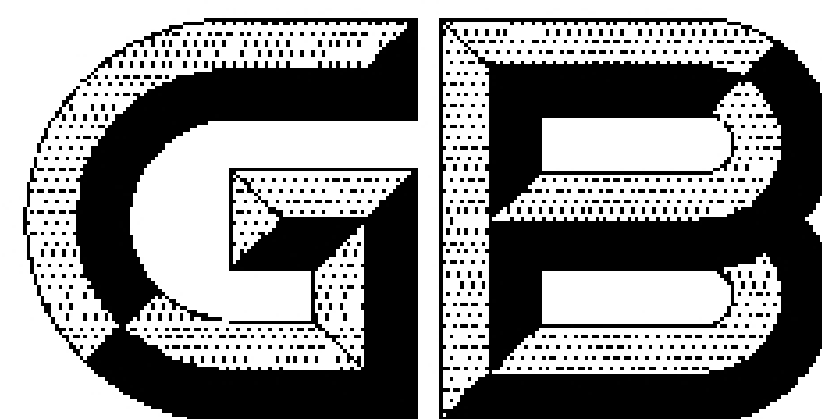




中华人民共和国国家标准

GB/T 32114—2015

口腔护理产品中植酸钠的测定方法

Determination of sodium phytate in oral care products

2015-10-13 发布

2016-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 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/TC 492/SC1)归口。

本标准起草单位：国家轻工业牙膏蜡制品质量监督检测中心、云南白药集团股份有限公司、北京市海淀区产品质量监督检验所、杭州市质量技术监督检测院。

本标准主要起草人：郑卫、高鹰、李显波、孙东方、孟玉、沈萼茵、尚维、安晓光。



口腔护理产品中植酸钠的测定方法

1 范围

本标准规定了口腔护理产品中植酸钠测定的方法要点、试剂与标准物质、仪器、分析步骤、结果计算、回收率、标准偏差。

本标准适用于植酸钠(肌醇六磷酸钠),检测结果以植酸根计。

本标准植酸根检出限为 2.5 mg/L,定量限为 5 mg/L。

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

采用抑制型高效离子色谱法检测口腔护理用品中植酸根的含量。样品采用二次去离子水和 EDTA 二钠溶液处理,离心沉降后取上清液经 C_{18} 预处理柱和 $0.45\ \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤后注入离子色谱仪。用 0.22 mol/L 氢氧化钠水溶液、水和体积分数为 50% 的异丙醇水溶液进行梯度淋洗,经微膜抑制后检测其电导率。

4 试剂与标准物质

4.1 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 规定的一级水。

4.2 氢氧化钠

色谱纯。

4.3 异丙醇

色谱纯。

4.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)二钠溶液

0.01 mol/L。

4.5 植酸钠标准品

分子式为 $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_{24}\text{P}_6\text{Na}_{12}$,相对分子质量 923.81,CAS 登录号 14306-25-3,植酸根含量 $\geq 70\%$ 。

4.6 植酸钠标准储备液

称取植酸钠标准品(4.5)0.142 6 g(精确至 0.000 1 g)用水溶解并定容至 100 mL,其中植酸根的浓

度为 1 mg/mL。

4.7 植酸钠标准工作液

分别准确吸取植酸钠标准储备液(4.6)0.5 mL、1.0 mL、10.0 mL、20.0 mL 于 100 mL 的容量瓶中，用水定容至刻度，配得浓度为 5 μg/mL、10 μg/mL、100 μg/mL、200 μg/mL 的标准工作溶液。

5 仪器

- 5.1 离子色谱仪：配有阴离子抑制器和电导检测器。
- 5.2 分析天平：精度 0.1 mg。
- 5.3 离心机。
- 5.4 超声波清洗机。
- 5.5 微孔滤膜：0.45 μm。
- 5.6 自动进样器：25 μL。
- 5.7 C₁₈固相萃取小柱：300 mg。

6 分析步骤

6.1 样品处理

C₁₈萃取小柱活化：使用前依次用 5 mL 甲醇、10 mL 超纯水缓慢通过，并静置活化 30 min。
称取 1 g(可根据含量适当增减)样品(精确至 0.000 1 g)于 100 mL 容量瓶中，加入 0.01 mol/L EDTA二钠溶液(4.4)5 mL，二次去离子水定容，在室温下磁力搅拌 15 min，超声萃取 10 min，离心机中以 3 600 r/min 的速率离心 10 min，取上清液经活化处理的 C₁₈预处理柱和 0.45 μm 微孔滤膜(5.5)过滤，滤液供离子色谱进行测定。

6.2 测定

6.2.1 离子色谱参考条件

离子色谱柱参数：阴离子保护柱 IonPac AG 11 (50 mm×4 mm)或相当者；阴离子分析柱 IonPac AS 11 (250 mm×4 mm)或相当者；四元梯度泵或相当者。
电导检测器：配 4 mm 的阴离子抑制器，外接水抑制模式。
柱温：30 °C。
进样量：25 μL。
淋洗液流速：0.90 mL/min。
自动再生膜抑制器：电流 240 mA。
淋洗液：0.22 mol/L 氢氧化钠水溶液(A)、二次去离子水(B)及体积分数为 50%的异丙醇水溶液(C)组成，梯度洗脱设置见表 1。



表 1

时间/min	A/%	B/%	C/%
0.00	15.0	79.0	6.0
0.01	15.0	79.0	6.0
7.00	40.0	54.0	6.0
11.00	40.0	54.0	6.0
12.00	15.0	79.0	6.0
15.00	15.0	79.0	6.0

6.2.2 标准工作曲线的制备

将植酸钠标准工作液(4.7)按浓度从低到高依次经离子色谱-电导测定,以定量离子的峰面积为纵坐标,以标准溶液中植酸根的浓度为横坐标,得标准工作曲线。

7 种常见阴离子混合标准溶液离子色谱图,参照附录 A 中图 A.1。

6.2.3 测定

本方法采用外标标准曲线法定量植酸根的含量。以不同浓度的标准溶液浓度为横坐标,对应的峰面积为纵坐标,作标准曲线线性回归方程,以试样的峰面积与标准曲线比较定量。

样品溶液离子色谱图,参照附录 A 中图 A.2。

7 结果计算

试样中植酸根的含量 X (mg/kg)由色谱数据处理软件获得或按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V \times N}{m}$$

.....(1)

式中:

X ——口腔护理产品中植酸根的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——试样溶液中植酸根的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

N ——稀释倍数。

计算结果保留至整数位。

8 回收率

分别向牙膏样品中加入含 40 mg、80 mg、120 mg 植酸根的标准溶液,按 6.1 要求进行样品处理后进样检测,植酸根回收率为 98.3%~102.2%。

9 标准偏差

对 120 mg/kg 的植酸根标准溶液进行 6 次平行测定,检测结果的相对标准偏差(RSD)为 1.4%。



附录 A
(资料性附录)
参考离子色谱谱图

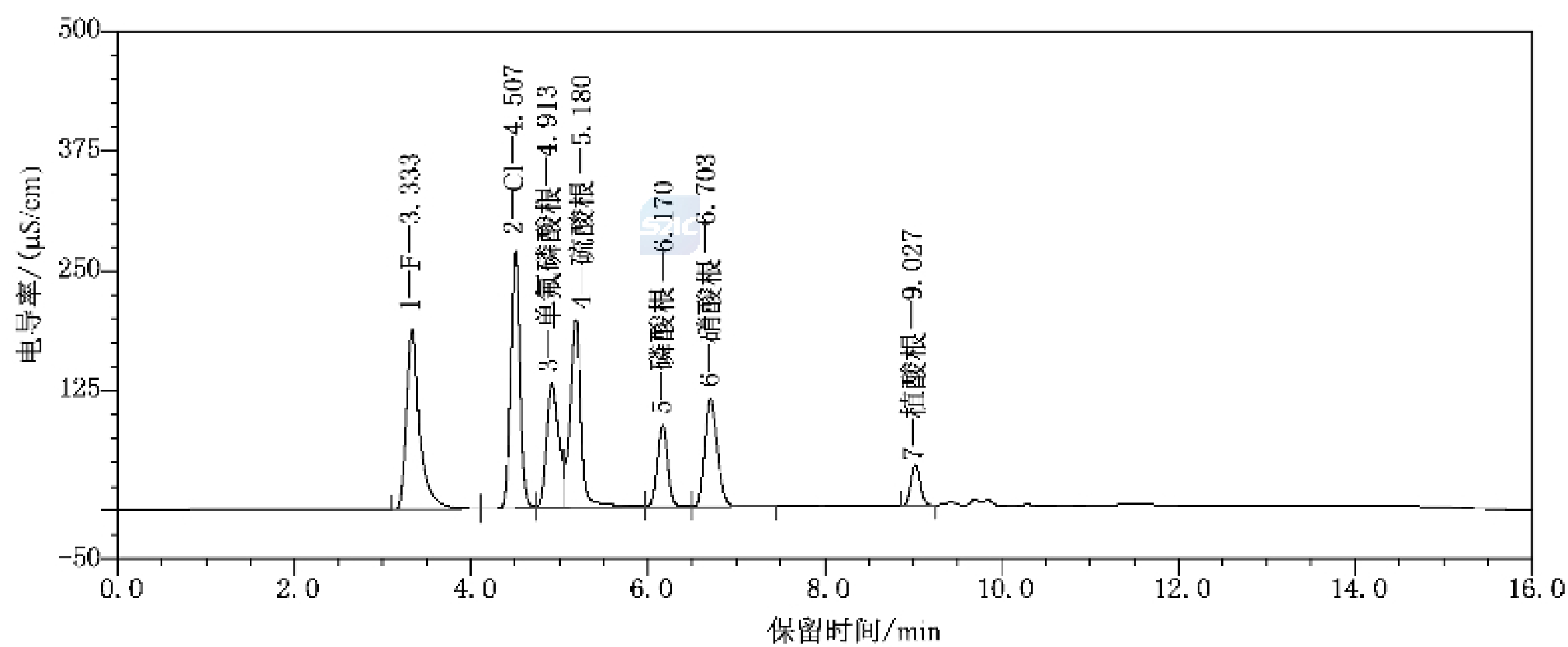


图 A.1 7 种常见阴离子混合标准溶液离子色谱图

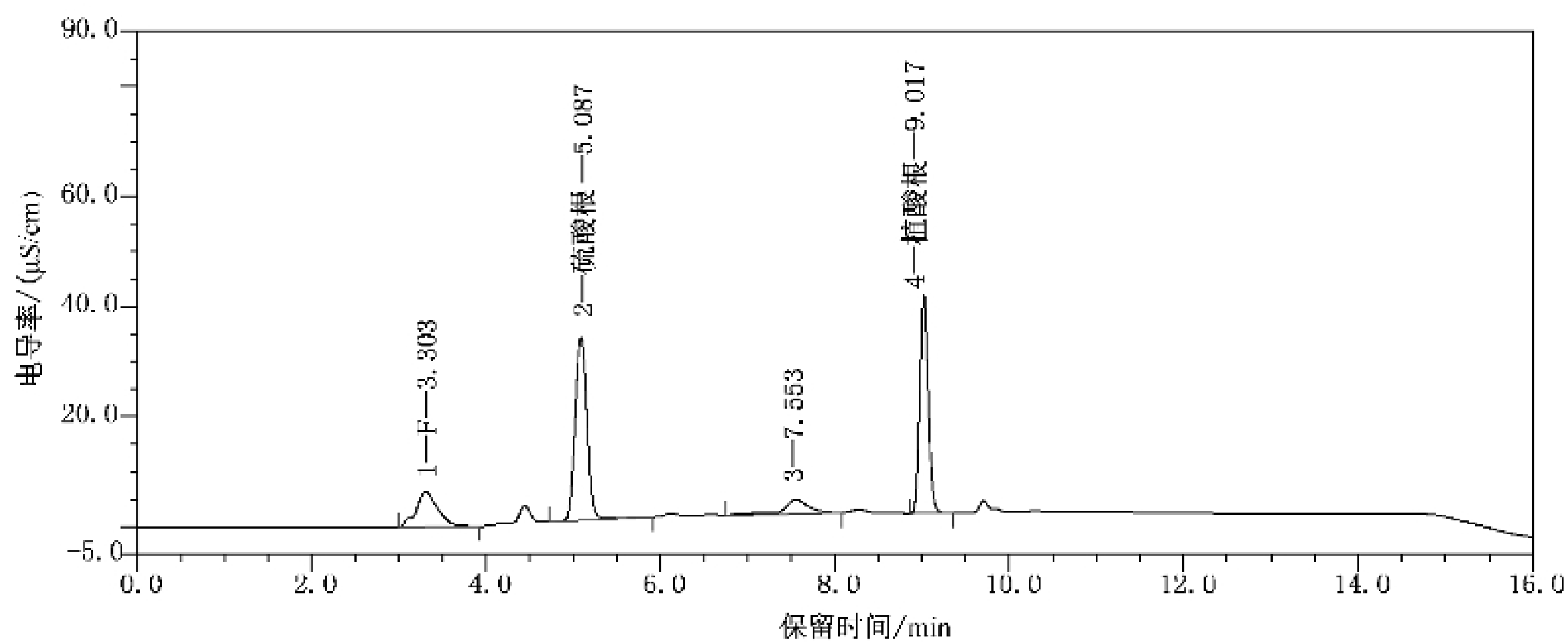


图 A.2 样品离子色谱分离谱图