

中华人民共和国国家标准

GB/T 32121—2015

GB/T 32121—2015

牙膏中 4-氨基环己甲酸(凝血酸)的 测定 高效液相色谱串联质谱法

Determination of 4-(aminomethyl) cyclohexanecarboxylic acid
(tranexamic acid) in toothpaste—HPLC-MS/MS

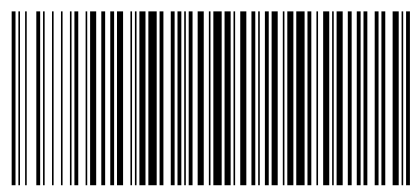
中华人民共和国
国家标准
牙膏中 4-氨基环己甲酸(凝血酸)的
测定 高效液相色谱串联质谱法
GB/T 32121—2015

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2015 年 11 月第一版 2015 年 11 月第一次印刷

*
书号: 155066·1-52166 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 32121—2015

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

附录 A
(资料性附录)
4-氨基环己甲酸谱图

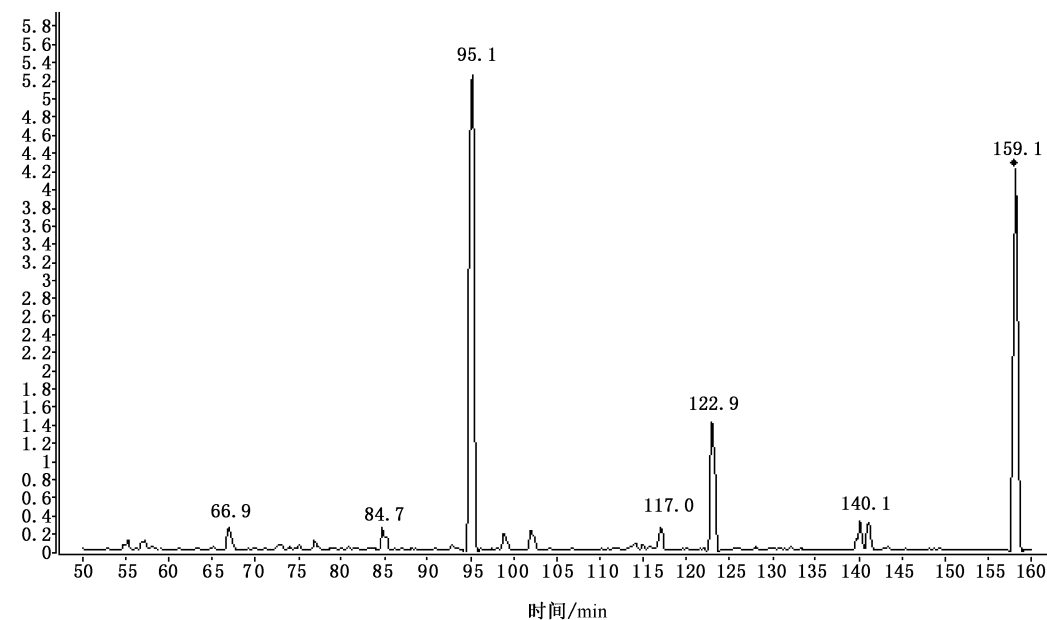


图 A.1 4-氨基环己甲酸的离子扫描质谱图

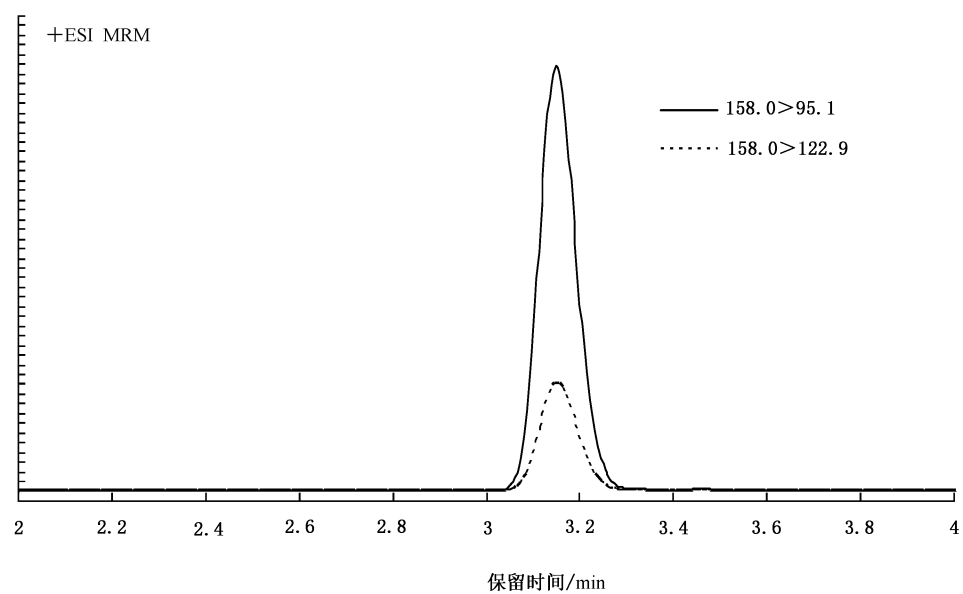


图 A.2 4-氨基环己甲酸的 MRM 模式质谱图

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、胡侠、任国杰、李春玲、董广斌。

- c) 干燥气:氮气,流速 9 L/min;
- d) 温度:350 ℃;
- e) 碰撞气:氮气;
- f) 毛细管电压:4 000 V;
- g) 检测方式:多反应监测(MRM);
- h) 其他条件见表 2。

表 2 其他条件

质谱条件	参数
4-氨基环己甲酸母离子	158.1
定量离子(碰撞电压 eV)	95.1 (12)
定性离子(碰撞电压 eV)	122.9 (4)
碎裂电压/eV	100

7.3 定性结果

在同一色谱/质谱条件下进行标准溶液和样品溶液的测定,如果样品溶液中检出的色谱峰的保留时间与某标准物质色谱峰的保留时间一致(变化范围在±2.5%之内),所选择的 2 对检测离子对的质荷比也一致,而且监测离子对的相对丰度比与相当浓度标准溶液的监测离子对的相对丰度比的偏差不超过表 3 规定范围,则可判定样品中存在相应的目标成分。标准物质总离子流质谱图和提取离子(定量)质谱图参见附录 A。

表 3 定性确定时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

7.4 定量结果

样品溶液中目标物的含量,用标准曲线外标法确定。牙膏样品中目标物的含量 X ,按式(1)进行计算,结果以 $\mu\text{g/g}$ 表示。

$$X = \frac{c \times V}{m} \times 10^{-3} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——从标准曲线中计算出的样品溶液中目标物的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——按稀释倍数折算的被测样液总体积,单位为毫升(mL);

m ——称取样品的质量,单位为克(g)。

计算结果至少保留 3 位有效数字。

8 平行试验

按照所建立的方法操作,对同一样品独立进行测定,获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算数平均值的 10%。

牙膏中 4-氨基环己甲酸(凝血酸)的测定 高效液相色谱串联质谱法

1 范围

本标准规定了牙膏中 4-氨基环己甲酸(凝血酸)的测定方法 高效液相色谱串联质谱法
本标准适用于牙膏中 4-氨基环己甲酸(凝血酸)的测定。
本标准方法检出限:0.3 $\mu\text{g/g}$;定量下限:1.0 $\mu\text{g/g}$ 。

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

牙膏先用水溶液分散,然后加入二氯甲烷,涡旋离心去除固形物及大部分的表面活性剂后,上清液与 3%甲酸水溶液混合后酸性条件下过强阳离子固相萃取小柱,1.5%甲酸水溶液淋洗柱床,20%甲醇水溶液(含 2%氨水)洗脱目标物,洗脱液经 3%甲酸水溶液中和并定容后,由液相色谱分离,串联质谱法测定,标准曲线外标法定量。因目标物在低浓度下不稳定,提取及固相萃取过程均需以乙二胺四乙酸(EDTA)二钠作为稳定剂进行保护。

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 标准物质

表 1 标准物质信息

化合物名称	4-氨基环己甲酸
英文名称	4-(aminomethyl)cyclohexanecarboxylic acid, tranexamic acid
别名	氨基环酸,凝血酸,止血环酸
CAS 号	1197-18-8
分子式	$\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NO}_2$