

## 口卫士新型亮白健齿片活性与质量的研究

李宇茜 孙嘉茵 熊小平 樊淑宏 罗婷婷 徐小平\*  
(四川大学华西药学院, 成都 610041)

**摘要:** **目的** 评价口卫士亮白健齿片祛牙斑、抑菌和安全性和建立本品的质量控制方法。**方法** 采用陈旧性牙斑牙为模型, 测试祛牙斑的清除力; 采用金色葡萄球菌、大肠埃希菌、肺炎双球菌和白念珠菌为菌种, 验证本品的抑菌能力; 采用急毒验证其安全性; 采用分光光度法分别测定醋酸氯苯胍和过碳酸钠的含量。**结果** 亮白健齿片可在刷洗约2min后逐渐除去色斑牙的色斑, 随着刷洗次数增多, 色斑清除越明显; 对金色葡萄球菌和大肠埃希菌的最低抑菌浓度(minimal inhibitory concentration, MIC)为6.25 $\mu$ g/mL; 最大给药量18g/kg; 醋酸氯苯胍和过碳酸钠分别在5.50~17.40 $\mu$ g/mL和0.12~0.45mg/mL范围内线性关系良好, 线性方程分别为 $y=0.0508x-0.0729$ ( $R^2=0.9993$ )和 $y=1.7245x+0.0185$ ( $R^2=0.9991$ ), 醋酸氯苯胍的重复性和中间精密度分别为0.65%和0.72%, 平均回收率为99.60%; 过碳酸钠的重复性和中间精密度分别为0.29%和0.41%, 平均回收率为100.4%。**结论** 口卫士亮白健齿片不仅能清除牙釉质表面色素沉着, 抑制口腔细菌, 且质量稳定, 安全性良好。

**关键词:** 抑菌; 质量控制; 醋酸氯苯胍; 过碳酸钠

**中图分类号:** R978.1 **文献标志码:** A

## The activity and quality research of liangbaijianchi tablets, the new compound preparation of kavass

Li Yu-qian, Sun Jia-yin, Xiong Xiao-ping, Fan Shu-hong, Luo Ting-ting and Xu Xiao-ping  
(West China School of Pharmacy, Sichuan University, Chengdu 610041)

**Abstract Objective** To evaluate the efficacy of removing plaque, bacteriostasis and safety of Liangbaijianchi tablets and establish the method of quality control of this product. **Methods** The model of dental plaque was used to examine the capacity of removing the plaque. *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Pneumococcus* and *Candida albicans* were used as bacterium to verify the antibacterial capacity of the product. The acute toxicity was adopted to verify its safety. The moments of chlorobenzene guanidine and urea hydrogen peroxide were measured by ultraviolet spectroscopy. **Results** The tablets could remove spots gradually after brushing about 2 minutes. With the number of scrubbing increased, the brightness of stain teeth would be improved obviously. The MIC of *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli* were 6.25 $\mu$ g/mL, and the maximum dose was 18g/kg. The linear ranges for the concentration of chlorhexidine guanidine and urea hydrogen peroxide were 5.50~17.40 $\mu$ g/mL and 0.12~0.45mg/mL, respectively. The linear equations were  $y=0.0508x-0.0729$ ( $r=0.9996$ ) and  $y=1.7245x+0.0185$ ( $r=0.9995$ ), respectively. The repeatabilities, the intermediate precisions and the average recoveries for chlorhexidine acetate and urea hydrogen peroxide were 0.65% and 0.29%, 0.72% and 0.41%, and 99.60% and 100.4%, respectively. **Conclusion** The tablets could clear enamel surface pigmentation and inhibit bacteria in the mouth, and were also of high stability and safety.

**Key words** Bacteriostasis; Quality control; Chlorhexidine guanidine; Urea hydrogen peroxide

收稿日期: 2017-03-21

作者简介: 李宇茜, 女, 生于1992年, 在读硕士研究生, 主要研究方向为药物质量控制, E-mail: 1483533108@qq.com

\*通讯作者, E-mail: 371748507@qq.com

随着口腔健康不断得到人们的关注,爱牙、护牙及美牙等一系列口腔保健逐渐成为人们日常生活的必需构成部分。复杂的口腔菌群、牙结石、牙面色斑是引起牙龈炎、牙骨萎缩、牙齿松动甚至牙髓炎等的罪魁祸首。同时,由饮食习惯、抽烟、嚼槟榔、甚至四环素等引起的牙体的色素沉着形成的色斑,也严重影响口腔美观和造成交流障碍。为此,市场上相关的护齿、美齿的牙膏或漱口水大量涌现,层出不穷,较好的解决了人们早晚清洁口腔。然而,湿润的膏体或水溶液始终难以保证一些有利于口腔保健的活性精华组分长期稳定。口卫士亮白健齿片,遵循洁牙、美齿的机理,采用固体形式,将活性成分长期稳定于固体牙膏中,携带方便、随用随取,不仅能快速清除口腔中复杂的菌群,更能快速清除牙齿表面的污渍、色斑等,可成为口腔护理产品中的一种具有实用前景的新型产品。本文针对该产品活性、安全性和质量进行全面系统研究。

亮白健齿片以醋酸氯苯胍萆和过碳酰胺为主要抑菌和美白活性成份的复合固体口腔护理产品。其中醋酸氯苯胍萆,属于双胍类化合物,低浓度可以起到抑制细菌的作用,高浓度可以起到灭菌的作用。其主要作用机制是破坏病原微生物细胞壁原生质膜,快速杀死革兰阳性菌、革兰阴性菌、细菌芽胞、真菌及病毒等<sup>[1-2]</sup>,即使在有血清、血液及其他分泌物的条件下,仍有很好的杀菌消毒效果,具有一定广谱抑菌性,实用于口腔除菌,是目前漱口水中的主要成分。

过碳酰胺是过氧化氢与尿素的加合物<sup>[3]</sup>,当受热或遇水,易分解为尿素和过氧化氢。尿素具有抗龋作用,可治疗根龋并改善口腔卫生<sup>[4]</sup>。质控时,利用在酸性条件下,尿素与二甲氨基苯甲醛反应,生成一种柠檬黄色化合物<sup>[5]</sup>,经比色定量尿素。而过氧化氢所释放的活性氧能长时间进行牙釉表面的清垢、去污和褪色作用,且对牙釉质表面损伤小,是目前最适宜的洁牙成分<sup>[6]</sup>。

本品是以咀嚼片的形式构成的口腔美牙健齿片,利用固态形式确保活性组分的稳定性,以及在作用部位的有效浓度,保证组分与牙齿以及口腔内的最大接触,是一种全新配方和制剂形式的口腔护

理产品。根据配方中主要活性成分过碳酰胺和醋酸氯苯胍萆的理化性质和化学结构,本文设计了牙釉面去垢祛斑和抑菌实验评价其生理活性,半数致死量(LD<sub>50</sub>)试验评价其安全性,采用光谱技术评价并建立其含量等质量检测方法,较为全面系统地研究和评价了本品的综合指标,为进一步开发和应用亮白健齿片提供药理、毒理和质量方面的基础依据。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与材料

紫外可见分光光度计[天美(上海)仪器公司;上海美普达仪器有限公司]、BT125D电子天平(0.01mg,德国赛多利斯公司)、PC-10纯水机(成都品成科技有限公司)、电子天平(1mg,上海舜宇恒平)、KL 10260D超声清洗器(上海荆和分析仪器有限公司)、离心机TGL-16G(上海安亭科技仪器厂)、BPH-9162电热恒温培养箱(上海一恒科技有限公司)、HZQ-C空气浴振荡器(哈尔滨市东联电子技术开发公司)、LDZX-40BI自动电热压力蒸汽灭菌锅(上海申安医疗器械厂)。

### 1.2 试剂与试药

口卫士亮白健齿片(四川华西中医药研究所和重庆华西高科科技有限公司联合出品);醋酸氯苯胍萆(醋酸氯己定、洗必泰),过碳酰胺(又称过氧化尿素、过氧化碳酰胺);甲醇、无水乙醇、硫酸、对二甲基苯甲醛(PDAB)均为分析纯(天津科密欧化学试剂公司);超纯水(自制);琼脂培养基(MH-A)CM0337 MH,肉汤培养基(MH-B)CM0405B MH,胰蛋白胍大豆肉汤培养基(TSB)10812均为(Oxoid公司);金黄色葡萄球菌ATCC6538、大肠埃希菌ATCC25922、肺炎双球菌ATCC49619、白念珠菌ATCC10231(南京便诊生物技术有限公司);冻干粉-80℃低温保存。

### 1.3 溶液的配制

#### 1.3.1 供试品溶液的配制

取本品研细约90mg,精密称定,置于10mL容量瓶中,加50%甲醇溶解稀释至刻度,离心,精密量取1.0mL于10mL容量瓶中,加50%甲醇溶液至刻度,即得醋酸氯苯胍萆供试品溶液。

取本品研细约60mg,精密称定,置于25mL容量瓶中,加约6mL水溶解,超声溶解,再加10mL PDAB和4mL硫酸,加水至刻度,摇匀,反应

15min, 离心, 上清液为过碳酰胺供试品溶液。

### 1.3.2 对照品溶液的配制

醋酸氯苯胍对照品溶液: 精密称取醋酸氯苯胍适量, 加入50%甲醇溶解并定量稀释, 得到0.009mg/mL对照品溶液。

过碳酰胺对照品溶液: 精密称取过碳酰胺适量, 加水溶解成每1mL含过碳酰胺对照品1.0mg的溶液, 作为对照品溶液。

### 1.3.3 显色剂的配制

取对二甲基苯甲醛约1.5g, 精密称定, 于100mL容量瓶中, 加无水乙醇溶解稀释至刻度, 即得显色剂储备液。

## 2 方法与结果

### 2.1 处方特征

根据本品处方的特点, 分别含有一定量的过碳酰胺和醋酸氯苯胍, 由此确定作为本品的质控指标。

### 2.2 质量部分

#### 2.2.1 醋酸氯苯胍的鉴别<sup>[7]</sup>

取供试品10mL, 加入加热的1%溴化十六烷基三甲胺溶液5mL, 再加溴试液与氢氧化钠试液各1mL即显深红色。

#### 2.2.2 过碳酰胺的鉴别

取本品研细, 称取适量样品, 加水10mL与稀硫酸1滴, 再加重铬酸钾试液数滴与乙醚2mL, 振摇, 乙醚层显蓝色。

#### 2.2.3 醋酸氯苯胍含量测定

(1)测定波长选择: 由醋酸氯苯胍对照品溶液、供试品溶液和空白辅料的紫外光谱特征可知, 醋酸氯苯胍在258nm波长处有最大吸收, 而空白辅料无干扰, 确定258nm为测定波长(图1)。

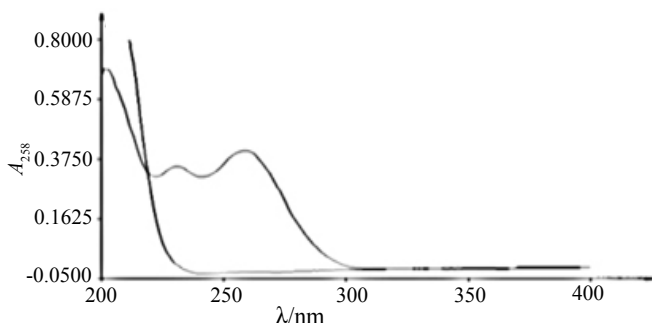


图1 醋酸氯苯胍与空白辅料的紫外光谱图

Fig. 1 The ultraviolet spectra of chlorhexidine guanidine and blank

(2)标准曲线的制备: 取上述醋酸氯苯胍对照品适量, 精密量取, 分别配成5.50、7.33、9.16、10.99、12.82和17.40μg/mL的梯度溶液, 于258nm处依次测定, 记录吸光度, 以溶液浓度对吸光度回归制备线性方程。结果氯苯胍在浓度5.50~17.40μg/mL内线性关系良好, 方程为:  $y=0.0508x-0.0729(R^2=0.9993)$ 。

(3)精密度试验: 取本品细粉适量, 精密称定(相当于醋酸氯苯胍0.9mg), 置于10mL量瓶, 加50%甲醇溶解稀释至刻度, 离心, 精密量取上清液1.0mL于10mL容量瓶中, 加50%甲醇至刻度即得供试品溶液, 同法配制6份供试品溶液, 分别于波长258nm处测定其吸收值, 以相同配方的阴性辅料溶液作为空白对照, 以氯苯胍对照品溶液(9.10μg/mL)为对照, 在同一天和不同天反复测定记录, 计算其标示含量。以同日和不同日的标示含量值计算重复性精密度和中间精密度的RSD分别为0.65%和0.72%。

(4)回收率试验: 取醋酸氯苯胍约9mg, 各6份, 分别加入到处方量的辅料中, 按相关操作步骤操作, 依法测定吸光度, 并计算出回收率。结果表明, 本法测定氯已定的回收率为98.32%~100.6%。平均值为99.53%, RSD为0.82%。

(5)氯已定的含量测定: 取本品细粉适量(相当于氯苯胍0.9mg), 置于10mL量瓶, 加50%甲醇溶解稀释至刻度, 离心, 精密量取上清液1.0mL于10mL容量瓶中, 加50%甲醇至刻度即得供试品溶液, 以空白辅料为参比, 按照紫外可见分光光度法, 在258nm处测定吸光度, 计算本品中氯已定的标示含量, 3批本品中醋酸氯苯胍的标示量(%)为99.79%(RSD=0.91%)。

#### 2.3.2 过碳酰胺测定

根据过碳酰胺中尿素与对二甲基苯甲醛(PDAB)在酸性条件下显色, 虽然波长一般选在420nm左右, 但因试剂本身具有很强的吸附性, 对精度和灵敏度可能产生不利影响<sup>[8]</sup>, 则选择波长440nm为宜。通过对PDAB的用量和显色时间的选择, 确定PDAB溶液10mL和显色时间为15min。

(1)标准曲线的制备: 取过碳酰胺对照品适量, 精密量取, 置于25mL量瓶中, 加PDAB溶液10mL, 加2mol/L的硫酸4mL, 加水至刻度配成浓度分别为

0.12、0.24、0.33、0.41和0.45mg/mL的梯度溶液，以阴性制剂为空白，在440nm波长处测定吸光度，以过碳酰胺浓度对吸光度进行线性回归，制得线性方程，过碳酰胺在浓度0.12~0.45mg/mL范围内线性关系良好，方程为： $y=1.7245x+0.0185$ ， $R^2=0.9991$ 。

(2)精密度试验：分别取本品适量，精密称定，于25mL的量瓶中，按供试品溶液的配制方法平行制备6份供试品溶液，于同日和不同日，在波长440nm处依法测定其吸光度，计算其标示百分含量的精密度，其重复性精密度RSD为0.29%和中间精密度RSD为0.41%，表明本法重复性良好。

(3)回收率试验：取过碳酰胺对照品约6.0mg，精密称定6份，分别加入到一定量的阴性制剂辅料中，按相关操作步骤操作，依法测定吸光度，并计算出相应的回收率和RSD。结果表明：本法测定过碳酰胺的回收率为99.57%~100.8%，平均值为100.4%，RSD为0.49%。

(4)含量测定：取本品细粉适量，精密称定(相当于6.0mg的过碳酰胺)，按供试品溶液的配制法制备供试品溶液(约含过碳酰胺0.24mg/mL)。取过碳酰胺对照品适量，加PDAB和酸，加水制成0.24mg/mL的显色溶液作为对照品溶液。分别供试品溶液和对照品溶液于波长440nm处测定吸光度，计算过碳酰胺的标示含量，以此测定3批产品中过碳酰胺的含量，结果如表1。

2.3 亮白试验

2.3.1 亮白时间的考察

取本品一片，置于小烧杯中，加水1mL溶解，用电动牙刷蘸上溶液刷洗具有色斑的牙齿，2min即可增亮1~2色度，如图2。

2.3.2 亮白度与时间的考察

同上继续刷洗，分别于4、6、8和10min考察色斑牙的亮白程度，规定增加一个色度为+1，结果，随着刷洗时间增长，色斑逐渐消退，每2min增加一

表1 3批亮白健齿片中过碳酰胺的含量

Tab. 1 The moments of urea hydrogen peroxide from three batches of Liangbaijianchi tablets

批号	1	2	3	平均值%	RSD%
160401	99.36	100.1	100.3		
160402	100.1	98.72	99.43	99.91	0.63
160403	100.2	100.8	100.2		

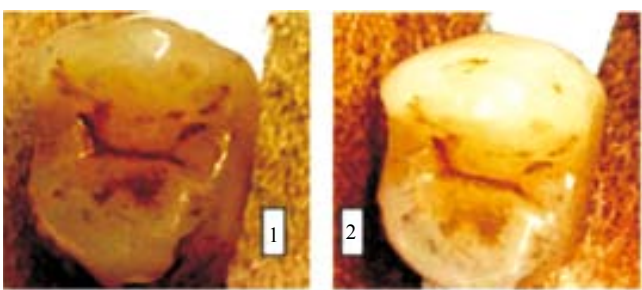


图2 色斑牙治疗刷洗2min后的变化

Fig. 2 The change of dental plaques after scrubbing about 2min个亮白度，亮白度的变化如图3。

2.4 亮白护齿片对金色葡萄球菌、大肠埃希菌的抑制作用

2.4.1 细菌接种

将菌种冻干粉用无菌MH-B液体培养基混悬后，接种于MH-A无菌固体培养基(15mL于9cm培养皿)复苏和纯化，培养条件为37℃培养24h；取24h纯培养物(单一菌落)再次接种于MH-A无菌固体培养基(15mL于直径9cm培养皿)上，传代培养24h，备用。如图4-1金色葡萄球菌的接种图和图4-2大肠埃希菌的接种图。

分别挑取已经传代培养24h的受试菌适量，均匀混悬于2mL无菌生理盐水中，调整菌液浓度为0.5

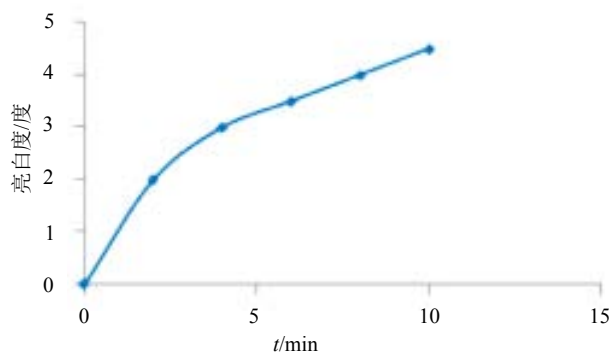


图3 色斑牙亮白度与刷洗时间的关系

Fig. 3 The relationship between the brightness of stain teeth and the number of brushing

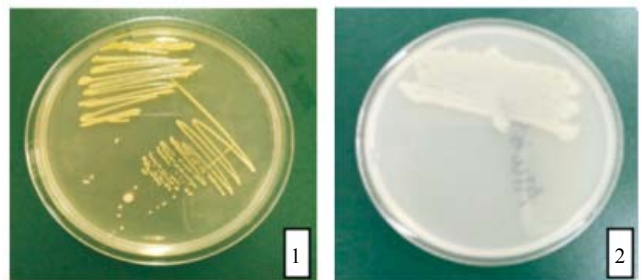


图4 金色葡萄球菌和大肠埃希菌的接种图

Fig. 4 The vaccination charts of *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli*

McFarland ( $1.5\times 10^8$  CFU/mL)后, 备用。

2.4.2 药物的稀释

取咀嚼片1片(含醋酸氯苯胍5mg/片), 加无菌生理盐水至6.25mL使成混悬液, 浓度为800μg/mL。实验时取0.5mL用无菌脑心肉汤(白念珠菌用沙氏肉汤)作对倍稀释, 使浓度系列为400、200、100、50、25和12.5μg/mL, 共4列。

2.4.3 试验菌液的制备

试验菌株按营养需求接种于血琼脂平板或沙氏琼脂平板, 37℃培养18h, 刮取少量菌苔乳化于脑心肉汤(白念珠菌用沙氏肉汤), 比浊校正其浓度, 再做10万倍稀释, 使终浓度相当于约 $10^4$ CFU/mL。

2.4.4 最低抑菌浓度(MIC)与最小杀菌浓度(MBC)的测定

MIC测定采用试管液体二倍稀释法: 试验菌液每管加量0.5mL, 混匀后放37℃培养(肺炎双球菌放二氧化碳环境培养), 次日观察结果。加菌后, 试验药相当于再稀释1倍, 浓度系列为200、100、50、25、12.5和6.25μg/mL。抑制细菌生长的最低浓度即为MIC。

MBC测定采用平板活菌计数法: 即先测出MIC, 再依次将未见细菌生长的各管培养物分别吸取0.1mL按营养需求接种于平板, 37℃再培养18~24h, 平板上菌落数<5个的最低药物浓度即为最小杀菌浓度, 结果见表2。

同时做菌液肉汤对照和试验药空白对照。

2.5 安全性试验

2.5.1 急性毒性试验

根据化学药物急性毒性研究技术指导原则, 采用单次ig给药方法, 亮白健齿片急性毒性安全性进行试验。

(1)受试药物: “口卫士”亮白健齿片为片剂, 规格: 0.5g/片×30片, 产品批号: 160401, 生产日期: 20160407。实验时, 称取本品细粉15.0g加蒸馏水反复研磨, 配至32.6mL混悬药液(100mL相当于原

产品46.0g)供试验用。

(2)实验动物: 昆明种小鼠80只, 雌雄各半, SPF级合格动物, 生产许可证号: SCXK(川)2013-19号。由四川省中医药科学院实验动物中心提供。

(3)实验方法: 本试验在四川省中医药管理局重点研究机构、四川省中药新药筛选与药理研究中心进行, 应用设施符合SPF(三)级标准的动物实验室内进行。室内通过自动空调控制室温在18~22℃, 相对湿度控制在50%~70%。通过自动换气装置调节室内空气。人工控制荧光照明, 每天8:00~20:00时明, 20:00~8:00时暗。实验动物分笼饲养, 动物每笼不超过5只, 自由饮水, 常规全价饲料, 定时定量喂养。小鼠80只, 雌雄各半, 称取体重后分为4组, 每组分为4笼喂养, 每笼5只, 每组20只。禁食12h, 不禁水, 以动物能够接受的最大浓度混悬药液(46.0%)和最大容积(0.4mL/10g B.W.)的剂量一次灌胃动物, 对照组动物仅给与给药组等体积生理盐水, 连续观察14d, 记录动物毒性反应(包括外观、行为活动、精神状态、食欲、大小便、被毛、肤色、呼吸、鼻、眼和口腔异常分泌物等), 给药7d和14d时分别复测体重, 以不产生死亡的最大剂量为一次口服给药的最大给药量。给药数分钟后可见动物出现活动增加、略有耸毛等表现, 给药后90min左右动物上述症状谱全部消失。以后连续观察14d, 动物的外观、行为活动、精神状态、大小便及其颜色、被毛、肤色、呼吸、鼻、眼及口腔分泌物均未见异常, 试验前后小鼠体重呈正常增长状态。试验结束时肉眼解剖未见明显病理改变。结果表明: 亮白健齿片对小鼠急性经口毒性试验一次灌胃小鼠的最大给药量达到18g/kg, 表现出无毒安全的现象。

4 讨论

由于本品的主要活性成分过碳酰胺和醋酸氯苯胍的结构差异较大, 且过碳酰胺在水中不稳定, 没有紫外吸收, 难以采用一种方法同时测定, 给本品的质量研究带来困难, 为了有效反映本品的质量, 本文建立独立检测醋酸氯苯胍和过碳酰胺的含量光谱方法。

由氯苯胍的结构可知, 其分子中具有紫外吸收的共轭体系, 最大吸收波长为258nm, 且辅料无干扰, 可较好地反映本品中醋酸氯苯胍的含量, 方

表2 MIC与MBC的测定结果  
Tab. 2 The results of MIC and MBC

实验菌株	咀嚼片	
	MIC	MBC
金葡萄菌ATCC6538	≤6.25	≤6.25
大肠埃希菌ATCC25922	≤6.25	12.5
肺炎双球菌ATCC49619	≤6.25	≤6.25
白念珠菌ATCC10231	≤6.25	12.5

法验证表明,其线性关系、专属性、精密度和准确度均满足本品的含量测定,且光谱还具有快速简便的特点。

过碳酰胺因为在水中不稳定,遇水将分解释放出过氧化氢和尿素,为了稳定其含量测定形式,所以,将本品先溶于水,然后利用PDAB显色剂与碳酰胺的羰基作用显色,于波长440nm处测定过碳酰胺的含量,方法验证表明,其线性关系、专属性、精密度和准确度均满足本品过碳酰胺的含量测定;然而本法的缺陷在于产品的制备工艺需要无水环境。所以,同时利用过氧化氢在酸性溶液中与钛离子生成稳定的橙色络合物<sup>[9]</sup>,于波长410nm处检测,定量过氧化氢的总量,以此验证过碳酰胺分解的尿素和过氧化氢的物料平衡。结果表明,经过氧化氢获得过碳酰胺的平均标示含量100.1%(RSD%=0.78%)与尿素法定量的本品过碳酰胺的标示含量99.91%(RSD=0.63%)基本吻合。

本品具有抑菌活性,针对金黄色葡萄球菌(ATCC6538)、大肠埃希菌(ATCC25922)和白念珠菌(ATCC10231)进行了试验。结果表明,本品MIC为6.25μg/mL,本品一片(相当于5mg)溶于500mL水中,浓度约为10μg/mL,溶液应具有良好的抑菌作用。

安全性急毒实验表明,本品几乎无毒性。在给予18g/kg的条件下,仍然无动物死亡,所以无法表现LD<sub>50</sub>,最终以最大给予量表达,表现出本品无毒的安全性。

活性试验以一次性刷牙2min为指标,考察本品对色斑牙的美白表现。结果表明,采用本品一次性刷牙色斑褪色至少2度,连续几次使用刷洗后,色斑牙明显得到改善。

## 5 结论

口卫士亮白健齿片具备良好地牙釉质表面色斑的清除和口腔细菌抑制的作用,同时质量稳定,无刺激、安全性良好。

## 参考文献

- [1] 姚四新,刘保国.洗必泰配制方法的改进及其消毒效果[J].中国兽医杂志,2003,39(8):46-47.
- [2] 逢丽红,许丽,宋娟.洗必泰漱口水体外抗菌作用的探讨[J].齐齐哈尔医学院学报,2007,28(1):29.
- [3] 王鸿显,任保增,刘瑛,等.湿法生产过碳酰胺原料配比的理论分析和实验研究[J].化学通报,2002,65:97.
- [4] Arends J, Jongebloed W L, Goldberg M. Interaction of urea and human enamel[J]. *Caries Res*, 1984, 18(1): 17-24.
- [5] 罗晓,李珂.对二甲氨基苯甲醛法测定常量尿素[J].大氮肥,2011,34(6):373-375.
- [6] 王亦农,张良俊.过氧化脲牙齿美白产品的研究进展[J].口腔医学研究,2013,29(9):877-879.
- [7] 国家药典委员会.中华人民共和国药典[S].(2015年版二部).中国医药科技出版社,2015:1543.
- [8] 李敏,郑长立,张勇.对二甲氨基苯甲醛比色法测定解析废液中的微量尿素[J].化工技术与开发,2005,34(3):42-43.
- [9] 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.GB/T23499-2009《食品中残留过氧化氢的测定方法》[S].北京:中国标准出版社,2009:1-8.