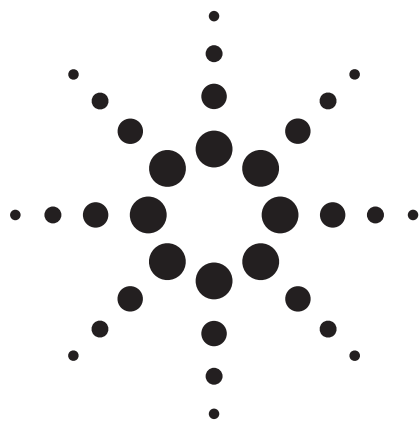




使用反相 HPLC 分离苯甲酸类防腐剂 应用

食品、饮料和化妆品

作者

Coral Barbas and Javier Rupérez
Facultad de CC Experimentales y de la Salud, Universidad San
Pablo-CEU
Urbanización Montepríncipe
Boadilla del Monte, 28668 Madrid
Spain

Andre Dams*
Agilent Technologies, Inc.
Amstelveen
The Netherlands

Ronald E. Majors
Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808-1610
USA

*现地址:
Andre Dams
Analytical Consultancy, Amstelveen
The Netherlands

摘要

本文介绍了方便快速的苯甲酸类防腐剂分析方法，它是通过反相 HPLC 和 ZORBAX Eclipse XDB-C18 快速分离色谱柱实现的。

引言

防腐剂是一类化学试剂，常用于防止食品、饮料和化妆品中的细菌生长。苯甲酸类防腐剂（对羟基苯甲酸酯类）的应用最为广泛。19 世纪 30 年代人们研发了

这类防腐剂用来保持奶油的稳定。由于能够同时作为化妆品和食品防腐剂，而且价格便宜，由苯甲酸衍生而来的合成的苯甲酸甲酯、乙酯和丙酯被公认为有效和经济的防腐剂。估计 99% 的化妆品和身体护理类产品中含有某种苯甲酸类防腐剂。苯甲酸甲酯和丙酯被公认为安全物质 (GRAS)。然而，最近由于在肿瘤组织尤其是胸腔组织中发现了这些物质，这一防腐剂体系开始出现了问题。

药物科学杂志 (Journal of Pharmaceutical Science) 的一项研究揭示，6 名婴儿在接受含有苯甲酸防腐剂的多剂量庆大霉素制剂后，尿样中的苯甲酸含量最高可达 82.6%。

英国的布鲁内尔大学 (Brunel University) 生物和生物化学系的研究人员发现，对于苯甲酸类，最值得关注的是其对实验动物的类雌激素作用。另外，在一些疫苗中也用作防腐剂的 2-苯氧乙醇 (2PX)，有时也与苯甲酸类联合使用。苯甲酸类混合物具有广谱抑菌的优点，可以降低库存量水平，节约成本。处理一份足够量的液体比几份少量的粉末或液体更为方便。英国利兹 Horsforth 的 Clariant Ltd 公司有一种产品 Phenonip，是苯甲酸混合物的 2PX 溶液。该产品可能是最有名的苯甲酸混合物，经常被仿制。

食品和化妆品中存在哪些种类的苯甲酸类防腐剂，以及如何痕量水平下进行分析，这是很有意义的。HPLC 就是一种分离和分析这类物质的理想方法。



Agilent Technologies

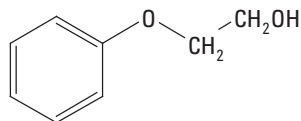
化学性质

2PX 和苯甲酸类化合物的结构见表 1。由于苯环的存在，这些化合物在极低的浓度下均能被紫外检出。因为不含离子性的官能团，这些化合物被认为是亲脂性的。因此，可以预见，这类化合物可能在脂肪组织中蓄积。苯甲酸酯类在水中微溶，溶解度随着酯的碳链长度增加而降低。例如，苯甲酸甲酯在 20℃ 时的溶

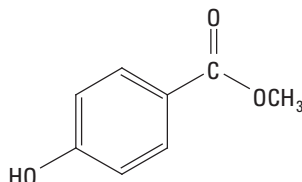
解度为 0.25% (w/w)，而苯甲酸丁酯的溶解度仅为 0.02% (w/w)。绝大多数苯甲酸酯类易溶于乙醇、丙酮、乙醚和许多其他有机溶剂。由于这一溶解特性，非常适合应用反相色谱法 (RPC) 进行分离。在色谱文献中可以看到许多有关苯甲酸酯类反相分离方法的报道 [1-4]。

表 1. 防腐剂的化学结构和浓度

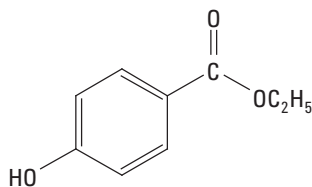
2PX: 2-苯氧乙醇



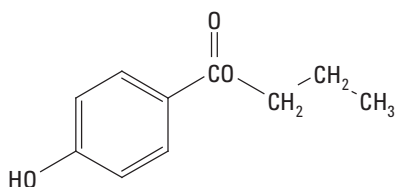
MEP: 对羟基苯甲酸甲酯



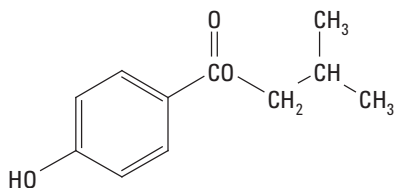
ETP: 对羟基苯甲酸乙酯



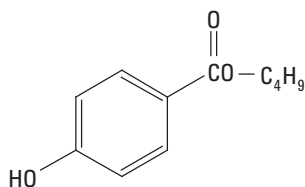
PRP: 对羟基苯甲酸丙酯



IBP: 对羟基苯甲酸异丁酯



BTP: 对羟基苯甲酸丁酯



色谱条件

色谱柱:	ZORBAX Eclipse XDB-C18 快速分离色谱柱, 4.6 mm × 150 mm, 3.5 μm	
流动相:	溶剂 A: 水 溶剂 B: 甲醇	
梯度:	时间	甲醇 %
	0	38
	5	38
	6	60
	16	60
	17	62
	20	38
流速:	0.8 mL/分钟	
柱温:	40 °C	
检测器:	UV 254 nm	
进样量:	5 μL	

结果与讨论

苯甲酸类混合物中各组分及 2PX 的分离情况如图 1 所示。

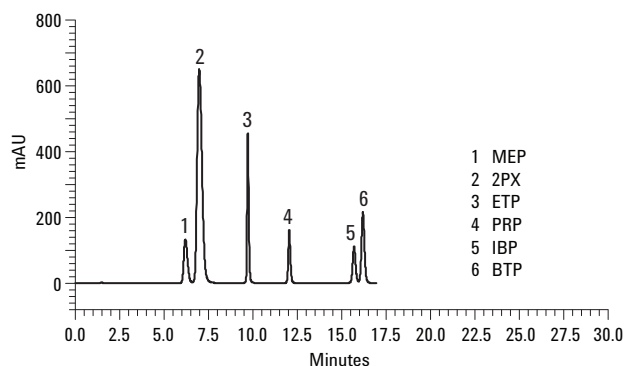


图 1. 防腐剂的反相 HPLC 分离结果

样品制备只涉及甲醇对样品混合物的溶解。所有组分达到基线分离。在其它色谱柱中, MEP 和 2PX 以及 IBP 和 BTP 通常很难分离, 尤其是在如此短的分析时间内 (16 分钟)。本方法可重现, 并且具有良好的分离效能。

结论

使用反相 HPLC 和 ZORBAX Eclipse XDB-C18 快速分离色谱柱 (4.6 mm × 150 mm, 3.5 μm) 能够方便快速地进行苯甲酸类防腐剂的 analysis。

参考文献

1. Robert Ricker, "High-Speed Separation of Parabens", Agilent Technologies, publication 5988-6356EN www.agilent.com/chem.
2. M. Borremans, J. van-Loe, P. Roos, and L. Goeyens, (2004) *Chromatographia*, **59**(1-2), 47-53.
3. E. Marengo, M.C. Gennaro, and V. Gianotti, (2001) *J. Chromatogr. Sci.*; **39**(8), 339-344.
4. J. E. Koundourellis, E. T. Malliou, and T. A. Broussali, (2000) *J. Pharm. Biomed. Anal.*, **23**(2-3), 469-475.

更多信息

有关产品和服务的更多信息, 请访问我们的网站 www.agilent.com/chem/cn。

安捷伦公司对本材料中可能有的错误或有关装备、性能或使用这一材料而带来的偶然或间接伤害不负任何责任。

本材料中的信息、说明和指标，如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技公司版权所有，2005

中国印刷
2005 年 12 月 16 日
5989-3635CHCN



Agilent Technologies