

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2105—2008

---

### 化妆品中柠檬黄和桔黄等水溶性色素 的测定方法

Determination of tartrazine & sunset yellow  
water-solubility colour in cosmetics

2008-07-17 发布

2009-02-01 实施

---

中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 均为资料性附录。  
本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。  
本标准起草单位：中国检验检疫科学研究院。  
本标准主要起草人：郝楠、白桦、丁岩、陈伟、陈娟、马强。  
本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

# 化妆品中柠檬黄和桔黄等水溶性色素的测定方法

## 1 范围

本标准规定了化妆品中八种水溶性色素樱桃红、食品红 17、柠檬黄、桔黄、苋菜红、胭脂红、靛蓝、亮蓝的液相色谱测定方法。

本标准适用于皮肤护理类和眼部修饰类化妆品中水溶性色素的测定。

## 2 原理

用水提取化妆品中的水溶性色素,提取液经离心过滤后,用高效液相色谱法进行测定。根据其保留时间定性,外标法定量。液相色谱-质谱法确证。

## 3 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为二次去离子水或重蒸水。

3.1 甲醇:高效液相色谱级。

3.2 乙酸铵。

3.3 樱桃红标准物质:纯度 $\geq 97\%$ 。

3.4 食品红 17 标准物质:纯度 $\geq 97\%$ 。

3.5 柠檬黄标准物质:纯度 $\geq 97\%$ 。

3.6 桔黄标准物质:纯度 $\geq 97\%$ 。

3.7 苋菜红标准物质:纯度 $\geq 97\%$ 。

3.8 胭脂红标准物质:纯度 $\geq 97\%$ 。

3.9 亮蓝标准物质:纯度 $\geq 97\%$ 。

3.10 靛蓝标准物质:纯度 $\geq 97\%$ 。

3.11 水溶性色素标准储备液:准确称取适量水溶性色素(精确到 0.1 mg),以水配制成浓度均为 1 000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准储备溶液。根据需要用水稀释成适用浓度的标准工作溶液。冰箱冷藏保存,有效期 1 个月。

3.12 0.45  $\mu\text{m}$  水性滤膜。

## 4 仪器与设备

4.1 高效液相色谱仪:配有二极管阵列检测器。

4.2 微量进样器:10  $\mu\text{L}$ 。

4.3 超声波清洗器。

4.4 离心机:大于 5 000 r/min。

4.5 溶剂过滤器。

## 5 测定步骤

### 5.1 试样处理

#### 5.1.1 液体样品

称取化妆品试样约 1 g(精确到 0.001 g),置于 50 mL 具塞锥形瓶中,加入 15 mL 水,在超声波清洗器中超声提取 20 min,提取液移入 25 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,经滤膜(3.12)过滤,所得滤

液供液相色谱测定。

### 5.1.2 固体样品

称取化妆品试样约 1 g(精确到 0.001 g),置于 50 mL 具塞锥形瓶中,加入 15 mL 水,3 g 氯化钠固体,在超声波清洗器中超声提取 20 min,提取液过滤,用水定容至 25 mL,经滤膜(3.12)过滤,所得滤液供液相色谱测定。

## 5.2 测定

### 5.2.1 色谱条件

- 色谱柱:Kromasil C<sub>18</sub> 250 mm×4.6 mm(内径),5 μm(粒径),或相当者;
- 流动相 A:甲醇;
- 流动相 B:0.005 mol/L 乙酸铵;
- 流动相梯度(见表 1);

表 1 流动相梯度程序

时间/min	流动相 A	流动相 B
0	10	90
2	20	80
6	98	2
10	98	2
13	10	90

- 流速:1.0 mL/min;
- 检测波长:樱桃红、食品红 17、柠檬黄、桔黄、苋菜红、胭脂红、靛蓝:254 nm;亮蓝:630 nm;
- 柱温:室温;
- 进样量:10 μL。

### 5.2.2 标准工作曲线绘制

用水溶性色素标准储备液(3.11)分别配制成浓度为 0.5 mg/L、1.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L、100.0 mg/L 的混合标准工作溶液,分别取 10 μL 注入液相色谱仪,按色谱条件(5.2.1)进行测定,以色谱峰的峰面积为纵坐标,与其对应的浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。在上述仪器条件下(5.2.1)柠檬黄的保留时间约为 4.4 min,苋菜红的保留时间约为 5.1 min,靛蓝的保留时间约为 5.9 min,胭脂红的保留时间约为 6.2 min,桔黄的保留时间约为 6.6 min,食品红 17 的保留时间约为 6.9 min,亮蓝的保留时间约为 7.3 min,樱桃红的保留时间约为 8.4 min,水溶性色素标准物种类和色谱图参见附录 A、附录 B。

### 5.2.3 试样测定

用微量进样器准确吸取 10 μL 试样溶液(5.1)注入液相色谱仪,按色谱条件(5.2.1)进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积。待测物质含量高,样液超过线性范围的,可用水稀释后进行测定。需要时,用液相色谱-质谱法进行确证(参见附录 C)。

## 5.3 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

## 6 结果计算

结果按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V}{m} \times 1\,000 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$X$ ——化妆品中待测物质的量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

$c$ ——从标准工作曲线上查出的试样溶液中水溶性色素的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

$V$ ——试样定容体积，单位为升(L)；

$m$ ——试样的质量，单位为克(g)。

## 7 测定低限及精密度

### 7.1 测定低限

本方法对亮蓝测定低限为 2.5 mg/kg，对樱桃红、食品红 17、柠檬黄、桔黄、苋菜红、胭脂红和靛蓝测定低限为 10 mg/kg。

### 7.2 精密度

回收率和精密度见表 2。

表 2 水溶性色素回收率和精密度

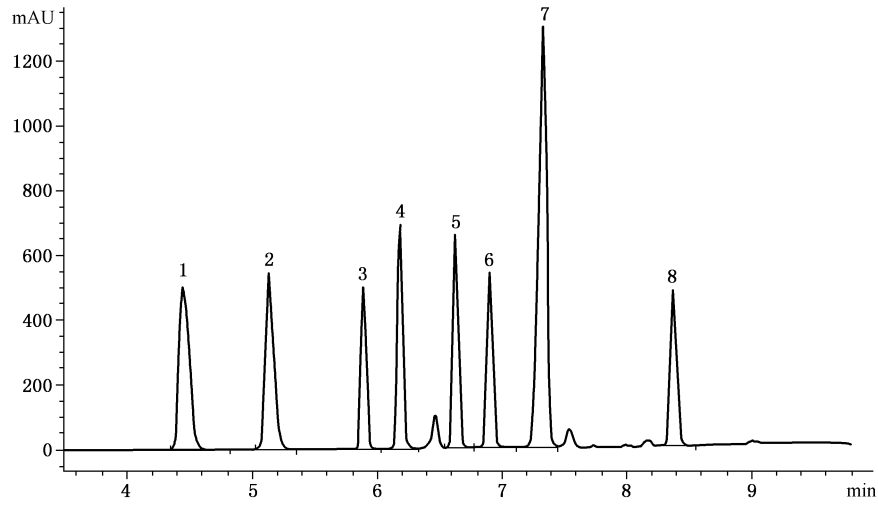
名 称	添加浓度/(mg/kg)	平均回收率/%	相对标准偏差/%
柠檬黄	1 000	95.9	1.18
	100	95.3	2.36
	10	99.8	2.16
苋菜红	1 000	95.9	1.22
	100	92.5	4.74
	10	102	2.49
靛蓝	1 000	93.9	1.64
	100	86.0	4.83
	10	82.9	2.88
胭脂红	1 000	95.2	2.14
	100	98.1	3.53
	10	101	2.61
桔黄	1 000	95.9	1.00
	100	90.5	2.89
	10	88.8	2.42
食品红 17	1 000	95.8	1.15
	100	84.4	2.31
	10	90.0	2.98
樱桃红	1 000	95.2	3.41
	100	85.8	4.46
	10	104	3.69
亮蓝	1 000	95.2	1.29
	100	94.5	2.46
	2.5	102	2.96

附 录 A  
(资料性附录)  
八种水溶性色素种类表

表 A.1 八种水溶性色素种类表

序号	中文名称	英文名称	化学文摘号 CAS	色号 C. I.	分子式
1	柠檬黄	Tartrazine	1934-21-0	19140	$C_{16}H_9O_9N_4S_2Na_3$
2	桔黄	Sunset Yellow	2783-94-0	15985	$C_{10}H_{10}N_2O_7S_2Na_2$
3	樱桃红	Food Red 14	568-63-8	45430	$C_{20}H_6I_4Na_2O_5$
4	食品红 17	Fancy Red	25956-17-6	16035	$C_{18}H_{14}N_2Na_2O_8S_2$
5	胭脂红	Ponceau 4R	2611-87-2	16255	$C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$
6	苋菜红	Amaranth	915-67-3	16185	$C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$
7	亮蓝	Erioglaurine disodium salt	3844-45-9	42090	$C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_3$
8	靛蓝	Food Blue 1	860-22-0	73015	$C_{16}H_3N_2Na_2O_5S_2$

附录 B  
(资料性附录)  
水溶性色素标准物液相色谱图



- 1——柠檬黄；
- 2——苋菜红；
- 3——靛蓝；
- 4——胭脂红；
- 5——桔黄；
- 6——食品红 17；
- 7——亮蓝；
- 8——樱桃红。

图 B.1 水溶性色素标准物的液相色谱图

**附 录 C**  
(资料性附录)  
**确证试验**

**C.1 液相色谱条件**

- a) 色谱柱:XTerra MS C<sub>18</sub>柱,150 mm×2.1 mm(内径),5 μm(粒径),或相当者;  
b) 流动相:流动相梯度见表 C.1,A:甲醇,B:0.01 mol/L 乙酸铵溶液;

**表 C.1 流动相梯度洗脱程序**

时间/min	0	6	10	14	15
流动相 A	10	85	95	95	10
流动相 B	90	15	5	5	90

- c) 流速:0.2 mL/min;  
d) 柱温:30℃;  
e) 进样量:5 μL。

**C.2 质谱条件**

- a) 离子源:ESI;  
b) 离子化模式:正离子模式;  
c) 毛细管电压:3.5 kV;  
d) 萃取电压:3 V;  
e) 射频透镜电压:0.5 V;  
f) 离子源温度:120℃;  
g) 脱溶剂气温度:350℃;  
h) 数据采集方式:选择离子监测(MRM)。

**C.3 定性测定**

进行试样测定时,将样液适当稀释,按液相色谱-质谱条件测定样液和标准工作溶液,如果检出色谱峰的保留时间与标准物质相一致,并且在扣除背景后的样品质谱图中,所选择的离子均出现,而且所选择的离子比与标准物质的相对丰度一致,相对丰度不超过表 C.2 规定的范围,则可判断样品中存在该色素。

**表 C.2 监测离子**

目 标 物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	相对丰度/%	允许相对误差/%
柠檬黄	468.9(20 V)	451.2(13 eV)	100	±20
		200.2(25 eV)	86	
苋菜红	538.9(20 V)	348.4(25 eV)	100	±20
		223.4(30 eV)	97	
胭脂红	539.0(25 V)	158.0(28 eV)	100	±20
		223.3(20 eV)	57	
靛蓝	423.1(25V)	313.3(25 eV)	100	±20
		342.5(28 eV)	67	
桔黄	409.1(20V)	173.1(22 eV)	100	±20
		236.2(25 eV)	76	



表 C.2 (续)

目标物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	相对丰度/%	允许相对误差/%
食品红 17	453.0(22 V)	217.2(28 eV)	100	±20
		202.1(30 eV)	51	
亮蓝	749.3(50 V)	171.2(50 eV)	100	±20
		306.2(48 eV)	65	
樱桃红	836.7(18 V)	582.8(50 eV)	100	±25
		329.2(55 eV)	44	

标准物质的离子监测图见图 C.1, 质谱图见图 C.2~图 C.9。

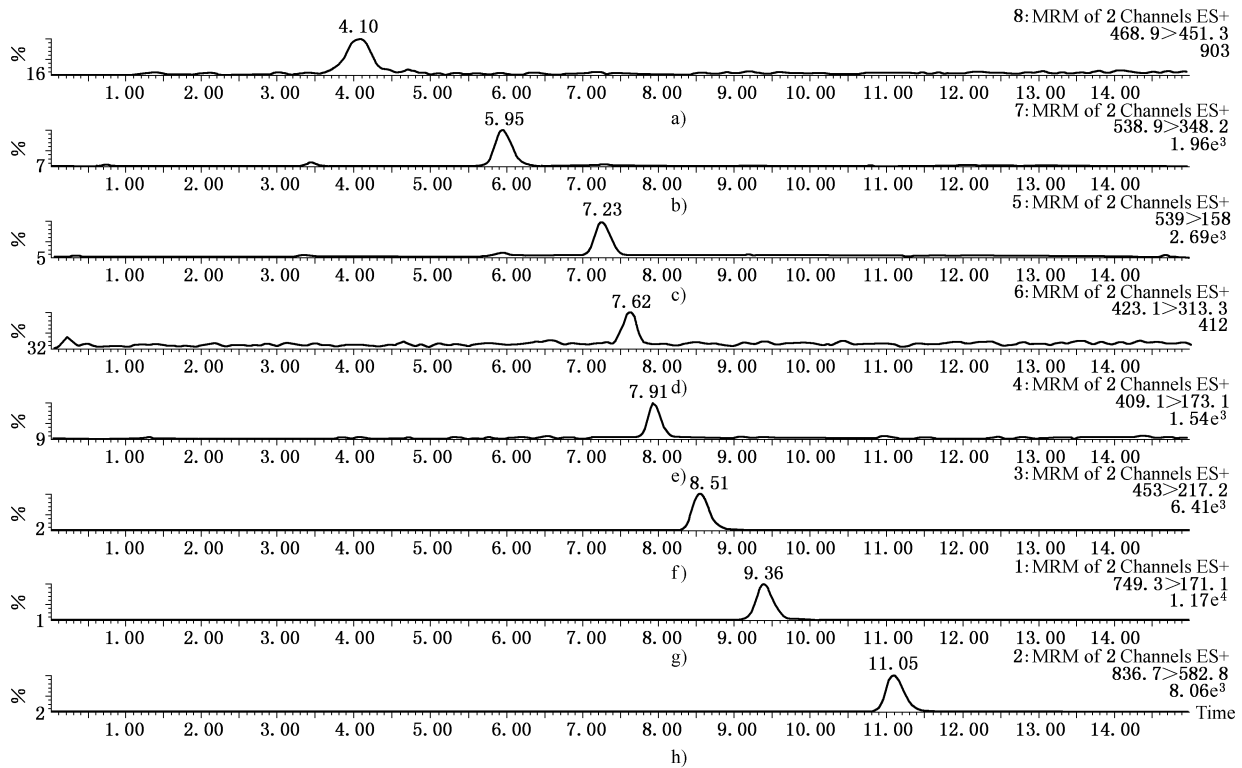


图 C.1 选择离子监测图

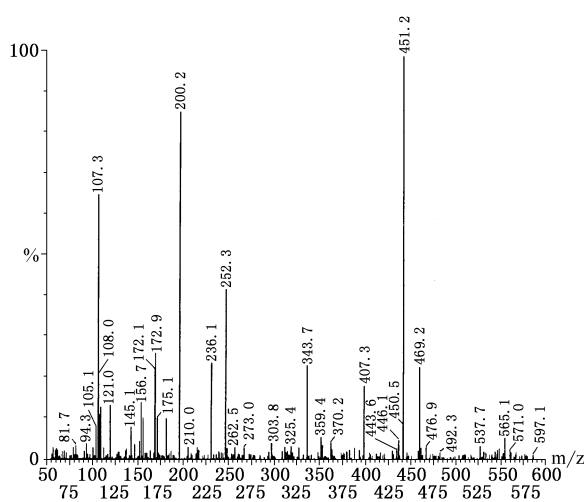


图 C.2 柠檬黄质谱图

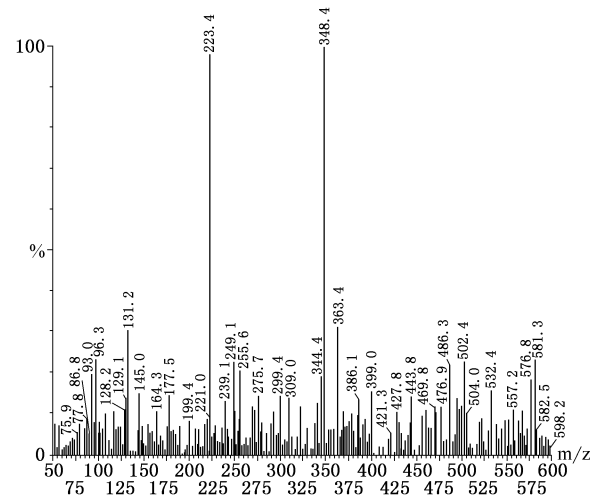


图 C.3 苋菜红质谱图

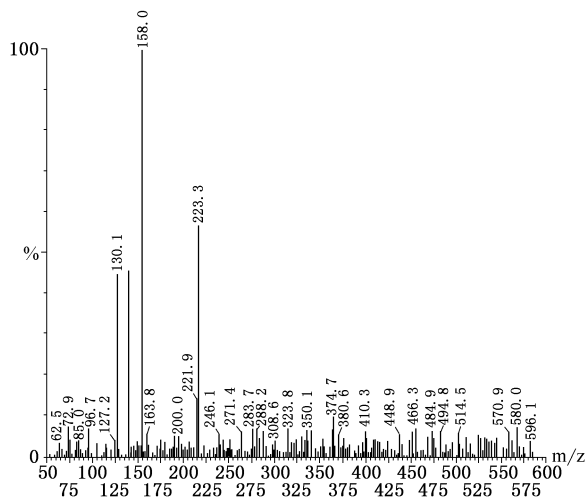


图 C.4 胭脂红质谱图

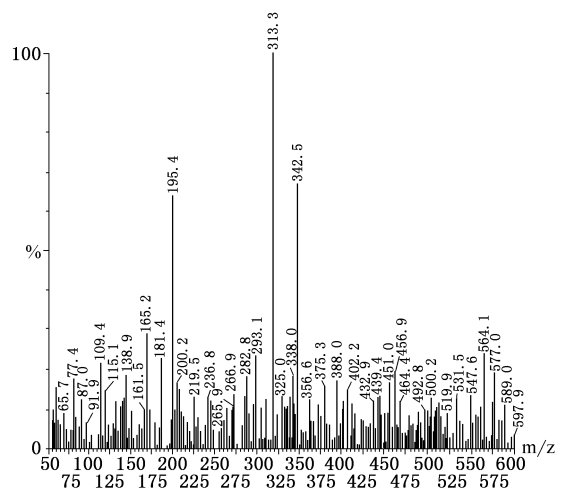


图 C.5 靛蓝质谱图

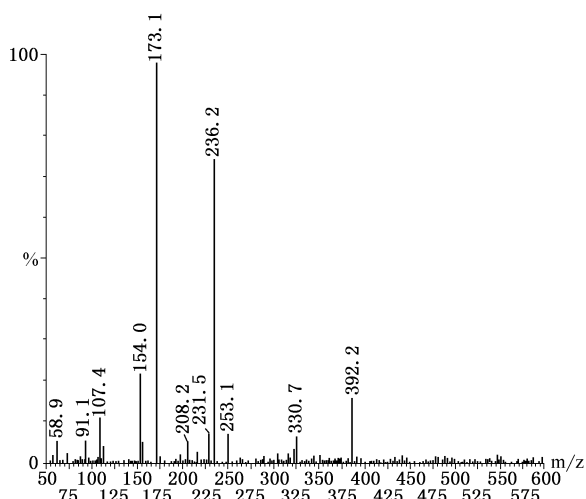


图 C.6 桔黄质谱图

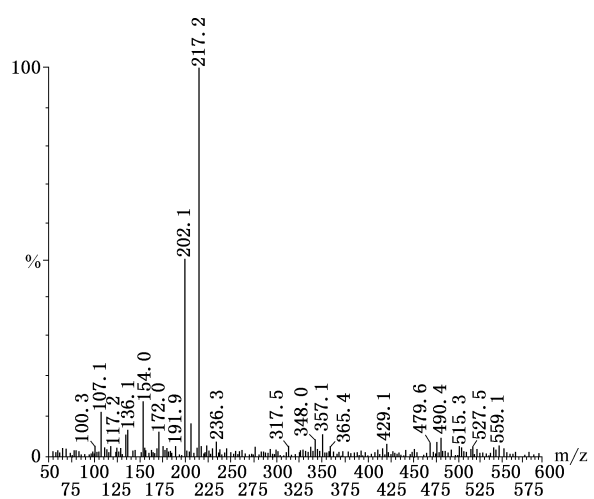


图 C.7 食品红 17 质谱图

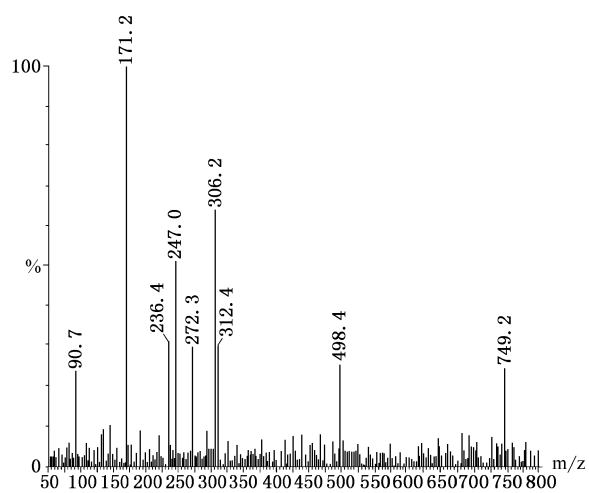


图 C.8 亮蓝质谱图

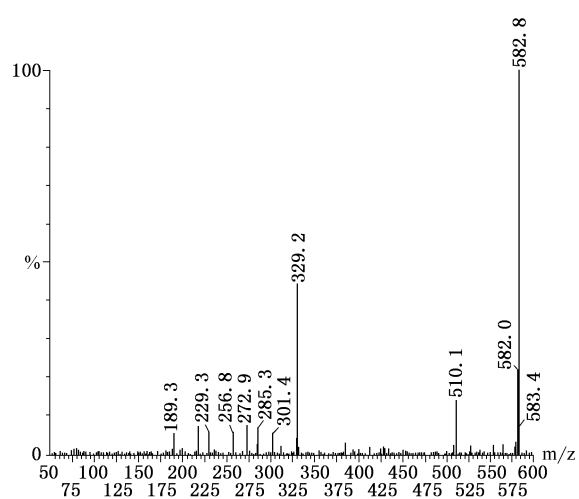


图 C.9 櫻桃红质谱图