



染发类化妆品中间苯二胺的UFLC分析

No.LC-030

摘要：近期，间苯二胺在染发剂中违法添加现象受到广泛关注。间苯二胺是一种工业染料，具有致癌、致畸、致突变作用。根据《化妆品卫生规范》（2007年版），在化妆品中禁用。本文采用快速液相色谱方法(UFLC)对染发类化妆品中间苯二胺进行定性定量分析。

关键词：染料化妆品 间苯二胺 超快速液相色谱(UFLC)

间苯二胺，是一种工业染料，主要用于制造直接耐晒黑RN、碱性橙、碱性棕G、直接耐晒黑G等染料，用作毛皮染料，也用作环氧树脂的固化剂、水泥的促凝剂，并用于染发水、媒染剂、显色剂等方面。

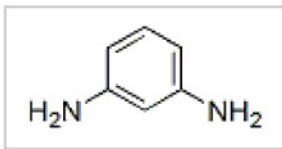


图1 间苯二胺结构式(m-Phenylenediamine)

虽然间苯二胺有染发的作用，但也是一种国际公认的“三致”物质，可引起致癌作用、致畸和致突变作用。根据《化妆品卫生规范》（2007年版），间苯二胺在染发剂中禁用。吸入间苯二胺蒸汽或粉尘会引起气喘和其他呼吸道疾病，皮肤吸收导致血液障碍，影响肾脏、肝脏功能，其最主要的危害是正铁血蛋白血症和致癌作用。

近期，多个品牌的“一洗黑”洗发水被披露添加了未标明加入的“对苯二胺”（可致癌）的染发剂，甚至还有“三致”（致癌、致突变、致畸）物质“间苯二胺”之后，相关部门，如广东省食品药品监督管理局等，在染发类化妆品监督抽检中发现多家企业、品牌的染发类化妆品涉嫌违法添加间苯二胺。

《化妆品卫生规范》（2007年版）中第三部分卫生化学检验方法，采用液相色谱对氧化型染发剂中的8种染料进行测定，但其中未包括间苯二胺。本文采用超快速液相色谱方法(UFLC)对染发类化妆品中间苯二胺进行定性定量分析。

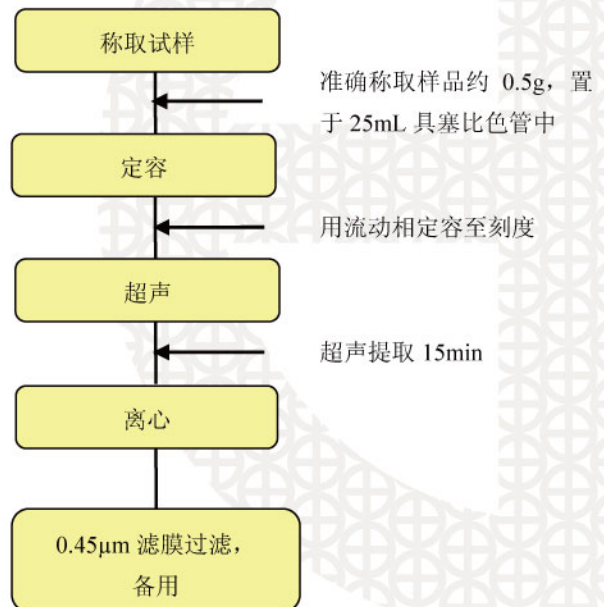
实验部分

1. 仪器

Prominence UFLC，包括：

泵LC-20AD、柱温箱CTO-20AC、自动进样器SIL-20AC，检测器SPD-20AV、色谱柱Shim-pack XR-ODS (3.0mmI.D. X 75mm, 2.2 μm)。

2. 样品预处理步骤



3. 谱条件

流动相A: 水/三乙醇胺 (98:1), 磷酸调节pH值7.7

流动相B: 乙腈

流动相A/B: 95:5

流速: 1.2 mL/min

柱温: 40°C

检测波长: 280nm

采集频率: 50Hz

进样量: 1ul

结果与讨论

1. 间苯二胺标样色谱图

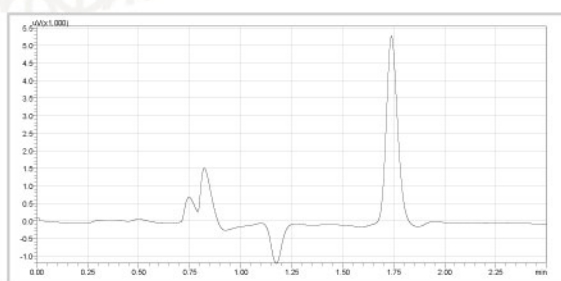


图2 间苯二胺标样色谱图 (51.44mg/L,1ul)

2. 校准曲线

称取间苯二胺标样0.00517g (含量99.5%), 配置标样储备液514.42ug/mL。分别准确吸取储备液25ul、50ul、100ul、500ul, 流动相稀释至1mL, 配置标样浓度为12.86ug/mL、25.72ug/mL、51.44ug/mL、102.88ug/mL、257.21ug/mL, 按上述色谱条件进行分析, 外标法制作标准曲线, 线性相关系数为0.9999。

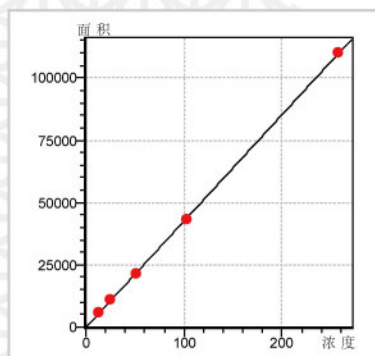


图3 间苯二胺标准曲线

结论

采用超快速液相色谱测定间苯二胺, 目标峰保留时间小于2min, 分析速度快, 且获得良好的线性, 重现性。该方法可用于染发类化妆品中间苯二胺的定性定量分析。

3. 分析结果重现性

间苯二胺标样浓度12.86mg/L, 按上述分析条件进行分析, 平行进样3次, 分析结果如下。

表1 间苯二胺标样重现性

	物质	RT(min)		Area	
		Mean	RSD% (n=3)	Mean	RSD% (n=3)
1	间苯二胺	1.726	0.23	5784	0.82

4. 染发类化妆品样品分析结果

分别准确称取样品两份, 按上述预处理条件进行处理, 待测。

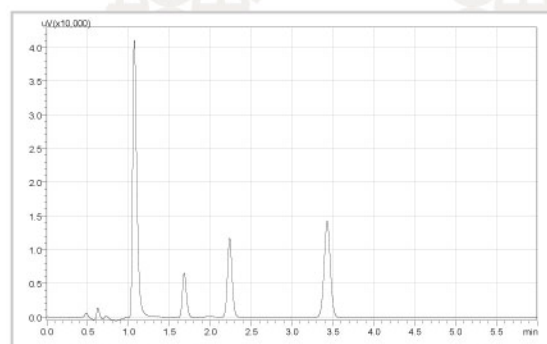


图4 染发类化妆品样品色谱图

表2 样品分析结果

	化合物	称样量 (g)	峰面积	浓度 (mg/L)	含量(%)	
1	间苯二胺	0.5031	23350	55.13	0.274%	RSD(n=2) 0.26%
2		0.4959	23111	54.57	0.275%	