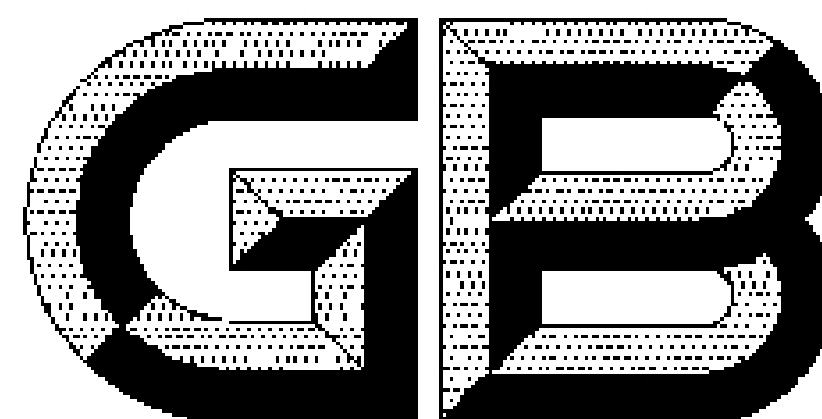




中华人民共和国国家标准

GB/T 32113—2015

口腔护理产品中氯酸盐的 测定 离子色谱法

Determination of chlorate in oral care product—
Ion chromatography

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 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牙膏分技术委员会(SAC/TC 492/SC1)归口。

本标准起草单位:北京市海淀区产品质量监督检验所、国家化妆品质量监督检验中心(北京)、国家轻工业牙膏蜡制品质量监督检测中心。

本标准主要起草人:林立、王琳琳、孙海波、杨彦丽、杨佳佳。



口腔护理产品中氯酸盐的 测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了用离子色谱法测定口腔护理产品中氯酸盐的原理、试剂和材料、仪器与设备、分析步骤、结果计算、检出限、回收率、允许差。

本标准适用于各类口腔护理产品中碱金属氯酸盐的测定。

本标准氯酸根的检出限为 2 mg/kg。

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 原理

口腔护理产品样品经碱溶液提取后,脱脂柱净化,导入离子色谱,采用电导检测器进行测定,外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 除非另有说明,所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 氢氧化钠:色谱纯。

4.4 10 mmol/L 氢氧化钠溶液:精密称取 0.40 g 氢氧化钠(4.3),用水溶解并定容至 1 000 mL。

4.5 60 mmol/L 氢氧化钠溶液:精密称取 2.40 g 氢氧化钠(4.3),用水溶解并定容至 1 000 mL。

4.6 氯酸钠(纯度>99%)。

4.7 氯酸根标准储备液:称取氯酸钠(4.6)0.127 5 g(精确至 0.000 1 g)用 10 mmol/L 氢氧化钠(4.4)溶解并定容至 100 mL,其中氯酸根的浓度为 1 mg/mL,贮存于 4 ℃冰箱中,有效期为 6 个月。

4.8 氯酸根系列标准工作液:准确吸取氯酸根标准储备液(4.7)0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 于一组 100 mL 的容量瓶中,用 10 mmol/L 氢氧化钠(4.4)定容至刻度,配得浓度为 5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、30.0 μg/mL、50.0 μg/mL 的系列标准工作溶液,贮存于 4 ℃冰箱中,有效期为 3 个月。

4.9 聚二乙烯基苯聚合物反相填料柱(或等效的脱脂柱)。

4.10 微孔滤膜:0.45 μm,水相。

注 1:聚二乙烯基苯聚合物反相填料柱(或等效的脱脂柱),规格为 1.0 mL,使用前依次用 10 mL 甲醇、15 mL 水通过,静置活化 30 min。

注 2:氢氧化钠淋洗液配制过程中注意尽量避免二氧化碳的溶入。

5 仪器与设备

- 5.1 离子色谱仪(IC):配有阴离子抑制器和电导检测器。
- 5.2 分析天平:感量 0.01 g 和 0.000 1 g。
- 5.3 旋涡混合器。
- 5.4 超声波清洗器。

6 分析步骤

6.1 样品制备

称取样品约 0.5 g(精确至 0.01 g)于 100 mL 具塞离心管中,加入 10 mmol/L 氢氧化钠溶液(4.4)约 20 mL,涡旋 0.5 min,再加入 10 mmol/L 氢氧化钠溶液(4.4)至约 80 mL,超声提取 10 min 后加入 10 mmol/L 氢氧化钠溶液(4.4)定容至刻度,静置约 10 min 后,取上清液过聚二乙烯基苯聚合物反相填料柱(4.9)或等效的脱脂柱,经微孔滤膜(4.10)过滤,供离子色谱进行测定。同时处理试剂空白。

6.2 测定

6.2.1 色谱分离条件

- 6.2.1.1 离子色谱柱参数:阴离子保护柱 IonPac AG 19(50 mm×4 mm)或性能相当者,阴离子分析柱 IonPac AS 19(250 mm×4 mm)或性能相当者。
- 6.2.1.2 流速:1.0 mL/min。
- 6.2.1.3 电导检测器:配 4 mm 的阴离子抑制器。
- 6.2.1.4 进样量:25 μ L-50 μ L(根据样液中氯酸根的浓度而定)。
- 6.2.1.5 淋洗液:60 mmol/L 氢氧化钠溶液(4.5)梯度洗脱,洗液梯度参考程序见表 1。

表 1 淋洗液梯度参考程序

时间/min	氢氧化钠浓度/(mmol/L)
0.0	10
20.0	10
20.1	60
27.0	60
27.1	10
32.0	10

6.2.2 标准工作曲线的绘制

将氯酸根系列标准工作液(4.8)按浓度从低到高依次导入离子色谱仪进行测定,以氯酸根离子的峰面积为纵坐标,以系列标准溶液中氯酸根的浓度为横坐标,得标准工作曲线。
氯酸根标准样品的电导检测器离子色谱图参见附录中的图 A.1。

6.2.3 定量分析

本方法采用标准工作曲线法测定氯酸根的含量。样品溶液和试剂空白溶液导入离子色谱仪进行测

定。以样品的峰面积与标准曲线比较定量。待测物的响应值均应在线性范围内。

6.3 空白实验

除不称取样品外,均按样品制备(6.1)处理步骤和测定(6.2)条件进行。

6.4 平行实验

按样品制备(6.1)处理步骤和测定(6.2)条件进行,对同一样品进行平行试验测定。

7 结果计算

样品中氯酸根的含量由色谱数据处理软件或按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V \times k \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——样品中氯酸根的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——样品中氯酸根面积对应的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

k ——稀释倍数;

m ——样品的质量,单位为克(g)。

注:计算结果需扣除空白值。测定结果用平行测定的算术平均值表示,结果小于1 000 mg/kg时保留至小数点后一位;结果大于或等于1 000 mg/kg时保留至整数。

8 检出限

口腔护理用品中氯酸根的检出限为2 mg/kg。

9 回收率

在添加浓度10 $\mu\text{g/kg}$ ~10 000 $\mu\text{g/kg}$ 浓度范围内,回收率在80%~110%之间,相对标准偏差小于10%。

10 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15%。

附 录 A
(资料性附录)

氯酸根标准样品的电导检测器离子色谱色谱图

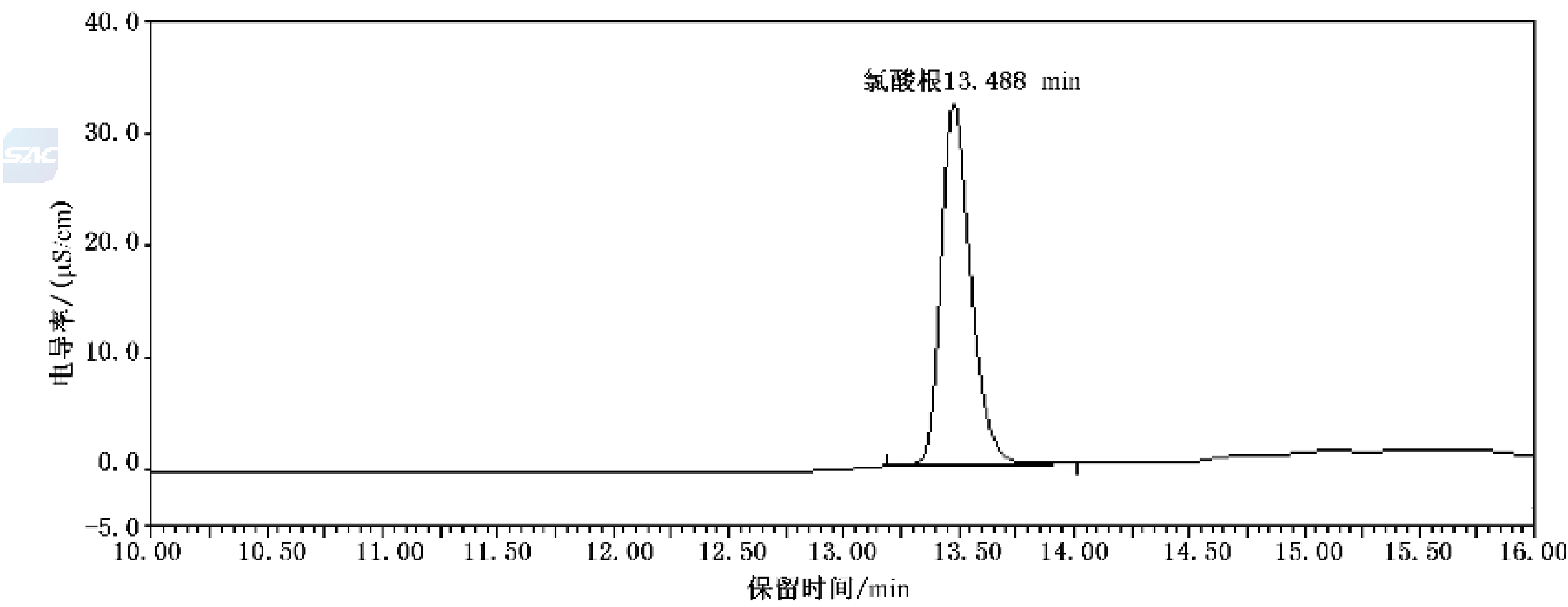


图 A.1 氯酸根标准样品的电导检测器离子色谱色谱图(浓度为 10.0 μg/mL)
