

团体标准《植物提取物 胀果甘草根提取物（甘草查尔酮 A）》

编制说明

一、工作简况

本标准的制定工作，是由中国医药保健品进出口商会提出而进行的，由中华人民共和国商务部归口，中国医药保健品进出口商会标准化技术委员会负责解释。本标准由辰风天然本草（北京）科技有限公司牵头起草，珠海威尔凯化工有限公司、莎车县富源甘草制品有限公司、清河蓝斯利药业有限公司、上海奥利实业有限公司等单位参与起草，标准主要起草人为吴启林、孟令超、刘红、王平、程源斌、陈晓。

二、标准制订的目的及意义

甘草查尔酮 A 是从胀果甘草（*Glycyrrhiza inflata* Bat.）中分离鉴定出的含量最高的查尔酮类物质，被视为胀果甘草的特异性成分。现代药理研究表明，甘草查尔酮 A 参与和调控多种与身体健康息息相关的生理活动，包括：强抗炎、抗氧化、抑菌、抗溃疡、抗肿瘤、抗疟疾、抗糖尿病、改善肥胖、抑制黑色素生成等。

以甘草黄酮为主要成分治疗消化性溃疡的植物药，在国外已销售 50 年时间，包括日本市场 1967 年上市的 Aspalon®/FM100（甘草黄酮浸膏）和欧洲市场 1971 年上市的 Caved-S（去甘草酸后的甘草黄酮制剂）。以甘草查尔酮 A 为指标成分的安胃疡胶囊全国有两家生产，分别是：新疆全安药业有限公司，惠州市九惠制药股份有限公司。

在皮肤医学方面，甘草查尔酮 A 也具有广泛的应用价值，特别是其显著的抗炎特性（效果接近地塞米松、吡哆美辛，优于氢化可的松），且无依赖性和毒副作用。可以用于治疗特异性皮炎、皮肤敏感、泛红、对抗外界刺激，并可用于酒糟鼻、红血丝、面部潮红的治疗。其显著的抑菌效果和抑制脂肪细胞增殖和代谢作用，可用于痤疮和粉刺的治疗，也可用于治疗脂溢性头皮炎和去屑的护发产品中。同时甘草查尔酮 A 也具有优异的抗氧化性和美白活性，也可用于预防和治疗氧化损伤（UV、刺激引起）和美白的产品。国际化妆品品牌用查尔酮 A 原料的品牌有不少，如 Chanel, Nivea, 德国 Eucerin 优色林等。

新疆地区作为我国最大的胀果甘草生产及其初加工的地方，主要产品为甘草膏、甘草酸粉等，每年有近万吨的甘草被初步提取后，通常作为工业废料弃去，造成资源的浪费和环境的污染。以他们为原料，提取甘草黄酮，可以为企业创造更多价值和收益。目前国内生产甘草查尔酮 A 的企业有很多，主流的是生产甘草制品的企业，因为他们获取胀果甘草渣有天然的优势。目前生产甘草查尔酮 A 的企业有：北京绿色金可生物技术股份有限公司、甘肃泛植制药有限公司、莎车富源甘草制品有限公司和辰风天然本草（北京）科技有限公司等在甘草行业深耕和重视技术研发的企业。随着甘草查尔酮 A 的功能被更多应用，生产成本不断降低，甘草查尔酮 A 这个产品的需求会越来越广。

国内生产甘草查尔酮 A 的企业越来越多，甘草查尔酮 A 也越来越受到化妆品行业、医药行业的接受和认可。但没有统一的标准，吸收先进标准经验，统一标准，对生产企业来说很有必要，也可以使客户对该产品质量的认可度更高。

制定甘草查尔酮 A 提取物标准,有利于国内外标准的统一,使生产企业目标明确,按标准生产可减少生产企业与用户之间的标准差异,减少贸易争端。同时与国外标准一致,可为众多国家所接受,可扩大甘草查尔酮 A 的出口量。

三、国内外有关法律法规和其他标准的关系

甘草查尔酮 A 目前国际、国内没有法定的标准。只有一些生产企业根据客户要求自行制定的内控标准。

四、标准的制订与起草原则

本标准遵循中国医药保健品进出口商会提供的相关规则编写。参考各企业内控标准以及产品特性、市场要求制定本标准。

表1 甘草查尔酮A技术指标依据及检验方法依据

项 目	指 标		指标制定依据	检验方法依据
性状	本品 20%产品为棕黄色均匀粉末;本品 40%产品为棕黄色至黄色均匀粉末。具有本品特殊气味。无肉眼可见异物。		产品特性	启开试样后,立即嗅其气味;取试样适量置于白色瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽、外观,并检查有无异物。
高效液相色谱法鉴别	供试品溶液高效液相色谱图中应有与对照品溶液高效液相色谱图中甘草查尔酮 A 保留时间基本一致的色谱峰		产品特性	高效液相色谱法
甘草查尔酮 A 含量/%	≥20.0	≥40.0	市场要求	高效液相色谱法
粒度(80目筛)/%	≥95		市场要求	《中华人民共和国药典(2020年版)》第四部 通则 0982 粒度和粒度分布测定法
水分/%	≤5.0		市场要求	GB 5009.3 第一法
灰分/%	≤3.0		产品特性	GB5009.4
乙醇/mg/kg	≤5000		产品特性	顶空-GC
甲醇/mg/kg	≤200		产品特性	顶空-GC
铅(Pb)/mg/kg	≤3.0		(EC) No.1881/2006	GB5009.268
砷(以As计)/mg/kg	≤1.0		市场要求	
镉(Cd)/mg/kg	≤1.0		(EC) No.1881/2006	
汞(Hg)/mg/kg	≤0.3		GB 16740 2014 食品安全国家标准 保健食品	

菌落总数/CFU/g	≤1000	市场要求	GB 4789.2
霉菌和酵母/CFU/g	≤100	市场要求	GB 4789.15
大肠埃希菌	未检出	市场要求	GB 4789.38
沙门菌	未检出	市场要求	GB4789.4

五、确定各项技术内容

样品来源：辰风天然本草（北京）科技有限公司(以下简称辰风本草)、珠海威尔凯化工有限公司（以下简称维尔凯化工）、北京绿色金可生物技术股份有限公司（以下简称绿色金可）、青河蓝斯利药业有限公司（以下简称蓝斯利）、西安萃源生物科技有限公司（以下简称西安萃源）。

对照品甘草查尔酮 A 从德国 Phytolab 公司购买。

表 2 甘草查尔酮 A 样品来源表

样品提供单位	原料来源	规格批号
辰风天然本草（北京）科技有限公司	自产	20%甘草查尔酮 A，批号：SHGC100223001，SHGC100223002，SHGC100223003 40%甘草查尔酮 A，批号：SHGC100323002，SHGC100323003，SHGC100323004
珠海威尔凯化工有限公司	自产	20%甘草查尔酮 A，批号：23021301，23021302，23021303 40%甘草查尔酮 A，批号：23041401，23041501，23041502
北京绿色金可生物技术股份有限公司	自产	20%甘草查尔酮 A：220910 GA-105，220911 GA-105，220912 GA-105 40%甘草查尔酮 A：230101 GA-106，230102GA-106，230103 GA-106
青河蓝斯利药业有限公司	自产	20%甘草查尔酮 A，批号：23050501，23050502，23050503 40%甘草查尔酮 A，批号：23050401，23050402，23050403
西安萃源生物科技有限公司	自产	20%甘草查尔酮 A，批号：230801，230802，230803 40%甘草查尔酮 A，批号：230502，230503，230601

1 工艺要求

本品的原料为胀果甘草（*Glycyrrhiza inflata* Bat.）根。其制法为：原料经过提取、纯化、干燥而得到。

2 性状

取试样适量置于白色瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽、外观，并检查有无异物。

表 3 甘草查尔酮 A 产品性状检验结果（规格 20%）

样品来源	批号	性状
辰风本草	SHGC100223001	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
辰风本草	SHGC100223002	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
辰风本草	SHGC100223003	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
维尔凯化工	23021301	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
维尔凯化工	23021302	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
维尔凯化工	23021303	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
绿色金可	220910 GA-105	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物

绿色金可	220911 GA-105	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
绿色金可	220912 GA-105	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
蓝斯利	23050501	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
蓝斯利	23050502	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
蓝斯利	23050503	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
西安萃源	230801	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
西安萃源	230802	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
西安萃源	230803	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物

表 4 甘草查尔酮 A 产品性状检验结果（规格 40%）

样品来源	批 号	性 状
辰风本草	SHGC100323002	黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
辰风本草	SHGC100323003	黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
辰风本草	SHGC100323004	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
维尔凯化工	23041401	黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
维尔凯化工	23041501	黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
维尔凯化工	23041502	黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
绿色金可	230101 GA-106	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
绿色金可	230102 GA-106	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
绿色金可	230103 GA-106	棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
蓝斯利	23050401	黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
蓝斯利	23050402	黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
蓝斯利	23050403	黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
西安萃源	230502	黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
西安萃源	230503	黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物
西安萃源	230601	黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物

观察结果为：15 批甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）中，都为棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物。15 批甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）为棕黄色或黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物。

根据观察结果，本标准规定甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）的性状要求描述为：本品为棕黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物。甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）的性状要求描述为：本品为棕黄色至黄色均匀粉末，具有本品特殊气味，无肉眼可见异物。

3 理化指标

3.1 鉴别

3.1.1 仪器和设备

高效液相色谱仪

电子天平，感量为 0.01mg

超声波清洗仪。

0.45μm 微孔滤膜，有机相。

3.1.2 试剂和材料

乙腈，色谱纯。

冰醋酸，色谱纯。

甲醇。

水。

1%冰醋酸水溶液：准确量取冰醋酸 10mL 加入 800mL 水中，再用水定容到 1000mL，摇匀，即得。

对照品：甘草查尔酮 A，CAS 号 58749-22-7，含量 $\geq$ 98.0%，购自 Phytolab 或同等质量。

3.1.3 参考色谱条件与系统适用性

a) 色谱柱：十八烷基硅烷键合硅胶色谱柱，250mm $\times$ 4.6mm, 5 μ m。

b) 流动相：A 相：乙腈； B 相：1%冰醋酸水溶液

时间/min	A 相	B 相
0.01	45	55
25.00	57	43
25.01	80	20
35.00	80	20
35.01	45	55
45.00	45	55

c) 检测波长：372nm。

d) 流速：1.2mL/min。

e) 温度：35 $^{\circ}$ C

f) 理论塔板数按甘草查尔酮 A 峰计算应不低于 6000。

3.1.4 溶液制备

3.1.4.1 对照品溶液的制备

精密称取对照品 8mg，置于 50ml 容量瓶中，加入甲醇制成每 1ml 含有 0.16mg 甘草查尔酮 A 的溶液。

3.1.4.2 供试品溶液的制备

取规格 20%的供试品约 80mg 或规格 40%的供试品约 40mg（相当于含甘草查尔酮 A 约 16mg），精密称定，置 100ml 容量瓶中，加甲醇适量，超声（250W，40KHz）处理 15min，并用甲醇稀释至刻度，摇匀，用 0.45 μ m 微孔滤膜过滤即得。

3.1.5 测定

吸取对照品溶液和供试品溶液进行测定，供试品溶液高效液相色谱图中应有与对照品溶液高效液相色谱图中甘草查尔酮 A 保留时间基本一致的色谱峰。见图 1~8。

图 1 甘草查尔酮 A 对照品 HPLC 谱图

图 2 甘草查尔酮 A 产品（20%，辰风本草 SHGC100223001）HPLC 谱图

图 3 甘草查尔酮 A 产品（20%，威尔凯化工 23021301）HPLC 谱图

图 4 甘草查尔酮 A 产品（20%，绿色金可 220910 GA-105）HPLC 谱图

图5 甘草查尔酮A产品（20%，蓝斯利23050501）HPLC谱图

图6 甘草查尔酮A产品（20%，西安萃源230801）HPLC谱图

图 7 甘草查尔酮 A 产品（40%，辰风本草 SHGC100323002）HPLC 谱图

图 8 甘草查尔酮 A 产品（40%，威尔凯化工 23041401）HPLC 谱图

图 9 甘草查尔酮 A 产品（40%，绿色金可 230101 GA-106）HPLC 谱图

图 10 甘草查尔酮 A 产品（40%，蓝斯利 23050401）HPLC 谱图

图 11 甘草查尔酮 A 产品（40%，西安萃源 230502）HPLC 谱图

表 5 对照品溶液和供试品溶液保留时间

谱图名称	组分名称	保留时间
图 1 甘草查尔酮 A 对照品 HPLC 谱图	甘草查尔酮 A	16.878
图 2 甘草查尔酮 A 产品（20%，辰风本草 SHGC100223001）HPLC 谱图	甘草查尔酮 A	16.848
图 3 甘草查尔酮 A 产品（20%，威尔凯化工 23021301）HPLC 谱图	甘草查尔酮 A	16.884
图 4 甘草查尔酮 A 产品（20%，绿色金可 220910GA-105）HPLC 谱图	甘草查尔酮 A	16.808
图 5 甘草查尔酮 A 产品（20%，蓝斯利 23050501）HPLC 谱图	甘草查尔酮 A	16.846
图 6 甘草查尔酮 A 产品（20%，西安萃源 230801）HPLC 谱图	甘草查尔酮 A	16.854
图 7 甘草查尔酮 A 产品（40%，辰风本草 SHGC100323002）HPLC 谱图	甘草查尔酮 A	16.887
图 8 甘草查尔酮 A 产品（40%，威尔凯化工 23041401）HPLC 谱图	甘草查尔酮 A	16.945
图 9 甘草查尔酮 A 产品（40%，绿色金可 230101GA-106）HPLC 谱图	甘草查尔酮 A	16.981
图 10 甘草查尔酮 A 产品（40%，蓝斯利 23050401）HPLC 谱图	甘草查尔酮 A	16.907
图 11 甘草查尔酮 A 产品（40%，西安萃源 230502）HPLC 谱图	甘草查尔酮 A	16.959

从甘草查尔酮 A 产品高效液相色谱图 1~11 和表 5 可见，不同厂家来源的甘草查尔酮 A 产品供试品溶液 HPLC 谱图都有与对照品溶液 HPLC 谱图中甘草查尔酮 A 保留时间一致的色谱峰。因此，将供试品溶液高效液相色谱图中应有与对照品溶液高效液相色谱图中甘草查尔酮 A 保留时间一致的色谱峰订入本标准。

3.2 甘草查尔酮 A 含量测定

3.2.1 仪器和用具

分析天平，感量为 0.01mg。

超声波清洗仪。

高效液相色谱仪。

0.45 μ m 微孔滤膜，有机相。

3.2.2 试剂和溶液

乙腈，色谱纯。

冰醋酸，色谱纯。

甲醇。

水。

1%冰醋酸水溶液：准确量取冰醋酸 10mL 加入 800mL 水中，再用水定容到 1000mL，摇匀，即得。

对照品：甘草查尔酮 A，CAS 号 58749-22-7，含量 $\geq$ 95%，购自 Phytolab 或同等质量。

3.2.3 参考色谱条件与系统适用性

a) 色谱柱：十八烷基硅烷键合硅胶色谱柱，250mm $\times$ 4.6mm，5 μ m。

b) 流动相：A 相：乙腈； B 相：1%冰醋酸水溶液

时间/min	A 相	B 相
0.01	45	55
25.00	57	43
25.01	80	20
35.00	80	20
35.01	45	55
45.00	45	55

c) 检测波长：372nm。

d) 流速：1.2mL/min。

e) 温度：35 $^{\circ}$ C

f) 理论塔板数按甘草查尔酮 A 计算应不低于 6000。

3.2.4 溶液制备

3.2.4.1 对照品溶液的制备

精密称取对照品 8mg，置于 50mL 容量瓶中，加入甲醇制成每 1mL 含有 0.16mg 甘草查尔酮 A 的溶

液。

3.2.4.2 供试品溶液的制备

取规格 20%的供试品约 80mg，规格 40%的供试品约 40mg（相当于含甘草查尔酮 A 约 16mg），精密称定，置 100mL 容量瓶中，加甲醇适量，超声（250W，40KHz）处理 15min，并用甲醇稀释至刻度，摇匀，用 0.45μm 微孔滤膜过滤即得。

3.2.5. 测定方法

分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液 10μL，依次注入高效液相色谱仪，测定，按外标法计算含量。供试品中甘草查尔酮 A 含量以质量分数计，数值以%表示，按公式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{A \times C_0 \times 100}{A_0 \times m \times (1 - d)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- w₁——供试品中甘草查尔酮 A 质量分数，%；
- A——供试品溶液中甘草查尔酮 A 的峰面积；
- A₀——对照品溶液中甘草查尔酮 A 的峰面积；
- C₀——对照品溶液甘草查尔酮 A 的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- m——供试品的称样量，单位为毫克（mg）；
- 100——供试品的稀释体积，单位为毫升（mL）；
- d——供试品的水分含量，%。

3.2.6 系统适应性试验

系统适应性试液（1）： 3.2.4.1 项下制备的甘草查尔酮 A 对照品溶液（浓度 0.1690mg/mL）。连续进样 6 针，分别计算：

- 1) 重复性:6 次测试甘草查尔酮 A 的峰面积及保留时间的 RSD 值。峰面积的 RSD 值应不高于 1.0%，保留时间的 RSD 值应不高于 1.0%。
- 2) 理论塔板数，以甘草查尔酮 A 计理论塔板数应不低于 6000。

系统适应性试液（2-1）：取规格 20%的供试品约 80mg，精密称定，置 100mL 容量瓶中，加甲醇适量，超声处理 15min，并用甲醇稀释至刻度，摇匀，用 0.45μm 微孔滤膜过滤即得供试液。

系统适应性试液（2-2）：取规格 40%的供试品约 40mg，精密称定，置 100mL 容量瓶中，加甲醇适量，超声处理 15min，并用甲醇稀释至刻度，摇匀，用 0.45μm 微孔滤膜过滤即得供试液。

两种试液各进样 2 针，分别计算：

专属性：计算试液（2-1）和（2-2）中甘草查尔酮 A 与相邻峰的分度，分离度不低于 1.5。

结果见表 6、表 7，谱图见图 12-19。

表 6 系统适应性试液（1）重复性试验结果

样品 编号	甘草查尔酮 A 保留时间 Min	甘草查尔酮 A 峰 面积	理论塔板数
----------	---------------------	-----------------	-------

1	16.869	3095616	37081
2	16.878	3091929	37099
3	16.970	3078752	37126
4	16.980	3080253	37078
5	16.977	3072237	37085
6	16.983	3067255	37075
	16.943	3081007	37091
S	0.054	10994.52	
CV%	0.32	0.36	

表 7 色谱系统稳定性试验结果

编 号	项 目	结 果
1	6 次测试峰面积的 RSD 值	0.36%
2	6 次测试保留时间的 RSD 值	0.32%
3	理论塔板数	37091
4	试液（2-1）专属性（甘草查尔酮 A 与后面峰分离度）	--
5	试液（2-1）专属性（甘草查尔酮 A 与前面峰分离度）	2.30
6	试液（2-2）专属性（甘草查尔酮 A 与后面峰分离度）	--
7	试液（2-2）专属性（甘草查尔酮 A 与前面峰分离度）	2.27

图 12 系统适应性溶液（1）HPLC 谱图 1

图 13 系统适应性溶液（1）HPLC 谱图 2

图 14 系统适应性溶液（1）HPLC 谱图 3

图 15 系统适应性溶液（1）HPLC 谱图 4

图 16 系统适应性溶液（1）HPLC 谱图 5

图 17 系统适应性溶液（1）HPLC 谱图 6

图 18 系统适应性溶液（2-1）HPLC 谱图

图 19 系统适应性溶液（2-2）HPLC 谱图

3.2.7 线性关系试验

精密称取甘草查尔酮 A 对照品 8.38mg 置 25mL 容量瓶中，按 3.2.4.1 项下制备方法加甲醇溶解制成储备液，浓度为 321.79 μ g/mL，为标准溶液（1），再精密吸取该储备液 7.5、5.0、2.5、1.0 分别至 4 个 10mL 容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，分别得标准溶液（2）、（3）、（4）、（5），浓度分别为 321.79、241.35、160.90、80.45、32.18 μ g/mL。按 3.2.3 项下色谱条件分析，进样 10 μ l，分别测定 5 个标准溶液的峰面积，同时吸取标准溶液（1）15 μ l 进样，为标准溶液（6），浓度为 482.69 μ g/mL。见表 8。

表 8 甘草查尔酮 A 标准曲线试验结果

对照品浓度 (μ g/mL)	32.18	80.45	160.90	241.35	321.79	482.69
峰面积	809292	1673908	2930255	4137605	5231547	7601871

以甘草查尔酮 A 对照品的浓度(μ g/mL)为横坐标，峰面积为纵坐标，求得回归方程： $Y=14930x+447655$ ， $R^2=0.999$ 。结果表明甘草查尔酮 A 在 32.18~482.69 μ g/mL 范围内与峰面积呈良好的线性关系。标准曲线如下图 20。

图20 甘草查尔酮A标准曲线

3.2.8 定量限：准确移取 3.2.7 项下的甘草查尔酮 A 标准溶液（5），连续测试 3 次，记录甘草查尔酮 A 的峰面积，并计算定量限。定量限应低于对照品浓度。

按下列公式中计算定量限：

$$/S$$

其中

σ —三次进样峰面积的标准差；

S—标准曲线斜率。

表 9 甘草查尔酮 A 定量限试验结果

样品 编号	甘草查尔酮 A 峰 面积	标准差	斜率	定量限($\mu\text{g/mL}$)
1	809292	2904.4	14930	1.98
2	811856			
3	815088			

3.2.9 精密度试验

3.2.9.1 重复性试验

取甘草查尔酮 A 产品（20%，批号 SHGC100223001）约 66mg、80mg、96mg（精确至 0.01mg），各称取 3 份，置于 100ml 容量瓶中，用甲醇定容至刻度。同一日内对待测样品进行测定，计算结果的 RSD 值。RSD 值应 $\leq$ 1.0%。结果表明：甘草查尔酮 A 平均含量为 21.57%，RSD 为 0.78%。见表 10。

表 10 甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）重复性试验结果

编号	称样量 (mg)	甘草查尔酮 A 含 量	平均含量 (%)	RSD (%)
----	-------------	----------------	-------------	------------

(%)				
1	69.06	21.66		
2	66.84	21.77		
3	65.58	21.54		
4	81.36	21.60		
5	80.50	21.28	21.57	0.78
6	78.94	21.35		
7	98.74	21.53		
8	96.42	21.69		
9	96.12	21.73		

取甘草查尔酮 A 产品（40%，批号 SHGC100323002）约 33mg、40mg、48mg（精确至 0.01mg），各称取 3 份，置于 100ml 容量瓶中，用甲醇定容至刻度。同一日内对待测样品进行测定，计算结果的 RSD 值。RSD 值应≤1.0%。结果表明：甘草查尔酮 A 平均含量为 49.92%，RSD 为 0.56%。见表 11。

表 11 甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）重复性试验结果

编号	称样量 (mg)	甘草查尔酮 A 含量 (%)	平均含量 (%)	RSD (%)
1	34.48	50.07		
2	33.54	50.28		
3	33.78	49.70		
4	41.88	49.73		
5	40.26	50.02	49.92	0.56
6	40.76	49.47		
7	49.26	50.07		
8	48.64	50.24		
9	48.90	49.71		

3.2.9.2 中间精密度试验

在 2 个不同日期内 2 名化验员分别对甘草查尔酮 A 产品（20%，批号 SHGC100223001）进行检测。分别准确称约 66mg、80mg、96mg（精确至 0.01mg），各称取 2 份，置于 100ml 容量瓶中，用适量甲醇溶解并定容至刻度，对该样品进行测试，计算结果的 RSD 值，2 名化验员之间的含量的 RSD 值应不高于 2.0%。检测结果见表 12。

表 12 甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）中间精密度试验结果

检验员	编号	称样量 (mg)	甘草查尔酮 A 含 量 (%)	平均含量 (%)	RSD (%, n=6)
检验员	1	69.06	21.66	21.57	0.78
	2	66.84	21.77		

A	3	81.36	21.60
	4	80.50	21.28
	5	78.94	21.35
	6	96.42	21.69
	1	66.21	21.68
	2	67.03	21.69
检验员	3	80.32	21.50
B	4	80.45	21.49
	5	96.24	21.36
	6	97.31	21.75

在 2 个不同日期内 2 名化验员分别对甘草查尔酮 A 产品（40%，批号 SHGC100323002）进行检测。分别准确称约 33mg、40mg、48mg（精确至 0.01mg），各称取 2 份，置于 100ml 容量瓶中，用适量甲醇溶解并定容至刻度，对该样品进行测试，计算结果的 RSD 值，2 名化验员之间的含量的 RSD 值应不高于 2.0%。检测结果见表 13。

表 13 甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）中间精密度试验结果

检验员	编号	称样量 (mg)	甘草查尔酮 A 含 量 (%)	平均含量 (%)	RSD (%, n=6)
A	1	34.48	50.07	49.94	0.42
	2	33.54	50.28		
	3	41.88	49.73		
	4	40.26	50.02		
	5	49.26	50.07		
	6	48.64	50.24		
B	1	33.12	49.79	49.94	0.42
	2	33.59	49.74		
	3	40.04	49.63		
	4	40.21	49.92		
	5	48.76	49.77		
	6	48.12	50.05		

3.2.10 准确度试验

取甘草查尔酮A产品（20%，批号SHGC100223001），甘草查尔酮A含量为21.57%（水分1.12%，未折干含量21.34%）。精密称定9份，各约80mg（精确至0.01mg），置于9个100mL容量瓶中。分三组按50%、100%、150%加入甘草查尔酮A工作对照品（工作对照品含量为94.10%）到含样品的9个容量瓶中，加入甲醇，超声提取约15min后，放置至室温，用甲醇定容至刻度，制成供回收率测定用供试品溶液（可稀释至适宜浓度），按3.2.3项下色谱条件测定，检测结果中减去原有水平，根据加入的量计算回收率。平均回收率为99.63%（95~102%），符合要求。见表14。

表 14 甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）回收率试验结果

编号	称样量 (mg)	本底值 (mg)	加入量 (mg)	检测值 (mg)	检测值-本底值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	80.13	17.10	8.55	25.69	8.59	100.47	99.63
2	81.25	17.34	8.78	26.10	8.76	99.79	
3	81.95	17.49	8.90	26.35	8.86	99.57	
4	80.04	17.08	16.87	33.92	16.84	99.82	
5	79.89	17.05	16.92	33.81	16.76	99.06	
6	80.34	17.14	17.14	34.02	16.88	98.46	
7	80.21	17.12	25.68	42.75	25.63	99.82	
8	80.29	17.13	25.12	42.47	25.34	100.86	
9	80.17	17.11	25.09	41.90	24.79	98.81	

注：本底值、加入量、检测值都已折算成纯甘草查尔酮 A 的量。

取甘草查尔酮A产品（40%，SHGC100323002），甘草查尔酮A含量为49.94%（水分0.90%，未折干含量为49.49%）。精密称定9份，各约40mg（精确至0.01mg），置于9个100mL容量瓶中。分三组按50%、100%、150%加入甘草查尔酮A对照品（对照品含量94.10%）到含样品的9个容量瓶中，加入甲醇，超声提取约15min后，放置至室温，用甲醇定容至刻度，制成供回收率测定用供试品溶液（可稀释至适宜浓度），按3.2.3项下色谱条件测定，检测结果中减去原有水平，根据加入的量计算回收率。平均回收率为99.35%（95~102%），符合要求。见表15。

表 15 甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）回收率试验结果

编号	称样量 (mg)	本底值 (mg)	加入量 (mg)	检测值 (mg)	检测值-本底值 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	40.15	19.87	10.02	29.74	9.87	98.50	99.35
2	40.23	19.91	9.81	29.85	9.94	101.33	
3	40.58	20.08	9.92	30.04	9.96	100.37	
4	39.87	19.73	19.79	39.37	19.64	99.23	
5	40.21	19.90	19.98	39.68	19.78	99.00	
6	40.19	19.89	19.73	39.27	19.38	98.23	
7	40.08	19.84	25.92	45.34	25.50	98.40	
8	40.56	20.07	26.10	46.03	25.96	99.45	
9	40.78	20.18	26.00	46.08	25.90	99.61	

注：本底值、加入量、检测值都已折算成纯甘草查尔酮 A 的量。

3.2.11 稳定性试验

取甘草查尔酮A产品（20%，批号SHGC100223001），按3.2.4.2项下制备供试品溶液，按3.2.3项下色谱条件分别于0、2、4、8、12、24小时测定，记录色谱图，结果供试品中甘草查尔酮A峰面积的RSD为0.86%（n=6），表明本品溶液在24小时内稳定。见表16。

表 16 甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）稳定性试验结果

时间（小时）	0	2	4	8	12	24	RSD
--------	---	---	---	---	----	----	-----

							(%, n=6)
甘草查尔酮 A	3484863	3459968	3492622	3456380	3418116	3427297	0.86
峰面积							

取甘草查尔酮A产品（40%，SHGC100323002），按3.2.4.2项下制备供试品溶液，按3.2.3项下色谱条件分别于0、2、4、6、12、24小时测定，记录色谱图，结果供试品中甘草查尔酮A峰面积的RSD为0.89%（n=6），表明本品溶液在24小时内稳定。见表17。

表 17 甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）稳定性试验结果

时间（小时）	0	2	4	8	12	24	RSD (%, n=6)
甘草查尔酮 A	3865676	3833353	3844959	3802748	3789066	3780231	0.89
峰面积							

3.2.12 耐用性试验

3.2.12.1 不同色谱柱的耐用性试验

取甘草查尔酮 A 产品（20%，批号 SHGC100223001），按 3.2.4.2 项下各制备供试品溶液，分别采用不同色谱柱，按 3.2.3 项下色谱条件分别测定样品的含量，检测结果见表 18，不同色谱柱分离效果见图 21~24。

色谱柱信息：

色谱柱 1：YMC AQ12S05-2546WT 250×4.6mm，S-5μm

色谱柱 2：ACE Excel C18 250×4.6mm，5μm

色谱柱 3：Shim-pack Gist C18 250×4.6mm，5μm

色谱柱 4：Shim-pack Gist C18 150×4.6mm，5μm

表 18 不同色谱柱对甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）含量测定的影响

色谱柱类型	样品称样量 (mg)	含量 (%)	平均含量 (%)
色谱柱 1	81.36	21.60	21.44
	80.50	21.28	
色谱柱 2	81.36	21.36	21.20
	80.50	21.04	
色谱柱 3	81.36	21.49	21.43
	80.50	21.37	
色谱柱 4	81.36	20.78	20.87
	80.50	20.96	

图 21 色谱柱 1 (YMC AQ12S05-2546WT 250×4.6mm, S-5μm) 甘草查尔酮 A 产品 HPLC 谱图

图 22 色谱柱 2 (ACE Excel C18, 250×4.6mm, 5μm) 甘草查尔酮 A 产品 HPLC 谱图

图 23 色谱柱 3 (Shim-pack Gist C18 250×4.6mm, 5μm) 甘草查尔酮 A 产品 HPLC 谱图

图 24 色谱柱 4 (Shim-pack Gist C18 150×4.6mm, 5μm) 甘草查尔酮 A 产品 HPLC 谱图

表 18 表明, 四种不同色谱柱测定结果基本一致。图 21-24 表明, 色谱柱 1、3 分离甘草查尔酮 A 产品效果较好, 色谱柱 2、4 分离甘草查尔酮 A 产品效果稍差, 4 根色谱柱甘草查尔酮 A 与前面峰的分离度分别为 2.29、1.40、1.80、1.38。根据标准要求, 甘草查尔酮 A 与相邻峰的分离度不应低于 1.5, 最好

达到 2.0 以上，因此可选择色谱柱 1 和 3 用于甘草查尔酮 A 的检测，优选色谱柱 1。

3.2.12.2 不同柱温的耐用性试验

取甘草查尔酮 A 产品（20%，批号 SHGC100223001）按 3.2.4.2 项下制备的供试品溶液，用色谱柱 1（YMC AQ12S05-2546WT 250×4.6mm，S-5 μ m），在 25℃、30℃、35 和 40℃下，按 3.2.3 项下色谱条件进样，分离效果见图 25~28。

图 25 25℃柱温下供试品的 HPLC 谱图

图 26 30℃柱温下供试品的 HPLC 谱图

图 27 35℃柱温下供试品的 HPLC 谱图

图 28 40℃柱温下供试品的 HPLC 谱图

图 25-28 表明，色谱柱温度对色谱柱的分离有一定影响。25℃、30℃、35、40℃下甘草查尔酮 A 峰与前相邻色谱峰的分离度分别为 2.01、2.16、2.29 和 2.46，说明温度越高对色谱峰分离有利，但考虑尽量不偏离室温较多，建议选用 35℃的柱温。

3.2.13 样品测定

取本品按3.2.4.2项下制备供试品溶液，按照3.2.3项下色谱条件测定，精密量取10μL，注入液相色谱仪，记录色谱图。另取甘草查尔酮A对照品按3.2.4.1项下制备的对照品溶液，同法测定，按3.2.5项下公式计算，即得。

甘草查尔酮 A 产品（20%、40%）甘草查尔酮 A 含量测定结果见表 19。谱图见图 29~44。

表 19 甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）甘草查尔酮 A 含量测定结果

样品来源	批 号	含量（%）
辰风本草	SHGC100223001	21.57
辰风本草	SHGC100223002	21.15
辰风本草	SHGC100223003	21.18
维尔凯化工	23021301	20.93
维尔凯化工	23021302	20.87
维尔凯化工	23021303	21.96
绿色金可	220910 GA-105	21.12
绿色金可	220911 GA-105	21.10
绿色金可	220912 GA-105	21.43
蓝斯利	23050501	20.87
蓝斯利	23050502	20.74
蓝斯利	23050503	20.95
西安萃源	230801	20.32
西安萃源	230802	20.53
西安萃源	230803	20.14

图 29 甘草查尔酮 A 对照品 HPLC 谱图

图 30 甘草查尔酮 A 产品（20%，辰风本草 SHGC100223001）HPLC 谱图

图 31 甘草查尔酮 A 产品（20%，辰风本草 SHGC100223002）HPLC 谱图

图 32 甘草查尔酮 A 产品（20%，辰风本草 SHGC100223003）HPLC 谱图

图 33 甘草查尔酮 A 产品（20%，威尔凯化工 23021301）HPLC 谱图

图 34 甘草查尔酮 A 产品（20%，威尔凯化工 23021302）HPLC 谱图

图 35 甘草查尔酮 A 产品（20%，威尔凯化工 23021303）HPLC 谱图

图 36 甘草查尔酮 A 产品（20%，绿色金可 220910GA-105）HPLC 谱图

图 37 甘草查尔酮 A 产品（20%，绿色金可 220911GA-105）HPLC 谱图

图 38 甘草查尔酮 A 产品（20%，绿色金可 220912GA-105）HPLC 谱图

图39 甘草查尔酮A产品（20%，蓝斯利23050501）HPLC谱图

图40 甘草查尔酮A产品（20%，蓝斯利23050502）HPLC谱图

图41 甘草查尔酮A产品（20%，蓝斯利23050503）HPLC谱图

图42 甘草查尔酮A产品（20%，西安萃源23801）HPLC谱图

图43 甘草查尔酮A产品（20%，西安萃源23802）HPLC谱图

图44 甘草查尔酮A产品（20%，西安萃源23803）HPLC谱图

上表可见，15批甘草查尔酮A产品（规格20%）中甘草查尔酮A含量按干燥品计算分别均不低于20%。因此，将本品20%规格产品含甘草查尔酮A（ $C_{21}H_{22}O_4$ ）按干燥品计算不少于20%订入本标准。

甘草查尔酮A产品（40%）甘草查尔酮A含量测定结果见表20。谱图见图45~59。

表20 甘草查尔酮A产品（规格40%）甘草查尔酮A含量测定结果

样品来源	批 号	含量（%）
辰风本草	SHGC100323002	49.94
辰风本草	SHGC100323003	48.73
辰风本草	SHGC100323004	45.60
维尔凯化工	23041401	40.78
维尔凯化工	23041501	41.23
维尔凯化工	23041502	40.92
绿色金可	230101 GA-106	41.80
绿色金可	230102 GA-106	41.92
绿色金可	230103 GA-106	41.36
蓝斯利	23050401	41.02
蓝斯利	23050402	40.77
蓝斯利	23050403	40.41
西安萃源	230502	40.82
西安萃源	230503	40.79
西安萃源	230601	40.63

图45 甘草查尔酮A产品（40%，辰风本草 SHGC100323002）HPLC谱图

图 46 甘草查尔酮 A 产品（40%，辰风本草 SHGC100323003）HPLC 谱图

图 47 甘草查尔酮 A 产品（40%，辰风本草 SHGC100323004）HPLC 谱图

图 48 甘草查尔酮 A 产品（40%，威尔凯化工 23041401）HPLC 谱图

图 49 甘草查尔酮 A 产品（40%，威尔凯化工 23041402）HPLC 谱图

图 50 甘草查尔酮 A 产品（40%，威尔凯化工 23041403）HPLC 谱图

图 51 甘草查尔酮 A 产品（40%，绿色金可 230101GA-106）HPLC 谱图

图 52 甘草查尔酮 A 产品（40%，绿色金可 230102GA-106）HPLC 谱图

图 53 甘草查尔酮 A 产品（40%，绿色金可 230103GA-106）HPLC 谱图

图 54 甘草查尔酮 A 产品（40%，蓝斯利 23050401）HPLC 谱图

图 55 甘草查尔酮 A 产品（40%，蓝斯利 23050402）HPLC 谱图

图 56 甘草查尔酮 A 产品（40%，蓝斯利 23050403）HPLC 谱图

图 57 甘草查尔酮 A 产品（40%，西安萃源 230502）HPLC 谱图

图 58 甘草查尔酮 A 产品（40%，西安萃源 230503）HPLC 谱图

图 59 甘草查尔酮 A 产品（40%，西安萃源 230601）HPLC 谱图

上表可见，15 批甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）中甘草查尔酮 A 含量按干燥品计算分别均不低于 40%。因此，将本品 40%规格产品含甘草查尔酮 A（ $C_{21}H_{22}O_4$ ）按干燥品计算不少于 40%订入本标准。

上述方法学验证表明，光果甘草产品中甘草查尔酮 A 含量的高效液相色谱法其系统适应性、精密度、线性关系、准确度、耐用性等均符合要求，该方法稳定、可靠、可行，可以作为甘草查尔酮 A 产品中甘草查尔酮 A 的含量测定方法，订入本标准。

3.3 粒度的测定

按《中华人民共和国药典（2020版）》第四部 通则0982 粒度和粒度分布测定法进行测定。检测结果见表21~22。

表 21 甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）粒度检验结果

样品来源	批 号	80目通过率（%）
辰风本草	SHGC100223001	96.52
辰风本草	SHGC100223002	96.47
辰风本草	SHGC100223003	96.05
维尔凯化工	23021301	97.12
维尔凯化工	23021302	97.30
维尔凯化工	23021303	97.25
绿色金可	220910 GA-105	96.83
绿色金可	220911 GA-105	97.03
绿色金可	220912 GA-105	97.18
蓝斯利	23050501	96.29
蓝斯利	23050502	96.14
蓝斯利	23050503	96.15
西安萃源	230801	96.93
西安萃源	230802	96.15
西安萃源	230803	96.30

表 22 甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）粒度检验结果

样品来源	批 号	80目通过率（%）
辰风本草	SHGC100323002	96.70
辰风本草	SHGC100323003	96.25
辰风本草	SHGC100323004	96.13
维尔凯化工	23041401	97.15
维尔凯化工	23041501	97.23
维尔凯化工	23041502	97.15
绿色金可	230101 GA-106	97.13
绿色金可	230102 GA-106	97.31
绿色金可	230103 GA-106	97.09
蓝斯利	23050401	96.60
蓝斯利	23050402	96.32
蓝斯利	23050403	96.45
西安萃源	230502	96.24
西安萃源	230503	96.21
西安萃源	230601	96.13

表 21 和表 22 的检测结果为：15 批甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）通过 80 目筛的比例都大于 95%，15 批甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）通过 80 目筛的比例都大于 95%。因此，将通过 80 目筛的比例不小于 95%订入本标准。

3.4 水分的测定

按照 GB 5009.3 第一法测定，结果见表 23 和表 24。

表 23 甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）水分检验结果

样品来源	批 号	含量（%）
辰风本草	SHGC100223001	2.12
辰风本草	SHGC100223002	2.45
辰风本草	SHGC100223003	2.56
维尔凯化工	23021301	1.92
维尔凯化工	23021302	1.98
维尔凯化工	23021303	1.95
绿色金可	220910 GA-105	1.93
绿色金可	220911 GA-105	2.02
绿色金可	220912 GA-105	1.98
蓝斯利	23050501	2.29
蓝斯利	23050502	2.15
蓝斯利	23050503	2.06
西安萃源	230801	2.93
西安萃源	230802	2.80
西安萃源	230803	2.89

表 24 甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）水分检验结果

样品来源	批 号	含量（%）
辰风本草	SHGC100323002	1.90
辰风本草	SHGC100323003	1.75
辰风本草	SHGC100323004	1.94
维尔凯化工	23041401	1.89
维尔凯化工	23041501	1.95
维尔凯化工	23041502	1.80
绿色金可	230101 GA-106	1.63
绿色金可	230102 GA-106	1.70
绿色金可	230103 GA-106	1.72
蓝斯利	23050401	1.62
蓝斯利	23050402	1.72
蓝斯利	23050403	1.87
西安萃源	230502	2.05
西安萃源	230503	2.19
西安萃源	230601	2.14

表 23 和表 24 的检测结果为：15 批甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）水分都小于 5.0%，15 批甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）水分都小于 5.0%。因此，将水分不超过 5%订入本标准。

3.5 灰分的测定

按 GB 5009.4 规定的方法进行测定。测定结果见表 25~26。

表 25 甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）灰分测定结果

样品来源	批 号	含量 (%)
辰风本草	SHGC100223001	0.31
辰风本草	SHGC100223002	0.30
辰风本草	SHGC100223003	0.20
维尔凯化工	23021301	0.25
维尔凯化工	23021302	0.24
维尔凯化工	23021303	0.28
绿色金可	220910 GA-105	0.18
绿色金可	220911 GA-105	0.19
绿色金可	220912 GA-105	0.18
蓝斯利	23050501	0.08
蓝斯利	23050502	0.04
蓝斯利	23050503	0.07
西安萃源	230801	0.22
西安萃源	230802	0.31
西安萃源	230803	0.37

表 26 甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）灰分测定结果

样品来源	批 号	含量 (%)
辰风本草	SHGC100323002	0.16
辰风本草	SHGC100323003	0.17
辰风本草	SHGC100323004	0.18
维尔凯化工	23041401	0.20
维尔凯化工	23041501	0.19
维尔凯化工	23041502	0.17
绿色金可	230101 GA-106	0.12
绿色金可	230102 GA-106	0.13
绿色金可	230103 GA-106	0.17
蓝斯利	23050401	0.15
蓝斯利	23050402	0.18
蓝斯利	23050403	0.14
西安萃源	230502	0.22
西安萃源	230503	0.29
西安萃源	230601	0.21

表 25 和表 26 的检测结果为：15 批甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）灰分都小于 1.0%，15 批甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）灰分小于 1.0%。因此，将灰分不超过 1.0%订入本标准。

3.6 铅、砷、镉、汞的测定

按GB 5009.268 食品安全国家标准 食品中多元素的测定中ICP-MS的方法进行检测。检测结果见表 27和表28。

表 27 甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）铅、砷、镉、汞测定结果

样品来源	批 号	As (mg/kg)	Cd (mg/kg)	Hg (mg/kg)	Pb (mg/kg)
辰风本草	SHGC100223001	0.056	<0.005	<0.003	<0.05
辰风本草	SHGC100223002	0.087	<0.005	<0.003	<0.05
辰风本草	SHGC100223003	0.058	<0.005	<0.003	<0.05
维尔凯化工	23021301	0.016	<0.005	0.031	<0.05
维尔凯化工	23021302	0.016	<0.005	0.032	<0.05
维尔凯化工	23021303	0.015	<0.005	0.030	<0.05
绿色金可	220910 GA-105	0.098	<0.005	0.025	<0.05
绿色金可	220911 GA-105	0.146	<0.005	0.024	<0.05
绿色金可	220912 GA-105	0.123	<0.005	0.026	<0.05
蓝斯利	23050501	0.132	<0.005	<0.003	<0.05
蓝斯利	23050502	0.103	<0.005	<0.003	<0.05
蓝斯利	23050503	0.127	<0.005	<0.003	<0.05
西安萃源	230801	0.210	<0.005	<0.003	<0.05
西安萃源	230802	0.207	<0.005	<0.003	<0.05
西安萃源	230803	0.217	<0.005	<0.003	<0.05

表 28 甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）铅、砷、镉、汞测定结果

样品来源	批 号	As (mg/kg)	Cd (mg/kg)	Hg (mg/kg)	Pb (mg/kg)
辰风本草	SHGC100323002	0.066	<0.005	<0.003	<0.05
辰风本草	SHGC100323003	0.052	<0.005	<0.003	<0.05
辰风本草	SHGC100323004	0.078	<0.005	<0.003	<0.05
维尔凯化工	23041401	0.017	<0.005	0.012	<0.05
维尔凯化工	23041501	0.029	<0.005	0.012	<0.05
维尔凯化工	23041502	0.022	<0.005	0.011	<0.05
绿色金可	230101 GA-106	0.048	<0.005	0.012	<0.05
绿色金可	230102 GA-106	0.046	<0.005	0.011	<0.05
绿色金可	230103 GA-106	0.029	<0.005	0.009	<0.05
蓝斯利	23050401	0.090	<0.005	<0.003	<0.05
蓝斯利	23050402	0.082	<0.005	<0.003	<0.05
蓝斯利	23050403	0.089	<0.005	<0.003	<0.05
西安萃源	230502	0.105	<0.005	<0.003	<0.05
西安萃源	230503	0.128	<0.005	<0.003	<0.05
西安萃源	230601	0.119	<0.005	<0.003	<0.05

从表 27 和表 28 可见，15 批甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）和 15 甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）的重金属元素限量都符合(EC) No 629/2008 欧盟关于食品中特定污染物最高含量规定中食品添加剂 Pb 不得过 3mg/kg、Cd 不得过 1mg/kg 的规定。所有样品 Hg 检测结果都不超过 0.3mg/kg，符合《GB 16740 2014 食品安全国家标准 保健食品》Hg 不得过 0.3mg/kg 的规定。根据市场要求，As 要求低于 1mg/kg，所有样品检测数据都低于 1mg/kg。

因此，将 Pb 不得过 3mg/kg、As 不得过 1mg/kg、Cd 不得过 1mg/kg、Hg 不得过 0.3mg/kg 订入本标准。

3.6 残留溶剂的测定

3.7.1 仪器和用具

3.7.1.1 气相色谱仪（带氢火焰离子化检测器）。

3.7.1.2 进样系统：顶空进样器。

3.7.1.3 色谱柱：6%的氰丙基苯基-94%的二甲基聚硅氧烷毛细管柱（30m×0.25mm，膜厚 5μm）。

3.7.1.4 分析天平，感量为 0.1mg。

3.7.1.5 分析天平，感量为 0.01mg。

3.7.2 试剂和溶液

3.7.2.1 对照品：乙醇。

3.7.2.2 对照品：甲醇。

3.7.2.3 二甲基甲酰胺（DMF），色谱纯

3.7.3 色谱条件

3.7.3.1 检测条件

3.7.3.1.1 载气：氮气。

3.7.3.1.2 进样方式：顶空分流（分流比=10：1）。

3.7.3.1.3 载气流量：1.2mL/min。

3.7.3.1.4 进样体积：1mL。

3.7.3.1.5 进样口温度：250℃。

3.7.3.1.6 检测器温度：280℃。

3.7.3.1.7 升温程序：见表 29。

表 29 升温程序

序号	升温程序 (°C/min)	柱温 (°C)	保持时间 (min)	运行时间 (min)
1	/	35	0	0
2	2	50	3	10.5
3	10	220	4	31.5

3.7.3.2 顶空条件：见表 30。

表 30 顶空进样条件

样品制备程序	操作参数
平衡温度（℃）	85
平衡时间（min）	45
传输线温度（℃）	125

3.7.4 溶液制备及测定

3.7.4.1 对照品溶液的制备

精密称取乙醇约 2.0g（精确至 0.01mg）、甲醇约 0.2g（精确至 0.01mg）于 100mL 容量瓶中，用 DMF

定容，混匀。取该液 10.0mL 于 100mL 容量瓶中,用 DMF 稀释至 100mL，配制成乙醇浓度为 2000μg/mL，甲醇浓度为 200μg/mL 的对照品使用溶液。取该对照品溶液 1.0 mL 加入到 20mL 顶空瓶中，加入 DMF2.0mL，立即塞紧瓶盖，同时压紧铝盖，备用。

3.7.4.2 供试品溶液的制备

精密称取供试品约 0.5g（精确至 0.1mg）于 20mL 的顶空瓶中，加入 DMF3.0mL，立即塞紧瓶盖，同时压紧铝盖，备用。

3.7.4.3 测定

对照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。

3.7.5 结果计算

供试品中乙醇（或甲醇）残留量以 w_2 计，按公式（A.2）计算。

$$w_2 = \frac{A \times C_0 \times 1}{A_0 \times m} \dots\dots\dots(A.2)$$

式中：

w_2 ——供试品中乙醇或甲醇的残留量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

A ——供试品溶液中乙醇或甲醇的峰面积；

A_0 ——对照品溶液中乙醇或甲醇的峰面积；

C_0 ——对照品溶液中乙醇或甲醇的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

m ——供试品质量，单位为克（g）；

1——加入顶空瓶中的对照品溶液的体积，单位为毫升（mL）。

检测结果见表 31 和表 32。

表 31 甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）残留溶剂测定结果

样品来源	批 号	甲醇（mg/kg）	乙醇（mg/kg）
辰风本草	SHGC100223001	16.3	2257.0
辰风本草	SHGC100223002	25.1	2053.6
辰风本草	SHGC100223003	14.9	2097.3
维尔凯化工	23021301	14.3	177.9
维尔凯化工	23021302	15.8	192.9
维尔凯化工	23021303	16.0	182.4
绿色金可	220910 GA-105	29.1	2506.8
绿色金可	220911 GA-105	21.6	2728.6
绿色金可	220912 GA-105	24.4	2770.1
蓝斯利	23050501	42.6	704.2
蓝斯利	23050502	40.8	752.3
蓝斯利	23050503	47.3	811.4
西安萃源	230801	30.2	2981.2
西安萃源	230802	32.9	2890.3
西安萃源	230803	33.1	2809.6

表 32 甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）残留溶剂测定结果

样品来源	批 号	甲醇（mg/kg）	乙醇（mg/kg）
辰风本草	SHGC100323002	14.1	2023.4
辰风本草	SHGC100323003	15.8	2047.8
辰风本草	SHGC100323004	16.0	2093.1
维尔凯化工	23041401	186.0	28.1
维尔凯化工	23041501	165.1	31.8
维尔凯化工	23041502	180.2	49.2
绿色金可	230101 GA-106	15.2	1201.3
绿色金可	230102 GA-106	14.7	1159.2
绿色金可	230103 GA-106	13.0	1103.6
蓝斯利	23050401	8.3	305.9
蓝斯利	23050402	9.4	360.2
蓝斯利	23050403	10.1	357.4
西安萃源	230502	25.3	3532.1
西安萃源	230503	26.7	3074.3
西安萃源	230601	22.1	3089.8

从表 31 和 32 可见，15 批甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）和 15 批甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）乙醇残留均小于 5000 mg/kg，甲醇溶残均小于 200mg/kg。《中国药典》2020 版、《美国药典》40 版及《欧洲药典》9.0 版规定甲醇溶残不得超过 3000ppm，乙醇残留不得超过 5000mg/kg，根据本产品特性和检测结果综合考虑将甲醇残留小于 200mg/kg、乙醇残留小于 5000 mg/kg 订入本标准。

3.8 微生物指标要求

3.8.1 菌落总数的测定

按 GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定规定的方法进行。

3.8.2 霉菌和酵母的测定

按GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数规定的方法进行。

3.8.3 大肠埃希氏菌的测定

按GB 4789.38 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠埃希氏菌计数规定的方法进行。

3.8.4 沙门氏菌的测定

按GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验规定的方法进行。

菌落总数、霉菌及酵母菌数、大肠埃希菌和沙门菌检测结果见表33~34。

表 33 甘草查尔酮 A 产品（规格 20%）微生物检查结果

样品来源	批 号	菌落总数/ (CFU/g)	霉菌及酵母菌数/ (CFU/g)	大肠埃希菌	沙门菌
辰风本草	SHGC100223001	<10	<10	未检出	未检出
辰风本草	SHGC100223002	<10	<10	未检出	未检出
辰风本草	SHGC100223003	<10	<10	未检出	未检出
维尔凯化工	23021301	<10	<10	未检出	未检出
维尔凯化工	23021302	<10	<10	未检出	未检出
维尔凯化工	23021303	<10	<10	未检出	未检出
绿色金可	220910 GA-105	<10	<10	未检出	未检出

绿色金可	220911 GA-105	<10	<10	未检出	未检出
绿色金可	220912 GA-105	<10	<10	未检出	未检出
蓝斯利	23050501	<10	<10	未检出	未检出
蓝斯利	23050502	<10	<10	未检出	未检出
蓝斯利	23050503	<10	<10	未检出	未检出
西安萃源	230801	<10	<10	未检出	未检出
西安萃源	230802	<10	<10	未检出	未检出
西安萃源	230803	<10	<10	未检出	未检出

表 34 甘草查尔酮 A 产品（规格 40%）微生物检查结果

样品来源	批 号	菌落总数/ (CFU/g)	霉菌及酵母菌数/ (CFU/g)	大肠埃希菌	沙门菌
辰风本草	SHGC100323002	<10	<10	未检出	未检出
辰风本草	SHGC100323003	<10	<10	未检出	未检出
辰风本草	SHGC100323004	<10	<10	未检出	未检出
维尔凯化工	23041401	<10	<10	未检出	未检出
维尔凯化工	23041501	<10	<10	未检出	未检出
维尔凯化工	23041502	<10	<10	未检出	未检出
绿色金可	230101 GA-106	<10	<10	未检出	未检出
绿色金可	230102 GA-106	<10	<10	未检出	未检出
绿色金可	230103 GA-106	<10	<10	未检出	未检出
蓝斯利	23050401	<10	<10	未检出	未检出
蓝斯利	23050402	<10	<10	未检出	未检出
蓝斯利	23050403	<10	<10	未检出	未检出
西安萃源	230502	<10	<10	未检出	未检出
西安萃源	230503	<10	<10	未检出	未检出
西安萃源	230601	<10	<10	未检出	未检出

从表33和表34可见，15批甘草查尔酮A产品（规格20%）和15批甘草查尔酮A产品（规格40%）菌落总数均不大于1000 CFU/g、霉菌及酵母菌数不大于100 CFU/g、大肠埃希菌和沙门菌未检出。根据市场要求和USP规定可以将该指标要求订入本标准。