

DB2308

黑龙江省佳木斯市地方标准

DB2308/T XXX—2023

水飞蓟种子质量标准

(征求意见稿)

起草单位：黑龙江中医药大学佳木斯学院、佳木斯大学、
黑龙江省北方本草种业有限公司

联系人：徐姣

联系电话：13845404098

电子邮箱：xujiao2007@sina.com

2023-XX-XX 发布

2023-XX-XX 实施

佳木斯市市场监督管理局 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。

本文件由佳木斯市农业农村局提出并归口。

本文件由佳木斯市市场监督管理局批准发布。

本文件起草单位：黑龙江中医药大学佳木斯学院、佳木斯大学、黑龙江省北方本草种业有限公司。

本文件主要起草人：徐姣、马俊莹，刘维丽，赵宏，刘秀波。

水飞蓟种子质量标准

1 范围

本文件规定了水飞蓟种子的定义和术语、质量要求、检验方法、检测规则及包装。
本文件适用于黑龙江省佳木斯市及周边地区水飞蓟种子的生产和销售。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文件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 191-2008 包装储运图示标志
- GB/T 41221-2021 中药材种子检验规程
- SN/T 4002-2014 出口保健食品中水飞蓟宾的测定 高效液相色谱法
- 《中华人民共和国药典》2020年（一部）
- 《中华人民共和国药典》2020年（四部）
- GB/T 3543.2 农作物种子检验规程 扦样
- GB/T 3543.3 农作物种子检验规程 净度分析
- GB/T 3543.4 农作物种子检验规程 发芽试验
- GB/T 3543.5 农作物种子检验规程 真实性和品种纯度鉴定
- GB/T 3543.6 农作物种子检验规程 水分测定
- GB/T 3543.7 农作物种子检验规程 其他项目检验
- GB/T 7414 主要农作物种子包装

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 水飞蓟种子

菊科植物水飞蓟（*Silybum marianum* (L.) Gaertn.）的干燥成熟果实。秋季果实成熟时采收果序，晒干，打下果实，除去杂质，晒干。

3.2 纯度

水飞蓟种子数占供试种子总数的百分率，以“%”表示。

3.3 净度

水飞蓟净种子的重量占供试样品重量的百分率，以“%”表示。

3.4 发芽率

采用双层滤纸发芽床，置床培养温度 20℃，初次记数天数 7d，末次记数天数 14 d，计算其发芽种子数占供检种子数的百分率，以“%”表示。

3.5 水分

按规定程序把水飞蓟种子样品烘干，失去的水分重量占供检样品原始重量的百分率，以“%”表示。

3.6 总灰分

水飞蓟种子在高温下燃烧后，残留无机物的重量占水飞蓟种子燃烧前重量的百分率，以“%”表示。

3.7 浸出物

水飞蓟种子粉末溶于水/乙醇中，浸出性物质占供试样品重量的百分率，以“%”表示。

4 质量要求

4.1 外观形态

瘦果压扁呈长倒卵形或椭圆形，长5~7mm，宽2~3mm。表面淡灰棕色至黑褐色，光滑，有细纵花纹。顶端钝圆，稍宽，有一圆环，中间具点状花柱残迹，基部略窄。质坚硬。破开后可见子叶2片，浅黄白色，富油性。气微，味淡。

4.2 质量指标

水飞蓟种子质量应符合表1的指标要求。

表 1 水飞蓟种子质量指标

项目	指标
纯度（%）≥	95
净度（%）≥	95
水分（%）≤	10.0
总灰分（%）≤	9.0
浸出物（%）≥	18.0
（按干燥品计算）水飞蓟宾（%）≥	0.60

5 检验方法

5.1 纯度分析

按照GB/T 41221-2021 中纯度分析方法进行。

5.2 净度分析

按照GB/T 41221-2021 中净度分析方法进行。

5.3 发芽率（建议加上）

按下列方法计算

- a.取净种子 50 粒，4 次重复；
- b.将种子均匀排放在玻璃培养皿的双层滤纸上，置于培养箱，于 20℃，黑暗条件下培养；
- c.记录从培养开始至第 12d 的各重复水飞蓟种子发芽数，鉴别正常幼苗与不正常幼苗，计数并计算发芽率（%）（精确到小数点后 2 位）；
- d.记录从培养开始至第 5d 的各重复水飞蓟种子发芽数，鉴别正常幼苗与不正常幼苗，计数并计算发芽势（%）（精确到小数点后 2 位）。

5.3 水分测定

按照《中华人民共和国药典》2020 年（四部）0832 第二法 水分测定法进行。

5.4 总灰分测定

按照《中华人民共和国药典》2020 年（四部）2302 第一法 总灰分测定法进行。

5.5 浸出物测定

按照《中华人民共和国药典》2020 年（四部）2201 项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂的方法测定。

5.6 水飞蓟种子中活性成分水飞蓟宾的含量测定

5.6.1 方法

按照 SN/T 4002-2014 和中华人民共和国药典 2022 年版 四部 0512 高效液相色谱法测定。

5.6.2 仪器

高效液相色谱仪-配二极管阵列检测器；分析天平。

5.6.3 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-水-冰醋酸（48:52:1）为流动相；检测波长为 287nm。理论板数按水飞蓟宾峰计算应不低于 5000；柱温 40℃；流速 1.0ml/min。

5.6.4 对照品溶液的制备

取水飞蓟宾对照品（混有A和B；CAS号：22888-70-6，分子式：C₂₅H₂₂O₁₀）适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.12mg的溶液，即得。

5.6.5 供试品溶液的制备

取本品粉末（过三号筛）0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入75%甲醇50ml，称定重量，加热回流30分钟，放冷，再称定重量，用75%甲醇补足减失的重量，摇匀，静置，取上清液，即得。

5.6.6 定量测定

分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5 μl，注入液相色谱仪，测定，以水飞蓟宾两个峰面积之和计算，即得。

5.6.7 空白试验

按照上述测定步骤进行样品空白试验。

5.6.8 结果计算

用色谱数据处理软件或按式(1)计算试样中水飞蓟宾含量，计算结果应扣除空白值：

$$X = \frac{c_s \times V \times A}{m \times A_s \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X---待测样品中水飞蓟宾的含量，单位为毫克每克（mg/g）；

c_s---对照品中水飞蓟宾的浓度，单位为微克每毫升（μg/ml）；

A_s---对照品中水飞蓟宾A和B的峰面积之和；

A---待测样品中水飞蓟宾A和B的峰面积之和；

V---待测样品定容体积，单位为毫升（ml）；

m---待测样品粉末称样量，单位为克（g）。

6 检验规则

以表 1 种子质量指标为检验依据，若其中一项达不到指标要求的即为不合格种子。

7 种子包装

种子包装材料为麻袋或布袋，并附有种子标签，注明种子名称、产地、重量、纯度、净度、水分、总灰分、生产日期、生产者或经营者名称、地址等。