

T B

团 体 标 准

T/NAIAxxx-xxx

枸杞子

Goqizi

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发 布

前 言

本标准按照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。

本标准的全部技术内容为推荐性。

本标准在遵从《中华人民共和国药典》的基础上，提出枸杞子的标准。

本标准由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本标准起草单位：宁夏沃福百瑞枸杞产业股份有限公司、宁夏药品检验研究院、宁夏医科大学、江苏安舜技术服务有限公司。

本标准主要起草人：潘泰安、马玲、马学琴、郭荣、陈欢、龚媛、杨玲玲、马宗卫、孙文丽、韩璐、王立颖、黄钰馨、张霞、白春枝、刘淑瑛、于永杰、臧娅妮、孙莹、邱华、孙涛、郭雨、陈波、陈国宁、安玉军、苏晓娟、李艳婷、宗蓉、王荣。

枸杞子

1 范围

本标准规定了枸杞子的术语和定义、来源、质量要求、试验方法。

本标准适用于中华人民共和国境内枸杞子的鉴定、生产和销售。

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。

中华人民共和国药典四部。

国际标准ISO23193:2020。

中药材生产质量管理规范(试行)（国家药品监督管理局令第32号）。

GB/T 6682分析实验室用水规格和试验方法。

3 术语和定义

本标准没有需要界定的术语和定义。

4 来源

枸杞子来源于茄科植物宁夏枸杞*Lycium barbarum* L.的干燥成熟果实。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪（配紫外检测器）。

5.2 气相色谱仪（配电子捕获检测器）。

5.3 紫外分光光度计。

5.4 原子吸收分光光度计或电感耦合等离子体质谱仪。

5.5 分析天平，感量 0.0001g。

5.6 超声波清洗器。

5.7 以三十烷基硅烷键合硅胶为填充剂的色谱柱。

5.8 以氨基键合硅胶为填充剂的色谱柱。

5.9 以(14%-氰丙基-苯基)甲基聚硅氧烷或(5%苯基)甲基聚硅氧烷为固定液的弹性石英毛细管柱。

6 试剂配制

除非另有说明，本方法所用试剂均符合《中国药典》相关要求。

6.1 5%苯酚溶液：取苯酚 100g，铝片 0.1g，碳酸氢钠 0.05g，加热蒸馏，收集 182℃ 蒸馏液，然后称取蒸馏液 5g，加水定容至 100mL。

6.2 0.1%二丁基羟基甲苯无水乙醇溶液：取二丁基羟基甲苯 10 g，用无水乙醇定容至 100 mL。

7 质量要求

应符合《中华人民共和国药典》一部和国际标准ISO23193对枸杞子的质量规定。

7.1 性状特征

本品呈类纺锤形或椭圆形。长 6~20mm，直径 3~10mm。表面红色或暗红色，顶端有小突起状的花柱痕，基部有白色的果梗痕。果皮柔韧，皱缩；果肉肉质，柔润。种子 20~50 粒，类肾形，扁而翘，长 1.5~1.9mm，宽 1~1.7mm，表面浅黄色或棕黄色。气微，味甜。

7.2 采收加工

夏、秋二季果实呈红色时采收，热风烘干，除去果梗，或晾至皮皱后，晒干，除去果梗。

7.3 鉴别

7.3.1 显微鉴别

本品粉末黄橙色或红棕色。外果皮表皮细胞表面观呈类多角形或长多角形，垂周壁平直或细波状弯曲，外平周壁表面有平行的角质条纹。中果皮薄壁细胞呈类多角形，壁薄，胞腔内含橙红色或红棕色球形颗粒。种皮石细胞表面观不规则多角形，壁厚，波状弯曲，层纹清晰。

7.3.2 薄层鉴别 照薄层色谱法（《中国药典》四部通则 0502）试验。

取本品 0.5g，加水 35ml，加热煮沸 15 分钟，放冷，滤过，滤液用乙酸乙酯 15ml 振摇提取，分取乙酸乙酯液，浓缩至 1ml，作为供试品溶液。另取枸杞子对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。吸取上述两种溶液各 5 μ l，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-三氯甲烷-甲酸(3: 2: 1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

7.4 检查

7.4.1 水分

不得过 13.0%（《中国药典》四部通则 0832 第二法，温度为 80℃）。

7.4.2 总灰分

不得过 5.0%（《中国药典》四部通则 2302）。

7.4.3 酸不溶性灰分

不得过 1.0%（《中国药典》四部通则 2302）。

7.4.4 重金属及有害元素

照铅、镉、砷、汞、铜测定法（《中国药典》2020 版四部通则 2321 原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过 5mg/kg；镉不得过

0.3mg/kg；砷不得过 2mg/kg；汞不得过 0.2mg/kg；铜不得过 20mg/kg。

7.4.5 农药残留量

照农药残留量测定法（《中国药典》2020 版四部通则 2341 有机氯类农药残留量测定法第一法）测定，六六六不得过 0.3mg/kg；滴滴涕不得过 1mg/kg；五氯硝基苯不得过 1mg/kg。

7.4.6 二氧化硫残留量

照二氧化硫残留量测定法（《中国药典》2020 版四部通则 2331）测定，不得过 150mg/kg。

7.5 浸出物

照水溶性浸出物测定法（《中国药典》2020 版四部通则 2201）项下的热浸法测定，以干燥品计算供试品水溶性提取物的含量 $\omega_i(\%)$ ，应不少于 55.0%。

$$\omega_i(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \times 4}{M \times (1 - C_m)} \times 100\%$$

其中：

M 为样品质量（g）

m_0 为蒸发皿的质量（g）

m_1 为蒸发皿和干燥后残渣的质量（g）

C_m 为供试品水分含量（%）

7.6 含量测定

7.6.1 枸杞多糖

对照品溶液的制备：取无水葡萄糖对照品 25mg，精密称定，置 250ml 量瓶中，加水适量溶解，稀释至刻度摇匀，即得（每 1ml 含无水葡萄糖 0.1mg）。。

标准曲线的制备：精密量取对照品溶液 0.2ml、0.4ml、0.6ml、0.8ml、1.0ml 分别置 10ml 具塞玻璃试管中，分别用水稀释至 1.0ml，各精密加入新制的 5%苯酚溶液 1.0ml，摇匀，迅速精密加入硫酸 5.0ml，摇匀，置沸水浴中加热 20min，取出，在冰浴中冷却 5min，紫外可见分光光度计测定 488nm 处的吸光度。以吸光度为纵坐标，葡萄糖浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法：取本品粗粉约 0.5g，精密称定，加水 200ml，加热回流 2 小时，静置，放冷。将溶液转移置 250ml 量瓶中，用水 5ml 冲洗烧瓶 3 次，合并洗液，移至量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，过滤。弃去初滤液，精密量取续滤液 2ml 置 15ml 的离心管中，加入乙醇 10ml，混匀，冷却 1 小时。4000 rpm 离心 20min，弃上清液，用 80%乙醇 8ml 洗涤沉淀两次。再次离心，弃上清液。热水溶解沉淀，将溶液移置 25ml 的量瓶中，放冷，用水稀释至刻度，摇匀，即得。精密量取供试品溶液 1.0ml，置 10ml 具塞玻璃试管中，照标准曲线的制备项下的方法，自“各精密加入新制的 5%苯酚溶液 1.0ml”起，依法测定吸光度，通过标准曲线计算样品溶液中葡萄糖的含量（%）。本品按干燥品计算，含枸杞多糖以葡萄糖(C₆H₁₂O₆)的含量 $\omega_i(\%)$ 计，不得少于 1.8%。

$$\omega_i(\%) = \frac{\frac{(a-b)}{c} \times 250 \times 25}{M \times 2 \times 10^6 \times (1-C_m)} \times 100\%$$

其中：

a 为溶液的吸光度

b 为标准曲线的截距

c 为标准曲线的斜率

M 为供试品质量（g）

C_m 为供试品水分含量 (%)

7.6.2 甜菜碱

照高效液相色谱法(《中国药典》2020 版四部通则 0512)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以氨基键合硅胶为填充剂,以乙腈-水(85:15)为流动相;检测波长为 195nm。理论板数按甜菜碱峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取甜菜碱对照品适量,精密称定,加水制成每 1ml 含 0.17mg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉碎,取约 1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50ml,密塞,称定重量,加热回流 1 小时,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过。精密量取续滤液 2ml,置碱性氧化铝固相萃取柱(2g)上,用乙醇 30ml 洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加水溶解,转移至 2ml 量瓶中,加水至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μ l,注入液相色谱仪测定,即得。本品按干燥品计算,甜菜碱($C_5H_{11}NO_2$)的含量 ω_i (%)不得少于 0.50%。

$$\omega_i(\%) = \frac{C_s \times 50 \times 10^{-3}}{M \times (1 - C_m)} \times 100\%$$

其中:

C_s 为对照品的浓度 (mg/ml)

M 为供试品质量 (g)

C_m 为供试品水分含量 (%)

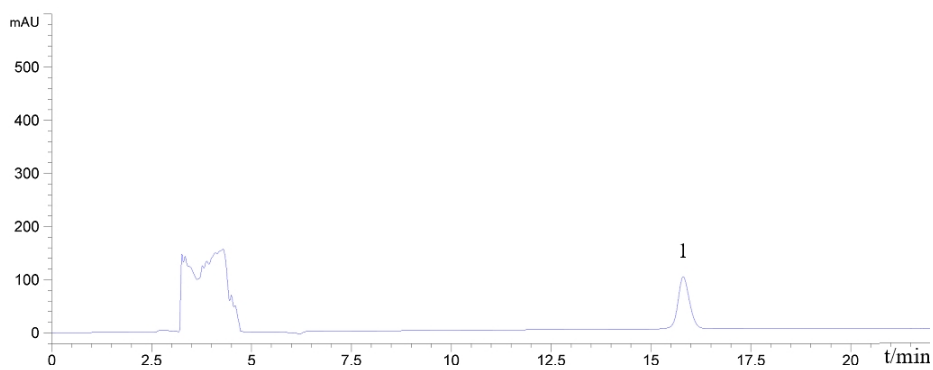


图 A1. 甜菜碱对照品

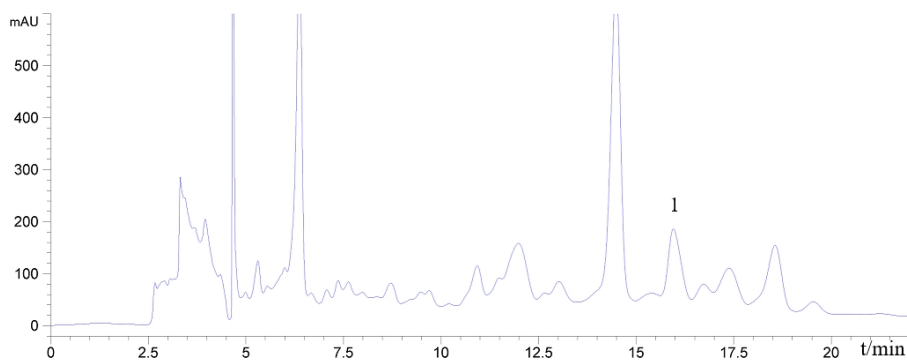


图 A2. 枸杞供试品

图例：

t 保留时间 (min)

Y 吸光度的强度 (mAU)

1 甜菜碱峰

图 1-枸杞子甜菜碱典型色谱图

7. 6. 3 玉米黄质双棕榈酸酯

照高效液相色谱法(《中国药典》2020 版四部通则 0512)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以三十烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇：乙腈：水(81:14:5)为流动相 A，以二氯甲烷为流动相 B，按下表进行梯度洗脱；检测波长 450nm。理论板数按玉米黄质双棕榈酸酯峰计算应不低于 5000。

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	70.0	30.0
20	50.0	50.0
48	50.0	50.0
50	70.0	30.0
55	70.0	30.0

对照品溶液的制备 避光操作。取玉米黄质双棕榈酸酯对照品适量，精密称定，加 0.1%二丁基羟基甲苯无水乙醇溶液制成每 1ml 含 0.08mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 避光操作。取本品粉碎，取约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入溶剂[正己烷:无水乙醇:丙酮:甲苯 (10:6:7:7)]20ml，密塞，称定重量，超声 30min，放冷，用溶剂补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液 2ml，置 5ml 量瓶中，用 0.1%二丁基羟基甲苯无水乙醇溶液稀释至刻度，摇匀，过滤，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10 μl，注入液相色谱仪，测定，即得。本品按干燥品计算，玉米黄质双棕榈酸酯 (C₅H₁₁NO₂) 的含量 ω_i (%) 不得少于 0.18%。

$$\omega_i = \frac{C_s \times 50 \times 10^{-3}}{M \times (1 - C_m)} \times 100\%$$

其中：

C_s 为对照品浓度 (mg/ml)

M 为供试品质量 (g)

C_m 为供试品水分含量 (%)

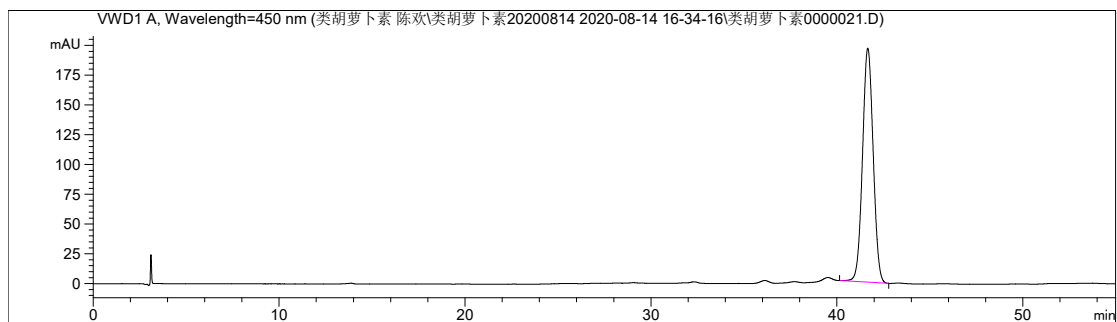


图 B1. 玉米黄质双棕榈酸酯对照品

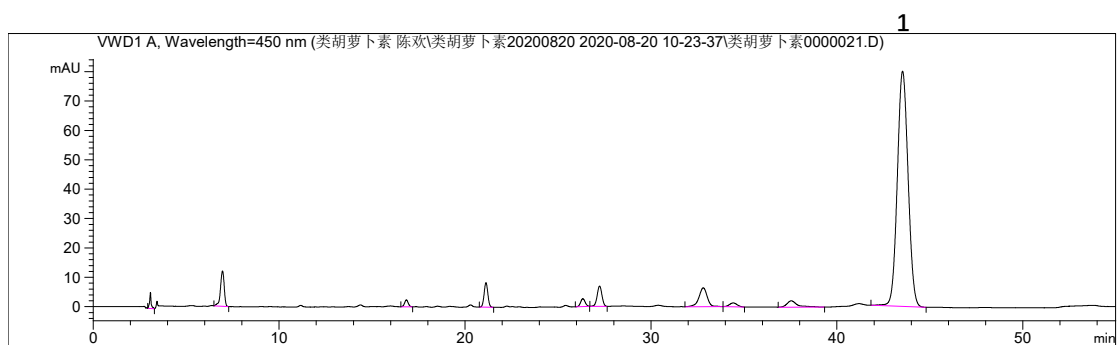


图 B2. 枸杞子供试品

图例：

t 保留时间 (min)

Y 吸光度的强度 (mAU)

1 玉米黄质双棕榈酸酯峰

图 2-枸杞子玉米黄质双棕榈酸酯典型色谱图

|