

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

苦郎树枝叶

Branches and leaves of *Volkameria inermis* L.

（征求意见稿）

（本草案完成时间：2023.08.06）

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。

本文件归口单位：广西中药材产业协会。

本文件主要起草人：柴玲、刘布鸣、袁健童、陈明生、冯军、黄艳。

苦郎树枝叶

1 范围

本文件规定了苦郎树枝叶的术语和定义，规定了要求、检验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以马鞭草科植物苦郎树（*Volkameria inermis* L.）的枝叶为原料，经干燥、切制等工艺加工制成的苦郎树枝叶。

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 苦郎树枝叶 branches and leaves of *Volkameria inermis* L.

一种以马鞭草科植物苦郎树（*Volkameria inermis* L.）的枝叶为原料，经干燥、切制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
性状	茎呈圆柱形，直径 0.3~0.8 cm，幼枝四棱形；质坚实，折断面皮部与木部易剥离；髓部明显。叶多卷缩，对生，薄革质，卵形、椭圆形或椭圆状披针形、卵状披针形，长 3~8 cm，宽 1.5~4.5 cm，顶端钝尖，基部楔形或宽楔形，全缘，叶柄长约 1 cm。
色泽	茎表面灰绿色或棕褐色，皮部棕褐色，木部黄白色；叶表面灰绿色，背面淡绿色，花白色、果实灰黄色。
组织形态	茎表面被短柔毛，有细纵纹；叶表面无毛或沿脉疏生短柔毛，两面散生黄色细小腺点；果实圆形。
气味、滋味	气微，味微苦涩。
显微鉴别	（1）茎横切面：表皮细胞1列，方形，细胞壁较厚，外有非腺毛。皮层细胞方形或不规则形，有石细胞单个或几个相连散在。韧皮部细胞棕黄色，韧皮纤维成束并断续排列成环。木质部较宽，导管单个散在或几个相连，木射线细胞1~3列。髓部较宽，细胞类圆形或多角形。本品薄壁细胞有的含草酸钙方晶。 （2）粉末：黄绿色。非腺毛细胞1~4个，有的细胞内含棕黄色物质，直径15~33 μm。草酸钙方晶单个散

项目	要求
	在或存在于薄壁细胞中，直径10~21 μm。纤维成束或单个分离，直径18~35 μm。石细胞长方形或圆形，单个散在或数个相聚，壁厚，孔沟明显，直径25~55 μm。叶表皮细胞垂周壁平直或稍弯曲，气孔不定式，副卫细胞3~5个。导管为螺纹导管或具缘纹孔导管，直径25~35 μm。

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	检出毛蕊花糖苷及异毛蕊花糖苷斑点
水分/（%） ≤	13.0
总灰分/（%） ≤	7.0
浸出物/（%） ≥	10.0
毛蕊花糖苷/（%） ≥	0.3
异毛蕊花糖苷/（%） ≥	0.15

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

随机取适量苦郎树枝叶样品，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，测量茎直径和叶的长、宽，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热浸法进行测定，以水作为溶剂。

5.2.5 毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷的含量

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 抽样

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

包装贮运图示标志应符合GB/T 191及国家有关规定。

7.2 包装

产品包装材料应无毒无害无异味，防透水性好。包装应密封，防潮、防污染。

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)
苦郎树枝叶药材的鉴别

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 甲醇(CH_3OH)。

A.2.3 冰醋酸(CH_3COOH)。

A.2.4 毛蕊花糖苷对照品

A.2.5 异毛蕊花糖苷对照品。

A.3 仪器设备

A.3.1 分析天平:感量0.01 g。

A.3.2 粉碎机。

A.3.3 超声波发生器。

A.3.4 水浴锅。

A.3.5 紫外光灯:365 nm。

A.3.6 点样器。

A.3.7 薄层板。

A.3.8 薄层色谱展开槽。

A.3.9 薄层色谱拍照系统。

A.3.10 喷雾器。

A.4 操作步骤

A.4.1 供试品溶液制备

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1.0 g(精确至0.01g),置于具塞锥形瓶中,加入80%甲醇25 mL,密塞,用超声波发生器进行超声处理30 min,收集滤液,蒸干后,残渣加取2 mL甲醇(A.2.2)溶解,微孔滤膜滤过作为供试品溶液。

A.4.2 对照品溶液配制

分别称取毛蕊花糖苷(A.2.4)、异毛蕊花糖苷对照品(A.2.5)适量,置于量瓶中,加入甲醇(A.2.2)制成1mg/mL的对照品溶液。

A.4.3 展开剂

将甲醇(A.2.2)、冰醋酸(A.2.3)、水按体积比5:1:4充分混匀,作为展开剂。

A.4.4 检识

使用点样器吸取对照品溶液(A.4.2)、供试品溶液(A.4.1)各2 μL ,分别点于同一聚酰胺薄层板上,以展开剂展开,待展距>8cm时,取出,晾干,置于365 nm紫外光灯下检视,拍照。

A.5 结果判定

在紫外光灯365 nm下,观察供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,是否显示相同的斑点。

附 录 B
(资料性)
毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷含量的测定方法

B.1 方法原理

供试品经80%甲醇提取，提取液滤过；对照品毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷用甲醇溶解，滤过，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(CH₃OH)：色谱纯。

B.2.3 乙腈(CH₃CN)：色谱纯。

B.2.4 磷酸(H₃PO₄)：色谱纯。

B.2.5 毛蕊花糖苷(化学式：C₂₉H₃₆O₁₅，CAS：61276-17-3，纯度≥95%)。

B.2.6 异毛蕊花糖苷(化学式：C₂₉H₃₆O₁₅，CAS：61303-17-7，纯度≥95%)。

B.2.7 毛蕊花糖苷对照品溶液：称取毛蕊花糖苷对照品(B.2.4)适量，加甲醇(B.2.2)制成每1 mL含毛蕊花糖苷1 mg的对照品溶液，即得。

B.2.8 异毛蕊花糖苷对照品溶液：称取异毛蕊花糖苷对照品(B.2.4)适量，加甲醇(B.2.2)制成每1 mL含异毛蕊花糖苷1 mg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。

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 供试品溶液制备

称取样品粉末(过二号筛)0.2000g，精密称定，精密加入80% 甲醇10 mL，称定重量，超声处理(功率400 W，频率40 KHz)30 min，放冷后，再次称定重量，使用80%甲醇补足减失的重量，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 5 μm，4.6 mm×250 mm；

——流动相：乙腈(A)-0.1%磷酸溶液(B) (0~30 min，A：18→20；30~31 min，A：20→70；31~40 min，A：70→70；40~41 min，A：70→18；41~45 min，A：18→18)；

——流速：1.0 mL/min；

——检测波长：330 nm；

——进样量：10 μL。

B.5.2 定量测定

吸取供试品溶液(B.4)和毛蕊花糖苷(B.2.7)、异毛蕊花糖苷(B.2.8)对照品溶液各10 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

吸取乙腈-0.1%磷酸水溶液10 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

分别以毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷为标准峰，按照式（B.1）计算各成分的量。

$$X = \frac{A_i \times \rho \times n}{m \times A_2 \times 10^6} \times 100\% \quad (\text{B.1})$$

式中：

X ——试样中成分的含量，单位为百分比（%）；

ρ ——对照品浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

A_i ——待测成分峰面积；

n ——稀释倍数；

m ——取样的质量，单位为克（g）；

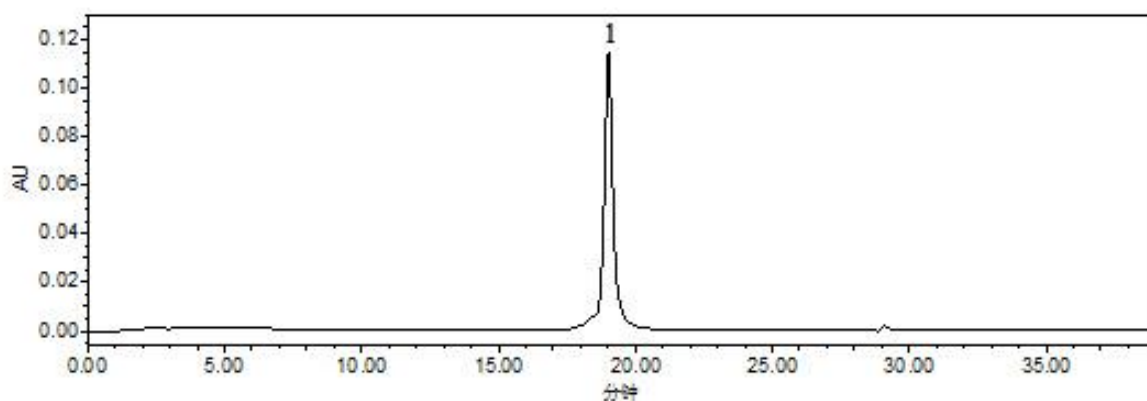
A_2 ——对照品峰面积。

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） $\leq 3\%$ 。

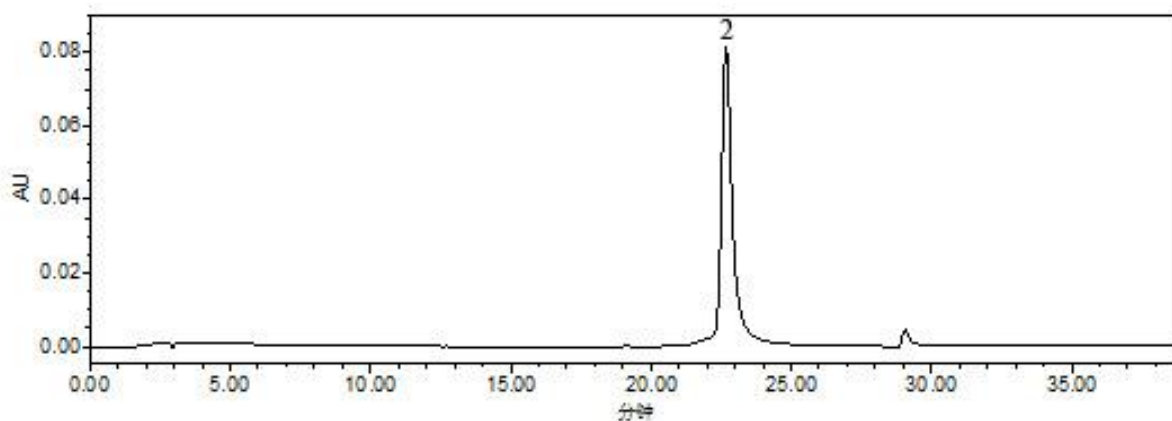
B.8 毛蕊花糖苷、异毛蕊花糖苷和苦郎树枝叶液相色谱图

图 B.1 毛蕊花糖苷对照品高效液相色谱图



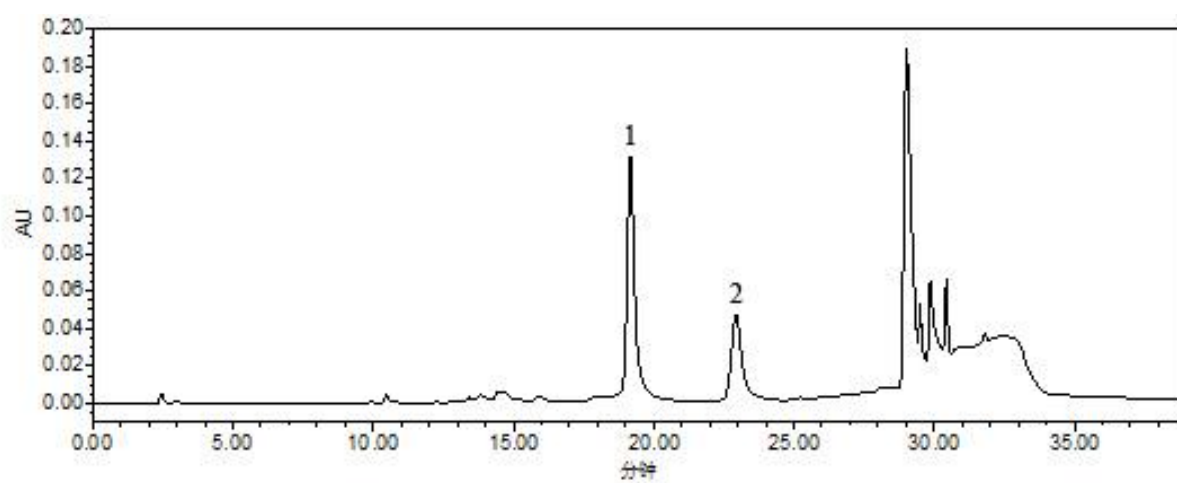
注：1.毛蕊花糖苷

图 B.2 异毛蕊花糖苷对照品高效液相色谱图



注：2.异毛蕊花糖苷

图 B.3 苦郎树枝叶高效液相色谱图



注：1.毛蕊花糖苷 2.异毛蕊花糖苷