行业标准验证报告

<table>
<tr><td>验证单位</td><td>上海市质量监督检验技术研究院</td></tr>
<tr><td>验证方法</td><td>口腔清洁护理用品
牙膏中 3-甲基-4-异丙基苯酚含量的测定 高效液相色谱法</td></tr>
<tr><td>验证日期</td><td>2018.7.10～7.30</td></tr>
<tr><td>高效液相色谱仪
工作参数</td><td>色谱柱：Hypersil GOLD 型 C18 色谱柱；
（4.6mm×250mm，5μm）
进样量：20μL；
柱 温：30℃；
检测器：紫外检测器；
检测波长：279nm；
对照品用等度洗脱方式分析，洗脱程序见表1：
表 1 对照品洗脱程序
<table>
<tr><td>流量/(mL/min)</td><td>1.5</td></tr>
<tr><td>流动相</td><td>10mmol/L磷酸二氢钾:乙腈=62:38（V/V）</td></tr>
<tr><td>进样时间</td><td>18min</td></tr>
</table>
牙膏试样用梯度洗脱方式分析，洗脱程序见表2：
表 2 牙膏试样洗脱程序
<table>
<tr><td>时间（min）</td><td>流量/（mL/min）</td><td>A:10mmol/L磷酸二氢钾(%)</td><td>B:乙腈(%)</td></tr>
<tr><td>0</td><td>1.5</td><td>62.0</td><td>38.0</td></tr>
<tr><td>16.00</td><td>1.5</td><td>62.0</td><td>38.0</td></tr>
<tr><td>17.00</td><td>1.5</td><td>30.0</td><td>70.0</td></tr>
<tr><td>27.00</td><td>1.5</td><td>30.0</td><td>70.0</td></tr>
<tr><td>28.00</td><td>1.5</td><td>62.0</td><td>38.0</td></tr>
<tr><td>35.00</td><td>1.5</td><td>62.0</td><td>38.0</td></tr>
</table></td></tr>
<tr><td>样品前处理方法</td><td>牙膏试样先挤去大约20mm，再称取1g（精确至 0.0001 g）试样于100mL容量瓶中，用50%甲醇水溶液溶解，磁力搅拌至牙膏分散均匀，超声萃取10 min后，用50%甲醇水定容至刻度。将试样溶液装入50mL离心管中，4000r/min以上离心分离10min。冷却至室温后，上清液经0.45μm水相滤膜过滤，备用。</td></tr>
</table>

验证项目		验证结果							
3-甲基-4-异丙基苯酚		1	2	3	4	5	6	7	R^2
	标曲浓度(μg/mL)	1.0	2.5	5	7.5	10.0	12.5	15.0	0.99993
	标曲响应值	9.787	24.127	48.879	71.434	96.242	119.025	142.272	
	样品中含量(μg/g)	1	2	3	4	5	6	均值	RSD(%)
		452	442	444	443	449	438	445	1.06
	检出限(mg/mL)	0.0001			检出浓度(mg/kg)		10		
	定量限(mg/mL)	0.0003			定量浓度(mg/kg)		30		

	牙膏样品	加标量（μg/g）	测得量（μg/g）			回收率(%)	RSD(%)
			1	2	3		
加标回收率	牙膏样品 1（碳酸钙基质）	100	97.63	95.39	95.84	96.3	1.23
		200	198.50	203.33	203.47	100.9	1.40
		400	406.37	397.30	407.28	100.9	1.37
	牙膏样品 2（二氧化硅基质）	100	99.97	101.81	100.92	100.9	0.91
		200	197.76	196.63	198.89	98.9	0.57
		400	389.69	393.16	393.14	98.0	0.51
	牙膏样品 3（磷酸氢钙基质）	100	99.20	98.05	95.93	97.7	1.70
		200	194.47	196.12	200.53	98.5	1.59
		400	396.48	394.84	405.66	99.7	1.46

验证结论	根据验证方案，得出以下验证结论： 1、标准物质在 1.0μg/mL~15.0μg/mL 的浓度范围内呈线性关系； 2、测得实际样品中 3-甲基-4-异丙基苯酚的含量为 445μg/g，RSD 为 1.06%； 3、本方法的检出限为 0.0001mg/mL，定量限为 0.0003mg/mL；若取 1.0g 样品测定，定容至 100mL，本方法的检出浓度为 10mg/kg，定量浓度为 30mg/kg； 4、采用三种不同基质空白牙膏样品做 100μg/g，200μg/g，400μg/g 三种浓度加标回收，平均回收率在 96.3%~100.9%之间，RSD 为 0.51%~1.70%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 3-甲基-4-异丙基苯酚含量的检测。
验证人	许小茜
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）