

# 离子色谱-柱后衍生紫外检测化妆品中 溴酸盐的含量

郑洪国 李仁勇 王海波 韩春霞 李静  
赛默飞世尔科技(中国)有限公司

禹重科技® ÜZONGLAB

**关键词:** 离子色谱; 紫外检测; 柱后衍生; IonPac AS19; 化妆品; 溴酸盐

**Key words:** Ion chromatography; UV; post-column derivatization; cosmetic; IonPac AS19; bromate

## 引言

溴酸钾对皮肤、眼睛和粘膜具有一定的刺激性,《化妆品卫生规范》(2007版)中明令禁止添加。AOAC 956.03<sup>[1]</sup>标准方法中采用碘-淀粉显色,硫代硫酸钠返滴定法定量测定了小麦粉和面粉中溴酸盐的含量,方法操作较为繁琐,且容易受到样品中具有氧化还原能力的物质的干扰,造成检测结果假阳性。GB/T 5750.10-2006推荐以抑制电导-离子色谱法直接测定饮用水中溴酸盐的含量<sup>[2]</sup>。化妆品中添加了各类保湿剂、防腐剂,对滴定法和直接电导-离子色谱法的检测结果产生了较多未知干扰,增加了溴酸盐的检测难度。梁春穗等<sup>[3]</sup>以邻二甲基联苯盐酸盐为衍生试剂,柱后衍生-离子色谱法测定了面粉中溴酸盐的含量,取得了良好的分离检测效果,具有选择性好,灵敏度高等特点,但衍生试剂对人体具有一定的危害性。

本研究建立了柱后衍生-离子色谱测定化妆品中溴酸盐的方法,方法选用对人体无害的无机试剂,使用AMMS在线产生衍生反应所需衍生试剂,对溴酸盐具有独特的选择性,消除了样品基体对溴酸盐的干扰。

## 测试条件

仪器: ICS 2000系统; VWD紫外检测器; PC-10柱后衍生装置; 375 $\mu$ L衍生反应管; TCC柱温箱;

分析柱: IonPac AS23, 250 $\times$ 4 mm;

保护柱: IonPac AG23, 50 $\times$ 4 mm;

柱温: 30 $^{\circ}$ C;

淋洗液: 4.5 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>+0.8 mmol/L NaHCO<sub>3</sub>;  
流速: 1.00 mL/min;

衍生试剂: 0.26 mol/L 碘化钾+43 $\mu$ mol/L 钼酸铵; 流速: 0.40 mL/min;

衍生反应温度: 80 $^{\circ}$ C;

抑制器: AMMS 300 4mm, 外接0.3 mol/L硫酸溶液抑制;

定量环: 200 $\mu$ L;

检测方式: 紫外-可见检测器检测, 检测波长为352nm。

## 样品前处理

膏霜类样品: 称取2.00 g样品, 以100%乙腈定容至10 mL, 充分振荡混匀, 6000 r离心5~10 min, 取上清液稀释10倍, 经过0.22 $\mu$ m尼龙过滤膜、OnGuard II RP柱处理后, 上机测定;

洗发液、沐浴露、爽身粉类样品: 称取1.00 g, 以超纯水定容至100 mL, 充分振荡混匀, 经过0.22 $\mu$ m尼龙过滤膜、OnGuard II RP柱后, 上机测定。

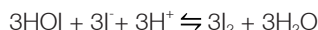
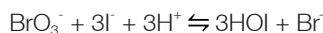
## 结果和讨论

### 样品前处理条件的选择

洗发液、沐浴露和爽身粉类样品具有较好的水溶性, 采用超纯水即可直接将其中所含溴酸盐完全溶解出来。而护手霜类样品水溶性较差, 需要在不引入污染的前提下, 采取适当前处理破除样品基质的乳化状态, 将其中所含溴酸盐释放出来。常用破乳措施有: 机械破乳(如强离心)、加入高浓度盐或加入有机溶剂。经过实验发现, 离心机械破乳的方法基本不适用于膏霜类化妆品样品; 高浓度无机盐可起到破乳的效果, 但因引入了较高浓度的无机阴离子, 严重影响了溴酸盐的峰型; 实验室常用反向溶剂甲醇和乙腈也具有破乳作用, 但部分样品与甲醇接触存在放热现象, 不能有效破乳, 而乙腈则不会出现此类现象。故选择色谱纯的乙腈为破乳试剂。为消除乙腈破乳时可能溶解的部分大分子有机质对色谱柱柱效的影响, 再将处理液适当稀释, 以OnGuard II RP柱处理后方可上机测定。

### 色谱柱的选择及淋洗液梯度条件优化

化妆品中常添加有机酸类、醇类物质作为防腐剂和保湿剂, 这类物质在抑制电导-离子色谱法中常对溴酸盐的分离检测产生较大的干扰。因此, 需要探寻一种选择性更好的方法对化妆品中溴酸盐进行测定。柱后衍生-离子色谱法以离子交换分离为基础, 利用待测化合物的某些特殊性质, 选择合适的衍生显色试剂进行显色反应后, 再用紫外检测器测定衍生产物的吸光度以测定待测组分的含量。本文基于如下反应原理, 测定了化妆品中溴酸盐的含量。



由衍生反应得到的 $I_3^-$ 在352nm处具有强烈吸收。反应所需碘离子由AMMS在线酸化得到，具有相当高的活性和纯度。某护手霜样品及加标分离检测谱图见图1。

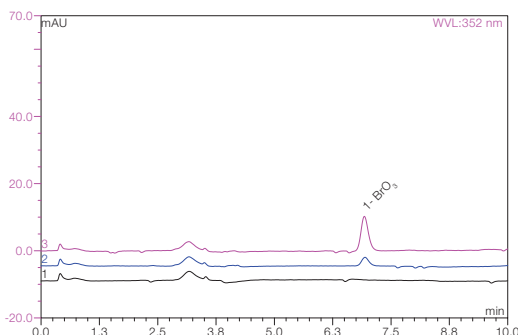


图1. 某护手霜样品及其加标样品中溴酸盐的分离检测谱图

1-护手霜样品；2-护手霜样品加标5µg/L；  
3-护手霜样品加标20µg/L

#### 重现性、线性和灵敏度

选定色谱条件下，浓度为1.0µg/L~200µg/L范围内溴酸盐浓度与其峰面积呈良好的线性关系，线性相关系数 $R^2=0.99995$ 。根据三倍信噪比计算得本方法对溴酸盐的检出限为0.1µg/L。将某样品平行处理七次，进样分析，溴酸盐的检测浓度RSD<3%。

#### 实际样品分析及加标回收

实验抽选出不同类型的化妆品样品进行测定，均未检出溴酸盐，对样品进行加标回收实验，其回收率为81~108%(部分样品结果见表1)，证明此方法检测结果可靠。

表1. 样品检测结果及加标回收

样品	加标前 (µg/L)	加标量 (µg/L)	加标后 (µg/L)	回收率 (%)
样品一	---*	5.0	4.97	99
	---	20.0	20.01	100
样品二	---	5.0	4.90	98
	---	20.0	19.97	100

\* 表示样品中无溴酸盐检出。

#### 结论

采本方法选择性较好，灵敏度较高，非常适合于化妆品中痕量溴酸盐的分离检测。

#### 参考文献

- [1]. AOAC Official Method 956.03 Bromates and Iodates in White and Whole Wheat Flour.
- [2]. GB/T 20188-2006. 小麦粉中溴酸盐的测定 离子色谱法.
- [3]. 梁春穗, 钟志雄, 姚敬. 柱后衍生-离子色谱法测定面粉中痕量溴酸盐的研究. 分析测试学报, 2006, 25 (5): 89~92.

**禹重科技® UZONGLAB**

成分分析仪器 | 表面测试仪器 | 样品前处理仪器

上海市闵行区春申路2525号芭洛商务大楼  
电话：021-8039 4499 传真：021-5433 0867  
上海|北京|沈阳|太原|长沙|广州|成都|青岛|香港  
全国销售和售后服务电话：400-808-4598

邮编：201104, China  
邮箱：shanghai@uzong.cn

更多信息请访问：www.uzong.cn

**Thermo**  
SCIENTIFIC

Part of Thermo Fisher Scientific



了解我们



微信公众号