



中华人民共和国国家标准

GB/T 29663—2013

化妆品中苏丹红 I、II、III、IV 的测定 高效液相色谱法

Determination of sudan I, II, III, IV in cosmetics—
High performance liquid chromatography

2013-09-06 发布

2014-02-15 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。

本标准起草单位：上海市日用化学工业研究所(国家香料香精化妆品质量监督检验中心)、中国检验检疫科学研究院、上海市计量测试技术研究院。

本标准主要起草人：武晓剑、李琼、马强、李懿睿、沈敏、康薇。



引 言

本标准的被测物质是我国《化妆品卫生规范》规定的禁用物质,不得作为化妆品原料即组分添加到化妆品中。如果技术上无法避免禁用物质作为杂质带入化妆品时,则化妆品成品应符合《化妆品卫生规范》对化妆品的一般要求,即在正常及合理的可预见的使用条件下,不得对人体健康产生危害。

目前我国尚未规定这些物质的限量值,本标准的制定,仅对化妆品中测定这些物质提供检测方法。

化妆品中苏丹红 I、II、III、IV 的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中苏丹红色素 I、II、III、IV 的液相色谱测定方法。

本标准适用于唇膏、唇彩、粉、粉块、指甲油彩妆类化妆品中苏丹红 I、II、III、IV 的测定,检出限均为 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$,定量限均为 150 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

样品用乙腈超声提取,过滤后,经配有二极管阵列检测器的高效液相色谱仪检测,外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有规定,所用试剂均为分析纯。水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 苏丹红 I、II、III、IV 标准物质:苏丹红 I、II、III、IV 标准物质的纯度不小于 90.0%,CAS 登录号、中文名称、英文名称、分子式、相对分子质量、结构式参见附录 A。

4.2 丙酮:色谱纯。

4.3 乙腈:色谱纯。

4.4 甲酸:分析纯。

4.5 四氢呋喃:分析纯。

4.6 N,N-二甲基甲酰胺:分析纯。

4.7 甲酸的水溶液(0.1%):取 1 mL 甲酸(4.4),用水定容至 1 000 mL。

4.8 甲酸的乙腈溶液(0.1%):取 1 mL 甲酸(4.4),用乙腈(4.3)定容至 1 000 mL。

4.9 苏丹红混合储备液:准确称取苏丹红标准样品 I、II、III、IV(4.1)各 0.05 g(精确至 0.000 1 g),用乙腈(4.3)定容于 100 mL 容量瓶中,得苏丹红混合标准储备液,于 4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存三个月。

4.10 标准工作溶液:用乙腈(4.3)将上述混合标准储备液分别配制成 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、15 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准工作溶液,现用现配。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪:配二极管阵列检测器。

5.2 分析天平:感量分别为 0.000 1 g 和 0.01 g。

5.3 超声波清洗器。

5.4 0.22 μm 有机微孔滤膜(避免使用尼龙材质)。

6 测定步骤

6.1 样品处理

6.1.1 粉、粉块类样品

称取样品 1.0 g(精确至 0.000 1 g)于 25 mL 比色管中,用乙腈(4.3)定容至刻度,超声提取后,经 0.22 μm 微孔滤膜(5.4)过滤,以待进样。

6.1.2 唇彩类样品

称取样品 1.0 g(精确至 0.000 1 g)于 25 mL 比色管中,先加入适量四氢呋喃(4.5)溶解基质,用乙腈(4.3)定容至刻度,超声提取后,经 0.22 μm 微孔滤膜(5.4)过滤,以待进样。

6.1.3 指甲油样品

称取样品 1.0 g(精确至 0.000 1 g)于 25 mL 比色管中,先加入适量 N,N-二甲基甲酰胺(4.6)溶解基质,用乙腈(4.3)定容至刻度,超声提取后,经 0.22 μm 微孔滤膜(5.4)过滤,以待进样。

6.2 测定

6.2.1 色谱条件

高效液相色谱测定的参考条件如下:

- a) 色谱柱:C18 柱(i. d. 5 μm , 250 mm $\times$ 4.6 mm);
- b) 流动相 A 相:V(0.1%甲酸的水溶液):V(乙腈)=85:15, B 相:V(0.1%甲酸的乙腈溶液):V(丙酮)=80:20;
- c) 梯度洗脱时间:见表 1;
- d) 流速:1.0 mL/min;
- e) 柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;
- f) 检测波长:苏丹红 I 号 478 nm、苏丹红 II 号 500 nm、苏丹红 III 号 500 nm、苏丹红 IV 号 520 nm;
- g) 进样量:10 μL 。

表 1 流动相梯度表

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

6.2.2 标准工作曲线绘制

将标准工作溶液(4.10)按色谱条件(6.2.1)进行测定,以色谱峰的峰面积为纵坐标,对应的溶液浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。标准物质色谱图参见附录 B。

6.2.3 试样测定

将试样(6.1)按色谱条件(6.2.1)进行测定,外标法定量。样品溶液中的被测物的响应值均应在标准曲线的线性范围之内。超出线性范围则应稀释后再进样测定。

6.2.4 定性确证

液相色谱仪对样品进行定性测定,进行样品测定时,如果检出苏丹红的色谱峰的保留时间与标准品相一致,并且在扣除背景后的样品色谱图中,该物质的可见吸收图谱(400 nm~900 nm)与标准品的可见吸收图谱一致,则可初步认定样品中存在苏丹红。必要时,阳性样品需用其他方法进行确证试验。

6.3 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

6.4 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

7 结果计算

结果按式(1)计算,计算结果应扣除空白试验值:

$$X = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中苏丹红的含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);

c ——校准曲线查出测试溶液中苏丹红的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——样品定容体积,单位为毫升(mL);

m ——样品的质量,单位为克(g)。

8 回收率和精密度

在添加浓度 $150 \mu\text{g/g} \sim 1\,000 \mu\text{g/g}$ 的范围内,回收率在 $95\% \sim 103\%$ 之间,相对标准偏差小于 10% 。

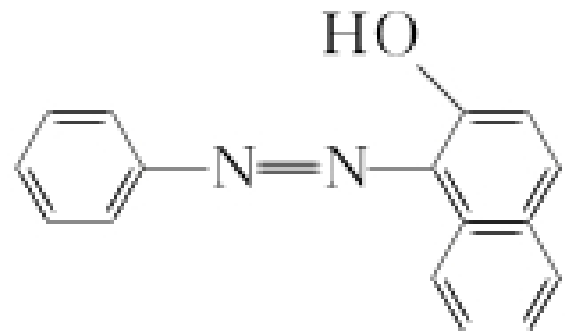
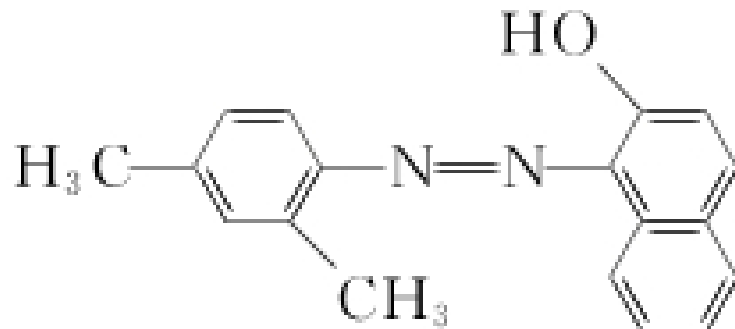
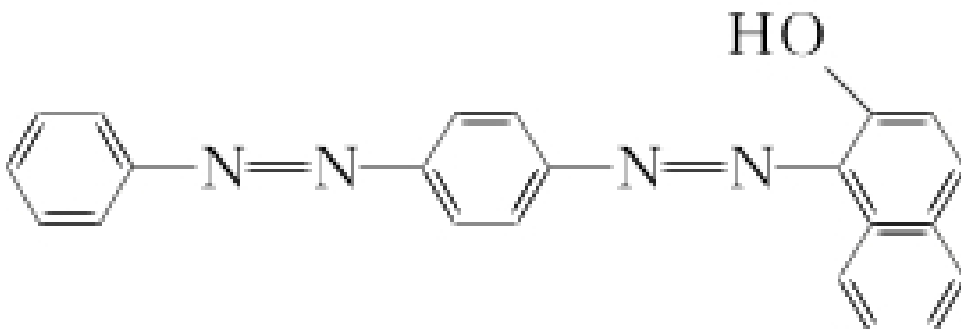
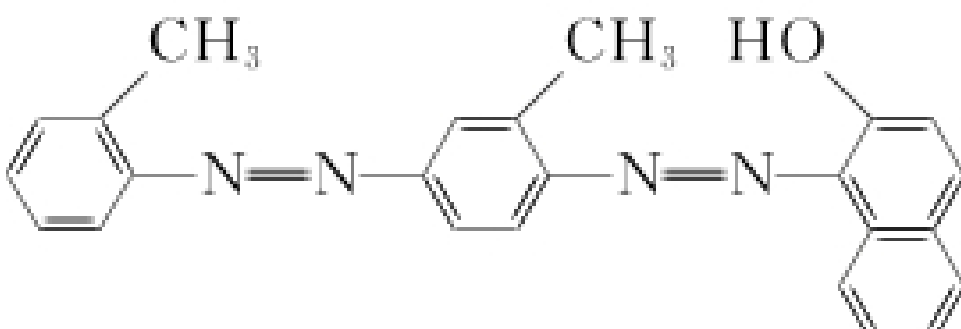
9 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10% 。

附 录 A
(资料性附录)

苏丹红 I、II、III、IV 标准物质 CAS 登录号、中文名称、英文名称、分子式、相对分子质量、结构式

表 A.1 苏丹红 I、II、III、IV 标准物质 CAS 登录号、中文名称、英文名称、
分子式、相对分子质量、结构式

名称	CAS 登录号	中文名称	英文名称	分子式	相对分 子质量	结构式
苏丹红 I	842-07-9	1-苯基偶氮- 2-萘酚	Sudan I (1-phenylazo- 2-naphthalenol)	$C_{16}H_{12}ON_2$	248.28	
苏丹红 II	3118-97-6	1-[(2,4-二甲 基苯)偶氮]- 2-萘酚	Sudan II (1-[(2,4- dimethylphenyl)azo]- 2-naphthalenol)	$C_{18}H_{16}ON_2$	276.34	
苏丹红 III	85-86-9	1-[4-(苯基 偶氮)苯基] 偶氮}-2-萘酚	Sudan III (1-{[4- (phenylazo)phenyl] azo}-2-naphthalenol)	$C_{22}H_{16}ON_2$	352.40	
苏丹红 IV	85-83-6	1-{{2-甲基-4- [(2-甲基苯) 偶氮]苯基} 偶氮}-2-萘酚	Sudan IV 1-{{2- methyl-4-[(2- methylphenyl)azo] phenyl}azo}-2- naphthalenol	$C_{24}H_{20}ON_2$	380.45	

附录 B
(资料性附录)
标准物质色谱图

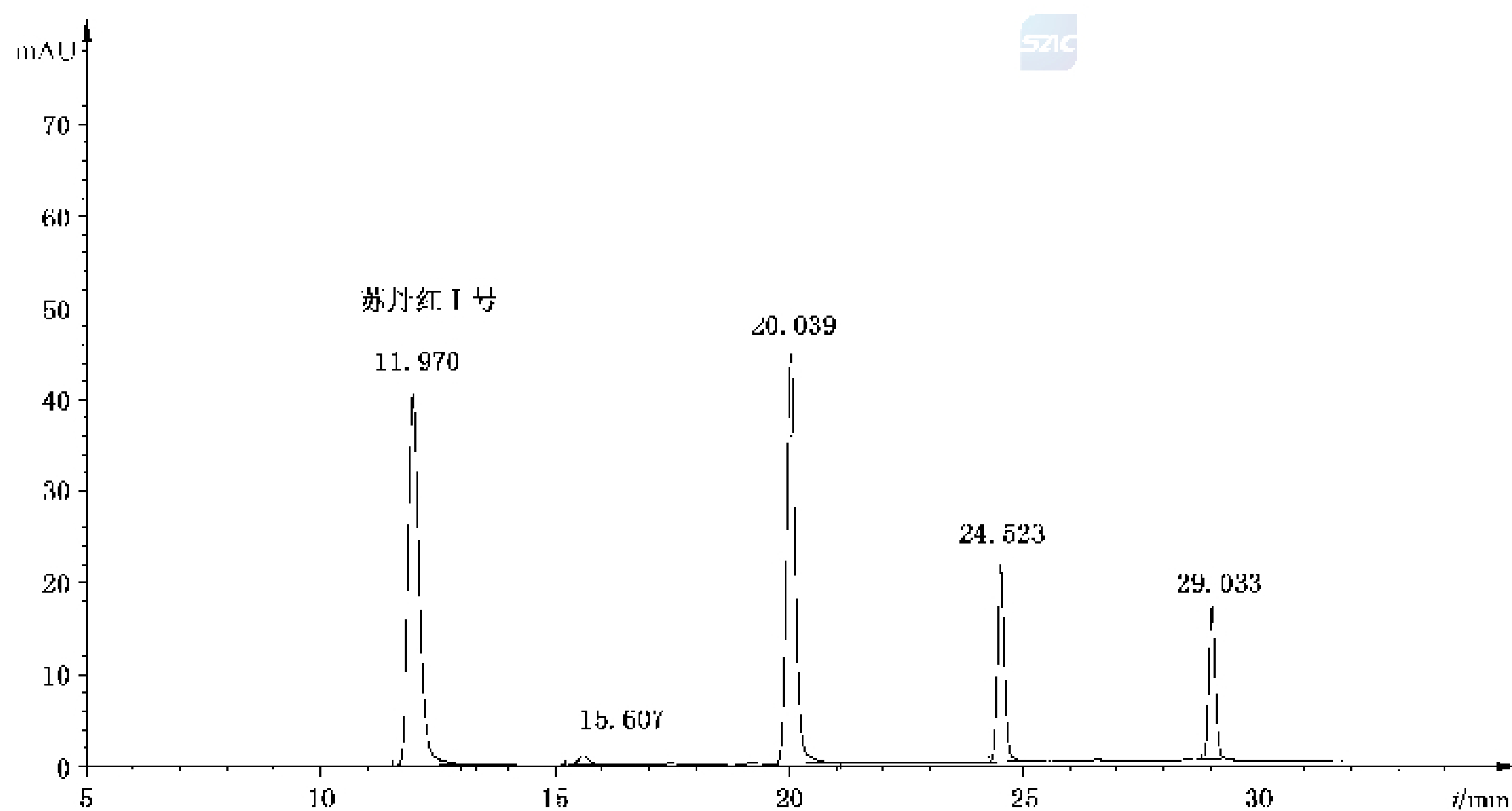


图 B.1 苏丹红 I 号标准溶液色谱图

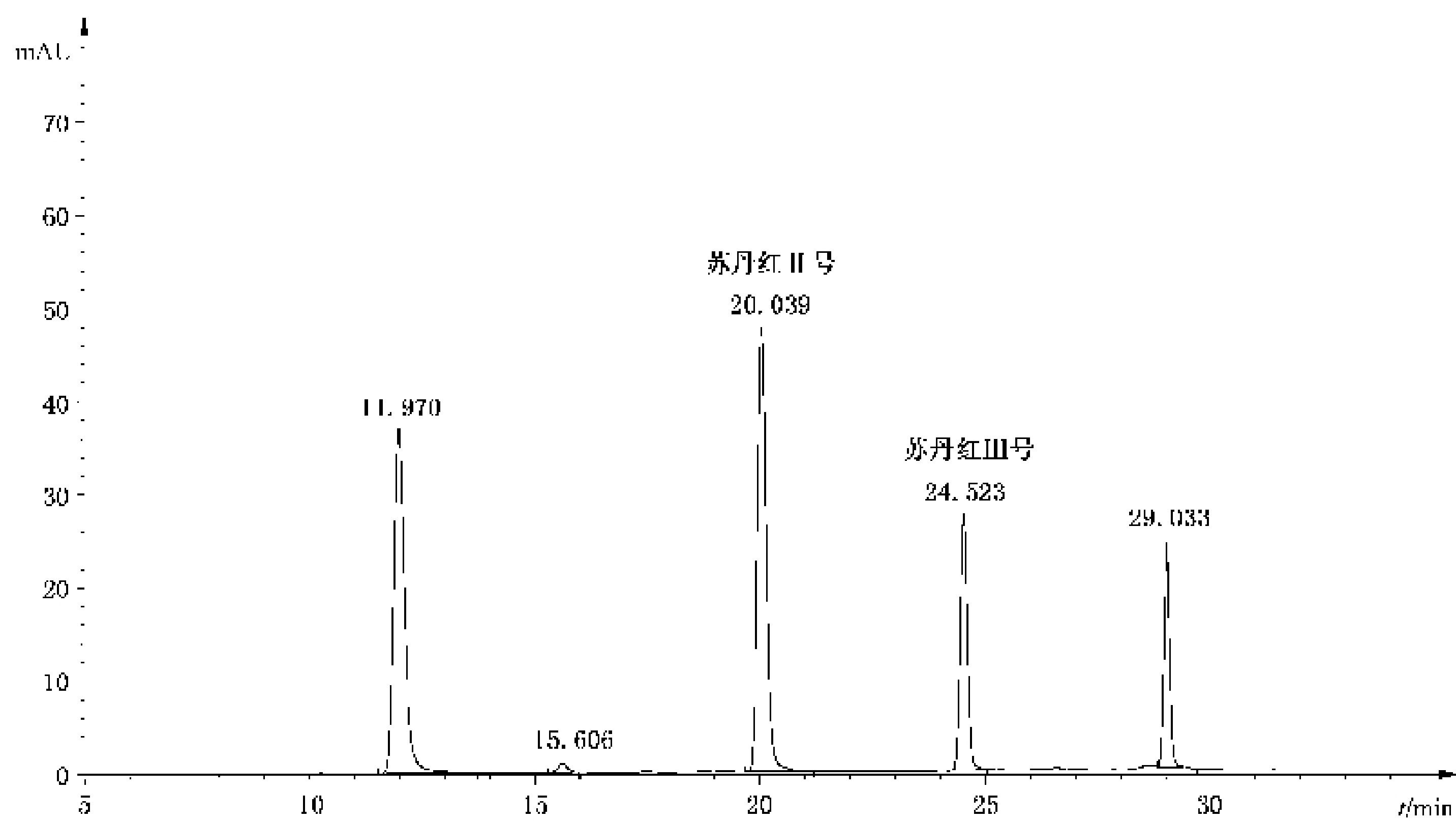


图 B.2 苏丹红 II、III 号标准溶液色谱图

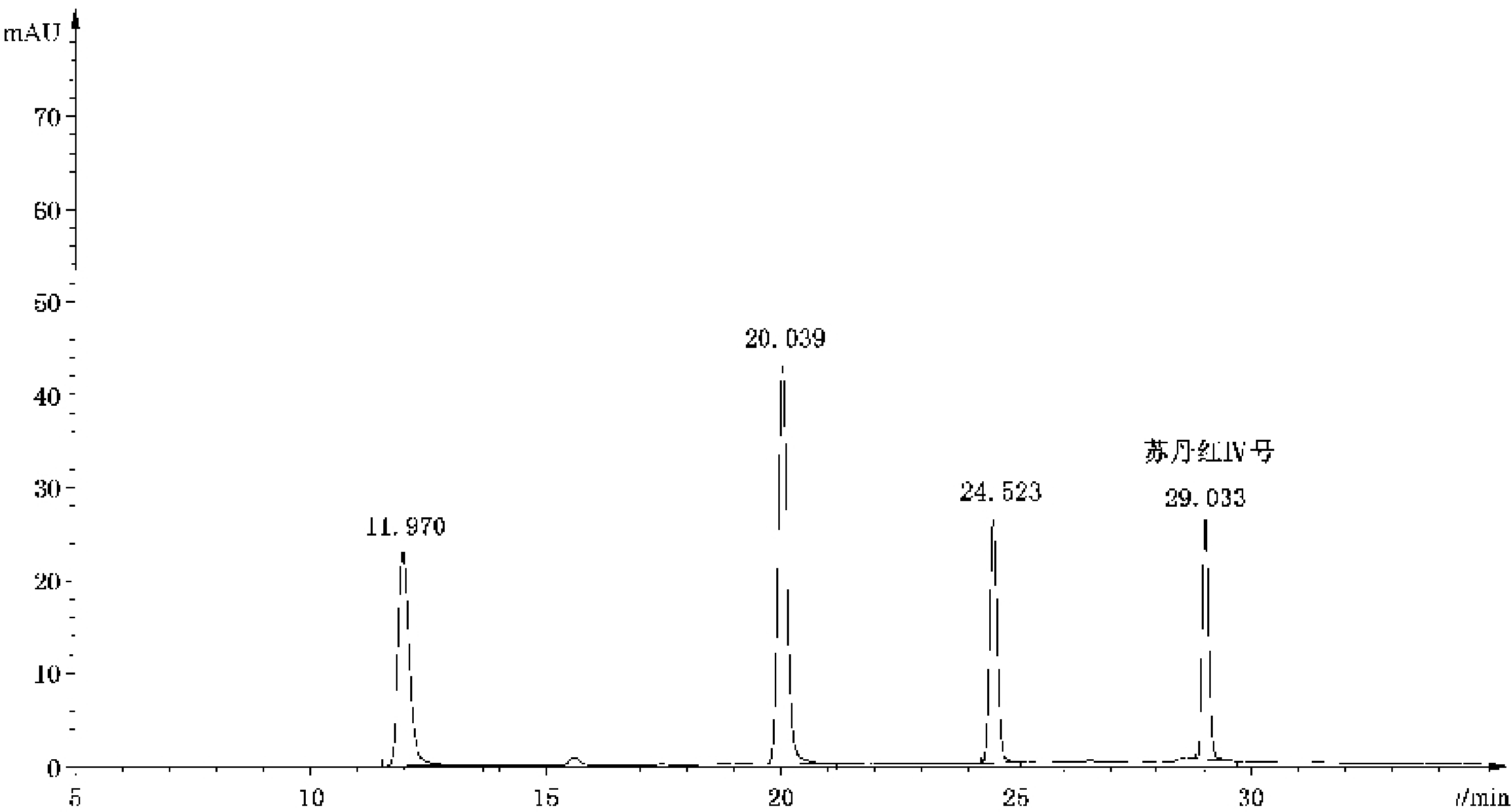


图 B.3 苏丹红Ⅳ号标准溶液色谱图