

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 362—2022

玉叶金花

Yuyejinhua

2022 – 08 – 15 发布

2022 – 08 – 21 实施

广西标准化协会 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药品监督管理局提出、归口并宣贯。

本文件起草单位：广西壮族自治区食品药品检验所、桂林三金集团股份有限公司、培力（南宁）药业有限公司、广西苗瑶壮医药发展有限公司、广西仙荣中药科技有限公司、广西强寿药业集团有限公司、广西维威制药有限公司、广西柳药创新研究院有限公司、广西东兰县天然中草药种植有限责任公司。

本文件主要起草人：罗轶、林雀跃、朱雪妍、陈俊、黄清泉、张颖婷、黄莉莉、白桂昌、罗永强、滕爱君、吴桂凡、张涛、何春花、韦红言、黎海珍、颜飞斌、黄团心。

玉叶金花

1 范围

本文件界定了玉叶金花的术语和定义，规定了要求、标志、包装、运输和贮存，描述了相应的检验方法及检验规则。

本文件适用于以茜草科植物玉叶金花(*Mussaenda pubescens* Ait. f.)的干燥根和茎为原料，经洗净、切段、干燥的玉叶金花药材。

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

玉叶金花 yuyejinhua

一种以茜草科植物玉叶金花(*Mussaenda pubescens* Ait. f.)的干燥根和茎为原料，经洗净、切段、干燥的药材。

4 要求

4.1 玉叶金花定性鉴别

应符合附录A的要求。

4.2 原料要求

应无虫蛀，无腐烂，无霉变，无污染。

4.3 感官要求

应符合表1的要求。

表1 感官要求

项目	根	茎
色泽	表面红棕色或淡绿色，断面黄白色或淡黄绿色	表面棕色或棕褐色，断面黄白色或淡黄绿色，髓部白色
形态	主根呈圆柱形，具细侧根	呈圆柱形，表面具细纵皱纹、点状皮孔及叶柄痕，髓部明显
气味、滋味	气微，味淡，无异味	
质地	质坚硬，不易折断	

4.4 理化指标

应符合表2的要求。

表2 理化指标

项目	指标
水分/（%）	≤ 14.0
总灰分/（%）	≤ 9.0
酸不溶性灰分/（%）	≤ 2.0
浸出物/（%）	≥ 10.0
绿原酸、异绿原酸A、异绿原酸B、异绿原酸C的含量总和/（%）	≥ 0.20

5 检验方法

5.1 感官要求

随机取适量样品，置于清洁的白色托盘中，在自然光下以正常视力观测样品整体及其断面的色泽、形态；用手折样品，判断其质地坚硬程度；在室温环境下，嗅其气味。

5.2 理化指标

5.2.1 水分

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

5.2.2 总灰分

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

5.2.3 酸不溶性灰分

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

5.2.4 浸出物

按《中华人民共和国药典（2020年版）》水溶性浸出物测定法（四部通则2201）项下的热浸法进行测定。

5.2.5 玉叶金花中绿原酸、异绿原酸A、异绿原酸B、异绿原酸C含量总和的测定

按附录B进行测定。

6 检验规则

6.1 组批

以同一产地、同一时期收获、同一规格的同一种为一组批。

6.2 抽样

从每一组批随机抽样，取样方法应符合《中华人民共和国药典（2020版）》药材和饮片取样法（四部通则0211）的要求，抽样数量应满足检验要求。

6.3 判定规则

6.3.1 全部项目的检验结果符合本文件要求时，判定该批产品为合格品。

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

外包装应标明品名、产地、日期等信息，并附有质量合格的标志。包装贮运图示标志应符合GB/T 191以及国家有关规定。

7.2 包装

包装材料应清洁、干燥、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、干燥、无异味、有蓬盖，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。运输中应轻装、轻卸、防湿、防潮、防晒。

7.4 贮存

置于通风干燥、阴凉、清洁、无异味的场所贮存，防蛀。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
(规范性)
玉叶金花的定性鉴别

A.1 原理

将试样溶液点于薄层板上,在展开容器内用展开剂展开,使试样所含的成分分离,所得色谱图与玉叶金花对照药材按同法所得的色谱图对比,在相应位置上显相同颜色的斑点。

A.2 试剂和材料

A.2.1 试剂

A.2.1.1 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.2.1.2 乙醇($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)。

A.2.1.3 铁氰化钾($\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$)。

A.2.1.4 甲醇(CH_3OH)。

A.2.1.5 甲酸(CH_2O_2)。

A.2.1.6 乙酸丁酯($\text{CHCOO}(\text{CH}_2)_3\text{CH}$)。

A.2.1.7 三氯化铁(FeCl_3)。

A.2.2 试剂配制

A.2.2.1 展开剂:将乙酸丁酯(A.2.1.6)一甲酸(A.2.1.5)一水(体积比:7.5—2.5—2.5)充分混匀,静置分层后,取上层溶液。

A.2.2.2 显色剂:取三氯化铁(A.2.1.7)与乙醇(A.2.1.2)溶液按质量体积比配制成1%的三氯化铁乙醇溶液,再取铁氰化钾(A.2.1.3)与水按质量体积比配制成1%的溶液,两种溶液按体积比1:1等量混合,摇匀,即得。随配随用。

A.2.3 对照药材

玉叶金花对照药材。

A.2.4 对照药材溶液配制

称取玉叶金花对照药材(A.2.3)粉末1g(精确至0.1g),置于具塞锥形瓶中,精密加入甲醇(A.2.1.4)20 mL,密塞,超声处理30 min,放冷,用定性滤纸过滤,蒸干,残渣加甲醇(A.2.4)2 mL使溶解,即得。

A.2.5 材料

A.2.5.1 定性滤纸。

A.2.5.2 硅胶G薄层预制板。

A.3 仪器设备

A.3.1 点样器。

A.3.2 电子天平:感量0.1 g。

A.3.3 薄层色谱展开容器:使用与薄层板适宜大小的专用平底或双槽展开缸。

A.3.4 检视装置:装有可见光、365 nm紫外光光源及相应滤光片的暗箱。

A.3.5 超声波清洗器:总功率800 W,40 kHz。

A.3.6 显色装置:玻璃喷雾瓶或专用喷雾器。

A.3.7 电热干燥箱。

A. 3. 8 粉碎机。

A. 3. 9 二号筛（24目）。

A. 4 分析步骤

A. 4. 1 试样溶液配制

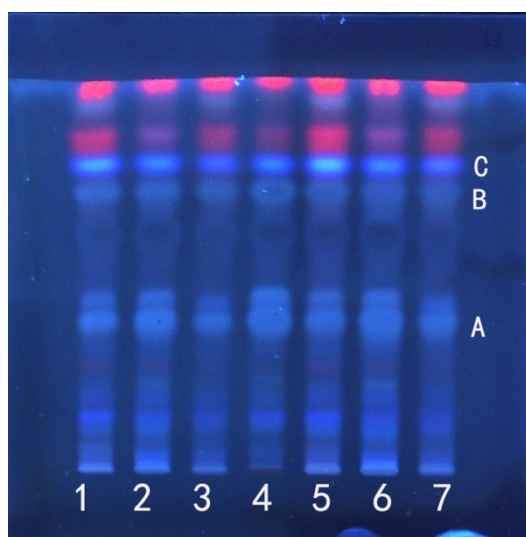
试样用粉碎机充分粉碎并搅拌均匀，过二号筛（24目），称取试样粉末1 g（精确至0.1 g），置于具塞锥形瓶中，精密加入甲醇（A. 2. 1. 4）20 mL，密塞，超声处理30 min，放冷，用定性滤纸过滤，蒸干，残渣加甲醇（A. 2. 1. 4）2 mL使溶解，即得。

A. 4. 2 测定

使用点样器分别吸取对照药材溶液（A. 2. 4）、试样溶液（A. 4. 1）各5 μ L，分别点于同一硅胶G薄层板上，以展开剂（A. 2. 2. 1）展开，待展距>8 cm时，取出，晾干，置于365 nm紫外光灯下检视；再喷显色剂（A. 2. 2. 2），置于电热干燥箱（105 $^{\circ}$ C）加热至斑点显色清晰，置于日光下检视。

A. 5 结果判定

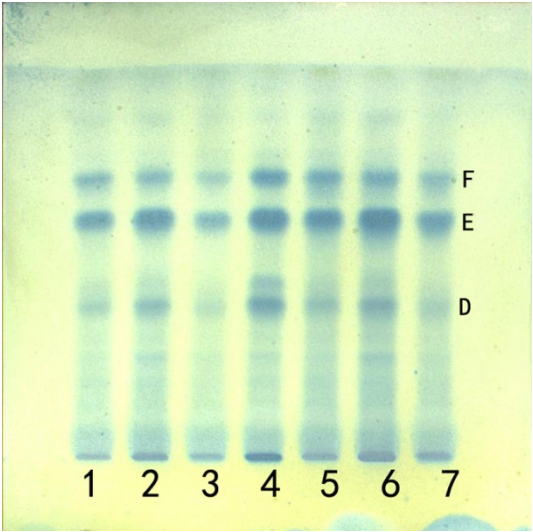
在紫外光灯365 nm下观察，试样薄层色谱图与对照药材薄层色谱图在相应位置上显相同颜色的蓝色荧光斑点，见图A. 1；显色后，在日光下观察，试样薄层色谱图与对照药材薄层色谱图在相应位置上显相同颜色的蓝色斑点，见图A. 2。



注：

- 1——试样1（点样量：3 μ L）；
- 2——试样2（点样量：3 μ L）；
- 3——试样3（点样量：3 μ L）；
- 4——玉叶金花对照药材（点样量：5 μ L）；
- 5——试样1（点样量：5 μ L）；
- 6——试样2（点样量：5 μ L）；
- 7——试样3（点样量：5 μ L）；
- A——荧光主斑点；
- B——荧光主斑点；
- C——荧光主斑点。

图A. 1 试样薄层色谱图与对照药材的薄层色谱图对比（365 nm 紫外光）



注：
1——试样1（点样量：3 μL ）；
2——试样2（点样量：3 μL ）；
3——试样3（点样量：3 μL ）；
4——玉叶金花对照药材（点样量：5 μL ）；
5——试样1（点样量：5 μL ）；
6——试样2（点样量：5 μL ）；
7——试样3（点样量：5 μL ）；
D——蓝色斑点；
E——蓝色斑点；
F——蓝色斑点。

图A. 2 试样薄层色谱图与对照药材的薄层色谱图对比（日光）

附录 B (规范性)

玉叶金花中绿原酸、异绿原酸 A、异绿原酸 B、异绿原酸 C 含量总和的测定方法

B.1 原理

试样中组分(绿原酸、异绿原酸A、异绿原酸B、异绿原酸C)经用50%甲醇溶液和超声辅助提取,提取液经过滤后,采用高效液相色谱法分离及在254nm下测定,记录峰面积,以绿原酸为内标物,分别建立异绿原酸B、异绿原酸A、异绿原酸C的相对校正因子,从而计算出各组分的含量。

B.2 试剂和材料

B.2.1 试剂

B.2.1.1 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.2.1.2 乙腈(C_2H_5N):色谱纯。

B.2.1.3 甲醇(CH_3OH)。

B.2.1.4 磷酸(H_3PO_4)。

B.2.2 试剂配制

B.2.2.1 50%甲醇溶液:取 50 mL 甲醇(B.2.1.3)置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得。

B.2.2.2 流动相 B: 0.4%磷酸溶液,取 4 mL 磷酸(B.2.1.4)置于 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得。

B.2.3 对照品

绿原酸对照品(化学式: $C_{16}H_{18}O_9$, CAS号: 327-97-9)。

B.2.4 对照品溶液配制

称取绿原酸对照品(B.2.3)10 mg(精确至0.0001 g),置于100 mL容量瓶中,加50%甲醇溶液(B.2.2.1)溶解并稀释至刻度,摇匀,即得绿原酸对照品溶液。

B.3 滤膜

有机系,微孔,孔径0.45 μm 。

B.4 仪器设备

B.4.1 高效液相色谱仪:配备二极管阵列检测器或紫外检测器。

B.4.2 电子天平:感量为0.01 g和0.0001 g。

B.4.3 超声波清洗器:总功率800 W, 40 kHz。

B.4.4 粉碎机。

B.4.5 二号筛(24目)。

B.5 分析步骤

B.5.1 试样溶液配制

试样用粉碎机充分粉碎并搅拌均匀,过二号筛,精密称取0.50 g试样粉末置于具塞锥形瓶中,精密加入20 mL 50%甲醇溶液(B.2.2.1),密塞,称定重量,用超声波清洗器(320 W, 40 kHz)进行超声处理30 min,取出,放冷,称定重量,用50%甲醇(B.2.2.1)补足减失的重量,摇匀,用微孔滤膜过滤,取续滤液,即得。

B.5.2 高效液相色谱条件

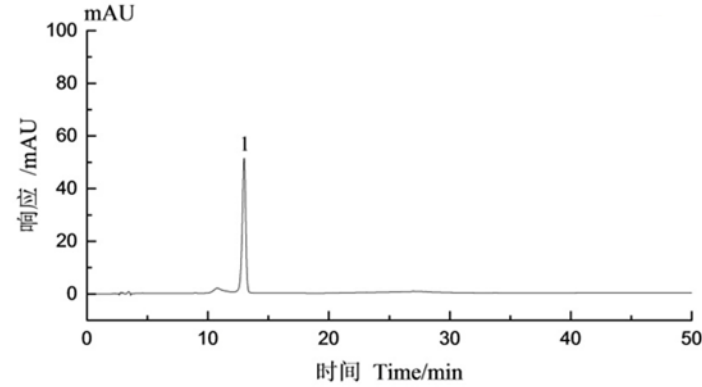
- 高效液相色谱条件如下：
- 色谱柱：C18，粒径 5 μm ，250 mm $\times$ 4.6 mm；
 - 流动相 A：乙腈，流动相 B：0.4%磷酸溶液，洗脱梯度见表 B.1；
 - 流速：1.0 mL/min；
 - 检测波长：254 nm；

表B.1 高效液相色谱洗脱梯度条件

时间 (min)	流速 (mL/min)	流动相A (%)	流动相B (%)
0~15	1.0	11	89
15~25	1.0	11 $\rightarrow$ 20	89 $\rightarrow$ 80
25~50	1.0	20	80

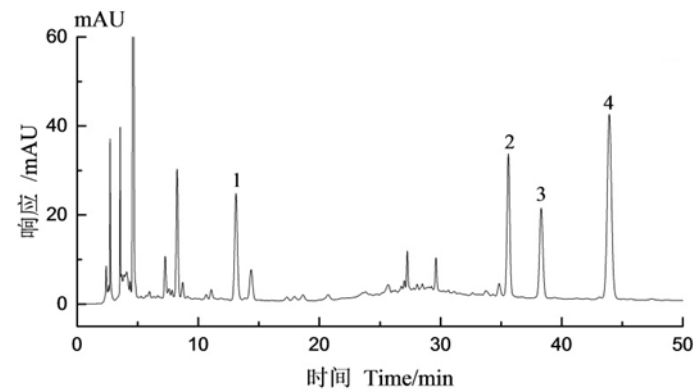
B.5.3 测定

吸取试样溶液（B.5.1）和绿原酸对照品溶液（B.2.4）各10 μL ，注入高效液相色谱仪，按B.5.2规定的条件进行测定，记录图谱。绿原酸对照品液相色谱图见图B.1，玉叶金花样品液相色谱图见图B.2。



注：1——绿原酸对照品。

图B.1 绿原酸对照品液相色谱图



- 注：
- 1——绿原酸；
 - 2——异绿原酸B；
 - 3——异绿原酸A；
 - 4——异绿原酸C。

图B.2 试样溶液液相色谱图

B.6 结果计算

B.6.1 以绿原酸对照品为内标物，对照表B.2中相对校正因子，按照式（B.1）计算各组分的含量。

表B.2 玉叶金花4种成分相对保留时间和相对校正因子

成分名称	相对保留时间（s）	相对校正因子
绿原酸	1.00	1.0000
异绿原酸B	2.71（±5%）	1.3882
异绿原酸A	2.92（±5%）	1.0587
异绿原酸C	3.37（±5%）	1.3029

$$\omega_i = \frac{A_i \times \rho \times f_i \times V}{A \times m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

ω_i ——试样中各组分的含量，单位为百分比（%）；

A_i ——各待测组分峰面积；

ρ ——绿原酸对照品浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

f_i ——各待测组分相对校正因子；

V ——稀释倍数；

A ——绿原酸对照品峰面积；

m ——试样的取样量，单位为克（g）；

1 000——换算系数。

结果保留3位有效数字。

B.6.2 玉叶金花中绿原酸、异绿原酸A、异绿原酸B、异绿原酸C含量按照式（B.1）计算后，将4个成分的含量相加求出含量总和。

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）≤5%。

B.8 检出限和定量限

当信噪比为3时，测得绿原酸、异绿原酸A、异绿原酸B、异绿原酸C的检出限；当信噪比为10时，测得绿原酸、异绿原酸A、异绿原酸B、异绿原酸C的定量限，具体见表B.3。

表B.3 检出限与定量限

信噪比	项目	绿原酸	异绿原酸A	异绿原酸B	异绿原酸C
3	检出限（ng）	1.0	1.0	0.9	1.3
10	定量限（ng）	3.2	3.3	3.1	4.4

参 考 文 献

- [1] 中华人民共和国药典（2020年版）
 - [2] 广西壮族自治区壮药质量标准第一卷（2008年版）
-

中华人民共和国团体标准

玉叶金花

T/GXAS 362—2022

广西标准化协会统一印制

版权专有 侵权必究