

团 体 标 准

T/GDFDTAEC 12-2025

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

2025-12-12 发布

2025-12-12 实施

广东省食品药品审评认证技术协会 发布

目 次

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试剂和材料 1

6 仪器设备 2

7 试验步骤 3

8 结果计算与表述 4

9 精密度 4

10 检出限与定量限 4

11 试验报告 4

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提出。

本文件由广东省食品药品审评认证技术协会归口。

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、华测检测认证集团股份有限公司、广州质量检验研究院。

本文件主要起草人：孙红梅、黄慧丽、李维、李敏、潘容、钟坚辉、黄玲、朱文信、张竞雯、伍乐芹、罗丹、郑志坪、钟婉玲、龙祥葆、艾湘贵、徐红蕾、刘海燕、梁友、徐政慧。

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

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家相关法规规定的条件。

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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 41700-2022 电子烟

3 术语和定义

GB 41700-2022界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试样用水溶解，二氯甲烷净化。取上清液用丹磺酰氯衍生反应，衍生物经C₁₈反相色谱柱分离，荧光检测器（激发波长：330 nm；发射波长：530 nm）检测，外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 试剂

除非另有说明,仅使用分析纯试剂。

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。

5.1.5 盐酸。

5.1.6 无水碳酸钠。

5.1.7 乙酸钠。

5.1.8 盐酸甲胺（甲胺盐酸盐）。

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）：移取 9 mL 盐酸（5.1.5），缓缓倒入水中，待溶液冷却到室温后，用水定容到 100 mL。

5.2.2 碳酸钠缓冲液（80 mmol/L，pH 9.5）：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。

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。

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 0.45 μm 微孔滤膜过滤。

5.3 标准品

5.3.1 牛磺酸标准品（C₂H₇NO₃S，CAS：107-35-7），纯度≥99%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

5.4 标准溶液

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。

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。

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。

注：系列标准工作溶液可等效配制。

5.5 材料

5.5.1 15 mL 聚丙烯离心管。

5.5.2 微孔滤膜：0.45 μm，有机系。

6 仪器设备

- 6.1 高效液相色谱仪：配荧光检测器。
- 6.2 涡旋振荡器。
- 6.3 pH 计：精度 0.01。
- 6.4 分析天平：感量为 0.1 mg。

7 试验步骤

7.1 试样处理

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 ℃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 0.10 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（5.5.2）过滤，取滤液备用。衍生物在 4 ℃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 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：C₁₈ 反相色谱柱（250 mm × 4.6 mm，5 μm），或等效色谱柱；
- b) 流动相：A 相为乙酸钠缓冲液（5.2.5）；B 相为乙腈（5.1.1），梯度洗脱程序见表 1；
- c) 流速：1.0 mL/min；
- d) 柱温：30 ℃；
- e) 进样量：20 μL；
- f) 检测波长：激发波长：330 nm；发射波长：530 nm。

表 1 液相色谱的梯度洗脱条件

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	75	25
23	75	25
24	10	90
26	10	90
27	75	25
30	75	25

7.3 标准工作曲线绘制

7.3.1 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，以标准工作溶液的浓度为横坐标，以响应值（峰面积）为纵坐标，绘制标准曲线。

7.3.2 牛磺酸标准溶液（1.0 μg/mL）色谱图参见附录 A 中图 A.1。

7.3.3 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 5%，则应重新制作标准工作曲线。

7.4 试样溶液的测定

将试样溶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，平行做两份试验。待测样液中目标物的响应值应在标准曲线范围内，超过线性范围则应适当对试验溶液行稀释。

7.5 空白试验

除不称取试样外，均按上述测定步骤进行。空白试样溶液测定值应小于方法检出限，如空白试验上机溶液中目标物质量浓度高于方法检出限对应浓度，应更换试剂或实验器皿，直至本底值低于检出限。

8 结果计算与表述

试样中牛磺酸的含量按式（1）计算：

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

式中：

- X——试样中牛磺酸的含量，单位为微克每克（μg/g）；
- c——试样溶液中牛磺酸的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
- V——被测试样总体积，单位为毫升（mL）；
- m——称取试样的质量，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，结果保留至小数点后 1 位。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

10 检出限与定量限

本文件方法的检出限为 5.0 μg/g，定量限为 10.0 μg/g。

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- a) 试验对象；

- b) 本文件的编号;
- c) 试验结果;
- d) 观察到的异常现象;
- e) 试验日期。

附录 A

(资料性)

牛磺酸标准溶液和试样高效液相色谱图

A.1 牛磺酸标准溶液（1.0 μg/mL）高效液相色谱图见图 A.1。

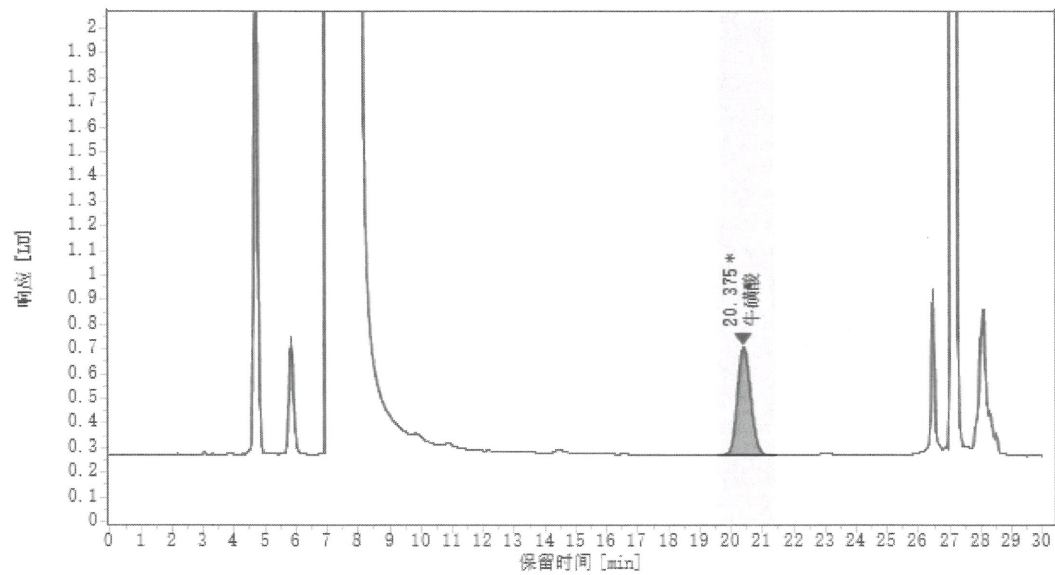


图 A.1 牛磺酸标准溶液（1.0 μg/mL）高效液相色谱图

A.2 试样中牛磺酸高效液相色谱图见图 A.2。

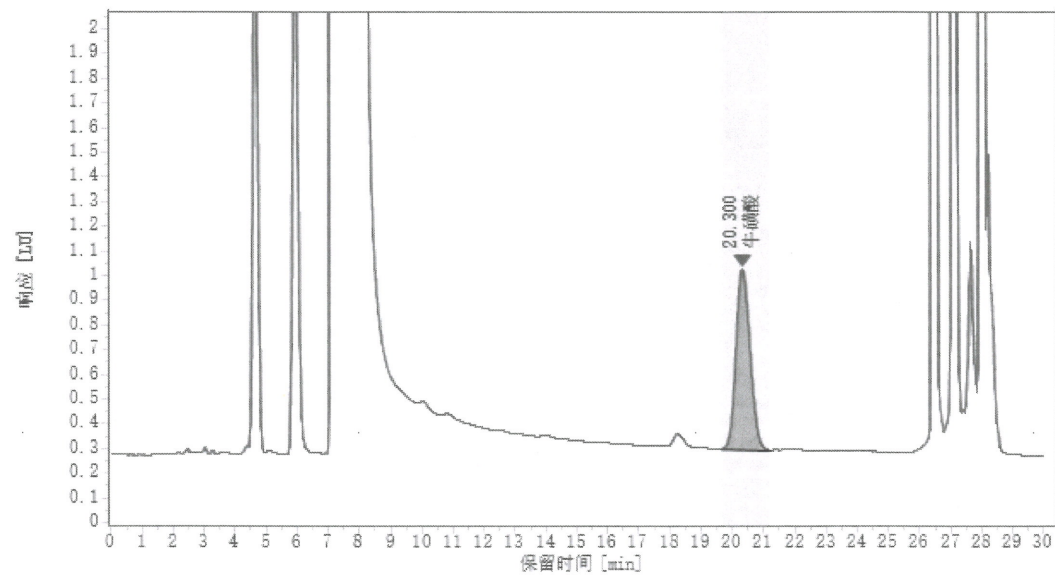


图 A.2 试样中牛磺酸高效液相色谱图