

化妆品中防腐剂的HPLC测定方法

■ 说明

防腐剂是指可以阻止微生物生长的物质。防腐剂的过量使用会导致皮肤过敏和皮肤刺激，甚至引起化妆品过敏性皮炎及人体毒性反应。世界各国对化妆品使用的防腐剂都有明确的法规。根据美国食品与药品监督管理局(FDA)与美国化妆品、香料协会(CTFA)出版物报道，在化妆品中应用的化学防腐剂总共有110~120种之多。由于防腐剂种类繁多且均有一定毒性，因此，我国化妆品卫生规范视其为限用物质，《化妆品卫生规范》中列出了55种化妆品组分中规定使用的防腐剂及其最大允许使用浓度、使用范围和标签上必须标印的注意事项。

■ 对照品

1、甲基异噻唑啉酮盐酸盐 2、溴硝丙醇 3、甲基氯异噻唑啉酮 4、苯氧基乙醇 5、苯甲醇 6、对羟基苯甲酸甲酯 7、苯甲酸 8、对羟基苯甲酸乙酯 9、对羟基苯甲酸丙酯 10、对羟基苯甲酸丁酯 11、对羟基苯甲酸异丁酯

■ 分析条件

仪器：岛津Prominence LC-20A液相色谱仪

色谱柱：Shim-Pack VP-ODS柱, 4.6×150mm

流动相：0.05mol/L磷酸二氢钠：(甲醇+乙腈=35+15)=55:45，添加氯化十六烷三甲铵至最终浓度为2mmol/L，并用磷酸调pH至3.5。

流速：1.0mL/min

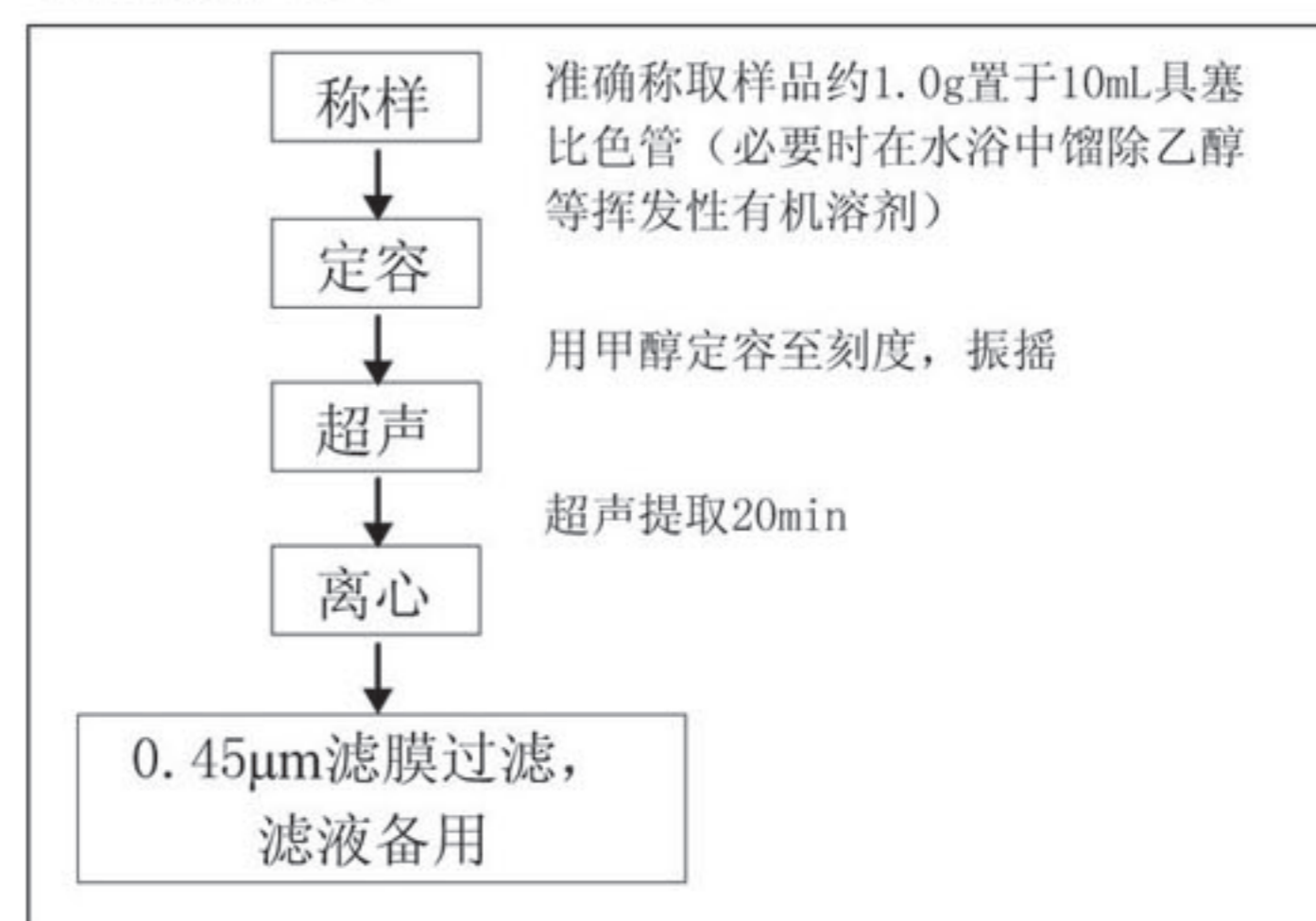
柱温：室温

检测器：二极管阵列检测器、甲基氯异噻唑啉酮和甲基异噻唑啉酮在280nm检测，其他成分在254nm检测。

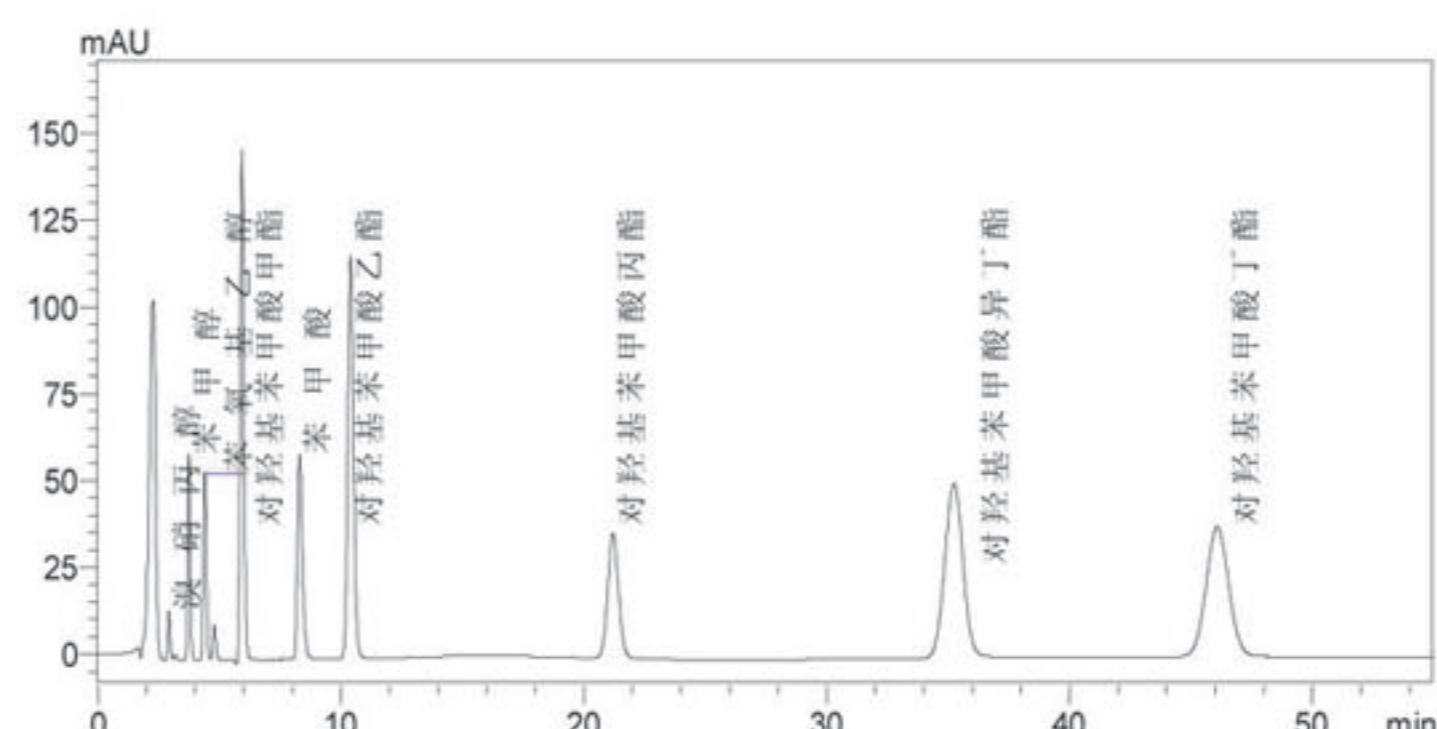
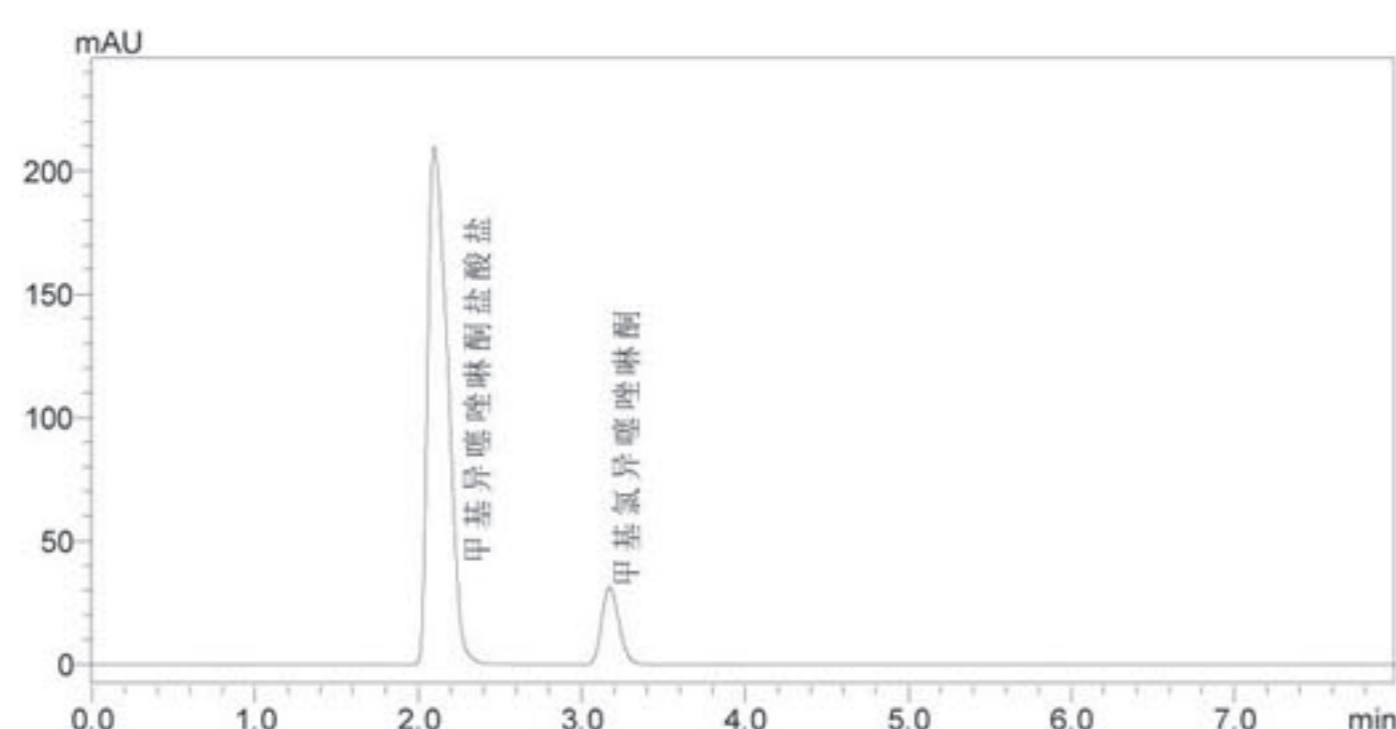
■ 试剂

甲醇、磷酸二氢钠、乙腈、氯化十六烷三甲铵

■ 样品前处理



■ 标准品色谱图



■ 重复性实验结果 (n=6)

序号	化合物名称	峰面积1	峰面积2	峰面积3	峰面积4	峰面积5	峰面积6	RSD%
1	甲基异噻唑啉酮盐酸盐	1749035	1716007	1748562	1778328	1770024	1768813	1.28
2	溴硝丙醇	229044	228982	229459	230169	230547	229859	0.27
3	甲基氯异噻唑啉酮	228227	223630	227690	231568	230719	230530	0.03
4	苯甲醇	83175	835631	836202	830596	834299	835222	0.27
5	苯氧基乙醇	912746	912925	912690	913578	912967	913107	0.03
6	对羟基苯甲酸甲酯	3147497	3151920	3155670	3152588	3150818	3146318	0.11
7	苯甲酸	1662583	1664078	1664030	1663519	1661189	1660050	0.09
8	对羟基苯甲酸乙酯	3701115	3704228	3703453	3704065	3701357	3700557	0.51
9	对羟基苯甲酸丙酯	2384579	2386911	2387678	2383998	2382968	2384792	0.07
10	对羟基苯甲酸异丁酯	5271679	5277814	5277691	5274167	5264679	5267322	0.10
11	对羟基苯甲酸丁酯	4688237	4695036	4695437	4695305	4690187	4690478	0.06

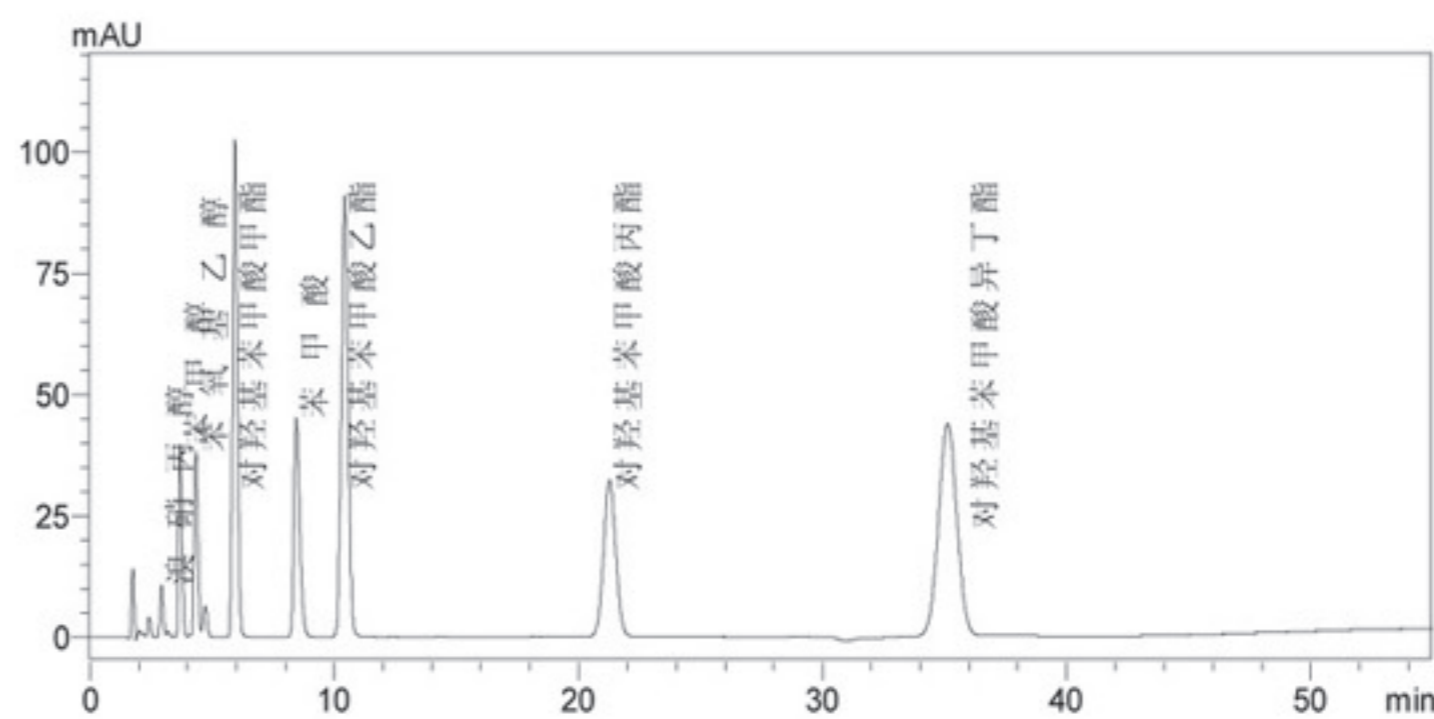
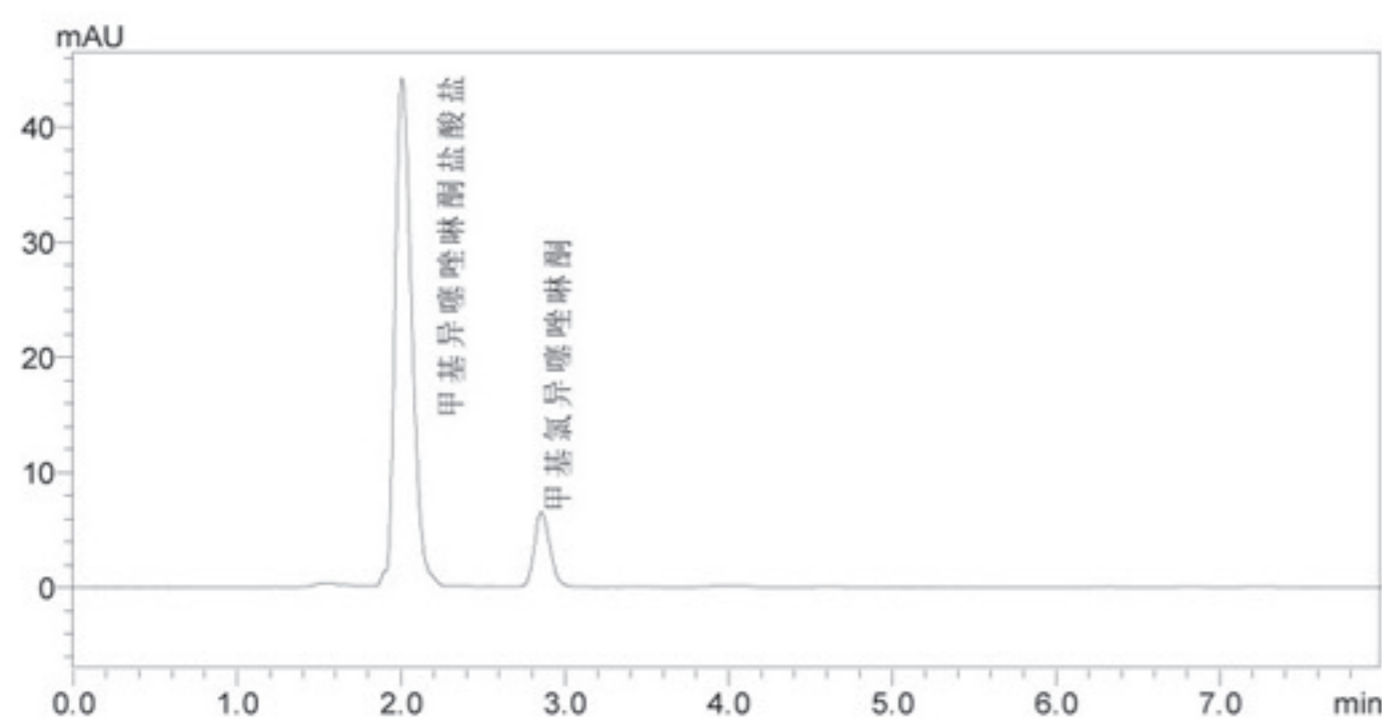
■ 方法检出限

序号	化合物名称	检出限(μg/g)
1	甲基异噻唑啉酮盐酸盐	0.8
2	溴硝丙醇	125.0
3	甲基氯异噻唑啉酮	1.2
4	苯甲醇	25.0
5	苯氧基乙醇	20.0
6	对羟基苯甲酸甲酯	2.0
7	苯甲酸	20.0
8	对羟基苯甲酸乙酯	2.0
9	对羟基苯甲酸丙酯	5.0
10	对羟基苯甲酸异丁酯	12.5
11	对羟基苯甲酸丁酯	12.5

■ 分析结果

序号	化合物名称	保留时间(min)	含量(mg/L)
1	甲基异噻唑啉酮盐酸盐	2.003	35.03
2	溴硝丙醇	2.918	86.70
3	甲基氯异噻唑啉酮	2.853	5.70
4	苯甲醇	3.688	228.03
5	苯氧基乙醇	4.329	94.64
6	对羟基苯甲酸甲酯	5.622	55.13
7	苯甲酸	8.444	92.36
8	对羟基苯甲酸乙酯	10.424	7.64
9	对羟基苯甲酸丙酯	19.621	57.36
10	对羟基苯甲酸异丁酯	34.909	28.09

■ 样品实际分析色谱图



■ 结论

在上述色谱系统条件下, 11种防腐剂的保留时间合适, 峰形对称, 理论塔板数和分离度均符合测定要求, 重复多次进样峰面积的相对标准偏差均 $<2\%$ 。测定某晚霜样品结果表明, 该色谱条件适用于化妆品中防腐剂的测定。