

高效液相色谱法测定唇用化妆品中禁用物质对位红含量

LC-378

摘要：本文参照 GB/T 39946-2021 《唇用化妆品中禁用物质对位红的测定 高效液相色谱法》，建立了高效液相色谱法测定唇用化妆品中禁用物质对位红含量的分析方法。该方法中，对位红在 0.10~10.00 $\mu\text{g/mL}$ 线性范围内线性良好，相关系数大于 0.9998，准确度为 97.4~105.0%；精密度实验中，0.20 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液重复分析 6 次，保留时间 RSD 为 0.073%，峰面积 RSD 为 0.952%，精密度良好。实际样品加标实验中，0.60、3.00 和 30.00 mg/kg 加标回收率分别为 101.0%、96.8%、98.2%。实验结果表明，该方法能准确地测定唇用化妆品中禁用物质对位红含量。

关键词：液相色谱法 唇用化妆品 对位红

技术特点：

❖ 此方法参照标准 GB/T 39946-2021 检测方法，回收率和精密度完全满足标准要求。

对位红 (Para Red, PR) 又称对硝基苯胺红，属于偶氮系列化工合成染色剂，主要用于油彩颜料及橡胶制品的着色。对位红在代谢过程中偶氮苯可被降解，产生中等毒性的致癌物苯胺可直接作用于肝细胞，引起中毒性肝病，长期摄入苯胺可造成人体的神经系统

损害，被认为具有潜在的致癌性，因此被禁止在唇用化妆品中使用。

本文采用高效液相色谱法测定唇用化妆品中禁用物质对位红的含量，操作性和实用性强，可供相关检测参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 LC-40D 液相色谱仪，配置信息如下：

系统控制器：	CBM-40Alite	进样器：	SIL-40
柱温箱：	CTO-40S	输液泵：	LC-40D
脱气机：	DGU-403	检测器：	SPD-40

1.2 分析条件

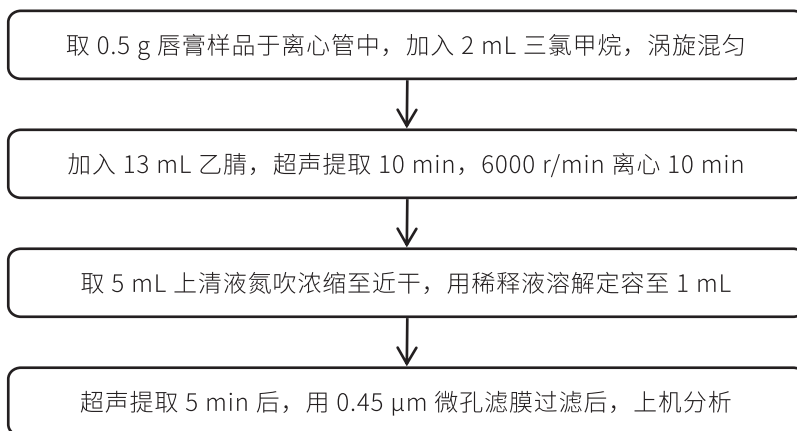
色谱柱：	ShimNex CS C18 (250 mm×4.6 mmI.D., 5 μm , 岛津(上海)实验器材有限公司, P/N: 380-01230-01)		
流动相：	乙腈：水 =85:15 (v/v)	柱温：	30°C
流速：	1.0 mL/min	运行时间：	15 min
进样量：	10 μL	检测波长：	485 nm

1.3 标准溶液配制

对位红标准储备液：准确称取对位红标准品 5.00 mg 于 10 mL 容量瓶中，加入约 2 mL 三氯甲烷，待溶解后用乙腈定容得浓度为 500 $\mu\text{g/mL}$ 的对位红标准储备液。

对位红标准溶液：分别取适量对位红标准储备液，用流动相稀释成浓度分别为 0.10、0.20、0.50、1.00、2.00、5.00、10.00 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液。

1.4 样品前处理



■ 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

按照 1.2 分析条件，分析 0.20 μg/mL 的对位红标准溶液，得到色谱图如图 1 所示，相关化合物信息见表 1。

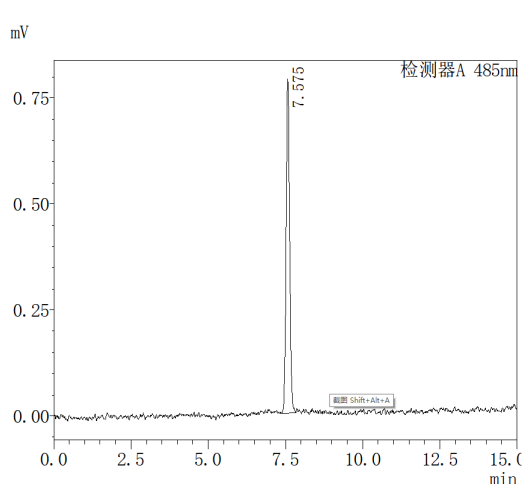


图 1 对位红标准溶液 (0.20 μg/mL) 色谱图

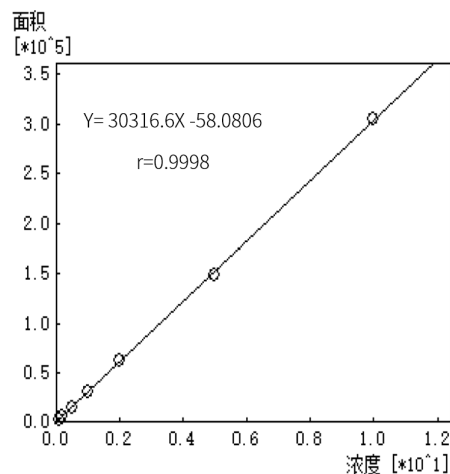


图 2 对位红校准曲线

表 1 标准溶液中对位红化合物信息

化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
对位红	Para Red	6410-10-2	7.575

2.2 校准曲线

按照 1.2 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，结果如图 2 所示。对位红在 0.10~10.00 μg/mL 线性浓度范围内，线性相关性良好，线性相关系数大于 0.9998，准确度为 97.4~105.0%。根据 0.10 μg/mL 标准溶液计算方法检出限和测定下限，方法检出限为 0.07 mg/kg，测定下限为 0.21 mg/kg。

2.3 精密度实验

按照 1.2 分析条件，将 0.20 μg/mL 标准溶液重复分析 6 次，保留时间 RSD 为 0.073%，峰面积 RSD 为 0.952%，精密度良好。

2.4 样品含量及加标实验

按照 1.4 样品前处理方法对唇膏样品进行处理，上机分析，样品中未检测到对位红，对空白样品进行加标实验，加标量为 0.60、3.00 和 30.00 mg/kg，样品溶液和加标溶液叠加色谱图如图 3 所示，定量及加标结果如表 2 所示。

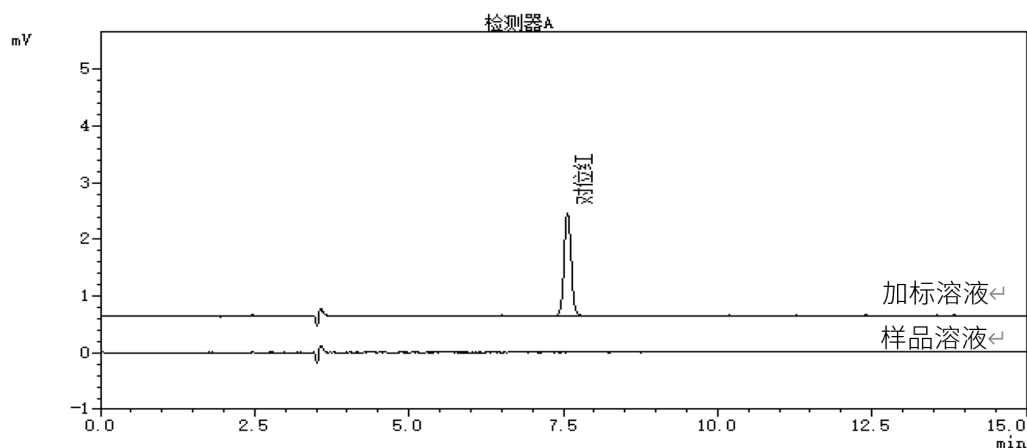


图3 样品溶液和加标溶液色谱图 (加标量 0.60 mg/kg)

表2 唇膏样品中对位红测定结果

化合物名	样品中浓度 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标后浓度 (mg/kg)	回收率 (%)
对位红	N.D.	0.60	0.606	101.0
		3.00	2.904	96.8
		30.00	29.460	98.2

备注：N.D. 表示未检出

■ 结论

本文建立了高效液相色谱法测定唇用化妆品中禁用物质对位红含量的分析方法，分析结果表明：对位红在 0.10~10.00 $\mu\text{g/mL}$ 范围内线性关系良好，重复性佳，加标回收率为 96.8%~101.0%。该方法灵敏度高、重复性好，可用于唇用化妆品中禁用物质对位红含量的检测。

岛津应用云

