|  |  |
| --- | --- |
| CCS | C23 |

|  |
| --- |
| / |

泸州天植农业科技有限公司企业标准

Q/LTZ 0005—2025

川产道地药材"三五二"工程

药材及饮片质量标准

枳壳

2025 - XX - XX发布

2025 - XX - XX实施

泸州天植农业科技有限公司  发布

目次

[前言 II](#_Toc212577255)

[引言 III](#_Toc212577256)

[1 范围 1](#_Toc212577257)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc212577258)

[3 术语和定义 1](#_Toc212577259)

[4 枳壳药材质量要求 1](#_Toc212577260)

[5 枳壳饮片质量要求 3](#_Toc212577261)

[附录A（资料性） 枳壳药材图 4](#_Toc212577262)

[附录B（资料性） 枳壳饮片图 5](#_Toc212577263)

[附录C（资料性） 枳壳药材及饮片显微鉴别图 6](#_Toc212577264)

[附录D（资料性） 枳壳药材及饮片薄层鉴别图 7](#_Toc212577265)

[附录E（规范性） 枳壳特征图谱 8](#_Toc212577266)

1. 前言

本文件参照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。

本文件由泸州天植农业科技有限公司和四川天植中药股份有限公司共同提出并解释。

本文件起草单位：成都中医药大学、四川天植中药股份有限公司、泸州天植农业科技有限公司。

本文件主要起草人：李敏、张添植、冉淳莹、王浩涵、彭小玲、殷莉丽、马彦红、蔡晓洋、杨永泓、李玲、包胜、喻涛、陈亮。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——本次为首次发布。

1. 引言

四川省人民政府高度重视川产道地药材产业发展，2020年四川省药品监督管理局等11个部门联合发布了《关于印发川产道地药材全产业链管理规范及质量标准提升示范工程工作方案的通知》（川药监发〔2020〕69号），明确提出了“三标准五规范二体系” （三五二）的工作目标，致力于促进川产道地药材及饮片质量提升，进一步推动企业向中药材产地延伸产业链，提升中药材及饮片质量安全保障能力及市场竞争力，促进中药材及饮片市场健康发展。枳壳作为重要的川产道地药材之一，享誉全国，是川产道地药材产业发展的重要内容。

目前泸州市已形成连片集约的枳壳种植产业，产业优势明显。为了进一步提升枳壳（酸橙）中药材质量，规范企业生产行为，提高生产效益，在泸州市市场监督管理局、泸县农业农村局的支持下，我公司联合成都中医药大学、四川天植中药股份有限公司积极贯彻“三五二”文件精神，在泸州市泸县开展枳壳全产业链生产技术规范及质量标准提升研究，共同起草制定了以下10个文件，用以指导枳壳生产。

——1.川产道地药材“三五二”工程 种苗标准 枳壳

——2.川产道地药材“三五二”工程 种苗繁育技术规范 枳壳

——3.川产道地药材“三五二”工程 种植技术规范 枳壳

——4.川产道地药材“三五二”工程 采收及产地初加工技术规范 枳壳

——5.川产道地药材“三五二”工程 产地趁鲜加工与炮制一体化技术规范 枳壳

——6.川产道地药材“三五二”工程 药材及饮片质量标准 枳壳

——7.川产道地药材“三五二”工程 商品规格等级标准 枳壳

——8.川产道地药材“三五二”工程 包装贮藏运输技术规范 枳壳

——9.川产道地药材“三五二”工程 质量追溯体系要求 枳壳

——10.川产道地药材“三五二”工程 川产道地药材备案申请表 枳壳

《川产道地药材“三五二”工程 药材及饮片质量标准 枳壳》（Q/LTZ 0005）在《中华人民共和国药典》枳壳标准的基础上，结合本企业生产枳壳的质量特色与生产实际制定，用于企业对枳壳的质量控制。

川产道地药材"三五二"工程

药材及饮片质量标准

枳壳

* 1. 范围

本文件规定了枳壳药材及饮片质量标准的术语和定义、枳壳药材质量要求、枳壳饮片质量要求。

本文件适用于泸州天植农业科技有限公司所产枳壳药材及四川天植中药股份有限公司所产枳壳饮片的质量检测。

* 1. 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。

《中华人民共和国药典》一部、四部

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

枳壳 Aurantii Fructus芸香科植物酸橙*Citrus aurantium* L.的干燥未成熟果实。

* 1. 枳壳药材质量要求
     1. 来源

本品为芸香科植物酸橙*Citrus aurantium* L.的干燥未成熟果实。果皮尚绿时采收，自中部横切为两半，晒干或低温干燥。或采收后趁鲜切薄片，干燥，称为“枳壳（鲜切片）”。

* + 1. 质量要求
       1. 性状

枳壳 本品呈半球形，直径3～5cm。外果皮棕褐色至褐色，有颗粒状突起，突起的顶端有凹点状油室；有明显的花柱残迹或果梗痕。切面中果皮黄白色，光滑而稍隆起，厚0.4～1.3cm，边缘散有1～2列油室，瓤囊7～12瓣，少数至15瓣，汁囊干缩呈棕色至棕褐色，内藏种子。质坚硬，不易折断。气清香，味苦、微酸。

枳壳（鲜切片） 本品呈不规则弧状条形薄片，切面外果皮青绿色至青褐色，中果皮黄白色或淡黄色（偶见淡粉红色），近外缘有1～2列点状油室，内侧有少量紫褐色瓤囊，质脆，易折。

* + - 1. 鉴别
         1. 显微鉴别

本品粉末黄白色或棕黄色。中果皮细胞类圆形或形状不规则，壁大多呈不均匀增厚。果皮表皮细胞表面观多角形、类方形或长方形，气孔环式，直径16～34μm，副卫细胞5～9个；侧面观外被角质层。汁囊组织淡黄色或无色，细胞多皱缩，并与下层细胞交错排列。草酸钙方晶存在于果皮和汁囊细胞中，呈斜方形、多面体形或双锥形，直径3～30μm。螺纹导管、网纹导管及管胞细小。

* + - * 1. 薄层鉴别

取本品粉末0.2g，加甲醇10ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇5ml使溶解，作为供试品溶液。另取柚皮苷对照品、新橙皮苷对照品，加甲醇制成每1ml各含0.5mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（《中华人民共和国药典》四部 通则0502）试验，吸取上述供试品溶液10μl、对照品溶液20μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（13：6：2）下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以3%三氯化铝乙醇溶液，在105℃加热约5分钟，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

* + - 1. 特征图谱

按照附录E进行检测。供试品色谱中应呈现10个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的10个特征峰相对应。其中峰3（柚皮苷）应与相应对照品参照物峰的保留时间相对应，峰8（马尔敏）应与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。

* + - 1. 检查
         1. 水分

按《中华人民共和国药典》四部 通则0832第四法进行测定，水分不得过12.0%。

* + - * 1. 总灰分

按《中华人民共和国药典》四部 通则2302进行测定，总灰分不得过7.0%。

* + - * 1. 重金属及有害元素

按《中华人民共和国药典》四部 通则2321进行测定，铅不得过5mg/kg、镉不得过1mg/kg、砷不得过2mg/kg、汞不得过0.2mg/kg、铜不得过20mg/kg。

* + - * 1. 农药残留

按《中华人民共和国药典》四部 通则2341第五法 药材及饮片（植物类）中禁用农药多残留测定法进行测定，应符合通则0212的要求。

按《中华人民共和国药典》四部 通则2341第四法 农药多残留量测定法进行测定，乙螨唑残留量应低于0.5mg/kg、噻虫嗪残留量应低于0.5mg/kg、螺螨酯残留量应低于0.5mg/kg。

按《中华人民共和国药典》四部 通则2341第六法 相关药材及饮片品种中农药多残留测定法进行测定，阿维菌素残留量应低于0.1mg/kg、戊唑醇残留量应低于3mg/kg、高效氯氟氰菊酯残留量应低于0.2mg/kg、百菌清残留量应低于2mg/kg。

* + - * 1. 二氧化硫残留

按《中华人民共和国药典》四部 通则2331第一法（酸碱滴定法）进行测定，二氧化硫残留量不得过30mg/kg。

* + - 1. 浸出物

按《中华人民共和国药典》四部 通则2201项下冷浸法进行检验，用水作溶剂，浸出物不得少于30.0%。

* + - 1. 含量测定

按《中华人民共和国药典》一部 枳壳含量测定项下进行测定。本品按干燥品计算，含柚皮苷（C27H32O14）不得少于4.5%，新橙皮苷（C28H34O15）不得少于3.5%。

* 1. 枳壳饮片质量要求
     1. 炮制

取枳壳，除去杂质，洗净，润透，切薄片，干燥后筛去碎落的瓤核。或取枳壳（鲜切片），筛去碎落的瓤核。

* + 1. 质量要求
       1. 性状

本品呈不规则弧状条形薄片，切面外果皮青绿色至青褐色，中果皮黄白色或淡黄色（鲜切饮片偶见淡粉红色），近外缘有1～2列点状油室，内侧有少量紫褐色瓤囊。

* + - 1. 鉴别

同4.2.2。

* + - 1. 特征图谱

同4.2.3。

* + - 1. 检查

同4.2.4。

* + - 1. 浸出物

同4.2.5。

* + - 1. 含量测定

同4.2.6。

2. （资料性）  
   枳壳药材图

枳壳药材 见图A.1、图A.2。



* 1. 枳壳药材图



* 1. 枳壳（鲜切片）图

1. （资料性）  
   枳壳饮片图

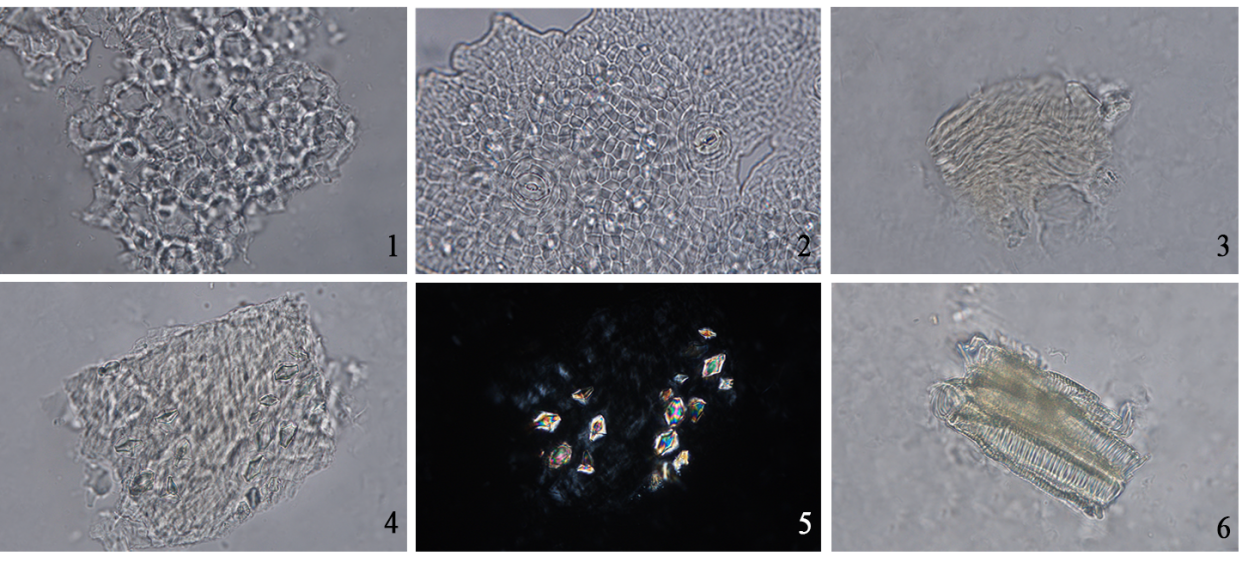
枳壳饮片 见图B.1。

C:\Users\ASUS\Desktop\图片2.tif

* 1. 枳壳饮片图

1. （资料性）  
   枳壳药材及饮片显微鉴别图

枳壳药材及饮片显微鉴别 见图C.1。

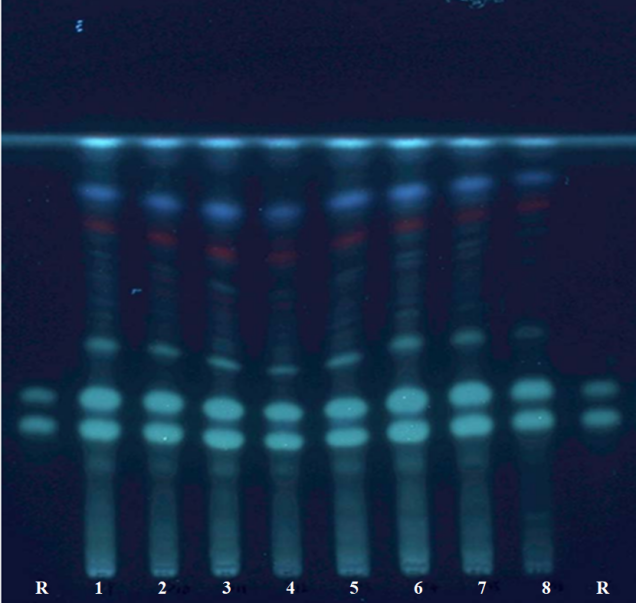


* 1. 枳壳药材及饮片显微鉴别图

1：中果皮细胞 2：果皮表皮细胞及气孔 3：汁囊细胞 4、5：草酸钙方晶 6：导管

1. （资料性）  
   枳壳药材及饮片薄层鉴别图

枳壳药材及饮片薄层鉴别 见图D.1。



* 1. 枳壳药材及饮片薄层鉴别图

1～4：枳壳药材；5～8：枳壳饮片；R：柚皮苷、新橙皮苷

1. （规范性）  
   枳壳特征图谱
   1. 色谱条件与系统适用性试验

以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇为流动相A，以0.1%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟1.0ml；柱温为35℃；检测波长为330nm。理论板数按柚皮苷峰计算应不低于3000。

* 1. 梯度洗脱程序表

| 时间（min） | 流动相A（%） | 流动相B（%） |
| --- | --- | --- |
| 0～12 | 25→33 | 75→67 |
| 12～21 | 33→41 | 67→59 |
| 21～30 | 41→42 | 59→58 |
| 30～40 | 42→59 | 58→41 |
| 40～53 | 59→72 | 41→28 |
| 53～60 | 72 | 28 |
| 60～65 | 72→100 | 28→0 |
| 65～70 | 100 | 0 |

* 1. 参照物溶液的制备

取枳壳对照药材约0.5g，置具塞锥形瓶中，加入75%甲醇25ml，超声处理45分钟，放冷，摇匀、滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取柚皮苷对照品、马尔敏对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含80μg的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

* 1. 供试品溶液的制备

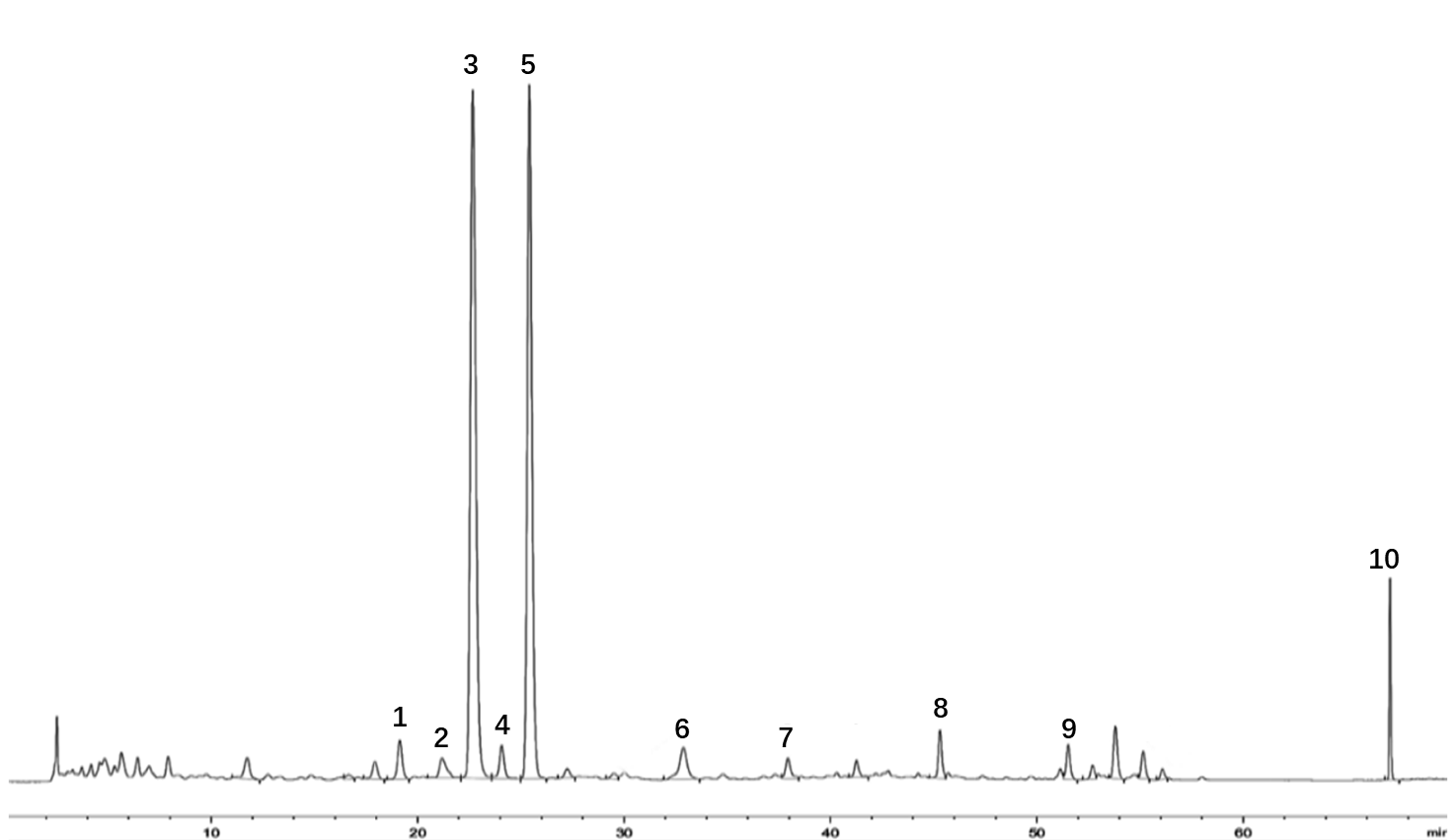
取本品粉末（过二号筛）0.5g，照对照药材参照物溶液制备方法同法制备供试品溶液。

* 1. 测定法

分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，记录色谱图，即得。

* 1. 枳壳药材特征图谱10个共有峰的相对保留时间及允许偏差

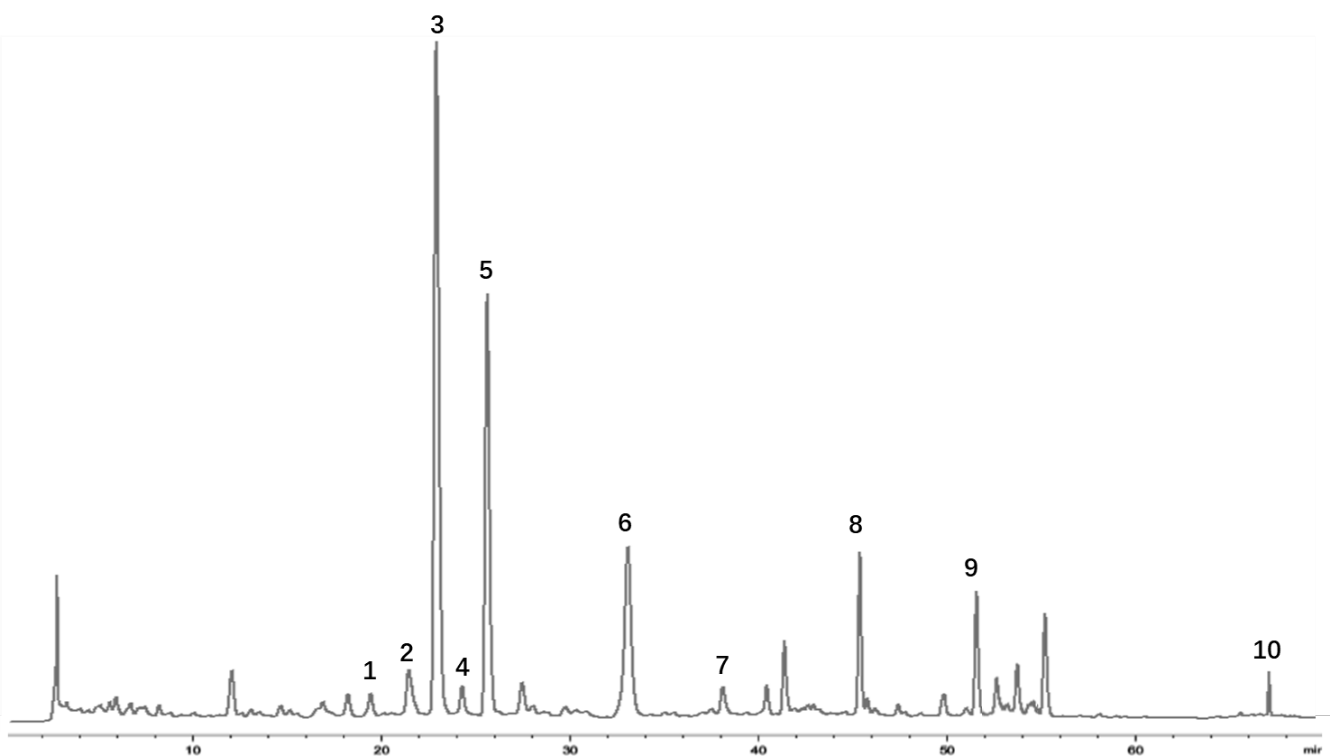
供试品色谱中应呈现与枳壳对照药材特征图谱相对应的10个特征峰，其中与柚皮苷参照物峰相应的峰为S1峰，计算峰1～峰2、峰4～峰6与S1峰的相对保留时间；其相对保留时间应在规定值的±10%之内，规定值为：0.84（峰1）、0.94（峰2）、1.06（峰4）、1.12（峰5）、1.45（峰6）。与马尔敏参照物峰相应的峰为S2峰，计算峰7、峰9～峰10与S2峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%之内。规定值为：0.84（峰7）、1.14（峰9）、1.48（峰10）。



峰1：新北美圣草苷；峰2：芸香柚皮苷；峰3：柚皮苷（S1）；峰4：橙皮苷；峰5：新橙皮苷；

峰6：水合橙皮内酯；峰7：枸橘苷；峰8：马尔敏（S2）；峰9：川陈皮素；峰10：橙皮油素

* 1. 枳壳特征图谱



峰1：新北美圣草苷；峰2：芸香柚皮苷；峰3：柚皮苷（S1）；峰4：橙皮苷；峰5：新橙皮苷；

峰6：水合橙皮内酯；峰7：枸橘苷；峰8：马尔敏（S2）；峰9：川陈皮素；峰10：橙皮油素

* 1. 枳壳对照药材特征图谱

