

《光果甘草根提取物的真伪鉴别 高效液相色谱法》 (征求意见稿) 编制说明

一、工作简况

1. 任务来源

2022 年 12 月,无限极(中国)有限公司向广东省食品流通协会提出了制定广东省食品流通协会团体标准《光果甘草根提取物的真伪鉴别 高效液相色谱法》的项目申请,协会组织评审专家小组,召开团体标准立项评审会议,评审小组成员对该项目进行论证并获得通过。2022 年 12 月 20 日在《全国团体标准信息平台》完成了立项标准公示。广东省食品流通协会标准化专业委员会下达了《光果甘草根提取物的真伪鉴别 高效液相色谱法》制定任务,开始该标准的研究制定工作,在组织上拟定了相关的措施,确定了本标准的制订思路。

2. 协作单位

本标准起草单位为无限极(中国)有限公司、江南大学、必维科技服务(西安)有限公司、广东省科学院生物与医学工程研究所等单位,由广东省食品流通协会归口。

3. 编制背景、必要性及意义

光甘草定是一种黄酮类化合物,因为其强大的美白作用被人们誉称为“美白黄金”,可消除自由基与肌底黑色素,是皮肤的美白和抗衰老圣物。光甘草定被报道是光果甘草的特异性功能活性物质,在光果甘草中的含量为 0.1%-0.3%,占光果甘草总黄酮 11%,主要从光果甘草的根茎中提纯化制备。目前光甘草定的提取方法主要有传统有机溶剂提取法、超声波提取法和微波辅助提取法,提取率在 0.12%至 0.269%之间;而现有的对光甘草定的分离纯化方法主要有大孔树脂法、柱层析法和色谱法,提纯效果参差不齐。

目前有研究报道从光果甘草药渣提取光甘草定,甘草药渣是经水提、含水醇提等方法从甘草中提取其他有效成分如甘草酸之后所剩余废弃物,一般被医药企业弃用。重新回收提取高附加值产品有利于解决工业上生产废物处理的难题,更有利于保护和合理利用甘草植物资源。目前对于甘草药渣中提取光甘草定方法多采用传统提取工艺。

市售的光果甘草提取物为光甘草定纯度 40%和 90%(光甘草定-40 和光甘草定-90),属植物提取物,用作化妆品的添加剂,作为美白与抗氧化的原料成分之一。由于在甘草中含量低提取不易,含有光甘草定的产品价格较高,市场上可能存在含光甘草定的产品造假和以次充优现象。现有的光果甘草提取物特异性标志物单一,仅是光甘草定。而且甘草提取物中黄酮类含量丰富,成分复杂,存在如光甘草素、菜豆素 A、菜豆素 B、甘草宁 Z 等光甘草定结构类似物(如图 1),仅依靠标准 QB/T 4951—2016《化妆品用原料·光果甘草根提取物》中常规的 HPLC 检测方法,难以区分鉴定光甘草定-40 产品来源真伪,导致消费者的权益保护困难。

因此,本研究拟通过潜在的光甘草定来源替代物和光甘草定-40 的光果甘草根提取物中的主要功效成分检测分析,确证光甘草定-40 根提取物特征标志物;其次,通过光甘草定-40 的光果甘草根提取物特征标志物组分含量检测,建立 1 套指纹图谱;最后,针对标志物

与结构类似物的提取和检测方法进行优化，耦合高分辨质谱技术建立识别技术 1 套，对光甘草定-40 光果甘草根提取物来源和真伪鉴定，保障其消费者权益。

4. 主要工作过程

（1）前期基础

广东省食品流通协会于 2023 年 1 月组织成立了标准起草小组，确定了工作进度时间表，并进行了分工。

（2）标准编制组第一次工作会议

2023 年 1 月，起草小组进行了技术论证和技术规范内容探讨，确定了制定计划、制定原则、标准框架、标准基本内容。

（3）标准编制组第二次工作会议

2023 年 2-3 月，起草小组对《光果甘草根提取物的真伪鉴别 高效液相色谱法》的方法进行全面调研，收集相关技术资料，对光果甘草根提取物中 5 种成分含量的测定进行调研汇总。起草小组根据现实需求完成了标准草案，并于 2022 年 3 月 6 日组织技术研讨会，对标准草案意见进行有必要的修改。

（4）编制组内征求意见

2023 年 3-9 月，起草小组完成本方法的研究工作，根据相关参与单位修改意见，完成验证报告。收集相关验证样品，将验证样品分别寄往验证单位，进行标准方法的室间验证工作，同时形成标准征求意见稿和编制说明。

二、标准编制原则和标准主要内容

1、编制原则

（1）通用性

充分考虑我国光果甘草提取物中标志性成分的测定方法现状和现实情况，明确其测定原理、测定方法步骤，适用于光果甘草提取物中标志性成分的测定。

（2）规范性

按 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第一部分：标准的结构和编写规则》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》的要求进行编写制订。

（3）注意与国际接轨

在制定本标准时，参考了现有的光果甘草根取物 HPLC 分析方法等技术标准、指导原则，吸收了国内外几年来先进的分析手段、处理过程、反应条件等，对方法中的前处理条件，参数调整、数据准确性等进行优化，体现了标准的技术性、科学性和先进性。

（4）协调一致性

与现行有效的相关光果甘草根取物标志性成分测定的国家法律、法规、标准规范保持一致，对方法提要、分析步骤、结果计算和试验报告等要求作出相应的规定。

2、标准主要内容

本标准内容主要 12 个部分：范围、规范性引用文件、术语和定义、原理、试剂和材料、仪器和设备、测定步骤、结果计算和表述、检出限、定量限、精密度、回收率、附录。

三、主要试验（或验证）情况分析

本分析标准实验研究结果见实验技术报告。

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及相关专利。

五、预期达到的社会效益、对产业发展的作用的情况

本标准与目前光果甘草根提取物行业科技、生产、工艺及管理水平的适应性强，标准化程度高，便于相关企业所引用。同时，该方法的确定可以有效的监控光果甘草根提取物中的标志性成分，也可作为中小企业生产中质量控制，为分析光果甘草根提取物标志性成分提供分析方法和基础数据支持。

六、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

目前，现行国家、行业标准中，无测定光果甘草根提取物中除光甘草定含量以外的标志性成分的方法，检测机构或者企业目前的参照方法有以下：QB/T 4951—2016《化妆品用原料·光果甘草根提取物》，该方法仅测定光甘草定含量及黄酮试验（定性），未测定其他标志性成分。故从实际出发，市场需要一种更为匹配，更为准确的方法用于评价光果甘草根提取物来源的真伪。

本标准具有以上的特点，以行业标准 QBT4951-2016《化妆品用原料光果甘草根提取物》检测方法为基准，对光果甘草根提取物的前处理及 HPLC 检测方法进行了优化，使得样品中的多种特征标志物在该提取条件下获得更高的提取率，在该 HPLC 条件下获得峰形显著、分离效果佳的液相峰图。

实验通过对样品溶解、超声提取、离心后，通过液相色谱仪检测，用外标法进行定性和定量。同时，测定的时使用常用的 C18 柱，有利于方法的推广使用。故该标准具有适用范围广、操作相对简单、准确性高、经济环保、推广性较强等特点。本标准能有利于光果甘草根提取物标志性成分的测定，适合推荐作为行业团体标准分析方法，完善光果甘草根提取物标志性成分的标准应用，在企业针对光果甘草根提取物标志性成分的定量方法多了一项选择，填补行业标准空缺，提高光果甘草根提取物行业市场的正规性和公正性。

七、在标准体系中的位置，与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准与现行的法律、法规和强制性国家标准及卫生标准的规定一致。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准制定过程中，无重大分歧意见。

九、标准性质的建议说明

本标准广东省食品流通协会标准，属于团体标准，供协会会员和社会自愿使用。

十、贯彻标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过渡办法等内容）

本标准批准发布后建议在相关检测机构推广使用，以发挥标准的社会效益和经济效益。

十一、废止现行有关标准的建议

无

十二、其他应予说明的事项

无

标准化工作组

2023 年 10 月