

团 体 标 准

T/CAB XXXX—2022

水飞蓟提取物质量要求

Quality requirements of Milk thistle extract

（征求意见稿）

XX-XX-XX 发布

XX-XX-XX 实施

中国产学研合作促进会发布

目 次

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语与定义 1

4 技术要求 2

5 检验规则 4

6 包装、标签、运输、贮存和保质期 4

附 录 A..... 6

附 录 B..... 10

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。

本文件由中国产学研促进会标准化技术委员会提出并归口。

本文件起草单位：中国标准化研究院、汤臣倍健股份有限公司、意迪那股份公司、通标标准技术服务有限公司、江苏健佳药业有限公司等。

本文件起草人：.....。

水飞蓟提取物质量要求

1 范围

本文件规定了水飞蓟提取物的技术要求、检验方法、检验规则、包装、标签、运输、贮存要求。

本文件适用于以菊科植物水飞蓟 *Silybum marianum* (L.) Gaertn 的干燥成熟果实，经乙醇或乙酸乙酯提取、纯化和精制而成的提取物产品。

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 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定
GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数
GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验
GB 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验
GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数
GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定
GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定
GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定
GB 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定
GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定
GB 5009.74 食品安全国家标准 食品添加剂中重金属限量试验
GB 5009.262 食品安全国家标准 食品中溶剂残留量的测定
《中华人民共和国药典（2020 版）》第四部 通则 2341 农药残留测定法

3 术语与定义

3.1 水飞蓟素

水飞蓟素通常指的是水飞蓟中主要的几种主要水飞蓟黄酮，包括水飞蓟宾A、水飞蓟宾B、异水飞蓟宾A、异水飞蓟宾B、水飞蓟亭、水飞蓟宁六种物质，水飞蓟素含量为水飞蓟宾A、水飞蓟宾B、异水飞蓟宾A、异水飞蓟宾B、水飞蓟亭、水飞蓟宁六种物质含量的总和。

3.2 水飞蓟宾

水飞蓟宾是水飞蓟宾A、水飞蓟宾B两种黄酮类物质的统称，水飞蓟宾的含量为水飞蓟宾A和水飞蓟宾B含量的总和。

4 技术要求

4.1 工艺要求

4.1.1 原料

菊科植物水飞蓟 *Silybum marianum* (L.) Gaertn. 的干燥成熟果实，于7至9月份成熟时采收，除杂晒干后获得。

4.1.2 生产工艺

原料→压榨→乙醇或乙酸乙酯提取→浓缩→脱脂→干燥→成品。

4.2 产品要求

4.2.1 感官要求

应符合表1的规定。

表1 感官要求

项目	要求	检验方法
色泽	淡黄色或黄棕色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽、外观，嗅其气味，检查有无异物。
气味	水飞蓟提取物特有气味	
状态	非结晶状粉末，无明显杂质	

4.2.2 理化要求

应符合表2的规定。

表2 理化要求

项目		指标	检测方法
鉴别试验		供试品溶液中有效成分的色谱峰特征应与对照品溶液中对应组分色谱峰特征（特征谱图参见附录B）一致	参见附录A.2
水飞蓟素/%		40~65	参见附录A.3
特征	水飞蓟宾/%	27~42	
性成	异水飞蓟宾A和异水飞蓟宾B含量之和/%	3~13	
分	水飞蓟亭和水飞蓟宁含量之和//%	9~29	

灰分/%		≤ 0.5	GB 5009.4
水分/%		≤ 5.0	GB 5009.3
残留 溶剂	乙醇/(mg/kg)	≤5000	GB 5009.262
	甲醇/(mg/kg)	≤ 50	
	丙酮/(mg/kg)	≤ 50	
	正己烷/(mg/kg)	≤ 50	
	乙酸乙酯/(mg/kg)	≤ 5000	
甲醇不溶物/（%）		≤5.0	参见附录A.4

4.2.3 重金属限量

应符合表3的规定。

表3 重金属要求

项目	指标	检测方法
铅/(mg/kg)	≤ 0.5	GB 5009.12
砷/(mg/kg)	≤ 0.5	GB 5009.11
汞/(mg/kg)	≤ 0.3	GB 5009.17
镉/(mg/kg)	≤ 0.5	GB 5009.15

4.2.4 微生物限量

应符合表4的规定。

表4 微生物要求

项目	指标	检测方法
细菌总数/(CFU/g)	≤ 1000	GB 4789.2
霉菌和酵母/(CFU/g)	≤ 50	GB 4789.15
大肠菌群/(MPN/g)	≤ 0.3	GB 4789.3
沙门氏菌	不得检出	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	不得检出	GB 4789.10

4.2.5 农药残留限量

按照《中华人民共和国药典（2020 版）》第四部0212药材和饮片检定通则的规定，水飞蓟提取物中33

种禁用农药不得检出，检测方法按《中华人民共和国药典（2020 版）》第四部通则2341农药残留测定法测定。

5 检验规则

5.1 组批

同品种、同等级、同一批投料生产的产品，以同一生产日期为一检验批次。

5.2 出厂检验

5.2.1 产品须逐批检验，检验合格并签发合格证后产品方可出厂。

5.2.2 出厂检验项目：外观、水飞蓟素含量、水飞蓟宾含量、异水飞蓟宾 A和异水飞蓟宾 B含量之和、水飞蓟亭和水飞蓟宁含量之和、水分、灰分、甲醇不溶物、农药残留、重金属、微生物和残留溶剂含量。

5.3 型式检验

5.3.1 型式检验项目包括本标准中规定的全部项目。

5.3.2 正常生产时每年应进行一次型式检验。

5.3.3 有下列情况之一时，应进行型式检验。

- a) 原料来源变动较大时；
- b) 正式投产后，如配方、生产工艺有较大变化，可能影响产品质量时；
- c) 出厂检验与上一次型式检验结果有较大差异时；
- d) 产品停产6个月以上，恢复生产时；
- e) 食品安全监督部门提出进行型式检验的要求时。

5.4 判定规则

5.4.1 检验结果全部项目符合本标准规定时，判该批产品为“优质水飞蓟提取物”。

5.4.2 检验结果不符合本标准要求时，可以在原批次产品中双倍抽样复检一次，判定以复检结果为准。复检后仍有一项或一项以上不符合标准时，判该批产品为不合格品。

6 包装、标签、运输、贮存

6.1 包装

包装材料应符合 GB9685 食品容器、包装材料用添加剂使用卫生标准的要求。

6.2 标签

包装标签上应标明：名称、批号、规格、毛重、净重、生产厂名、厂址、产地、生产日期、贮存条

件。

6.3 运输

6.3.1 运输工具应清洁、卫生，不得与有毒、有害、有异味、易污染物品混装混运；

6.3.2 搬运过程中不得雨淋、暴晒；

6.3.3 搬运时应轻拿轻放，严禁扔摔、撞击或挤压。

6.4 贮存

产品应贮存于干燥、通风、清洁的仓库中。避免与有毒、有害、易腐、易污染等物品一起堆放。

附录 A

(规范性附录)

检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。实验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

A.2 鉴别试验

按A.3中规定的方法进行鉴别试验，供试品溶液中有效成分的色谱峰特征应与对照品溶液中对应组分色谱峰特征一致。

A.3 水飞蓟提取物中 6 种水飞蓟素的含量测定

A.3.1 方法提要

样品经甲醇超声溶解提取后，采用高效液相色谱法测定，用外标法定量。

A.3.2 仪器和用具

分析天平，感量为 0.01 mg。

超声波清洗仪。

高效液相色谱仪（附紫外检测器）。

A.3.3 试剂和溶液

甲醇，色谱纯。

乙酸，色谱纯。

标准品：水飞蓟宾、异水飞蓟宾A、异水飞蓟宾B、水飞蓟亭、水飞蓟宁，纯度≥98%。

A.3.4 色谱条件

a) 色谱柱：十八烷基硅烷键合硅胶（4.6×250 mm，5.0 μm）；

b) 检测波长：288 nm；

c) 流动相：流动相 A：1%乙酸水；流动相 B：1%乙酸甲醇，洗脱梯度如下：

	流动相 A（1%乙酸水）	流动相 B（1%乙酸甲醇）
0 min	95	5
20 min	80	20
25 min	50	50

40 min	50	50
40.1 min	95	5
50 min	95	5

d) 流速: 1.0 mL/min;

e) 进样量: 10 μ L;

f) 柱温: 30 $^{\circ}$ C。

A. 3. 5 分析步骤

A. 3. 5. 1 混合标准样品母液的配制

分别精密称取异水飞蓟宾 A、异水飞蓟宾 B、水飞蓟亭、水飞蓟宁标准品 10 mg (精确至0.1 mg), 精密称取水飞蓟宾标准品 20 mg (精确至0.1 mg), 置于 10 mL 容量瓶中, 加甲醇适量, 超声溶解, 在室温下用甲醇稀释定容, 得到5种标准品的混合标准溶液, 异水飞蓟宾 A、异水飞蓟宾 B、水飞蓟亭、水飞蓟宁浓度均为1 mg/mL, 水飞蓟宾浓度均为2 mg/mL, 以此作为母液, 密封后放置于冰箱4 $^{\circ}$ C储存备用, 有效期3个月。

A. 3. 5. 2 水飞蓟素系列工作标准溶液的配制

分别准确量取适量的母液于不同的10mL容量瓶中, 加甲醇稀释至定容刻度, 摇匀, 得到5种水飞蓟素系列标准工作溶液, 异水飞蓟宾 A、异水飞蓟宾 B、水飞蓟亭、水飞蓟宁质量浓度分别为2.5 μ g/mL、10 μ g/mL、50 μ g/mL、100 μ g/mL、150 μ g/mL, 水飞蓟宾质量浓度分别为5 μ g/mL、20 μ g/mL、100 μ g/mL、200 μ g/mL、300 μ g/mL, 备用, 现配现用。

A. 3. 5. 3 供试品溶液的制备

精密称取供试品0.2 g (精确至0.1 mg), 置于50 mL离心管中, 加入20 mL甲醇, 涡旋5 min, 超声提取30 min, 在10000 rpm的转速下离心15 min, 取上层清液, 过0.45 μ m的滤膜, 稀释20倍, 移取1 mL至液相进样瓶中, 等待进样。

A. 3. 5. 4 测定

分别吸取系列混合标准溶液及供试品溶液各10 μ L, 依次注入液相色谱仪进行测定。以标准溶液中各组分的色谱峰保留时间作为供试品溶液中各组分的定性依据, 确定供试品溶液中各组分的色谱峰。根据混合标准溶液各成分的浓度及各成分的响应值建立标准工作曲线 (线性相关系数 $R^2 \geq 0.997$), 样品溶液中水飞蓟素的含量为水飞蓟宾、异水飞蓟宾 A、异水飞蓟宾 B、水飞蓟亭、水飞蓟宁含量之和。

A. 3. 6 计算

水飞蓟宾的质量分数以 X_1 计, 按公式 (A.1) 计算:

$$X_1 = \frac{C_1 \times V}{m(1-w_0)} \times 100\% \quad (A.1)$$

异水飞蓟宾A的质量分数以 X_2 计，按公式（A.2）计算：

$$X_2 = \frac{C_2 \times V}{m(1-w_0)} \times 100\% \quad (\text{A.2})$$

异水飞蓟宾B的质量分数以 X_3 计，按公式（A.3）计算：

$$X_3 = \frac{C_3 \times V}{m(1-w_0)} \times 100\% \quad (\text{A.3})$$

水飞蓟亭的质量分数以 X_4 计，按公式（A.4）计算：

$$X_4 = \frac{C_4 \times V}{m(1-w_0)} \times 100\% \quad (\text{A.4})$$

水飞蓟宁的质量分数以 X_5 计，按公式（A.6）计算：

$$X_5 = \frac{C_5 \times V}{m(1-w_0)} \times 100\% \quad (\text{A.5})$$

水飞蓟素含量（以干品）的质量分数以 X_6 计，按公式（A.6）计算：

$$X_6 = X_1 + X_2 + X_3 + X_4 + X_5 \quad (\text{A.6})$$

水飞蓟宾总量占水飞蓟素的质量分数以 w_1 计，按公式（A.7）计算：

$$w_1 = \frac{X_1}{X_6} \times 100\% \quad (\text{A.7})$$

异水飞蓟宾A和异水飞蓟宾B总量占水飞蓟素的质量分数以 w_2 计，按公式（A.8）计算：

$$w_2 = \frac{X_2 + X_3}{X_6} \times 100\% \quad (\text{A.8})$$

水飞蓟亭和水飞蓟宁总量占水飞蓟素的质量分数以 w_3 计，按公式（A.9）计算：

$$w_3 = \frac{X_4 + X_5}{X_6} \times 100\% \quad (\text{A.9})$$

式中：

C_1 ——供试品中水飞蓟宾的浓度，mg/mL；

C_2 ——供试品中异水飞蓟宾A的浓度，mg/mL；

C_3 ——供试品中异水飞蓟宾B的浓度，mg/mL；

C_4 ——供试品中水飞蓟亭的浓度，mg/mL；

C_5 ——供试品中水飞蓟宁的浓度，mg/mL；

V ——供试品溶液的体积，mL；

m ——供试品的质量，mg；

w_0 ——供试品干燥失重的质量分数，%。

A.4 甲醇不溶物测定

A. 4.1 方法提要

样品用甲醇热浸法后测定其中不溶于甲醇的物质的质量。

A. 4.2 仪器和用具

干燥箱。

分析天平，感量为 0.1 mg。

A. 4.3 试剂和溶液

甲醇，分析纯

丙酮，分析纯

A. 4.4 样品制备

精密称取供试品约2~4 g（精确称量至 0.1 mg），置于100~250 mL的锥形瓶中，精密加甲醇50~100 mL，密塞，称定重量，静置1 h后，连接回流冷凝管，加热至沸腾，并保持微沸1 h。放冷后，取下锥形瓶，密塞，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，用干燥滤器滤过，精密量取滤液25 mL，置已干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干后，于105℃干燥3 h，置干燥器中冷却30 min，迅速精密称定重量。除另有规定外，以干燥品计算供试品中浸出物的含量（%）。

A. 4.5 结果计算

甲醇浸出物以 w_7 计，按式（A.10）计算：

$$W_7 = \frac{A_7}{m_4} \times 100\% \quad (\text{A.10})$$

式中：

w_7 ——浸出物含量，%；

A_7 ——浸出物质量，g；

m_4 ——供试品质量，g。

甲醇不溶物以 W_8 计，按式（A.11）计算：

$$W_8 = (1 - W_7) \times 100\% \quad (\text{A.11})$$

式中：

W_8 ——不溶物含量，%；

W_7 ——浸出物含量，%。

附录 B

(资料性附录)

B.1 色谱条件

参见A.3.4中的色谱条件。

B.2 标准品溶液制备

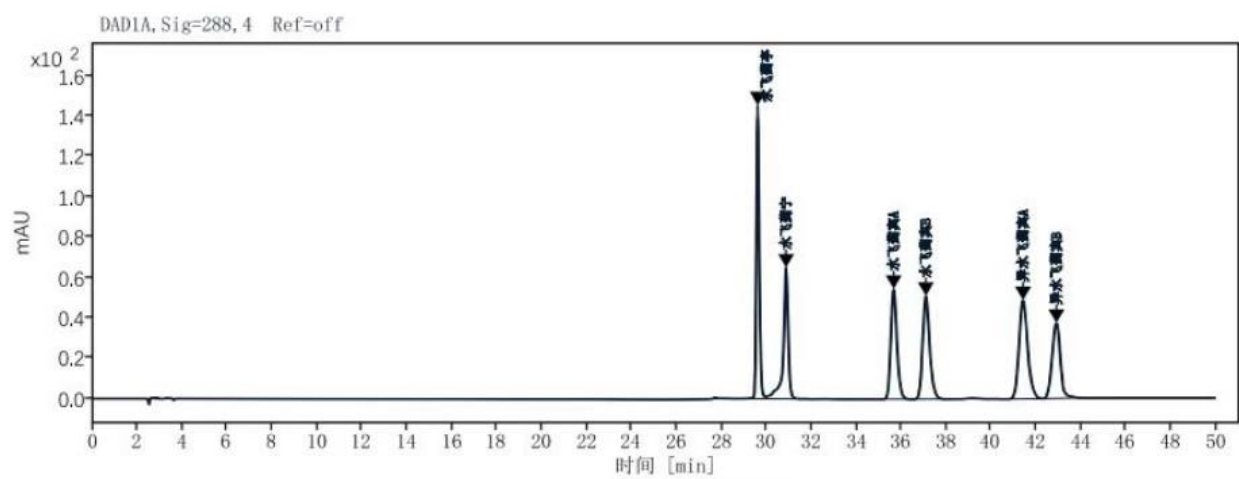
参见 A.3.5.2 的制备方法。

B.3 供试样品溶液制备

参见 A.3.5.3 的制备方法。

B.4 标准品色谱图

HPLC 色谱图及保留时间¹⁾

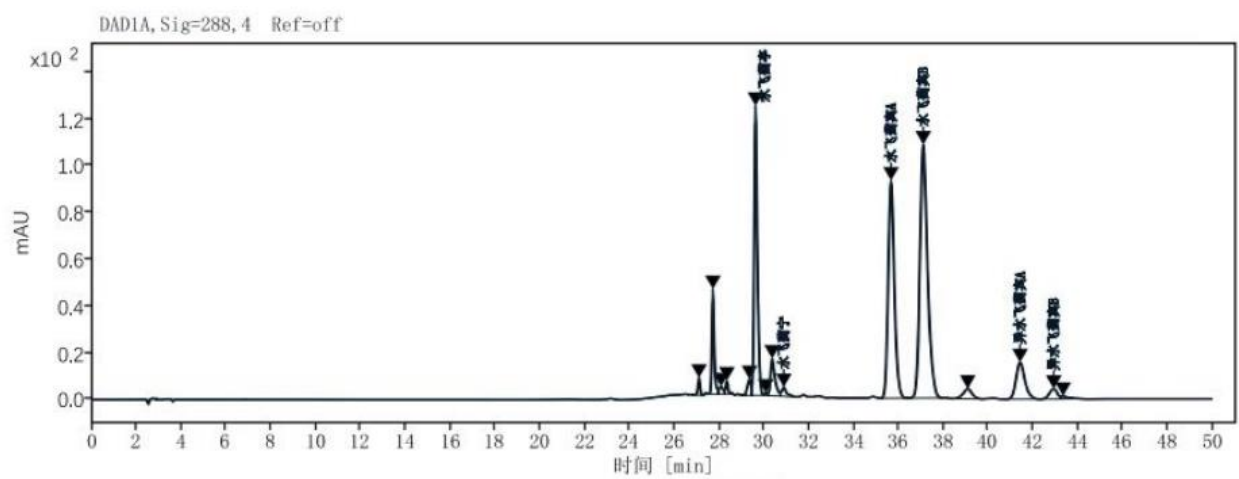


图B.1 水飞蓟亭等5种标准品液相色谱图

表B.1 水飞蓟亭等5种标准品中各组分参考保留时间

组分名称	保留时间（min）
水飞蓟亭	29.600
水飞蓟宁	30.865
水飞蓟宾A	35.651
水飞蓟宾B	37.085
异水飞蓟宾A	41.409
异水飞蓟宾B	42.896

B.5 供试品色谱图

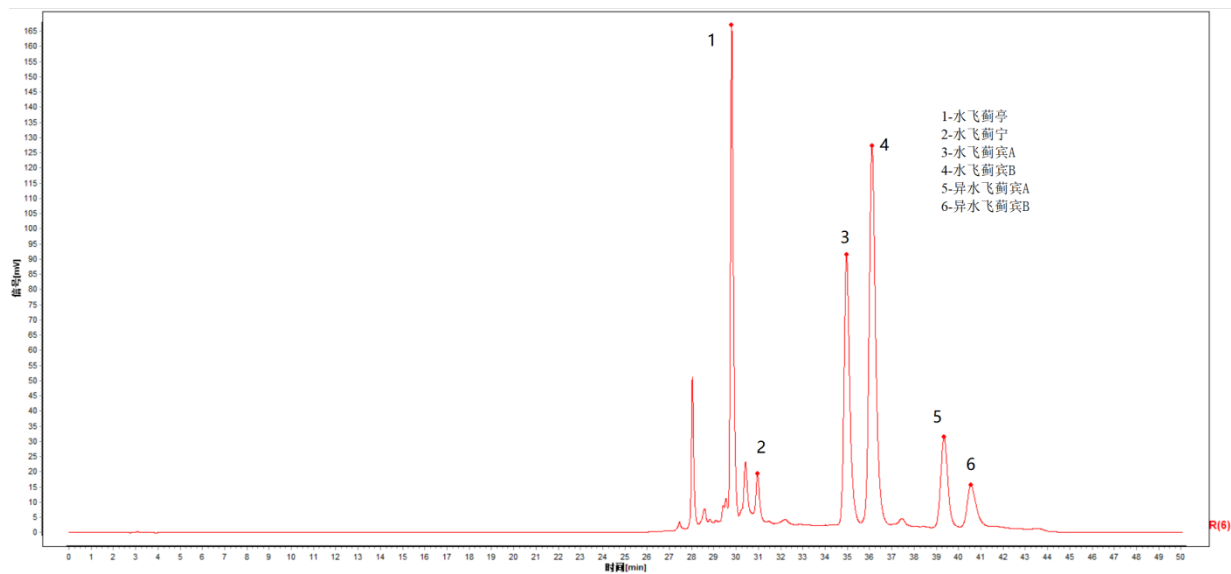


图B.2 水飞蓟提取物液相色谱图

表 B.2 水飞蓟提取物中各组分参考保留时间

组分名称	保留时间（min）
水飞蓟亭	29.604
水飞蓟宁	30.865
水飞蓟宾A	35.651
水飞蓟宾B	37.089
异水飞蓟宾A	41.408
异水飞蓟宾B	42.905

B.6 对照特征图谱



1) 非商业性声明：上述所采用的设备、色谱柱、标准对照品等，涉及具体商业品牌、型号的，仅供参考，无商业目的，鼓励标准使用者尝试使用不同品牌、型号的设备、色谱柱及标准品。