

双进样液相色谱仪测定化妆品中 24 种禁用着色剂含量

LC-364

摘要： 本文使用岛津双进样液相色谱仪建立了快速测定化妆品中 24 种禁用着色剂含量的方法。24 种着色剂组分 1.0-10.0 mg/L 浓度范围内，其相关系数大于 0.997，各浓度点的回读准确度在 93.5%~108.9% 之间，线性相关性良好。稳定性考察中，24 种组分的保留时间相和峰面积的相对标准偏差分别在 0.016~0.107% 和 0.335~1.215% 之间，仪器精密度良好。双进样液相色谱仪可以实现一次进样同时分析两组样品，既不改变法规方法又可实现分析快速，满足中检院公布的《化妆品中 CI 59040 等 24 种原料的检测方法》征求意见稿中液相方法的检测需求。

关键词： 双进样液相色谱仪 化妆品 禁用着色剂

技术特点：

- ❖ 双进样液相色谱仪可实现一次进样同时分析两组样品，满足 24 种着色剂分析需要。
- ❖ 不改变现有法规方法条件，分析时间降低一倍。

着色剂（也称色素）作为化妆品原料之一，在化妆品中广泛使用。着色剂按照性能和着色方式可分为染料和颜料两大类，染料又分为天然染料和合成染料，颜料则分为无机颜料和有机颜料。按照来源方式，可分为天然着色剂和合成着色剂两大类。其中天然染料和无机颜料一般属于天然着色剂，合成着色剂则包括合成染料及有机颜料。大多数的合成着色剂多来自煤焦油产物，往往会对人体造成不同程度的危害，例如，

导致生育能力下降、畸胎，甚至诱发癌症，一些合成色素可引起光敏反应。为安全起见，我国《化妆品安全技术规范》对化妆品用着色剂的品种、使用范围和限制条件都做出了明确的规定。

本文参考中检院公布的《化妆品中 CI 59040 等 24 种原料的检测方法》征求意见稿，采用岛津双进样液相色谱仪建立测定化妆品中 24 种禁用着色剂含量的液相分析方法。

实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津双进样液相色谱仪，具体配置为：

输 液 泵： LC-40B XR、LC-40D XR (LPGE)

脱 气 机： DGU-405×2

自动进样器： SIL-40C XR

柱 温 箱： CTO-40C

系统控制器： CBM-40A

检 测 器： SPD-M40×2

色谱工作站： LabSolutions Ver. 5.97



图 1 双进样液相色谱仪

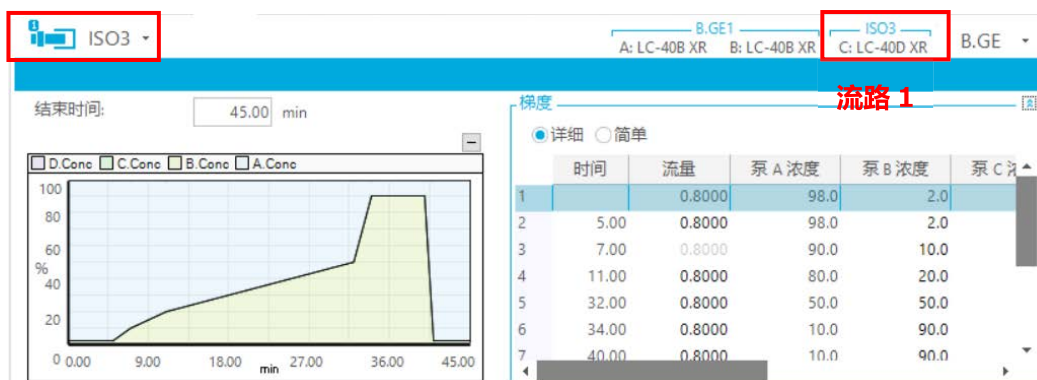


图 3 双进样液相色谱的梯度设置界面（流路 1）

第二组（G2），测定 13 种着色剂的梯度条件

表 2 第二组梯度洗脱时间程序

Time(min)	A(%)	B(%)
0	80	20
7	60	40
18	55	45
28	0	100
38	0	100
39	80	20
45	80	20



图 4 双进样液相色谱的梯度设置界面（流路 2）

1.4 混合标准溶液配置

参照中检院公布的《化妆品中 CI 59040 等 24 种原料的检测方法》征求意见稿。

标准工作溶液：取浓度为 1.0 g/L 的各染料标准储备溶液适量于 10 mL 容量瓶中，用纯水稀释，配制成浓度为 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 和 10.0 μg/mL 的标准工作溶液。

1.5 样品前处理方法

参照中检院公布的《化妆品中 CI 59040 等 24 种原料的检测方法》征求意见稿。

称取样品 0.2 g（精确到 0.0001 g）于 10 mL 具塞比色管中，加 0.02 mol/L 乙酸铵溶液适量，涡旋分散，超声提取 10 min，必要时可用甲酸或氨水调节 pH 值，使 pH 值范围在 5.5 ~ 7.0 之间，用 0.02 mol/L 乙酸铵溶液定容至刻度。如为浑浊溶液，可取适量离心（5000 rpm）5 min，取上清液经 0.45 μm 亲水微孔聚四氟乙烯（PTFE）滤膜过滤，滤液作为待测溶液，并于 6 小时内完成检测。

■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

混合标准溶液 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的色谱图如图 5-6 所示，着色剂编号同表 3。

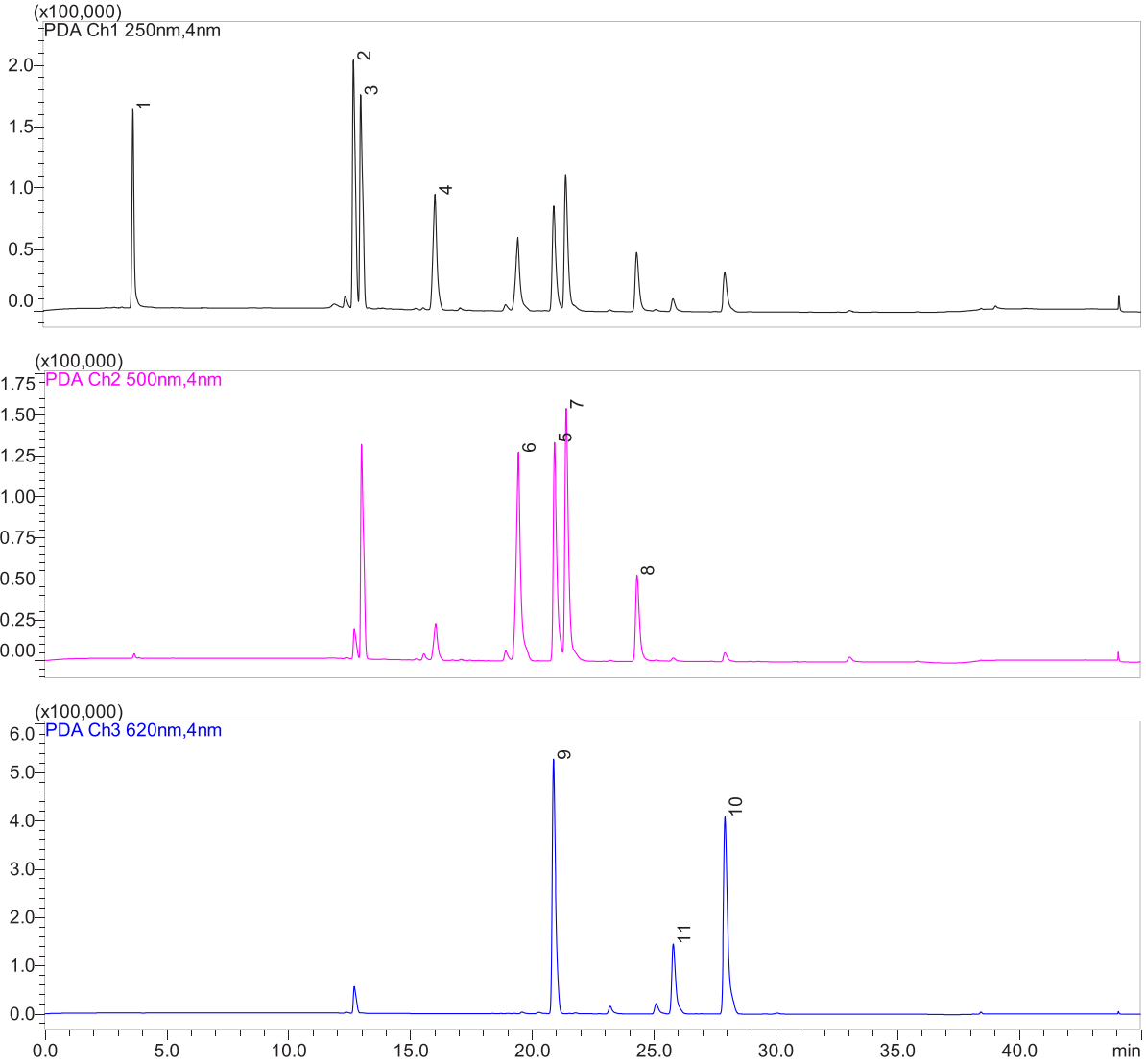
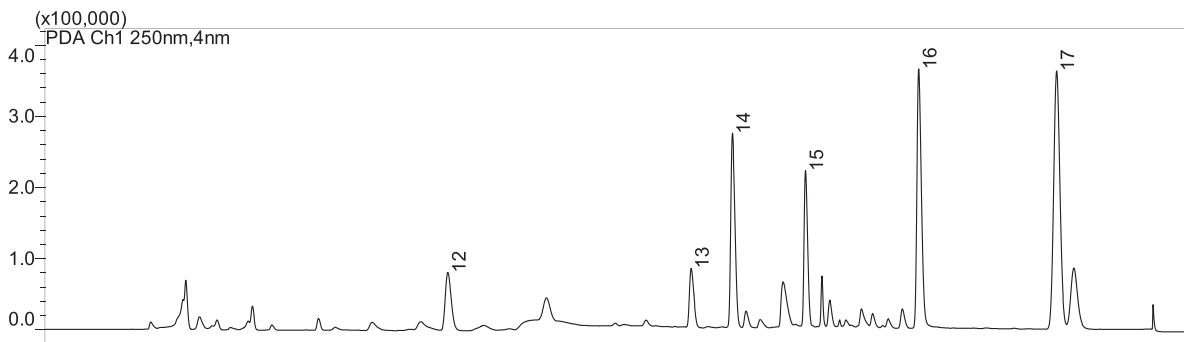


图 5 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准品溶液色谱图 (流路 1)

(第一组, 1. 溶剂绿 7、2. 酸性绿 1、3. 食品红 14、4. 食品红 1、5. 酸性黄 73、6. 酸性橙 6、7. 酸性红 87、8. 食品红 9、9. 食品绿 3、10. 酸性蓝 1、11. 食品蓝 5)



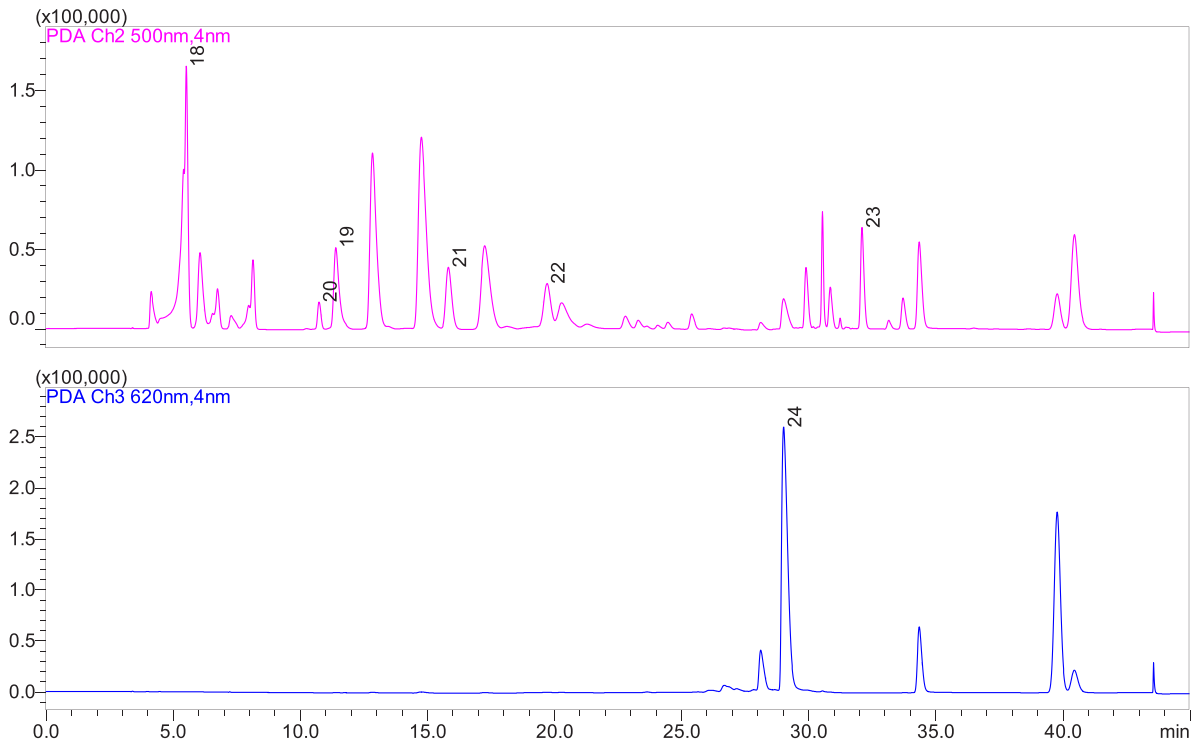


图6 10 µg/mL 标准品溶液色谱图 (流路 2)

(第二组: 12. 颜料红 83、13. 颜料红 63、14. 酸性紫 9、15. 颜料红 64、16. 食品橙 3、17. 溶剂红 3、18. 酸性橙 11、19. 颜料红 4、20. 碱性蓝 26、21. 碱性紫 14、22. 溶剂黄 33、23. 溶剂紫 13、24. 溶剂绿 3)

2.2 线性范围

将不同浓度的标准品溶液，按 1.3 中的分析条件进行测定，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，采用外标法建立校准曲线，部分化合物结果如图 3 所示。在 1.0~ 10.0 mg/L 浓度范围内，具有较好的线性关系，线性相关系数 > 0.997，具体结果见表 3。

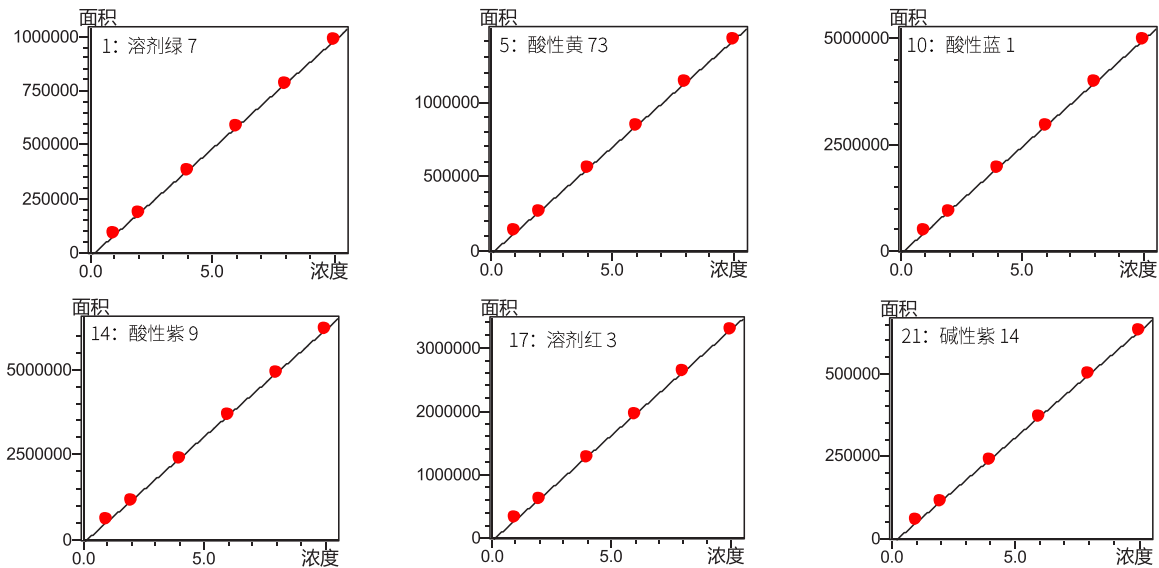


图7 部分化合物的校准曲线

2.3 精密度实验

不同浓度的标准品溶液连续进样 6 次，用于考察仪器的精密度，保留时间和峰面积的重复性结果如表 3 所示。结果显示，保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.016~0.107% 和 0.335~1.215% 之间，仪器精密度良好。

2.4 加标回收率测试

取化妆品样品（本底样品经测试未检出 24 种着色剂）加入一定浓度的着色剂标液（加标浓度如表 3 所示），按照 1.5 中样品制备方法，每个浓度平行制备 3 份样品。加标回收率测试结果显示：24 种着色剂的样品加标回收率在 85.2%~109.2% 之间，满足标准测试要求，结果如表 3。

表 3 校准曲线参数、保留时间和峰面积重复性及回收率测试结果

No.	索引号	化合物名称	相关系数 r	准确度 (%)	检出限 (µg/g)	RSD% (2 µg/mL)		RSD% (6 µg/mL)		加标浓度 (50 µg/g)		加标浓度 (200 µg/g)	
						R.T.	Area	R.T.	Area	检测值 (µg/g)	回收率 (%)	检测值 (µg/g)	回收率 (%)
1	CI 59040	溶剂绿 7	0.9995	98.6~105.2	2.1	0.086	0.457	0.079	0.542	43.2	86.4	176.2	88.1
2	CI 10020	酸性绿 1	0.9998	97.5~104.8	1.4	0.034	0.447	0.064	0.833	46.4	92.8	187	93.5
3	CI 45430	食品红 14	0.9992	93.5~104.7	1.2	0.036	0.412	0.058	0.335	42.8	85.6	174.2	87.1
4	CI 14700	食品红 1	0.9997	96.5~105.7	3.2	0.028	0.466	0.079	0.527	47.6	95.2	194.2	97.1
5	CI 45350	酸性黄 73	0.9996	98.2~102.5	2.3	0.027	0.452	0.064	0.613	44.3	88.6	179	89.5
6	CI 14270	酸性橙 6	0.9991	96.5~105.3	1.1	0.054	0.441	0.038	0.484	48.9	97.8	191.2	95.6
7	CI 45380	酸性红 87	0.9989	98.7~103.1	2.4	0.022	0.459	0.056	0.461	46.5	93	192.6	96.3
8	CI 16185	食品红 9	0.9992	96.5~104.8	0.7	0.016	0.508	0.049	0.592	51.2	102.4	197.4	98.7
9	CI 42053	食品绿 3	0.9993	95.2~103.6	1.1	0.026	0.454	0.081	0.533	43.7	87.4	178.8	89.4
10	CI 42045	酸性蓝 1	0.9997	97.4~105.3	2.3	0.076	0.453	0.062	0.688	53.2	106.4	206.6	103.3
11	CI 42051	食品蓝 5	0.9994	96.4~104.2	1.2	0.097	0.457	0.058	0.625	44.3	88.6	183.4	91.7
12	CI 58000	颜料红 83	0.9999	96.6~106.1	2.6	0.075	0.537	0.063	0.497	46.5	93	190.2	95.1
13	CI 15880	颜料红 63	0.9998	97.6~104.9	2.1	0.064	0.628	0.051	0.814	48.3	96.6	196.4	98.2
14	CI 45190	酸性紫 9	0.9999	98.4~108.3	3.5	0.045	0.577	0.068	0.766	54.6	109.2	210.6	105.3
15	CI 15800	颜料红 64	0.9992	94.1~103.8	1.2	0.079	0.679	0.094	0.692	44.2	88.4	187.2	93.6
16	CI 11920	食品橙 3	0.9998	97.3~107.5	1.0	0.061	0.759	0.075	0.773	49.2	98.4	190.2	95.1
17	CI 12010	溶剂红 3	0.9999	96.7~103.2	2.3	0.073	0.494	0.082	0.588	48.6	97.2	187.6	93.8
18	CI 45370	酸性橙 11	0.9979	95.8~105.3	1.3	0.107	0.641	0.093	0.696	52.4	104.8	217.8	108.9
19	CI 12085	颜料红 4	0.9999	97.5~106.3	0.8	0.082	0.825	0.066	0.831	53.2	106.4	198.8	99.4
20	CI 44045	碱性蓝 26	0.9985	93.6~108.9	0.5	0.094	0.766	0.081	0.779	51	102	208.4	104.2
21	CI 42510	碱性紫 14	0.9998	94.3~107.6	1.5	0.058	0.527	0.070	0.628	45.1	90.2	178.4	89.2
22	CI 47000	溶剂黄 33	0.9990	95.7~102.8	0.9	0.066	1.215	0.041	1.036	42.6	85.2	178.8	89.4
23	CI 60725	溶剂紫 13	0.9998	97.1~102.5	1.4	0.073	0.744	0.063	0.782	53.3	106.6	202.6	101.3
24	CI 61565	溶剂绿 3	0.9996	94.6~105.1	0.7	0.068	0.639	0.055	0.694	45.8	91.6	191.6	95.8

■ 结论

本文使用岛津双进样液相色谱仪建立快速测定溶剂绿 7 等 24 种禁用着色剂含量的方法，并考察了线性、重复性、加标回收率，可以满足国家药监局发布的检测方法《化妆品中 CI 59040 等 24 种原料的检测方法》的检测需求。双进样液相色谱仪可以实现一次进样同时分析两组样品，不改变法规方法、分析耗时降低一倍，可供相关行业参考。

岛津应用云

