰面积的平均值；

M₃—除虫菊素标样的质量，g；

M₄—试样的质量，g；

P₁—标准品瓜叶菊素 I、II，除虫菊素 I、II，茛菊素 I、II 总的质量分数，%；

V₁—标准溶液体积，mL；

V₂—样品溶液体积，mL。

5.4 杂质

在足见光亮的选台中，将除虫菊干花以外的杂质选出，杂质率按公式（3）计算。

$$Y = 100\% \times M_5 / M_6 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

Y—为杂质率，%；

M₅—为除除虫菊干花外的物质质量，g；

M₆—为样品质量，g。

5.5 二氧化硫

按GB/T 5009.34规定执行。

5.6 自然水分千朵干花重

在足见光亮的选台中，从去除杂质的样品中，不加挑选地数出3组试样，每组500朵完整干花，按组分别称重M₇（精确至0.1g），自然水分千朵干花重G按公式（4）计算。

$$G = W / M_7 \times 1000 \dots \dots \dots (4)$$

式中：

G—为千朵干花重，g/1000朵；

M₇—为实测试样重量，g；

W—为实测试样花朵数；

6 检测规则

6.1 抽样

分层取样，每层取样品4份，混合样品后称取样品1000g，样品分成2份，一份检测、一份留样。

6.2 检验类别及项目

6.2.1 入库检验

每批除虫菊干花入库前，逐批检验，检验项目为本文件中的感官项目，检验后方可入库。

6.2.2 型式检验

型式检验为本文件第5章的分部项目。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 每年首批入库之前；
- b) 干燥方法或检验项目有较大变化时；
- c) 国家质量监督机构提出型式检验要求时。

6.3 判定规则

6.3.1 合格品

入库检验或型式检验全部符合本文件的规定，即判为合格品。

6.3.2 不合格品

入库检验或型式检验指标任意一项不符合本文件规定的，即判为不合格品。

7 包装

产品采用不透光塑料袋包装，包装规格为18kg/袋。

8 标识

标签上应标注产品名称、等级、净含量、生产单位。

9 运输及贮存

9.1 运输

运输应采用专车运输，不得与有毒、有害、有污染的货物混装。
装运过程中，避免日晒雨淋。

9.2 贮存

产品应贮存在干燥、通风的库房中。