

LC-15C 测定香波中氢醌和苯酚的含量

LC-135

摘要: 本文建立了一种使用岛津 LC-15C 系统测定香波中氢醌和苯酚含量的方法。香波样品馏除乙醇后经甲醇溶解, 超声提取, 过滤上机检测。使用外标法绘制氢醌和苯酚的校准曲线, 校准曲线的相关系数均在 0.999 以上。对 10 和 50 mg/L 的标准工作液连续测定 6 次, 保留时间相对标准偏差在 0.026% ~ 0.064% 之间, 峰面积相对标准偏差在 3.29% ~ 5.57% 之间, 仪器精密度良好。香波样品加标考察方法的检出限和定量检出限, 分别在 0.04 μg 和 0.10 μg 。在定量限加标考察回收率, 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 香波氢醌苯酚

氢醌和苯酚具有抑制黑色素生长, 祛斑美白的功效, 曾经作为祛斑剂添加到化妆品中。研究表明氢醌和苯酚对皮肤的刺激性大, 长期接触会引起白血病、肿瘤及心血管疾病。因此, 我国的化妆品卫生标准中将氢醌、苯酚列为美白祛斑类化妆品的禁用物质。氢醌(英文名 Hydroquinone, CAS123-31-9), 苯酚(英文名 Phenol, CAS108-95-2), 两者易获得且价格低廉, 常

被一些不法厂商用于祛斑类漂白化妆品中, 《化妆品卫生规范 2007》中规定了祛斑类化妆品和香波中苯酚和氢醌的检测方法。

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香波中氢醌和苯酚含量的方法。

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 \times 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 - 纯水; B 相 - 甲醇

流速: 1 mL/min

色谱柱: Inertsil ODS-SP 4.6 mm I.D. \times 150 mm L., 5 μm

进样体积: 20 μL

柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$

检测波长: 280 nm

洗脱方式: 梯度洗脱, 初始比例 B 相 40 %

1.3 标准溶液的配制

分别称取 0.010g 氢醌和苯酚标准品, 用甲醇定容至 10 mL 容量瓶中, 得约 1000 mg/L 标准溶液。用 60 % 甲醇配制为 5、10、50、100 和 200 mg/L 的混合工作溶液。

1.4 样品前处理方法

香波样品前处理: 准确称取样品约 1.0 g 于具塞比色管中, 在水浴上馏除乙醇等挥发性有机溶剂。用甲醇定容至 10 mL, 常温超声提取 15 min, 取上清液过 0.22 μm 滤膜后备用。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
3.00	Pumps	B.Conc	40
3.10	Pumps	B.Conc	80
7.00	Pumps	B.Conc	80
7.10	Pumps	B.Conc	100
12.00	Pumps	B.Conc	100
12.10	Pumps	B.Conc	40
18.00	Controller	Stop	

结果讨论

2.1 标准样品分析

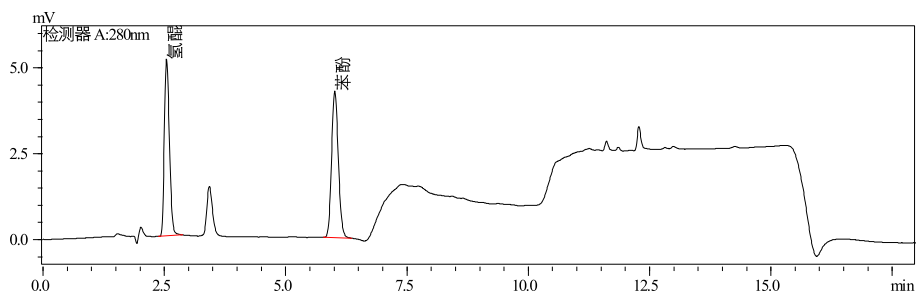


图1 氢醌和苯酚标准品280nm下的色谱图(5 mg/L)

2.2 线性范围

将 5、10、50、100 和 200 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 ~ 3 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。

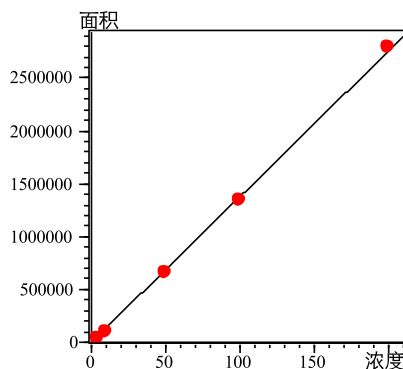


图 2 氢醌 校准曲线

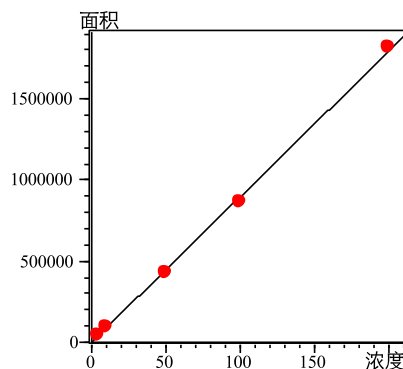


图 3 苯酚 校准曲线

表2 氢醌和苯酚的校准曲线参数

No.	名称	校准曲线	相关系数 r	线性范围(mg/L)
1	氢醌	$Y=13754.9X$	0.9999	5-200
2	苯酚	$Y=8944.03X$	0.9996	5-200

2.3 精密度实验

对 10 mg/L 和 50 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。

表3 保留时间和峰面积重复性结果(n=6)

样品名称	RSD% (10 mg/L)		RSD% (50 mg/L)	
	RT	Area	RT	Area
氢醌	0.026	4.12	0.064	5.57
苯酚	0.026	3.29	0.053	5.40

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。本方法的检出限为 $0.04 \mu\text{g}$ ；定量限为 $0.10 \mu\text{g}$ 。如取 1 g 样品测定，本法的检出浓度为 $20 \mu\text{g/g}$ ，定量浓度为 $50 \mu\text{g/g}$ 。将香波样品按照 1.4 样品前处理方法处理后，上机测试，所得色谱图如图 4~ 图 6 所示，空白香波样品对应的谱图见图 4。经过流动相梯度条件优化，香波基质在氢醌和苯酚出峰时间无干扰。检出限对应的谱图见图 5，定量限对应的谱图见图 6。

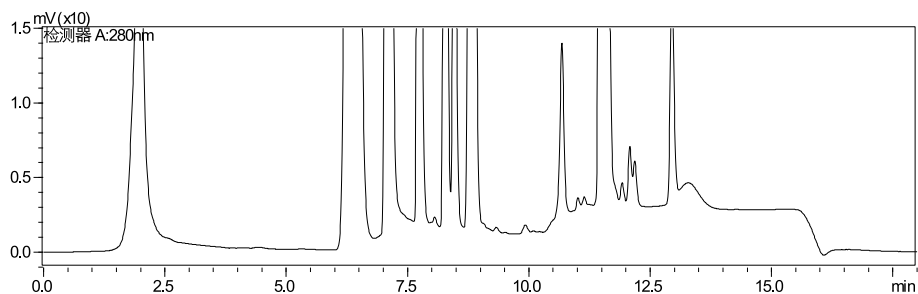


图4 空白香波样品在 280 nm 下的色谱图

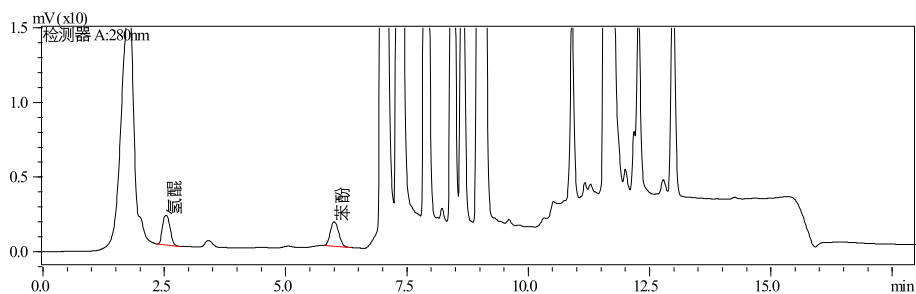


图5 加标香波样品在 280nm 下的色谱图 ($20 \mu\text{g/g}$)

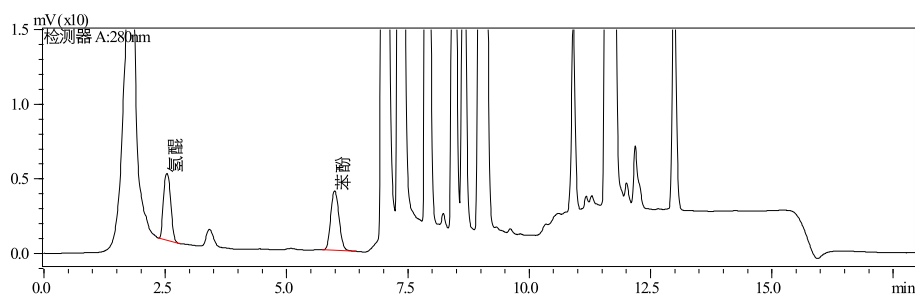


图6 加标香波样品在 280nm 下的色谱图 ($50 \mu\text{g/g}$)

2.5 实际样品分析

实际样品分析结果见表 4。空白香波样品中未检测到氢醌和苯酚。对香波样品 $50 \mu\text{g/g}$ 加标提取两次，回收率合理，平行性良好。

表4 香波中氢醌和苯酚的分析结果

样品名称	氢醌			苯酚		
	加标值 ($\mu\text{g/g}$)	实测值 ($\mu\text{g/g}$)	回收率 (%)	加标值 ($\mu\text{g/g}$)	实测值 ($\mu\text{g/g}$)	回收率 (%)
空白香波	—	—	—	—	—	—
50 $\mu\text{g/g}$ 加标-1	50	52.0	104.0	50	53.1	106.2
50 $\mu\text{g/g}$ 加标-2	50	53.1	106.2	50	52.2	104.4

■ 结论

本文建立了使用岛津 LC-15C 液相色谱测定香波中氢醌和苯酚含量的方法。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 10 mg/L 和 50 mg/L 的标准溶液连续测定 6 次，保留时间相对标准偏差在 0.026% ~ 0.064% 之间，峰面积相对标准偏差在 3.29% ~ 5.57% 之间，仪器精密度良好。香波样品加标考察方法的检出限和定量限，分别在 0.04 μg 和 0.10 μg ，优于《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，香波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 系统能够满足香波中氢醌和苯酚的检测要求。