

团 体 标 准

T/GDAQI XXXX—XXXX

化妆品中椰油酰甘氨酸钾的测定 高效液相色谱法

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

广东省质量检验协会 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××××提出。

本文件由××××归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

化妆品中椰油酰甘氨酸钾的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了用高效液相色谱法测定化妆品中椰油酰甘氨酸钾含量的原理、试剂或材料、仪器和含量、测式步骤和精密度。

本文件适用于化妆水、乳液、膏霜类化妆品中椰油酰甘氨酸钾的含量测定。

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

椰油酰甘氨酸钾

主要是由C8、C10、C12、C14、C16等多个或不等的碳链组分组成，其中C12和C14为主要成分。

4 原理

试样中的椰油酰甘氨酸钾经有机溶剂提取后用高效液相色谱分离，经二极管阵列检测器检测，外标法定量。以椰油酰甘氨酸钾对照品建立校准曲线对试样进行定量分析；同时以月桂酰甘氨酸和肉豆蔻酰甘氨酸标准品建立校准曲线对对照品椰油酰甘氨酸钾进行定性定量分析，当椰油酰甘氨酸钾中同时具备有月桂酰甘氨酸钾且含量在40%~70%和肉豆蔻酰甘氨酸钾且含量在10%~30%时，才能确认该对照品为椰油酰甘氨酸钾，反之则不是。

当取样量0.2 g时，月桂酰甘氨酸钾的检出限为0.30%，定量限为0.80%；肉豆蔻酰甘氨酸钾检出限为0.50%，定量限为1.0%。

5 试剂或材料

5.1 甲醇：色谱纯。

5.2 乙腈：色谱纯。

5.3 甲酸：色谱纯。

5.4 纯化水：GB/T 6682 规定的一级水。

5.5 标准品和对照品

5.5.1 月桂酰甘氨酸标准品：纯度>95%，CAS:7596-88-5，分子式： $C_{14}H_{27}NO_3$ ；

5.5.2 肉豆蔻酰甘氨酸标准品：纯度>95%，CAS:14246-55-0，分子式： $C_{16}H_{31}NO_3$ ；

5.5.3 椰油酰甘氨酸钾对照品：要求与样品中添加的椰油酰甘氨酸钾原料为同一厂家同一批次，以对照品中响应最大的峰 C_{12} （月桂酰甘氨酸）做为目标峰建立校准曲线，CAS: 301341-58-2。

5.6 混合标准储备液：准确称取适量月桂酰甘氨酸和肉豆蔻酰甘氨酸标准品于容量瓶中，加甲醇溶解并定容，配成 1000 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准储备溶液，本溶液于常温密封避光保存，在 1 个月内稳定。

5.7 椰油酰甘氨酸钾标准储备液：准确称取适量椰油酰甘氨酸钾对照品于容量瓶中，加甲醇溶解并定容，配成 1000 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准储备溶液，本溶液于常温密封避光保存，在 1 个月内稳定。

5.8 工作曲线溶液的配制：分别准确移取一定量的混合标准储备溶液，用甲醇稀释成质量浓度为 50 μg/mL、100μg/mL、200 μg/mL、500 μg/mL、1000 μg/mL 的系列工作溶液，要求现配现用；椰油酰甘氨酸钾工作曲线溶液的配制同上。

6 仪器和设备

- 6.1 高效液相色谱仪：带二极管阵列检测器。
- 6.2 分析天平：感量 0.0001 g。
- 6.3 漩涡振荡器。
- 6.4 超声波清洗器。
- 6.5 移液枪。

7 测试步骤

7.1 样品制备

- 7.1.1 测定试样中月桂酰甘氨酸和肉豆蔻酰甘氨酸 2 种组分：称取 0.2g(精确到 0.0001 g)试样于 100 mL 比色管中，用甲醇定容到刻度，通过超声、涡旋、震荡等方法，使样品混合均匀。取上层清液（必要时离心）过 0.45 μm 滤膜，滤液收集于液相小瓶中，待测。如果待测液中待测成分浓度超出“5.8”的标准工作曲线范围，应稀释到合适浓度范围内。
- 7.1.2 测定椰油酰甘氨酸钾原料：称取 0.01 g(精确到 0.0001 g)椰油酰甘氨酸钾原料于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容到刻度，通过超声、涡旋、震荡等方法，使样品混合均匀。取上层清液（必要时离心）过 0.45 μm 滤膜，滤液收集于液相小瓶中，待测。如果待测液中待测成分浓度超出“5.8”的标准工作曲线范围，应稀释到合适浓度范围内。

7.2 液相色谱分析参考条件

色谱参考工作条件如下：

- a) 色谱柱：C18 柱(4.6×250 mm, 5 μm)，或同等性能的色谱柱；
- b) 柱温：25℃或室温；
- c) 进样体积：10 μL；
- d) 流动相：0.1%甲酸+乙腈（45+55），等度洗脱；
- e) 流速：1.0 mL/min；
- f) 检测波长：205nm；
- g) 色谱图：见附录图 A。

7.3 样品测定

- 7.3.1 在“7.2”参考色谱条件下，取混合标准系列溶液“5.8”分别进样，进行色谱分析，以标准系列溶液浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。
- 7.3.2 取“7.1”项下的待测液进样，进行高效液相色谱仪分析，以保留时间和紫外光谱图定性，以峰面积为定量，采用外标法定量。根据上述标准曲线得到待测溶液中各测定组分的浓度，按“7.4”计算样品中各待测组分的含量。

注：椰油酰甘氨酸钾原料判定要求为同时含有月桂酰甘氨酸钾且含量在40 %~70 %和肉豆蔻酰甘氨酸钾且含量在 10 %~30 %。

7.4 分析结果的表述

7.4.1 试样中各待测组分的含量按式（1）计算：

$$\omega = \frac{\rho \times V \times 10^{-4}}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

ω——样品中各待测组分的质量分数（以酸计），%；

ρ ——从标准曲线上得到试样中待测溶液中待测组分的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V ——样品定容体积， mL ；

m ——样品取样量， g ；

计算结果保留三位有效数字。

8 精密度

在重复条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算数平均值的10 %。

附录 A
(规范性)

月桂酰甘氨酸和肉豆蔻酰甘氨酸标准色谱图

月桂酰甘氨酸和肉豆蔻酰甘氨酸标准色谱图见图A.1

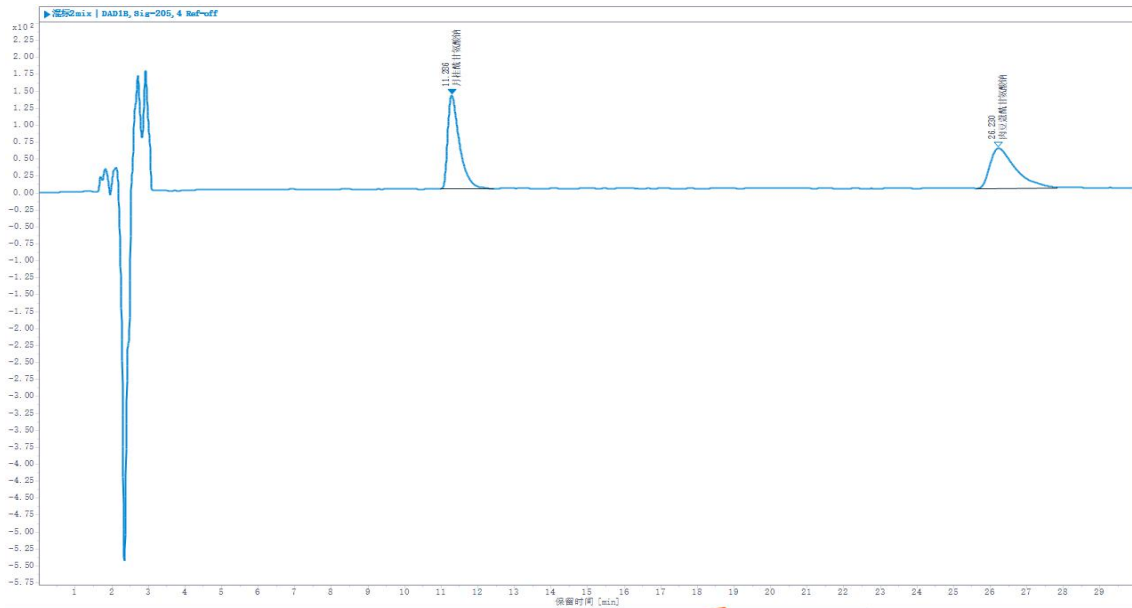


图 A.1 月桂酰甘氨酸和肉豆蔻酰甘氨酸标准色谱图

注：月桂酰甘氨酸的保留时间11.286 min和肉豆蔻酰甘氨酸的保留时间23.230 min。