

LC-MS/MS快速检测化妆品中2-氨基-4-羟乙氨基茴香醚硫酸盐等15种原料

Determination of 15 kinds of Dyes in Cosmetics by High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

李广宁, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海

Li Guangning, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

Keywords: SCIEX Triple Quad; Dyes; Cosmetics

化妆品中的氧化型染发剂效果主要体现在持久改变头发颜色上。通过氧化反应,使染料分子与头发内部的蛋白质结合,从而达到长时间锁定颜色的效果。在带来持久染发效果的同时,氧化型染发剂也存在一些潜在的危害。长期频繁染发会对毛发产生化学损伤,导致头发干燥、发脆、开叉、易脱落等。另外,针对不同人群,染发剂中某些成分可能存在过敏反应,因此,在染发前最好进行适当的过敏测试。同时,一些研究指出长期、频繁使用某些染发剂可能与特定癌症(如膀胱癌、乳腺癌、白血病、淋巴瘤等)的风险增加有关。

针对染发剂的使用风险问题,我国《化妆品安全技术规范》(2015版,下称规范)规定了70余种染发剂的最大允许使用量及使用方法。但对于常用的2-氨基-4-羟乙氨基茴香醚硫酸盐等氧化型染发剂,2015版规范只规定了使用限量,并未给出检测方法。为解决此问题,2023年8月,国家药监局发布第41号公告,公告明确规定了化妆品中2-氨基-4-羟乙氨基茴香醚硫酸盐等15种原料的补充检验方法,根据此公告,我们在SCIEX液相色谱质谱系统上开发了化妆品中15种氧化型染发剂的检测方法,方法具有良好的灵敏度及重现性,可用于化妆品中2-氨基-4-羟乙氨基茴香醚硫酸盐等染发剂的检测:

该方法具有以下特点:

1. 分析时间短,10分钟即可完成化妆品中2-氨基-4-羟乙氨基茴香醚硫酸盐等15种染发剂原料的检测。
2. 灵敏度高:方法具有良好的检出下限及稳定性,充分满足国家相关标准要求。

3. 拿来即用:检测质谱条件遵循相关法规,可快速帮助客户在SCIEX仪器上完成相关项目分析,无需进行方法偏离等验证工作。

仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 系统



样品处理:

样品处理参考国家药监局2023年第41号公告,《化妆品中2-氨基-4-羟乙氨基茴香醚硫酸盐等15种原料的检验方法》进行处理。

色谱方法:

色谱柱: C18, 1.8 μm, 2.1 mm × 100 mm

流动相: A: 水(含10 mmol/L 乙酸铵)

B: 乙腈

梯度洗脱:

Time [min]	Flow [mL/min]	B[%]
0.00	0.3000	20
0.50	0.3000	20
3.50	0.3000	40
6.50	0.3000	90
8.00	0.3000	90
8.10	0.3000	20
10.00	0.3000	20

流速：0.3 mL/min；

柱温：40°C；

质谱方法：

扫描方式：MRM正负同时扫描

离子源：ESI

离子源参数：

IS电压：5500 V / -4500V

气帘气 CUR: 30 psi

雾化气 GAS1: 50 psi

辅助加热器 GAS2: 55 psi

源温度 TEM: 550°C

碰撞气 CAD: Medium

离子对列表见附表

实验结果

化合物提取离子流色谱图（见图1）

1. 线性，回归方程及回归系数

使用空白基质配置标准测试液，配置1-100 ng/mL基质添加溶液，相关曲线见图2，所有化合物线性回归系数R均在0.997以上，且各化合物从低浓度点到高浓度点均具有良好的准确度。

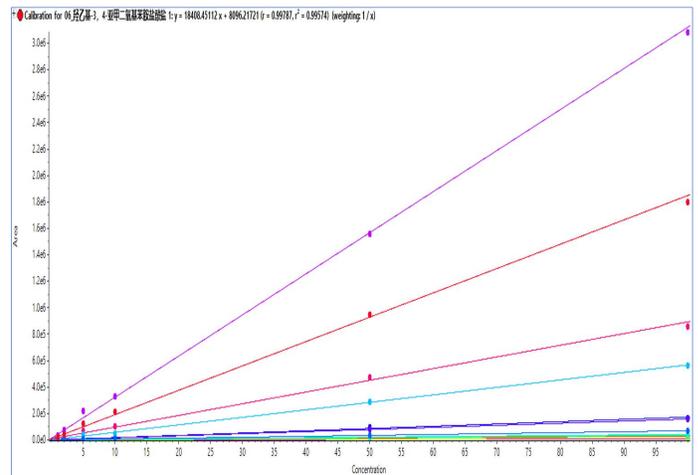


图2. 15种染发剂的校准曲线

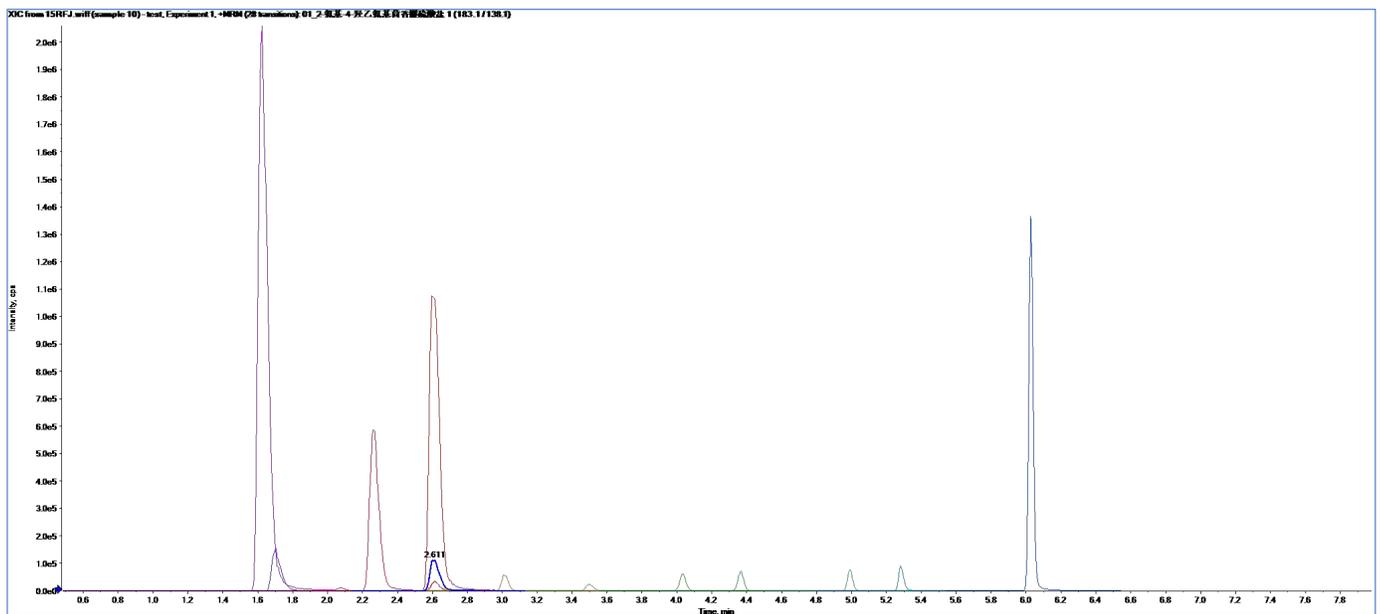


图1. 15种染发剂的提取离子流色谱图

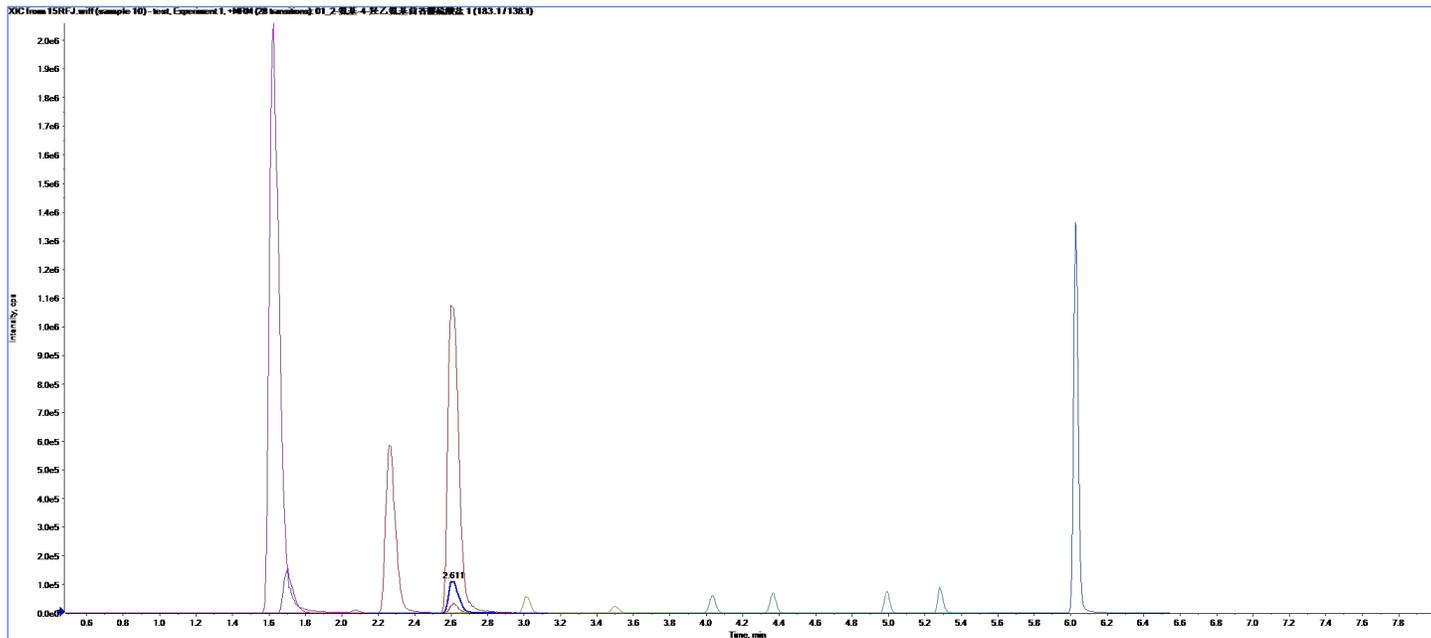


图3. 15种染发剂的基质加标色谱图 (1ng/mL)

2. 灵敏度考察, 使用化妆品空白基质空白分别配制1 ng/mL的基质加标溶液, 所有化合物均具有良好的灵敏度, 可充分满足国家药监局第41号公告《化妆品中2-氨基-4-羟乙氨基茴香醚硫酸盐等15种原料的检验方法》的监测需求 (按处理0.5g样品计, 要求见表1)。

总结

本实验在SCIEX Triple Quad™ 系统上, 建立了化妆品中15种染发剂的LC-MS/MS方法, 方法快速简便, 灵敏度高, 可满足化妆品中2-氨基-4-羟乙氨基茴香醚硫酸盐等15种染发剂的检测及阳性确认需求。

参考文献

1. 国家药监局关于《化妆品中2-氨基-4-羟乙氨基茴香醚硫酸盐等15种原料的检验方法》化妆品补充检验方法的公告

表1. 《化妆品中2-氨基-4-羟乙氨基茴香醚硫酸盐等15种原料的检验方法》监测需求

原料名称	最低检出浓度 (µg/g)	预处理后最低检出浓度 (上机) (ng/mL)
2-氨基-4-羟乙氨基茴香醚硫酸盐	30	1500
羟苯并吗啉	28	1400
2, 6-二羟乙基氨基甲苯	10	500
3-硝基对羟乙氨基酚	16	800
2-甲基-5-羟乙氨基苯酚	28	1400
羟乙基-3, 4-亚甲二氧基苯胺盐酸盐	80	4000
4-羟丙氨基-3-硝基苯酚	20	1000
HC黄4号	40	2000
5-氨基-6-氯邻甲酚	32	1600
HC黄2号	12	600
5-氨基-4-氯邻甲酚	20	1000
羟乙基-2-硝基对甲苯胺	10	500
分散紫1号	16	800
HC橙1号	20	1000
HC红1号	28	1400

附录：

2-氨基-4-羟乙氨基茴香醚硫酸盐等15种原料的质谱离子对参数

化合物	电离模式	Q1	Q3	DP	CE	化合物	电离模式	Q1	Q3	DP	CE
2-氨基-4-羟乙氨基茴香醚硫酸盐	正模式	183.1	138.1	60	27	5-氨基-6-氯邻甲酚	正模式	158	140.1	50	25
		183.1	123.1		158			104.1	32		
羟苯并吗啉		152.1	124	58	25	HC黄2号		183.1	135	65	22
		152.1	96.1		183.1			119	24		
2, 6-二羟乙基氨基苯		211.2	135.1	73	36	5-氨基-4-氯邻甲酚		158	122.1	55	25
		211.2	166.1		158			68	31		
3-硝基对羟乙氨基酚		199.2	123.1	82	20	羟乙基-2-硝基对甲苯胺		197.2	121.1	82	20
		199.2	151.1		197.2			149.1	17		
2-甲基-5-羟乙氨基苯酚		168.2	150.1	70	21	分散紫1号		239.1	166.1	122	45
		168.2	123.1		239.1			139.1	60		
羟乙基-3, 4-亚甲二氧基苯胺盐酸盐		182.1	137.1	65	28	HC红1号		230.2	195.1	60	24
		182.1	106.1		230.2			168.1	44		
4-羟丙氨基-3-硝基苯酚		213.1	123	85	19	HC橙1号		229	181	-89	-20
		213.1	148		229			199	-19		
HC黄4号		243.1	226.1	95	24						
	243.1	181.1	24								

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15988-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话：010-5808-1388
传真：010-5808-1390
全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419-7201
传真：021-2419-7333
官网：sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话：020-8842-4017

官方微信：SCIEX-China