



中华人民共和国国家标准

GB/T 38791—2020

口腔清洁护理用品 牙膏中硼酸和硼酸盐含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Oral care and cleansing products—Determination of boric acid and borates in
toothpastes—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2020-04-28 发布

2020-11-01 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：广州质量监督检测研究院、广州市倩采化妆品有限公司、广州中汉口腔用品有限公司、苏州清馨健康科技有限公司、黑龙江省轻工科学研究院。

本标准主要起草人：谭建华、王继才、汪毅、夏泽敏、张欣、熊小婷、赵姗姗、李鑫宇、梁文耀、余晓志、陈意光、李慧勇、席绍峰、郭长虹、吴玉銮、徐春生、钟锡基、毛建林。

口腔清洁护理用品

牙膏中硼酸和硼酸盐含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了牙膏中硼酸和硼酸盐含量的电感耦合等离子体原子发射光谱测定方法的原理、试剂、仪器和设备、分析步骤、结果计算、检出限、定量限、回收率和精密度。

本标准适用于牙膏等口腔护理用品中硼酸和硼酸盐含量的测定。

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 原理

待测样品经5%硝酸溶液超声提取,C₁₈固相萃取柱净化后,用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定,内标法定量。

4 试剂

除另有规定外,本试验用水均为 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1 硝酸:优级纯。

4.2 甘露醇:优级纯。

4.3 甲醇:色谱纯。

4.4 硝酸溶液(5%,体积分数):准确移取 50 mL 硝酸(见 4.1)置于适量水中,再加水稀释至 1 000 mL。

4.5 钇标准溶液(内标物):作为内标物使用,直接使用有标准物质证书的有效期内的元素标液,标液浓度为 100 µg/mL。

4.6 硼酸标准品(CAS 号:10043-35-3):纯度≥98%。

4.7 硼酸标准储备溶液 I(1 000 µg/mL):称取硼酸标准品(见 4.6)约 0.1 g(精确至 0.01 mg)于 100 mL 塑料容量瓶中,加硝酸溶液(见 4.4)至刻度,混匀。

4.8 硼酸标准储备溶液 II(100 µg/mL):移取 1.0 mL 硼酸标准储备溶液 I(见 4.7)至 10 mL 塑料容量瓶中,用硝酸溶液(见 4.4)稀释至刻度,混匀。

4.9 硼酸标准工作溶液:分别移取适量硼酸标准储备溶液 II(见 4.8)至 25 mL 塑料比色管中,加入 25 µL 钇标准溶液(见 4.5),用硝酸溶液(见 4.4)配成一系列浓度 0.4 µg/mL、1.0 µg/mL、2.0 µg/mL、5.0 µg/mL、10.0 µg/mL 的标准工作溶液。

5 仪器和设备

- 5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。
- 5.2 离子色谱-电感耦合等离子体质谱仪(IC-ICPMS)。
- 5.3 分析天平:精密度为 0.1 mg,0.01 mg。
- 5.4 涡旋振荡器。
- 5.5 离心机:转速不低于 10 000 r/min。
- 5.6 C₁₈固相萃取小柱(500 mg/6 mL):使用前依次用 5 mL 甲醇(见 4.3)、10 mL 水活化。
- 5.7 超声波清洗仪。
- 5.8 塑料圆底离心管:50 mL。
- 5.9 塑料容量瓶:10 mL,100 mL。
- 5.10 塑料比色管:25 mL。
- 5.11 微孔滤膜:水相,孔径 0.45 μm,直径为 25 mm。

6 试验步骤

6.1 试样处理

将牙膏试样挤出约 20 mm 后,准确称取样品 1 g(精确至 0.001 g)于 50 mL 塑料圆底离心管,加入 25 μL 钇标准溶液(见 4.5),再加入 25 mL 硝酸溶液(见 4.4),涡旋 3 min,混匀,超声 20 min,于 5 000 r/min 离心 10 min。取适量上清液过微孔滤膜(见 5.11),滤液加载至 C₁₈固相萃取小柱,自然流出,弃去前 5 mL 流出液,收集后续流出液待测。同时做空白试验。

6.2 测定

6.2.1 标准曲线绘制

分别将硼酸标准工作溶液(见 4.9)导入调至参考工作条件(参见附录 A)的仪器雾化系统中进行测定,系列标准工作溶液按浓度由低到高的顺序测量校准。以硼酸的浓度为横坐标,以硼酸和内标元素的强度比为纵坐标,绘制标准曲线或计算回归方程。

6.2.2 样品测定

分别将处理后的样品溶液、试剂空白液导入调至参考工作条件的仪器雾化系统中进行测定。将硼酸和内标元素的强度比值与工作曲线比较或代入方程式求出含量。含量较高的样品应当适当稀释。

适宜时,可采用离子色谱-电感耦合等离子体质谱法(参见附录 B)确证结果,以检查样品中是否有其他组分干扰硼酸及硼酸盐的测定。

7 结果计算

试样中硼酸及硼酸盐的含量以 $X(\text{mg/kg})$ 表示,按式(1)计算:

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

式中:

X ——试样中硼酸及硼酸盐的含量,结果以硼酸计,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——从校准曲线上算得试液中硼酸质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——空白溶液中硼酸的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——样品定容体积,单位为毫升(mL);

f ——稀释倍数,不稀释时为 1;

m ——试样质量,单位为克(g)。

8 检出限和定量限

本方法对牙膏等口腔护理用品中硼酸及硼酸盐(以硼酸计)的检出限为 4.5 mg/kg ,定量下限为 10 mg/kg 。

9 回收率

在添加浓度 $10 \text{ mg/kg} \sim 250 \text{ mg/kg}$ 的浓度范围内,方法的回收率在 $95.3\% \sim 104.6\%$ 。

10 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10% ,以大于这两个测定值的算术平均值的 10% 的情况不超过 5% 为前提。

附 录 A
(资料性附录)

电感耦合等离子体原子发射光谱仪器工作条件

电感耦合等离子体原子发射光谱仪的参考工作条件的调整见表 A.1。

表 A.1 仪器的参考工作条件

项目		工作参数
发射功率/kW		1.3
等离子体气流量/(L/min)		15.0
辅助气流量/(L/min)		1.0
雾化气流量/(L/min)		0.7
积分时间/s		5
积分次数/次		3
分析波长/nm	硼	249.678
	钇	371.029
注：所列参数在 Agilent 5100 上完成，仅供参考，使用者可采用不同型号的满足本试验方法的仪器。		

附 录 B

(资料性附录)

离子色谱-电感耦合等离子体质谱确证试验

B.1 总则

适宜时,可采用离子色谱-电感耦合等离子体质谱法确证结果,以检查样品中是否有其他组分干扰硼酸及硼酸盐的测定,确证试验按 B.2~B.6 进行。

B.2 离子色谱条件

离子色谱条件测定参考条件如下:

- a) 色谱柱: IonPac ICE-Borate 7.5 μm , 9 mm $\times$ 250 mm;
- b) 淋洗液: 3 mmol/L HNO_3 + 60 mmol/L 甘露醇混合水溶液;
- c) 柱温: 室温;
- d) 淋洗液流速: 1.0 mL/min;
- e) 进样量: 100 μL 。

B.3 电感耦合等离子体质谱条件

电感耦合等离子体质谱测定参考条件如下:

- a) 选择同位素: 硼 11(^{11}B);
- b) 功率: 1 300 W;
- c) 载气流量: 1.1 L/min;
- d) 辅助气流量: 1.0 L/min;
- e) 冷却器流量: 15 L/min。

B.4 定性判定

按照上述条件测定试样和标准工作溶液,如果试样中的色谱峰保留时间与标准工作溶液一致,则判定样品中含有硼酸及硼酸盐。

B.5 定量分析

B.5.1 试样处理

除不加内标钇标准溶液,其余同 6.1。

B.5.2 标准溶液配制

除不加内标钇标准溶液,其余同 4.9。

B.5.3 试样测试

调谐仪器参数,依次测定空白试剂溶液、标准曲线和试样溶液。系列标准工作溶液按浓度由低到高的顺序测量校准。

B.5.4 结果计算

试样中硼酸及硼酸盐的含量以 $X(\text{mg/kg})$ 表示,按式(1)计算。

B.6 标准谱图

硼酸标准溶液 IC-ICPMS 谱图见图 B.1。

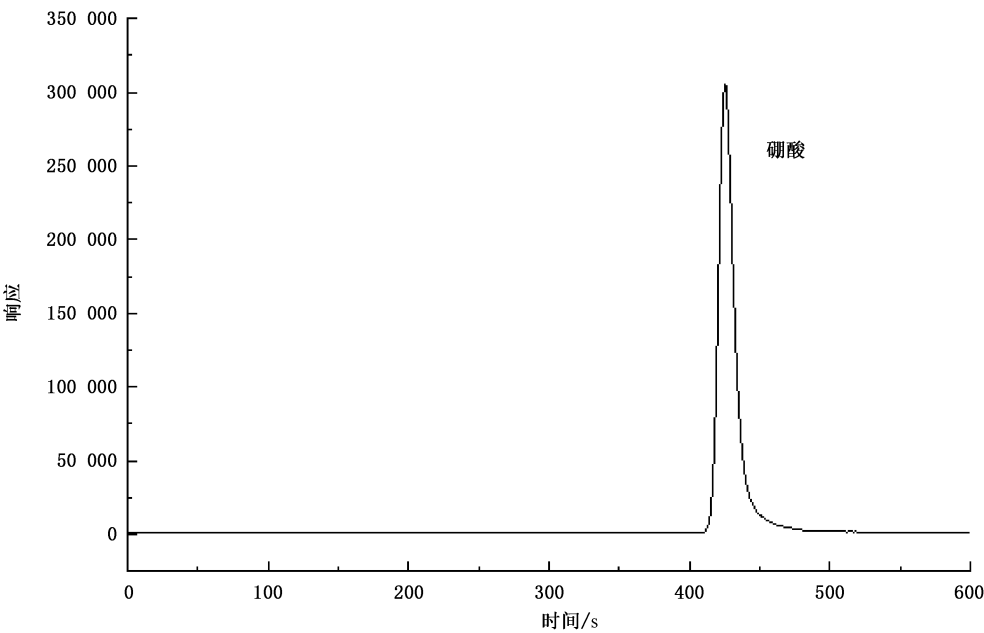


图 B.1 硼酸标准溶液 IC-ICPMS 谱图