



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 32122—2015

---

## 牙膏中 12 种硝基咪唑类药物的测定 高效液相色谱法及液相色谱串联质谱法

Determination of 12 nitroimidazoles in toothpaste—  
HPLC and HPLC-MS/MS

2015-10-09 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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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:大连市产品质量监督检验所(国家日化产品质量监督检验中心)、大连标准检测技术研究中心。

本标准主要起草人:毛希琴、郑顺利、任国杰、张国翠、李春玲、顾鑫荣、李鹏、董广斌。

## 引 言

本标准规定的 12 种硝基咪唑类药物,是我国《口腔清洁护理产品用原料规范》中规定的禁用物质,不得作为牙膏生产原料即组分添加到牙膏中。如果技术上无法避免上述禁用物质作为杂质带入牙膏时,则牙膏成品应符合《口腔清洁护理产品用原料规范》要求,即在正常及合理的、可预见的使用条件下,不得对人体健康产生危害。

目前我国尚未规定这些物质作为杂质存在的限量值。本标准的制定,仅对牙膏中测定这些物质提供检测方法。

# 牙膏中 12 种硝基咪唑类药物的测定

## 高效液相色谱法及液相色谱串联质谱法

### 1 范围

本标准规定了牙膏中 12 种硝基咪唑类药物(如表 1 所示)测定的高效液相色谱法及液相色谱串联质谱法。

本标准适用于牙膏中上述 12 种硝基咪唑类药物的测定。

高效液相色谱法方法检出限(对所有目标物): $3\ \mu\text{g/g}$ , 定量下限(对所有目标物): $10\ \mu\text{g/g}$ ;液相色谱串联质谱法检出限(对所有目标物): $0.3\ \mu\text{g/g}$ ;定量下限(对所有目标物) $1\ \mu\text{g/g}$ 。

### 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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 方法要点

牙膏用饱和盐水溶液经超声及涡旋处理分散后,用乙腈(含抗氧剂)两次提取目标化合物,合并两次乙腈提取液并定容后,取部分提取液经氮吹挥干溶剂并用 3%甲酸水溶液超声复溶后,过反相和阳离子混合机理固相萃取小柱,用 3%甲酸水溶液淋洗柱床,用 2%氨水氨化甲醇(含稳定剂)洗脱目标物,洗脱液用 3%甲酸水溶液中和并定容后,涡旋混匀。用液相色谱法或液相色谱串联质谱法测定,标准曲线外标法定量。经液相色谱测试,结果为阳性的样品需经液相色谱串联质谱法进行确证。

### 4 标准物质与试剂

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 的实验室用一级水。

4.1 乙腈:色谱纯(配制色谱流动相使用)

4.2 甲酸:色谱纯(配制色谱流动相使用)

4.3 甲醇

4.4 甲酸

4.5 标准物质的中英文名称、CAS 号、分子式、分子结构式及相对分子质量

见表 1。