

山东省检验检测协会《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》编制说明

1 工作简况

1.1 任务来源

合成生物过程中酶催化及生物的生长代谢过程复杂对利用合成生物学及绿色生物制造技术生产高值化产品的合成工艺及质量控制研究是当前亟需解决的问题。2022 年山东省产品质量检验研究院参与山东省重点研发计划（科技示范工程）《合成生物全产业链评价评估和标准体系建设》并承担课题“高值化产品工艺标准及质量评价标准建立”。山东省产品质量检验研究院于 2025 年 5 月启动了化妆品级聚谷氨酸中谷氨酸单体含量检测方法研制。2025 年 8 月 11 日，山东省检验检测协会下发《关于下达 2025 年第三批团体标准制修订计划的通知》，《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》被列入山东省检验检测协会团体标准制修订项目计划（计划编号：SITA2025033）。该标准由山东省检验检测协会归口管理，山东省产品质量检验研究院负责组织制定。

任务下达后，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，并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。

1.2 背景、目的、意义、解决的主要问题

聚谷氨酸作为一种性能优异的生物高分子保湿剂，凭借其卓越的锁水能力和生物相容性，已被广泛应用于各类化妆品中，如保湿乳液、精华液、面膜等，成为提升产品保湿功效的重要成分。然而，聚谷氨酸在生产或储存过程中可能存在部分水解，产生谷氨酸单体。谷氨酸单体若在化妆品中过量残留，会带来诸多危害。它可能刺激皮肤，破坏皮肤屏障功能，引发过敏反应，如红斑、瘙痒、刺痛等，尤其对敏感肌人群影响更大。此外，过量的谷氨酸单体还可能影响产品的稳定性，缩短保质期。

目前，针对化妆品级聚谷氨酸中谷氨酸单体含量的检测方法尚不完善，相关标准也存在缺失。这导致市场上部分产品中谷氨酸单体含量超标却难以被有效识别和管控，给消费者的皮肤健康带来潜在风险。

因此，开展化妆品级聚谷氨酸中谷氨酸单体含量检测研究具有重要意义和必要性。从预防致敏风险角度看，建立精准的检测方法能及时发现超标产品，减少消费者过敏事件的发生；从规范原料质量方面讲，明确谷氨酸单体的限量标准可倒逼生产企业提升工艺水平，保证原料品质；从提升产品安全性来说，通过有效的检测和管控，能提高化妆品整体质量，增强消费者对产品的信任度，推动化妆品行业的健康、可持续发展。国内外针对化妆品级聚谷氨酸中谷氨酸单体含量检测，虽有部分相关标准，但尚不完善，在检测方法、限量值设定等方面存在差异与空白。针对化妆品级聚谷氨酸中谷氨酸单体含量检测方法的空白，开发一种专用的检测方法

1.3 主要工作过程

（1）筹备阶段：

2025.03~2025.04 成立编制小组，开发化妆品级聚谷氨酸中谷氨酸单体含量检测液相色谱离子阱质谱检测方法；

2024.5~2025.06 对检测方法进行数据整理，完善参数，开展验证试验。

（2）起草阶段

2025.07~2025.08 完成标准征求意见稿，根据实际情况，吸收正确可行的建议，并对方法进行进一步修改和完善。

（3）征集意见阶段

2025.09~2025.10 整理征集的标准修改意见并进行标准的进一步完善，而后召开专家审查会，将标准定稿后提交相关部门。

（4）标准审定阶段

年月日，山东省检验检测协会组织专家对该标准进行了技术审查。

（5）报批阶段

年月，根据专家审查意见，修改完善修改形成报批稿。

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) 科学性。该标准规定了标准适用范围、原理、仪器参数、精密度、检出限和定量限。标准体系结构完整、内容全面，层次分明、合理。

(2) 先进性。目前没有化妆品级聚谷氨酸中谷氨酸单体含量检测方法。本标准的建立有效地解决了化妆品级聚谷氨酸中谷氨酸单体含量检测的方法。

(3) 合理性。本标准通过独立实验室间的方法验证，证明了化妆品级聚谷氨酸中谷氨酸单体含量检测可行性和准确性。

(4) 适用性。本方法适用于化妆品级聚谷氨酸中谷氨酸单体含量检测。

(5) 规范性。本标准根据《关于下达 2023 年第一批中国检验检测学会团体标准项目计划的通知》下达的标准制定计划，由山东省产品质量检验研究院组织制定。本标准的制订是根据 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结果和编写规则》中规定的标准格式的要求进行编写的。本标准的方法、内容以 GB/T 39560.301-2020《电子电气产品中某些物质的测定 第 3-1 部分：X 射线荧光光谱法筛选 铅、汞、镉、总铬和溴》等国家推荐标准为基础。征求相关企业和专家意见，汇总意见反馈信息，并对标准文本草案进行了修改。

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、材料和工具、仪器设备、分析步骤、分析结果的表述、精密度、检出限和定量限等内容。

2.2.1 液相色谱高分辨质谱参考条件的优化

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

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

2.2.2 检出限和定量限

检出限和检出下限计算结果见表 1。

表 1 检出限、测定下限

当取样量为 20.0g 时，低含量样品 7 次检测的结果		
测定结果 (μg/kg)	1	0.102
	2	0.103
	3	0.126
	4	0.094
	5	0.085
	6	0.084
	7	0.109
平均值 $\bar{X}$ (%)		0.100
标准偏差 S		0.015
相对标准偏差		14.742
检出限 (μg/kg)		0.05
定量限 (μg/kg)		0.20

2.2.3 精密度，准确度

经验证，实验室内分别配制 10，20，50 μg/L 3 个不同梯度的聚谷氨酸单体标准品进行试验，得到结果的相对标准偏差结果见表 2。

表 2 精密度测试结果

聚谷氨酸单体标准品		10 μ g/L	20 μ g/L	50 μ g/L
测定结果 (%)	1	12.657	21.012	57.339
	2	12.324	22.941	56.641
	3	11.499	18.785	49.655
	4	9.734	19.449	57.490
	5	10.761	19.081	50.517
	6	11.776	21.136	51.119
平均值 $\bar{x}$ (μ g/L)		11.458	20.401	53.794
标准偏差 S		1.072	1.589	3.724
相对标准偏差 RSD(%)		9.359	7.789	6.923

经验证，实验室内分别配制 10，20，50 μ g/L 3 个不同梯度的聚谷氨酸单体标准品进行试验，得到结果的相对误差结果见表 3。

表 3 方法的准确度

聚谷氨酸单体标准品		10 μ g/L	20 μ g/L	50 μ g/L
测定结果 (%)	1	12.657	21.012	57.339
	2	12.324	22.941	56.641
	3	11.499	18.785	49.655
	4	9.734	19.449	57.490
	5	10.761	19.081	50.517
	6	11.776	21.136	51.119
平均值 $\bar{x}$ (μ g/L)		11.458	20.401	53.794
相对误差(%)		14.584	2.003	7.587

2.4 加标回收

经验证，实验室内分别对称样量为 20.0g 的空白样品进行加标回收试验，，得到回收率结果见表 4。

表 4 加标回收测试数据

加 标 样 品	加入标 准物质 的质量 (μg)	加入标液 质量换算 空白样品 中含量 μ ($\mu\text{g/kg}$)	提取液液 中浓度(μ g/L)	固体中 含量 (μ g/kg)	实 际 样 品 加 标 后 含 量 平 均 值 $\bar{y}$ (μ g/kg)	该样品测 试的平均 值 $\bar{x}$ (μ g/kg)	回收率 (%)
1	0.05	2.500	57.339	2.867	2.690	0.000	107.6
2			56.641	2.832			
3			49.655	2.4828			
4			57.490	2.8745			
5			50.517	2.5259			
6			51.119	2.556			

3 主要试验（或验证）情况分析

山东省分析测试中心、济南海关技术中心对标准进行了方法验证。

两家实验室分别对检出限、精密度、准确度进行试验，得到结果检出限均为 $0.5 \mu\text{g/kg}$ ，对 $20\mu\text{g/L}$ 、 $50\mu\text{g/L}$ 谷氨酸单体进行精密度、准确度测试得到相对标准偏差为 6.532~8.249%，相对误差为 0.779~6.026%。实际样品的加标回收率为 106.4~106.8%。表明该方法简便、快速、准确、灵敏度高，适用于化妆品级聚谷氨酸中谷氨酸单体含量的测定。

3.1 山东省分析测试中心验证结果

(1) 检出限和检出下限计算结果见表 5。

表 5 检出限、测定下限

当取样量为 20.0g 时，低含量样品 7 次检测的结果		
测 定 结 果 ($\mu\text{g/kg}$)	1	0.092
	2	0.115
	3	0.083
	4	0.107
	5	0.124
	6	0.088
	7	0.119
平均值 $\bar{X}$ (%)		0.104
标准偏差 S		0.016
相对标准偏差		15.682
检出限 ($\mu\text{g/kg}$)		0.05
定量限 ($\mu\text{g/kg}$)		0.20

(2) 精密度计算结果见表 6。

表 6 精密度

聚谷氨酸单体标准品		20 $\mu\text{g/L}$	50 $\mu\text{g/L}$
测定结果(%)	1	19.372	51.364
	2	21.845	49.782
	3	18.593	56.219
	4	22.126	52.847
	5	20.758	48.593
	6	18.241	57.126
平均值 $\bar{x}$ ($\mu\text{g/L}$)		20.156	52.655
标准偏差 S		1.663	3.439
相对标准偏差 RSD(%)		8.249	6.532

(3) 准确度计算结果见表 7。

表 7 准确度

聚谷氨酸单体标准品		20 μ g/L	50 μ g/L
测定结果(%)	1	19.372	51.364
	2	21.845	49.782
	3	18.593	56.219
	4	22.126	52.847
	5	20.758	48.593
	6	18.241	57.126
平均值 $\bar{x}$ (μ g/L)		20.401	20.156
相对误差(%)		0.779	5.310

(4) 准确度计算结果见表 8。

表 8 加标回收测试数据

加 标 样 品	加入标 准物质 的质量 (μ g)	加入标液质 量换算空白 样品中含量 μ (μ g/kg)	提取液中 浓度(μ g/L)	固体中 含量 (μ g/kg)	实际样品加标 后含量平均值 $\bar{y}$ (μ g/kg)	该样品测试 的平均值 $\bar{x}$ (μ g/kg)	回收率 (%)
1	0.05	2.500	51.382	2.569	2.651	0.000	106.4
2			55.127	2.756			
3			49.045	2.452			
4			53.876	2.694			
5			56.234	2.812			
6			50.789	2.539			

3.2 济南海关技术中心验证结果

(1) 检出限和检出下限计算结果见表 9。

表 9 检出限、测定下限

当取样量为 20.0g 时，低含量样品 7 次检测的结果		
测定结果 (μg/kg)	1	0.096
	2	0.11
	3	0.081
	4	0.128
	5	0.085
	6	0.117
	7	0.101
平均值 $\bar{X}$ (%)		0.103
标准偏差 S		0.017
相对标准偏差		16.553
检出限 (μg/kg)		0.05
定量限 (μg/kg)		0.20

(2) 精密度计算结果见表 10。

表 10 精密度

聚谷氨酸单体标准品		20μg/L	50μg/L
测定结果(%)	1	19.874	54.971
	2	21.032	48.125
	3	18.967	55.634
	4	22.683	53.409
	5	20.315	49.051
	6	23.158	56.888
平均值 $\bar{x}$ (μg/L)		21.005	53.013
标准偏差 S		1.635	3.618
相对标准偏差 RSD(%)		7.782	6.826

(3) 准确度计算结果见表 11。

表 11 准确度

聚谷氨酸单体标准品		20 μ g/L	50 μ g/L
测定结果(%)	1	19.874	54.971
	2	21.032	48.125
	3	18.967	55.634
	4	22.683	53.409
	5	20.315	49.051
	6	23.158	56.888
平均值 $\bar{x}$ (μ g/L)		21.005	53.013
相对误差(%)		5.024	6.026

(4) 准确度计算结果见表 12。

表 12 加标回收测试数据

加标样品	加入标准物质的质量(μ g)	加入标液质量换算空白样品中含量 μ (μ g/kg)	提取液液中浓度(μ g/L)	固体中含量(μ g/kg)	实际样品加标后含量平均值 $\bar{y}$ (μ g/kg)	该样品测试的平均值 $\bar{x}$ (μ g/kg)	回收率 (%)
1	0.05	2.500	54.321	2.716	2.652	0.000	106.8
2			52.098	2.605			
3			57.456	2.873			
4			48.673	2.434			
5			55.91	2.796			
6			49.831	2.492			

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

本方法标准的研发化妆品级聚谷氨酸中谷氨酸单体含量的液相色谱-高分辨质谱检测方法，可提升产品质控精度与安全性，推动化妆品行业高质量发展。增强消费者信任，促进生物材料技术创新与产业升级，带动相关衍生市场发展。

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。