

文章编号: 1001-5914(2007)11-0917-02

# 唇用化妆品中苏丹Ⅰ~Ⅳ及对位红的高效液相色谱测定法

葛宝坤, 陈其勇, 赵孔祥, 常春艳, 高健会

**摘要:**目的 应用高效液相色谱(HPLC)法测定口红、唇彩等化妆品中苏丹Ⅰ~Ⅳ及对位红。方法 样品经乙腈提取、超声波萃取,提取液经冷冻、离心、过滤后,再用高效液相色谱紫外-可见光检测器测定,外标法定量。结果 该方法在添加 1.0 mg/kg 标准物质时,5 种待测成分的平均加标回收率(n=7)为 93%~97%,RSD 小于 4.6%,方法的检出限均为 0.05 mg/kg。线性范围为 0.2~5.0 mg/kg,r 值为 0.998 5~0.999 8。结论 该法操作简便、快速、灵敏,能满足唇用化妆品中苏丹Ⅰ~Ⅳ及对位红检测的需要。

**关键词:**化妆品;苏丹Ⅰ~Ⅳ;对位红;色谱法,液相

中图分类号:O657.3

文献标识码:A

Determination of Sudan I-IV and Dye Para Red in Lipstick by HPLC GE Bao-kun, CHEN Qi-yong, ZHAO Kong-xiang, et al. Tianjin Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Tianjin 300456, China

**Abstract:** Objective To establish an HPLC method to determine sudan I-IV and dye para red in the lipstick. Methods The samples were extracted with the acetonitrile, after centrifuge and filter, the extracted solution was tested by HPLC-UV and the external standard method was employed to do the quantitative analysis. Results As the concentrations was 1.0 mg/kg, the mean recovery rates were 93%-97%, the RSD was less than 4.6%, the detection limit was 0.05 mg/kg and the linear range was 0.2-5.0 mg/kg(the correlative coefficient ranged 0.998 5-0.999 8). Conclusion This method is simple, accurate, rapid and applicable to the determination of sudan I-IV and dye para red in the lipsticks.

**Key words:** Cosmetics; Sudan I-IV; Dye para red; Chromatography, liquid

苏丹系列染料是一种非生物合成着色剂,因其具有致癌性<sup>[1]</sup>,苏丹Ⅰ、苏丹Ⅱ、苏丹Ⅲ严禁在化妆品中作为着色剂使用,苏丹Ⅳ也仅被允许在除口唇部、眼睛外的其他部位化妆品中添加。对位红亦称对硝苯胺红,其化学结构、主要染色原理及毒性与苏丹Ⅰ相似,目前不允许在唇用化妆品中添加使用。我国于 2005 年规定了食品中苏丹红染料的推荐性国家标准<sup>[2]</sup>,其后的文献报道对其前处理及色谱条件作了进一步优化<sup>[3-4]</sup>,但在化妆品中的测定方法尚未见报道。由于食品基质与化妆品有着较大的区别,所以需要建立化妆品中的苏丹染料及对位红检测方法。目前 GB/T 19681—2005《食品中苏丹红染料的检测方法——高效液相色谱法》<sup>[2]</sup>中苏丹系列染料的样品前处理采用层析柱法,操作较烦琐,耗时长。本研究则参照欧盟方法<sup>[5]</sup>,采用高效液相色谱(HPLC)分别测定了唇膏中的苏丹Ⅰ~Ⅳ及对位红。通过乙腈提取和冷冻离心,实现了被测物的提取与净化。

## 1 材料与方 法

### 1.1 仪器与试剂

2695 型高效液相色谱仪(WATERS 公司),配有

2487 型紫外可见光检测器;科尔帕默超声波发生器;MILLI-Q PLUS 纯水器(MILLIPORE 公司);GL-12B 型离心机(Anke 公司)。乙腈(色谱纯,FISHER 公司),乙酸(色谱纯,天津光复精细化工研究所),苏丹Ⅰ~Ⅳ及对位红标准品(纯度 98%,美国 CHEM.SERVICE 公司),根据需要将苏丹Ⅰ~Ⅳ、对位红标准品用乙腈溶解后,稀释成不同浓度的储备液和应用液。

### 1.2 液相色谱条件

Lichrosorb RP-18 色谱柱(4 mm×250 mm,5 μm);流动相:初始时,乙腈-5%乙酸水溶液体积比为 70/30,20 min 内升至 95%乙腈;30 min 内升至 100%乙腈,保持 5 min;流量为 1 ml/min;柱温为 35℃;检测波长为 478 nm。

### 1.3 样品前处理

准确称取混匀样品 2.0 g,加入 10 g 经 650℃灼烧过的无水硫酸钠,研钵中研磨均匀,转移至 50 ml 离心管中,加入 20.0 ml 乙腈,超声萃取 30 min,置于-18℃冰柜中冷冻 1 h,4 000 r/min 离心 10 min(r=8.5 cm),取上清液经 0.45 μm 滤膜过滤,滤液待测。

## 2 结果与讨论

### 2.1 萃取溶剂的选择与优化

尽管苏丹Ⅰ~Ⅳ、对位红在正己烷、苯等非极性溶剂中有较好的溶解性,但它们在萃取苏丹红、对位红的同时也萃取出了样品中的脂溶性杂质,如羊毛脂、脂基

作者单位:天津出入境检验检疫局动植物与食品检测中心(天津 300456)

作者简介:葛宝坤(1968-),男,副主任医师,从事食品添加剂残留检测技术研究。

蜡、凡士林等,从而干扰测定;实验表明,乙腈对苏丹红、对位红有良好的溶解性,而脂溶性又较差,在冷冻条件下离心可有效去除以上脂溶性杂质干扰。

## 2.2 前处理条件优化

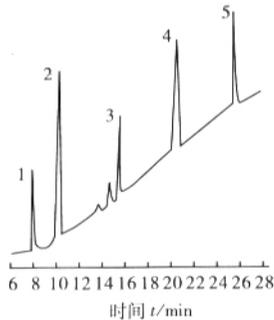
GB/T19681-2005 及欧盟方法 (News notification 03-99) 均采用均质法粉碎食品类样品,由于唇膏类化妆品黏性比较强,不宜用均质器。本研究采用加入无水硫酸钠研磨法处理样品,可以有效地提取目标化合物。

## 2.3 色谱条件的优化

取一定浓度的苏丹红、对位红混合标准溶液,在 300-600 nm 范围内,进行扫描,发现波长在 478 nm 时,5 种成分均有较好的吸收,因此,选择 478 nm 为吸收波长。

## 2.4 工作曲线和检出限

取一定浓度的苏丹红、对位红混合标准液做样品空白添加实验,添加浓度分别为 0.2、0.5、1.0、5.0 mg/kg,按照上述优化后的萃取条件和色谱条件分析测试并绘制工作曲线。色谱图表明各有效组分分离良好(图 1),在添加范围内线性显著,色谱峰高与添加浓度的相关系数( $r$ )为 0.998 5-0.999 8,根据取样量和苏丹红、对位红进样量的大小,计算出当信噪比(S/N)为 10 时的最低检出浓度均为 0.05 mg/kg。



1—对位红;2—苏丹 I;3—苏丹 II;4—苏丹 III;5—苏丹 IV  
图 1 苏丹红、对位红混合标准溶液的色谱图

## 2.5 精密度及准确度

在不含有相应检测物的唇彩样品中均未检出苏丹红、对位红,以 1.0 mg/kg 添加苏丹红、对位红标准液,按照上述实验方法操作,测定该方法的回收率,重复测定 7 次,计算平均值及相对标准偏差,结果见

表 1。结果表明,加标回收试验的结果满足分析需要。平均加标回收率为 93%~97%,RSD 为 2.8%~4.6%。实际样品中检出苏丹红、对位红的色谱图见图 2。

表 1 唇用化妆品中苏丹红和对位红的 HPLC 测定法的样品加标回收试验 (n=7)

成分	加标值(mg/kg)	测定值( $\bar{x} \pm s$ , mg/kg)	回收率(%)	RSD(%)
对位红	1.00	0.93	93	3.0
苏丹红	1.00	0.97	97	4.6
苏丹红	1.00	0.94	94	4.2
苏丹红	1.00	0.95	95	2.8
苏丹红	1.00	0.93	93	3.1

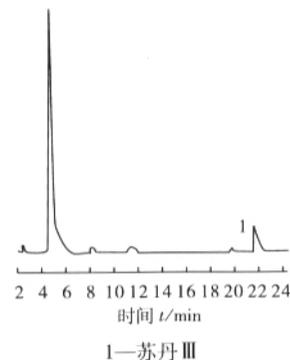


图 2 实际样品中检出苏丹 III 样品的色谱图

## 3 小结

利用乙腈提取样品中的苏丹红、对位红,经 HPLC-UV-VIS 分析测试,结果表明该法具有检出限低、准确性好、操作简便的特点,能够很好地满足日常检验工作的需要,值得推广应用。

## 参考文献:

- [1] Šiborova M, Martinek V, Rydlova H, et al. Sudan red is a potential carcinogen for humans: evidence for its metabolic activation and detoxication by human recombinant cytochrome P450 and liver microsomes [J]. Cancer Res, 2002, 62: 5678-5684.
- [2] GB/T19681—2005 食品中苏丹红染料的检测方法——高效液相色谱法[S].
- [3] 吴惠勤,黄晓兰,黄芳,等.食品中苏丹红 1 号的 GC-MS-SM 快速分析方法研究 [J].分析测试学报,2005,24(3):1-5.
- [4] 吴敏,林建忠,邹伟,等.高效液相色谱法同时测定食品中对位红和苏丹色素等 8 种脂溶性染料 [J].分析测试学报,2006, 25 (3): 74-76.
- [5] News notification. 03-99 Corrected method for the detection of Sudan red [S].

(收稿日期:2007-06-03 修回日期:2007-08-29)  
(本文编辑:董子珍)