行业标准验证报告

验证单位	上海市质量监督检验技术研究院
验证方法	口腔清洁护理用品 牙膏中赤藓糖醇含量的测定 高效液相色谱法
验证日期	2018.7.6～7.30
高效液相色谱仪工作参数	流动相：乙腈：水=750:250； 色谱柱：Hypersil GOLD Amino型氨基色谱柱； （4.6mm×250mm，5μm） 流　量：1.0mL/min； 进样量：20μL； 运行时间：15min； 柱　温：35℃； 检测器：示差检测器 检测温度：35℃
样品前处理方法	牙膏试样先挤去大约20mm，再称取5g（精确至 0.0001 g）试样于100mL容量瓶中，用水溶解，磁力搅拌至牙膏分散均匀，超声萃取10 min后，用水定容至刻度。将试样溶液装入50mL离心管中，10000r/min离心分离10min。冷却至室温后，上清液经0.45μm水相滤膜过滤，备用。

验证项目		验证结果							
赤藓糖醇		1	2	3	4	5	6	7	R^2
	标曲浓度(mg/mL)	0.05	0.1	0.2	0.4	0.5	1.00	2.00	0.9999
	标曲响应值	4732	10176	23039	47941	60811	125652	256412	
	样品中含量(mg/g)	1	2	3	4	5	6	均值	RSD（%）
		5.59	5.68	5.74	5.84	5.75	5.66	5.71	1.51
	检出限(mg/mL)	0.005			检出浓度(mg/kg)		100		
	定量限(mg/mL)	0.015			定量浓度(mg/kg)		300		

	牙膏样品	加标量 (mg/g)	测得量 (mg/g)			平均回收率 (%)	RSD (%)
			1	2	3		
加标回收率	牙膏样品1（碳酸钙基质）	10.00	10.26	10.34	10.14	102.5	0.98
		20.00	19.94	20.14	20.34	100.7	0.99
		40.00	41.36	41.14	40.84	102.8	0.63
	牙膏样品2（二氧化硅基质）	10.00	10.14	10.24	10.26	102.1	0.63
		20.00	20.76	20.82	20.72	103.8	0.24
		40.00	41.56	41.42	41.52	103.8	0.17
	牙膏样品3（磷酸氢钙基质）	10.00	9.88	9.86	10.08	99.4	1.22
		20.00	20.68	20.62	20.52	103.0	0.39
		40.00	40.82	40.08	40.62	101.3	0.95

验证结论	根据验证方案，得出以下验证结论： 1、标准物质在 0.05mg/mL~2.00mg/mL 的浓度范围内呈线性关系； 2、测得实际样品中赤藓糖醇的含量为 5.71mg/g，RSD 为 1.51%； 3、本方法的检出限为 0.005mg/mL，定量限为 0.015mg/mL；若取 5.0g 样品测定，定容至 100mL，本方法的检出浓度为 100mg/kg，定量浓度为 300mg/kg； 4、采用三种不同基质空白牙膏样品做 10mg/g，20mg/g，40mg/g 三种浓度加标回收，平均回收率在 99.4%~103.8%之间，RSD 为 0.17%~1.22%之间，符合方法验证要求。 5、该方法操作简单、定量限低、重复性好、结果准确，适用于牙膏中赤藓糖醇含量的检测。
验证人	郑国建
验证单位	上海市质量监督检验技术研究院/食品化学品质量检验所 （盖章）