



中华人民共和国国家标准

GB/T 31532—2015

牙膏中丁磺氨钾和糖精钠的测定 高效液相色谱法

Determination of acesulfame potassium and sodium saccharin in toothpaste—
High performance liquid chromatography

2015-05-15 发布

2015-12-01 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：江苏省产品质量监督检验研究院、常熟市产品质量监督检验所、江苏隆力奇生物科技股份有限公司、昆山市产品质量监督检验所。

本标准主要起草人：王峰、蔡晶、王莉、胡建华、张晓强、吴新宇、严泽明、汤振华、江洋、周建青、张征。



引 言

目前我国尚未规定牙膏中丁磺氨钾和糖精钠的限量值,本标准的制定,仅对测定牙膏中的丁磺氨钾和糖精钠提供检测方法。



牙膏中丁磺氨钾和糖精钠的测定

高效液相色谱法



1 范围

本标准规定了牙膏中丁磺氨钾和糖精钠含量的高效液相色谱测定方法。
本标准适用于牙膏中丁磺氨钾和糖精钠含量的测定。

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 试验方法

3.1 原理

样品以水为溶剂,经超声提取、离心,过 $0.45\ \mu\text{m}$ 的滤膜,用配有二极管阵列检测器的高效液相色谱仪检测,外标法定量。

3.2 试剂和标准物质

3.2.1 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。

3.2.2 甲醇:色谱纯。

3.2.3 乙酸铵溶液($0.02\ \text{mol/L}$):称取 $1.54\ \text{g}$ 乙酸铵,加水至 $1\ 000\ \text{mL}$ 溶解,经 $0.45\ \mu\text{m}$ 滤膜过滤。

3.2.4 无水乙醇。

3.2.5 微孔滤膜: $0.45\ \mu\text{m}$,水相。

3.2.6 标准品:丁磺氨钾和糖精钠的英文名称、CAS 登录号、分子式、相对分子质量及化学结构图参见附录 A,纯度不小于 98%。

3.2.7 混合标准储备液:精密称取丁磺氨钾和糖精钠的标准品各 $0.100\ 0\ \text{g}$,用水溶解后移入 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中,并用水定容至刻度,配制成浓度为 $1\ 000\ \text{mg/L}$ 的混合标准储备液,于 $4\ ^\circ\text{C}$ 避光保存,有效期 2 个月。

3.2.8 标准工作溶液:分别吸取一定体积的混合标准储备液于容量瓶中,用水配成浓度为 $5\ \text{mg/L}$ 、 $10\ \text{mg/L}$ 、 $50\ \text{mg/L}$ 、 $100\ \text{mg/L}$ 、 $200\ \text{mg/L}$ 的混合标准工作溶液,现配现用。

3.3 仪器和设备

3.3.1 高效液相色谱仪:配有二极管阵列检测器。

3.3.2 分析天平:感量为 $0.000\ 1\ \text{g}$ 。

3.3.3 离心机:转速不低于 $6\ 000\ \text{r/min}$ 。

3.3.4 超声波清洗器。

3.3.5 容量瓶: $10\ \text{mL}$ 。

3.4 试样制备

任取试样牙膏 1 支,弃去头部约 20 mm 膏体。称取牙膏样品 1 g(精确至 0.1 mg)于 50 mL 烧杯中,加 5 mL 水用玻璃棒搅拌均匀,超声提取 15 min,转移至 10 mL 容量瓶中,冷却至室温,加 1 滴无水乙醇,加水定容至刻度。溶液转移至离心管中,在离心机上以 6 000 r/min 离心 10 min,上清液过 0.45 μm 滤膜,滤液供测定用。

3.5 液相色谱测定

3.5.1 液相色谱参考条件

3.5.1.1 色谱柱: C₁₈ 柱, 150 mm×4.6 mm, 5 μm, 或相当者。

3.5.1.2 流动相: 甲醇+乙酸铵溶液(体积比: 8/92)。

3.5.1.3 流速: 1.0 mL/min。

3.5.1.4 柱温: 30 ℃。

3.5.1.5 进样量: 10 μL。

3.5.1.6 检测波长: 230 nm。

3.5.2 标准工作曲线绘制

分别吸取 10 μL 标准工作溶液注入高效液相色谱仪,测定相应峰面积。以色谱峰的峰面积为纵坐标,对应的溶液浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。标准物质的色谱图参见附录 B。

3.5.3 试样测定

准确吸取 10 μL 试样溶液注入高效液相色谱仪,记录色谱峰的保留时间和峰面积,根据色谱峰的峰面积从标准曲线上求出相应的甜味剂浓度。试样溶液中被测物的响应值均应在仪器测定的线性范围之内。被测物含量高的试样可取适量试样溶液用水稀释后进行测定。

3.5.4 定性判定

液相色谱仪对样品进行测定时,如果检出丁磺氨钾和糖精钠的保留时间与标准品相一致,并且在扣除背景后的样品色谱图中,该物质的紫外吸收光谱图与标准品的紫外吸收光谱图相一致,则可确认样品中存在该物质。

4 结果计算

结果按式(1)计算,计算结果保留两位有效数字:

$$X = \frac{c \times V \times 10^{-3}}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X ——样品中丁磺氨钾和糖精钠的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c ——从标准曲线得出丁磺氨钾和糖精钠的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——样品稀释后的总体积,单位为毫升(mL);
- m ——样品质量,单位为克(g)。



5 回收率与精密度

按本测定方法所确定的实验条件,在添加浓度 5 mg/kg~200 mg/kg 范围内,回收率在 90%~110%。相对标准偏差小于 5.0%。

6 允许差

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

7 其他

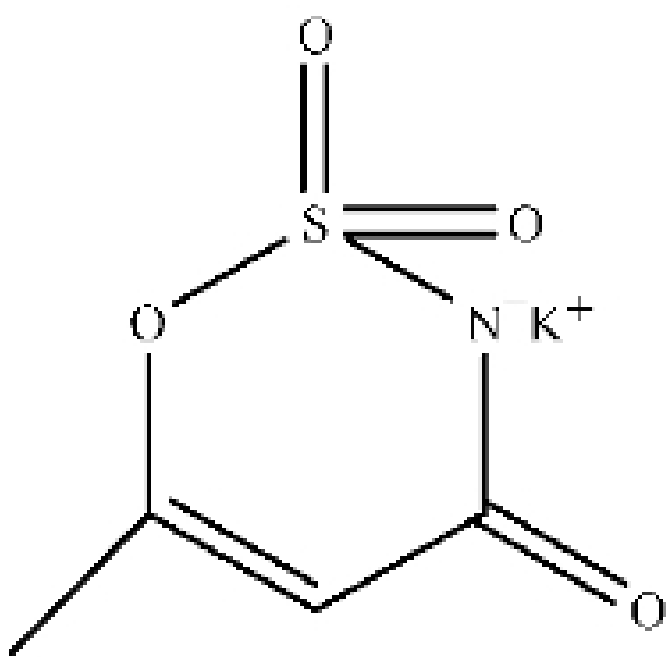
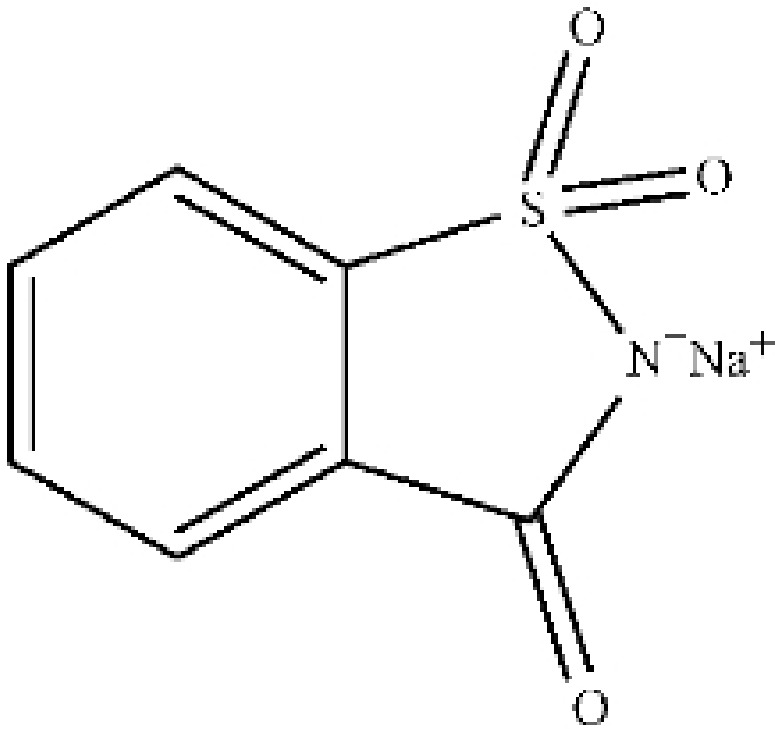
检出限和定量限:丁磺氨钾的检出限为 1 mg/kg,定量限为 5 mg/kg;糖精钠的检出限为 1 mg/kg,定量限为 5 mg/kg。



附 录 A
(资料性附录)
2 种甜味剂的信息

2 种甜味剂的信息见表 A.1。

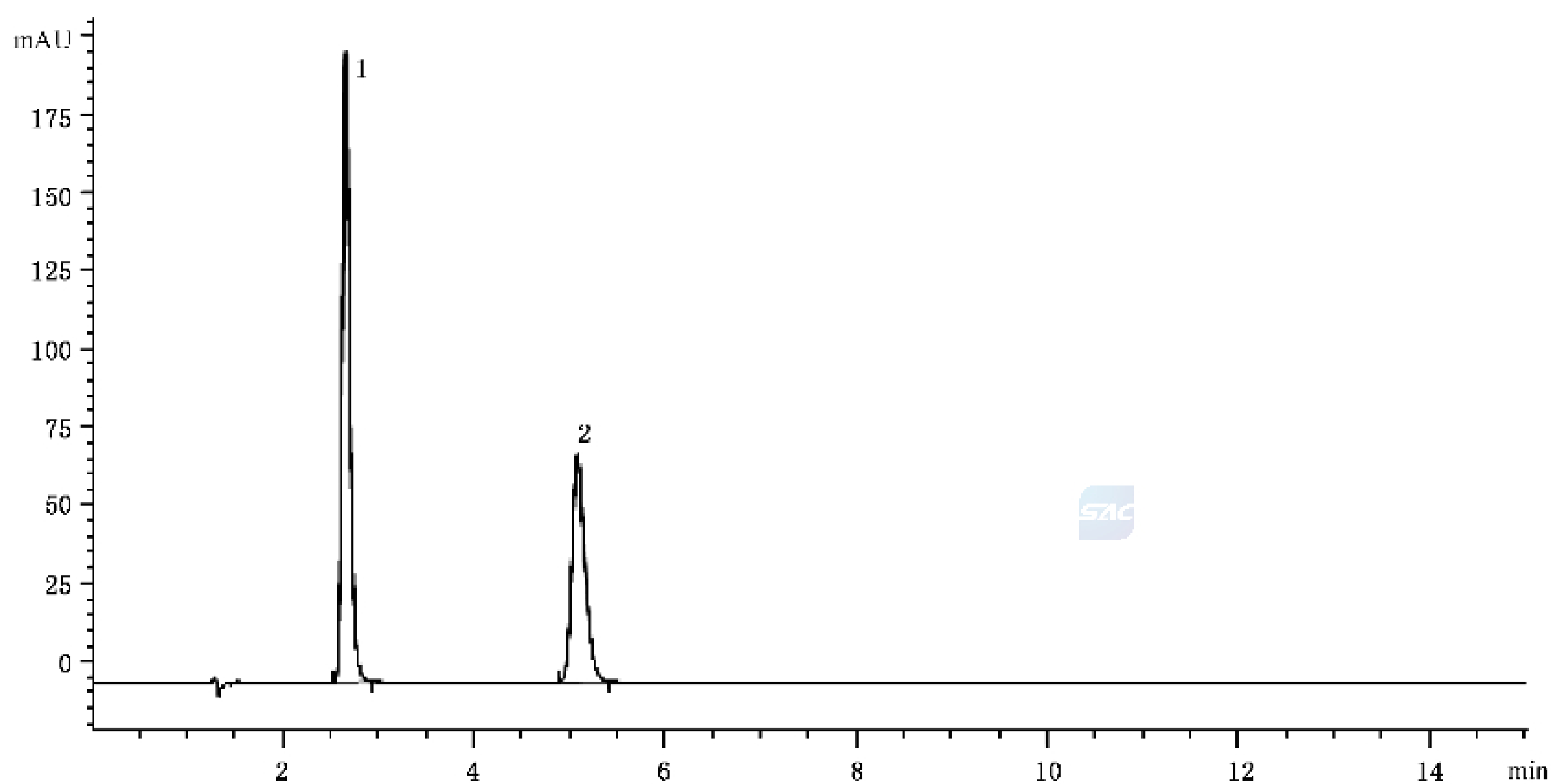
表 A.1 2 种甜味剂的中文名称、英文名称、CAS 登录号、分子式、相对分子质量及化学结构式

序号	中文名称	英文名称	CAS 登录号	分子式	相对分子质量	结构式
1	丁磺氨钾 (乙酰磺胺酸钾)	Acesulfame potassium	55589-62-3	$C_4H_4KNO_4S$	201.24	
2	糖精钠 (邻磺酰苯酰亚胺钠)	Sodium saccharin	128-44-9	$C_7H_4NNaO_3S$	205.16	



附录 B
(资料性附录)
标准物质的液相色谱图

标准物质的液相色谱图见图 B.1。



说明：

1——丁磺氨钾；

2——糖精钠。

图 B.1 2 种甜味剂标准物质的液相色谱图