

LC-15C 测定化妆水中三种苯扎氯铵含量

LC-134

摘要：本文建立了一种使用岛津 LC-15C 系统测定化妆水中三种苯扎氯铵含量的方法。样品经乙腈超声提取后，过滤上机检测。使用外标法绘制十二烷基二甲基苄基氯化铵、十四烷基二甲基苄基氯化铵和十六烷基二甲基苄基氯化铵的校准曲线，校准曲线的相关系数均在 0.999 以上。对 5 和 10 mg/L 的标准工作液连续测定 6 次，保留时间 RSD% 在 0.04 % ~ 1.85 % 之间，峰面积 RSD % 在 0.82 % ~ 2.31 %，仪器精密度良好。化妆水样品加标考察方法的定性检出限和定量检出限，三种苯扎氯铵的检出浓度均为 100 μg/g，最低定量浓度均为 400 μg/g。在定量浓度加标考察回收率，两次结果平行性良好，回收率合理，表明前处理方法准确有效。

关键词：LC-15C 化妆水苯扎氯铵

苯扎氯铵又名洁尔灭 (BAC)，是具有杀菌作用的季铵盐阳离子表面活性剂，主要由三种正烷基取代的苯扎氯铵组成：十二烷基二甲基苄基氯化铵 (英文名 Benzyldimethyldodecylammonium chloride, C12-BAC, CAS 号 139-07-1)、十四烷基二甲基苄基氯化铵 (英文名 Benzyldimethyltetradecylammonium chloride, C14-BAC, CAS 号 139-08-2) 和十六烷基二甲基苄基氯化铵 (英文名 Benzyldimethylhexadecylammonium chloride, C16-BAC, CAS 号 122-18-9)。C12-BAC 是有效的酵母菌和真菌抑制剂；C14-BAC 和 C16-BAC

能够分别作用于革兰氏阳性菌和阴性菌。它们被广泛应用于复方消毒剂、健康护理液及化妆品中，目前，我国《化妆品卫生规范 2007》明确规定了苯扎氯铵为化妆品组分中限用物质 (淋洗类发用产品最大允许限量为 3%，其他产品最大允许限量为 0.1%)。

本文参考《化妆品卫生规范 2007》，使用岛津 LC-15C 液相色谱系统建立了一种快速准确测定化妆水中苯扎氯铵总量的方法。

实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津 LC-15C 液相色谱系统，包括 LC-15C Pump×2(输液泵)，SIL-10AF(自动进样器)，CTO-15C(柱温箱)，SPD-15C(紫外检测器)，LCsolution 15C 色谱工作站。

1.2 分析条件

液相条件

流动相：A 相 -0.1mol/L 醋酸铵缓冲溶液 (冰醋酸调 pH 至 5.0)；B 相 - 乙腈

流速：1 mL/min

色谱柱：Inertsil CN -3 4.6 mm I.D.×250 mm L., 3 μm

进样体积：20 μL

柱温：30°C

检测波长：260 nm

洗脱方式：梯度洗脱，初始比例 B 相 44%

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
25.00	Pumps	B.Conc	44
25.10	Pumps	B.Conc	95
27.00	Pumps	B.Conc	95
27.10	Pumps	B.Conc	44
35.00	Controller	Stop	

1.3 标准溶液的配制

分别称取十二烷基二甲基苄基氯化铵、十四烷基二甲基苄基氯化铵、十六烷基二甲基苄基氯化铵各 0.010 g，精确到 0.0001 g，置 10 mL 棕色容量瓶中，用乙腈溶解并定容，摇匀，配成质量浓度为 1 g/L 的标准储备溶液。

苯扎氯铵标准工作溶液：用 50 % 的乙腈水溶液配制浓度分别为 5 μg/mL、10 μg/mL、30 μg/mL、50 μg/mL、80 μg/mL 和 100 μg/mL 的苯扎氯铵标准工作溶液。

1.4 样品前处理方法

化妆水样品前处理：称取样品 0.5 g，精确至 0.001 g，置于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 乙腈，涡旋振荡 1 min，超声提取 30 min，取出，冷却至室温后经 0.22 μm 滤膜过滤，滤液作为待测样液，备用。

结果讨论

2.1 标准样品分析

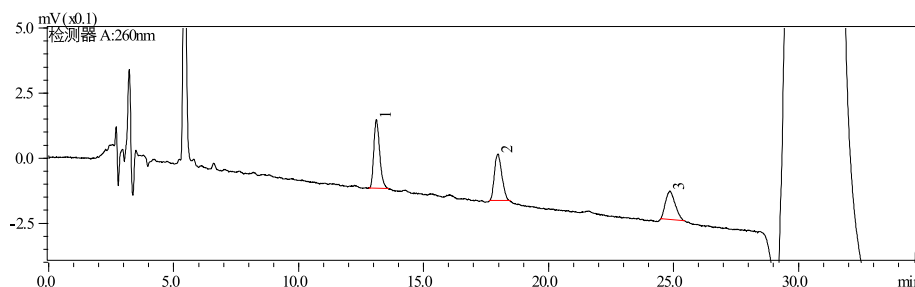


图1 苯扎氯铵标准品260nm下的色谱图
(5 mg/L, 1、十二烷基二甲基苄基氯化铵;

2.2 线性范围

将 5、10、30、50、80 和 100 mg/L 不同浓度的标准工作液按 1.2 中的分析条件进行测定，外标法定量。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线如图 2 ~ 4 所示；所得校准曲线线性关系良好，相关系数均大于 0.999，见表 2。

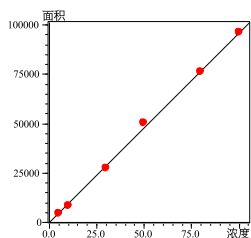


图2 C12 -BAC校准曲线

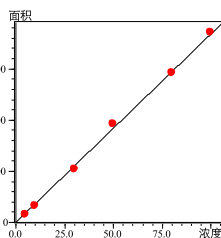


图3 C14 -BAC校准曲线

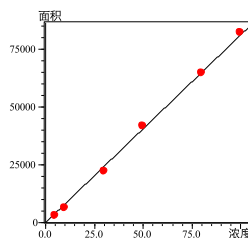


图4 C16 -BAC校准曲线

表 2 苯扎氯铵的校准曲线参数

No.	名称	校准曲线	相关系数 r	线性范围 (mg/L)
1	C12-BAC	$Y = 960.121X$	0.9994	5-100
2	C14-BAC	$Y = 921.459X$	0.9993	5-100
3	C16-BAC	$Y = 810.761X$	0.9995	5-100

2.3 精密度实验

对 5 mg/L 和 10 mg/L 的标准工作溶液连续测定 6 次，考察仪器的精密度，保留时间和峰面积的重复性结果如表 3 所示。保留时间 RSD % 在 0.04% ~ 1.85% 之间，峰面积 RSD % 在 0.82% ~ 2.31%，仪器的精密度良好。

表3 保留时间和峰面积重复性结果(n=6)

样品名称	RSD% (5 mg/L)		RSD% (10 mg/L)	
	RT	Area	RT	Area
C12-BAC	0.58	2.31	0.04	0.82
C14-BAC	1.46	1.82	0.06	1.16
C16-BAC	1.85	1.96	0.06	2.21

2.4 检出限和定量限

将 $S/N=3$ 定义为检出限，将 $S/N=10$ 定义为定量限。本方法的检出浓度为 $100\ \mu\text{g/g}$ ，最低定量浓度为 $400\ \mu\text{g/g}$ 。将化妆水样品按照 1.4 样品前处理方法处理后，上机测试，所得色谱图如图 5~ 图 7 所示，空白化妆水样品对应的谱图见图 5。经过流动相梯度条件优化，化妆水基质在苯扎氯铵出峰时间无干扰。检出限对应的谱图见图 6，定量限对应的谱图见图 7。

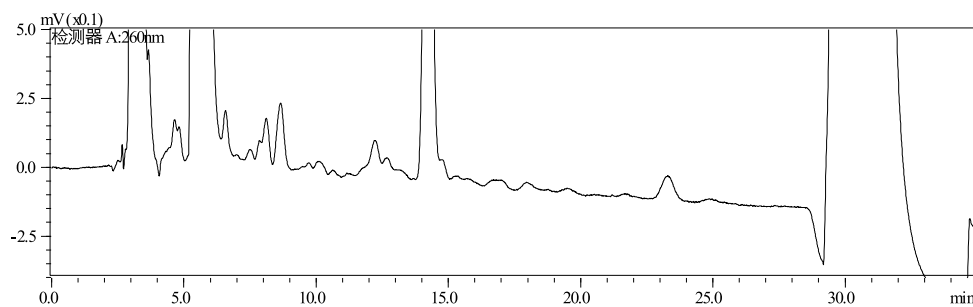


图5 空白化妆水样品在260nm下的色谱图

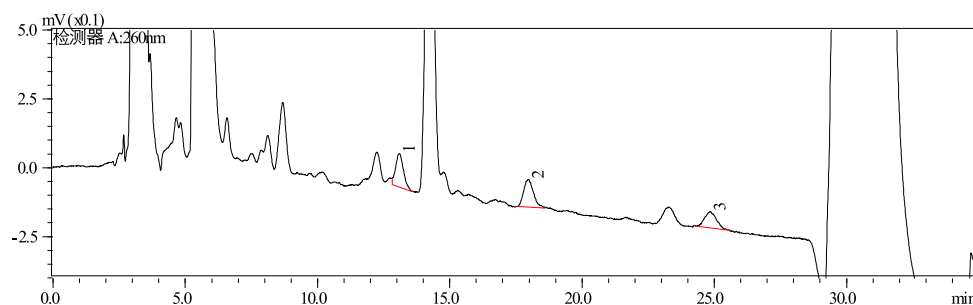


图6 加标化妆水样品在260 nm下的色谱图

(加标量 $100\ \mu\text{g/g}$ ，1、十二烷基二甲基苄基氯化铵；
2、十四烷基二甲基苄基氯化铵；3、十六烷基二甲基苄基氯化铵)

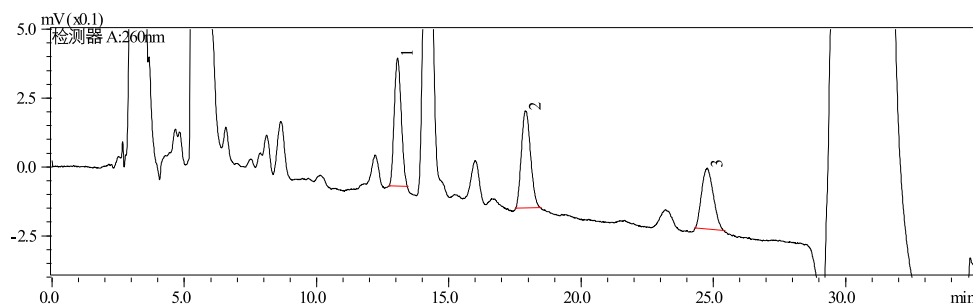


图7 加标化妆水样品在260 nm下的色谱图

2.5 实际样品分析

实际样品分析结果见表 4。空白化妆水样品中未检测到苯扎氯铵。对化妆水样品 $400\ \mu\text{g/g}$ 加标提取两次，回收率合理，平行性良好。

表 4 化妆水 中苯扎氯铵 的分析结果

项目	C12-BAC		C14-BAC		C16-BAC	
	实测值(μg/g)	回收率(%)	实测值(μg/g)	回收率(%)	实测值(μg/g)	回收率(%)
空白化妆水	—	—	—	—	—	—
400 μg/g 加标-1	329.7	82.4	342.1	85.5	352.9	88.2
400 μg/g 加标-2	356.7	89.2	375.3	93.8	346.6	86.6

■ 结论

本文建立了使用岛津 LC-15C 液相色谱测定化妆水中苯扎氯铵含量的方法。使用外标法绘制校准曲线，校准曲线的相关系数均在 0.999 以上。对 5 mg/L 和 10 mg/L 的标准溶液连续测定 6 次，保留时间 RSD % 在 0.04% ~ 1.85% 之间，峰面积 RSD % 在 0.82% ~ 2.31%，仪器精密度良好。化妆水样品加标考察方法的检出限和定量限，分别在 100 μg/g 和 400 μg/g，满足《化妆品卫生规范 2007》标准要求。在《化妆品卫生规范 2007》标准基础上优化流动相条件，化妆水基质不干扰目标物检测。在定量限加标考察回收率，两次试验结果平行性良好，回收率合理，表明前处理方法准确有效。岛津 LC-15C 系统能够满足化妆水中苯扎氯铵的检测要求。