

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 牙膏中厚朴酚、和厚朴  
酚含量的测定 高效液相色谱法

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

(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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

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）归口。

本文件起草单位：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、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、云南白药集团健康产品有限公司、好来化工（中山）有限公司、柳州两面针股份有限公司。

本文件主要起草人：管弋铄、柴露琦、郑卫、韩和平、邓全富、夏泽敏、杨铭、高鹰、何琪莹、黄华来。

本文件为首次发布。

# 口腔清洁护理用品 牙膏中厚朴酚、和厚朴酚含量的测定 高效液相色谱法

## 1 范围

本文件描述了采用高效液相色谱法测定牙膏中厚朴酚、和厚朴酚的含量，包括：原理、试剂与材料、仪器与设备、分析步骤、结果计算、检出限和定量限、回收率和精密度、允许差，并给出了厚朴酚、和厚朴酚的分子式、结构式和相对分子质量的信息。

本文件适用于采用高效液相色谱法测定口腔清洁护理用品牙膏中厚朴酚、和厚朴酚的含量。

## 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

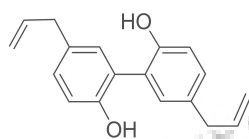
## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

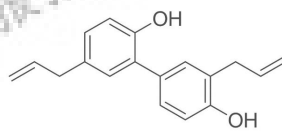
## 4 分子式、结构式和相对分子质量

4.1 厚朴酚：C<sub>18</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>，CAS 号：528-43-8，和厚朴酚：C<sub>18</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>，CAS 号：35354-74-6。

### 4.2 结构式



(厚朴酚)



(和厚朴酚)

### 4.3 相对分子质量

厚朴酚：266.33，和厚朴酚：266.33。

## 5 原理

取牙膏以90%甲醇溶液溶解，涡旋振荡和超声波提取其中的厚朴酚和和厚朴酚，冷却后混匀，过滤分离，取滤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。

## 6 试剂与材料

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。

- 6.1 厚朴酚对照品，纯度 $\geq 98\%$ ，CAS号：528-43-8；和厚朴酚对照品，纯度 $\geq 98\%$ ，CAS号：35354-74-6。
- 6.2 甲醇：色谱纯。
- 6.3 乙腈：色谱纯。
- 6.4 甲酸
- 6.5 20 mL带盖玻璃取样瓶。
- 6.6 有机相过滤膜，0.22  $\mu\text{m}$ 。
- 6.7 水相过滤膜，0.22  $\mu\text{m}$ 。
- 6.8 90%甲醇溶液（体积分数）：量取900.0 mL甲醇（6.2）置于1000 mL容量瓶中，用水定容至刻度，过0.22  $\mu\text{m}$ 有机相膜（6.6），待用。
- 6.9 0.1%甲酸溶液（体积分数）：量取1.0 mL甲酸（6.4）置于1000 mL容量瓶中，用水定容至刻度，过0.22  $\mu\text{m}$ 水相滤膜（6.7），待用。
- 6.10 标准储备液：分别称取厚朴酚对照品20 mg、和厚朴酚对照品18 mg，精确至0.0001 g，以90%甲醇溶液溶解转移至100 mL容量瓶中，以90%甲醇溶液定容至刻度并摇均，此溶液厚朴酚和厚朴酚浓度分别为200  $\mu\text{g/mL}$ 和180  $\mu\text{g/mL}$ ，置于2  $^{\circ}\text{C}$ ~4  $^{\circ}\text{C}$ 密封避光保存，此条件下可储存24 h，超过24 h需重新配制。
- 6.11 标准工作溶液：移取上述标准储备液适量以90%甲醇溶液稀释配制系列标准工作溶液，浓度分别为厚朴酚0.20  $\mu\text{g/mL}$ 、0.50  $\mu\text{g/mL}$ 、1.00  $\mu\text{g/mL}$ 、5.00  $\mu\text{g/mL}$ 、10.00  $\mu\text{g/mL}$ 、20.00  $\mu\text{g/mL}$ ；和厚朴酚0.18  $\mu\text{g/mL}$ 、0.45  $\mu\text{g/mL}$ 、0.90  $\mu\text{g/mL}$ 、4.50  $\mu\text{g/mL}$ 、9.00  $\mu\text{g/mL}$ 、18.00  $\mu\text{g/mL}$ 。

## 7 仪器与设备

- 7.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器或二极管阵列检测器；
- 7.2 C18柱（250 mm $\times$ 4.6 mm，5  $\mu\text{m}$ ），或等效色谱柱；
- 7.3 分析天平：精度0.0001 g；
- 7.4 超声波清洗仪：功率不低于400 W；
- 7.5 涡旋振荡器：最高转速不低于1800 r/min

## 8 分析步骤

### 8.1 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）置于20 mL玻璃取样瓶中，加入数颗研磨玻璃珠（直径3 mm~5 mm），用移液管移取90%甲醇10 mL置于取样瓶中，1800 r/min涡旋振荡15 min，再超声提取30 min，冷却至室温后混匀，提取液过0.22  $\mu\text{m}$ 有机相滤膜，待测。

### 8.2 测定

#### 8.2.1 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
紫外检测器检测波长/nm	294
进样量/ $\mu\text{L}$	10
流量/( $\text{mL}/\text{min}$ )	1.0
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	30
流动相	乙腈:0.1%甲酸溶液=52:48 (体积分数)

### 8.2.2 标准曲线

准确吸取6.11标准工作溶液各10  $\mu\text{L}$ ，分别注入液相色谱仪，按照表1色谱条件进行测定，以厚朴酚或和厚朴酚组分的不同浓度为x轴，以其相应的峰面积为y轴，绘制厚朴酚或和厚朴酚的标准曲线。

厚朴酚和和厚朴酚标准溶液的液相色谱图，参见附录A中图A.1。

### 8.2.3 测定

准确吸取10  $\mu\text{L}$ 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厚朴酚或和厚朴酚的浓度，若超出曲线范围，可用90%甲醇溶液进行适当的稀释。

样品溶液的液相色谱图，参见附录A中图A.2。

## 9 结果计算

试样中厚朴酚或和厚朴酚的含量 $X$  ( $\text{mg}/\text{kg}$ )，按照公式(1)计算：

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

式中：

$X$ ——牙膏中厚朴酚或和厚朴酚含量，单位为毫克每千克 ( $\text{mg}/\text{kg}$ )；

$c$ ——由标准曲线查出试样溶液中厚朴酚或和厚朴酚的浓度，单位微克每毫升 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )；

$V$ ——样品最终定容体积，单位为毫升 ( $\text{mL}$ )；

$N$ ——稀释倍数；

$K$ ——厚朴酚或和厚朴酚对照品的纯度；

$m$ ——试样质量，单位为克 ( $\text{g}$ )。

## 10 检出限和定量限

本标准厚朴酚检出浓度为0.07  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量浓度为0.18  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，和厚朴酚检出浓度为0.03  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量浓度为0.125  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，牙膏称样量为1.0 g，厚朴酚方法检出限为0.7  $\text{mg}/\text{kg}$ ，方法定量限为 1.8  $\text{mg}/\text{kg}$ ；和厚朴酚方法检出限为0.3  $\text{mg}/\text{kg}$ ，方法定量限为1.25  $\text{mg}/\text{kg}$ 。

## 11 回收率和精密度

在添加浓度3.60 mg/kg~150.00 mg/kg范围内，回收率范围在 90.37%~107.54% 之间，相对标准偏差在0.07%~6.40%之间。

## 12 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。

AA

附录 A

(资料性附录)

液相色谱参考谱图

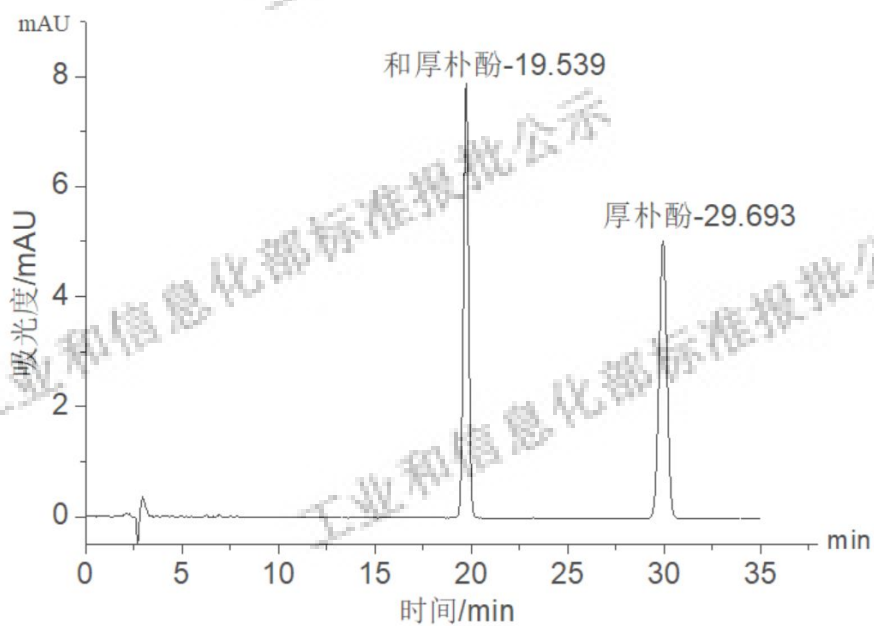


图 A.1 液相色谱图

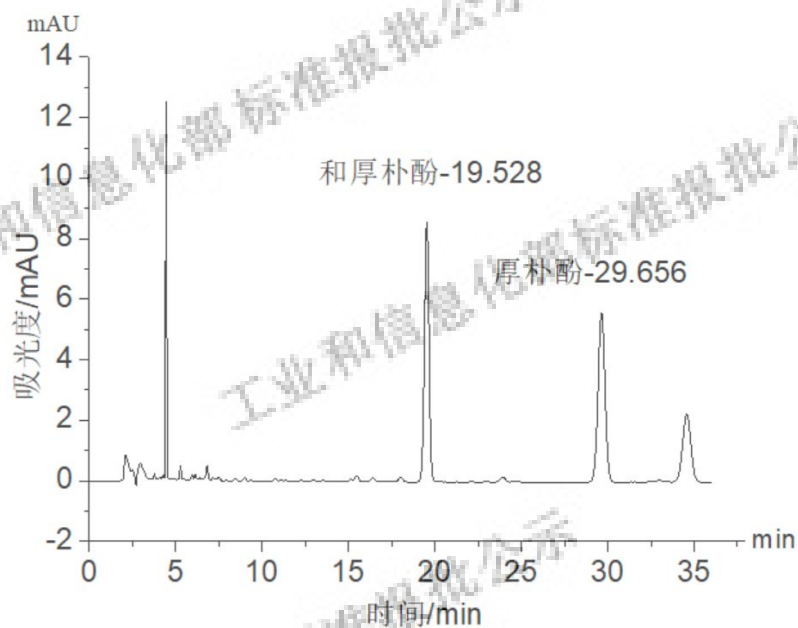


图 A.2 牙膏样品液相色谱谱图

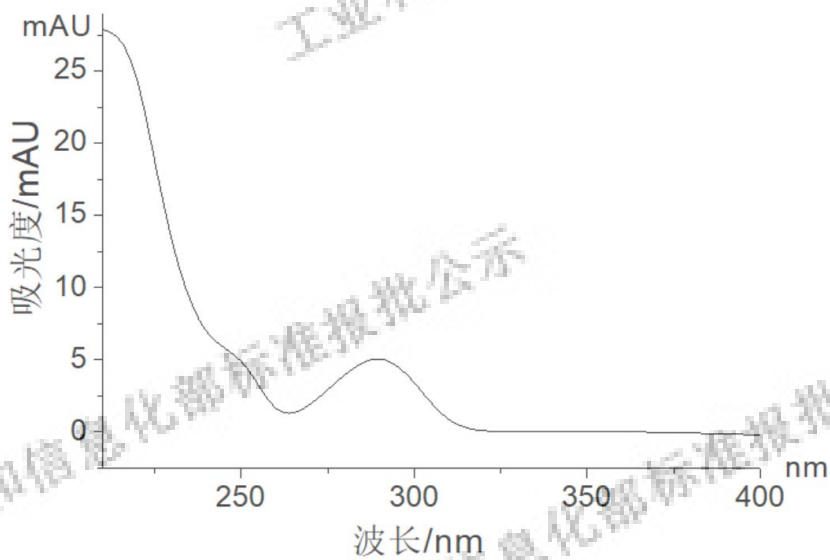


图 A.3 厚朴酚吸收光谱图



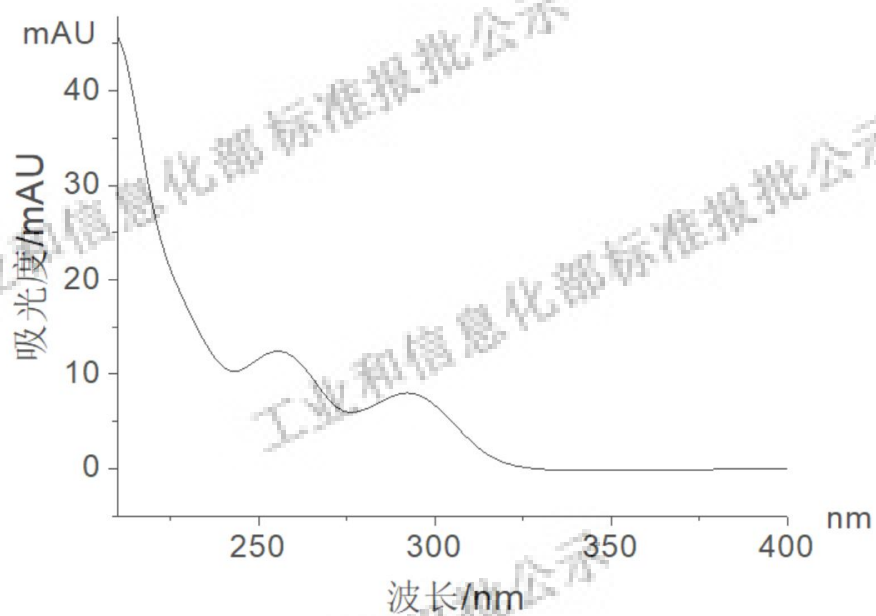


图 A.4 和厚朴酚吸收光谱图