



中华人民共和国国家标准

GB/T 32112—2015

口腔护理产品中过氧化物的测定 方法 高效液相色谱法

Determination of peroxide in oral care products—
High performance liquid chromatography method

2015-10-13 发布

2016-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 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/SC1)归口。

本标准起草单位:国家轻工业牙膏蜡制品质量监督检测中心、云南白药集团股份有限公司、北京市海淀区产品质量监督检验所、杭州市质量技术监督检测院。

本标准主要起草人:郑卫、高鹰、李显波、孙东方、孟玉、沈萼芮、尚维、安晓光。

口腔护理产品中过氧化物的测定

方法 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口腔护理产品中过氧化物的方法要点、试剂与标准物质、仪器、分析步骤、结果计算、回收率、标准偏差。

本标准适用于以过氧化氢和其他释放过氧化氢的化合物或混合物(如过氧化脲和过氧化锌)为原料的口腔护理产品中过氧化物含量的测定。

本标准对过氧化物含量以过氧化氢计,检出限为 0.3 $\mu\text{g}/\text{mL}$,定量下限为 2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。若取 1.0 g 样品,过氧化氢的最低检出浓度为 30 mg/kg,最低定量浓度为 200 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 方法要点

试样采用水浸提取、反应释放出过氧化氢。取部分上清液与三苯基膦衍生反应,衍生溶液经滤膜过滤,用液相色谱分离,紫外检测器检测,采用内标法计算含量,得到样品中过氧化氢的含量。

4 试剂与标准物质

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

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 三苯基膦溶液:称取三苯基膦 1.3 g,用乙腈溶解,定容至 25 mL,浓度为 0.2 mol/L,现用现配。

4.4 过氧化氢:30%,分析纯。

4.5 3%过氧化氢溶液:量取 10 mL 过氧化氢(30%),水定容至 100 mL,使用前需要进行标定,标定方法见附录 B。

4.6 过氧化氢标准储备液:称取 3%过氧化氢溶液(4.5)3.4 g,精确到 0.000 1 g,置于 100 mL 棕色容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀,配制成质量浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。

4.7 过氧化氢标准工作液:精确移取过氧化氢储备液(4.4),用水配制质量浓度分别为 5 mg/L、10 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、300 mg/L 的系列标准工作液。

4.8 邻苯二甲酸二乙酯(DEP):色谱纯。

4.9 邻苯二甲酸二乙酯(DEP)内标溶液:称取邻苯二甲酸二乙酯(DEP)(4.8)0.5 g,精确至 0.000 1 g,置于 500 mL 容量瓶中,用乙腈定容至刻度,摇匀。该溶液浓度为 1 000 mg/L。

4.10 溶剂:配制试液所需要的乙腈和水,乙腈先超声处理、水煮沸脱气,然后进行氮气置换处理。