



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4806—2017

---

## 进出境五灵脂检验检疫监管规程

Inspection and quarantine procedure for entry-exit faeces trogopteroni

2017-07-21 发布

2018-03-01 实施

---

中 华 人 民 共 和 国 发 布  
国家质量监督检验检疫总局

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国新疆出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：朱建民、季新成、徐军、巩治国、员丽娟、李鹏、王陆宝、郭玺、王静、易海清、王振宝。



# 进出境五灵脂检验检疫监管规程

## 1 范围

本标准规定了进出境五灵脂的检验检疫方法和监管要求。

本标准适用于五灵脂进出境检验检疫。

## 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 5009.3—2010 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4—2010 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

GB/T 12729.9—2008 香辛料和调味品酸不溶性灰分的测定

GB/T 18088—2000 出入境动物检疫采样

中华人民共和国进境动物检疫疫病名录(农业部、国家质量监督检验检疫总局 联合公告 第2013号)

SN/T 2123—2008 出入境动物检疫实验样品采集、运输和保存规范

中华人民共和国进境植物检疫性有害生物名录 (农业部第862号公告)

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**五灵脂** *faeces troglodyterori*

为活血化瘀的次常用动物药,是复齿鼯鼠(*Trogopterus xanthipes* Milne-Edwards)的干燥粪便。

## 4 采样

按照 SN/T 2123—2008 及 GB/T 18088—2000 要求执行。

## 5 检验检疫

### 5.1 现场查验

#### 5.1.1 核查货证

核查货物的名称、数重量、包装、生产日期、输出输入国家和地区、生产企业名称等是否货证相符。

#### 5.1.2 包装检验

包装应使用无毒无害材料,装载容器应坚固、完整、清洁,无污染、破损、潮湿、发霉现象,封口应牢



固,并附有明确、醒目的标识。

### 5.1.3 感官检验

五灵脂主要感官特征参见附录 A。

视觉检验:观察五灵脂的形状、色泽、颗粒大小,有无携带有害生物、杂草、种子、土壤等。

触觉检验:取少量五灵脂颗粒试样,用手指捻,通过感触来判断粒度大小,软硬度。

嗅觉检验:新鲜五灵脂,味腥臭;干燥五灵脂,气微弱。

## 5.2 实验室检验

### 5.2.1 显微镜检

取五灵脂团块或颗粒试样少许,研磨成粉末,置于平皿中滴加 50% 硫酸,混匀,放置 15 min 以上,取上清液镜检观察可见团块(粪粒)中析出众多小颗粒状结晶,逐渐形成针簇状或长方形片状结晶。

### 5.2.2 水分、灰分和酸不溶性灰分的测定

5.2.2.1 水分 按照 GB 5009.3—2010 进行测定。

5.2.2.2 灰分 按照 GB 5009.4—2010 进行测定。

5.2.2.3 酸不溶性灰分 按照 GB/T 12729.9—2008 进行测定。

### 5.2.3 五灵脂有效成分测定

五灵脂所含主要成分芦丁、山奈酚、原儿茶酸和穗花杉双黄酮测定,参照附录 B。

### 5.2.4 微量元素测定

五灵脂所含微量元素测定,参照附录 C。

### 5.2.5 疫病检测

按双边协议、许可证及合同等相关要求对疫病进行检测。

### 5.2.6 有害生物、杂草、种子鉴定

采集有害生物、杂草、种子样品,送实验室进行鉴定。

## 6 结果判定

### 6.1 感官结果

应符合五灵脂主要特征项目描述。

### 6.2 主要成分

芦丁、山奈酚、原儿茶酸和穗花杉双黄酮四种五灵脂主要成分应不少于其中 3 种。

### 6.3 检疫结果

6.3.1 针对 5.2.5 中要求检测的疫病,检测结果不得为阳性。

6.3.2 不得检出《中华人民共和国进境植物检疫性有害生物名录》内有害生物、杂草、种子。

6.3.3 不得携带土壤。



## 6.4 综合判定

根据上述检验检疫结果,进行综合判定。检验检疫结果均符合规定要求的,判为合格。否则判定为不合格。

检出《中华人民共和国进境植物检疫性有害生物名录》内有害生物、杂草、种子,经技术处理后符合要求的,判为合格。

## 7 检验检疫处理

### 7.1 进境

7.1.1 检出《中华人民共和国进境动物检疫疫病名录》内疫病及危害人类健康的疫病,按照规定进行检疫处理。

7.1.2 检出《中华人民共和国进境植物检疫性有害生物名录》内有害生物、杂草、种子,技术处理无法去除的,做退运或销毁处理。

7.1.3 携带有土壤的,做退回或销毁处理。

7.1.4 经检验为伪品的,做退回或销毁处理。

### 7.2 出境

不符合检验检疫要求的,按中国法律法规、国家强制性标准和规定、双边协议、议定书、备忘录、合同及其他相关要求进行处理。

## 8 检验检疫监管

### 8.1 进境五灵脂

8.1.1 进行辐照处理(辐照时接受的最大吸收剂量不高于 10 kGy)或 60 ℃ 以上至少 60 min 的热加工处理后予以放行。

8.1.2 未经处理的货物须在检验检疫机构监督下生产加工。指定生产加工企业应符合相关卫生或兽医卫生要求。

### 8.2 出境五灵脂

输入国对输出五灵脂的生产、加工、存放企业注册登记要求的,检验检疫机构应对其进行注册登记,并对生产、加工、存放过程进行监督。



附 录 A  
(资料性附录)  
五灵脂感官特征

五灵脂感官特征见表 A.1。

表 A.1 五灵脂感官特征

| 特 征  | 灵脂块                                 | 灵脂米                                   |
|------|-------------------------------------|---------------------------------------|
| 形状   | 系由许多粪粒凝结而成,呈不规则的块状,大小不一,凹凸不平        | 长椭圆形颗粒,两端钝圆,长 5 mm~15 mm,直径 3 mm~6 mm |
| 色泽   | 表面黑棕色,红棕色或灰棕色,有的有油性光泽               | 表面黑棕色,红棕色或灰棕色,有的略具光泽                  |
| 颗粒状态 | 颗粒呈长椭圆形,表面常裂碎,显纤维性;质硬,断面黄棕色或棕褐色,不平坦 | 较平滑或微粗糙;体轻而松,易折断,断面黄色,黄绿色或黑棕色,呈纤维性    |
| 气味   | 新鲜:味腥臭,略有侧柏味,无腐败等其他异味;<br>干燥:气微弱或无味 |                                       |



## 附录 B

(资料性附录)

加速溶剂萃取-液相色谱法(ASE-HPLC)测定  
五灵脂中主要成分含量

## B.1 主要仪器与试剂

液相色谱仪(应配有紫外检测器);涡旋仪;超声仪;高纯水发生器;离心机;旋转蒸发仪;加速溶剂萃取仪(ASE);恒温水浴;再生纤维素滤膜:0.2  $\mu\text{m}$ 。

芦丁标准品:纯度 $\geq 90\%$ ;山奈酚准品:纯度 $\geq 97\%$ ;原儿茶酸标准品、穗花杉双黄酮准品:纯度 $\geq 99\%$ ;甲醇、乙腈:色谱纯;所用其他试剂均为优级纯试剂;实验用水为二次净化水。

## B.2 溶液的配制

## B.2.1 标准溶液

准确称取适量的芦丁、山奈酚、原儿茶酸和穗花杉双黄酮标准品,用甲醇分别配成 100 mg/L 的标准储备液,储存于 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱,保存期 18 个月。根据实验需要,用甲醇稀释标准储备液,分别配成适当浓度的标准工作溶液。

## B.2.2 样品提取液

750 mL 的无水乙醇和 250 mL 的水混合溶液。

## B.3 液相色谱条件

液相色谱柱:Diamosil ODS  $\text{C}_{18}$  (4.6 mm $\times$ 250mm, 5.0  $\mu\text{m}$ );流动相:甲醇(A)和 0.5% 的乙酸水溶液(B);梯度洗脱程序:0~10 min 时 85%~60% 的 A, 10 min~15 min 时 60%~35% 的 A, 15 min~22 min 时 35%~15% 的 A, 22 min~28 min 时 15%~85% 的 A, 28 min~35 min 时 85% 的 A;流速:1.0 mL/min;柱温:35  $^{\circ}\text{C}$ ;吸收波长:360 nm(芦丁、山奈酚、穗花杉双黄酮)和 260 nm(原儿茶酸)。

## B.4 加速溶剂萃取法

**B.4.1 芦丁、山奈酚、穗花杉双黄酮测定:**称取 1.0 g 样品,添加 3.0 g 的海沙混匀后,置于 11 mL 加速溶剂萃取池中(下部先添加少量海沙),上部添加海沙至平,拧紧萃取池盖,放入加速溶剂萃取池盘中,ASE 条件:溶剂为乙醇:水(75:25),温度 100  $^{\circ}\text{C}$ ,压力 15 MPa,预热时间 5.0 min,静态萃取时间 10.0 min,循环次数为 3 次。接收池溶液旋转蒸发至 3 mL 左右,用提取溶液定容至 5.0 mL,过 0.2  $\mu\text{m}$  的再生纤维素膜,上液相色谱测定。

**B.4.2 原儿茶酸测定:**称取 1.0 g 样品,添加 0.2 g 的硅藻土,混匀后置于 11 mL 加速溶剂萃取池中(下部事先添加少量海沙),上部添加海沙至平,拧紧萃取池盖,放入加速溶剂萃取池盘中,ASE 条件:溶剂为乙醇:水(75:25),温度 100  $^{\circ}\text{C}$ ,压力 15 MPa,预热时间 5.0 min,静态萃取时间 10.0 min,循环次数为 3 次。接收池溶液旋转蒸发至 5 mL 左右,用提取溶液定容至 5.0 mL,过 0.2  $\mu\text{m}$  的再生纤维素膜,



上液相色谱测定。

#### B.5 检出限(LOD)和定量限(LOQ)

用芦丁、山奈酚、原儿茶酸和穗花杉双黄酮标准储备液配制不同浓度的标准工作溶液。芦丁和山奈酚标准溶液的线性范围均为 0.1 mg/L~15.0 mg/L,检出限均为 0.6 mg/kg( $S/N>3$ ),定量检测限均为 1.0 mg/kg( $S/N>10$ ),山奈酚的线性回归方程为  $Y=1.49\times 10^4 X+2.85\times 10^3$ ,相关系数为 0.999 8,芦丁的线性回归方程为  $Y=3.2\times 10^3 X+19.3$ ,相关系数为 0.999 3。

原儿茶酸的标准工作溶液的线性范围为 0.1 mg/L~10.0 mg/L,检出限为 0.5 mg/kg( $S/N>3$ ),定量检测限为 1.0 mg/kg( $S/N>10$ ),原儿茶酸的线性回归方程为  $Y=0.045X+0.029$ ,相关系数为 0.999 8。

穗花杉双黄酮标准溶液的线性范围为 0.05 mg/L~10.0 mg/L;检出限为 0.3 mg/kg( $S/N>3$ ),定量检测限为 0.6 mg/kg( $S/N>10$ )。穗花杉双黄酮的线性回归方程为  $Y=4.5\times 10^3 X+1.2\times 10^2$ ,相关系数为 0.999 2。



## 附录 C

(资料性附录)

电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定  
五灵脂中微量元素

## C.1 主要仪器与试剂

电感耦合等离子体质谱仪;分析天平;微波消解炉;马福炉;电热鼓风干燥箱;GBW(E)080678 九种混合离子标准溶液,其中包括铅、镉、铬、汞、锌、铜、铁、锰,浓度为 0.01 g/L;硒(Se)标准溶液:GBW(E)080215,浓度为 100  $\mu\text{g/mL}$ ;砷(As)标准溶液:GBW(E)080117,浓度为 100  $\mu\text{g/mL}$ ;锡(Sn)标准溶液:GBW(E)079809,浓度为 100  $\mu\text{g/mL}$ ;铟(In)标准溶液:GBW(E)080270,浓度为 100  $\mu\text{g/mL}$ ;锗(Ge)标准溶液:GBW G 62073-90(3201),浓度为 1 000  $\mu\text{g/mL}$ ;铋(Bi)标准溶液:GSB G 62072-90(8301),浓度为 1 000  $\mu\text{g/mL}$ ;金标准溶液:GBW08650,浓度为 100  $\mu\text{g/mL}$ 。

标准使用溶液:将硒、砷标准储备液分别稀释至 10  $\mu\text{g/mL}$ ,用 4%硝酸定容,铟、锗、铋、金标准储备液稀释至 1  $\mu\text{g/mL}$ ,用 4%硝酸定容。

内标溶液:将锗、铟、铋、金配成混合溶液,其中锗、铟、铋浓度均为 20  $\mu\text{g/mL}$ ,金浓度为 100  $\mu\text{g/mL}$ ,用 1%硝酸定容。

注:金溶液作用只为去除汞在仪器的残留及记忆效应。

盐酸(优级纯);

氩气:纯度 $\geq 99.999\%$ ;

氢氩混合气:纯度 $\geq 99.999\%$ 。

## C.2 仪器工作条件

仪器工作条件见表 C.1。

表 C.1 仪器参考条件分析模式:内标法 CCT 模式

| 仪器条件   | 优选参数     | 仪器条件                                 | 优选参数               |
|--|----------|--------------------------------------|--------------------|
| Extraction<br>提取透镜电压<br>(-1 000 V~20 V)Lens1 | -94.0 V  | Standard resolution<br>标准分辨率(0~255)  | 125                |
| 电子透镜电压 1 电压<br>(-2000 V~0 V)Lens2            | -1 000 V | High resolution<br>高分辨率(0~255)       | 125                |
| 电子透镜电压 2 电压<br>(-200 V~0 V)                  | -60.4 V  | Analogue Detector<br>模拟电压(0~2 500 V) | 1 600 V            |
| Lens3 电子透镜 3<br>(-200 V~0 V)                 | -102 V   | Calibration Method<br>校准方法           | Fully Quant<br>全定量 |
| Focus 聚焦透镜<br>(-20 V~30 V)D1                 | -8.2 V   | PC Detector<br>总电压(1 600 V~4 100 V)  | 3 570 V            |
| 偏转透镜<br>(-200 V~0 V)D2                       | -53.3 V  | H2/He 反应/碰撞气流量<br>(0~1 mL/min)       | 4.90 mL/min        |



表 C.1 (续)

| 仪器条件                                 | 优选参数        | 仪器条件                          | 优选参数       |
|--------------------------------------|-------------|-------------------------------|------------|
| 偏转透镜<br>(-400 V~0V)DA                | -148 V      | Sweeps 扫描次数                   | 80         |
| 偏转透镜电压<br>(-200 V~0 V)               | -30.6 V     | Cool 冷却气流<br>(0~20 L/min)     | 13.5 L/min |
| Pole Bias 四级杆偏压<br>(-20 V~0 V)       | -15.5 V     | Acquisition mode<br>数据采集方式    | Peak jump  |
| 六级杆偏差<br>(-20 V~20 V)                | 18.0 V      | Dwell<br>停留时间                 | 10.0 ms    |
| Nebulizer<br>雾化器流速<br>(0~1.5 mL/min) | 0.84 mL/min | Acquisition time<br>获取时间      | 44 s       |
| Forward power<br>功率(0~1 600 W)       | 1 400 W     | 采样锥/截取锥                       | 镍锥         |
| Horizontal 水平位置<br>(0~160)           | 100         | Channels 通道数                  | 3          |
| 垂直位置(0~811)                          | 265         | Separation                    | 0.02       |
| Auxiliary 辅助气流<br>(0~1.5 L/min)      | 0.85 L/min  | Sampling Depth<br>采样深度(0~600) | 146        |

C.3 标准曲线制作

吸取 2 mL 混合元素标准物质溶液于 200 mL 容量瓶中再加入硒标准使用溶液 2 mL、铝标准物质溶液 1 mL、锡标准物质溶液 1 mL 用 4%硝酸稀释至刻度,配制成铅、砷、镉、汞、铜、铁、锌、锡、铬、锰、硒混合标准溶液 A,准确吸取 A 溶液 10 mL 于 100 mL 容量瓶中用 4%硝酸稀释至刻度,混匀,此混合标准溶液为 B,准确吸取 B 溶液 10 mL 与 100 mL 容量瓶中用 4%硝酸稀释至刻度,混匀,此混合标准溶液为 C,准确吸取 C 溶液 10 mL 于 100 mL 容量瓶中用 4%硝酸稀释至刻度,混匀,此混合标准溶液为 D,标准溶液的浓度见表 C.2。

表 C.2 标准溶液浓度配制表

| 元素 | 标准溶液 D 浓度<br>μg/L | 标准溶液 C 浓度<br>μg/L | 标准溶液 B 浓度<br>μg/L | 标准溶液 A 浓度<br>μg/L |
|----|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| Pb | 0.1               | 1                 | 10                | 100               |
| Cd | 0.1               | 1                 | 10                | 100               |
| Hg | 0.1               | 1                 | 10                | 100               |
| As | 0.1               | 1                 | 10                | 100               |
| Cr | 0.1               | 1                 | 10                | 100               |
| Mn | 0.1               | 1                 | 10                | 100               |



表 C.2 (续)

| 元素 | 标准溶液 D 浓度<br>μg/L | 标准溶液 C 浓度<br>μg/L | 标准溶液 B 浓度<br>μg/L | 标准溶液 A 浓度<br>μg/L |
|----|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| Sn | 0.5               | 5                 | 50                | 500               |
| Cu | 0.1               | 1                 | 10                | 100               |
| Zn | 0.1               | 1                 | 10                | 100               |
| Fe | 0.1               | 1                 | 10                | 100               |
| Se | 0.1               | 1                 | 10                | 100               |

#### C.4 试样的消解

将五灵脂样品磨碎后,称取 0.5 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于消解管中,加入 8 mL 盐酸,在微波消解炉上消化直至溶液清凉,冷却后定容至 50 mL。用同样方法制作试剂空白溶液。

#### C.5 定量测定

分析中应用仪器在线加内标功能,采用 ICP-MS 分析方法中内标校正全定量,CCT 技术分析方法测定,以锗、铟、铋为混合内标,金溶液作为汞基体消除剂,试验中使用的 3 种内标溶液浓度均为 20 μg/L,金浓度为 100 μg/L。依次测定标液、样品空白、样品。

#### C.6 结果计算

按照式(C.1)计算样品中各元素含量:

$$X = \frac{(A_1 - A_2) \times V}{m \times 1\,000} \quad \text{.....( C.1 )}$$

式中:

$X$  ——样品中各元素含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$A_1$  ——测试液中某种元素含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$A_2$  ——样品空白液中某种元素含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$V$  ——试液体积,单位为毫升(mL);

$m$  ——样品质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。