

ICS 71.100.40  
分类号: Y 43  
备案号: 58779-2017



# 中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 5096—2017

## 口腔清洁护理用品

## 牙膏中甘草酸二钾的测定 高效液相色谱法

Oral care and cleansing products—

Determination of dipotassium glycyrrhizinate in toothpastes—

High performance liquid chromatography

2017-04-12 发布

2017-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 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/SC 1）归口。

本标准起草单位：上海美加净日化有限公司、广州薇美姿实业有限公司、广州市倩采化妆品有限公司。

本标准主要起草人：陈健芬、施裔磊、梁裕昊、陈敏珊、徐春生。

本标准为首次发布。

## 口腔清洁护理用品 牙膏中甘草酸二钾的测定 高效液相色谱法

### 1 范围

本标准规定了高效液相色谱法测定牙膏中甘草酸二钾的方法要点、试剂与标准物质、仪器、分析步骤、结果计算、回收率、标准偏差和允许差。

本标准适用于牙膏、漱口水、牙粉中甘草酸二钾含量的测定。

本标准甘草酸二钾的检测限为0.10  $\mu\text{g/mL}$ ，定量下限为0.35  $\mu\text{g/mL}$ 。若取1.0 g样品，甘草酸二钾的最低检出浓度为10 mg/kg，最低定量浓度为35 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，仅所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—2008 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 方法要点

将牙膏用50%甲醇水溶液分散，超声波提取其中的甘草酸二钾成分，然后离心分离并过滤处理，滤液用带紫外检测器的高效液相色谱仪分析测定，外标法通过峰面积进行定量计算。

### 4 试剂与标准物质

#### 4.1 一般规定

除非另有说明，在分析中仅适用确认为分析纯的试剂和水为GB/T 6682—2008规定的一级水。

#### 4.2 试剂

4.2.1 甘草酸单铵对照品：纯度不小于98%。

4.2.2 甲醇：HPLC级。

4.2.3 乙腈：HPLC级。

4.2.4 磷酸二氢钾。

4.2.5 磷酸。

4.2.6 有机相滤膜：0.45  $\mu\text{m}$ ，PTFE材质。

4.2.7 水相滤膜：0.45  $\mu\text{m}$ 。

4.2.8 50%甲醇水溶液：甲醇和水按1:1（体积分数）混合后，经0.45  $\mu\text{m}$ 有机相滤膜过滤，并超声脱气10 min。

4.2.9 20 mmol/L 磷酸二氢钾缓冲溶液（pH=4.0）：称取磷酸二氢钾2.72g（精确至0.0001 g），用水溶解并定容至1 000 mL，加磷酸调节pH至4.0，经0.45  $\mu\text{m}$ 水相滤膜过滤，并超声脱气10 min。

#### 4.3 标准储备液

称取甘草酸单铵对照品0.02 g（精确至0.0001 g），置于50 mL容量瓶中，用50%甲醇水溶液溶解并定容至刻度，摇匀，作为含甘草酸单铵400.0  $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。储备液于0℃~4℃避光条件下，可保存7天。

4.4 标准工作液

将标准储备液用50%甲醇水溶液逐级稀释，配制成浓度为4.0 µg/mL、8.0 µg/mL、20.0 µg/mL、40.0 µg/mL、80.0 µg/mL、200.0 µg/mL的标准工作液。

5 仪器

5.1 高效液相色谱仪，配紫外检测器。

5.2 Dionex Acclaim™ 120 型 C18 色谱柱（4.6 mm×250 mm，5 µm），或相当的色谱柱。

5.3 磁力搅拌器。

5.4 超声波清洗器。

5.5 离心机。

5.6 分析天平：精度 0.000 1 g。

6 分析步骤

6.1 试样处理

牙膏试样先挤去大约20 mm，再称取1 g（精确至 0.000 1 g）试样于100 mL容量瓶中，用50%甲醇水溶液溶解并定容至刻度。磁力搅拌至牙膏分散均匀，超声萃取10min后，将试样溶液装入10 mL离心管中，4 000 r/min以上离心分离10 min。冷却至室温后，上清液经有机相滤膜（PTFE，0.45 µm）过滤，备用。

注：试样称取量可根据牙膏中甘草酸二钾的含量而定，此处甘草酸二钾含量的参考值为2 000 mg/kg。

6.2 测定

6.2.1 液相色谱参考条件

按照表1设定液相色谱条件。

表1 液相色谱条件

| 仪器参数        | 设定值 |
|-------------|-----|
| 紫外检测器波长/nm  | 254 |
| 进样量/µL      | 10  |
| 流量/（mL/min） | 1.0 |
| 运行时间/min    | 15  |
| 柱温/℃        | 30  |

6.2.2 流动相

乙腈和20 mmol/L磷酸二氢钾缓冲液（pH=4.0）按340+660的体积比混合均匀，使用前进行抽滤和超声脱气处理。

6.2.3 标准曲线

准确吸取4.4制备的标准工作液10 µL，分别注入高效液相色谱仪，按照6.2.1的色谱条件及6.2.2的流动相条件进行测定，以甘草酸单铵的浓度为X轴，其相应的峰面积为Y轴，绘制标准工作曲线。

甘草酸单铵标准溶液的液相色谱图，参照附录中的图A.1。

6.2.4 测定

准确吸取10 µL经6.1处理的试样溶液，注入高效液相色谱仪测定甘草酸的峰面积，由标准工作曲线找出试样溶液中甘草酸的浓度。

试样溶液的液相色谱图，参照附录A中的图A.2。

## 7 结果计算

试样中甘草酸二钾的含量 $X$  (mg/kg) 按公式 (1) 计算:

$$X = \frac{c \times V \times N \times K}{m} \times \frac{899}{840} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $X$  —— 试样中甘草酸二钾的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);
- $c$  —— 试样溶液中对应的对照品的浓度, 单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ );
- $V$  —— 试样定容体积, 单位为毫升 (mL);
- $m$  —— 试样的质量, 单位为克 (g);
- $N$  —— 稀释倍数;
- $K$  —— 对照品中甘草酸单铵的纯度。

注: 其中899为甘草酸二钾的式量, 840为甘草酸单铵的式量。

## 8 回收率

甘草酸二钾在添加浓度 $4.0 \mu\text{g/mL} \sim 46.0 \mu\text{g/mL}$ 范围内, 本标准方法的回收率为97.3%~104.0%。

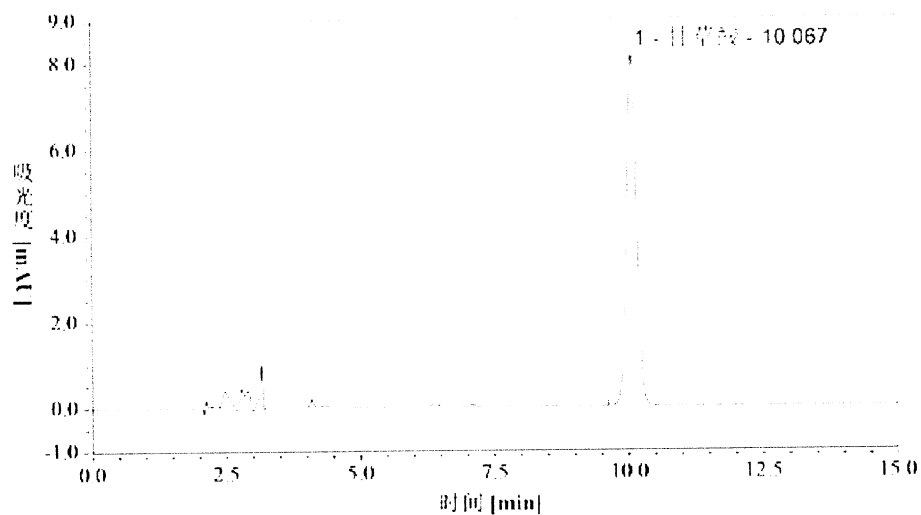
## 9 标准偏差

本标准方法的相对标准偏差小于5% ( $n=5$ )。

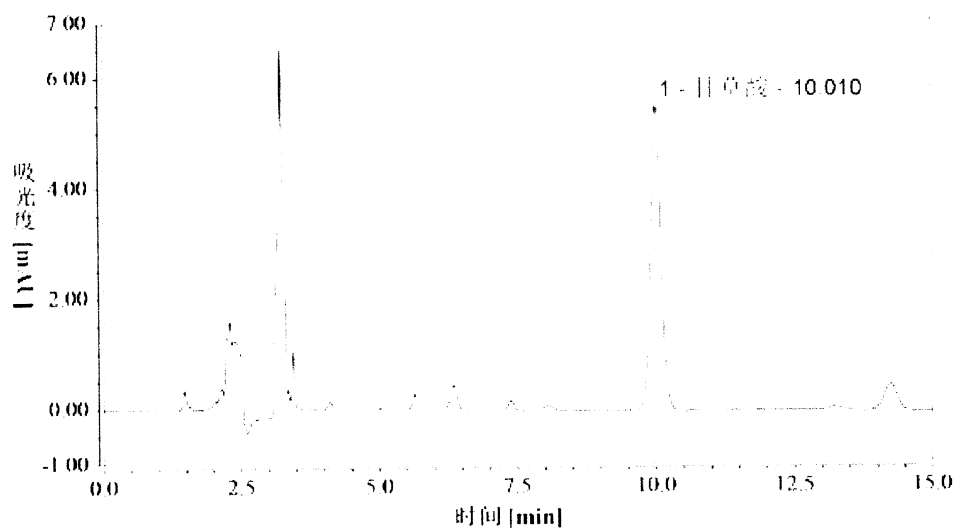
## 10 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算数平均值的10%, 取其算术平均值作为测定结果。

附录 A  
(资料性附录)  
液相色谱参考谱图

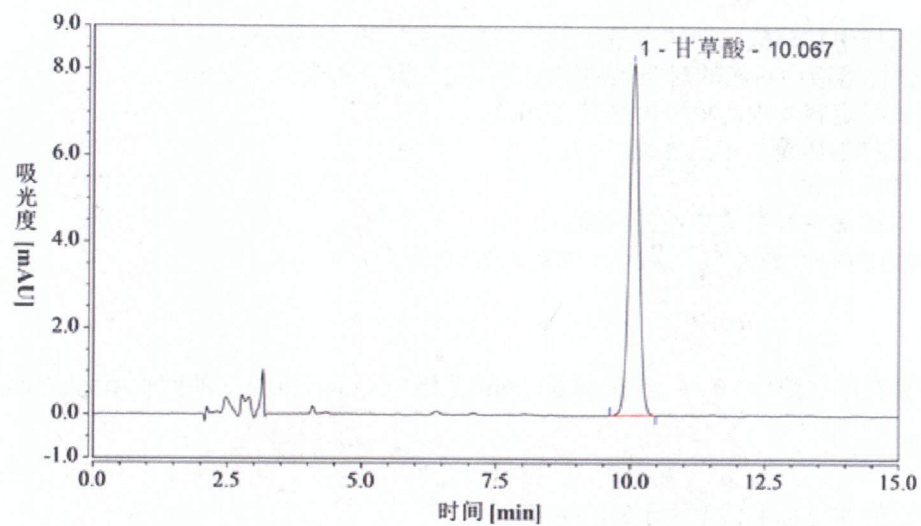


图A.1 对照品液相色谱图

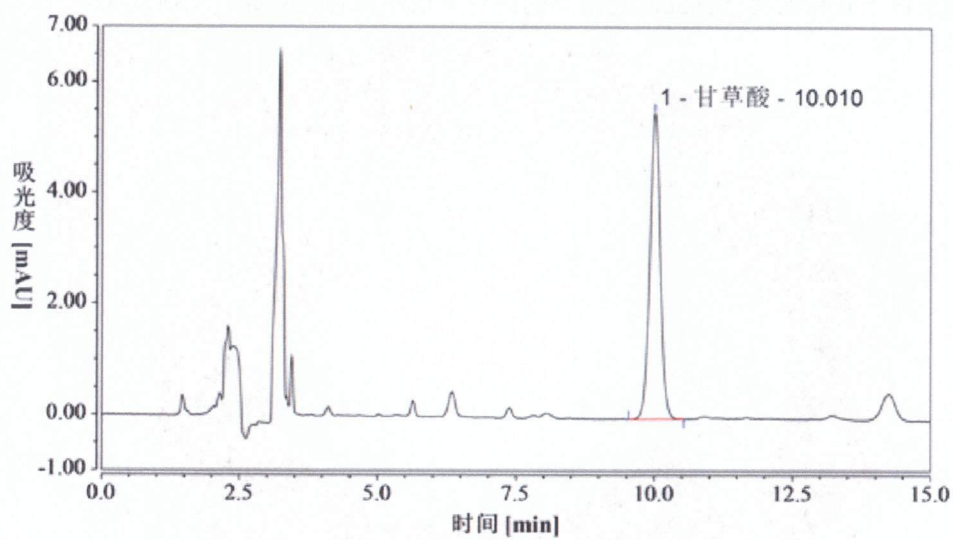


图A.2 牙膏试样液相色谱图

附录 A  
(资料性附录)  
液相色谱参考谱图



图A.1 对照品液相色谱图



图A.2 牙膏试样液相色谱图

中 华 人 民 共 和 国  
轻 工 行 业 标 准  
口腔清洁护理用品 牙膏中甘草酸二钾  
的测定 高效液相色谱法  
QB/T 5096—2017

\*

中国轻工业出版社出版发行  
地址：北京东长安街6号  
邮政编码：100740  
发行电话：(010)65241695  
网址：<http://www.chlip.com.cn>  
Email：[club@chlip.com.cn](mailto:club@chlip.com.cn)

轻工业标准化编辑出版委员会编辑  
地址：北京市西城区月坛北小街6号院  
邮政编码：100037  
电话：(010)68049923

\*

版权所有 侵权必究  
书号：155019·4945  
印数：1—200册 定价：22.00元