

T/SITA

团 体 标 准

T/SITA XXX—XXXX

化妆品级聚谷氨酸中谷氨酸单体含量 检测 液相色谱高分辨质谱法

Detection of Monomeric Glutamic Acid Content in Cosmetics-grade
Polyglutamic Acid by Liquid Chromatography-High Resolution Mass Spectrometry

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX

山东省检验检测协会 发 布

版 权 声 明

本文件系由山东省检验检测协会（简称“协会”）组织创制的团体标准文本（含制定过程中的草案），协会拥有本文件的著作权，受《中华人民共和国著作权法》保护。除法律所允许的情形或事先得到协会书面许可外，任何组织和个人不得以任何理由进行复制、销售、传播本文件，或抄袭、歪曲本文件等侵权行为，否则，行为人应承担相应的民事、行政责任，构成犯罪的，将依法追究其刑事责任。其他文件引用本文件，不属侵权行为。

凡利用本文件进行或支持贸易、认证等商业活动，应事先购买正式文本或得到协会书面授权。购买本文件或获得授权，请与协会联系。

欢迎社会各界举报侵权盗版行为，协会将依法严格保护举报人信息。

联系人：范红梅

联系电话：0531-51758070 15668365153

联系邮箱：keyanjishuzhongxin@163.com

协会对本版权声明拥有最终解释权。

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。

本文件由山东省检验检测协会提出、归口并组织实施。

本文件起草单位：山东省产品质量检验研究院。

本文件主要起草人：。

化妆品级聚谷氨酸中谷氨酸单体含量检测 液相色谱高分辨质谱法

1 范围

本文件规定了化妆品级聚谷氨酸（ γ -PGA）中谷氨酸单体残留量的液相色谱-质谱联用（LC-MS）检测方法。

本文件适用于化妆品原料聚谷氨酸及其衍生物中游离谷氨酸单体的定量分析，检出限0.05 μ g/kg。

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

《化妆品安全技术规范》

JJF 1135 化学分析测量不确定度评定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

谷氨酸单体（Glutamic Acid Monomer）

聚谷氨酸合成过程中未聚合的游离L-谷氨酸分子（ $C_5H_9NO_4$ ），分子量148.06043，CAS号：56-86-0。

4 方法原理

试样经超磷酸缓冲溶液溶解，氯仿提取后，采用酰胺基色谱柱分离，以乙腈-0.1%甲酸水溶液为流动相进行梯度洗脱，经喷雾离子源使样品雾化带电，离子阱捕获、富集并扫描分析离子，质谱多反应监测（MRM）模式检测，外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 试剂

5.1.1 乙腈，色谱纯

5.1.2 甲酸，色谱纯， $\geq 88\%$

5.1.3 L-谷氨酸标准品，纯度 $\geq 99\%$ ，CAS 56-86-0

5.1.4 实验用水：GB/T 6682规定的一级水

5.1.5 磷酸二氢钠 (NaH_2PO_4)，分析纯

5.1.6 磷酸氢二钠 (Na_2HPO_4)，分析纯

5.1.7 三氯甲烷（氯仿），分析纯

5.2 磷酸缓冲溶液配制

分别称取 NaH_2PO_4 （5.1.5）4.68±0.01g， Na_2HPO_4 （5.1.6）8.52±0.01g，溶于800 mL超纯水混合。搅拌溶解定容至1 L。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 储备液（1 g/L）：精确称取0.100 g谷氨酸标准品(5.1.3)，用磷酸缓冲溶液溶解定容至100 mL。

5.3.2 系列工作液：用一级水稀释储备液(5.2.1)至浓度1 μg/L、5 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、50 μg/L。

6 仪器和设备

6.1 液相色谱-质谱联用仪（LC-MS/MS）：配电喷雾离子源（ESI），离子阱捕集器。

6.2 色谱柱：ACQUITY UPLC® Glycan BEH Amide Column（1.7 μm, 2.1 mm × 100 mm）或等效酰胺基柱

6.3 分析天平：感量0.0001 g

6.4 超声波提取仪

6.5 0.22 μm微孔滤膜（水相）

6.6 100mL分液漏斗

7 分析步骤

7.1 试样制备

称取聚谷氨酸样品20 g（精确至0.01 g），加入50 mL磷酸缓冲溶液溶解。氯仿10mL与50mL溶解液放入100mL分液漏斗中进行液液萃，取下层萃取液氮吹浓缩，定容1mL上机待测。

7.2 色谱条件

流动相：A相：0.1%甲酸水溶液，65%；B相：乙腈，35%。等度洗脱。

流速：0.02 mL/min

柱温：35℃

进样量：5 μL

7.3 质谱条件

离子源：ESI（正离子模式）

监测离子对（m/z）：

定量离子：148.06043

离子源温度：150℃

脱溶剂气温度：400℃

毛细管电压：2.5 kV

7.4 标准曲线绘制

将系列工作液按7.2–7.3条件进样，以峰面积为纵坐标、浓度为横坐标绘制标准曲线。

8 结果计算

试样中谷氨酸单体含量按公式计算：

$$X = \frac{\rho \times V \times f}{m}$$

式中：

X：谷氨酸单体含量（μg/kg）；

ρ：样液浓度（μg/L）；

V：定容体积（mL）；

f：稀释因子；

m：试样质量（g）。

9 方法学验证

9.1 精密度

平行测定6次，相对标准偏差（RSD）≤5%。

9.2 回收率

加标回收试验应在60%~120%范围内（加标水平：1 mg/kg、10 mg/kg、50 mg/kg）。

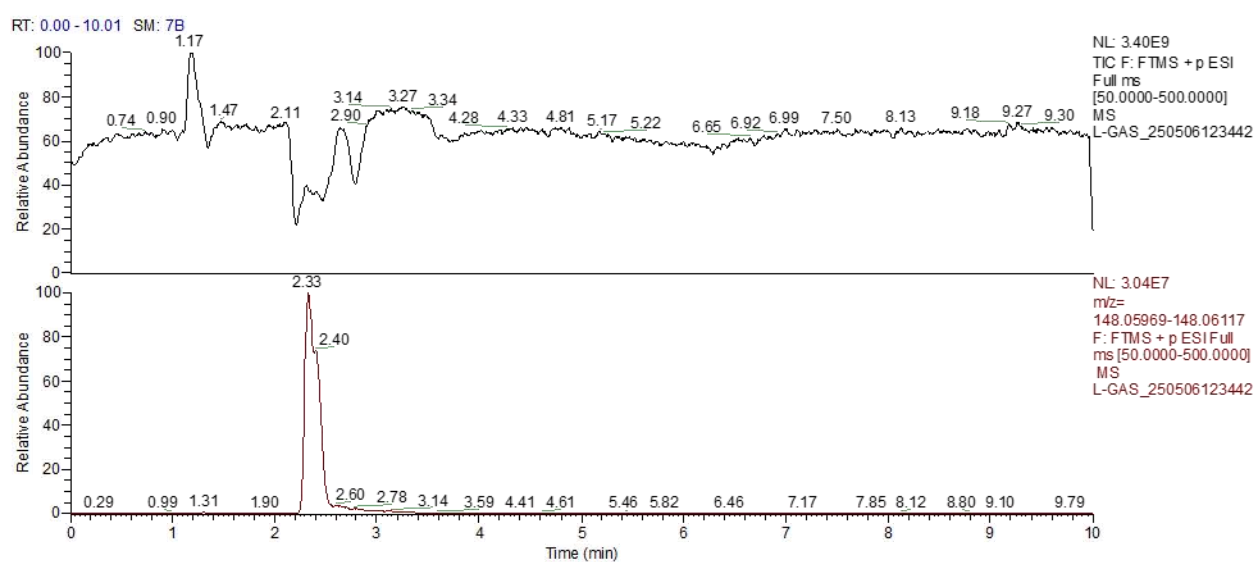
9.3 检出限（LOD）与定量限（LOQ）

LOD：0.05 μg/kg（S/N≥3）；LOQ：0.2 μg/kg（S/N≥10）。

附 录 A

（资料性）

典型色谱图与质谱参数



注：色谱峰保留时间约2.33 min（参考文档2数据）。