

ICS 71.100.40

Y 43

备案号:

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 5451—XXXX

口腔清洁护理用品 牙膏中柚皮苷含量的测定 高效液相色谱法

Oral care and cleansing products - Determination of Naringin in toothpaste - High Performance Liquid Chromatography Method

(报批稿)

(本稿完成日期: 2019年4月30日)

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：重庆登康口腔护理用品股份有限公司、黑龙江省轻工科学研究院、浙江方圆检测集团股份有限公司、广州质量监督检测研究院。

本标准主要起草人：荣圃、邓全富、韩和平、尚维、杨铭、张旻、郭长虹、张环、宫敬禹。

本标准为首次发布。

口腔清洁护理用品 牙膏中柚皮苷含量的测定 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柚皮苷含量的方法要点、试剂与标准物质、仪器、分析步骤、结果计算、回收率和精密度、允许差。

本标准适用于牙膏中柚皮苷含量的测定。

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

取牙膏以75%甲醇溶液溶解，涡旋振荡和超声波提取其中的柚皮苷，离心过滤处理，取上清液用带紫外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 柚皮苷对照品

柚皮苷，纯度 $\geq 98\%$ ，CAS号：10236-47-2。

4.2 乙腈：色谱纯。

4.3 甲醇：色谱纯。

4.4 冰乙酸：色谱纯。

4.5 75%甲醇溶液（V/V）

量取 75.0mL 甲醇（4.3）于 100 mL 容量瓶中，用水溶解定容至刻度，过 0.45 μm 水相滤膜（4.8），待用。

4.6 6.6%乙酸溶液（V/V）

量取 66.0 mL 冰乙酸（4.4）于 1 000 mL 容量瓶中，用水溶解定容至刻度，过 0.45 μm 水相滤膜（4.8），待用。

4.7 50mL 带盖尖嘴离心管（聚丙烯）。

4.8 水相滤膜：0.45 μm 。

4.9 有机相滤膜：0.45 μm 。

4.10 标准贮备液

称取柚皮苷对照品 0.02 g，精确至 0.000 1 g，以甲醇溶解转移至 10mL 容量瓶中，定容至刻度并摇匀，此溶液柚皮苷浓度为 0.002 g/mL，置于 2℃~4℃ 密封避光保存。

4.11 标准工作溶液

移取上述标准贮备液适量以甲醇稀释配制系列标准工作溶液，浓度分别为 0.25 μg/mL、1.25 μg/mL、2.50 μg/mL、5.00 μg/mL、10.00 μg/mL。

4.12 除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和为 GB/T 6682 规定的一级水。

5 仪器

5.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器。

5.2 C18 柱（250 mm×4.6 mm，5 μm），或等效色谱柱。

5.3 分析天平：精度 0.0001 g。

5.4 超声波清洗仪：功率 400 W。

5.5 涡旋振荡器。

5.6 高速离心机。

6 分析步骤

6.1 样品处理

6.1.1 牙膏样品处理

牙膏试样先挤去大约 20 mm，再称取牙膏 1 g（精确至 0.0001 g）于 50 mL 尖嘴离心管中，加入数颗研磨玻璃珠（直径 3mm~5mm），加 75% 甲醇 8 mL，1800 r/min 涡旋振荡 8 min，再超声提取 30 min，在 8 000 r/min 离心 15 min，将上清液过 0.45 μm 有机相滤膜，待测。

6.2 测定

6.2.1 液相色谱参考条件

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
紫外检测波长/nm	283
进样量/μL	10
流速/(mL/min)	1.0
柱温/℃	30
流动相	甲醇:乙腈:6.6%乙酸=2.8:15.2:82 (V:V:V)

6.2.2 标准曲线

准确吸取 4.11 标准工作溶液各 10 μL，分别注入液相色谱仪，按照表 1 色谱条件进行测定，以柚皮苷组分的不同浓度为 x 轴，以其相应的峰面积为 y 轴，绘制柚皮苷的标准曲线。

柚皮苷标准溶液的液相色谱图，参照附录 A 中图 A.1。

6.2.3 测定

准确吸取10 μL样品溶液，注入液相色谱仪测定其峰面积，由标准曲线计算试样溶液中柚皮苷的浓度，若超出曲线范围，可用甲醇进行适当的稀释。

样品溶液的液相色谱图，参照附录A中图A.2。

7 结果计算

采用标准工作曲线法测定柚皮苷的含量。以样品溶液中柚皮苷的峰面积与标准曲线比较定量计算。公式如下：

试样中柚皮苷的含量 X (mg/kg)，按照式(1)计算：

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

式中：

X ——牙膏中柚皮苷含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

c ——由标准曲线查出试样溶液中柚皮苷的浓度，单位微克每毫升 (μg/mL)；

V ——样品最终定容体积，单位为毫升 (mL)；

N ——稀释倍数；

K ——柚皮苷对照品的纯度；

m ——试样质量，单位为克(g)。

8 检出限和定量限

本标准检出浓度0.125 μg/mL，定量浓度为0.25 μg/mL。称样量为1.0 g，方法检出限为1.00 mg/kg，定量限为2.00 mg/kg。

9 回收率和精密度

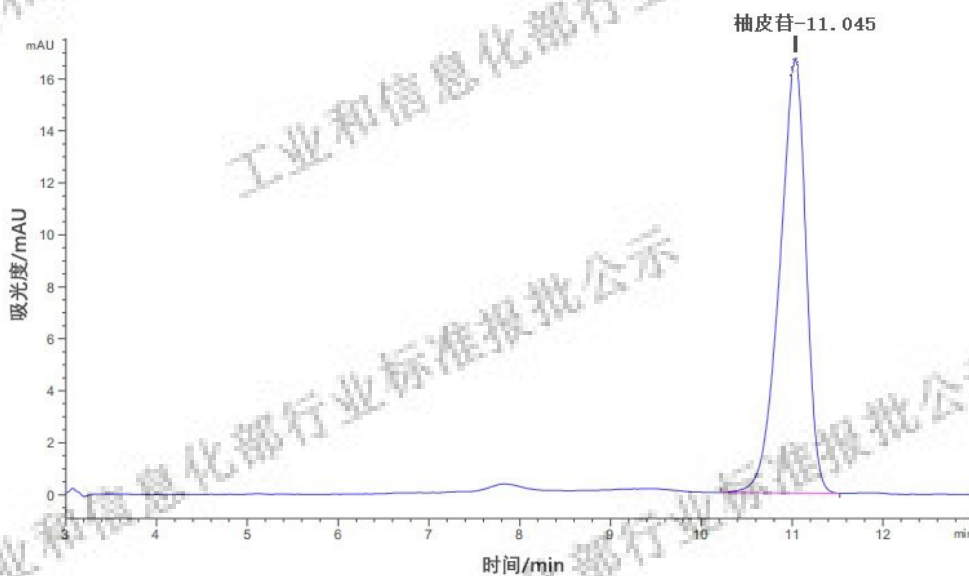
在添加浓度8.00 mg/kg~64.00 mg/kg范围内，回收率范围在93.4 %~102.7 %之间，相对标准偏差在0.46 %~5.3 %之间。

10 允许差

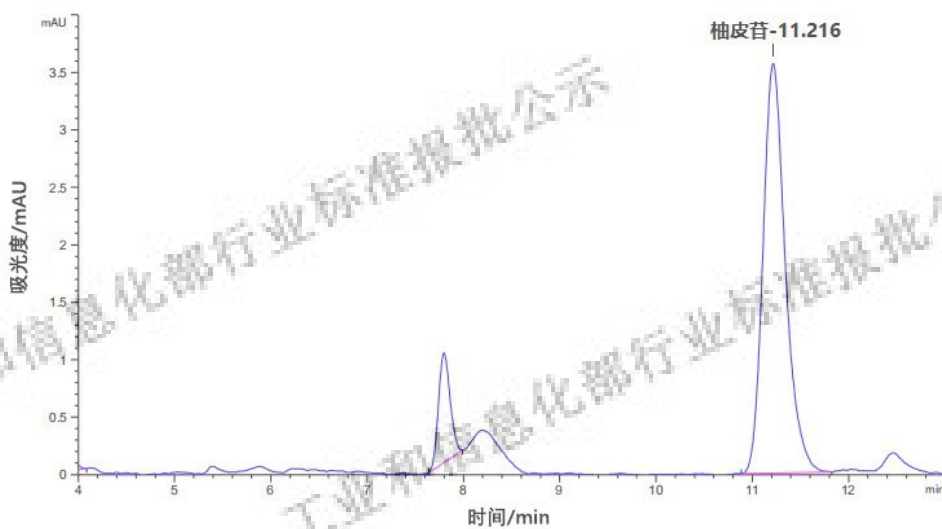
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的10%，取其算数平均值作为测定结果。

AA

附录 A
(资料性附录)
液相色谱参考谱图



图A.1 液相色谱图



图A.2 牙膏样品液相色谱谱图