

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 5453—XXXX

口腔清洁护理用品 牙膏中麝香草酚含量的
测定 高效液相色谱法

Oral care and cleansing products-Determination of Thymol in toothpastes-High
performance liquid chromatography

(报批稿)

(本稿完成日期: 2019.4.18)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部
布

发

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：广州质量监督检测研究院、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。

本标准主要起草人：谭建华、肖梅、陈意光、夏泽敏、刘文玉、王继才、汪毅、熊小婷、李鑫宇、梁文耀、吴谦、席绍峰、郭长虹、吴玉奎。

本标准为首次发布。

口腔清洁护理用品 牙膏中麝香草酚含量的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了牙膏等口腔护理用品中麝香草酚的高效液相色谱测定方法的原理、试剂、仪器和设备、分析步骤、计算结果、检出限和定量限、回收率和精密度、允许差。

本标准适用于牙膏等口腔护理用品中麝香草酚含量的测定。

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 原理

试样经90%甲醇水溶液提取，离心过滤后，用高效液相色谱仪测定麝香草酚，以保留时间和紫外光谱图定性，外标法定量。

4 试剂

4.1 一般规定

除另有规定外，本实验用水均为GB/T 6682中规定的一级水。

4.2 麝香草酚对照品（CAS号：89-83-8）：纯度不小于98%。

4.3 甲醇：色谱纯。

4.4 乙腈：色谱纯。

4.5 石英砂：25目~150目。

4.6 90%甲醇水溶液（V/V）

准确量取900 mL甲醇（4.3）至烧杯中，再加入100 mL纯水，混匀。

4.7 麝香草酚标准储备溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）

准确称取麝香草酚对照品（4.2）约10 mg（精确至0.01mg）于10 mL容量瓶中，用90%甲醇水定容至刻度，混匀。

4.8 麝香草酚标准工作溶液

用甲醇水溶液（4.6）将标准储备溶液（4.7）分别配成一系列浓度1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、25.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作溶液。

1 仪器和设备

1.1 高效液相色谱仪：配二极管阵列检测器。

- 1.2 分析天平：感量为 0.1 mg 和 0.01 mg。
- 1.3 离心机：转速不低于 10 000 r/min。
- 1.4 涡旋振荡器。
- 1.5 超声波清洗器。
- 1.6 微孔滤膜：0.45 μm，材质为尼龙。

2 分析步骤

2.1 试样处理

将牙膏试样挤去 20 mm 后，称取约 1 g 试样（精确至 0.001 g）置于 25 mL 具塞比色管中，加入约 1 g 石英砂（4.5），再加入甲醇水溶液（4.6）25 mL，涡旋混匀后超声提取 15 min，取适量提取液以 10 000 r/min 离心 5 min，上清液经 0.45 μm 滤膜（5.6）过滤，供高效液相色谱测定。

漱口水等液体样品，直接称取 1 g 试样（精确至 0.001 g）置于 25 mL 具塞比色管中，用甲醇水溶液（4.6）定容至刻度，混匀，过滤，供高效液相色谱测定。

2.2 参考色谱条件

- a) 色谱柱：C₁₈ 柱（4.6 mm×250 mm，5 μm），或等效色谱柱；
- b) 流动相：乙腈/水=60/40，（V/V）；
- c) 流量：1.0 mL/min；
- d) 检测波长：276 nm；
- e) 柱温：30 ℃；
- f) 进样量：10 μL。

2.3 测定

2.3.1 标准曲线绘制

分别将标准工作溶液（4.8）注入高效液相色谱仪，在（6.2）的色谱条件下测定标准溶液，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。麝香草酚的高效液相色谱图参见附录 A 中的图 A.1。

2.3.2 样品测定

将按（6.1）处理好的待测试样溶液注入高效液相色谱仪，在（6.2）的色谱条件下进行测定，根据保留时间和紫外吸收光谱图定性，采用外标法定量。麝香草酚的紫外吸收光谱图见附录 A 中的图 A.3。

试样溶液中麝香草酚的响应值应在标准曲线的线性范围内，超过线性范围则应稀释后再进行分析。

3 计算结果

试样中麝香草酚的含量 X 按公式（1）计算：

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

式中：

- X —— 试样中麝香草酚的含量，单位为 mg/kg；
 c —— 试样溶液中麝香草酚浓度，单位为 μg/mL；

- V —— 定容体积，单位为mL；
 f —— 稀释倍数，不稀释时为1；
 m —— 试样质量，单位为g。

4 检出限和定量限

麝香草酚的检出限为10 mg/kg；定量限为25 mg/kg。

5 回收率和精密度

在添加浓度25 mg/kg~500 mg/kg的浓度范围内，方法的回收率在92.0% ~ 101.8%之内，相对标准偏差小于3.2%。

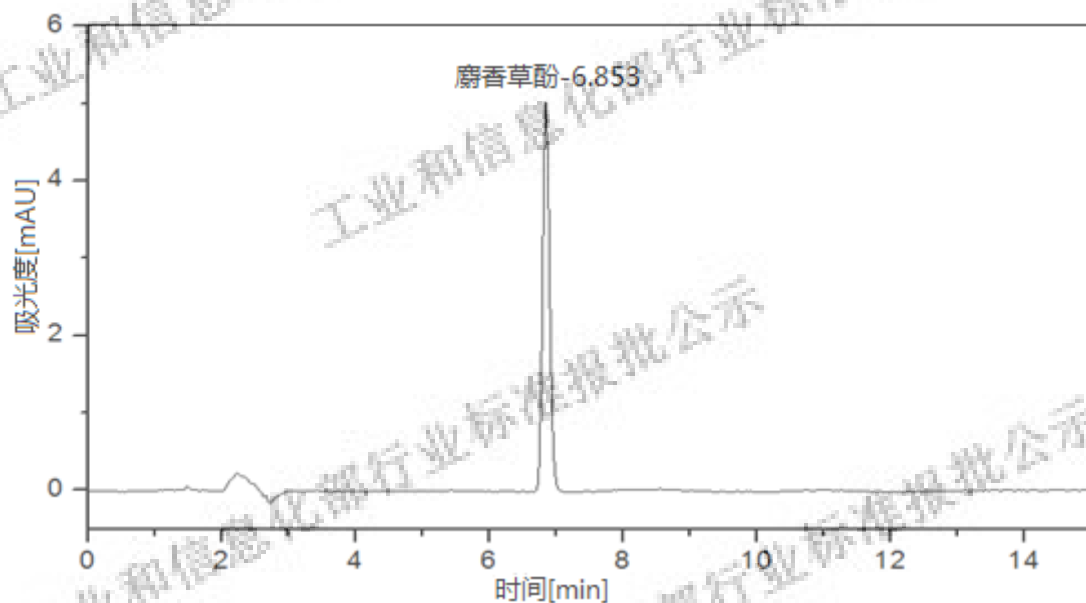
6 允许差

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术平均值的10%，取其算术平均值作为测定结果。

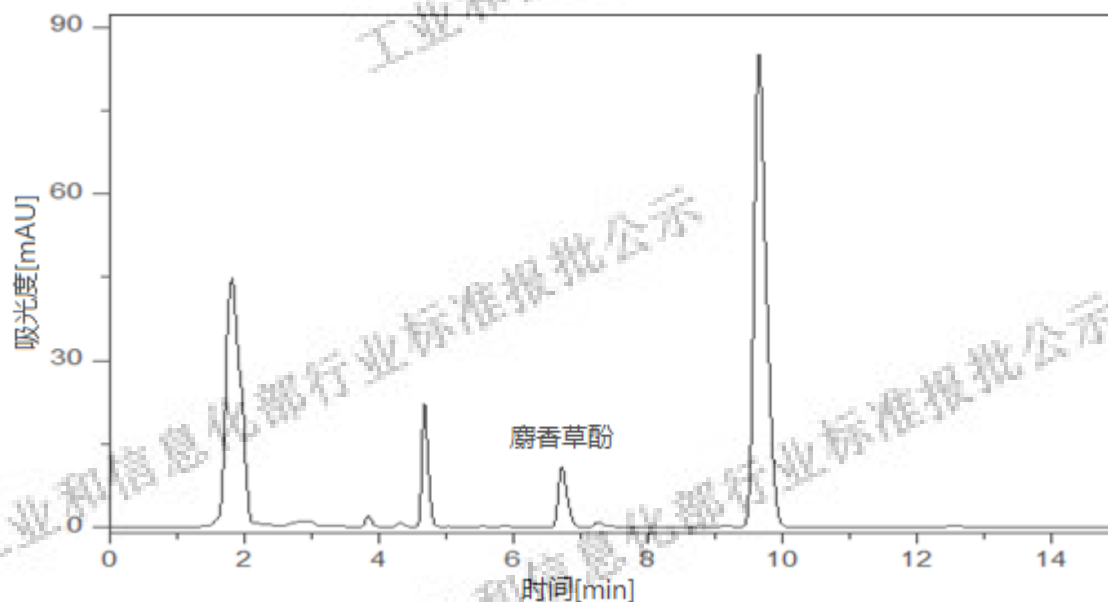
附录 A

(资料性附录)

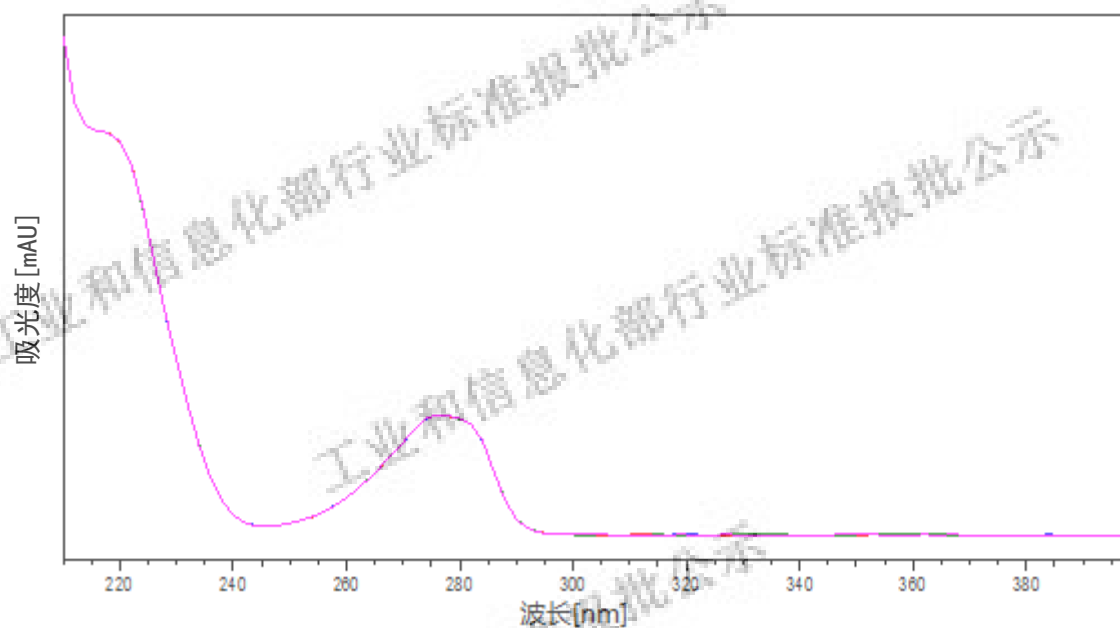
麝香草酚标准溶液及阳性样品 HPLC 色谱图及紫外吸收光谱图



图A.1 麝香草酚标准溶液 HPLC 色谱图



图A.2 阳性样品的 HPLC 色谱图



图A.3 麝香草酚紫外吸收光谱图