

# HPLC-DAD 法分析苯氧乙醇和对羟基苯甲酸酯

## 摘要

对羟基苯甲酸酯类化合物由于其杀真菌特性在化妆品和药品中被广泛当作防腐剂使用。目前普遍认为长期使用含有对羟基苯甲酸酯的产品可能引起会引起激素紊乱和生育问题。对羟基苯甲酸甲酯，对羟基苯甲酸乙酯，对羟基苯甲酸丙酯和对羟基苯甲酸丁酯是化妆品和制药行业最常用的对羟基苯甲酸酯。苯氧乙醇是化妆品中杀菌剂和防腐剂的主要组成之一。通常苯氧乙醇与对羟基苯甲酸酯串联使用，可以减少产品生产过程中使用的对羟基苯甲酸酯的数量。检测对羟基苯甲酸酯和苯氧乙醇的浓度是任何制药商和化妆品生产商的重要任务。

SCION 开发了一种通过 HPLC- DAD 同时分析对羟基苯甲酸酯和苯氧乙醇的方法。利用 DAD 的灵活性，可以提取每种目标化合物的最佳波长。通过比较分析标准品和分析样品的吸光度光谱，可以进一步确认目标化合物的准确性。

## 实验部分

使用配有 DAD 和 C18 反相色谱柱的 SCION LC6000 可以轻松鉴定 6 种对羟基苯甲酸酯和苯氧乙醇。实验样品包括市售的护手霜和面霜。在过滤和分析之前，将样品在乙醇中稀释。表 1 详细列出了 HPLC-DAD 系统的分析条件。

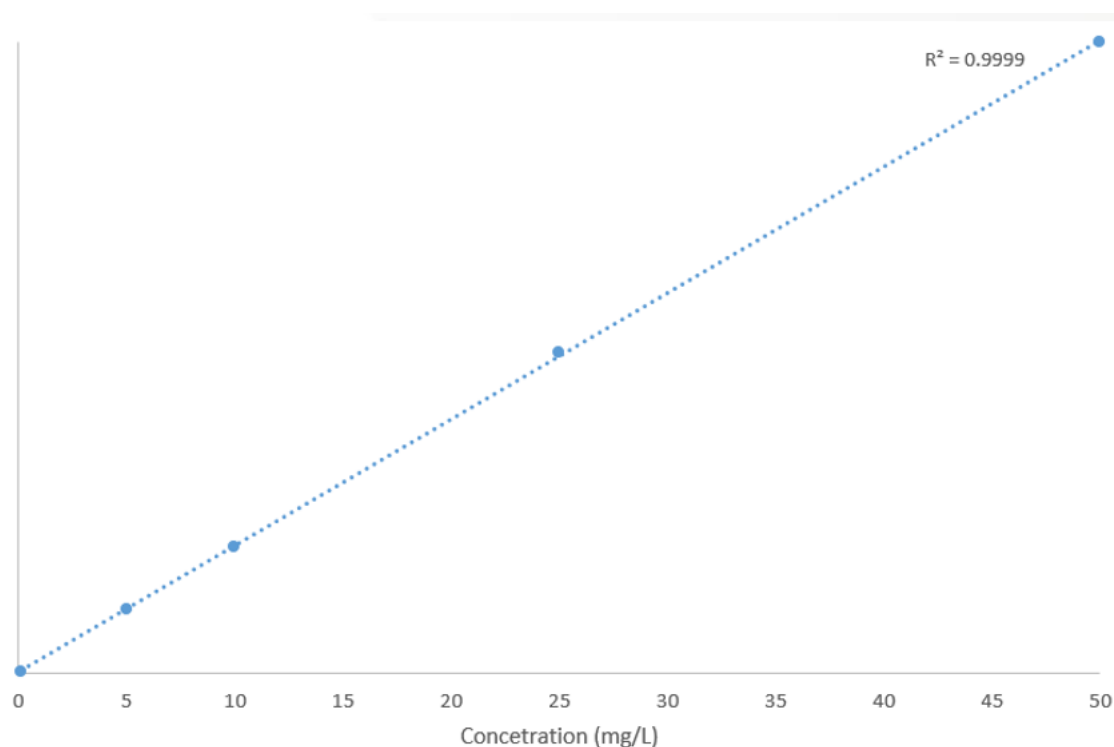
**Table 1.** Analytical conditions of the HPLC-DAD

Conditions	
Column	C18 5µm x 4.6mm ID x 150mm
Column Temp	40°C
Mobile Phase	Acetonitrile: 0.01% Phosphoric Acid* (35/65v/v) * must be special grade 85%
Flow Rate	1mL/min
Injection Vol	10µL
DAD	Extracted wavelengths 220nm, 254nm

所有对羟基苯甲酸酯加苯氧基乙醇的配置浓度范围均为 0.1-50mg / L。

## 结果

图 1 显示了对羟基苯甲酸乙酯的校准曲线，并且代表了该分析中所有目标化合物。

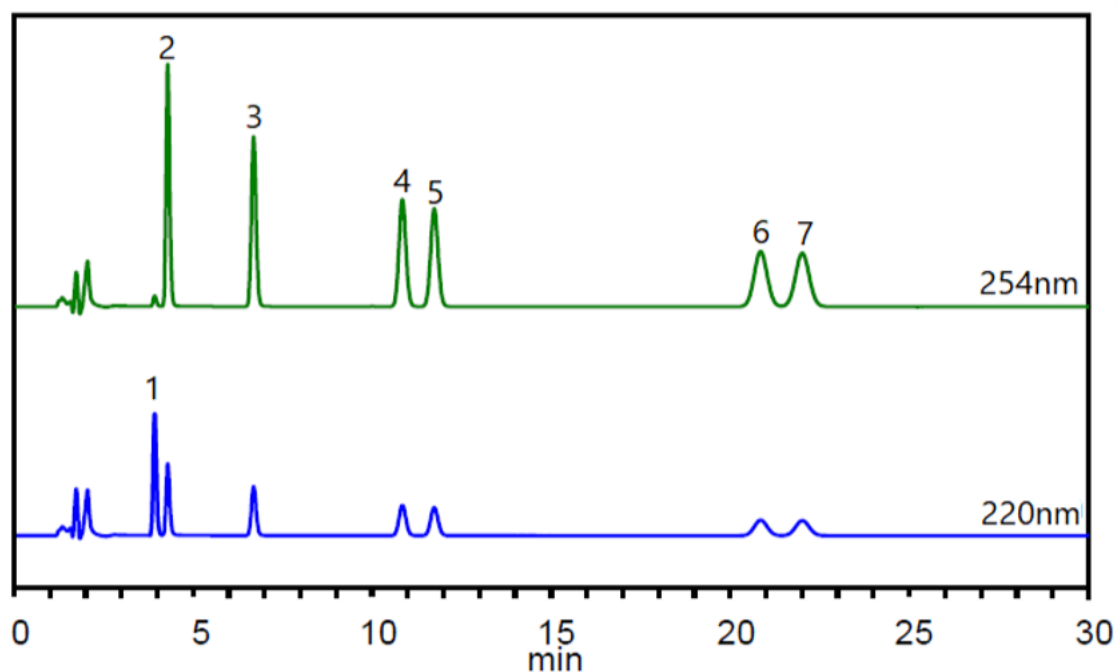


**Figure 1.** Calibration curve of ethyl *p*-hydroxybenzoate (0.1mg/L to 50mg/L)

所有对羟基苯甲酸酯和苯氧乙醇在 0.1–50mg / L 的范围内均具有出色的线性，R2 值不低于 0.9999。表 2 详细列出了目标化合物名称（色谱图上）和用于鉴定的提取波长。图 2 显示了在两个波长上分析 10mg / L 标准品时获得的两个色谱图。

**Table 2.** Peak number, compound identifier and extracted wavelength (nm)

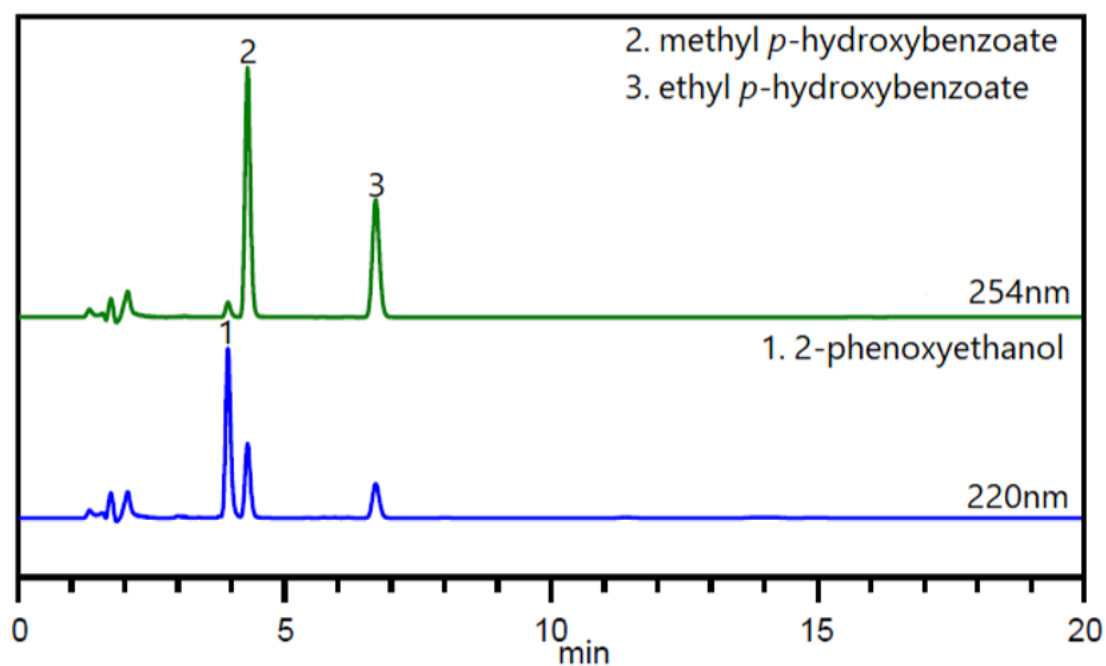
Peak Number	Compound	Wavelength (nm)
1	2-phenoxyethanol	220
2	Methyl <i>p</i> -hydroxybenzoate	254
3	Ethyl <i>p</i> -hydroxybenzoate	254
4	Isopropyl <i>p</i> -hydroxybenzoate	254
5	Propyl <i>p</i> -hydroxybenzoate	254
6	Isobutyl <i>p</i> -hydroxybenzoate	254
7	Butyl <i>p</i> -hydroxybenzoate	254



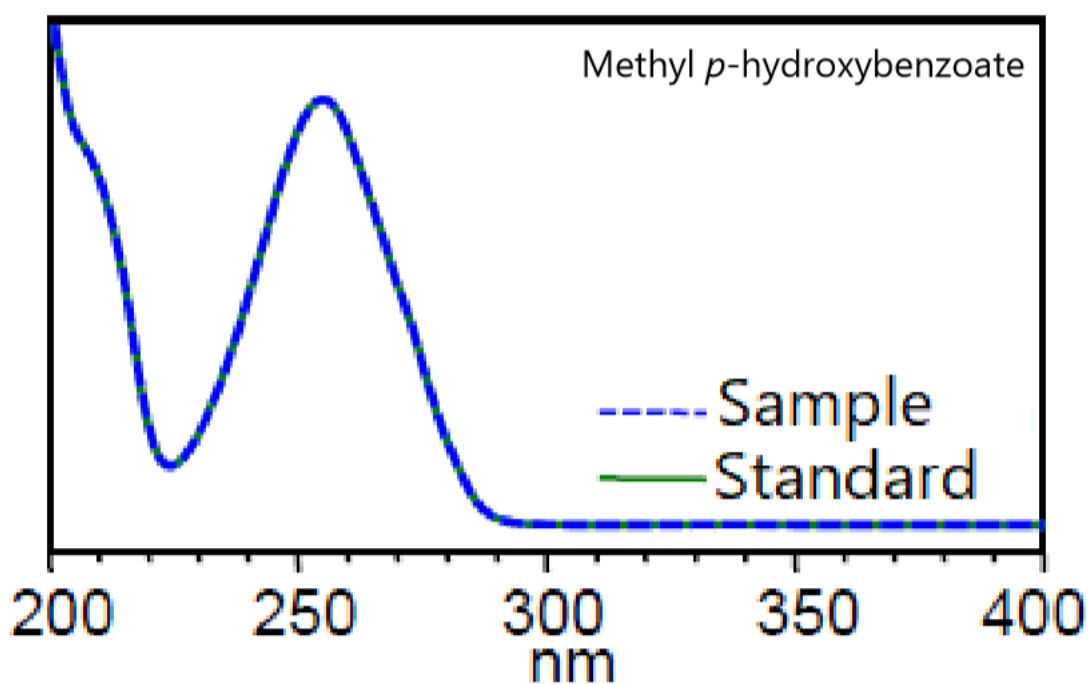
**Figure 2.** Standard chromatogram over two wavelengths 10mg/L)

如图 2 所示，尽管响应度和峰形均发生变化，但所有目标化合物均可在两个波长上检测到。通过使用最佳波长对对羟基苯甲酸酯和苯氧乙醇进行检测，峰形良好。

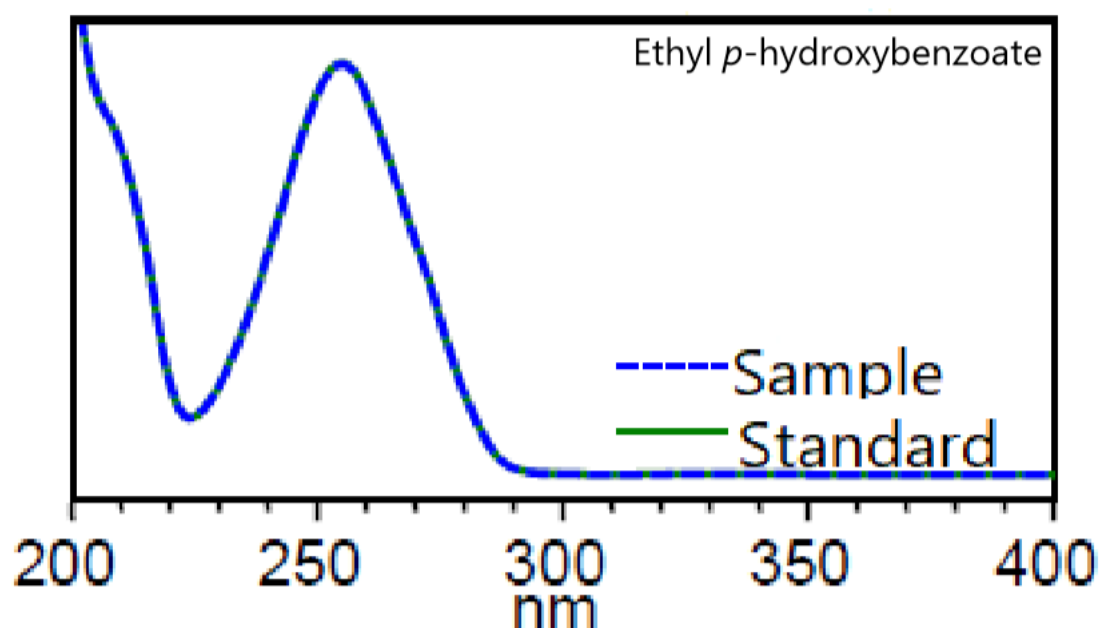
除了将保留时间与标准品进行比较外，还在 CompassCDS 中进行了吸收光谱的比较，极大的提高了化合物目标峰的鉴定的准确性。图 3-8 显示了洗手液和面霜样品的色谱图以及对所选化合物的吸光度光谱比较。



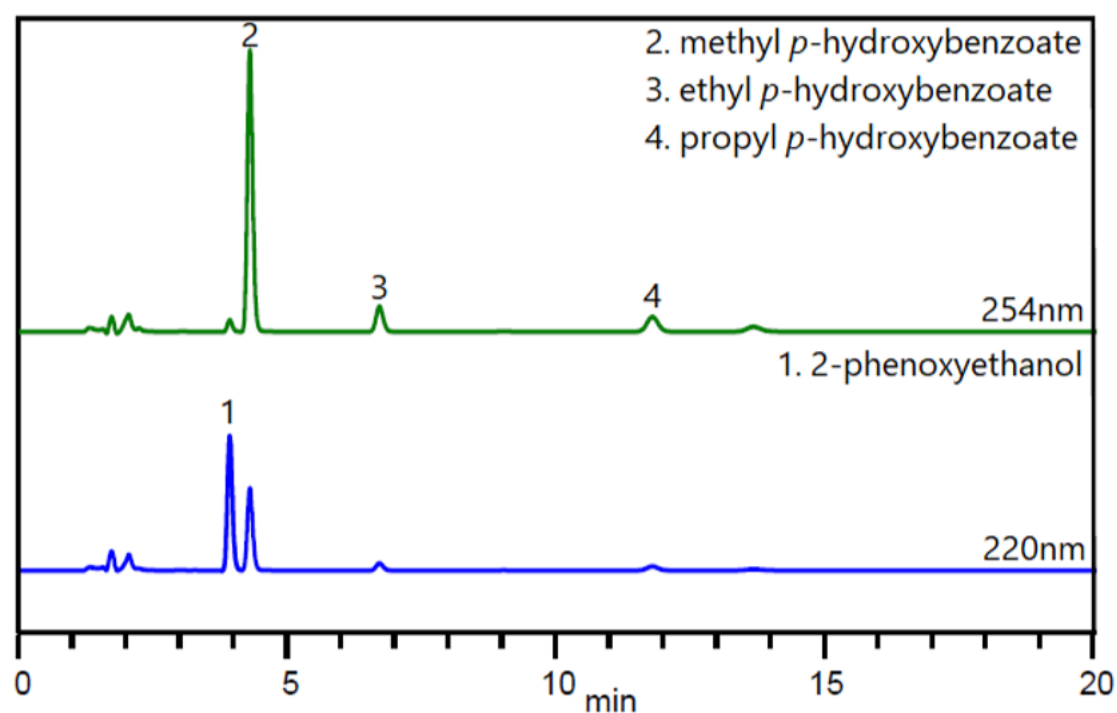
**Figure 3.** Chromatogram and peak identification of face cream sample



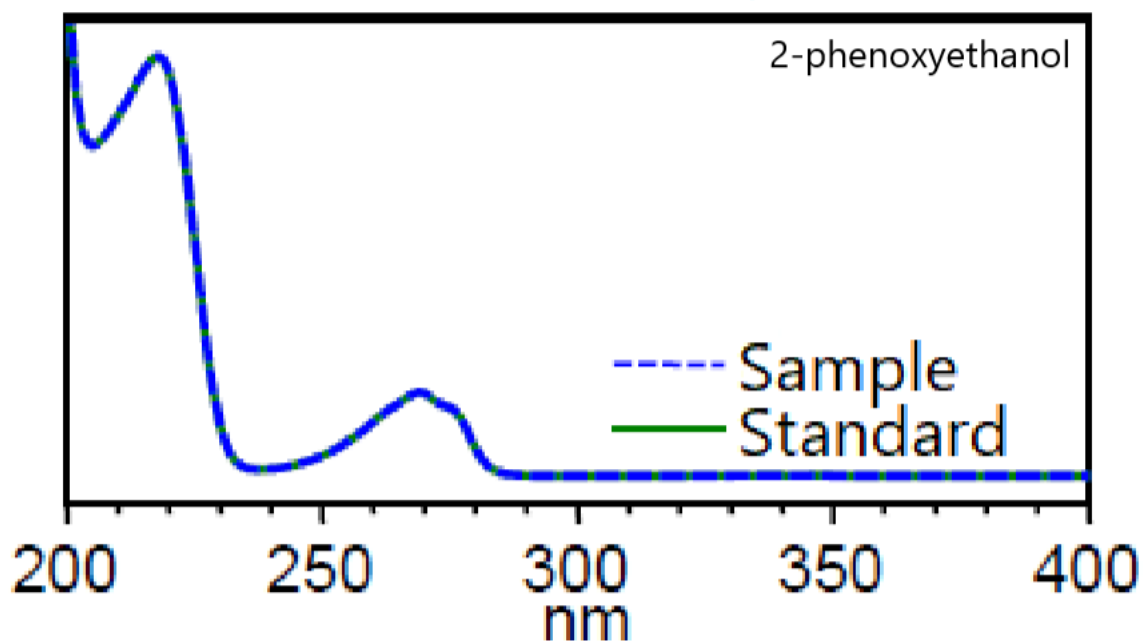
**Figure 4.** Absorbance spectrum comparison methyl *p*-hydroxybenzoate (face cream)



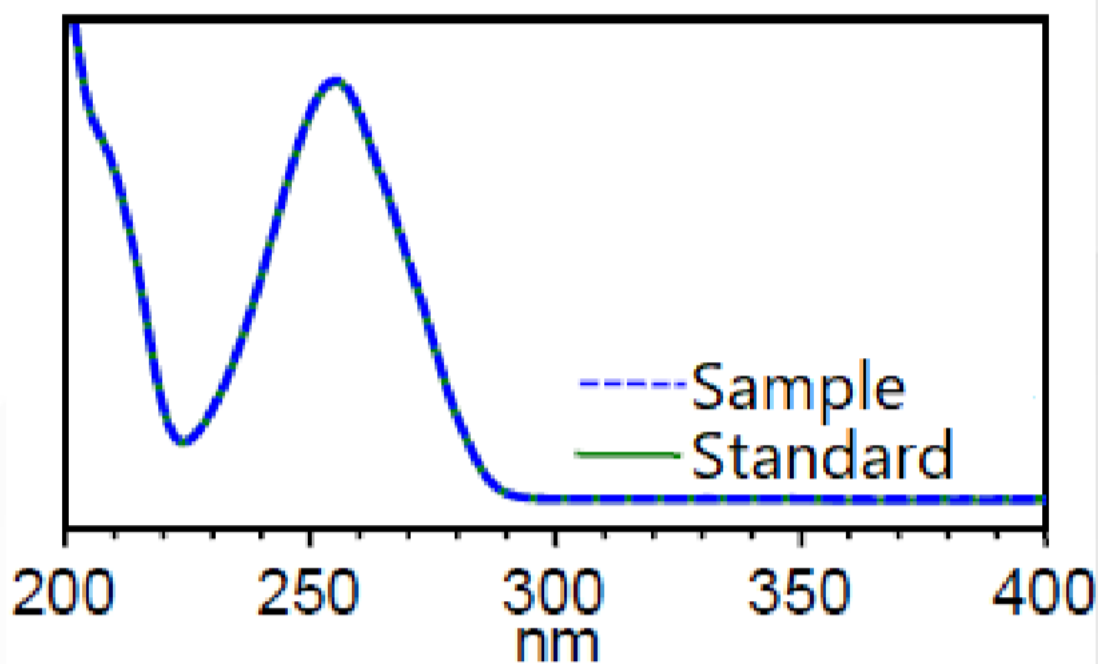
**Figure 5.** Absorbance spectrum comparison ethyl *p*-hydroxybenzoate (face cream)



**Figure 6.** Chromatogram and peak identification of body lotion sample



**Figure 7.** Absorbance spectrum 2-phenoxyethanol (hand lotion)



**Figure 8.** Absorbance spectrum propyl *p*-hydroxybenzoate (hand lotion)

比较光谱可以证实所鉴定的目标化合物与该化合物的相应标准品具有完全相同的吸光度图样，提高了结果的可信度。

**结论**

SCION 开发了一种通过 HPLC-DAD 鉴定 6 种对羟基苯甲酸酯和苯氧乙醇的方法。通过利用 DAD 的提取波长机制，可以为每种化合物使用最佳吸收波长，从而无需使用单独的方法。通过 CompassCDS 中的吸光度光谱比较，观察到所有目标化合物均具有出色的线性，使得目标峰的鉴定更加准确。