

ICS 71.100.40

CCS Y42

T/GAIA

广东省分析测试协会团体标准

T/GAIA 019—2023

化妆品用原料中月桂酰甘氨酸及其盐（以酸计）含量测定 高效液相色谱法

Determination of lauryl glycine and lauryl glycinate (as lauryl glycine) in raw materials for cosmetic by high performance liquid chromatography

2023-12-25 发布

2023-12-28 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 方法原理.....	1
4 样品.....	1
5 仪器和材料.....	1
6 试剂.....	1
7 试验方法.....	2
8 结果计算和表示.....	3
9 精密度.....	3
10 试验报告.....	3
附录 A（资料性） 高效液相色谱图.....	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并归口。

本文件起草单位：中山大学、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、安捷伦科技（中国）有限公司、广东省科学院测试分析研究所（中国广州分析测试中心）。

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

化妆品用原料中月桂酰甘氨酸及其盐（以酸计）含量测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件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及其盐(以酸计)含量的方法。本文件适用于含有月桂酰甘氨酸及其盐的化妆品用原料，包括月桂酰甘氨酸及其盐和椰油酰甘氨酸及其盐原料。

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

3 方法原理

原料样品中的月桂酰甘氨酸及其盐经乙腈-磷酸水混合溶液超声提取，滤膜过滤后使用高效液相色谱-紫外法进行测定，外标法定量。

4 样品

原料按照形态分为液体样品和固体样品两类，固体样品按照GB/T 6679的要求执行，液体样品按照GB/T 6680的要求执行。

5 仪器和材料

- 5.1 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。
- 5.2 电子天平：精度 0.1 mg。
- 5.3 真空脱气装置或类似设备：用于流动相脱气及过滤流动相。
- 5.4 有机微孔滤膜：0.22 μm，用于过滤流动相、对照品及样品溶液。
- 5.5 超声波清洗仪。
- 5.6 容量瓶：100 mL，10 mL。
- 5.7 移液管：1 mL，10 mL。
- 5.8 烧杯：100 mL。

6 试剂

- 6.1 水：GB/T 6682 所规定的一级水。
- 6.2 乙腈：色谱纯。
- 6.3 磷酸：优级纯。

6.4 乙腈-磷酸水溶液：取乙腈 600 mL，加入 400 mL 0.1% H_3PO_4 水(V:V) 溶液。

6.5 月桂酰甘氨酸对照品：月桂酰甘氨酸含量不低于 98%。

7 试验方法

7.1 样品制备

称取约 100 mg（精确至 0.1 mg）固体样品或 250 mg（精确至 0.1 mg）液体样品，用乙腈-磷酸水溶液（6.4）溶解后超声 10 min，定容至 100 mL 容量瓶，摇匀后经 0.22 μm 有机滤膜过滤，得到测试溶液（可通过增加称重量或进行适当稀释来调整上机浓度）。

7.2 标准曲线

称取约 80 mg（精确至 0.1 mg）月桂酰甘氨酸对照品，用乙腈-磷酸水溶液（6.4）溶解后超声 10 min，定容至 100 mL 容量瓶，摇匀后经 0.22 μm 有机滤膜过滤，得到浓度为 800 mg/L 的对照品溶液，分别量取 0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL 滤液到 10 mL 容量瓶中，用乙腈-磷酸水溶液（6.4）定容，得到浓度分别为 40 mg/L、80 mg/L、160 mg/L、320 mg/L、480 mg/L、640 mg/L、800 mg/L 的系列对照品溶液，供高效液相色谱测试，以测得的峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

7.3 月桂酰甘氨酸测定

7.3.1 色谱条件

优化仪器工作条件，使测试样品中各组分得到满意的色谱分离，按照 GB/T 16631 规定进行外标法测定，以下色谱条件供参考：

- 1) 色谱柱：推荐使用双封端的 C18 色谱柱（150 mm \times 4.6 mm，5 μm ）或等效色谱柱。
- 2) 流动相：A 相为 0.1% H_3PO_4 水（V:V）溶液，B 相为乙腈；
- 3) 检测器：紫外检测器或二极管阵列检测器；
- 4) 检测波长：205 nm；
- 5) 参比波长：360 nm；
- 6) 流速：1.0 mL/min；
- 7) 柱温：35 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 8) 进样量：10 μL ；

7.3.2 梯度洗脱程序

推荐的洗脱程序见表 1，可根据色谱柱的具体规格及型号进行调整。

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	流动相A/ %	流动相B/%
0	40	60
2	40	60
8	5	95
10	5	95
11	40	60
18	40	60

7.3.3 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，检测器预热至少15 min，待液相色谱系统基线稳定后，分别注入10 μL对照品溶液和样品溶液，作多点校准，通过比较样品和对照品溶液中月桂酰甘氨酸的保留时间进行定性，以色谱峰面积定量，按外标法计算。标准曲线的相关系数要求在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。

8 结果计算和表示

原料样品中的月桂酰甘氨酸及其盐（以酸计）的含量按式（1）计算：

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

式中：

X—原料样品中月桂酰甘氨酸含量，以质量分数（%）表示；

c—由标准曲线得出的测试溶液中月桂酰甘氨酸的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V—测试溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

m—样品的重量，单位为毫克（mg）；

测定结果以两次平行测定结果的算术平均值表示，两次测得值之差的绝对值应不大于平均值的1.5%，按照GB/T 8170规定保留至小数点后1位。

9 精密度

9.1 重复性

对同一样品，在重复性条件下获得的两次独立测试结果之差应不大于平均值的1.5%。

9.2 再现性

对同一个样品，在不同的实验室独立测试结果之差应不大于平均值的5%。

10 试验报告

试验报告应包括以下各项：

- 1) 所用方法为本文件编号；
- 2) 所得结果及表示方法；
- 3) 试样的名称、样品类型；
- 4) 本文件中未具体规定的或外加的操作，以及任何可能对结果有影响的其他操作；
- 5) 试验日期和试验人员。

附录 A
(资料性)
高效液相色谱图

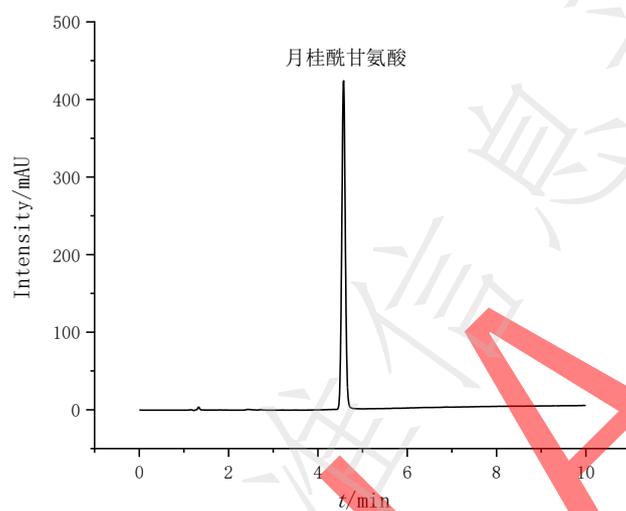


图 A.1 月桂酰甘氨酸对照品的液相色谱图

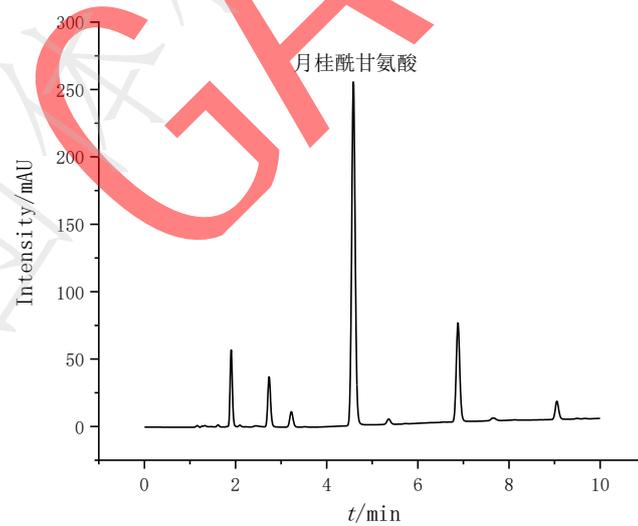


图 A.2 椰油酰甘氨酸盐样品的液相色谱图

广东省分析测试协会团体标准
化妆品用原料中月桂酰甘氨酸及其盐（以
酸计）含量测定 高效液相色谱法
T/GAIA 019—2023

*

版权所有：广东省分析测试协会
广州市先烈中路100号大院34栋4A-12-3
网址：www.gd-aia.org.cn

版权专有 侵权必究