

气相色谱法测定化妆品中防腐剂苯甲醇含量

GC-290

摘要： 本文采用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪，参照国家标准 GB/T24800.11-2009《化妆品中防腐剂苯甲醇的测定 气相色谱法》，建立了化妆品中苯甲醇的检测方法。在 100~500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内，苯甲醇的线性关系良好，相关系数为 0.9997。取浓度为 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液，连续进样 6 次，苯甲醇峰面积的相对标准偏差为 0.28%，重复性良好。回收率实验中，苯甲醇平均回收率在 96~101% 之间。该方法稳定、可靠，可为化妆品中苯甲醇含量的检测作参考。

关键词： 气相色谱仪 苯甲醇 化妆品

技术特点：

- ❖ 前处理简单，可操作性强。
- ❖ 满足国标 GB/T24800.11-2009《化妆品中防腐剂苯甲醇的测定 气相色谱法》各项检测要求。

苯甲醇作为一种防腐剂，具有中等抗菌活性，可以抑制革兰阳性菌、霉菌、真菌和酵母菌，且价格低廉，因此被广泛应用于化妆品工业中。然而，苯甲醇具有一定刺激性与毒性，过量使用将对消费者的眼睛、上呼吸道、皮肤产生刺激等不良作用。近年来的报道发现，为了达到足够的防腐效果，存在化妆品中加入过量的情况，所以受到各国的限制，我国对苯甲醇也作了明文规定，在国务院批准颁布的化妆品卫生管理条例及其实施细则中规定，苯甲醇作为限用物质使用，含量不得超过 1%。

苯甲醇的测定，现已经成为化妆品实验室检测中的重要项目。化妆品中防腐剂的检测方法常采用高效液相色谱法，但苯甲醇与一些其他的化妆品成分容易出现峰重合的问题，不能达到良好的分离效果。

本文利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪，参考国家标准 GB/T24800.11-2009《化妆品中防腐剂苯甲醇的测定 气相色谱法》，建立了化妆品中苯甲醇检测方法。方法稳定性好，可为化妆品中苯甲醇的检测提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2010 Pro

HS-10 顶空自动进样器

1.2 分析条件：

色 谱 柱：SK-5, 30m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

柱 温 程 序：90 $^{\circ}\text{C}$ (3 min)_50 $^{\circ}\text{C}$ /min_280(5 min)

载 气：氮气

进 样 口 温 度：280 $^{\circ}\text{C}$

色 谱 柱 流 量：1 mL/min

进 样 方 式：分流进样

分 流 比：50:1

进 样 量：1 μL

检 测 器：FID

检 测 器 温 度：300 $^{\circ}\text{C}$

空 气 流 量：400 mL/min

氢 气 流 量：40 mL/min

尾 吹 气 流 量：30 mL/min

■ 样品前处理

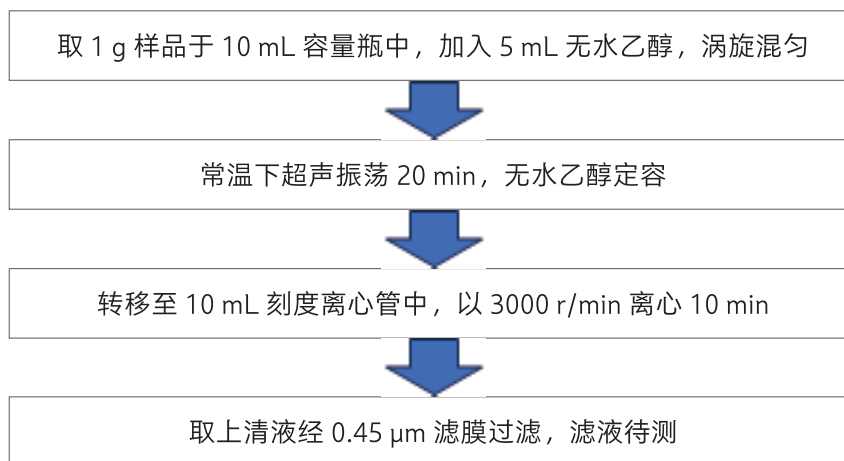


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准样品分析色谱图

苯甲醇标准溶液色谱图如下图所示。

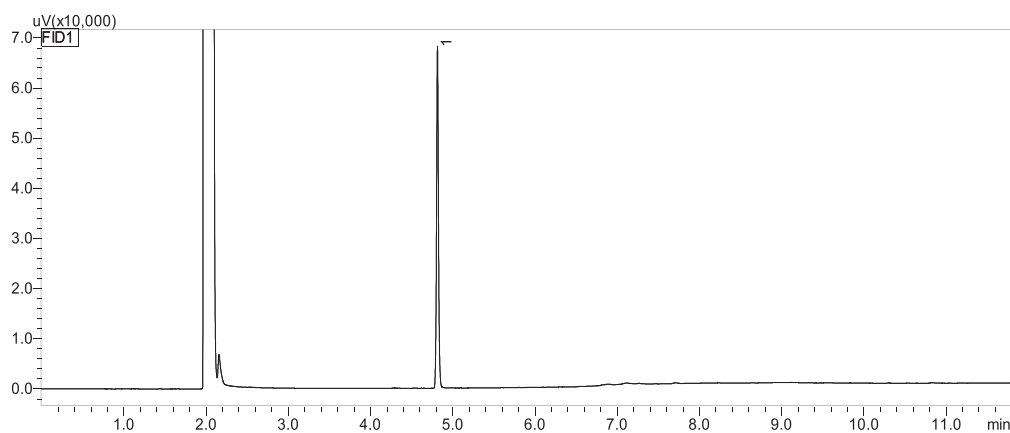


图 2 苯甲醇标准品溶液色谱图 (300 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

表 1 化合物信息表

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	苯甲醇	Benzyl Alcohol	100-51-6	4.820

3.2 标准曲线和检出限

用无水乙醇配制浓度分别为 100、200、300、400 和 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的苯甲醇标准系列溶液。经 GC 测试，以苯甲醇浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，建立标准曲线，标准曲线见图 3。以浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液数据计算得到苯甲醇仪器检出限 ($S/N=3$)，具体结果见表 2。

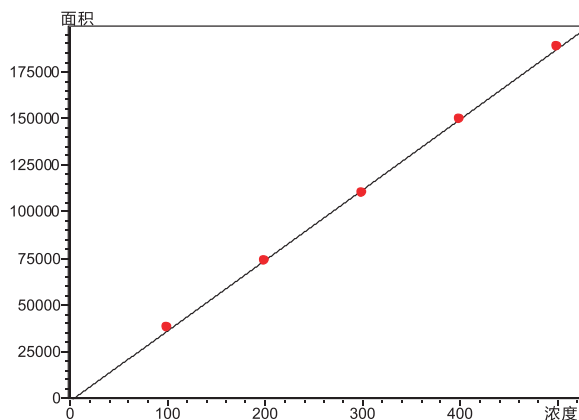


图3 苯甲醇标准曲线

表2 标准曲线信息及检出限

No.	化合物名称	线性方程	相关系数 R	检出限 (µg/mL)
1	苯甲醇	$Y=378.415X-1747.35$	0.9997	0.61

3.3 重复性测试

取浓度为 200 µg/mL 的苯甲醇标准溶液，连续进样分析 6 次，进行重复性测试，结果见表 3。

表3 重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	苯甲醇	73515	73558	73322	73021	73175	73342	0.28%

3.4 样品及回收率测试

取某品牌化妆品样品，按上述前处理方式进行操作并上机分析，该样品中未检出苯甲醇，样品色谱图见图 4 所示。

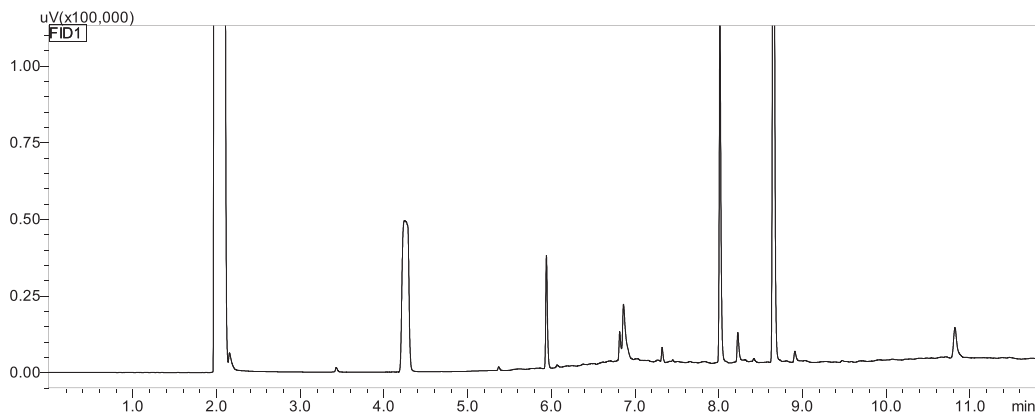


图4 某化妆品样品色谱图

以该样品为空白，分别添加一定浓度的苯甲醇标准品溶液，按上述前处理方法提取定容，添加浓度分别为 2.0 g/kg、3.0 g/kg 和 4.0 g/kg，制备三个水平的加标样品，每个水平平行 3 份，进行加标回收率实验。结果见表 4 所示。

表 4 回收率实验结果 (n=3)

No.	加标浓度 (g/kg)	回收率 1 (%)	回收率 2 (%)	回收率 3 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	2.0	97.04	97.18	96.90	97.04	0.14
2	3.0	98.38	97.54	97.88	97.93	0.43
3	4.0	99.80	100.22	100.21	100.08	0.24

■ 结论

本文参考国标 GB/T 24800.11-2009《化妆品中防腐剂苯甲醇的测定 气相色谱法》，利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪，建立了化妆品中苯甲醇的检测方法。苯甲醇在 100~500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的浓度范围内，线性相关系数 R 为 0.9997，线性关系良好。取浓度为 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准品溶液进行 6 次，苯甲醇峰面积 RSD 为 0.28%，重复性良好。加标回收率实验中，苯甲醇平均回收率在 96~101%，满足国标测试要求。该方法适用于化妆品中苯甲醇的含量测定。

岛津应用云

