

T/GDCA

广东省化妆品学会团体标准

T/XXX XXXX—XXXX

化妆品中乳糖酸的测定 超高效液相色谱— 串联质谱法

Determination of lactose acid in cosmetics - ultra-performance liquid
chromatography-tandem mass spectrometry

（征求意见稿）

（本草案完成时间：2025.11.21）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

广东省化妆品学会 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。

本文件由广州蛋壳网络科技有限公司提出。

本文件由广东省化妆品学会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

化妆品中乳糖酸的测定 超高效液相色谱—串联质谱法

1 范围

本方法规定了超高效液相色谱-串联质谱法测定化妆品及化妆品原料中乳糖酸的含量。

本方法适用于水剂、乳液、膏霜类化妆品及化妆品原料中乳糖酸含量的测定。（主要用于护肤品中）

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。

GB/T 37625-2019 化妆品检验规则。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

以纯水提取化妆品及化妆品原料中乳糖酸，用超高效液相色谱分离，经质谱进行检测，外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 除另有规定外，本方法所用试剂均为分析纯或以上规格，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.2 甲醇：质谱纯试剂。

5.3 甲酸：色谱纯试剂。

5.4 标准品：乳糖酸。化学名称、分子式、相对分子质量和 CAS 编号见附录 A。

5.5 容量瓶：10 mL、100 mL。

5.6 具塞比色管：25 mL。

5.7 无针注射器：1 mL。

5.8 滤膜：0.22 μm 。

5.9 样品瓶：1.8 mL。

5.10 标准储备溶液：称取乳糖酸（5.4）10 mg（精确到 0.00001 g）于 100 mL 容量瓶中，用纯水（5.1）定容至刻度，配成 100 $\mu\text{g/mL}$ 乳糖酸溶液。

5.11 标准溶液的制备：准确吸取适量的储备液（5.10）至 10 mL 的容量瓶，用纯水定容至刻度线，充分摇匀，得到混合系列标准溶液（至少 5 个浓度）。

6 仪器和设备

6.1 液相色谱仪，配有质谱检测器。

6.2 电子天平：感量 0.01 mg；感量 0.1 mg。

6.3 超声清洗仪。

6.4 涡旋混合器。

7 分析步骤

7.1 样品处理

水剂、水包油产品：称取 0.1 g 样品（精确到 0.001 g）于 25 mL 具塞比色管中，加入 1 mL 纯水，涡旋混匀 30 s，加入纯水定容至刻度，超声溶解 20 min，如有需要，可进一步稀释，最后浓度的样品取 1 mL 用 0.22 μm 滤膜过滤至样品瓶，待测。

油包水产品：称取 0.1 g 样品（精确到 0.001 g）于 25 mL 具塞比色管中，加入 1 mL 异丙醇，涡旋混匀 30 s，加入纯水定容至刻度，超声溶解 20 min，如有需要，可进一步稀释，最后浓度的样品取 1 mL 用 0.22 μm 滤膜过滤至样品瓶，待测。

7.2 分析测定条件

7.2.1 色谱条件

以下分析条件可供参考，色谱梯度洗脱程序见表1，采用其他条件应验证其适用性。

——色谱柱：ACQUITY UPLC HSS T3 (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm)，或同等性能的C18色谱柱。

——柱温：35 $^{\circ}\text{C}$ 。

——进样量：1 μL 。

——流动相：流动相A为0.1%甲酸水溶液，流动相B为0.1%甲酸甲醇溶液。

——流速：0.35 mL/min。

表1 色谱梯度洗脱程序

时间	流速/mL·min ⁻¹	流动相 A/%	流动相 B/%
0	0.35	99	1
1	0.35	70	30
1.5	0.35	70	30
3	0.35	20	80
3.1	0.35	99	1
6.5	0.35	99	1

7.2.2 质谱条件

以下分析条件可供参考，质谱条件见表2，采用其他条件应验证其适用性。

——离子源：电喷雾离子源，负离子（ESI⁻）。

——毛细管电压：2500 V。

——锥孔电压：60 V。

——离子源温度：150 $^{\circ}\text{C}$ 。

——锥孔气流：50 L/Hr。

——脱溶剂温度：450 $^{\circ}\text{C}$ 。

——去溶剂化气流：750 L/Hr。

表2 质谱条件

化合物	锥孔电压 (V)	定量离子对/ (m/z)	碰撞能量 (V)	定性离子对/ (m/z)	碰撞能量 (V)
乳糖酸	60	357/59	32	357/75	24
				357/89	24

7.2.3 样品的定性分析

取试样溶液与标准工作溶液在相同试验条件下测定，试样溶液中待测组分的保留时间与标准溶液中对组分的保留时间一致，且定性离子的相对丰度与浓度接近的标准溶液中对组分的定性离子的相对丰度进行比较，偏差不超过表3规定的范围，即可判定试样中存在该组分。

表3 相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度 (k)	k>50%	50%≥k>20%	20%≥k>10%	k≤10%
允许的最大偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

7.2.4 样品的定量分析

在“7.2.1”色谱条件下，取“5.11”标准系列溶液分别进样，进行液相-质谱分析，以标准系列溶液浓度为横坐标，定量离子峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。根据标准曲线得到待测溶液中乳糖酸的浓度，按“8.分析结果的表述”项下公式（1）计算样品中乳糖酸的含量。

8 结果计算与表述

试样中目标物含量分别按下式（1）计算：

$$X = \frac{\rho \times V \times D}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样中目标物质的含量，%；

ρ ——根据标准曲线计算得到试样中目标物质的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V ——定容体积， mL ；

D ——稀释倍数；

m ——试样的称样量， μg 。

计算结果保留三位有效数字。

9 检出限和定量限

本方法对乳糖酸的检出限2.5 mg/kg，定量限10.0 mg/kg。

10 回收率和精密度

在添加浓度1 g/kg~60 g/kg范围内，回收率为88.84%~113.31%，相对标准偏差小于3%。

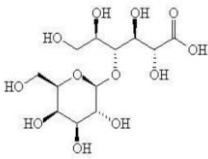
11 允许误差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的10%。

附 录 A
(资料性)
标准物质信息

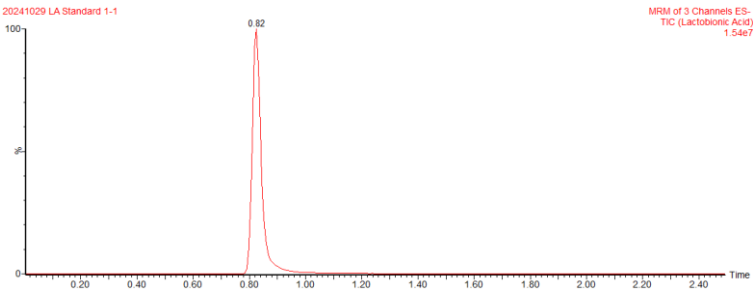
乳糖酸的中文名称、英文名称、CAS号、分子式、化学结构式及相对分子质量见表A.1。

表A.1 乳糖酸的中文名称、英文名称、CAS 号、分子式、化学结构式及相对分子质量

中文名称	英文名称	CAS号	分子式	化学结构式	相对分子质量
乳糖酸	lactobionic acid	96-82-2	C ₁₂ H ₂₂ O ₁₂		358

附 录 B
(资料性)
乳糖酸标准物质多反应监测图

乳糖酸标准物质多反应监测图见图B. 1。



图B. 1 乳糖酸标准物质多反应监测图

参 考 文 献

- [1] 章欣, 霍永丽. 超高效液相色谱-串联质谱法测定化妆品中乳糖酸等8种有机酸[J]. 日用化学工业(中英文), 2023, 53(08):981-988.
- [2] 高天阳, 蒋亚奇, 林钰镓, 等. 超高效液相色谱-三重四极杆质谱法同时测定化妆品中13种 α -羟基酸的含量[J]. 理化检验-化学分册, 2023, 59(09):1014-1020.
- [3] 茹歌, 许勇, 韩晶, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定化妆品中13种 α -羟基酸[J]. 上海预防医学, 2024, 36(04):399-408. DOI:10.19428/j.cnki.sjpm.2024.23583.
- [4] 高天阳, 蒋亚奇, 林钰镓, 等. 超高效液相色谱-三重四极杆质谱法同时测定化妆品中13种 α -羟基酸的含量[J]. 理化检验-化学分册, 2023, 59(09):1014-1020.