

ICS 71.100.40

Y43

备案号:

QB

中华人民共和国轻工业行业标准

QB/T 5449—XXXX

口腔清洁护理用品 牙膏中荜苳草苷的测定  
高效液相色谱法

Oral care and cleansing products — Determination of Orientin in Toothpastes —  
High Performance Liquid Chromatography

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(报批稿)

(本稿完成日期: 2019.4)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国口腔护理用品标准化技术委员会牙膏分技术委员会（SAC/TC492/SC1）归口。

本标准起草单位：广州立白企业集团有限公司、天津蓝天集团股份有限公司、中国口腔清洁护理用品工业协会、黑龙江省轻工科学研究院、广州质量监督检测研究院、浙江方圆检测集团股份有限公司。

本标准主要起草人：刘庆刚、陈玉娥、肖梅、尚维、孙志勇、邬佩贤、郭长虹、吴智慧。

本标准首次发布。

工业和信息化部行业标准报批公示

工业和信息化部行业标准报批公示

# 口腔清洁护理用品 牙膏中苈草苷的测定 高效液相色谱法

## 1 范围

本标准规定了高效液相色谱法测定牙膏中苈草苷含量的方法要点、试剂与标准物质、仪器、分析步骤、结果计算、回收率、标准偏差和允许差。

本标准适用于牙膏产品中苈草苷含量的测定。

注：本标准苈草苷的检出浓度为 $0.15\mu\text{g/mL}$ ，定量浓度为 $0.50\mu\text{g/mL}$ 。若取 $5.0\text{g}$ 牙膏样品，定容至 $25\text{mL}$ ，苈草苷的检出限为 $0.75\text{mg/kg}$ ，定量限为 $2.50\text{mg/kg}$ 。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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

## 3 方法要点

将牙膏用甲醇分散，漩涡混合器振荡、超声波提取其中的苈草苷，离心分离并过滤处理，取清液用带紫外检测器或二极管阵列检测器的高效液相色谱仪分析测定，通过峰面积外标法定量计算。

## 4 试剂与标准物质

### 4.1 一般规定

除非另有说明，所用试剂均为分析纯的试剂，水为符合GB/T6682规定的一级水。

4.2 苈草苷对照品：纯度 $\geq 98\%$ ，CAS号：28608-75-5。

4.3 甲醇：色谱纯。

4.4 磷酸：色谱纯。

### 4.5 0.1%磷酸水溶液：

用移液管准确移取 $1\text{mL}$ 磷酸至 $1000\text{mL}$ 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀，得到0.1%磷酸水溶液。

4.6 有机相滤膜： $0.45\mu\text{m}$ 。

### 4.7 标准储备液

称取苈草苷对照品 $5\text{mg}$ ，精确至 $0.00001\text{g}$ ，置于 $25\text{mL}$ 容量瓶中，以甲醇定容至刻度，超声并摇匀，使之溶解。此溶液浓度为 $200\mu\text{g/mL}$ ，置于 $2^{\circ}\text{C}\sim 4^{\circ}\text{C}$ 保存。

### 4.8 标准工作溶液

移取上述标准储备液适量以甲醇稀释配制系列标准工作溶液，浓度分别为 $0.5\mu\text{g/mL}$ 、 $1.0\mu\text{g/mL}$ 、 $2.0\mu\text{g/mL}$ 、 $5.0\mu\text{g/mL}$ 、 $12.0\mu\text{g/mL}$ 。

## 5 仪器

- 5.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器或二极管阵列检测器。
- 5.2 C18 色谱柱（4.6mm×250mm，5 $\mu$ m）或性能相当的色谱柱。
- 5.3 漩涡混合器。
- 5.4 超声波清洗器，工作频率 $\geq$ 35kHz，功率 $\geq$ 200W。
- 5.5 高速离心机，转速 $\geq$ 10 000r/min。
- 5.6 分析天平：精度 0.0001g 和精度 0.000 01g。

## 6 分析步骤

### 6.1 试样处理

牙膏试样先挤去大约20mm，称取5g牙膏（精确至0.0001g）试样于50mL具塞离心管中，加入约5mL甲醇后以漩涡混合器振荡至样品均匀，再转移至25mL容量瓶中。用约10mL甲醇分三次洗涤离心管，并将洗涤液充分转移至容量瓶中，然后使用甲醇定容至刻度。最后将样品超声提取30min，以10 000r/min离心10min，将上清液过0.45 $\mu$ m有机膜，待测。

### 6.2 测定

#### 6.2.1 色谱条件参考

按照表1设定液相色谱条件。

表1 液相色谱条件

仪器参数	设定值
进样量/ $\mu$ L	20
流量/(mL/min)	0.8
紫外检测器/nm	350
二极管阵列检测器	350nm, 参比波长 450nm
柱温/ $^{\circ}$ C	35

#### 6.2.2 流动相

甲醇和0.1%磷酸水溶液按25:75的体积比混合均匀，经0.45 $\mu$ m有机相滤膜过滤，并超声10min。

#### 6.2.3 标准工作曲线

准确吸取4.7制备的标准工作溶液20 $\mu$ L，分别注入高效液相色谱仪，按照6.2.1的色谱条件进行测定，以荳蔻苷的浓度为x轴，其相应的峰面积为y轴，绘制标准工作曲线。

荳蔻苷标准溶液的液相色谱图，参照附录中的图A.1。

#### 6.2.4 测定

准确吸取20 $\mu$ L经6.1处理的试样溶液，注入高效液相色谱仪测定荳蔻苷的峰面积，由标准工作曲线计算出试样溶液中荳蔻苷的浓度。

试样溶液的液相色谱图，参照附录A中的图A.2。

## 7 结果计算

样品中荳蔻苷的含量 $X$  (mg/kg) 按式 (1) 计算:

$$X = \frac{c \times V \times K \times 1000 \times N}{m \times 1000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $X$ — 试样中荳蔻苷的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);
- $c$ — 试样溶液中对应的荳蔻苷的浓度, 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);
- $K$ — 对照品中荳蔻苷的纯度;
- $N$ — 样品稀释倍数。
- $m$ — 试样的质量, 单位为克 (g)。

## 8 回收率

荳蔻苷在添加浓度 $1.0\mu\text{g/mL} \sim 10.0\mu\text{g/mL}$ 范围内, 本标准方法的回收率在 $92.7\% \sim 105.2\%$ 之间。相对标准偏差为 $0.54\% \sim 4.72\%$ 之间。

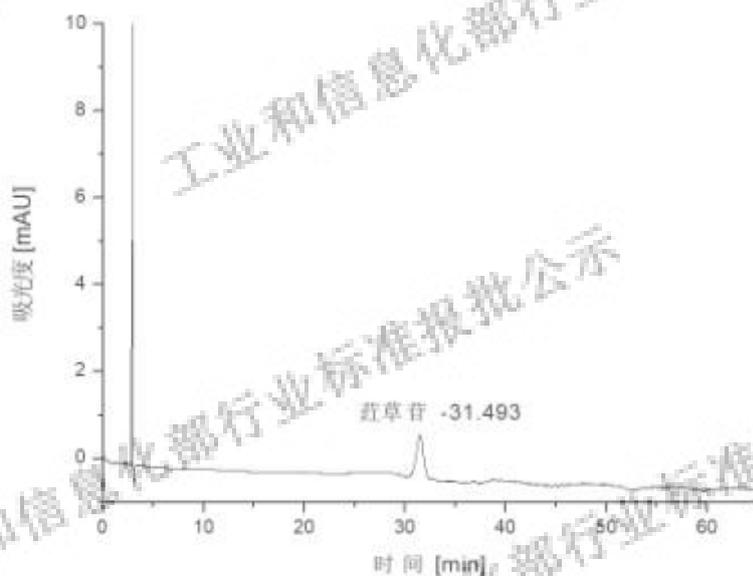
## 9 标准偏差

本标准方法的相对标准偏差小于 $5\%$  ( $n=6$ )。

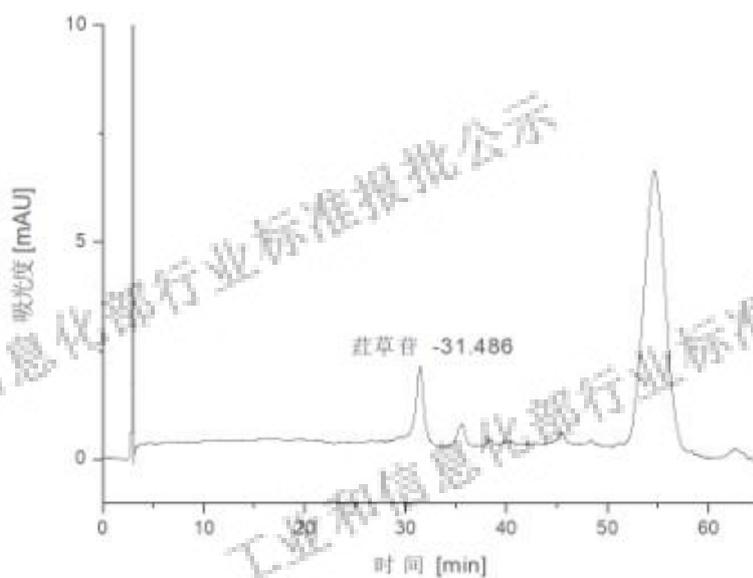
## 10 允许差

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数平均值的 $10\%$ , 取其算数平均值作为测定结果。

附录 A  
 (资料性附录)  
 液相色谱参考谱图



图A.1 对照品液相色谱图



图A.2 牙膏试样液相色谱图