



中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 5529—2020

口腔清洁护理用品 水溶性焦磷酸盐和三聚磷酸盐的检测方法 离子色谱法

Oral care and cleansing products — Determination of water soluble
pyrophosphate and triphosphate — Ion chromatography

2020-12-09 发布

2021-04-01 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：好来化工（中山）有限公司、高露洁棕榄（中国）有限公司、黑龙江省轻工科学研究院、重庆登康口腔护理用品股份有限公司、云南白药集团健康产品有限公司、广州市倩采化妆品有限公司、浙江方圆检测集团股份有限公司、广州质量监督检测研究院。

本标准主要起草人：陈晓斌、周康、李宏、何琪莹、黄焕贤、赵姗姗、尹卫华、姚炳强、夏泽敏、杨铭、宫敬禹、高鹰、徐春生。

本标准为首次发布。

口腔清洁护理用品

水溶性焦磷酸盐和三聚磷酸盐的检测方法 离子色谱法

1 范围

本标准规定了离子色谱法测定牙膏和漱口水中水溶性焦磷酸盐和三聚磷酸盐含量的方法。
本标准适用于牙膏和漱口水产品中水溶性焦磷酸盐和三聚磷酸盐含量的测定。

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

用水溶解牙膏或漱口水中水溶性的焦磷酸盐和三聚磷酸盐，用离子色谱仪检测样品溶液中游离的焦磷酸根和三聚磷酸根，外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 十水合焦磷酸四钠对照品 ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, CAS 号: 13472-36-1): 纯度 $\geq 98\%$ 。

4.2 三聚磷酸五钠对照品 ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$, CAS 号: 7758-29-4): 纯度 $\geq 98\%$ 。

4.3 氢氧化钠。

4.4 氢氧化钠溶液 (1 mmol/L): 称取氢氧化钠 (4.3) 0.04 g, 精确到 0.000 1 g, 加水溶解, 定容到 1 L。

4.5 焦磷酸根标准储备液 (200 mg/L): 称取十水合焦磷酸四钠对照品 (4.1) 51 mg, 精确到 0.000 1 g, 加水溶解, 定容到 100 mL。

4.6 三聚磷酸根标准储备液 (300 mg/L): 称取三聚磷酸五钠对照品 (4.2) 44 mg, 精确到 0.000 1 g, 加水溶解, 定容到 100 mL。

4.7 焦磷酸根标准工作溶液: 精确量取一定量的焦磷酸根标准储备液 (4.5), 用水稀释成焦磷酸根浓度为 0.8 mg/L、1.6 mg/L、8 mg/L、16 mg/L、32 mg/L 的标准工作溶液。

4.8 三聚磷酸根标准工作溶液: 精确量取一定量的三聚磷酸根标准储备液 (4.6), 用水稀释成三聚磷酸根浓度为 0.3 mg/L、1.2 mg/L、3 mg/L、6 mg/L、12 mg/L 的标准工作溶液。

4.9 除另有说明外, 所用试剂应为分析纯, 试验用水应符合 GB/T 6682 规定的二级水。

5 仪器与设备

5.1 离子色谱: 配电导检测器、KOH 淋洗液自动发生器。

5.2 分析天平: 精度为 0.000 1 g。

5.3 离心机: 转速 $\geq 6\,000$ r/min。

5.4 磁力搅拌器。

5.5 超声波清洗器。

5.6 滤膜: 孔径为 0.45 μm 的水相过滤膜。

6 分析步骤

6.1 试样的处理

称取牙膏（牙膏样品先挤去大约20 mm）或漱口水2 g（精确到0.000 1 g），加入50 mL氢氧化钠溶液（4.4）于磁力搅拌器上搅拌15 min使其充分分散，分散后溶液应均匀无块状物（若有块状不溶物，可适当超声处理），转移至100 mL容量瓶中，用少量氢氧化钠溶液（4.4）冲洗数次，合并洗液，再用氢氧化钠溶液（4.4）定容至刻度，摇匀。取摇匀后适量溶液于转速6 000 r/min，离心15 min，取上清液用0.45 μm滤膜过滤待用。

6.2 仪器条件

6.2.1 色谱柱：IonPac AS11-HC（4×250 mm）或相当性能色谱柱。

6.2.2 柱温：30℃。

6.2.3 流动相：梯度淋洗条件如表1所示。

6.2.4 流量：1 mL/min。

6.2.5 抑制器：电化学阴离子抑制器，抑制电流为198 mA或仪器推荐值。

6.2.6 检测器：电导检测器，检测池温度35℃。

6.2.7 进样量：25 μL。

表1 梯度淋洗条件

时间/min	KOH浓度/（mmol/L）
0	20
10	80
10.01	20
15	20

注：该仪器条件为参考条件，鼓励标准使用者尝试不同厂家和型号的仪器。使用不同的仪器条件时，需根据仪器条件改变情况进行适当的方法学验证。

6.3 测定

6.3.1 标准曲线的绘制

待仪器稳定后，参照6.2的仪器工作条件，按浓度由低至高依次测定标准系列工作溶液（4.7或4.8），以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线，线性相关系数不应小于0.99。标准对照品溶液的离子色谱参考谱图见附录A中的图A.1。

6.3.2 试样的测定

在相同的色谱条件下测定试样溶液，记录峰面积，根据标准曲线查得试样溶液中焦磷酸根或三聚磷酸根的浓度。如果试样溶液中焦磷酸根或三聚磷酸根的浓度超出标准曲线的线性范围，则可将样品溶液再进行适当稀释。若样品焦磷酸根或三聚磷酸根的浓度较高，可考虑适当降低称样量。牙膏样品溶液的离子色谱参考谱图见附录A中的图A.2。

7 结果计算

试样中水溶性焦磷酸根或三聚磷酸根的含量按照公式（1）计算：

$$X = \frac{c \times V \times d}{m \times 10^6} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

X ——试样中水溶性焦磷酸根或三聚磷酸根的含量，单位为质量百分数（%）；

c ——试样溶液中焦磷酸根或三聚磷酸根的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——试样溶液的定容体积，单位为毫升（mL）；

d ——试样溶液定容后的稀释倍数；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

8 允许差

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的10%。

9 检出限和定量限

本标准焦磷酸根检测限为0.02 mg/L，定量限为0.06 mg/L；当取样量为2.0 g时，焦磷酸根的定量限为3 mg/kg。三聚磷酸根的检测限为0.015 mg/L，定量限为0.05 mg/L；当取样量为2.0 g时，三聚磷酸根的定量限为2.5 mg/kg。

附录 A
(资料性附录)
离子色谱参考谱图

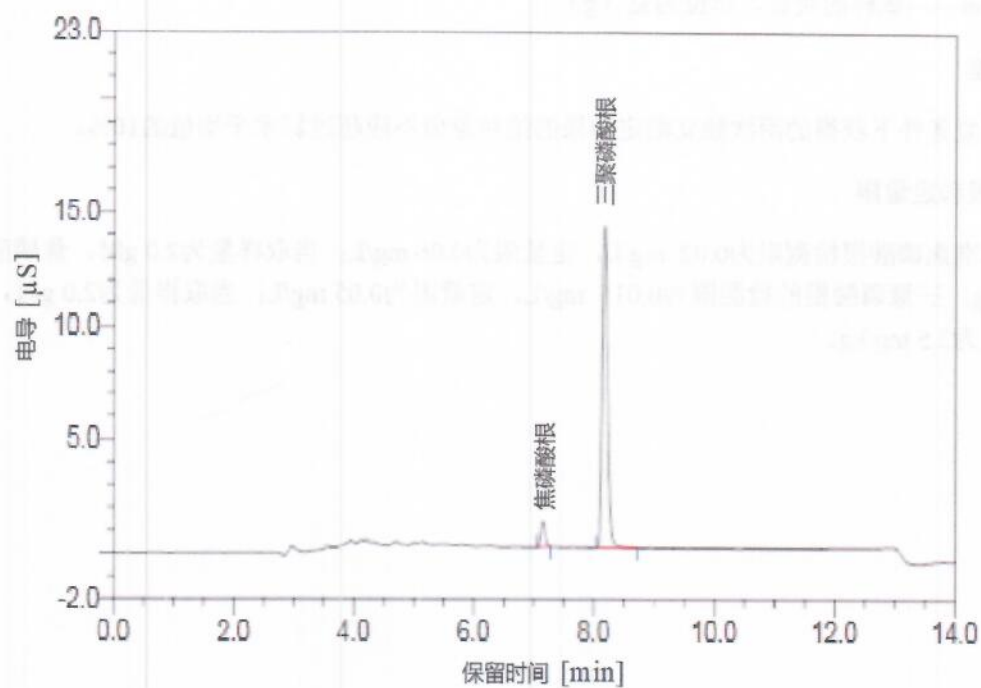


图 A.1 对照品溶液离子色谱图

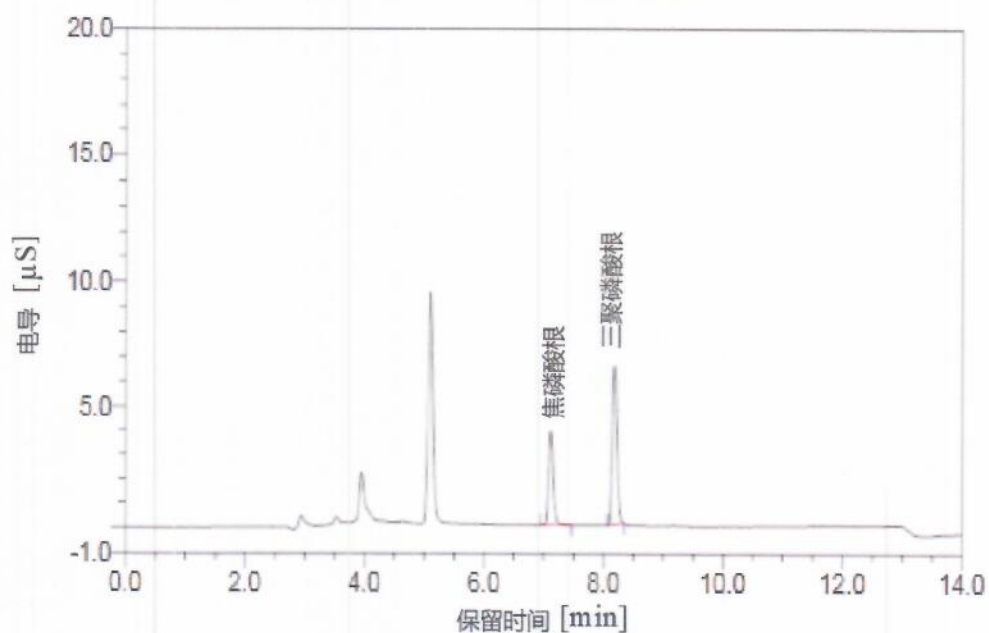


图 A.2 牙膏溶液离子色谱图

中 华 人 民 共 和 国
轻 工 行 业 标 准
口腔清洁护理用品
水溶性焦磷酸盐和三聚磷酸盐的检测方
法 离子色谱法
QB/T 5529—2020

*

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

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

*

版权所有 侵权必究
书号：155019·5609

印数：1—200册 定价：22.00元