



中华人民共和国国家标准

GB/T 40191—2021

牙膏中限用防腐剂的测定 高效液相色谱法

Determination of restricted preservatives 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。

本标准主要起草人:王伟、徐慧、汪洪涛、余倩、朱婕妤、阚晓丽、洪华、朱宇宏、张晓强、王莉、蔡晶、徐晓萍、朱莉、肖云。



牙膏中限用防腐剂的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了牙膏中限用防腐剂山梨酸和苯甲酸含量的高效液相色谱(HPLC)测定方法。

本标准适用于牙膏中限用防腐剂山梨酸和苯甲酸及其盐类含量的测定。

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

样品用纯水提取后,上清液经 0.45 μm 滤膜过滤,用高效液相色谱-紫外检测法测定,保留时间定性,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 甲醇:色谱纯。

4.2 氨水溶液(1+1):氨水加水等体积混合。

4.3 乙酸铵溶液(0.02 mol/L):称取 1.54 g 乙酸铵,加水至 1 000 mL,溶解,经 0.45 μm 滤膜过滤。

4.4 碳酸氢钠溶液(20 g/L):称取 2.0 g 碳酸氢钠(优级纯),加水至 100 mL,摇动溶解。

4.5 苯甲酸标准储备液:称取 0.1 g(精确至 0.000 2 g)苯甲酸,加碳酸氢钠溶液(4.4)5 mL,加热溶解,移至 100 mL 容量瓶中,加水定容至 100 mL,苯甲酸质量浓度为 1 mg/mL,作为标准储备液备用。

4.6 山梨酸标准储备液:称取 0.1 g(精确至 0.000 2 g)山梨酸,加碳酸氢钠溶液(4.4)5 mL,加热溶解,移至 100 mL 容量瓶中,加水定容至 100 mL,山梨酸质量浓度为 1 mg/mL,作为标准储备液备用。

4.7 混合标准溶液:分别移取苯甲酸和山梨酸标准储备液各 10 mL 至 100 mL 容量瓶中,加水定容至刻度线。配制成质量浓度为 100 mg/L 的苯甲酸、山梨酸混合标准溶液。经 0.45 μm 滤膜过滤。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪:配有二极管阵列检测器。

5.2 分析天平:感量为 0.000 1 g。

5.3 pH 计。

5.4 超声波清洗器。

5.5 高速离心机。

5.6 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 10 mL 纯水,振荡超声 30 min,用氨水调节 pH 值至 7,振荡 15 min 后加入纯水定容至 25 mL,充分摇匀后静置,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:C₁₈不锈钢柱(250 mm×4.6 mm×5 μm)。
- b) 检测波长:230 nm。
- c) 流动相:甲醇/乙酸铵水溶液(0.02 mol/L)(5:95,体积比)。
- d) 流速:1.0 mL/min。
- e) 柱温:30 ℃。
- f) 进样量:10 μL。

7.2 标准工作液制备

将 100 mg/L 的混合标准溶液(4.7)用流动相液逐级稀释,配置成 50 mg/L、20 mg/L、10 mg/L、5 mg/L 的标准工作液。经 0.45 μm 滤膜过滤备用。在设定色谱条件下,分别取 10 μL 进行分析。以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 $R \geq 0.999\ 0$)。苯甲酸和山梨酸混合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,样品待测液中苯甲酸和山梨酸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 ——试样中山梨酸或苯甲酸的质量分数,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山梨酸或苯甲酸的质量浓度,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山梨酸或苯甲酸的质量浓度,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 ——山梨酸或苯甲酸的质量分数,%;

m ——称取的样品量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算数平均值为准,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5.0 mg/kg~100.0 mg/kg的范围内,回收率在85.0%~110.0%之间,相对标准偏差小于5%。

附 录 A
(资料性附录)

苯甲酸和山梨酸混合标准样品液相色谱图

苯甲酸和山梨酸混合标准样品液相色谱图参见图 A.1。

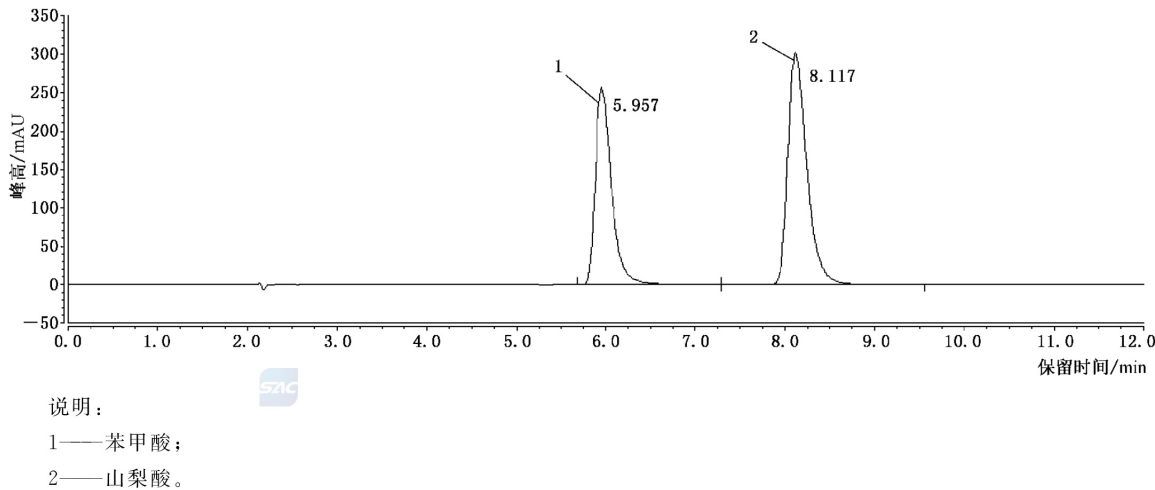


图 A.1 苯甲酸和山梨酸混合标准样品液相色谱图