

HPLC法测定唇彩、口红中苏丹红色素含量

作 者
国家化妆品质量监督检验中心,江苏省产品质量监督检验研
究院,江苏南京 210029
..... 卢 剑 邨明浩

摘 要
建立了唇彩和口红中苏丹红色素的高效液相色谱测定方法。本方法采用梯度洗脱,以二极管阵列检测器定性定量测定唇彩、口红中的 4种苏丹红色素。结果表明,在添加 2~ 6μg 标准物质范围内,4种苏丹红色素的回收率在 91.37% ~ 98.24% 之间,相对标准偏差 (RSD) ≤ 2.54%。本方法具有良好的稳定性和重现性,方法简单,可操作性强。

关键词
高效液相色谱法 苏丹红色素 口红 测定

Method for Detecting Sudan Colorants in Lipstick by HPLC

LU Jian LIM inghao
(National Supervising & Testing Center for Cosmetics Quality, Jiangsu Provincial Supervising and Testing Research Institute for Products Quality, Nanjing 210029, China)

Abstract The method for simultaneously detecting four Sudan colorants in lipstick was established. The conditions of HPLC were as follows: gradient elution was selected; photodiode array was used to quantify and determine the four Sudan colorants in lipstick. The results showed that the recovery of the four colorants was 91.37% ~ 98.24% and standard deviation is less than 2.54%. It has the advantage of simplicity, repeatability and applicability under the laboratory conditions.

Key words liquid chromatography; sudan colorants; lipstick; detection

苏丹红色素是一类红色或橙红色的工业染料^[1],主要作生物染色剂及用于皮革、涂料等化工行业^[2],这类染料具有致癌性^[3]。最近在辣椒产品和鸡蛋中都检测出了苏丹红。欧洲委员会 (EC)于 2003年 6月底和 2004年 1月 21日两次公布指令,严防含有苏丹红染料的辣椒产品进入欧盟各成员国。国家质检总局于 2005年初发出通知,严堵苏丹红色素污染的食品进入我国。目前又在化妆品唇彩和口红中发现有苏丹红色素。由于口红、唇彩主要成分为石蜡,国标法不适用于口红、唇彩中苏丹红色素的检测,其相关文献也未见。本方法同时对化妆品唇彩和口红中的苏丹红 1号、苏丹红 2号、苏丹红 3号、苏丹红 4号进行检测,方法简单、灵敏、准确、可行。

1 材料和方法

1.1 试剂与标准品

乙腈 (色谱纯); 去离子水 (二级蒸馏水); 丙酮 (色谱纯); 甲酸 (分析纯); 苏丹红 1号 (纯度 ≥ 95%); 苏丹红 2号 (纯度 ≥ 95%); 苏丹红 3号 (纯度 ≥ 95%); 苏丹红 4号 (纯度 ≥ 95%)。

1.2 标准溶液

1.2.1 标准贮备液

分别称取苏丹红 1号、苏丹红 2号、苏丹红 3号、苏丹红 4号各 50.0mg 用乙腈溶解并定容至 100mL。

1.2.2 标准工作液

取上述标准贮备液 1、2、4、6、8mL 于 100mL 容量瓶中,用乙腈定容,此溶液浓度分别为: 5、10、20、30、40μg/mL。

1.3 仪器与设备

Waters2695高效液相色谱仪 (配有 PDA 检测器); 超声振荡器; 旋转蒸发仪; 电子天平; 0.45μm 有机滤膜。

1.4 液相色谱条件

1.4.1 色谱柱: Hypersil ODS C-18 柱 (5μm, 4 × 250mm)

1.4.2 流动相: ——溶剂 A 0.1% 甲酸的水溶液
 : 乙腈 = 85: 15
 ——溶剂 B 0.1% 甲酸的乙腈溶液
 : 丙酮 = 80: 20

1.4.3 梯度洗脱

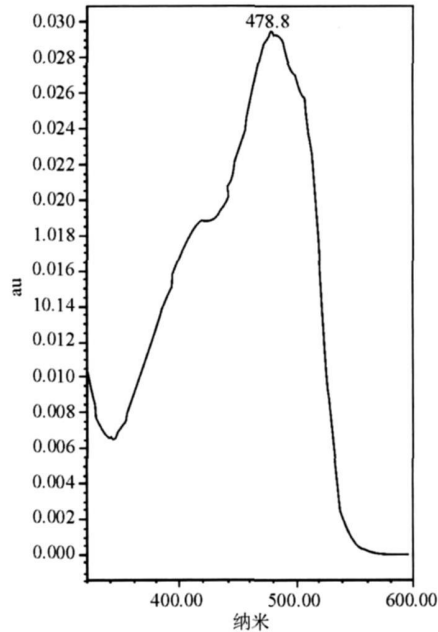
流速: 1mL/min; 柱温: 30℃ ;

检测波长: 500nm; 进样量: 10μL。

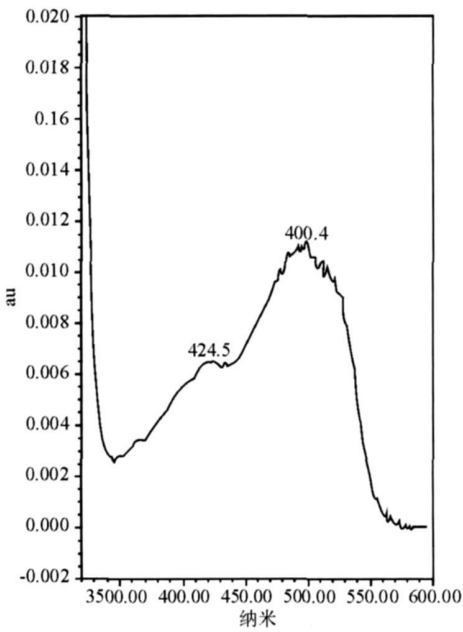
梯度条件见下表:

时间 /min	流动相		曲线
	A%	B%	
0	25	75	线性
10	25	75	线性
25	0	100	线性
32	0	100	线性
35	25	75	线性
40	25	75	线性

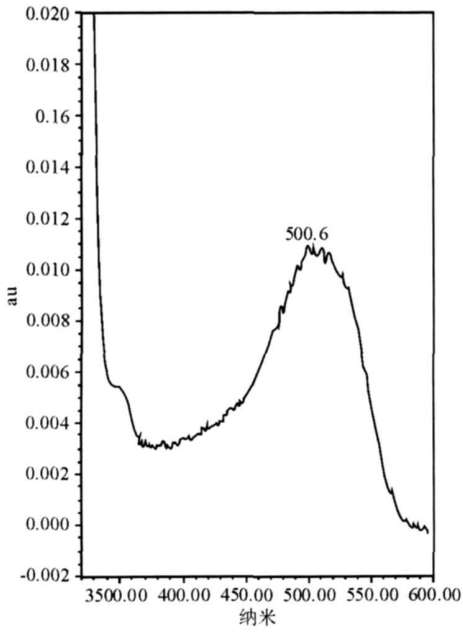
(4种苏丹红色素 HPLC 色谱图见图 1)



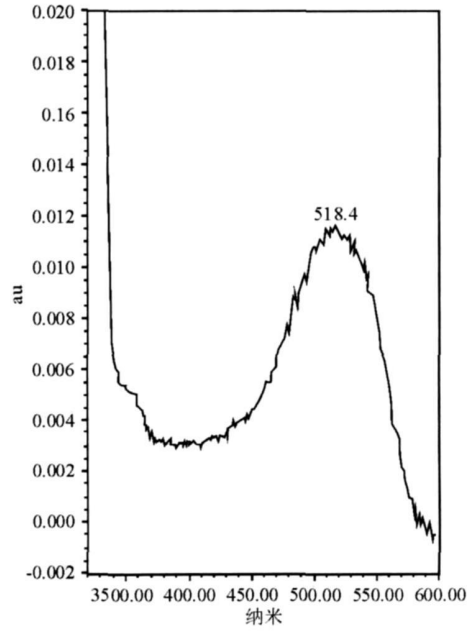
苏丹红1号光谱图



苏丹红2号光谱图



苏丹红3号光谱图



苏丹红4号光谱图

图 1 苏丹红 1 2 3 4号光谱图

1.4 样品处理

称取 1~5g(准确至 0.001g)样品置于小烧杯中,加入 20~30mL 乙腈,用玻璃棒搅匀,超声提取 30min,过滤,再以 20 mL 乙腈超声提取两次,合并滤液,旋转浓缩至近干,用乙腈溶解并定容至 5mL,经 0.45μm 有机滤膜过滤待测。

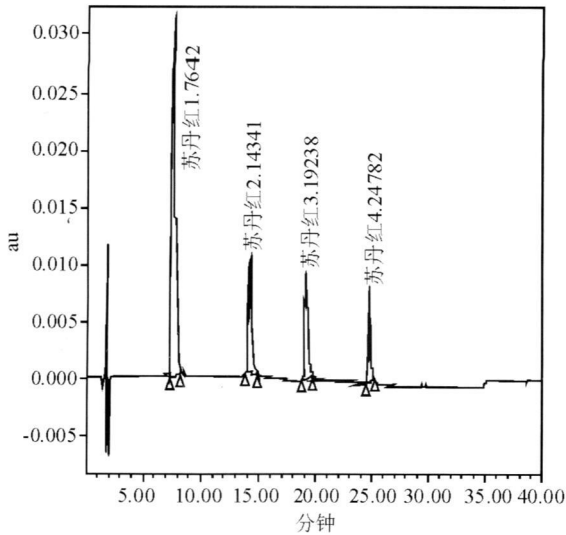
2 结果

2.1 通过对苏丹红 1、2、3、4 号标准液在 210~600nm 的 PDA 检测,苏丹红 1 号在 479nm、苏丹红 2 号在 499nm、苏丹红 3 号在 501nm、苏丹红 4 号在 516nm 波长处有最大吸收,其光谱图见图 1。苏丹红在 479~516nm 范围内响应值变化不大,故本方法选 500nm 为检测波长。

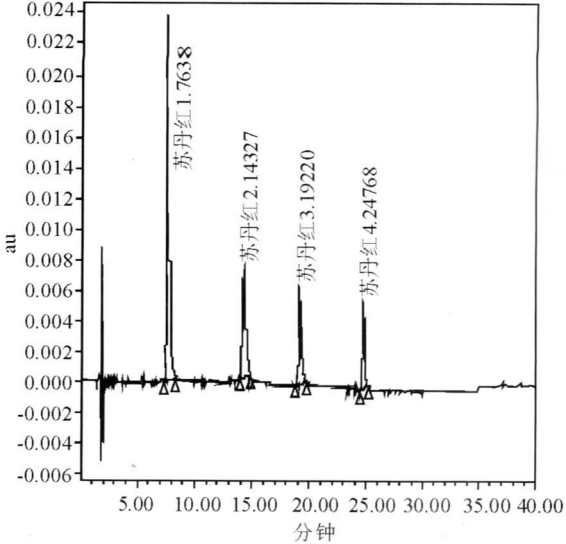
2.2 回收率和标准偏差

表 2 添加回收率和相对标准偏差测定结果 (添加标样浓度 1.0mg/L)

样品名称	组分名称	添加 2.0mL		添加 4.0mL		添加 6.0mL	
		回收率 /%	RSD (n=6)	回收率 /%	RSD (n=6)	回收率 /%	RSD (n=6)
唇彩	苏丹红 1 号	92.26	1.61	91.37	1.87	93.15	2.54
	苏丹红 2 号	96.34	1.83	97.02	1.96	96.54	2.08
	苏丹红 3 号	96.51	1.75	95.32	1.54	95.82	1.85
	苏丹红 4 号	97.52	1.47	97.33	1.64	98.24	1.78



苏丹红1、2、3、4号标准品HPLC色谱图



唇彩中添加苏丹红1、2、3、4号标准品HPLC色谱图

图 2 苏丹红 1 2 3 4 号色谱图

由表 2 可见,本方法 6 次测得的苏丹红相对标准偏差 RSD 范围为: 1.47% ~ 2.54%。分别向样品中添加不同量的苏丹红,其测得的回收率范围分别为: 苏丹红 1 号 91.37% ~ 93.15%、苏丹红 2 号 96.34% ~ 97.02%、苏丹红 3 号 95.32% ~ 96.51%、苏丹红 4 号 97.33% ~ 98.24%。

3 结论

本方法能准确快速地定性定量分析化妆品唇彩、口红中四种苏丹红色素,色谱分离效果较好,具

有较好的稳定性和重现性,步骤简单,易于操作。

参考文献

[1] 李军,雍炜,李刚,杨强,储小刚,唐英章. HPLC 法测定辣椒及其制品中苏丹红色素含量 [J]. 检验检疫科学, 2005 2
[2] 余孔捷,杨方. 高效液相色谱法测定红辣椒及其产品中苏丹 I、苏丹 II、苏丹 III、苏丹 IV [J]. 福建轻纺, 2005 4
[3] 李月琪,姚建国,端裕树. 高效液相色谱法测定食品中苏丹红 [J]. 中国国境卫生检疫杂志, 2006 4.

欢迎投稿和惠登广告

投稿和广告投放热线: 021-64750991