

化妆品中氧化型染发剂中染料的HPLC测定方法

■ 说明

与《化妆品卫生规范(2002年版)》比较,值得关注的是此次修改将卫生部2005年发布的《染发剂原料名单》纳入到《化妆品卫生规范(2007年版)》的限用原料名单中。名单列出了染发类化妆品中允许使用的96种染发剂原料,并明确了它们的限制使用要求和标签标注规定。

对苯二酚也称氢醌是化妆品组分中限用物质,化妆品中最大允许浓度为0.3%。染发产品限用物质还有 α -萘酚、醋酸铅、甲基苯二胺类和它们的N位取代衍生物及其盐类、过氧化氢、间苯二酚等。

■ 对照品

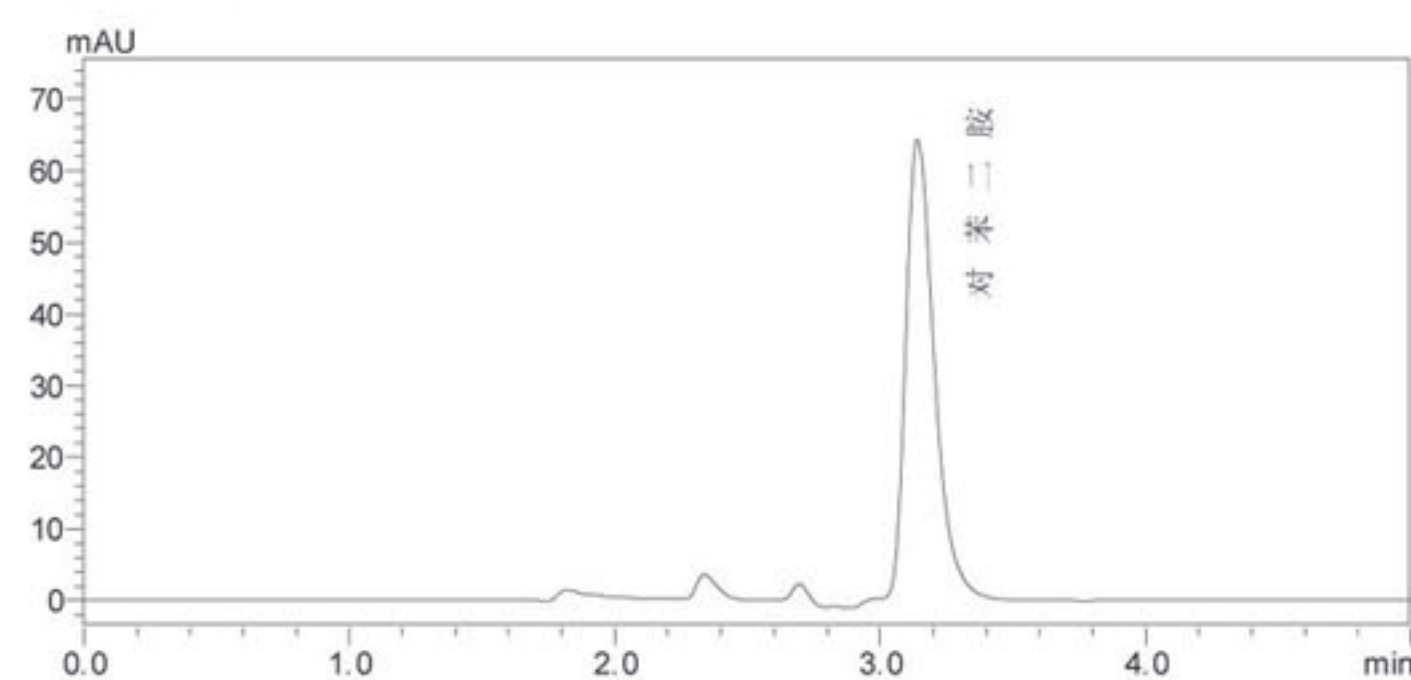
1、对苯二胺 2、对苯二酚 3、3-氨基苯酚 4、邻苯二胺 5、4-氨基苯酚 6、2,5-二氨基甲苯 7、间苯二酚 8、4-甲胺苯酚

■ 分析条件

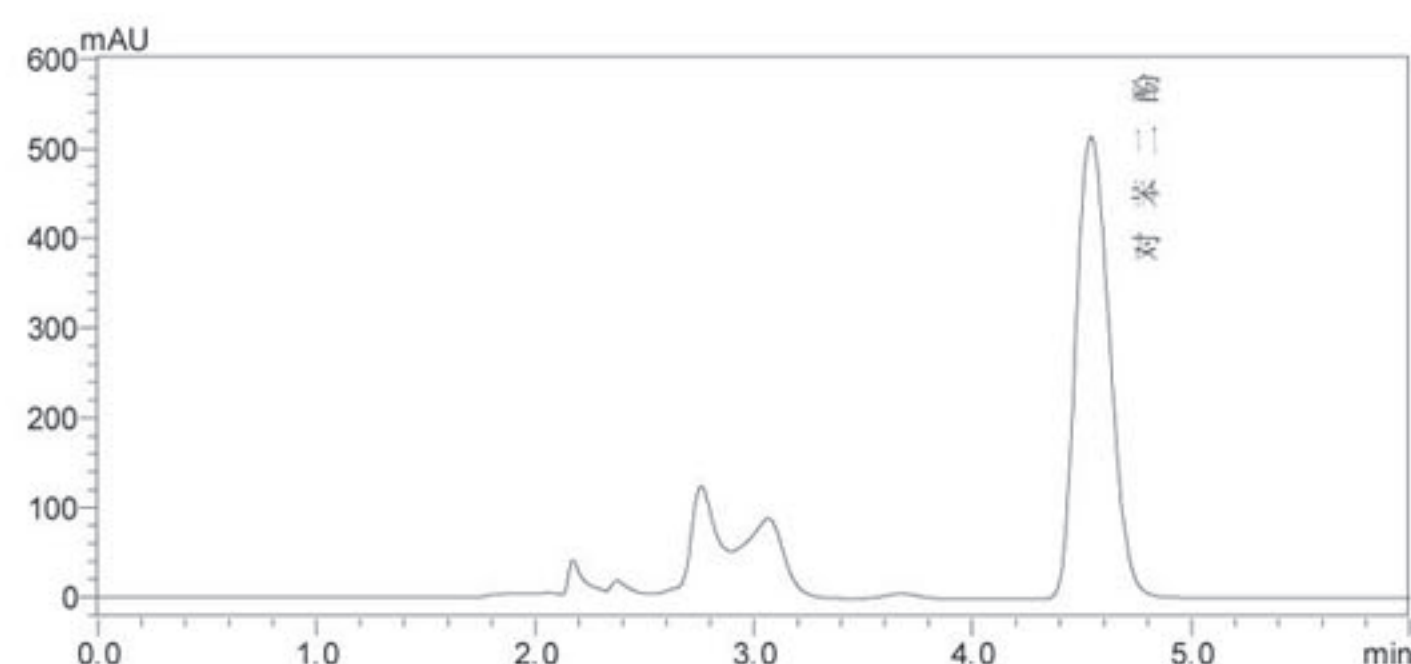
仪 器: 岛津Prominence LC-20A液相色谱仪
色谱柱: Shim-Pack VP-ODS柱, 4.6 $\times$ 150mm
流动相: 乙腈:(水:三乙醇胺=98:1)=5:95
流 速: 1.0mL/min
柱 温: 室温
检测器: 二极管阵列检测器

■ 标准品色谱图

对苯二胺



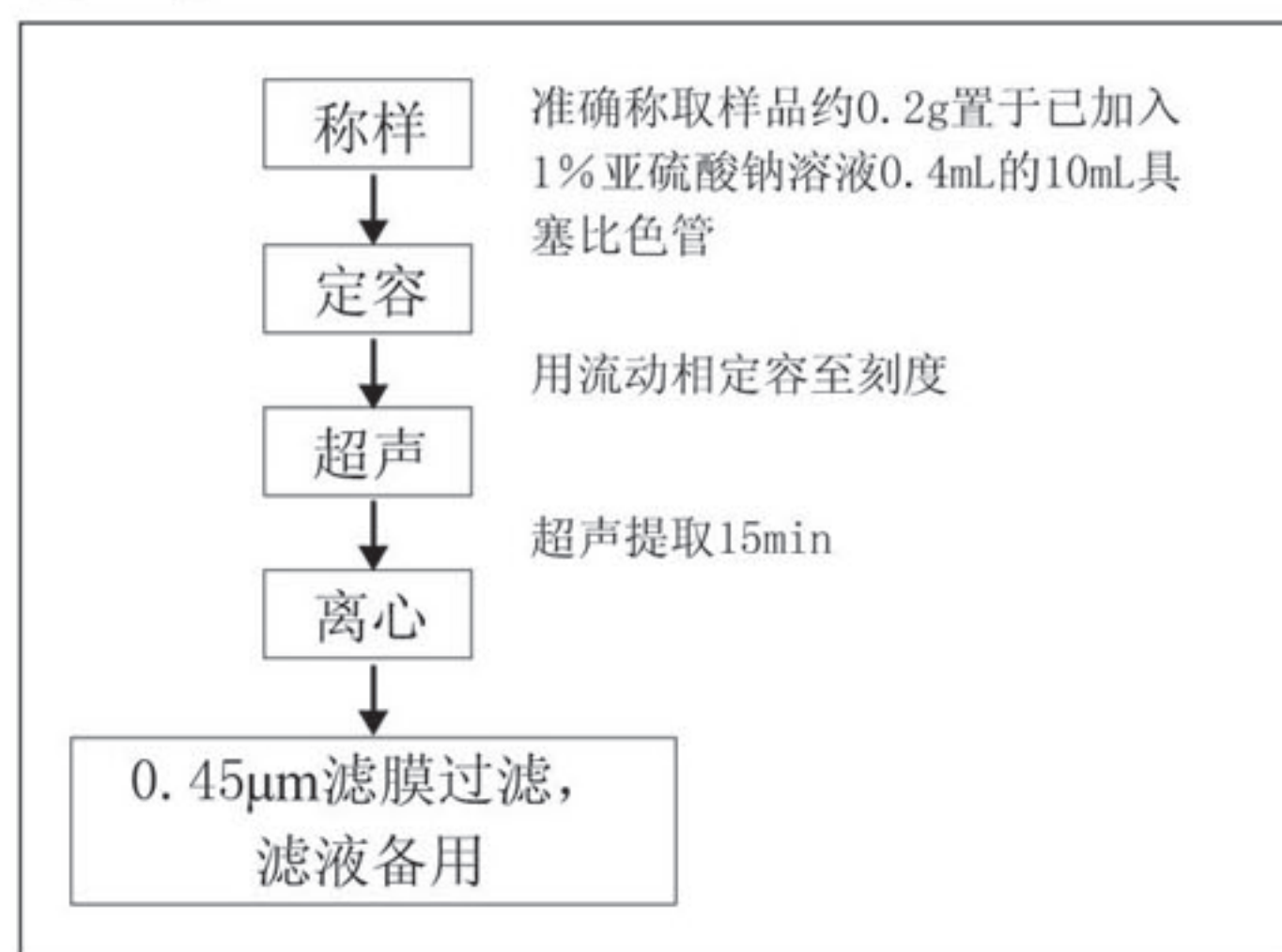
对苯二酚



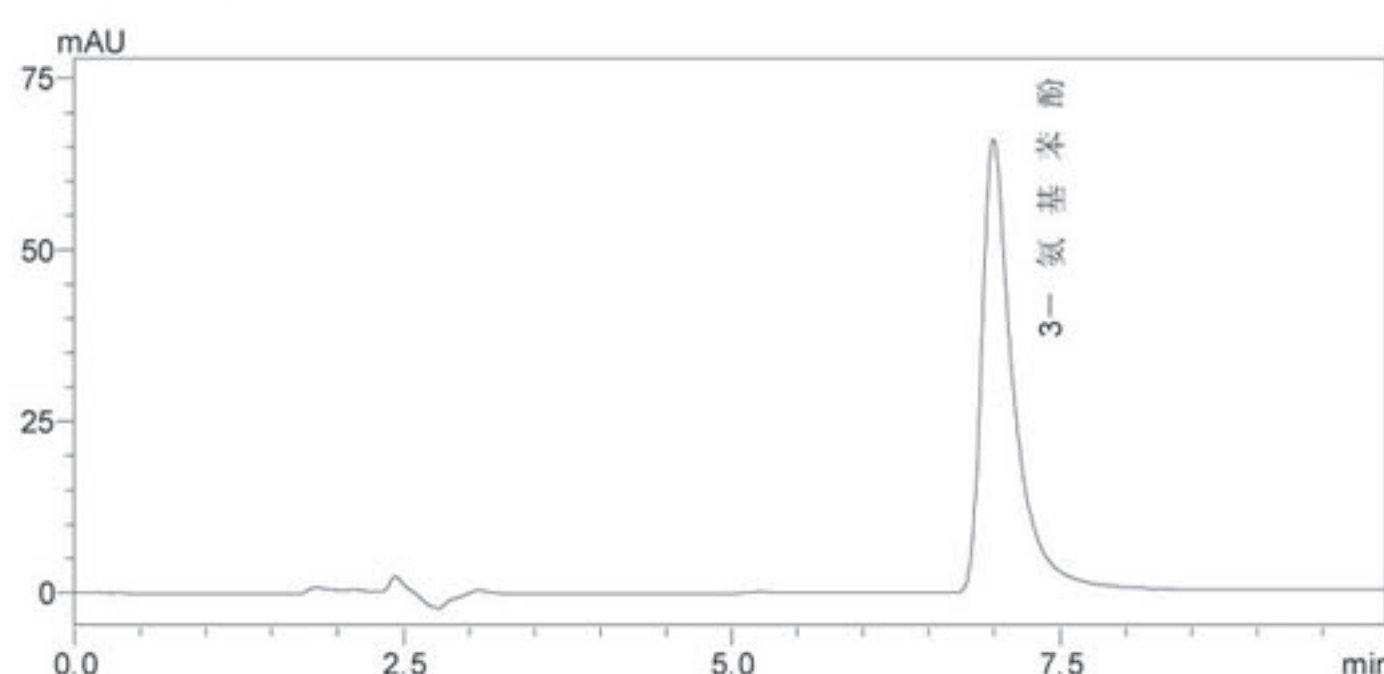
■ 试剂

乙醇、磷酸、三乙醇胺、乙腈、亚硫酸钠

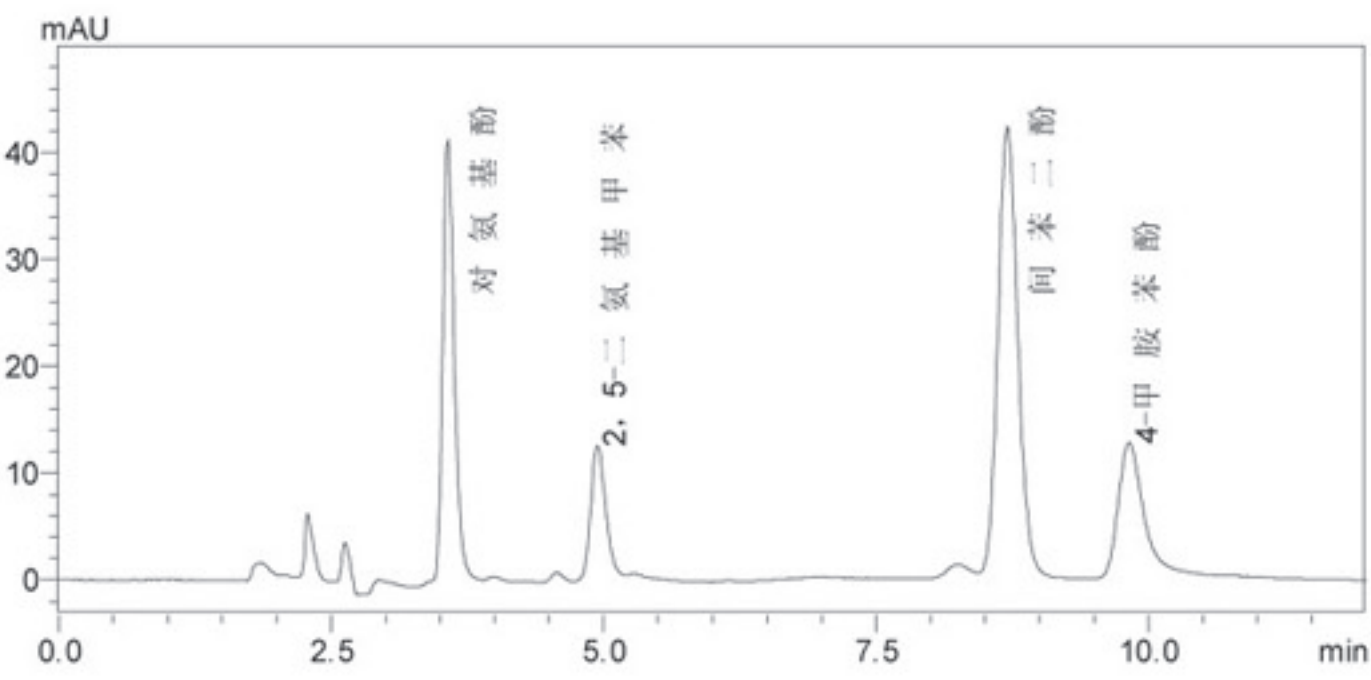
■ 样品前处理



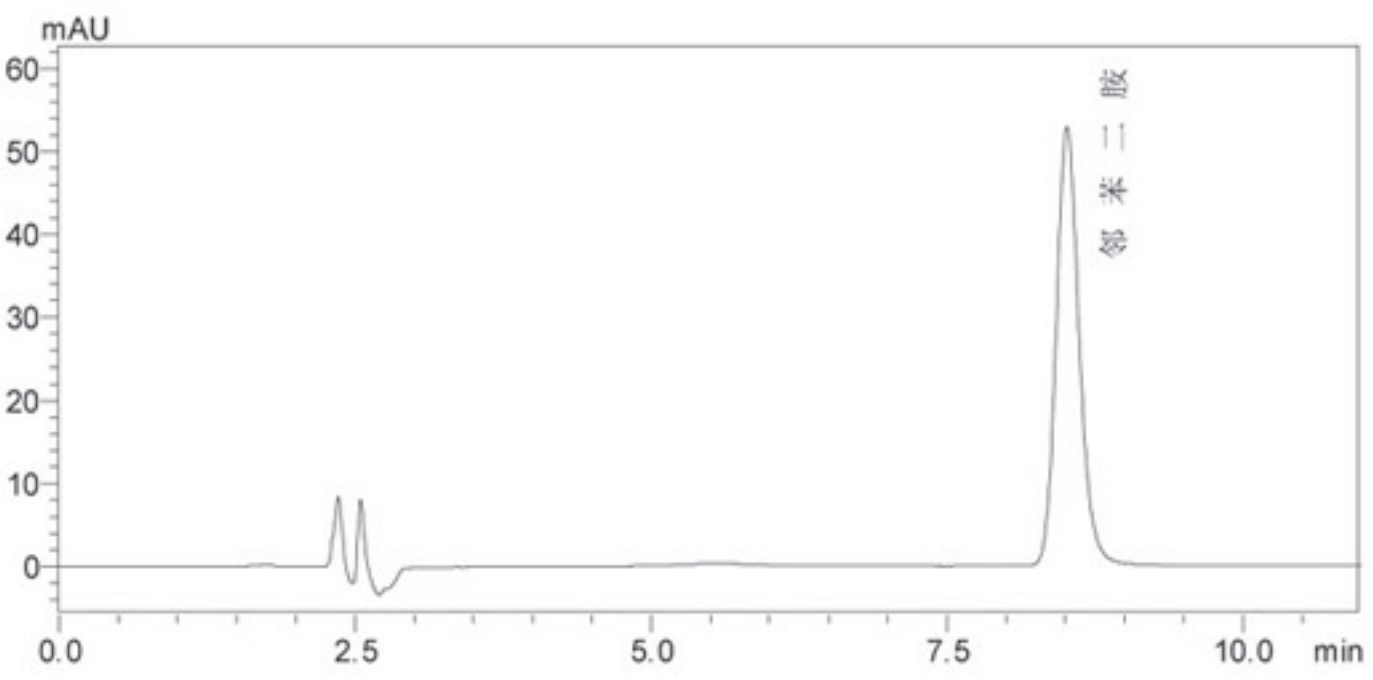
3-氨基苯酚



对氨基酚、2，5-二氨基甲苯、间苯二酚、4-甲胺苯酚



邻苯二胺

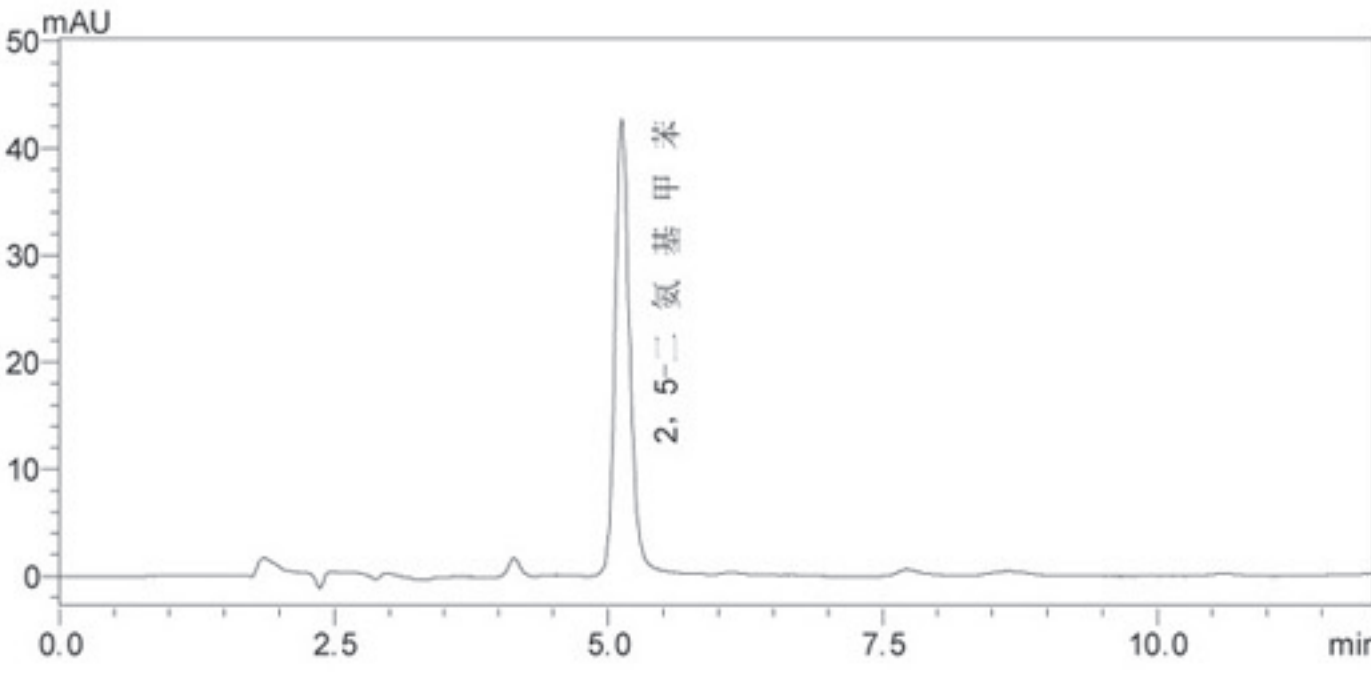


■ 重复性实验结果（n=6）

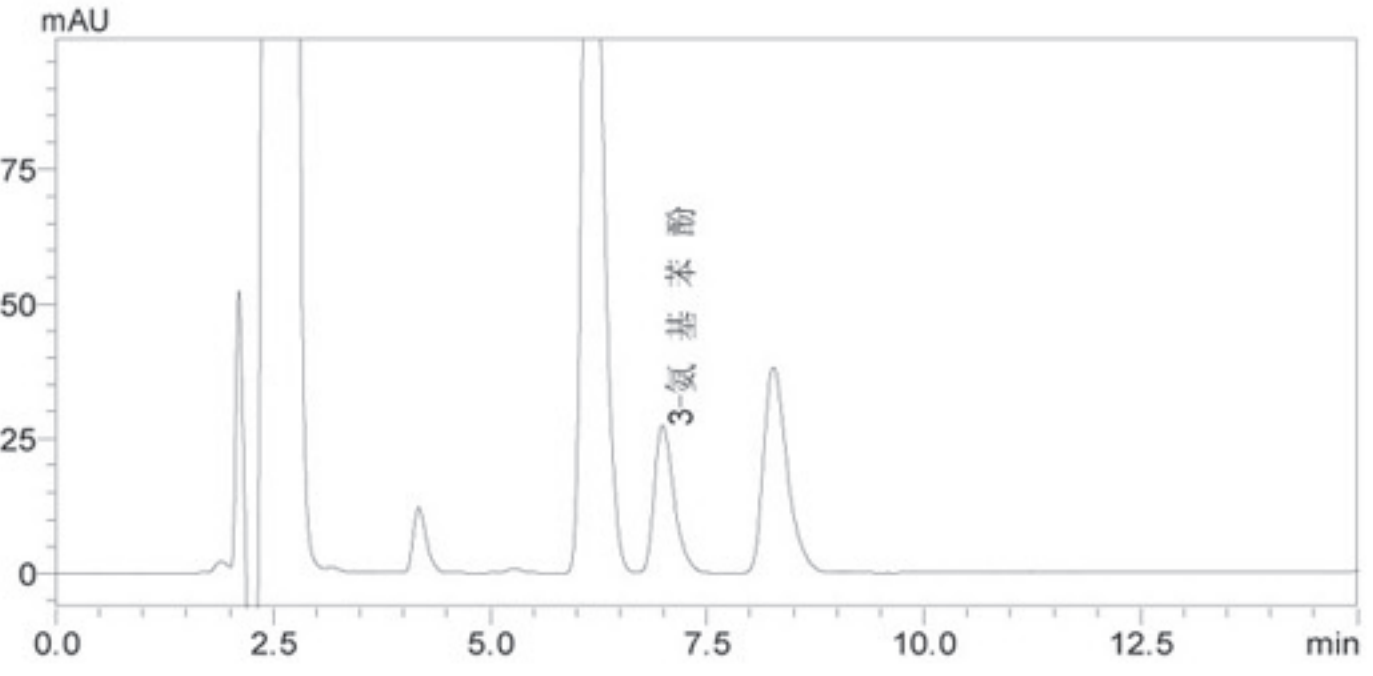
序号	化合物名称	峰面积1	峰面积2	峰面积3	峰面积4	峰面积5	峰面积6	RSD%
1	对苯二胺	1267513	1257263	1260901	1253930	1257559	1261090	0.37
2	对苯二酚	2172794	2184965	2174850	2158762	2151529	2158225	0.69
3	间氨基酚（3-氨基苯酚）	2399416	2392468	2389121	2393553	2418607	2449404	0.96
4	对氨基酚（4-氨基苯酚）	961987	954882	948238	966147	946967	908263	1.52
5	2，5-二氨基甲苯	704882	689753	691200	676844	673363	640523	1.14
6	间苯二酚	1731990	1719303	1719529	1716739	1714604	1750888	0.35
7	4-甲胺苯酚	926042	929566	928132	934235	937508	936636	0.51
8	邻苯二胺	332724	332404	331686	329829	329786	329370	0.44

■ 样品实际分析色谱图

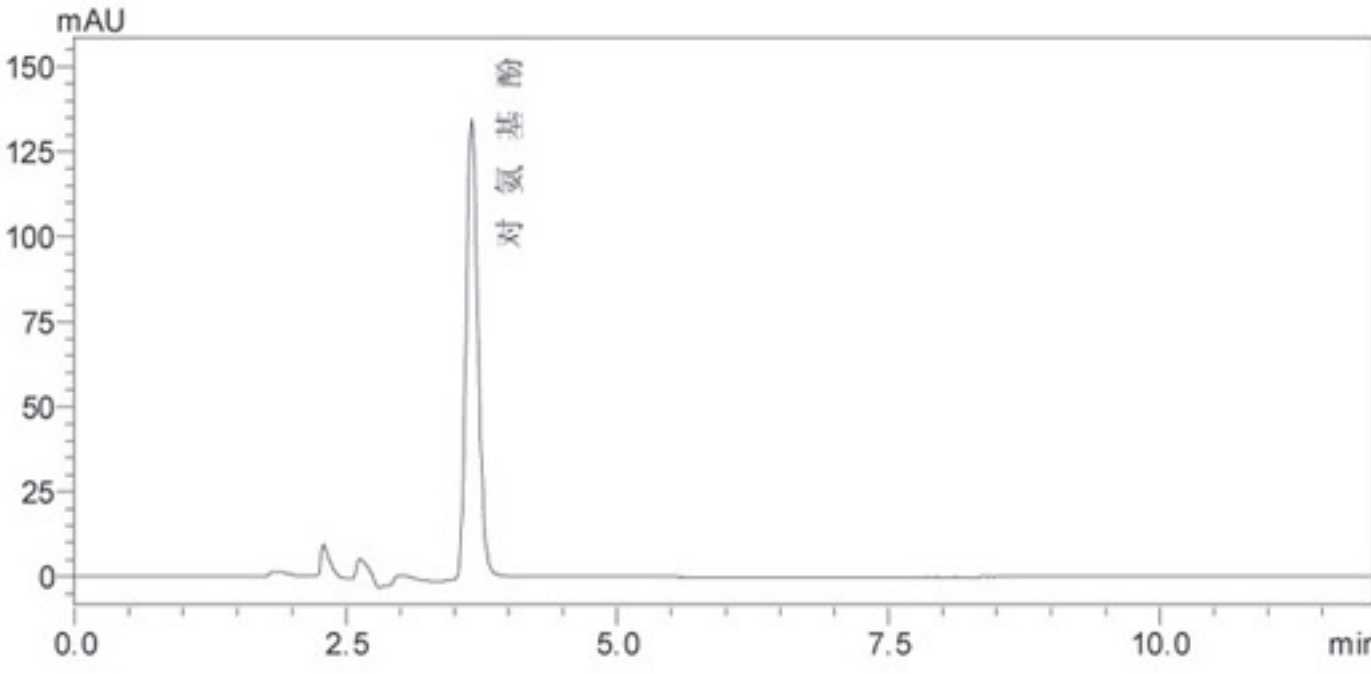
2，5-二氨基甲苯



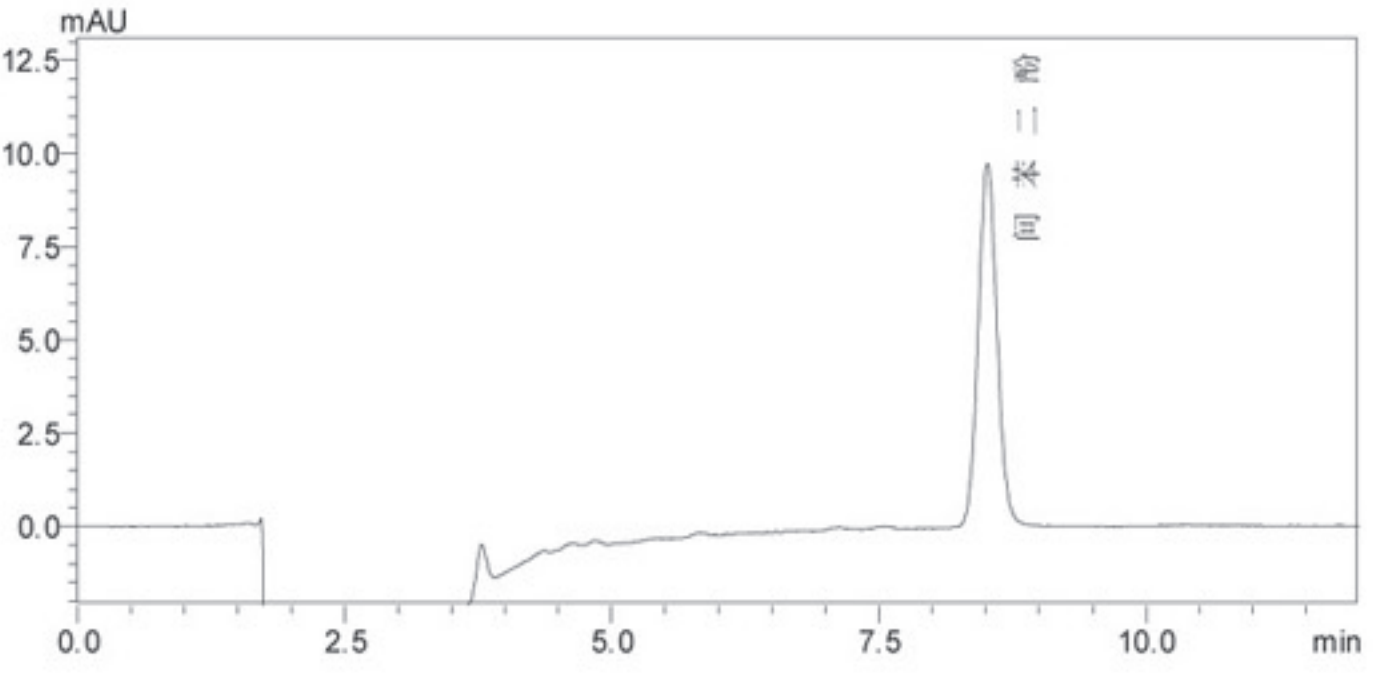
3-氨基苯酚



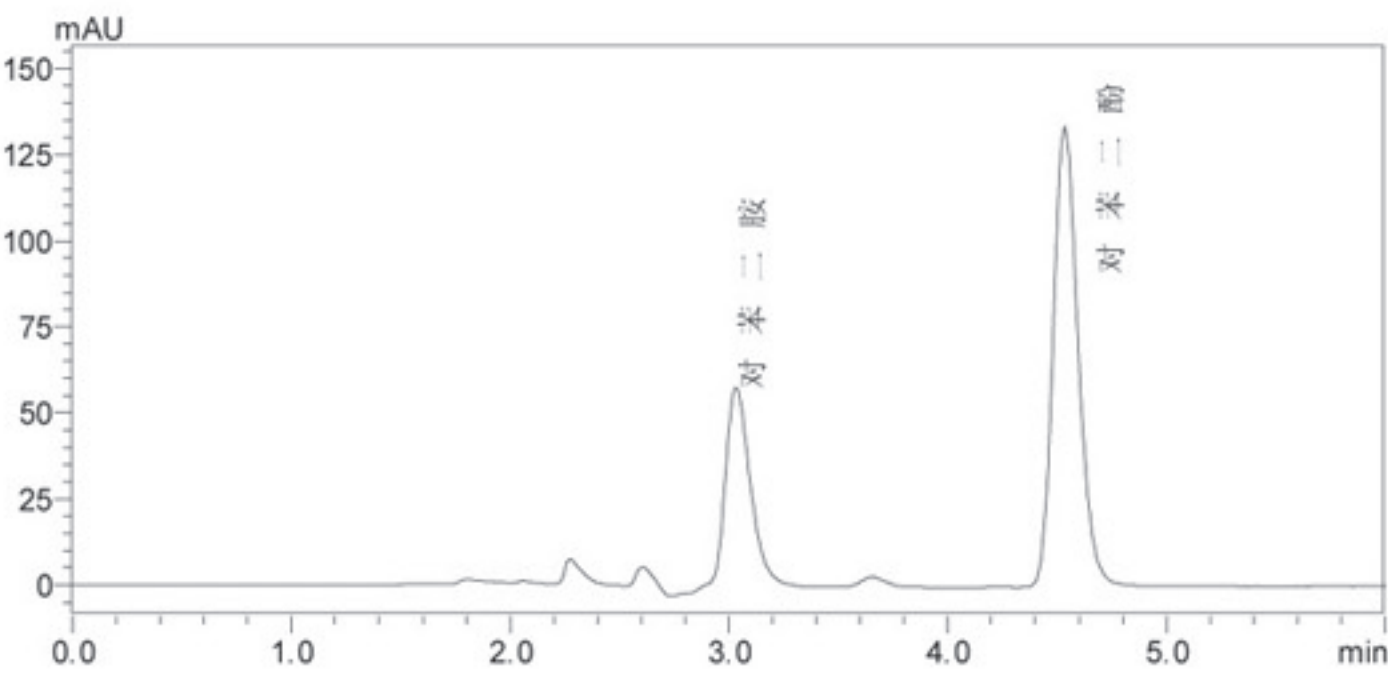
对氨基酚



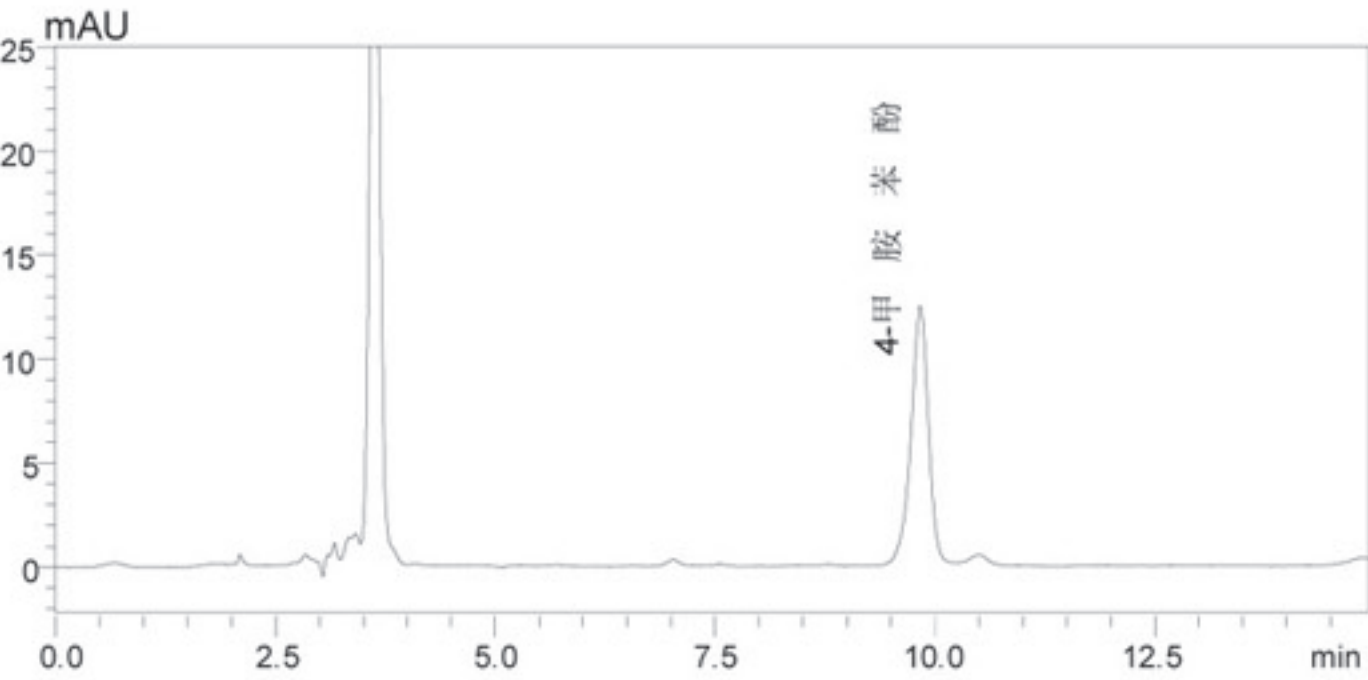
间苯二酚



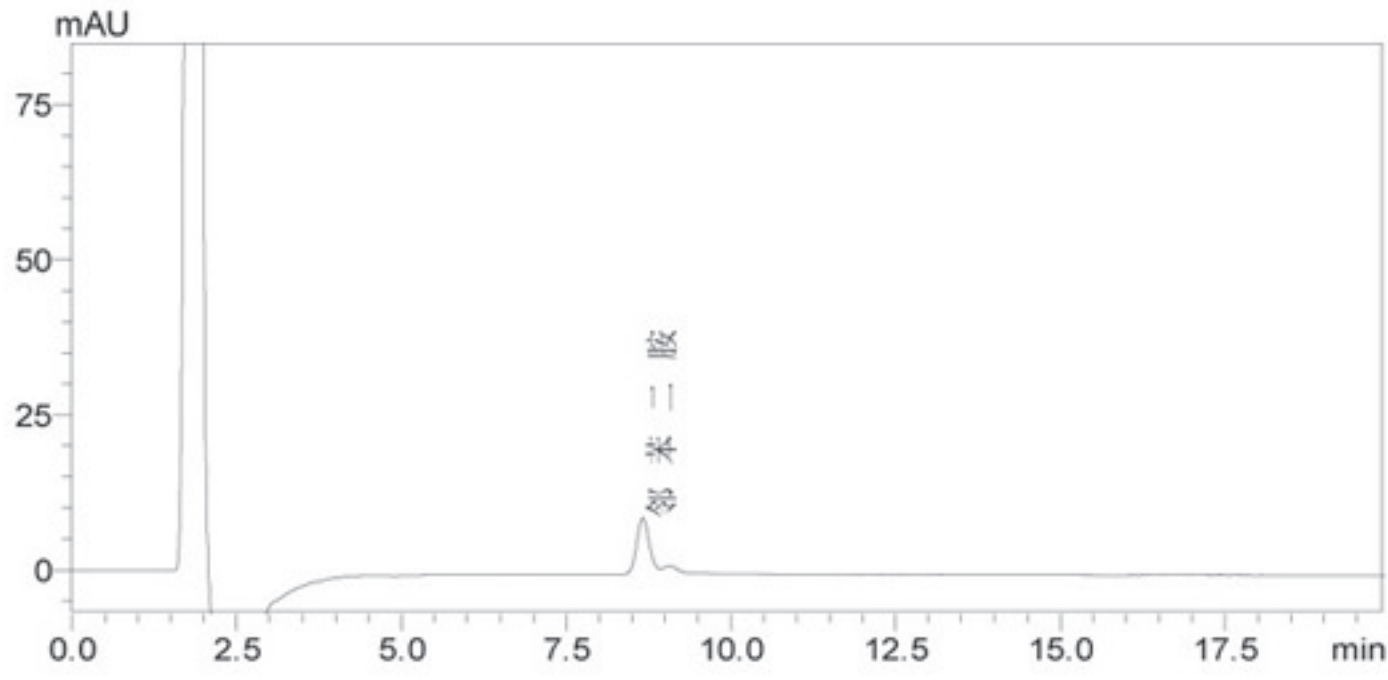
对苯二胺与对苯二酚



4-甲胺苯酚



邻苯二胺



■ 方法检出限

序号	化合物名称	检出限(μg/g)
1	对苯二胺	250
2	对苯二酚	250
3	3-氨基苯酚	25
4	邻苯二胺	4.56
5	4-氨基苯酚	250
6	2, 5-二氨基甲苯	250
7	间苯二酚	125
8	4-甲胺苯酚	250

■ 分析结果

序号	化合物名称	保留时间(min)	含量(mg/L)
1	对苯二胺	3.115	128.04
2	对苯二酚	4.675	31.61
3	邻苯二胺	8.696	12.20
4	4-氨基苯酚	3.653	126.25
5	2, 5-二氨基甲苯	5.096	22.21
6	间苯二酚	8.525	18.29
7	4-甲胺苯酚	9.829	28.61

■ 结论

在上述色谱系统条件下，8种染料的保留时间合适，峰形对称，理论塔板数和分离度均符合测定要求，重复多次进样峰面积的相对标准偏差均<2%。测定某染发膏样品结果表明，该色谱条件适用于化妆品中染料的测定。