

染髮劑中禁止使用成分之檢驗方法

Method of Test for Forbid Ingredients in Hair Dyes

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於染髮劑中2-amino-3-nitrophenol、6-amino-*o*-cresol、4-chloro-2-aminophenol、3,4-diaminobenzoic acid、4,4'-diaminodiphenylamine、*N, N*-diethyl-*m*-aminophenol、*N, N*-diethyl-*p*-phenylenediamine、*N, N*-dimethyl-*p*-phenylenediamine、4-ethoxy-*m*-phenylenediamine、2-methyl-*m*-phenylenediamine、4-methyl-*m*-phenylenediamine、*m*-phenylenediamine及*o*-phenylenediamine之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以高效液相層析儀(high performance liquid chromatograph, HPLC)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 高效液相層析儀
 - 2.1.1.1. 檢出器：光二極體陣列檢出器(photodiode array detector)。
 - 2.1.1.2. 層析管：C₁₈，5 μm，內徑4.6 mm × 25 cm。
 - 2.1.2. 超音波震盪器(Ultrasonicator)。
 - 2.2. 試藥：甲醇採用液相層析級；醋酸鈉及1-庚烷磺酸鈉(1-heptanesulfonic acid sodium salt) 均採用試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ · cm以上)；2-amino-3-nitrophenol、6-amino-*o*-cresol、4-chloro-2-aminophenol、3,4-diaminobenzoic acid、4,4'-diaminodiphenylamine、*N, N*-diethyl-*m*-aminophenol、*N, N*-diethyl-*p*-phenylenediamine、*N, N*-dimethyl-*p*-phenylenediamine、4-ethoxy-*m*-phenylenediamine、2-methyl-*m*-phenylenediamine、4-methyl-*m*-phenylenediamine、*m*-phenylenediamine及*o*-phenylenediamine對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 容量瓶：10 mL、25 mL、50 mL及100 mL。
 - 2.3.2. 濾膜：孔徑0.45 μm，Nylon材質。
 - 2.4. 移動相溶液之配製：
 - 2.4.1. 移動相溶液A：稱取醋酸鈉8.2 g及1-庚烷磺酸鈉1.2 g，加去離子水溶解使成1 L，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液A。
 - 2.4.2. 移動相溶液B：甲醇。
 - 2.5. 標準溶液之配製：

取染髮成分對照用標準品各約10 mg，精確稱定，共置於10 mL容量瓶中，以甲醇溶解並定容，作為標準原液。臨用時再以甲醇稀釋至5~100 µg/mL，供作標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

取檢體約0.5 g，精確稱定，置於10 mL容量瓶中，加入甲醇5 mL，以超音波震盪溶解後，再以甲醇定容，經濾膜過濾，取濾液供作檢液。

2.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各20 µL，分別注入高效液相層析儀中，依下列條件進行液相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及吸收圖譜比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中各染髮劑禁止使用成分之含量(ppm)：

$$\text{檢體中各染髮劑禁止使用成分之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中各染髮劑禁止使用成分之濃度(µg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件：

光二極體陣列檢出器：波長240 nm，6-amino-*o*-cresol、4-chloro-2-aminophenol、*N,N*-diethyl-*p*-phenylenediamine、*N,N*-dimethyl-*p*-phenylenediamine、4-ethoxy-*m*-phenylenediamine、2-methyl-*m*-phenylenediamine、4-methyl-*m*-phenylenediamine、*m*-phenylenediamine及*o*-phenylenediamine；波長270 nm，2-amino-3-nitrophenol、3,4-diaminobenzoic acid、4,4'-diaminodiphenylamine及*N,N*-diethyl-*m*-aminophenol。

層析管：C₁₈，5 µm，內徑4.6 mm × 25 cm。

移動相溶液：A液及B液以下列條件進行梯度分析

時間(min)	A (%)	B (%)
0 → 7	100 → 70	0 → 30
7 → 11	70 → 60	30 → 40
11 → 18	60 → 60	40 → 40

18 → 20	60 → 40	40 → 60
20 → 24	40 → 40	60 → 60
24 → 26	40 → 100	60 → 0
26 → 35	100 → 100	0 → 0

移動相流速：0.8 mL/min。

- 附註：1. 本檢驗方法染髮劑禁止使用成分之檢出限量均為100 ppm。
2. 染髮劑中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。
3. 以本檢驗方法檢出染髮劑禁止使用成分時，應以液相串聯層析質譜儀(LC/MS/MS)進行確認。