

ICS 点击此处添加 ICS 号

CCS 点击此处添加 CCS 号

T/GXICMMA

团 体 标 准

T/GXICMMA —2023

广西橘红珠

Guangxi Citrus grandis 'Tomentosa' Fructus Immaturus

（征求意见稿）

（本草案完成时间：2023.11.23）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

广西中药材产业协会 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专利的责任。

本文件由广西壮族自治区中医药研究院提出。

本文件起草单位：广西壮族自治区中医药研究院，广西中药质量标准研究重点实验室，中山大学广东省中药上市后质量与药效再评价工程技术中心。

本文件归口单位：广西中药材产业协会。

本文件主要起草人：袁健童、邱宏聪、刘布鸣、苏薇薇、彭维、柴玲、陈明生、李泮霖、谢诗婷。

广西橘红珠

1 范围

本文件规定了广西橘红珠的术语和定义，规定了广西橘红珠的要求、检验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以芸香科植物化州柚（*Citrus grandis*‘Tomentosa’）的干燥幼果为原料，经杀青、干燥等工艺加工制成的广西橘红珠及其质量检测。

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 191 包装储运图示标志
- GB 2762 食品安全通用标准
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- 《中华人民共和国药典》2020年版 一部、四部

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

广西橘红珠 **guangxi juhong zhu**

一种以芸香科植物化州柚（*Citrus grandis*‘Tomentosa’）的干燥幼果为原料，经杀青、干燥等工艺加工制成的药材。

4 要求

4.1 原料要求

应无杂质，无腐烂，无霉变，符合GB 2762的规定。

4.2 感官要求

应符合表1的规定。

表 1 感官要求

项目	要求
形状	本品呈近球形、圆柱形、半球形、四分之一球形或类圆片状，直径不超过 6cm
色泽	表面黄绿色至墨绿色或棕褐色；中果皮黄白色至黄棕色；内侧可见细小瓢囊，黄棕色至棕褐色
组织形态	表面密布茸毛，有皱纹及小油室；中果皮有脉络纹；完整者可见先端有花柱脱落的痕迹，基部有圆形果柄的疤痕；外缘有一列不整齐的下凹的油室；内侧可见细小瓢囊；类圆片状者质硬脆，受潮后稍柔韧
气味、滋味	气芳香，味苦、微辛
显微鉴别	本品粉末黄白色至棕褐色。中果皮薄壁细胞形状不规则，壁不均匀增厚，有的作连珠状或在角隅处特厚。 果皮表皮细胞表面观多角形、类方形或长方形，垂周壁增厚，气孔类圆形，直径 18~31 μm，副卫细胞 5~7 个，侧面观外被角质层，靠外方的径向壁增厚。

项目	要求
	可见碎断的非腺毛，碎断细胞多至十数个，最宽处直径约 33 μm，具壁疣或外壁光滑、内壁粗糙，胞腔内含淡黄色或棕色颗粒状物。草酸钙方晶成片或成行存在于中果皮薄壁细胞中，呈多面形、菱形、棱柱形、长方形或形状不规则，直径 1~32 μm，长 5~40 μm。导管为螺纹导管和网纹导管。偶见石细胞及纤维。

4.3 理化要求

应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目	指标
薄层色谱鉴别	检出柚皮苷斑点
水分，（%） ≤	12.0
总灰分，（%） ≤	4.5
浸出物，（%） ≥	35.0
柚皮苷含量，（%） ≥	7.5

5 检验方法

5.1 感官要求

5.1.1 形状、色泽、形态组织、气味、滋味

随机取适量广西橘红珠样品，置于清洁的白色托盘中，切片，在自然光下以正常视力观测样品整体及其切断面的色泽、组织形态；在室温环境下，测量果实直径，嗅其气味，按食用方法处理后品尝其滋味。

5.1.2 显微鉴别

取本品粉末适量于载玻片上，滴数滴水合氯醛溶液浸润后，酒精灯加热，再滴加适量稀甘油溶液，充分混合，盖上盖玻片，置显微镜下观察。

5.2 理化要求

5.2.1 薄层色谱鉴别

按附录A规定的方法鉴别。

5.2.2 水分

按《中华人民共和国药典》（2020年版）（四部通则0832）水分测定法第二法进行测定。

5.2.3 总灰分

按《中华人民共和国药典》（2020年版）（四部通则2302）灰分测定法进行测定。

5.2.4 浸出物

按《中华人民共和国药典》（2020年版）（四部通则2201）水溶性浸出物测定法项下的冷浸法进行测定，以水作为溶剂。

5.2.5 柚皮苷的含量

按附录B规定的方法进行测定。

6 检验规则

6.1 组批

以同一原料、同一规格、同一生产线内生产的产品为一组批。

6.2 取样方法

每批产品按生产批次及数量比例随机抽样，抽样数量应满足检验要求。

6.3 判定规则

6.3.1 全部项目检验结果符合本文件要求时，判定该批次产品合格。

6.3.2 检验结果中有不符合本文件要求时，允许按有关规定复检。复检结果符合本文件要求时，判定该批次产品为合格；复检结果仍有不符合本文件要求时，判定该批次产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

产品应附标签，标明产品名称、产地、生产单位名称、详细地址、生产日期、净含量等内容，包装袋上的储运图示标志应符合GB/T 191的规定。

7.2 包装

包装应做到整洁、干燥、无污染，采用的包装材料应符合国家有关卫生要求。

7.3 运输

运输设备应洁净卫生，不应与腐蚀性物品、不清洁物品或散发强烈气味及有毒、有害物品混合装运。运输途中应防雨、防湿、防潮和防热。装卸时应轻拿轻放。

7.4 贮存

产品应贮存在干燥、阴凉、清洁、通风、无异味的场所，不应日晒、雨淋，不应与有毒、有害、有腐蚀性或影响产品质量物品混存。

附 录 A
(资料性)
广西橘红珠药材的薄层色谱鉴别

A.1 原理

利用各成分对同一吸附剂吸附能力不同,使在流动相(溶剂)流过固定相(吸附剂)的过程中,连续的产生吸附、解吸附、再吸附、再解吸附,从而达到各成分的互相分离的目的。

A.2 试剂

A.2.1 除另有说明外,所用试剂均为分析纯,实验用水应符合GB/T 6682中三级水的要求。

A.2.2 乙醇(C_2H_5OH)。

A.2.3 丙酮(CH_3COCH_3)。

A.2.4 甲醇(CH_3OH)。

A.2.5 冰醋酸(CH_3COOH)。

A.2.6 乙酸乙酯($C_4H_8O_2$)。

A.2.7 三氯化铝($AlCl_3$)。

A.2.8 柚皮苷对照品。

A.3 仪器设备

A.3.1 分析天平:感量0.01g。

A.3.2 粉碎机。

A.3.3 超声波发生器。

A.3.4 离心机。

A.3.5 紫外光灯:365 nm。

A.3.6 电热干燥箱。

A.3.7 点样器。

A.3.8 薄层板。

A.3.9 薄层色谱展开槽。

A.3.10 薄层色谱拍照系统。

A.3.11 喷雾器。

A.4 操作步骤

A.4.1 试样溶液制备

样品用粉碎机充分粉碎并搅拌均匀,过二号筛,准确称取样品粉末0.5g(精确至0.1g),置于离心管中,加入甲醇(A.2.4)5mL,密塞,用超声波发生器进行超声处理15min,取出,用离心机离心,取上清液作为供试品溶液。

A.4.2 对照品溶液配制

称取柚皮苷对照品(A.2.8)适量,置于量瓶中,加入甲醇(A.2.4)制成1mg/mL的对照品溶液。

A.4.3 展开剂

将乙酸乙酯(A.2.6)、丙酮(A.2.3)、冰醋酸(A.2.5)、水按体积比8:4:0.3:1充分混匀,作为展开剂。

A.4.4 显色剂

取三氯化铝(A.2.7)与乙醇(A.2.2)溶液按质量体积比配制成5%的三氯化铝乙醇溶液,摇匀,即得。随配随用。

A.4.5 鉴定

使用点样器吸取对照品溶液（A.4.2）、试样溶液（A.4.1）各2 μ L，分别点于同一硅胶G薄层板上，以展开剂展开，待展距 >8 cm时，取出，晾干，喷显色剂，置于电热干燥箱中105 $^{\circ}$ C加热1分钟，置于365nm紫外光灯下检视，拍照。

A.5 结果判定

显色后，在紫外光灯365nm下，观察试样色谱与对照品色谱是否有对应的荧光主斑点。

附 录 B (资料性) 柚皮苷含量的测定方法

B.1 方法原理

试样柚皮苷用甲醇试剂提取，提取液经过滤后，采用高效液相色谱法测定，外标法定量。

B.2 试剂和材料

B.2.1 除另有说明外，所用试剂均为分析纯，实验用水应符合GB/T 6682中一级水的要求。

B.2.2 甲醇(CH₃O)：色谱纯。

B.2.3 冰醋酸(CH₃COOH)：色谱纯。

B.2.4 柚皮苷(化学式：C₂₇H₃₂O₁₄，CAS：10236-47-2，纯度≥95%)。

B.2.5 柚皮苷对照品溶液：称取柚皮苷对照品(B.2.4)适量，加甲醇(B.2.2)制成每1mL含柚皮苷400 μg的对照品溶液，即得。

B.3 仪器设备

B.3.1 粉碎机。

B.3.2 超声波发生器：150W，40kHz。

B.3.3 高效液相色谱仪：配备二极管阵列或紫外检测器。

B.3.4 电子分析天平：感量为0.0001g。

B.4 试样溶液制备

称取样品粉末(过二号筛)0.5000g，置100mL量瓶中，加入50mL甲醇(B.2.2)，用超声波发生器进行超声处理(150W，40kHz)30min，取出，自然冷却，加50%甲醇溶液至刻度，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液，即得。

B.5 测定步骤

B.5.1 色谱条件

应符合下列要求：

- 色谱柱：C18，粒径 5μm，4.6mm×250mm；
- 流动相：甲醇-0.3%冰醋酸溶液(35:65)；
- 流速：1.0mL/min；
- 检测波长：283nm；
- 进样量：5 μL。

B.5.2 定量测定

吸取试样溶液(B.4)和柚皮苷对照品溶液(B.2.5)各5 μL，注入高效液相色谱仪，按照B.5.1规定的条件进行测定，记录图谱。

B.5.3 空白试验

吸取甲醇(B.2.2)和柚皮苷对照品溶液(B.2.5)各5 μL，注入高效液相色谱仪，按照B.5.1规定的条件进行测定，记录图谱。

B.6 结果计算

B.6.1 以柚皮苷为标准峰，按照式(B.1)计算各成分的量。

$$X = \frac{A_1 \times \rho \times F \times n}{m \times A_2 \times 10^6} \times 100\% \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

X ——试样中成分的含量，单位为百分比（%）；
 ρ ——对照品浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
 A_1 ——待测成分峰面积；
 n ——稀释倍数；
 m ——取样的质量，单位为克（g）；
 A_2 ——对照品峰面积。

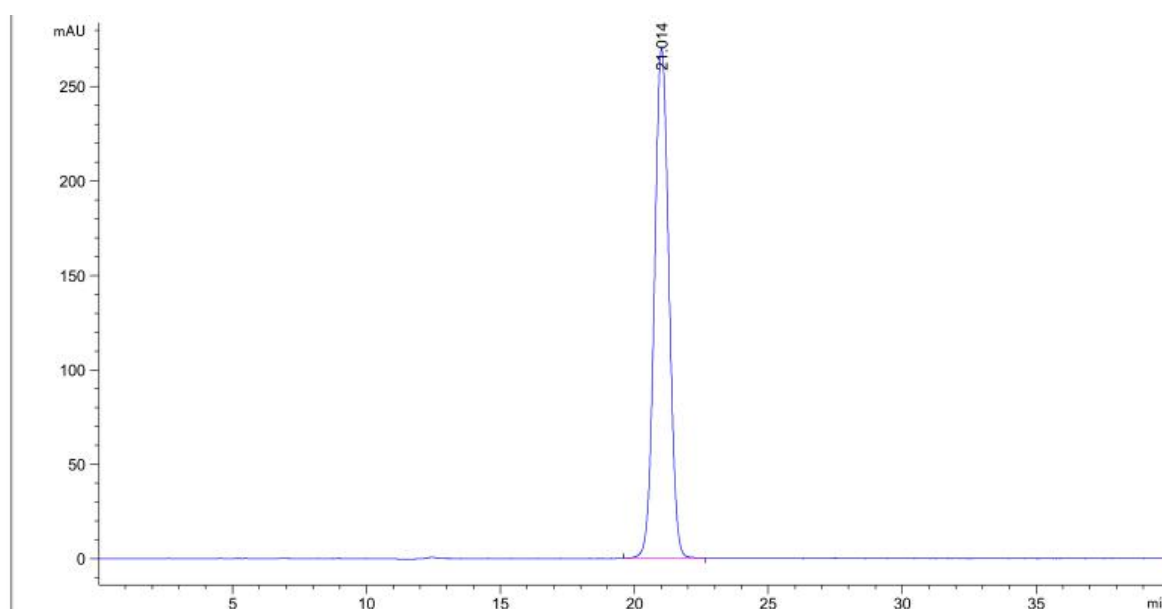
B.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的相对标准偏差（RSD） $\leq 3\%$ 。

B.8 图谱

柚皮苷对照品色谱图和广西橘红珠样品色谱图

图 A.1 柚皮苷对照色谱图



图A.2广西橘红珠样品色谱图

