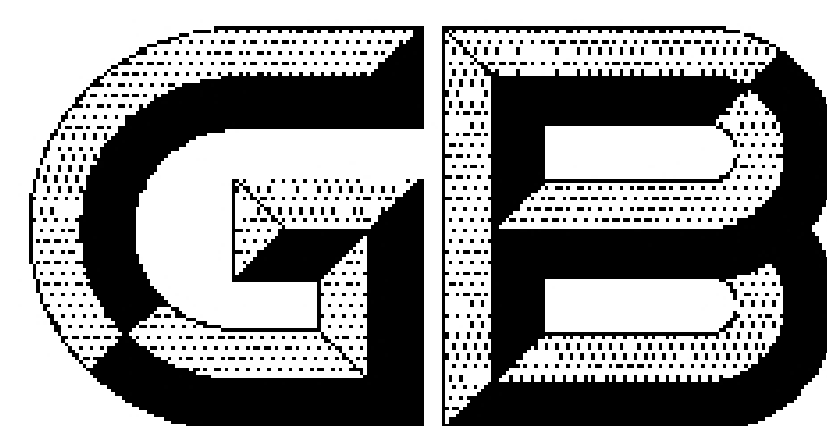




中华人民共和国国家标准

GB/T 40190—2021

牙膏中禁用漂白剂的测定 高效液相色谱法

Determination of forbidden bleach in toothpaste—High performance liquid
chromatography method

2021-05-21 发布

2021-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
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：江苏省产品质量监督检验研究院、江苏省理化测试中心、苏州市产品质量监督检验院。

本标准主要起草人：薛彦军、丁洪流、贾涛、苏玉倩、孙牧、马东、洪华、朱宇宏、张晓强、王莉、蔡晶、庄件兵、黄婷。



牙膏中禁用漂白剂的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了牙膏中禁用漂白剂过氧化苯甲酰含量的高效液相色谱测定方法。
本标准适用于牙膏中禁用漂白剂过氧化苯甲酰含量的测定。
本标准方法检出限为 0.5 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

样品用乙腈:水(80:20,体积比)提取后,上清液经 0.45 μm 滤膜过滤后,用柱后衍生-高效液相色谱-荧光检测法测定,外标峰面积法定量。

4 试剂和标准物质

除非另有说明,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 乙腈:色谱纯。
- 4.2 氯化血红素:质量分数 $\geq 98.0\%$ 。
- 4.3 对羟基苯乙酸:质量分数 $\geq 98.0\%$ 。
- 4.4 微孔滤膜:0.45 μm ,有机相。
- 4.5 过氧化苯甲酰标准品:质量分数 $\geq 50.0\%$ 。
- 4.6 标准储备液:准确称取过氧化苯甲酰标准品 0.2 g(质量分数为 50%),加入乙腈使之溶解并定容至 100 mL,配成标准储备液,质量浓度为 100 mg/L,置冰箱 4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存。

5 仪器和设备

- 5.1 高效液相色谱仪:配有荧光检测器。
- 5.2 柱后衍生器。
- 5.3 pH 计。
- 5.4 分析天平:感量为 0.000 1 g。
- 5.5 超声波清洗器。
- 5.6 高速离心机。
- 5.7 比色管:10 mL/25 mL。

6 试样制备

牙膏样品挤弃约 20 mm 后,准确称取均匀的样品 1.000 0 g(精确到 0.000 2 g)于比色管中,加入 2 mL 纯水,振荡 15 min 后加入乙腈定容至 10 mL,充分摇匀。静置后转移上层清液至离心管,4 000 r/min 离心 10 min,取上清液过 0.45 μm 微孔滤膜后进样检测。

7 高效液相色谱测定

7.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: C_{18} 不锈钢柱(250 mm $\times$ 4.6 mm $\times$ 5 μm)。
- b) 荧光检测器波长:激发波长 315 nm,发射波长 400 nm。
- c) 流动相:含有 0.1% 乙酸的甲醇:水(85:15,体积比)。
- d) 流速:0.6 mL/min。
- e) 柱温:20 $^{\circ}\text{C}$ 。
- f) 进样量:10 μL 。
- g) 衍生条件:衍生化试剂为 8 $\mu\text{mol/L}$ 氯化血红素和 80 $\mu\text{mol/L}$ 对羟基苯乙酸的 $\text{NH}_4\text{Cl-NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ 缓冲溶液($\text{pH}=10.5$)。柱后衍生器背压为 500 psi $\sim$ 1 000 psi 或者流速为 0.2 mL/min,反应管温度为 35 $^{\circ}\text{C}$ 。

7.2 标准工作液制备

准确移取 1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、8.0 mL、10.0 mL 的标准储备液(4.6)于 100 mL 容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,摇匀。经 0.45 μm 滤膜过滤备用。此时标准系列溶液的质量浓度为 10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L、80.0 mg/L、100.0 mg/L。在设定色谱条件(7.1)下,分别取 10 μL 进行分析。取标准系列溶液的质量浓度为横坐标(mg/L)、对照品峰面积为纵坐标绘制校准曲线(线性相关系数 $R\geq 0.999\ 0$)。过氧化苯甲酰标准样品液相色谱图参见附录 A 中图 A.1。

7.3 测定步骤

样品按照第 6 章的步骤处理完成后按照 7.1 的仪器条件进行上机检测,样品待测液中过氧化苯甲酰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样测定。

7.4 空白试验

除不加试样外,均按第 6 章的处理步骤和 7.1 的仪器条件进行检测。

8 结果计算

结果按式(1)计算,计算结果保留两位有效数字。

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times w}{m \times 100} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——试样中过氧化苯甲酰的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——通过标准曲线求得试样溶液中的过氧化苯甲酰的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——通过标准曲线求得的空白试剂中过氧化苯甲酰的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——样品的最终定容体积,单位为毫升(mL);

w ——过氧化苯甲酰的质量分数,%;

m ——称取的样品质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准,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平均值的5%。

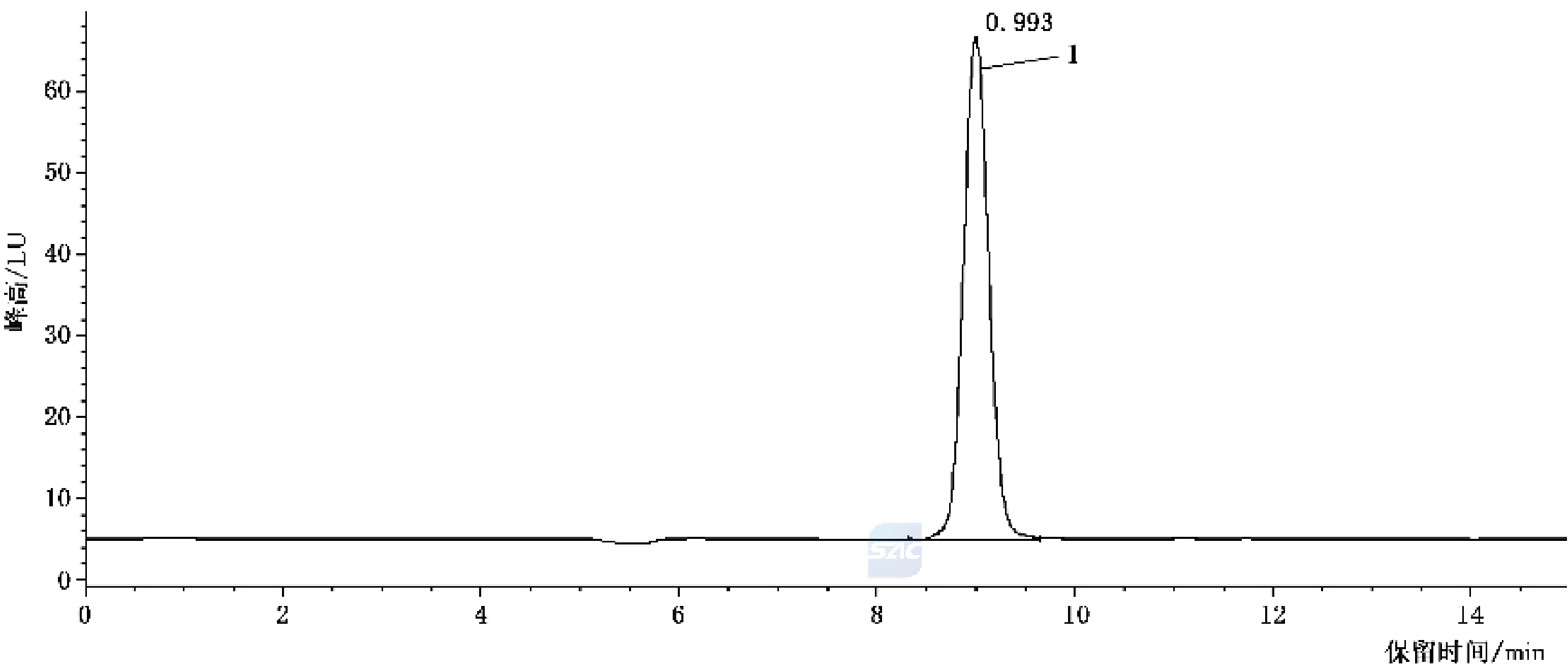
9 精密度

按本测定方法所确定的实验条件,在添加质量分数为10.0 mg/kg~100.0 mg/kg的范围内,回收率在85.0%~110.0%,相对标准偏差小于5%。

附 录 A
(资料性附录)

过氧化苯甲酰标准样品液相色谱图

过氧化苯甲酰标准样品液相色谱图参见图 A.1。



说明：
1——过氧化苯甲酰。

图 A.1 过氧化苯甲酰标准样品液相色谱图
