

N-NITROSODIETHANOLAMIN (NDELA) IN KOSMETIKA

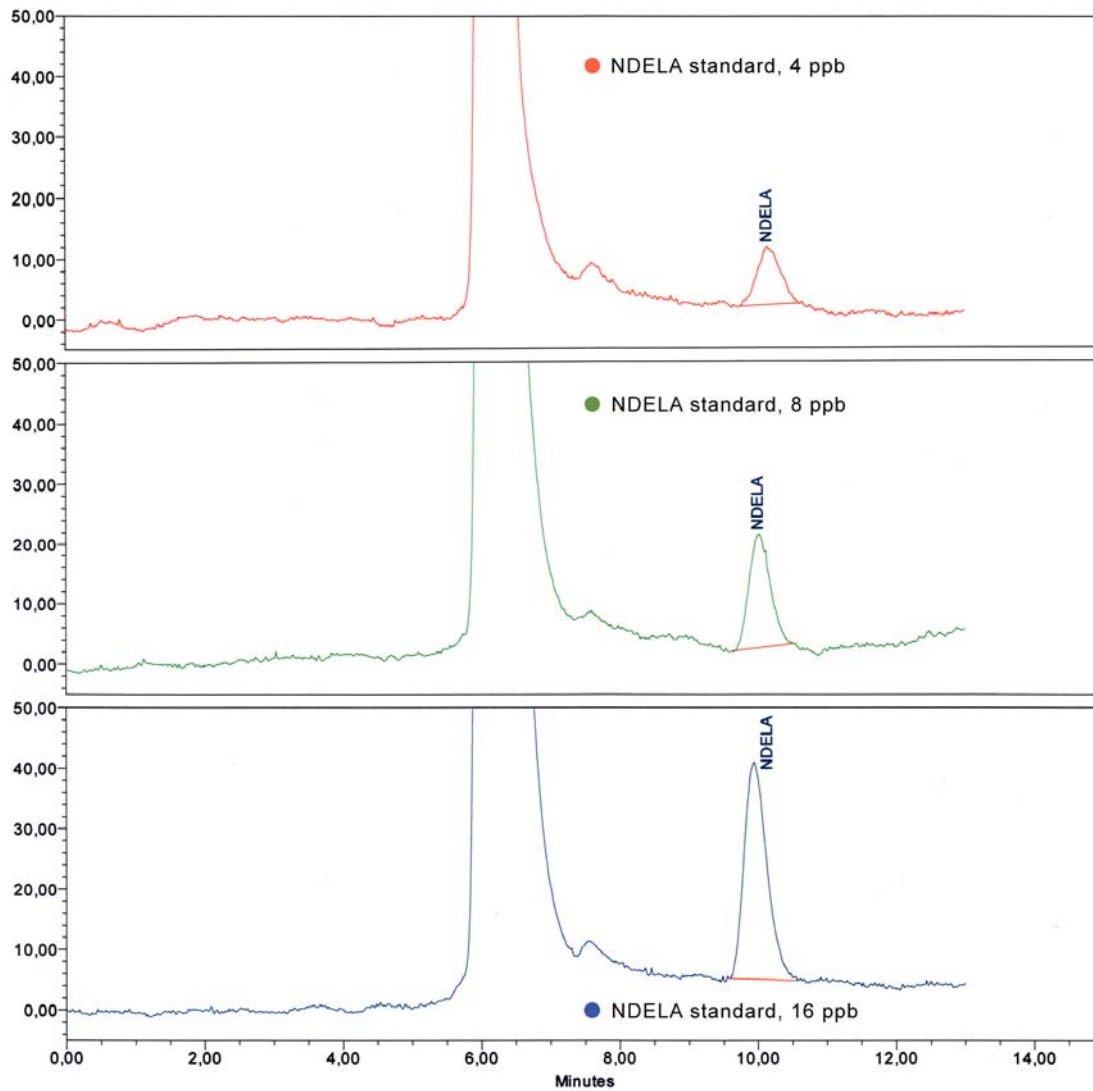


Kosmetika, insbesondere Mascaras und Hautpflegemittel, weisen zum Teil sehr hohe Konzentrationen der kanzerogenen Verbindung N-Nitrosodiethanolamin (NDELA) auf. Zur Analytik stehen mehrere Methoden zur Auswahl, etwa GC-TEA, HPLC-MS/MS oder HPLC mit Photolyse und Nachsäulenderivatisierung. Gerade letztere Methode zeichnet sich durch eine hohe Spezifität aus, minimiert das Risiko der Messung von Artefakten und erlaubt eine präzise Quantifizierung. Deshalb schlägt das Technische Komitee für Kosmetika der Internationalen Organization für Standardisierung diese Methode als Mittel der Wahl vor. Unter der Bezeichnung DIN EN ISO 10130:2009 wird diese Methode beschrieben.

Methodenbeschreibung

NDELA wird zunächst aus dem Kosmetikprodukt abgetrennt und mittels SPE- oder Dichlormethan-Cleanup gereinigt. Im Anschluss wird NDELA auf einer RP C18-HPLC-Säule chromatographisch von der Matrix abgetrennt, die N-Nitroso-Bindung online photochemisch bei 254 nm mittels des UV-Derivatisierungsgerätes UVE™ gespalten und dann anschließend das entstehende Nitrit in einer Griess-Reaktion mit einem einstufigen Nachsäulenderivatisierungs-System PINNACLE PCX zu einem stark farbigen Azofarbstoff umgesetzt, der bei 540 nm detektiert werden kann.

Chromatogramm

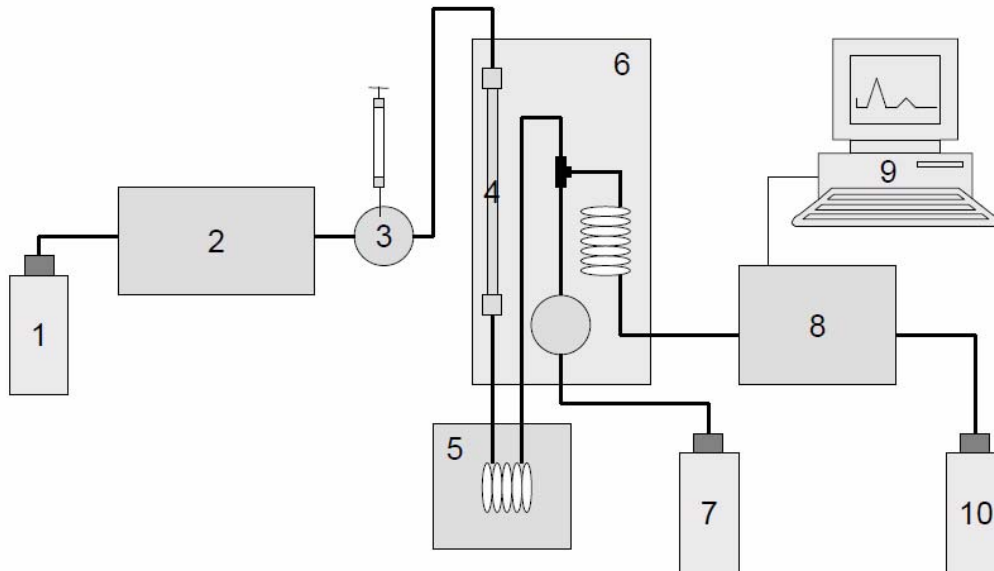


Chromatogramme NDELA Standards: 4, 8 bzw. 16 ppb
Bestimmung von N-Nitrosodiethanolamin (NDELA) nach DIN EN ISO 10130:2009

HPLC-Bedingungen und Derivatisierungsparameter

HPLC Bedingungen	
Betriebsart	Isokratisch
Eluent	0,02M Ammoniumacetat in Wasser (pH 6,8)
Entgasung	Helium-entgast
HPLC-Säule	Spherisorb ODS-2, 4,6 x 150 mm mit Vorsäule 4,6 x 20 mm; C18, 5 µm
Säulenofen	30 °C
Flussrate	0,5 mL/min
Injektionsvolumen	50 µL - 100 µL
Nachsäulenderivatisierung	
UVE™	Photochemischer Reaktor
Pinnacle PCX	Einstufig
Reaktorvolumen	1,0 mL
Reaktortemperatur	50 °C
Reagenz	0,25 g N-(1-Naphthyl)ethylenediamin-Dihydrochlorid auf 250 mL Wasser auffüllen. 4,0 g Sulfanilamid werden in 250 mL einer 5 %-igen (w/v) wässrigen Lösung einer 85 % ortho-Phosphorsäure gelöst. Beide Reagenzien mischen und in Braunglas aufbewahren.
Reagenzfluss	0,5 mL/min
Detektion	
Detektion	UV/VIS-Detektion
UV/VIS	540 nm
Zelle	Analytisch; druckstabil bis 7 bar

Flussdiagramm



Dieses Flussdiagramm zeigt das Schema einer typischen Konfiguration einer HPLC Anlage mit dem Pinnacle PCX und dem UVE™ für NDELA-Analytik.

- 1) HPLC Eluent
- 2) HPLC Pumpe
- 3) Probenventil
- 4) HPLC Säule
- 5) UVE™ (LCTech GmbH, Germany) – photochemisches Derivatisierungssystem: 254 nm
- 6) Pinnacle PCX – Nachsäulenderivatisierungssystem (Pickering Laboratories, USA) welches ein Misch-T-Stück mit geringem Totvolumen, eine Spritzenpumpe zur Förderung des Griess-Reagenz, einen Säulenofen und eine beheizte Reaktorschleife (1mL; 50 °C) umfasst
- 7) Griess Reagenz
- 8) Detektor UV/VIS: 540 nm
- 9) Computer
- 10) Abfallflasche

Literatur

1. DIN EN ISO 10130:2009
Cosmetics - Analytical methods - Nitrosamines: Detection and determination of N-nitrosodiethanolamine (NDELA) in cosmetics by HPLC, post-column photolysis and derivatization.
2. A method for the determination of N-Nitrosodiethanolamine (NDELA) in Personal Care Products – Collaboratively evaluated by the CTPA Nitrosamines Working Group:
Chris Flower, Stephen Carter, Andy Earls, Richard Fowler, Stewart Hewlins, Sam Lalljie, Mark Lefebvre, Jacqueline Mavro, David Small, and Nathalie Volpe

Bestellinformation

Bestellnummer	Beschreibung
10519	UVE™; Photochemischer Reaktor
1153-1098	PINNACLE PCX; einstufig, 1,0 mL Reaktor