

山东省检验检测团体标准《化妆品中 8 种甜菊糖苷的测定 液相色谱-高分辨质谱法》编制说明

1 工作简况

山东省产品质量检验研究院牵头组织开展了检测方法标准的制定工作，广泛收集、阅读、研究国内外相关方法、标准和文献资料，建立了化妆品中 8 种甜菊糖苷的检测方法。针对组织实施实验室的方法比对工作；实验室比对工作结束后，对实验数据进行了全面的总结，对文本进行了修改和完善。

1.1 基本信息

标准名称：化妆品中 8 种甜菊糖苷的测定 液相色谱-高分辨质谱法

项目类型：制订

立项编号：

起止时间：

标准起草单位：山东省产品质量检验研究院、

标准起草人：

1.2 背景、目的、意义、解决的主要问题

甜菊糖苷（Ectoine）的化学式为 2-甲基-1,4,5,6,-四氢嘧啶-4-羧酸，又称四氢嘧啶，是一种于 1985 年发现的新型水溶两性离子的氨基酸衍生物。是一种天然有效的化妆品活性成分。由于它具有广泛的细胞保护功能，因此可以应用于多种不同功能的化妆品中。甜菊糖苷有保湿、抗氧化、防护光老化、防晒等作用。甜菊糖苷除了作为细胞的渗透压保护剂和为细胞生长提供能源物质外,还具有诱导某些渗透压基因的表达,以及在热击、脱水、冷冻、辐射、氧自由基等逆环境下非特异性的保护生物大分子活力的特性。

目前国内外对化妆品中甜菊糖苷的检测方法缺乏统一标准，导致产品质量参差不齐，亟需制定相关标准以规范市场。制定化妆品中甜菊糖苷的检测方法有助于确保产品的安全性，保护消费者权益，同时提升企业信誉。

目前，甜菊糖苷的检测方法主要有液相色谱法。但液相色谱仅依靠保留时间定性，抗干扰能力弱，在面对复杂基体样品时其色谱图往往含有大量杂峰干扰定性定量，易产生价阴性结果。同时甜菊糖苷是一种极性化合物，在气相色谱质谱的电子轰击电离源没有很好的信号，而在传统的液质联用仪的 C18 等反相色谱柱上保留性能较弱，灵敏度差。为解决上述问题，本研究建立了一种利用超高效液相色谱-静电场轨道阱质谱测定化妆品中甜菊糖苷的方法，采用 ACQUITY UPLC BEH Amide 亲水作用色谱柱，利用超高效液相色谱的分离能力和高分辨质谱的定性定量能力可以很好的从复杂基质化妆品中分离和检测甜菊糖苷。

目前该产品尚无国家标准、行业标准、地方标准、团体标准，迫切需要制定统一的产品标准，工作组承担了山东省重点研发计划《高值化产品工艺标准及质量评价标准建立》项目，对此工作已进行了深入研究，同时标准也是此项目的产出之一，制定此标准能促使企业依标生产、便于消费者选购和市场监管。

1.3 主要工作过程

（1）筹备阶段：

2024 年 10 月~2024 年 12 月，起草小组查阅相关标准资料，调研需求，考察实验用仪器、试剂等，确认技术路径和实验方法。

2025 年 1 月~2025 年 2 月，根据拟定的实验方法开展实验，进行方法确认。

2025 年 3 月~2025 年 4 月，积累实验数据，统计分析，确定方法及其他内容，提出标准制定需求。编制团体标准草案。

2025 年 4 月本单位提出了《化妆品中 8 种甜菊糖苷的测定 液相色谱-高分辨质谱法》的立项申请。

（2）起草阶段

2025 年 5 月~2025 年 6 月，起草小组经充分讨论、反复修改，编写征求意见稿。

（3）征集意见阶段

2025 年 7 月，在质检机构、高校等广泛征求意见。

（4）标准审定阶段

根据山东质量协会要求，计划于 2025 年 10 月开展标准审定工作。

2 标准编制原则和确定标准主要内容的论据

2.1 标准编制原则

1 合规性：严格遵循国家相关法律法规、行业规范、以及强制性标准要求，确保标准内容合法合规，保证标准的实施不会引发法律风险。

2 科学性：以科学理论和实践经验为基础，通过广泛的调研和深入的分析，确保标准中的技术指标、方法和流程具有科学依据。采用先进的科学技术和测试手段，对标准中的关键参数进行验证和优化，确保标准的科学性和可靠性。

3 先进性：积极借鉴国内外先进的标准和技术成果，结合行业发展趋势和市场需求，使标准具有一定的前瞻性和先进性。鼓励采用新技术、新工艺、新材料，推动行业技术进步和创新发展。

4 实用性：充分考虑标准的可操作性和实用性，使标准内容易于理解和执行。标准中的条款和要求应具体明确，避免模糊不清和歧义。同时，结合实际应用场景，提供详细的操作指南和示例，方便用户使用。

5 协调性：标准起草过程中注重与相关标准的协调统一，避免标准之间的冲突和矛盾。在编制过程中，充分参考已有的国家标准、行业标准和地方标准，确保本标准与其他标准相互衔接、相互补充，形成一个完整的标准体系。

6 规范性：根据山东省检验检测团体标准管理办法规定的程序制定，按照 GB/T 1 “标准化工作导则”系列标准、GB/T 20001 “标准编写规则”系列标准、GB/T 20002 “标准中特定内容的起草”系列标准、GB/T 20003.1 《标准制定的特殊程序 第1部分：涉及专利的标准》、GB/T 20004.1 《团体标准化 第1部分：良好行为指南》相关规定规范起草。

7 开放性：标准的编制过程应保持开放透明，广泛征求各方面的意见和建议。鼓励行业内的企业、科研机构、专家学者等积极参与标准的制修订工作，充分发挥各方的智慧和力量，提高标准的质量和水平。

2.2 确定标准主要技术内容的论据

本标准主要内容包括：范围、原理、仪器设备、试验步骤、分析结果计算与表述、检出限和测定下限、允许差、质量保证和控制等内容。

2.2.1 色谱条件的优化

液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：ACQUITY BEH Amide, 100 mm× 2.1 mm（内径），1.7 μm，或其他等效色谱柱；
- b) 流动相：A 相，10 mmol/L 乙酸铵溶液；B 相，甲醇；
- c) 流速：0.2 mL/min；
- d) 柱温：25 °C；
- e) 进样量：5 μL；
- f) 洗脱程序：65% B 等度洗脱。

质谱参考条件如下：

- a) 离子源：电喷雾离子源；
- b) 扫描方式：正离子扫描；
- c) 喷雾电压：3.5 kV；
- d) 离子源温度：350 °C；
- e) 监测方式：多反应监测（MRM）；
- f) 定性离子、定量离子及碰撞电压见表 1。

表 1 8 种甜菊糖苷的质谱参数

化合物	定性离子[M+H] ⁺ (m/z)	定量离子 (m/z)
甜茶苷	641.3179	479.2648、317.2118
瑞鲍迪甘 B	803.3706	641.3164、479.2654
杜克苷 A	787.3758	625.3223、479.2649
甜菊苷	803.3706	641.3173、479.2652
瑞鲍迪甘 C	949.4286	787.3752、625.3220
瑞鲍迪甘 F	935.413	773.3592、641.3173
甜菊双糖苷 A	965.4235	803.3701、641.3172
瑞鲍迪甘 D	1127.4763	803.3701、641.3172

2.2.2 检出限和定量限

检出限和检出下限计算结果见表 2。

表 2 检出限、测定下限

序号	物质	检出限/ $\mu\text{g/kg}$	测定下限/ $\mu\text{g/kg}$
1	甜茶苷	2.3	7.8
2	瑞鲍迪甘B	3.0	10.1
3	杜克昔A	2.7	9.0
4	甜菊苷	3.4	11.4
5	瑞鲍迪甘C	2.9	9.7
6	瑞鲍迪甘F	3.3	11.0
7	甜菊双糖苷A	3.1	10.3
8	瑞鲍迪甘D	2.8	9.2

3 主要试验（或验证）情况分析

3.1 XX公司验证结果

（1）检出限和检出下限计算结果见表 4。

表 4 检出限、测定下限

序号	物质	检出限/ $\mu\text{g/kg}$	测定下限/ $\mu\text{g/kg}$
1	甜茶苷	2.7	9.0
2	瑞鲍迪甘B	4.0	13.3
3	杜克昔A	4.1	13.7
4	甜菊苷	3.1	12.4
5	瑞鲍迪甘C	3.4	11.3
6	瑞鲍迪甘F	3.6	11.9

7	甜菊双糖苷A	3.7	12.2
8	瑞鲍迪甘D	3.1	10.3

3.2XX 公司验证结果

(1) 检出限和检出下限计算结果见表 6。

表 6 检出限、测定下限

序号	物质	检出限/ $\mu\text{g/kg}$	测定下限/ $\mu\text{g/kg}$
1	甜茶苷	3.7	12.3
2	瑞鲍迪甘B	3.1	10.4
3	杜克昔A	3.8	12.7
4	甜菊苷	2.8	9.2
5	瑞鲍迪甘C	3.6	11.9
6	瑞鲍迪甘F	3.4	11.4
7	甜菊双糖苷A	2.3	7.7
8	瑞鲍迪甘D	3.9	13.1

4 标准中如果涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

5 预期达到的社会效益、对产业发展情况的作用等情况

可减少企业因检测方法不统一导致的争议，降低因检测误差引发的产品召回或处罚风险。标准化的检测方法可防止劣质或虚假宣称产品流入市场，确保消费者购买到真正含有效甜菊糖苷的产品。规范市场秩序，防止劣质产品流入市场，促进行

业健康发展。

6 采用国际和国外标准的程度及水平的简要说明

本标准未采用国际和国外标准。

7 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

本标准首次制定，与本行业现有的其他标准协调配套，没有冲突。本标准与我国现行相关法律、法规、规章及相关标准协调一致。

8 重大分歧意见的处理经过和依据

本标准无重大分歧意见。

9 贯彻标准的要求和措施建议

建议标准实施后组织标准宣贯，促进标准顺利实施。

10 废止现行相关标准的建议

无。

11 其它应予说明的事项

无。