

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXXX—XXXX

口腔清洁护理用品 牙膏中三氯蔗糖的测定
高效液相色谱法

Oral care and cleansing products—Determination of sucralose in toothpastes —
High performance liquid chromatography

(报批稿)

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。

本文件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）提出并归口。

本文件起草单位：广州舒客实业有限公司、广州市质量监督检测研究院、浙江方圆检测集团股份有限公司、黑龙江省药品检验研究院、福建爱洁丽日化有限公司、云南白药集团健康产品有限公司、重庆登康口腔护理用品股份有限公司、柳州两面针股份有限公司、淮安纵横生物科技有限公司淮阴分公司、黑龙江省轻工科学研究院。

本文件主要起草人：陈敏珊、贾芳、孙东方、陶丽、杨铭、肖俊芳、王常禹、陈万金、夏泽敏、李露、郭恒、高鹰、田政、黄华来、李一清、张恒。

本文件为首次发布。

口腔清洁护理用品 牙膏中三氯蔗糖的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了牙膏中三氯蔗糖的高效液相色谱测定方法的试剂和材料、仪器设备、测定步骤、计算结果、检出限和定量限、回收率和精密度、允许差。

本文件适用于牙膏中三氯蔗糖的测定。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经水分散、乙腈水溶液提取，经固相萃取柱净化后用高效液相色谱仪、反相C₁₈色谱柱分离，蒸发光散射检测器检测，根据保留时间定性，外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和水为GB/T 6682-2008规定的一级水。

5.2 乙腈：色谱纯。

5.3 标准品：三氯蔗糖标准品（C₁₂H₁₉Cl₃O₈），CAS 编号 56038-13-2，纯度≥99%。结构式见图 A.2。

5.4 有机相滤膜：孔径 0.45 μm，尼龙材质。

5.5 水相滤膜：孔径 0.45 μm，聚醚砜材质。

5.6 固相萃取柱：2000 mg/6 mL，类型为硅胶，使用前用 5 mL 乙腈水溶液（5.7）活化。

5.7 92%乙腈水溶液（体积分数）：准确量取 920 mL 乙腈（5.2）至烧杯中，再加入 80 mL 水，混匀。

5.8 标准储备溶液，1000 μg/mL：准确称取 0.01g（精确至 0.000 1 g）三氯蔗糖标准品（5.3）于 10 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

5.9 标准工作溶液：用水将标准储备溶液（5.8）分别配成一系列浓度 10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL、100.0 μg/mL、200.0 μg/mL 的标准工作溶液。

6 仪器设备

- 6.1 高效液相色谱仪：配蒸发光散射检测器。
- 6.2 分析天平：感量为 0.001 g、0.0001 g。
- 6.3 超声波清洗仪：功率不低于 250 W。
- 6.4 氮吹仪。
- 6.5 涡旋振荡器。

7 测定步骤

7.1 试样制备

将牙膏试样挤去适量后，称取约 2.0 g 试样（精确至 0.001 g）至 25 mL 具塞比色管中，加入 2 mL 水，涡旋 1 min，加入 10 mL 乙腈（5.2），涡旋 1 min，超声提取 30 min，静置冷却至室温，用乙腈（5.2）定容至刻度，混匀。

取有机相滤膜（5.4）过滤后的上清液 5.0 mL 移入已活化的固相萃取柱（5.6），使液体自然流下，弃去流出液，继续加入适量上清液，收集 2.0 mL 流出液，此流出液氮吹干后，用 1.0 mL 水溶解，溶液经水相滤膜（5.5）过滤，供高效液相色谱测定。

7.2 测定条件

7.2.1 液相色谱条件

由于实验室仪器设备的多样性，因此不可能给出分析条件的普遍参数，采用下列操作条件已被证明对测试是合适的：

- a) 色谱柱：C₁₈柱，250 mm × 4.6 mm（内径），5 μm，或相当者；
- b) 流动相：A：水，B：乙腈，梯度洗脱，梯度洗脱程序见表 1；
- c) 流速：1.0 mL/min
- d) 柱温：30 °C；
- e) 进样体积：20 μL。

表 1 液相色谱梯度洗脱程序

时间 min	流动相A %	流动相B %
0	90	10
9	70	30
9.5	5	95
13	5	95
13.5	90	10
20	90	10

7.2.2 蒸发光散射检测器条件

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出分析条件的普遍参数，采用下列操作条件已被证明对测试是合适的：

- a) 蒸发温度：100 ℃；
- b) 漂移管温度：80 ℃；
- c) 雾化气流量：1.20 L/min；
- d) 增益：1；

7.3 测定

7.3.1 标准曲线绘制

分别将标准工作溶液（5.9）注入高效液相色谱仪，在7.2的测定条件下测定标准溶液，以浓度的对数值为横坐标，峰面积的对数值为纵坐标，绘制标准曲线。三氯蔗糖的高效液相色谱图参见附录A中的图A.1。

7.3.2 样品测定

将按7.1处理好的待测试样溶液注入高效液相色谱仪，在7.2的测定条件下进行测定，根据保留时间定性，采用外标法定量。

试样溶液中三氯蔗糖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。

8 计算结果

试样中三氯蔗糖的含量 ω 按公式（1）计算：

$$\omega = \frac{\rho \times V \times f \times K}{m} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- ω —— 试样中三氯蔗糖的含量，mg/kg；
- ρ —— 试样溶液中三氯蔗糖浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；
- V —— 定容体积，mL；
- f —— 试样溶液稀释倍数，不稀释时为0.5，稀释N倍时， $f = 0.5 \times N$ ；
- K —— 三氯蔗糖标准品纯度；
- m —— 试样质量，g。

计算结果保留3位有效数字。

9 检出限和定量限

本方法在取样量为2.0 g时，对于三氯蔗糖的方法检出限为20 mg/kg，定量限为60 mg/kg。

10 回收率和精密度

在添加浓度为60 mg/kg~1250 mg/kg范围内，回收率在88.3%~108.0%之间，相对标准偏差小于5%。

11 允许差

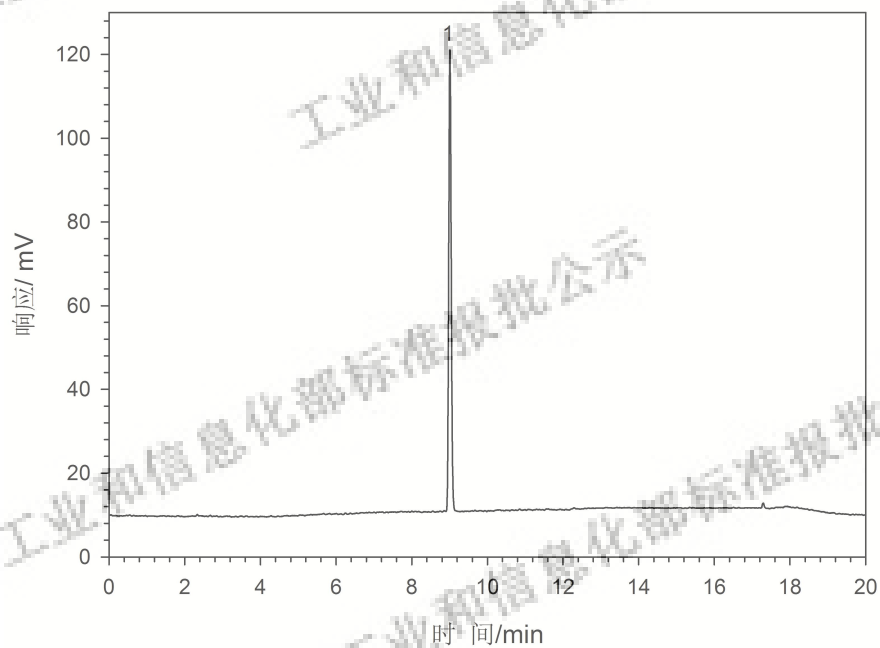
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

附录 A

(资料性)

三氯蔗糖高效液相色谱图和结构式

三氯蔗糖的高效液相色谱图见图A.1，结构式见图A.2。



标引序号说明：

1 —— 三氯蔗糖。

图 A.1 三氯蔗糖高效液相色谱图

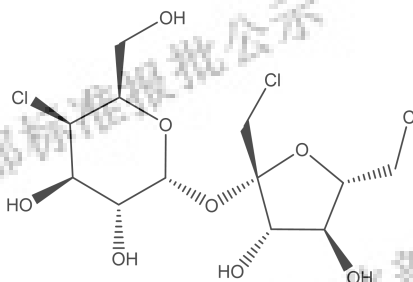


图 A.2 三氯蔗糖结构式