

SW

国际商务标准

SW/T 7—2013

植物提取物 水飞蓟提取物

Milk Thistle Extract

2013-9-10 发布

2013-10-1 实施

中国医药保健品进出口商会 发布

前 言

为了规范水飞蓟提取物的生产和国际商务活动的质控管理，制定本标准。

本标准的附录A为规范性附录，附录B为资料性附录。

本标准由中华人民共和国商务部归口。

本标准由中国医药保健品进出口商会国际商务标准化技术委员会负责解释。

本标准起草单位：长沙康隆生物制品有限公司、盘锦天源药业有限公司。

本标准主要起草人：刘喜荣、吴长军、吴长昱、王松政、罗成平、吴吉平、刘婷、李世凯

国际商务标准

植物提取物 水飞蓟提取物

1 范围

本标准规定了水飞蓟提取物的工艺要求、产品要求、检验方法及包装、标签、贮存要求。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

《中华人民共和国药典》2010 第二部附录IX E 粒度和粒度分布测定法第二法

《中华人民共和国药典》2010 第二部附录VIII H 重金属检查法第二法

《中华人民共和国药典》2010 第二部附录VIII L 干燥失重检查法

《中华人民共和国药典》2010 第二部附录VIII N 炽灼残渣检查法

《中华人民共和国药典》2010 第二部附录XI J 微生物限度检查法

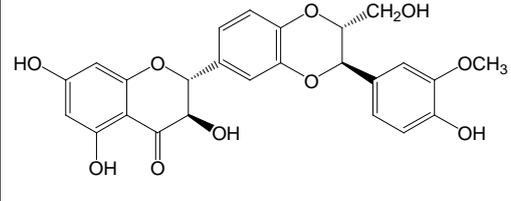
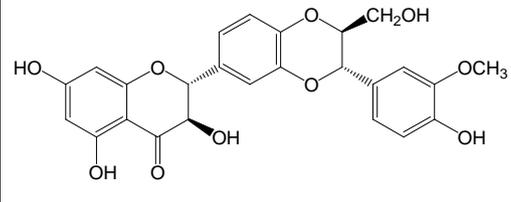
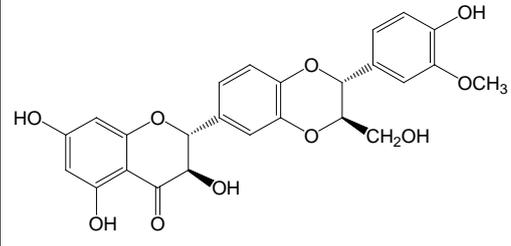
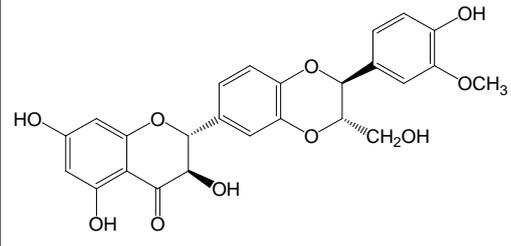
《中华人民共和国药典》2010 第二部附录VIII P 残留溶剂测定法

3 名称、结构式、分子式和相对分子质量

水飞蓟提取物由一组有效成分组成，各组分名称、结构式特征基团、分子式、相对分子质量见表1。

表1 水飞蓟各组份的结构式、分子式、相对分子质量

| 名称 | 结构式 | 分子式 | 相对分子质量 |
|------------------------|-----|------------------------|--------|
| 水飞蓟亭 (Silychristin) | | $C_{25}H_{22}O_1$ 0 | 482.44 |
| 水飞蓟宁 (Silydianin) | | $C_{25}H_{22}O_1$ 0 | 482.44 |

| | | | |
|---------------------------|--|------------------------|--------|
| 水飞蓟宾 A (Silybin A) |  | $C_{25}H_{22}O_1$ 0 | 482.44 |
| 水飞蓟宾 B (Silybin B) |  | $C_{25}H_{22}O_1$ 0 | 482.44 |
| 异水飞蓟宾 A (Isosilybin A) |  | $C_{25}H_{22}O_1$ 0 | 482.44 |
| 异水飞蓟宾 B (Isosilybin B) |  | $C_{25}H_{22}O_1$ 0 | 482.44 |

4 技术要求

4.1 工艺要求

4.1.1 植物原料

为菊科植物水飞蓟 *Silybum marianum* (L.) Gaertn. 的干燥成熟果实, 于 7 至 9 月份成熟时采收, 除去杂质, 晒干而获得。

4.1.2 工艺过程

果实 → 压榨 → 丙酮或乙酸乙酯或乙醇提取 → 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 2 的要求。

表 2 感官要求

| 项 目 | 要 求 |
|-----|---------|
| 色 泽 | 淡黄色或黄棕色 |

| | |
|-----|------------|
| 气 味 | 水飞蓟提取物特有气味 |
| 状 态 | 非结晶状粉末 |

4.2.2 理化指标：应符合表 3 的规定。

表 3 理化指标

| 项 目 | | 指 标 |
|-------------------|------------------------------------|-------------------------------------|
| 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 |
| 指标成分 | 水飞蓟总黄酮（以干品、水飞蓟宾计），% | 30~65 |
| | 水飞蓟亭和水飞蓟宁含量之和占水飞蓟总黄酮的百分比，% | 20~45 |
| | 水飞蓟宾 A 和水飞蓟宾 B 含量之和占水飞蓟总黄酮的百分比，% | 40~65 |
| | 异水飞蓟宾 A 和异水飞蓟宾 B 含量之和占水飞蓟总黄酮的百分比，% | 10~20 |
| 炽灼残渣，% | | ≤0.5 |
| 干燥失重，% | | ≤5.0 |
| 粒度（80 目筛通过率），% | | ≥99% |
| 堆积密度 | 松密度，g/mL | 0.30~0.50 |
| | 紧密度，g/mL | 0.50~0.90 |
| 溶剂残留 | 甲醇，mg/kg | ≤20 |
| | 乙酸乙酯，mg/kg | ≤100 |
| | 丙酮，mg/kg | ≤10 |
| | 正己烷，mg/kg | ≤10 |
| 重金属（以 Pb 计），mg/kg | | ≤10 |

4.2.3 微生物指标要求：应符合表 4 的要求。

表 4 微生物指标

| 项 目 | 指 标 |
|-----------------|-------|
| 细 菌 数，CFU/g | ≤1000 |
| 霉菌和酵母菌总数，CFU/g | ≤100 |
| 大 肠 埃 希 菌，CFU/g | 不得检出 |

4.2.4 **其他污染物**：其他污染物限量要求，依据不同用途，应符合我国相关法规的规定。对于出口产品，应符合出口目的国相关法规的规定。

5 检验方法

5.1 感官检验

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。

5.2 理化检验

5.2.1 鉴别

按附录 A.2.中规定的试验方法进行测定。

5.2.2 主要成分含量

按附录 A.3 中规定的检验方法进行测定。

5.2.3 炽灼残渣

按《中华人民共和国药典》2010 第二部附录Ⅷ N 进行测定。

5.2.4 重金属（以 Pb 计）

按《中华人民共和国药典》2010 第二部附录Ⅷ H 第二法进行测定。

5.2.5 干燥失重

按《中华人民共和国药典》2010 第二部附录Ⅷ L 进行测定。

5.2.6 粒度

按《中华人民共和国药典》2010 第二部附录Ⅸ E 第二法规定的试验方法进行测定。

5.2.7 堆积密度

堆积密度分为松密度和紧密度，按附录 A.4 中规定的试验方法进行测定。

5.2.8 溶剂残留

按附录 A.5 中规定的检验方法进行测定。

5.2.9 微生物指标

按《中华人民共和国药典》2010 第二部附录Ⅺ J 微生物限度检查法进行测定。

6 包装、标签、运输、贮存

6.1 包装

包装材料应符合 GB 9685 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、保质期、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。堆码距墙壁和地面 20 cm 以上、并有垫隔物，堆放高度不得超过 4 桶；避免与有毒、有害、易腐、易污染等物品一起堆放。

6.5 保质期

在符合规定的贮运条件和包装完整、未经开启封口的情况下，保质期为 36 个月。

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 水飞蓟总黄酮含量测定方法

A.3.1 方法提要

样品经甲醇超声溶解后，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

A.3.2.1 分析天平，感量为 0.01mg。

A.3.2.2 超声波清洗仪。

A.3.2.3 高效液相色谱仪（附紫外检测器）。

A.3.3 试剂和溶液

A.3.3.1 甲醇，色谱纯。

A.3.3.2 磷酸。

A.3.3.3 标准品：水飞蓟宾标准品，纯度 $\geq 98\%$ ，内含水飞蓟宾 A 和水飞蓟宾 B 两个组分(购自中国食品药品检定研究院)。

A.3.3.4 水飞蓟提取物定性对照品：含有水飞蓟亭、水飞蓟宁、水飞蓟宾 A、水飞蓟宾 B、异水飞蓟宾 A、异水飞蓟宾 B 6 种组分。

A.3.3 色谱条件

a) 色谱柱：以十八烷基硅烷键合硅胶（5 μm ）为填充剂，长度 150 mm，内径 4.6 mm；

b) 检测波长：288 nm；

c) 流动相：流动相 A：磷酸-甲醇-水（0.5 : 35 : 65, v/v/v）；流动相 B：磷酸-甲醇-水（0.5 :

50 : 50, v/v/v)。梯度程序见表 A1。

d) 流速: 0.8 mL/min;

e) 进样量: 10 μ L。

表 A1 梯度条件

| 时间 (min) | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) |
|----------|---------------------|---------------------|
| 0-28 | 100 \rightarrow 0 | 0 \rightarrow 100 |
| 28-35 | 0 | 100 |
| 35-36 | 0 \rightarrow 100 | 100 \rightarrow 0 |
| 36-51 | 100 | 0 |

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1. 标准品溶液的制备

精密称取水飞蓟宾对照品 10 mg (精确至 0.01mg), 用甲醇溶解并定容至 100 mL。摇匀, 备用。

A.3.4.2. 定性对照品溶液的制备

称取水飞蓟提取物定性对照品适量, 用甲醇溶解并定容至 100 mL。摇匀, 备用。

A.3.4.3 供试品溶液的制备

称取供试品 60 mg (精确至 0.01mg), 用甲醇溶解并定容至 100 mL。

A.3.4.4. 测定法

分别吸取定性对照品溶液、标准品溶液、供试品溶液各 10 μ L, 依次注入液相色谱仪进行测定。以定性对照品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。水飞蓟总黄酮以水飞蓟宾计, 标准品溶液中水飞蓟宾的峰面积为水飞蓟宾 A 和水飞蓟宾 B 两个峰面积之和, 样品溶液中水飞蓟总黄酮的峰面积为水飞蓟亭、水飞蓟宁、水飞蓟宾 A、水飞蓟宾 B、异水飞蓟宾 A、异水飞蓟宾 B 6 种组分峰面积之和。

A.3.5 计算

A.3.5.1 水飞蓟总黄酮含量 (以干品、水飞蓟宾计) 的质量分数以 w_1 计, 按公式 (A.1) 计算:

$$w_1 = \frac{(A_1 + A_2 + A_3 + A_4 + A_5 + A_6) \times c_1 \times V_1}{(A_7 + A_8) \times m_1 (1 - w_0)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

A.3.5.2 水飞蓟亭和水飞蓟宁总量占水飞蓟总黄酮的质量分数以 w_2 计, 数值以 % 表示, 按公式 (A.2) 计算:

$$w_2 = \frac{(A_1 + A_2)}{A_1 + A_2 + A_3 + A_4 + A_5 + A_6} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

A.3.5.3 水飞蓟宾 A 和水飞蓟宾 B 的总量占水飞蓟总黄酮的质量分数以 w_3 计, 数值以 % 表示, 按公式 (A.3) 计算:

$$w_3 = \frac{(A_3 + A_4)}{A_1 + A_2 + A_3 + A_4 + A_5 + A_6} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

A.3.5.4 异水飞蓟宾 A 和异水飞蓟宾 B 的总量占水飞蓟总黄酮的质量分数以 w_4 计, 数值以 % 表示, 按公式 (A.4) 计算:

$$w_4 = \frac{(A_5 + A_6)}{A_1 + A_2 + A_3 + A_4 + A_5 + A_6} \times 100\% \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

A_1 ——供试品色谱图中水飞蓟亭的峰面积;

A_2 ——供试品色谱图中水飞蓟宁的峰面积;

A_3 ——供试品色谱图中水飞蓟宾A的峰面积;

A_4 ——供试品色谱图中水飞蓟宾B的峰面积;

A_5 ——供试品色谱图中异水飞蓟宾A的峰面积;

A_6 ——供试品色谱图中异水飞蓟宾B的峰面积;

A_7 ——标准品溶液中水飞蓟宾A的峰面积;

A_8 ——标准品溶液中水飞蓟宾B的峰面积;

c_1 ——标准品溶液中水飞蓟宾的浓度(包含水飞蓟宾A和水飞蓟宾B两个组分),单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——供试品溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——供试品的质量,单位为毫克(mg)。

w_0 ——供试品干燥失重的质量分数, %。

A.4 堆积密度的测定

A.4.1 仪器

A.4.1.1 天平。

A.4.1.2 量筒, 100 mL。

A.4.2 操作步骤

A.4.2.1 量筒的准备: 取洁净、干燥的量筒(m_2)。

A.4.2.2 松密度的测定: 将样品松缓地转入量筒中至(90±5) mL处, 称量量筒与样品的质量(m_3), 精确到 0.1 g, 并弄平粉末表面, 读取固体粉末的体积(V_2)。

A.4.2.3 紧密度的测定: 将上述盛有样品的量筒放在台面上(铺有约 5 mm厚的橡胶), 由 2 cm左右的高度自坠到台面上, 反复此操作约 100 次, 量得压紧后的粉末体积(V_0), 继续上述操作约 30 次, 量得粉末体积(V_3)。当 V_0 与 V_3 相差小于 2 mL时, 读取最终体积(V_3), 否则重复上述操作, 直到符合为止。

A.4.3 计算

松密度 w_5 和紧密度 w_6 分别按式(A.5)和式(A.6)计算。

$$w_5 = \frac{m_3 - m_2}{V_2} \dots\dots\dots (A.5)$$

$$w_6 = \frac{m_3 - m_2}{V_3} \dots\dots\dots (A.6)$$

式中: w_5 ——松密度(g/mL);

w_6 ——紧密度(g/mL);

m_3 ——量筒+样品重(g);

m_2 ——空量筒重(g);

V_2 ——松固体粉末体积(mL);

V_3 ——紧固体粉末体积(mL)。

A.5 甲醇、乙酸乙酯、丙酮和正己烷残留量测定

A. 5. 1 方法提要

样品用顶空法，外标法定量。

A. 5. 2 仪器和用具

A. 5. 2. 1 气相色谱仪（带氢火焰离子检测器）。

A. 5. 2. 2 进样系统：顶空进样器。

A. 5. 2. 3 色谱柱：PEG-20M 毛细管柱或同类型色谱柱。

A. 5. 2. 4 分析天平，感量为 0.1mg。

A. 5. 3 试剂和溶液

A. 5. 3. 1 甲醇标准品

A. 5. 3. 2 乙酸乙酯标准品

A. 5. 3. 3 丙酮标准品

A. 5. 3. 4 正己烷标准品

A. 5. 3. 5 二甲基甲酰胺，色谱纯。

A. 5. 4 色谱条件

A. 5. 4. 1 检测条件

A. 5. 4. 1. 1 载气：氮气。

A. 5. 4. 1. 2 进样方式：顶空分流（分流比=1：10）。

A. 5. 4. 1. 3 载气流量：1.2mL/min。

A. 5. 4. 1. 4 进样体积：1mL。

A. 5. 4. 1. 5 进样口温度：200℃。

A. 5. 4. 1. 6 检测器温度：260℃。

A. 5. 4. 1. 7 升温程序：见表 A 2。

表 A 2 升温程序

| 序号 | 温度设定 (°C) | 柱温 (°C) | 保持时间 (min) |
|----|-----------|----------|------------|
| 1 | 初始温度 | 40 | 8 |
| 2 | 程序升温 | 35°C/min | 5.7 |
| | 终点温度 | 240 | 5 |

A. 5. 4. 2 顶空条件：见表 A 3。

表 A 3 顶空进样条件

| 样品制备程序 | 操作参数 |
|------------|------|
| 平衡温度 (°C) | 105 |
| 平衡时间 (min) | 30 |
| 传输线温度 (°C) | 110 |

A. 5. 5 溶液制备及测定

A. 5. 5. 1 标准品溶液的制备

精密称取甲醇 0.2g (称准至 0.1mg) 于 100mL 容量瓶中, 用二甲基甲酰胺定容, 混匀。取该液 0.1mL 于 100mL 容量瓶中, 用二甲基甲酰胺稀释至 100mL, 配制成甲醇浓度为 2 μ g/mL 的标准品使用溶液。精密称取乙酸乙酯 1.0g、丙酮 0.1g、正己烷 0.1g, 按上述相同方法配制成乙酸乙酯浓度为 10 μ g/mL、丙酮浓度为 1 μ g/mL、正己烷浓度为 1 μ g/mL。取该标准品溶液 5.0 mL 加入到 20mL 顶空瓶中, 立即塞紧瓶盖, 同时压紧铝盖, 备用。

A. 5. 5. 2 供试品溶液的制备

精密称取供试品 0.5g (称准至 0.1mg) 于 20mL 的顶空瓶中, 加入二甲基甲酰胺 5.0mL, 立即塞紧瓶盖, 同时压紧铝盖, 备用。

A. 5. 5. 3 测定

标准品溶液和供试品溶液顶空进样, 注入气相色谱仪, 记录色谱图。

A. 5. 6 结果计算

溶剂残留甲醇 (或乙酸乙酯、或丙酮、或正己烷) 以 w_7 计, 按式 (A.7) 计算:

$$w_7 = \frac{V_4 \times c_2 \times A_7}{A_8 \times m_4} \dots\dots\dots (A.7)$$

式中:

w_7 ——供试品中甲醇 (或乙酸乙酯、或丙酮、或正己烷) 残留量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

A_7 ——供试品溶液中甲醇 (或乙酸乙酯、或丙酮、或正己烷) 的峰面积;

A_8 ——标准品溶液中甲醇 (或乙酸乙酯、或丙酮、或正己烷) 的峰面积;

c_2 ——标准品溶液中甲醇 (或乙酸乙酯、或丙酮、或正己烷) 的浓度, 单位为微克每毫升 (μ g/ml);

V_4 ——样品溶液定容体积 (mL);

m_4 ——供试品质量, 单位为克 (g)。

附录 B

(资料性附录)

B.1 水飞蓟提取物高效液相色谱图

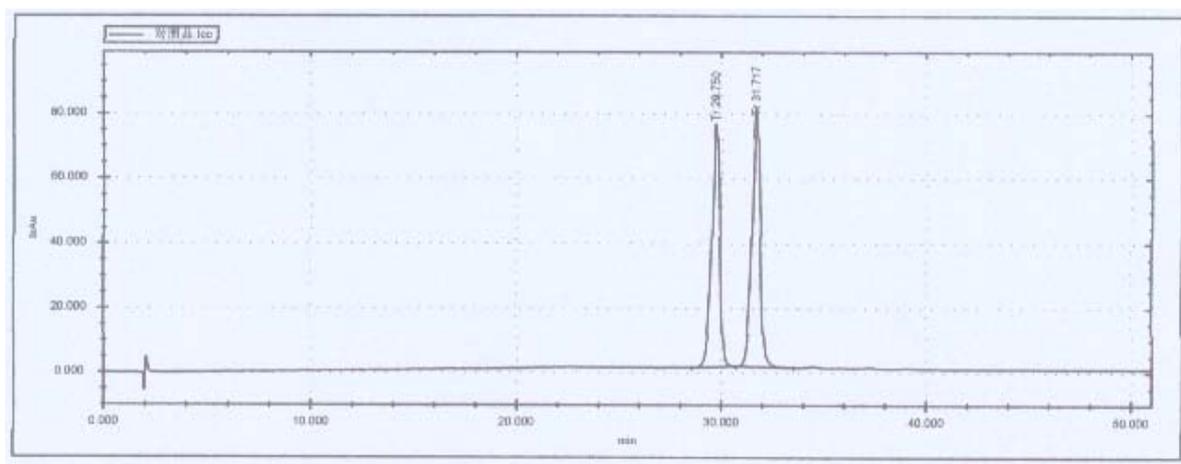


图 B1 水飞蓟标准品液相色谱图

表 B.1 水飞蓟标准品参考保留时间

| 组分名称 | 保留时间 (min) |
|-------|------------|
| 水飞蓟 A | 29.75 |
| 水飞蓟 B | 31.72 |

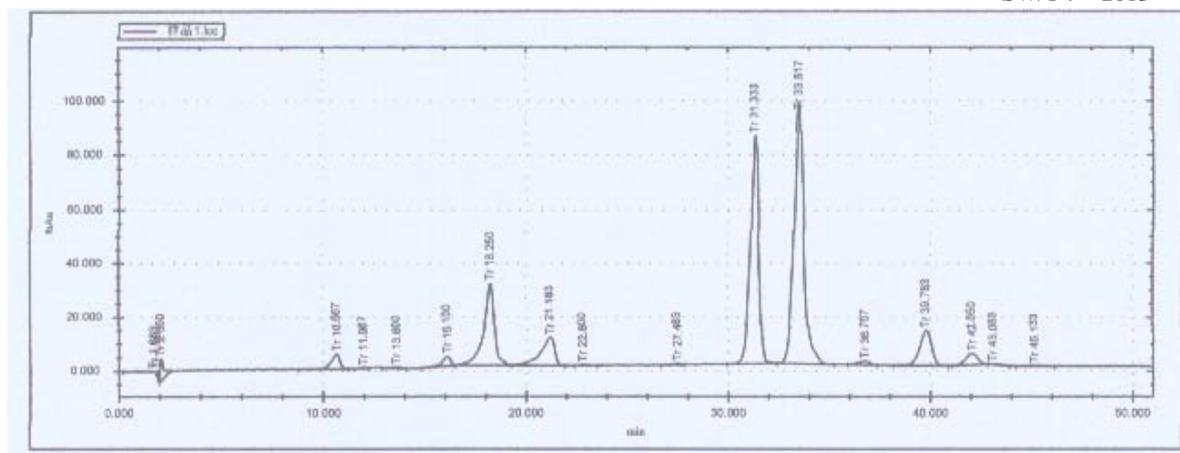


图 B2 水飞蓟提取物样品液相色谱图

表 B2 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) | 相对保留值 |
|---------|------------|-------|
| 水飞蓟亭 | 18.25 | 0.58 |
| 水飞蓟宁 | 21.18 | 0.68 |
| 水飞蓟宾 A | 31.33 | 1.0 |
| 水飞蓟宾 B | 33.52 | 1.07 |
| 异水飞蓟宾 A | 39.78 | 1.27 |
| 异水飞蓟宾 B | 42.05 | 1.34 |

B.2 水飞蓟提取物样品中甲醇、乙酸乙酯、丙酮、正己烷气相色谱图

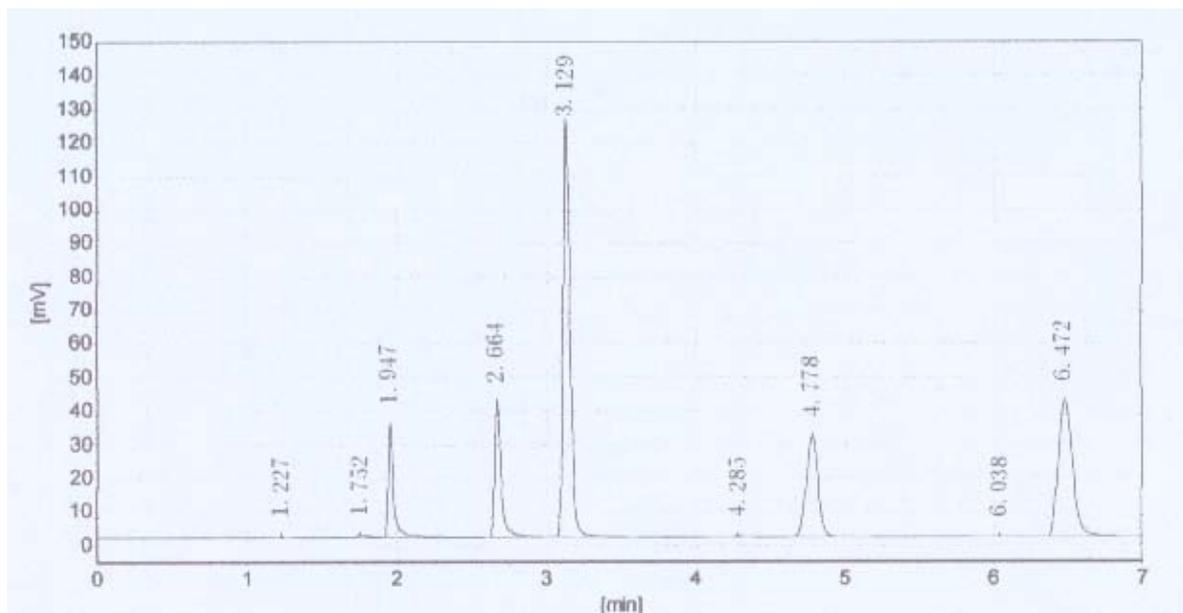


图 B3 甲醇、乙酸乙酯、丙酮、正己烷标准品气相色谱图

表 B.3 甲醇、乙酸乙酯、丙酮、正己烷标准品参考保留时间

| 组分名称 | 保留时间 (min) |
|------|------------|
| 甲醇 | 1.95 |
| 乙酸乙酯 | 3.13 |
| 丙酮 | 4.78 |
| 正己烷 | 6.47 |

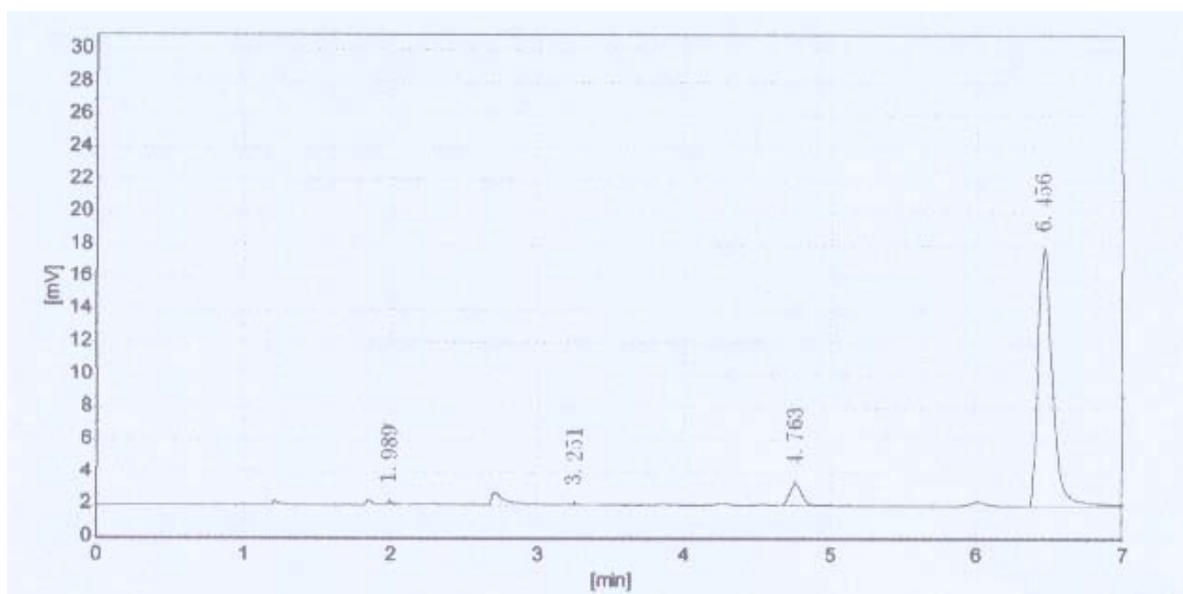


图 B4 水飞蓟提取物样品中甲醇、乙酸乙酯、丙酮、正己烷气相色谱图

表 B.4 水飞蓟提取物样品中甲醇、乙酸乙酯、丙酮、正己烷参考保留时间

| 组分名称 | 保留时间 (min) |
|------|------------|
| 甲醇 | 1.989 |
| 乙酸乙酯 | 3.251 |
| 丙酮 | 4.763 |
| 正己烷 | 6.456 |
