

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 5452—XXXX

口腔清洁护理用品 牙膏中苯扎氯铵含量的  
测定 高效液相色谱法

Oral care and cleansing products - Determination of Benzalkonium Chloride 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、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。

本标准主要起草人：张环、赵爽、肖梅、邓全富、尚维、郭长虹、荣圃、宫敬禹。

本标准为首次发布。

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 牙膏中苯扎氯铵含量的测定 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苯扎氯铵含量的方法要点、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苯扎氯铵含量的测定。

注：本标准所指苯扎氯铵为十二烷基二甲基苄基氯化铵、十四烷基二甲基苄基氯化铵和十六烷基二甲基苄基氯化铵之和。

## 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

取牙膏以甲醇溶解，涡旋振荡和超声波提取其中的苯扎氯铵，离心分离并过滤处理，取上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 苯扎氯铵对照品

十二烷基二甲基苄基氯化铵，纯度 $\geq 98\%$ ，CAS号：139-07-1；十四烷基二甲基苄基氯化铵，纯度 $\geq 98\%$ ，CAS号：139-08-2；十六烷基二甲基苄基氯化铵，纯度 $\geq 98\%$ ，CAS号：122-18-9。

4.2 乙腈：色谱纯。

4.3 甲醇：色谱纯。

4.4 乙酸铵。

### 4.5 0.1mol/L 乙酸铵溶液

称取7.708g乙酸铵（4.4）溶解于水中，定容至1000mL，过0.45 $\mu\text{m}$ 水相滤膜（4.7），待用。

4.6 50mL 带盖尖嘴离心管（聚丙烯）。

4.7 水相滤膜：0.45 $\mu\text{m}$ 。

4.8 有机相滤膜：0.45 $\mu\text{m}$ 。

### 4.9 标准贮备液

称取苯扎氯铵三种组分对照品（以纯品计）各0.1g，精确至0.0001g，以甲醇（4.3）溶解转移至10mL容量瓶中，定容至刻度并摇匀，此溶液苯扎氯铵三种组分浓度都为10mg/mL，置于2 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 保存。

#### 4.10 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 10mg/L、20mg/L、50mg/L、100mg/L、200mg/L、500mg/L。

4.11 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 氰基色谱柱（250mm×4.6mm，5 $\mu$ m），或具备同等分离效果色谱柱。
- 5.3 分析天平：精度 0.0001g。
- 5.4 超声波清洗仪：功率 400W。
- 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20mm，再称取1g(精确至0.0001g)于50mL尖嘴离心管中，加入数颗研磨玻璃珠（直径3mm~5mm），加甲醇10mL，涡旋振荡2min，再超声提取10min，在8000r/min离心5min，将上清液过0.45 $\mu$ m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	260
进样量/ $\mu$ L	10
流量/(mL/min)	1.0
柱温/ $^{\circ}$ C	30
流动相	乙腈:0.1mol/L 乙酸铵溶液=50:50 (V/V)

##### 6.2.2 标准曲线

准确吸取上述标准工作溶液各10 $\mu$ L，分别注入液相色谱仪，按照表1色谱条件进行测定，以苯扎氯铵各种组分的浓度为x轴，以其相应的峰面积为y轴，分别绘制各种苯扎氯铵组分的标准曲线。

苯扎氯铵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 $\mu$ L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苯扎氯铵各组分的浓度，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

试样中苯扎氯铵的含量 $X$  (mg/kg)，按式(1)计算：

$$X = \sum X_i = \sum \frac{c_i \times V \times N \times K_i}{m} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$X$ ——样品中苯扎氯铵总含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

$X_i$ ——样品中每种苯扎氯铵的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

$c_i$ ——试样溶液中每种苯扎氯铵的浓度，单位毫克每升 (mg/L)；

$V$ ——样品最终定容体积，单位为毫升(mL)；

$N$ ——稀释倍数。

$K_i$ ——每种苯扎氯铵对照品的纯度；

$m$ ——试样质量，单位为克(g)；

## 8 检出限和定量限

本标准检出浓度2mg/L，定量浓度为6mg/L。称样量为1.0g，加提取液10mL时，方法检出限为20mg/kg，定量限为60mg/kg。

## 9 回收率和精密度

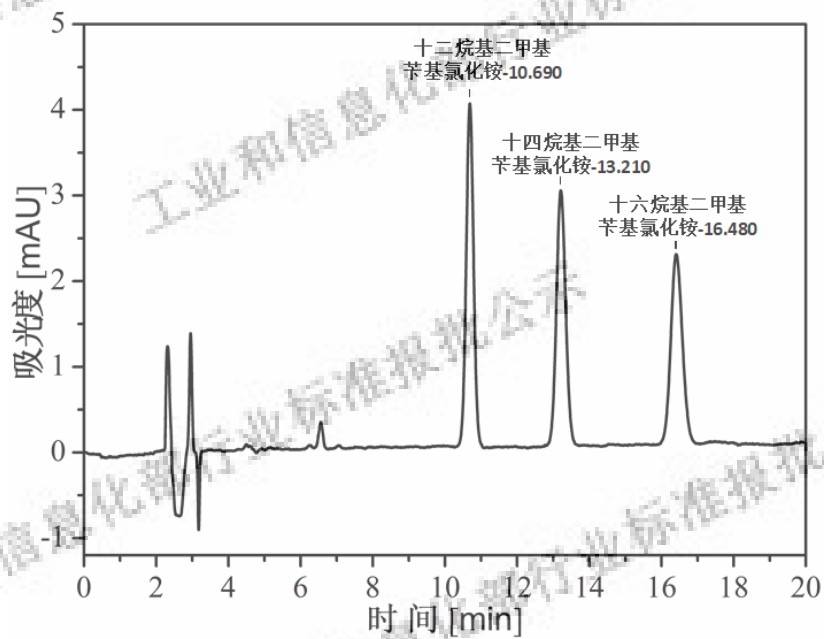
在添加浓度100mg/kg~2000mg/kg范围内，回收率范围在95.3%~106.8%之间，相对标准偏差在0.2%~4.5%之间。

## 10 允许差

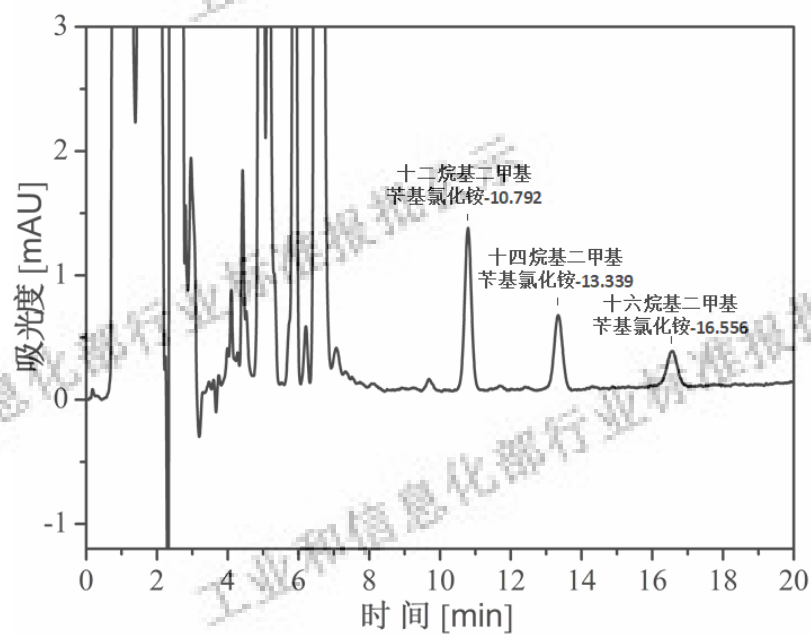
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的10%，取其算数平均值作为测定结果。

AA

附录 A  
(资料性附录)  
液相色谱参考谱图



图A.1 三种苯扎氯铵混合标准样品色谱图



图A.2 牙膏样品色谱图