

T/GAIA

广东省分析测试协会团体标准

T/XXX XXXX—XXXX

化妆品原料 月桂酰甘氨酸（盐）含量测定 高效液相色谱法

Determination of Lauryl Glycine (Glycinate) in Raw Materials for Cosmetic Use
by High Performance Liquid Chromatography

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

广东省分析测试协会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 产品结构式	1
5 产品分类	1
6 取样	1
7 方法原理	1
8 仪器和材料	1
9 试剂	2
10 试验方法	2
附录 A（资料性） 色谱图	4

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。

本文件由广东省分析测试协会提出。

本文件由广东省分析测试协会归口。

本文件起草单位：中山大学测试中心，浙江万盛股份有限公司，广州宏度精细化工有限公司，微纯生物科技（广州）有限公司，华南农业大学测试中心，安捷伦科技（中国）有限公司

本文件主要起草人：卓文珊，唐建锋，梁金胜，吴珺，斯鑫磊，黄晓，潘璐怡，余彦海，何明玉，柏杨汀芷

化妆品原料 月桂酰甘氨酸（盐）含量测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了采用高效液相色谱法测定化妆品用原料中月桂酰甘氨酸（盐）含量的方法。
本标准适用于月桂酰甘氨酸（盐）和椰油酰甘氨酸（盐）化妆品用原料产品。

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。

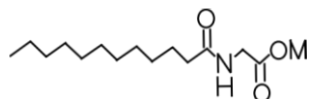
- GB/T 6682 分析实验室用水 规格和试验方法
- GB/T 6679-2003 固体化工产品采样通则
- GB/T 6680-2003 液体化工产品采样通则
- GB/T 16631-2008 高效液相色谱法通则
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 产品结构式

月桂酰甘氨酸（盐）的化学结构通式为：



分子通式： $C_{14}H_{26}NO_3M$ ；M 为 H，Na 或 K

5 产品分类

月桂酰甘氨酸（盐）表面活性剂按照产品形态分为液体产品和固体产品两类。

6 取样

固体样品按照GB/T 6679-2003的要求执行。液体样品按照GB/T 6679-2003的要求执行。

7 方法原理

原料样品用乙腈-水混合溶液超声振荡溶解，过滤后注入高效液相色谱仪进行分离，采用紫外检测器检测，通过比较样品与标准样品的保留时间来识别月桂酰甘氨酸，并用外标法进行定量。

8 仪器和材料

- a) 分析天平：精度 0.0001g；

- b) 高效液相色谱仪：配有梯度洗脱系统和紫外检测器或二极管阵列检测器；
- c) 真空脱气装置或类似设备：用于流动相脱气及过滤；
- d) 有机微孔滤膜：0.45 μm ，用于过滤流动相，标准样品及样品溶液；
- e) 超声波振荡仪；
- f) 容量瓶：100mL，10mL；
- g) 移液管：10mL；
- h) 烧杯：150ml。

9 试剂

- a) 水：GB/T 6682 所规定的一级水；
- b) 乙腈：色谱纯；
- c) 磷酸：色谱纯；
- d) 乙腈-水混合溶液：乙腈：水（0.1% H_3PO_4 ）=6:4（体积分数），用于溶解样品和标准样品；
- e) 月桂酰甘氨酸标准样品：质量分数 $\geq 98\%$ 。

10 试验方法

10.1 样品的制备

准确称取试样（固体样品量 $0.1 \pm 0.02\text{g}$ ，液体样品量 $0.25 \pm 0.02\text{g}$ ，精确至 0.0001g ），加入适量乙腈-水混合溶液于烧杯中溶解，超声振荡10分钟，转移至100mL容量瓶中定容，摇匀，0.45 μm 有机滤膜过滤，即得测试溶液。

10.2 标准曲线的绘制

准确称取 0.08g （精确至 0.0001g ）月桂酰甘氨酸标准样品，加入适量乙腈-水混合溶液于烧杯中溶解，超声振荡10分钟，转移至100mL容量瓶中定容，摇匀，0.45 μm 有机滤膜过滤，得到浓度为 800mg/L 标准样品溶液，分别量取1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0mL滤液到10mL容量瓶中，用乙腈-水混合溶液定容，得到浓度分别为80, 160, 320, 480, 640, 800mg/L 的系列标准溶液。系列标准溶液注入高效液相色谱仪测试，以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

10.3 月桂酰甘氨酸的测定

10.3.1 色谱条件

优化仪器工作条件，使测试样品和标准品中各组分得到满意的色谱分离，以下色谱条件供参考：

- a) 色谱柱：建议使用双封端的C18色谱柱（ $150\text{mm} \times 4.6\text{mm}$ ， $5 \mu\text{m}$ ）或等效色谱柱。色谱柱的新旧程度和使用情况、填料填装状态以及温度会影响各组分的分离。
- b) 流动相：A相：1mL磷酸溶于1L纯水中；B相：乙腈；
- c) 检测器：紫外检测器或二极管阵列检测器；
- d) 检测波长：205nm；
- e) 参比波长：360nm；
- f) 流速：1mL/min；
- g) 柱温： 35°C ；
- h) 进样量：10 μL ；

10.3.2 梯度洗脱程序

建议的洗脱程序见表1，可根据色谱柱规格型号进行调整。

表1 梯度洗脱程序

时间/min	流动相A (%)	流动相B (%)
0.0	40	60
2.0	40	60
8.0	5	95

时间/min	流动相A(%)	流动相B(%)
10.0	5	95
11.0	40	60
15.0	40	60

10.3.3 仪器测定

调整仪器色谱条件参数，使用至少20倍柱体积流动相平衡色谱柱，紫外检测器预热至少15min，待液相色谱系统基线稳定后，分别注入10 μL标准溶液和样品溶液，作多点校准，通过比较试样和标准溶液中月桂酰甘氨酸的保留时间进行定性。

按外标法以色谱峰面积定量。在标准曲线范围内，峰面积与浓度呈线性关系，要求线性相关系数在0.999以上。若浓度超出标准曲线的上限，可通过稀释的方式使浓度落在标准曲线范围内。

10.4 结果计算

固体或液体原料产品中的月桂酰甘氨酸含量或月桂酰甘氨酸盐含量(X)以质量分数(%)表示，按式(1)计算：

$$X = \frac{C \times V \times 10^{-3}}{m} \times \frac{M}{257.37} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

C—未知样品中月桂酰甘氨酸的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

V—进样量(μL)；

m—试样的质量，单位为g；

M—月桂酰甘氨酸或月桂酰甘氨酸盐的相对分子质量，单位为克/摩尔(g/mol)，其中月桂酰甘氨酸为257.37，月桂酰甘氨酸钠为279.35，月桂酰甘氨酸钾为295.46。

测定结果以两次平行测定结果的算术平均值表示，保留至小数点后1位。

10.5 精密度

10.5.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果之差不超过平均值的1.5%。

10.5.2 再现性

对同一个样品，在两个不同的实验室中，所得结果之差不超过平均值的3%。

附录 A
(资料性)
高效液相色谱图

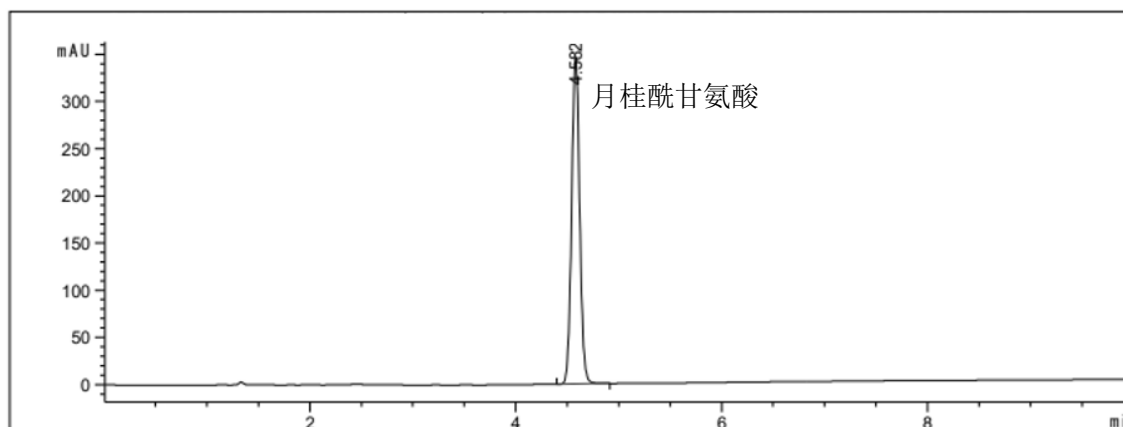


图 A. 1 月桂酰甘氨酸标准品液相色谱图

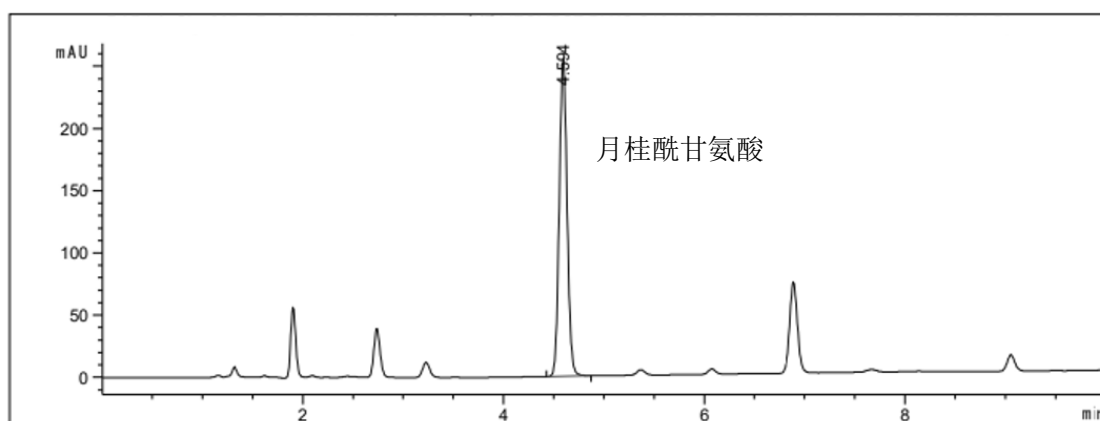


图 A. 2 某原料样品液相色谱图