

高效液相色谱法测定牙膏中的限用防腐剂

LC-290

摘要： 本文建立了一种岛津液相色谱仪 LC-16 测定牙膏中限用防腐剂苯甲酸、山梨酸的方法。苯甲酸、山梨酸在 5 mg/L ~ 100 mg/L 浓度范围内线性良好。对 5 mg/L 混合标准溶液连续 6 次进样，峰面积和保留时间的相对标准偏差分别在 0.92% ~ 0.93% 和 0.05% ~ 0.07% 之间，方法检出限在 0.25-0.32 mg/kg 之间。本文表明使用 LC-16 可以在 25 min 内完成分析，适用于牙膏中苯甲酸、山梨酸含量的测定。

关键词： 高效液相色谱仪 牙膏 苯甲酸 山梨酸

苯甲酸和山梨酸作为两种常见的防腐剂，允许加入牙膏中以抑制微生物的生长。在《GB 22115-2008 牙膏用原料规范》中防腐剂作为限量使用的物质，苯甲酸及其盐类和酯类的总量（以酸计）不超过 0.5%；山梨酸及其盐类（以酸计）不超过 0.6%。

《GB/T 40191-2021 牙膏中限用防腐剂的测定 高效液相色谱法》规定了用高效液相色谱测定苯甲酸、山梨酸含量的方法。

本文使用岛津 LC-16 系统，依据国标规定的分析方法，对牙膏中限用防腐剂苯甲酸、山梨酸进行检测。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津高效液相色谱仪 LC-16，具体配置为：

输液泵：LC-16

手动进样器：7725i

柱温箱：CTO-16L

紫外检测器：SPD-16

控制器：CBM-20Alite

色谱工作站：LabSolutions Essentia

1.2 分析条件液相条件

色谱柱：Shim-pack VP-ODS (250 mm × 4.6 mm I.D., 5 μm) 岛津（上海）实验器材有限公司；P/N: 228-34937-92

流动相：5% 甲醇 -0.02 mol/L 乙酸铵水溶液

柱温：30℃

检测波长：230 nm

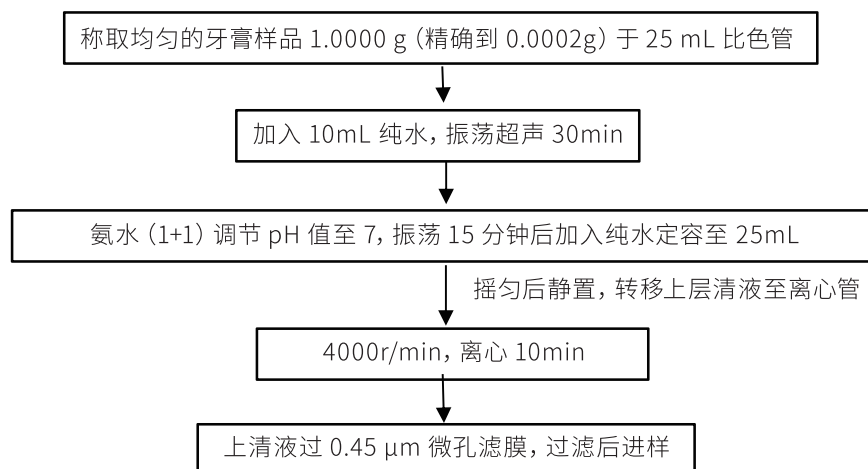
流速：1.0 mL/min

洗脱方式：等度洗脱

进样量：10 μL

■ 样品前处理

标准溶液配置：将 500 mg/L 的混合标准溶液用流动相逐级稀释至浓度为 5,10,20,50,100 mg/L 的标准工作液。参照《GB/T 40191-2021 牙膏中限用防腐剂的测定 高效液相色谱法》中的方法，前处理流程图如下：



■ 结果讨论

3.1 标准样品的色谱图

浓度为 5 mg/L 的混合标准溶液的色谱如图 1 所示。

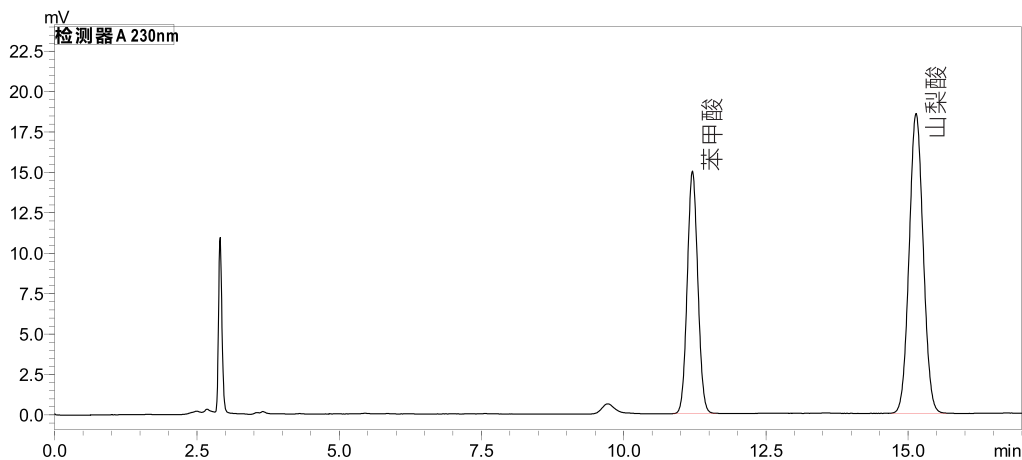


图 1 5 mg/L 混合标准溶液色谱图

3.2 线性关系、检出限与定量限

将浓度为 5,10,20,50,100 mg/L 的混合标准工作液按 1.2 中的分析条件进行测定。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，外标法制作校准曲线，如图 2~3 所示。2 种物质在一定浓度范围内校准曲线线性良好。线性方程、线性范围相关系数见表 1 所示。

以 $S/N=3$ 为检出限， $S/N=10$ 为定量限，测得 2 种物质的检出限与定量限如表 1 所示。

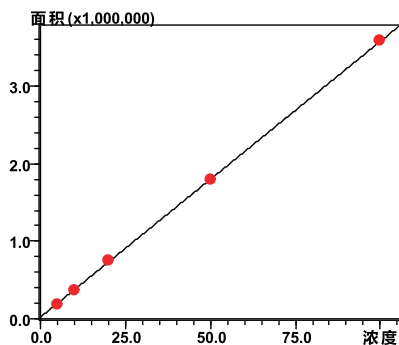


图 2 苯甲酸校准曲线

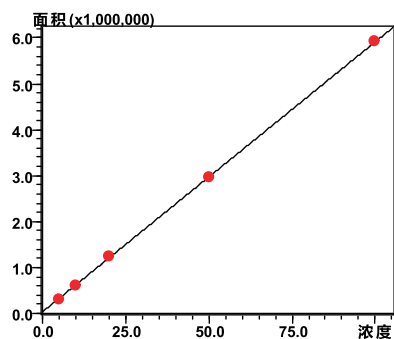


图 3 山梨酸校准曲线

表 1 2 种物质的校准曲线参数与检出限、定量限

No.	名称	CAS 号	校准曲线	相关系数 r	检出限 (mg/L)	定量限 (mg/L)	准确度 %
1	苯甲酸	65-85-0	$Y = (35623.3)X + (19625.9)$	0.9999	0.013	0.039	94.8-102.5
2	山梨酸	110-44-1	$Y = (58785.2)X + (33508.4)$	0.9999	0.010	0.032	94.6-102.5

3.3 精密度实验

对浓度为 5 mg/L 的混合标准溶液连续 6 次进样，2 个标准品的峰面积和保留时间的相对标准偏差分别在 0.92% ~ 0.93% 和 0.05% ~ 0.07% 之间，仪器精密度良好。

3.4 实际样品分析及回收率实验

将所建立的分析方法用于实际样品分析，检测牙膏样品。按照国标要求，在添加质量分数为 5.0 mg/kg-100 mg/kg 的范围内，分别选择添加浓度为 5.0 mg/kg、20 mg/kg、100 mg/kg 的标准溶液，按 2 中描述的前处理方法对加标样品进行测试，牙膏样品和牙膏样品加标的色谱图如图 4 所示，加标回收率结果见表 2。

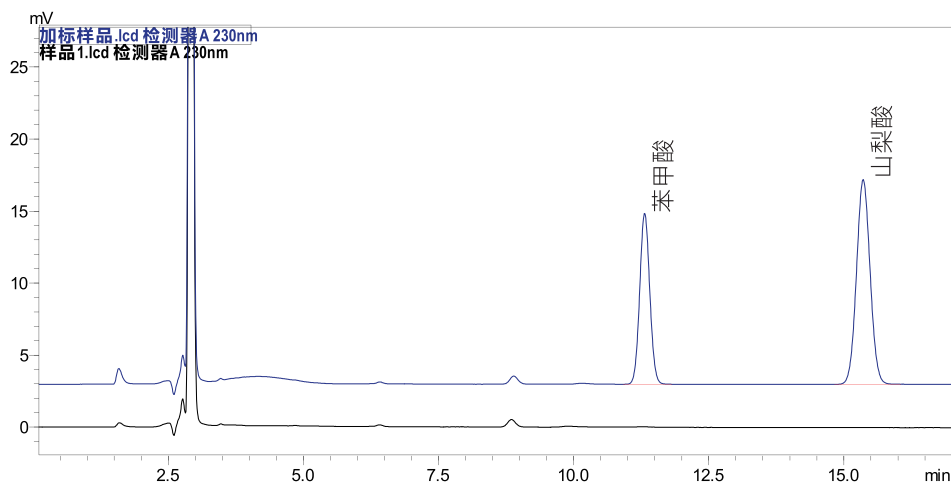


图 4 牙膏样品和牙膏样品加标色谱图

表 2 牙膏样品检测与加标回收结果

编号	名称	测定结果 (mg/kg)	加标样品					
			加标浓度 (mg/kg)	回收率 %	加标浓度 (mg/kg)	回收率 %	加标浓度 (mg/kg)	回收率 %
1	苯甲酸	N.D.	5.0	103.5	20.0	95.5	100.0	101.0
2	山梨酸	N.D.	5.0	101.5	20.0	95.2	100.0	99.3

注：N.D. 未检出

■ 结论

依据《GB/T 40191-2021 牙膏中限用防腐剂的测定 高效液相色谱法》，建立了一种使用岛津高效液相色谱仪 LC-16 测定牙膏中苯甲酸、山梨酸的方法。方法学结果显示，连续 6 次进样峰面积和保留时间的相对标准偏差分别在 0.92%~0.93% 和 0.05%~0.07% 之间，仪器精密度良好。考察了浓度为 5 mg/kg、20 mg/kg 和 100 mg/kg 样品加标，其回收率范围在 95.2~103.5% 之间，苯甲酸、山梨酸的方法检出限分别在 0.25 mg/kg 和 0.32 mg/kg。该方法可为相关从业人员提供参考。

岛津应用云

