



中华人民共和国国家标准

GB/T 35831—2018

口腔护理产品中芦荟苷的测定方法

Determination of barbaloin in oral care and cleansing products

2018-02-06 发布

2018-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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(SAC/TC 492)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、国家轻工业牙膏蜡制品质量监督检测中心、广州质量监督检测研究院。

本标准主要起草人：黄毅、董海德、郑伟、郭长虹、刘文玉。

口腔护理产品中芦荟苷的测定方法

1 范围

本标准规定了测定口腔护理产品中芦荟苷含量的方法原理、试剂和材料、仪器与设备、分析步骤、结果计算、检出限、回收率和精密度。

本标准采用高效液相色谱法,适用于口腔护理产品中芦荟苷含量的测定。

本标准对于芦荟苷的检出限 26 ng/mL。

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—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法原理

芦荟苷,又名芦荟素或芦荟大黄素甙,英文名 Aloin 或 Barbaloin,分子式 $C_{21}H_{22}O_9$ 。芦荟产品中的芦荟苷都是以光学异构体芦荟苷 A 和 B 的混合物存在。本标准以芦荟苷 A 和 B 混合物的含量评价芦荟制品的芦荟苷指标。

此方法是将样品以甲醇溶解,漩涡振荡,超声提取其中的芦荟苷,离心处理过滤,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 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅适用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 冰乙酸:色谱纯。

4.4 1%冰乙酸(体积比):1 mL 冰乙酸+99 mL 水。

4.5 芦荟苷 A 对照品纯度 $\geq 98\%$,CAS 号:1415-73-2;芦荟苷 B 对照品纯度 $\geq 98\%$,CAS 号:28371-16-6。

5 仪器与设备

5.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

5.2 电子分析天平:精度 0.000 1 g。

5.3 超声波仪。

5.4 多联漩涡振荡器。

5.5 高速离心机:转速 $\geq 10\,000$ r/min。



6 分析步骤

6.1 色谱条件

表 1 给出了液相色谱条件。

表 1 液相色谱条件

项目	条件
紫外检测器	359 nm
二极管阵列检测器	359 nm,参比波长 450 nm
进样量	10 μ L
流速	1 mL/min
流动相(体积比)	乙腈 : 1%冰乙酸 = 30 : 70
色谱柱	C ₁₈ 4.6 mm $\times$ 250 mm,5 μ m
柱温	30 $^{\circ}$ C

6.2 标准储备液的制备

称量 10 mg 标准品,精确至 0.000 1 g,以甲醇定容于 10 mL 棕色容量瓶并摇匀,此浓度为 1 000 mg/L,置于 2 $^{\circ}$ C $\sim$ 4 $^{\circ}$ C 冷藏。

6.3 标准工作溶液的制备

吸取储备液适量以甲醇稀释配制 1 mg/L、2 mg/L、4 mg/L、10 mg/L、20 mg/L 的标准工作系列溶液。

6.4 样品溶液的制备

称取样品 1 g(精确至 0.000 1 g)于 50 mL 尖嘴平底离心管中,加磁力转子一枚,再以移液管加 8 mL 甲醇,以多联漩涡混匀器 1 500 r/min 振荡 5 min,再超声提取 40 min,在 10 000 r/min 离心 10 min,将上清液过 0.45 μ m 有机膜。

6.5 标准溶液的测定

准确吸取上述标准工作溶液各 10 μ L,分别注入液相色谱仪,按照表 1 液相色谱条件进行测定,谱图参照图 A.1。以芦荟苷 A 或 B 的浓度为 X 轴,以其相应的峰面积为 Y 轴,绘制标准曲线。

6.6 样品溶液的测定

准确吸取 10 μ L 样品溶液,注入液相色谱仪测定其峰面积,谱图参照图 A.2,由标准曲线计算试样溶液中芦荟苷 A 或 B 的含量。

7 结果计算

样品中芦荟苷 A 或 B 的含量由色谱数据处理软件或按式(1)计算,芦荟苷的总量为两者之和。

$$X = \frac{(c_A \times K_A + c_B \times K_B) \times V \times N}{m} \times \frac{1\,000}{1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——样品中芦荟苷的总量,单位为毫克每千克(mg/kg)；

c_A, c_B ——样品溶液中芦荟苷 A、B 对应的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL)；

K_A, K_B ——芦荟苷 A、B 对照品的纯度；

V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL)；

N ——稀释倍数；

m ——样品的质量,单位为克(g)。

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%。

8 检出限

芦荟苷的检出限 26 ng/mL。

9 回收率和精密度

在添加浓度 5 mg/kg~15 mg/kg 浓度范围内,回收率在 87.87%~94.29%之间,相对标准偏差小于 5%。



附 录 A
(资料性附录)
芦荟苷 A、芦荟苷 B 色谱图

图 A.1 给出了芦荟苷 A、芦荟苷 B 对照品的色谱图。

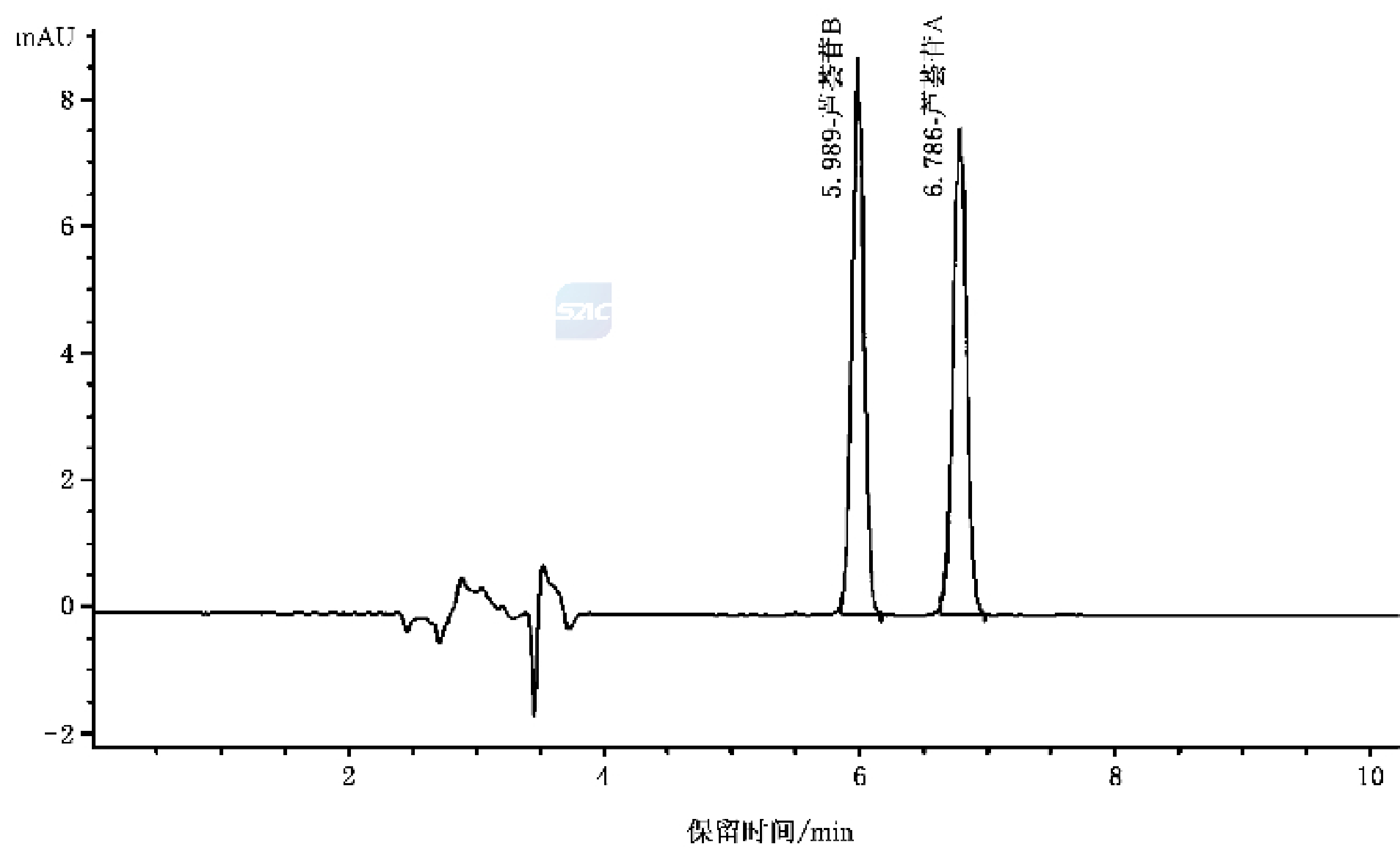


图 A.1 芦荟苷 A、芦荟苷 B 对照品的色谱图

图 A.2 给出了样品中芦荟苷 A、芦荟苷 B 的色谱图。

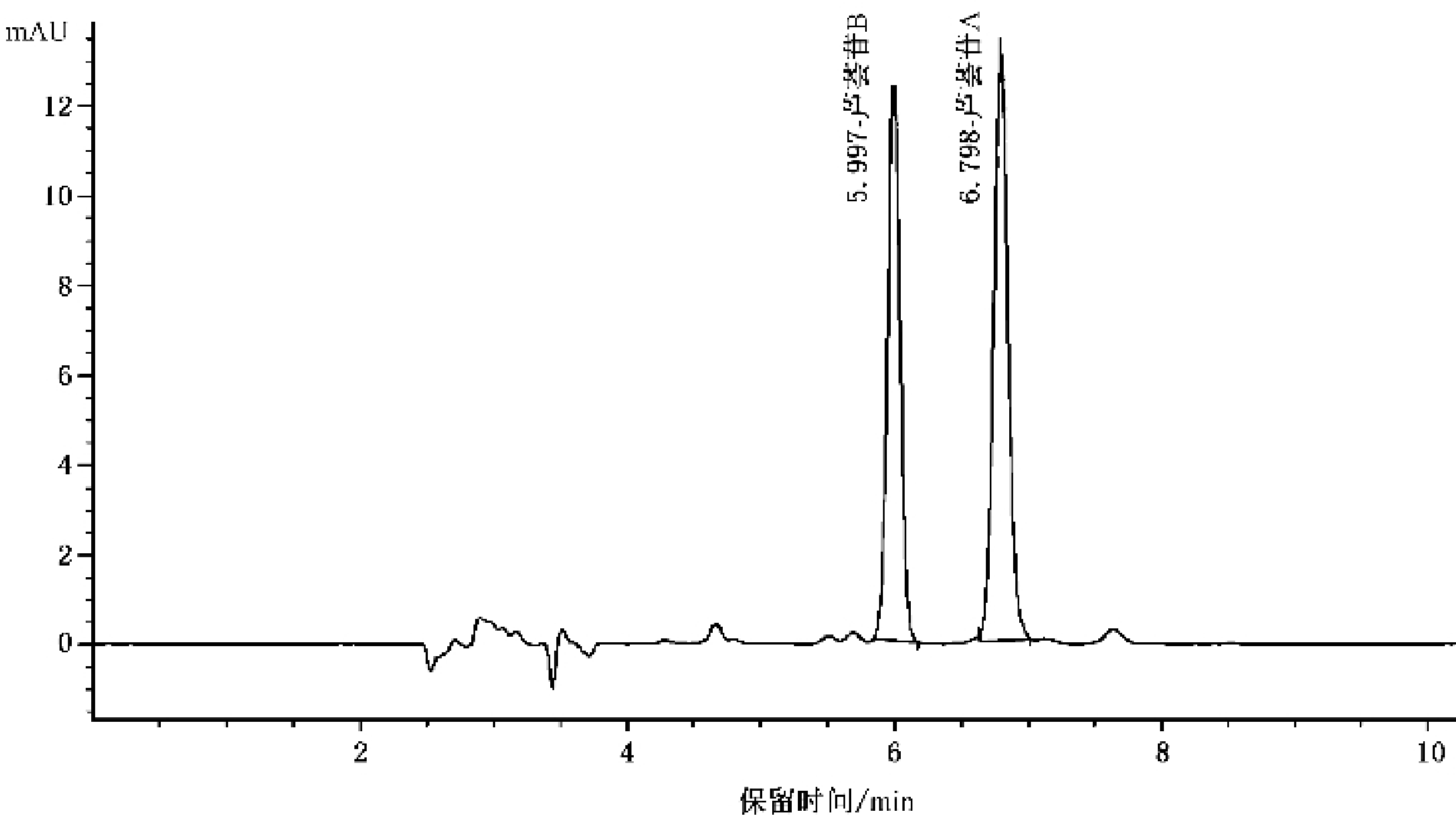


图 A.2 样品中芦荟苷 A、芦荟苷 B 的色谱图
