

# 高效液相色谱法测定牙膏中氯己定等 5 种杀菌剂

LC-472

**摘要：**本文参考 GB/T 38741-2020《口腔清洁护理用品 牙膏中氯己定、呋喃西林、双氯芬酸、氯二甲酚、己脒定二（羟乙基磺酸）盐 5 种杀菌剂含量的测定》，使用岛津液相色谱仪 Essentia LC-16，建立了口腔清洁护理用品中 5 种杀菌剂检测方法。在 0.5-50 mg/L 浓度范围内，校准曲线相关系数在 0.999 以上，线性良好。取浓度为 1 mg/L 标准溶液连续 6 次进样，峰面积 RSD% 为 0.15%-1.42%，仪器重复性良好。加标回收率测试中，加标浓度为 1、10、50 mg/kg，回收率在 99%-104% 之间，3 次平行加标实验相对标准偏差均不超过 4.64%，完全满足检测的要求。

**关键词：**液相色谱法 口腔清洁护理用品 牙膏 杀菌剂

## 技术特点：

❖ 该法灵敏度高，检测限和定量限优于标准 8 倍以上。

呋喃西林等 5 种杀菌剂是口腔清洁用品中常见的 5 种杀菌剂，具有广谱抑菌、杀菌作用，因其卓越的抗菌性能，常被添加于漱口水、牙膏等口腔清洁产品中，用于预防和治疗诸如牙龈炎、牙周炎等各类口腔疾病，深受市场青睐。

随着口腔清洁护理用品市场的不断发展和消费者健康意识的提高，对杀菌剂检测的要求也日益严格。

因此，对口腔清洁用品中杀菌剂的检测是十分必要的。

本文参考 GB/T 38741-2020《口腔清洁护理用品 牙膏中氯己定、呋喃西林、双氯芬酸、氯二甲酚、己脒定二（羟乙基磺酸）盐 5 种杀菌剂含量的测定》，采用岛津液相色谱仪 Essentia LC-16，建立了 5 种杀菌剂的检测方法，供相关检测人员参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本文使用岛津 Essentia LC-16 液相色谱仪，配置信息如下：

系统控制器：	CBM-20Alite	脱气机：	DGU-20A5R
输液泵：	LC-16 × 2	自动进样器：	SIL-16
柱温箱：	CTO-16L	检测器：	SPD-16
色谱工作站：	LabSolutions Essentia V.5.98		

### 1.2 分析条件

色谱柱：ShimNex CS C18 (250 mm × 4.6 mm I.D., 5 μm, 岛津(上海)实验器材有限公司, P/N: 380-01230-01)

流动相：A-0.1% 三氟乙酸 - 水；B-0.1% 三氟乙酸 - 乙腈

进样体积：20 μL 柱温：30°C

流速：1.0 mL/min

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始比例 40%，时间程序如表 1 所示。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time (min)	Module	Command	Value
2	Pumps	Pump B Conc	40
9	Pumps	Pump B Conc	65
25	Pumps	Pump B Conc	98
28	Pumps	Pump B Conc	98
28.1	Pumps	Pump B Conc	40
38	Controller	Stop	

## ■ 样品前处理

样品处理：称取样品 1 g，于 15 mL 离心管中，精密加入 1% 甲酸甲醇 - 水（甲醇：水 =80:20）混合溶液 5 mL，涡旋 1 min，超声提取 15 min，冷却至室温，定容至 10 mL 后过滤后上机。

标准储备溶液的配制 (1000 mg/L)：准确称取 10 mg 己脒定二（羟乙基磺酸）盐标准品，溶解至 10 mL 水中，即得 1000 mg/L 标准储备液。准确称取 10 mg 氯己定、呋喃西林、双氯芬酸、氯二甲酚标准品，分别溶解至 10 mL 甲醇中，即得 1000 mg/L 标准储备液。

混合标准中间工作液的配制 (100 mg/L)：分别取氯己定、呋喃西林、双氯芬酸、氯二甲酚、己脒定二（羟乙基磺酸）盐各 1 mL，用甲醇稀释至 10 mL。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准品色谱图

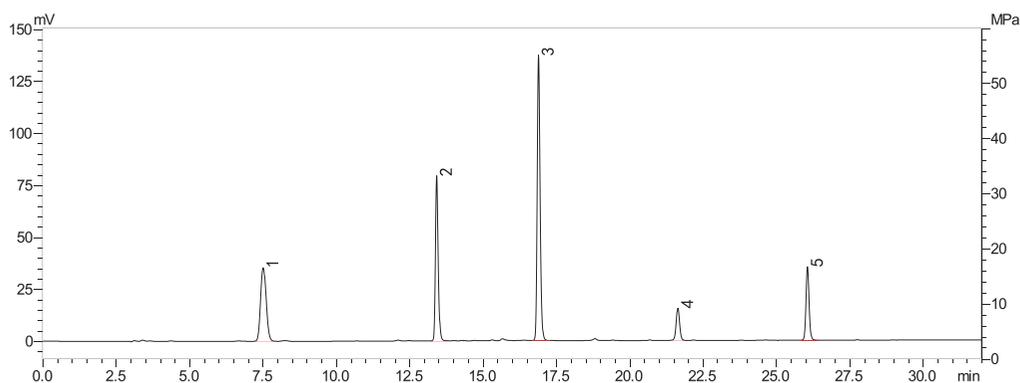
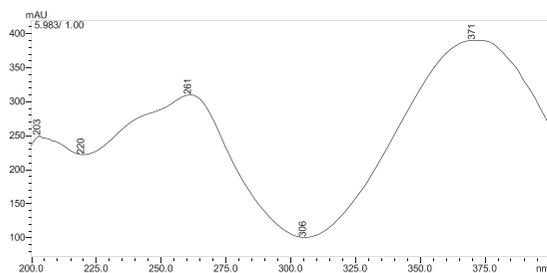
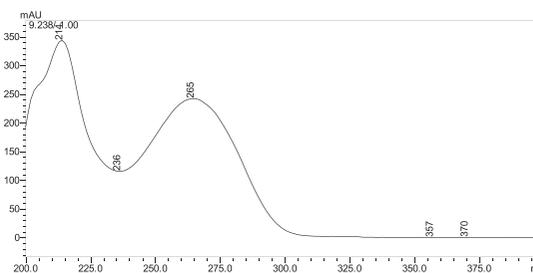


图 1 5 种抗菌剂标准溶液色谱图 (10 mg/L)

(1. 呋喃西林; 2. 己脒定二（羟乙基磺酸）盐; 3. 氯己定; 4. 氯二甲酚; 5. 双氯芬酸)



呋喃西林



己脒定二（羟乙基磺酸）盐

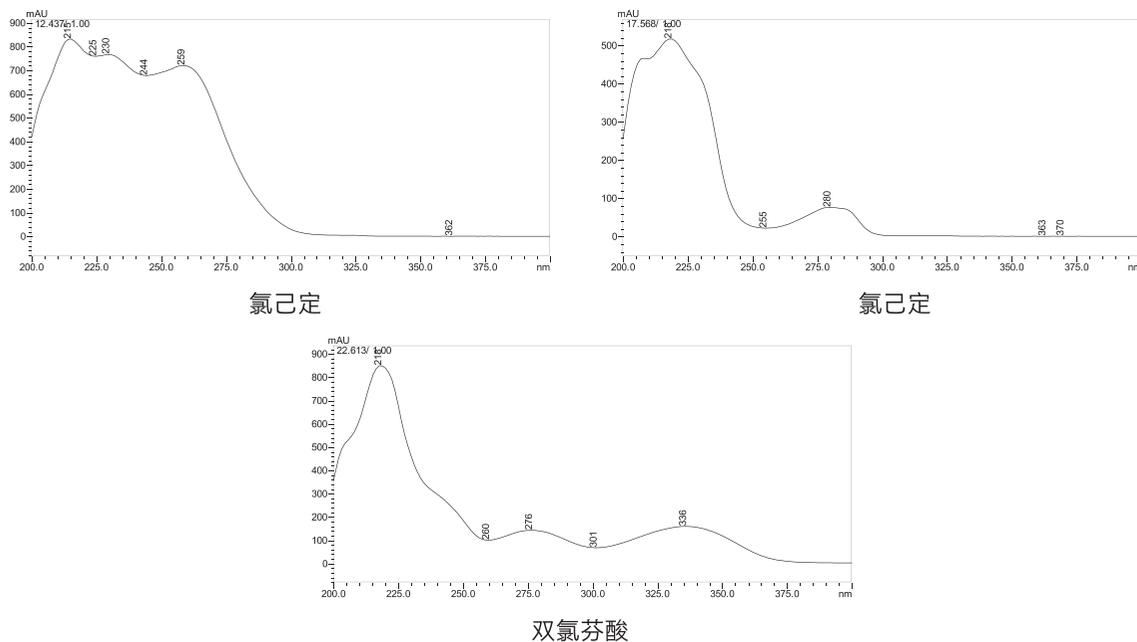


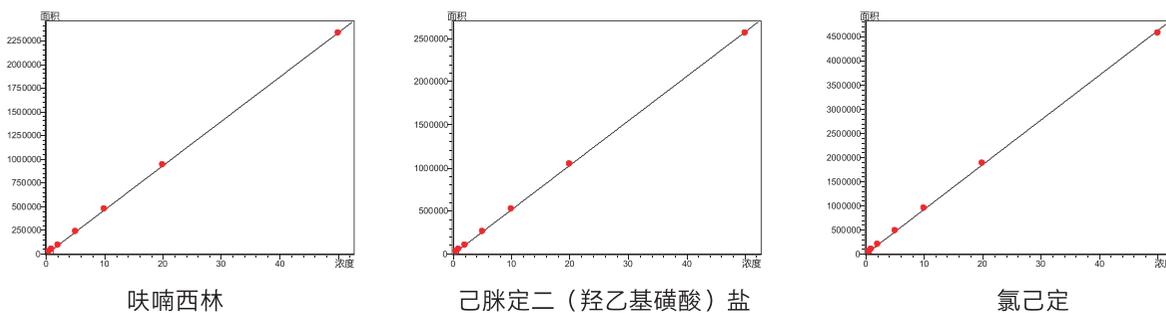
图 2 5 种抗菌剂标准溶液光谱图

表 2 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	呋喃西林	Furacilin	59-87-0	7.509
2	己脒定二(羟乙基磺酸)盐	Hexamidediisethionate	659-40-5	13.437
3	氯己定	Chlorhexidine	55-56-1	16.918
4	氯二甲酚	Chloroxylenol	88-04-0	21.648
5	双氯芬酸	Diclofenac	644-62-2	26.069

### 3.2 校准曲线

取 2 中配制得到的混合标准中间工作液，用 1% 甲酸甲醇水混合液配制系列浓度为 0.5、1、2、5、10、20、50 mg/L 的标准曲线溶液，进样分析。以各目标物浓度为横坐标，目标物峰面积为纵坐标，外标法绘制校准曲线。所得校准曲线线性良好，线性相关系数  $r$  大于 0.999，曲线结果如图 3 所示，定量限、检出限如表 3 所示。



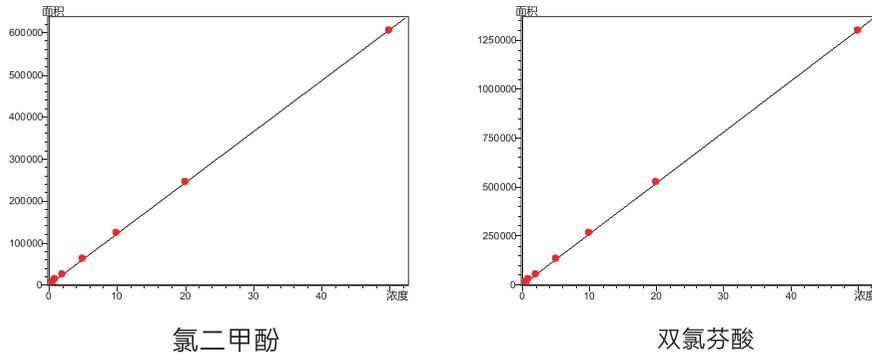


图3 5种抗菌剂校准曲线

表3 校准曲线参数

No.	化合物名称	线性范围 (mg/L)	相关系数 (r)	准确度 (%)	检测限 (mg/kg)	定量限 (mg/kg)
1	呋喃西林	0.5-50	0.999	97.1-102.6	0.2	0.6
2	己脒定二(羟乙基磺酸)盐	0.5-50	0.999	95.5-101.7	0.1	0.3
3	氯己定	0.5-50	0.999	92.9-102.9	0.03	0.1
4	氯二甲酚	0.5-50	0.999	95.0-102.1	0.4	1.3
5	双氯芬酸	0.5-50	0.999	96.6-101.8	0.2	0.6

### 3.3 重复性测试及回收率测试

取浓度为 1 mg/L 的标准溶液连续 5 次进样，考察重复性。保留时间 RSD% 为 0.1%-0.25%，峰面积 RSD% 为 0.15-1.42%，重复性良好。取牙膏样品进行加标实验，加标浓度分别为 5、10、50 mg/kg，重复 3 次，按 2 中样品前处理后进行上机分析。三次平行测定结果结果见表 4，加标回收率在 99%-105% 之间。

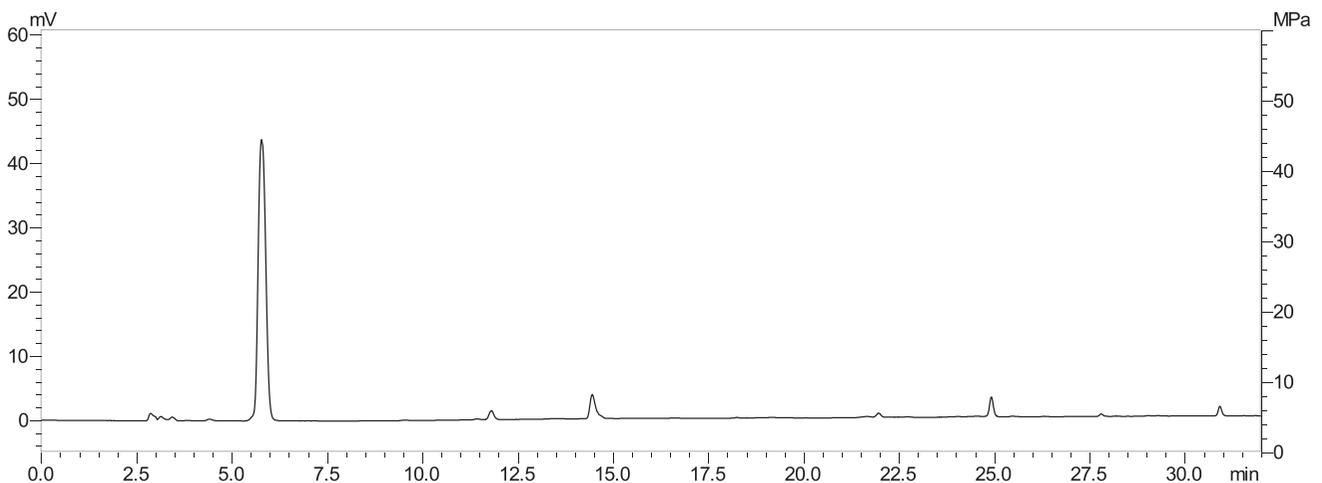


图4 牙膏样品色谱图

表 4 重复性结果 (n=5) 及回收率结果 (n=3)

No.	化合物名称	标准溶液 (1 mg/L)		样品浓度 (mg/kg)	加标浓度 (mg/kg)	平均回收率 (%)	RSD (%)
		保留时间 RSD(%)	峰面积 RSD(%)				
1	呋喃西林	0.12	1.42	N.D.	5	101	1.13
					10	102	0.06
					50	101	0.11
2	己脒定二 (羟乙基磺酸) 盐	0.25	0.37	N.D.	5	99	4.64
					10	103	0.11
					50	101	0.07
3	氯己定	0.14	0.15	N.D.	5	99	1.17
					10	104	0.09
					50	100	0.07
4	氯二甲酚	0.10	0.79	N.D.	5	99	2.32
					10	105	0.75
					50	101	0.1
5	双氯芬酸	0.10	0.18	N.D.	5	103	2.19
					10	102	0.06
					50	101	0.04

注: N.D. = Not Detected

## ■ 结论

本文依据国家标准 GB/T 38741-2020《口腔清洁护理用品 牙膏中氯己定、呋喃西林、双氯芬酸、氯二甲酚、己脒定二(羟乙基磺酸)盐 5 种杀菌剂含量的测定》，采用岛津液相色谱仪 Essentia LC-16，建立了一种用于检测口腔清洁护理用品中 5 种杀菌剂含量的方法。经验证，该方法的线性关系良好，精密度高，回收率满意，完全符合测定要求，可为相关检测人员提供可靠的参考依据。

岛津应用云

