

ICS 点击此处添加 ICS 号

CCS 点击此处添加 CCS 号

T/GXAQ

广西质量协会团体标准

T/GXAQ XXXX—2024

拟草果

Amomum paratsao-ko S.Q.Tong et Y.M.

（征求意见稿）

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

广西质量协会 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。

本文件由广西质量协会归口。

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，广西中医药大学，中国科学院昆明植物研究所。

本文件主要起草人：柴玲、胡仁传、冯军、林霄、刘布鸣、王跃虎、陈明生、袁健童、黄云峰、杨珺、罗吉凤。

拟草果

1 范围

本文件界定了拟草果的术语和定义,规定了要求、检验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本文件适用于拟草果的生产、销售、鉴定、使用及质量分析与控制。

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/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

拟草果 *Amomum paratsao-ko* S. Q. Tong et Y.M.
姜科植物拟草果 (*Amomum paratsao-ko* S.Q.Tong et Y.M.) 的干燥果实。

4 要求

4.1 原料要求

应无杂质,无腐烂,无霉变。

4.2 性状要求

应符合表1的规定。

表 1 感官要求

项目	要求
性状	本品呈倒卵形或长圆形,有的具不明显的三钝棱,长 2.5~3.3cm,直径 1.2~2.5cm,表面灰白色至淡棕色,具纵沟及棱线,顶端有类圆形突起的宿萼残基,基部有果梗或果梗痕。果皮质坚韧。剥去外皮,种子团倒卵形,中间有淡黄色隔膜,将种子团分成 3 瓣,每瓣有种子 7~18 粒,种子多为不规则锥状多面体,长 4~6mm,宽 2~3mm,外被灰白色膜质的假种皮,合点位于侧面近背部,合点与脐点之间有一沟状种脊;质硬,胚乳灰白色
色泽	表面灰白色至淡棕色
组织形态	干果有的具三钝棱。表面具纵沟及棱线,顶端有类圆形突起的宿萼残基;果实去壳后中间有淡黄色隔膜,将种子团分成3瓣,种子多为不规则锥状多面体,质硬,胚乳灰白色
气味、滋味	有特异香气,味辛凉、微苦

4.3 显微要求

应符合表2的规定。

表2 显微要求

项目	要求
显微鉴别	(1) 种子横切面：假种皮表皮细胞数列，方形或多角形，内含淀粉粒。种皮表皮细胞1列，长方形，壁较厚；下皮细胞为1列扁圆形的薄壁细胞，切向延长。油细胞层细胞1列，方形或类方形，淡黄色，含黄色油滴。色素层细胞为数列方形、多角形或皱缩的细胞，内含棕红色色素。内种皮为1列栅状石细胞，棕红色，外壁薄，内壁厚，胞腔小，内含硅质块。外胚乳细胞类圆形或长条形，含有淀粉粒及细小的草酸钙簇晶和方晶。内胚乳细胞椭圆形或类圆形。胚椭圆形。 (2) 果实粉末：淡黄色。内种皮栅状细胞棕红色，壁厚，胞腔小，内含硅质块。种皮表皮细胞表面观长条形，棕黄色，壁较厚，常与下皮细胞垂直排列。外胚乳细胞长方形，直径18~26 μm，长至160 μm，内含淀粉粒及细小的草酸钙簇晶和方晶。内胚乳细胞椭圆形或类圆形。色素层细胞不规则形，含棕红色物质，有的破碎。果皮纤维稍弯曲，壁薄，直径10~16 μm。油细胞类圆形或不规则形，淡黄色，含黄色小油滴。导管为螺纹导管，直径16~26 μm。果皮表皮细胞多角形，壁较厚。

4.4 理化要求

应符合表3的规定。

表 3 理化指标

项目	指标
薄层色谱鉴别	检出鼠李柠檬素斑点
水分	≤14.0%
总灰分	≤8.0%
浸出物	≥7.0%
挥发油	≥0.3%
鼠李素	≥0.6 mg/g
鼠李柠檬素	≥2.0 mg/g
3,5-二羟基-7,4'-二甲氧基黄酮	≥0.3 mg/g

5 检验方法

5.1 感官检验

随机取适量拟草果样品，置于清洁的白色托盘中，在自然光下观测样品的色泽、组织形态；在室温环境下，测量果实直径，嗅其气味，品尝其滋味。

5.2 显微检验

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。

5.3 理化检验

5.3.1 薄层色谱鉴别

按附录A规定的方法鉴别。

5.3.2 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。

5.3.3 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。

5.3.4 浸出物

按《中华人民共和国药典》（2020年版）（四部通则2201）醇溶性浸出物测定法进行测定，以乙醇作为溶剂。

5.3.5 挥发油

按《中华人民共和国药典》（2020年版）（四部通则2204）挥发油测定法甲法进行测定。

5.3.6 鼠李素、鼠李柠檬素、3,5-二羟基-7,4'-二甲氧基黄酮的含量

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)
拟草果的鉴别

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。

A.2.3 石油醚(60~90 ℃)。

A.2.4 乙酸乙酯。

A.2.5 甲酸。

A.2.6 鼠李柠檬素对照品 (≥98%)。

A.2.7 三氯化铝。

A.2.8 乙醇。

A.3 仪器设备

A.3.1 分析天平：感量0.01g、0.01mg。

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 定量点样毛细管：2 μl。

A.3.7 薄层层析硅胶G板。

A.3.8 薄层色谱展开槽。

A.3.9 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0.5 g（精确至0.01 g），置于具塞锥形瓶中，加入甲醇30 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1 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

称取鼠李柠檬素（A.2.6）对照品适量，置于量瓶中，加入甲醇（A.2.2）制成1 mg/ml的对照品溶液。

A.4.3 展开剂

将石油醚（A.2.3）、乙酸乙酯（A.2.4）、甲酸（A.2.5）按体积比3:1:0.15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.2.8）溶液按质量体积比配制成1%的三氯化铝乙醇溶液，摇匀，即得。随配随用。

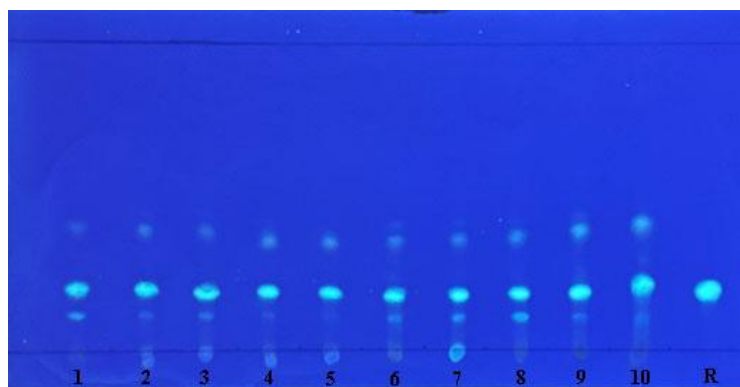
A.4.5 检识

使用点样毛细管吸取供试品溶液（A.4.1）、对照品溶液（A.4.2）各2 μ l，分别点于同硅胶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（A.4.4），105 $^{\circ}$ C加热1 min，置于365 nm紫外光灯下检视。

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，是否显示相同颜色的荧光斑点。

A.6 拟草果药材薄层色谱图



注：1~10. 拟草果药材 R. 鼠李柠檬素对照品

图 A.1 拟草果药材薄层色谱图

附 录 B

(资料性)

鼠李素、鼠李柠檬素、3,5-二羟基-7,4'-二甲氧基黄酮含量的测定方法

B.1 方法原理

供试品经甲醇提取，提取液滤过；鼠李素、鼠李柠檬素、3,5-二羟基-7,4'-二甲氧基黄酮对照品用甲醇溶解，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：色谱纯。

B.2.3 乙腈：色谱纯。

B.2.4 磷酸：色谱纯。

B.2.5 鼠李素（CAS：90-19-7，纯度≥98%）。

B.2.6 鼠李柠檬素（CAS：569-92-6，纯度≥98%）。

B.2.7 3,5-二羟基-7,4'-二甲氧基黄酮（CAS：15486-33-6，纯度≥98%）

B.2.8 混合对照品溶液：分别取鼠李素、鼠李柠檬素、3,5-二羟基-7,4'-二甲氧基黄酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成质量浓度分别为0.060、0.204、0.092 mg/mL的对照品储备液，分别精密吸取对照品储备液1.0 ml、5 ml、2 ml至20 ml量瓶，加甲醇至刻度，摇匀，0.22 μm微孔滤膜滤过，取续滤液，即得鼠李素、鼠李柠檬素、3,5-二羟基-7,4'-二甲氧基黄酮质量浓度分别约为30.0、50.0、9.0 μg/ml的混合对照品溶液。

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0.01 mg。

B.4 供试品溶液制备

称取样品粉末（过三号筛）约1.0 g，精密称定，精密加入甲醇50 ml，称定重量，回流提取1 h，放冷后，再次称定重量，使用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）-0.2%磷酸溶液（B）（0~10 min，30%A；10~65 min，30%→90%A）；

——流速：1.0 ml/min；

——检测波长：366 nm；

——进样量：10 μl。

B.5.2 定量测定

吸取供试品溶液（B.4）和鼠李素、鼠李柠檬素、3,5-二羟基-7,4'-二甲氧基黄酮（B.2.8）混合对照品溶液各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.6 结果计算

分别以鼠李素、鼠李柠檬素、3,5-二羟基-7,4'-二甲氧基黄酮为标准峰，按照式（B.1）计算各成分的量。

$$X = \frac{A_x \times C_s \times V_x}{A_s \times m \times 10^6} \times 100\% \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：
X——供试品中成分的含量，单位为百分比（%）；
C_s——对照品浓度，单位为微克每毫升（μg/ml）；
A_x——待测成分峰面积；
V_x——供试品体积，单位为毫升（ml）；
m——供试品取样量，单位为克（g）；
A_s——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）≤3.0%。

B.8 鼠李素、鼠李柠檬素、3,5-二羟基-7,4'-二甲氧基黄酮混合对照品和拟草果高效液相色谱图

鼠李素、鼠李柠檬素、3,5-二羟基-7,4'-二甲氧基黄酮对照品高效液相色谱图见图B.1。

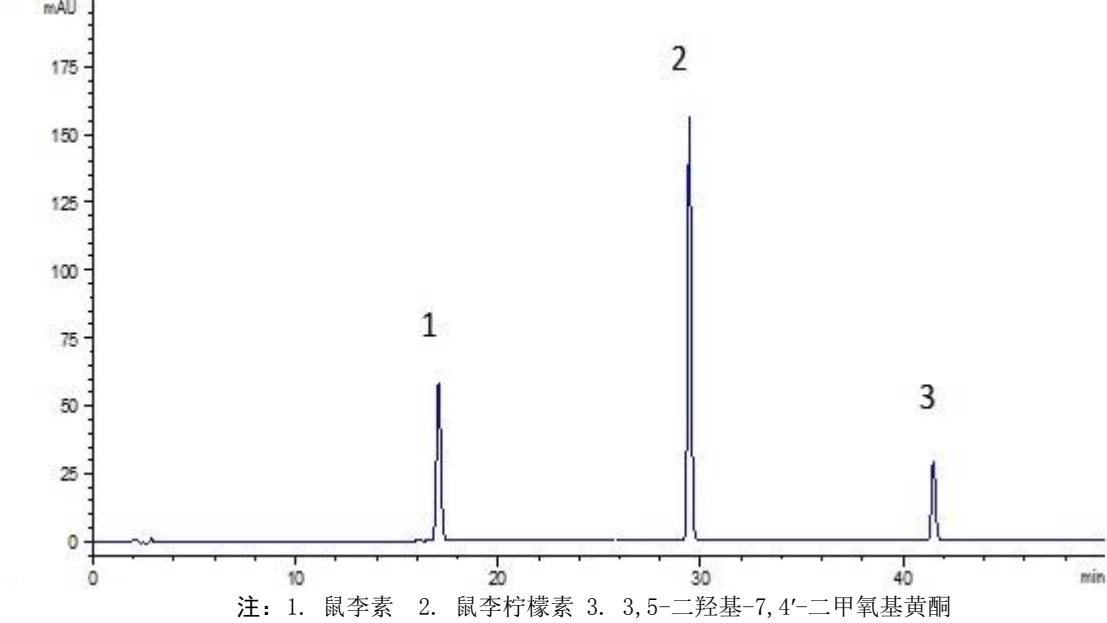


图 B.1 鼠李素、鼠李柠檬素、3,5-二羟基-7,4'-二甲氧基黄酮混合对照品 HPLC 色谱图

拟草果药材高效液相色谱图见图 B.2。

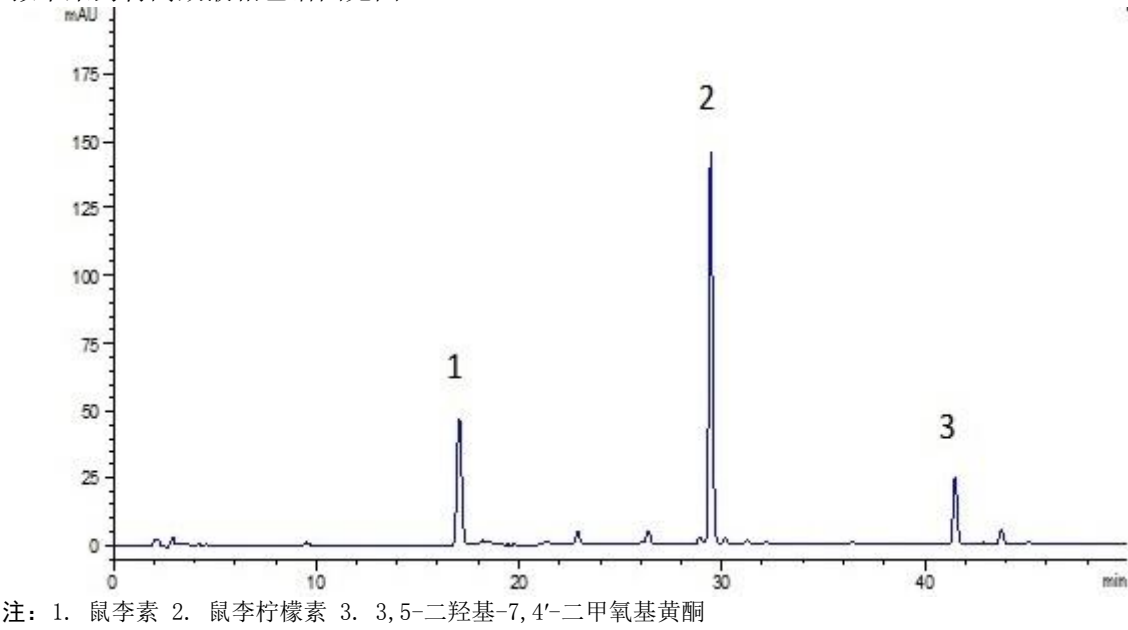


图 B. 2 拟草果药材高效液相色谱图