

团体标准

T/GDFDTAEC XX-2025

雾化物中牛磺酸含量的测定 高效液相色谱法

Determination of Taurine in E-Atomization Material by HPLC

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

广东省食品药品评审认证技术协会

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。

本文件由思维瑞科技（深圳）有限公司、深圳麦克韦尔科技有限公司、华测检测认证集团股份有限公司、广州质量监督检测研究院制定。

本文件由广东省食品药品评审认证技术协会归口。

本文件起草单位：思维瑞科技（深圳）有限公司、深圳麦克韦尔科技有限公司。

本文件主要起草人：xxxxxxxxxxxxxx。

本文件为首次发布。

雾化物中牛磺酸含量的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了雾化物中牛磺酸含量的高效液相色谱测定方法。

本文件适用于液体形态的雾化物中牛磺酸含量的测定。

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 41700-2022 电子烟

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件术语和定义与 GB 41700-2022 中术语保持一致。

4 原理

用水提取雾化物中的牛磺酸，用丹磺酰氯衍生反应，衍生物经 C18 反相色谱柱分离，用荧光检测器（激发波长：330nm；发射波长：530nm）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 二氯甲烷，色谱纯。

5.1.3 水，GB/T 6682，一级。

5.1.4 冰乙酸，分析纯。

5.1.5 盐酸，分析纯。

5.1.6 无水碳酸钠，分析纯。

5.1.7 乙酸钠，分析纯。

5.1.8 盐酸甲胺（甲胺盐酸盐），分析纯。

5.1.9 丹磺酰氯（5-二甲氨基萘-1-磺酰氯），色谱纯。

注：丹磺酰氯对光和湿敏感不稳定，在干燥器中避光保存。

5.2 试剂配制

5.2.1 盐酸溶液（1 mol/L）：吸取 9 mL 盐酸（5.1.5），用水稀释并定容到 100 mL。

5.2.2 碳酸钠缓冲液（pH 9.5）（80 mmol/L）：称取 0.424 g 无水碳酸钠，加 40 mL 水溶解，用 1 mol/L 盐酸溶液（5.2.1）调 pH 至 9.5，用水定容至 50 mL。该溶液在室温下 3 个月内稳定。

5.2.3 丹磺酰氯溶液（1.5 mg/mL）：称取 0.15 g 丹磺酰氯（5.1.9），用乙腈（5.1.1）溶解并定容至 100 mL。临使用前配制。

5.2.4 盐酸甲胺溶液（20 g/L）：称取 2.0 g 盐酸甲胺（5.1.8），用水溶解并定容至 100 mL。该溶液保存在 4℃下 3 个月稳定。

5.2.5 乙酸钠缓冲液（10 mmol/L，pH 4.2）：称取 0.820 g 乙酸钠（5.1.7），加 800 mL 水溶解，用冰乙酸（5.1.4）调节 pH 至 4.2，用水定容至 1000 mL，经 0.45μm 微孔滤膜过滤。

5.3 标准品

5.3.1 牛磺酸（ $C_8H_{10}N_4O_2$ ，CAS：107-35-7），纯度≥99%。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 牛磺酸标准储备溶液（1.0 mg/mL）：准确称取 0.0500 g 牛磺酸标准品（5.3.1）用水溶解并定容至 50 mL。4℃避光保存，有效期为 6 个月。

5.4.2 牛磺酸标准中间液（100 μg/mL）：准确吸取 1.0 mL 牛磺酸标准储备溶液（5.4.1）于 10 mL 容量瓶中，用水定容。4℃避光保存，有效期为 1 个月。

5.4.3 牛磺酸标准工作液：将牛磺酸标准中间液（5.4.2）用水稀释制备一系列标准溶液，标准系列浓度为 0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、0.5 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、5.0 μg/mL，临用前现配。

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱仪，带有荧光检测器。

6.2 涡旋混合器。

6.3 pH 计：精度 0.01。

6.4 微孔滤膜：0.45 μm。

6.5 分析天平，感量 0.0001 g。

7 分析步骤

7.1 试样制备

7.1.1 试液提取

准确称取雾化物 0.10 g（精确到 0.0001 g）于 10 mL 容量瓶中，加水定容至刻度并涡旋混匀，转入 15 mL 离心管中，加入 2 mL 二氯甲烷（5.1.2）充分涡旋混匀，静置 10 min 分层，取上清液备用。上清液在 4 °C 暗处保存放置 24 h 内稳定。

7.1.2 试液衍生化

准确吸取 1.00 mL 7.1.1 所得上清液到 10 mL 具塞玻璃试管中，加入 1.00 mL 碳酸钠缓冲液（5.2.2），1.00 mL 丹磺酰氯溶液（5.2.3），充分混合，室温避光衍生反应 2 h（1 h 后需摇晃 1 次），加入 0.1 mL 盐酸甲胺溶液（5.2.4）涡旋混合，以终止反应，避光静置至沉淀完全。取上清液经 0.45 μm 微孔滤膜（6.4）过滤，取滤液备用。衍生物在 4 °C 以下可避光保存 48 h。

另取 1.00 mL 标准工作液（5.4.3），与试液同步进行衍生。

7.2 仪器参考条件

7.2.1 色谱柱：C₁₈ 反相色谱柱（250 mm × 4.6 mm，5 μm），或相当者。

7.2.2 流动相：A，乙酸钠缓冲液（5.2.5）；B，乙腈（5.1.1）梯度洗脱条件见表 1。

表 1 高效液相色谱洗脱条件

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)	流速 (mL/min)
0	75	25	1.0
23.0	75	25	1.0
24.0	10	90	1.0
26.0	10	90	1.0
27.0	75	25	1.0
30.0	75	25	1.0

7.2.3 后运行：2.0 min。

7.2.4 柱温：30 °C。

7.2.5 检测波长：激发波长：330nm；发射波长：530nm。

7.2.6 进样量：20 μL。

7.3 标准曲线制作

将标准系列工作液的衍生液分别注入高效液相色谱仪中，按上述推荐色谱条件测定，记录色谱峰面积，色谱图参见附录 A。以标准工作液的浓度为横坐标，以响应值（峰面积）为纵坐标，绘制标准曲线。

每进行 20 次样品测定后，应加入一个中等浓度的标准工作溶液，如果测得值与原值相差超过 10%，则应重新制作标准工作曲线。

7.4 试样溶液的测定

将试液的衍生液注入高效液相色谱仪中，按上述推荐色谱条件测定，以保留时间定性，记录色谱峰面积，根据标准曲线得到待测液中牛磺酸的浓度。

8 分析结果的表述

试样中牛磺酸的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{c \times V}{m} \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样中牛磺酸的含量，单位为微克每克（ $\mu\text{g/g}$ ）；

c ——由标准曲线得出的试样溶液中牛磺酸的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——试样定容体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——试样质量，单位为克（ g ）；

f ——稀释因子，无量纲。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

10 其他

本方法的检出限为 $5.0 \mu\text{g/g}$ ，定量限为 $10.0 \mu\text{g/g}$ 。

附录 A
(资料性附录)
牛磺酸的标准溶液液相色谱图

牛磺酸的标准溶液液相色谱图见图 A.1。

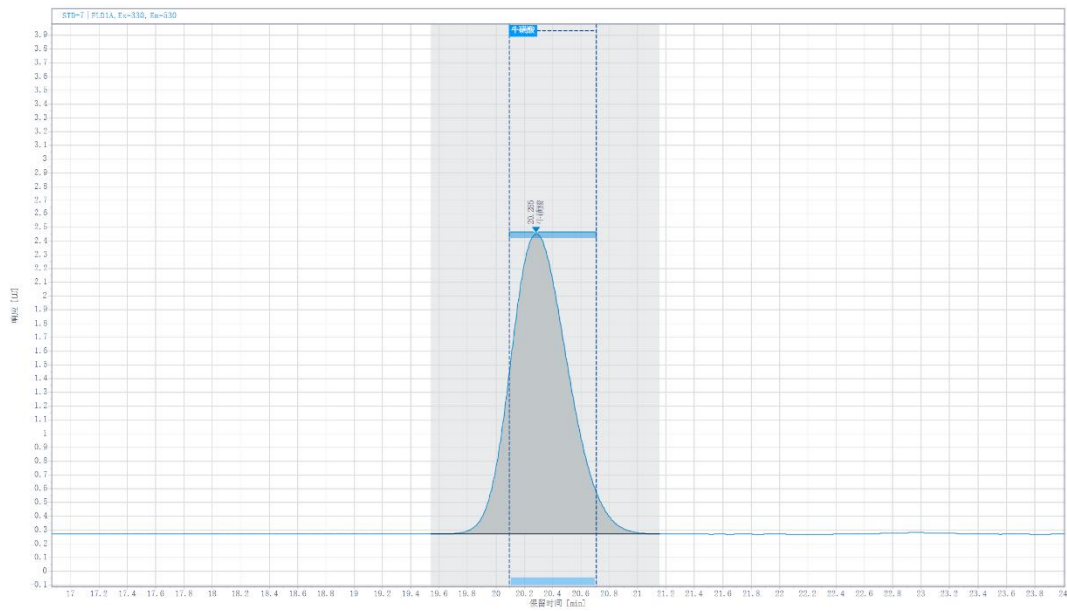


图 A.1 牛磺酸的标准溶液液相色谱图