

Hajfestőszerek parafeniléndiamin tartalmának meghatározása papírkromatográfiás eljárással, egészségügyi megítélés céljából

PINTÉR IMRE és KRÁMER MAGDA

Technikai munkatárs: Kleeberg János

Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézet, Budapest

Érkezett: 1965. január 9.

A modern, ún. tartós hajfestőszerekben leggyakrabban használt hatóanyagok az aromás diaminok és ezek származékai; mellettük egyidejűleg fenolokat és aminofenolokat is alkalmaznak. Ezeket a hajfestőszerekben alkalmazott aromás vegyületeket – mint ismeretes – oxidációs festékeknek is nevezik, mert hatásukat megfelelő oxidálódás után fejtik ki.

Az aromás diaminok, elsősorban a p-feniléndiamin és a p-toluiléndiamin dermatológiai hatásáról több közlemény jelent meg (1–6). Hazánkban e kérdéstről *Kajdaci* (7) adott a vonatkozó irodalom feldolgozásával átfogó tájékoztatást.

Az aromás diaminokat tartalmazó hajfestékek használata során tapasztalt egészségkárosodások nyomán hazánkban az egészségügyi miniszter 125/1951. (X. 30.) Eü. M. sz. rendeletével szabályozta a haj- és szempillafestőszerek előállítását. Az aromás aminok közül ezekben a p-toluiléndiamin és p-aminofenol használatát engedélyezte és az ilyen hajfestőszert alkalmazását előzetes bőrpróba eredményétől tétette függővé. A p-feniléndiamin felhasználásához ezen feltétellel is csak e szabályozást kiegészítő 2/1957. (VIII. 15.). Eü. M. sz. rendeletében járult hozzá, és a p-feniléndiamin alkalmazható maximális koncentrációját 1%-ban állapította meg. Egyben előírta azt is, hogy p-feniléndiamin tartalmú hajfestéket csak az állami ipar és csak fodrászipari célra hozhat forgalomba, a közforgalomba kerülő hajfestőszert p-feniléndiamint nem tartalmazhat.

Mivel az utóbbi rendelet a p-feniléndiamin alkalmazására korlátozásokat tartalmaz, az egészségügyi ellenőrző munka számára szükségesnek mutatkozott:

a) megfelelő eljárás kidolgozása a p-feniléndiamin kimutatására viszonylag nagy mennyiségű egyéb oxidációs festék, különösen p-toluiléndiamin, továbbá rezorcin és p-aminofenol egyidejű jelenléte esetén,

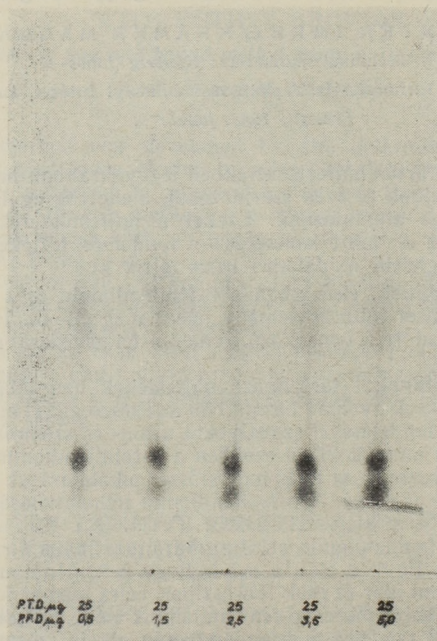
b) alkalmas módszer kidolgozása a p-feniléndiamin mennyiségének meghatározására az előbb említett anyagokat tartalmazó hajfestőszerekben.

A tartós hajfestőszerek p-feniléndiamin tartalma meghatározására szolgáló specifikus módszer kidolgozásának szükségessége annál is inkább fennáll, mert az utóbbi hivatkozott rendelet a hatóanyag tartalom megállapítását a nitrogén tartalom meghatározása alapján írja elő. Ez a módszer együtt méri a hajfestőszert összes nitrogén tartalmú alkotórészét, az aromás aminokat és az ammoniát egyaránt, ezért a hajfestőszerekben levő p-feniléndiamin mennyiségének megállapítására alkalmatlan.

A rendelkezésünkre álló irodalom adatai szerint több szerző foglalkozott a tartós hajfestőszerekben alkalmazott aromás diaminok kvalitatív kimutatásával.

Newburgernek és *Jones-nak* (8) oldószeres kivonással sikerült elkülöníteni a szappan alapú oxidációs hajfestékekben levő aminofenolokat a p-feniléndiamintól, illetve a p-toluiléndiamintól. Az utóbbi kettő egymástól való elválasztására azonban eljárásuk nem alkalmas.

Kajdacsí (7) a p-feniléndiamin jelenlétét anilinnal és FeCl_3 -al történő együttes oxidáció során keletkező vegyület kék színe alapján mutatta ki a hajfestőszerekben. A p-toluiléndiamin a fenti reagensekkel nem ad színváltozást.



1. ábra. p-feniléndiamin (PFD), p-toluiléndiamin (PTD) és p-aminofenol (PAF) keverékének kromatogramja (Futtatási idő 6+4 óra).

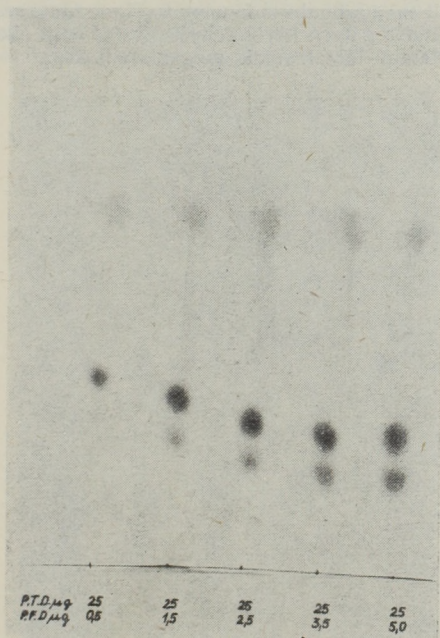
Zipp (9) a p-feniléndiamin származékait előzőleg benzoilperoxiddal p-kinondiaminokká oxidálta és az így nyert vegyületeket választotta szét papírkromatográfiai eljárással.

Hais és *Macek* (10) a feniléndiamin izomerjeinek szétválasztására közöltek papírkromatográfiai eljárást.

Deshusses és *Desbaumes* (11) az aromás diaminek elválasztására alkalmaztak papírkromatográfiai eljárást, és módszerük segítségével a p-feniléndiamin és p-toluiléndiamin – bár Rf. értékeik elég közel esnek egymáshoz – kvalitatíve elkülöníthetők.

Jacobelli – *Turi* (12) két dimenziós papírkromatográfiai módszert alkalmazott az aromás diaminek szétválasztására. Ennek segítségével a p-feniléndiamin és p-toluiléndiamin elválaszthatók.

A papírkromatográfiás eljárással szétválasztott aromás diamino foltjainak láthatóvá tételére az irodalom szerint többféle reagenst használtak, amelyek közül a p-dimetilaminobenzaldehid (12) igen előnyösnek bizonyult. Ez ugyanis a különböző aromás diaminoakkal jól megkülönböztethető színű foltokat ad, és segítségével – tapasztalatunk szerint – már század mikrogramm mennyiségű p-feniléndiamin is észlelhető. A papíron az előhívást követő megszáradás után a p-feniléndiamin foltjának 24 óra múlva kifejlődött, végleges színe ciklá-



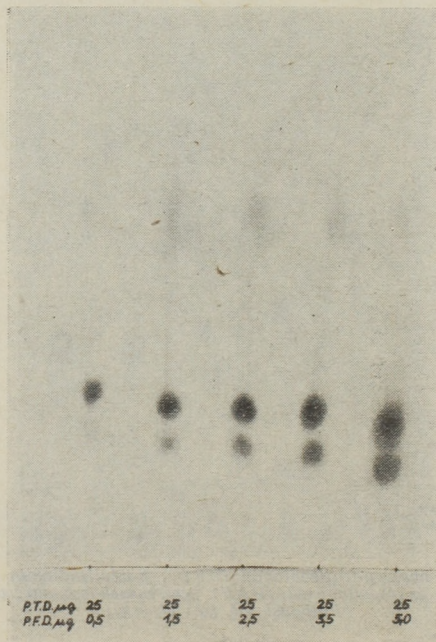
2. ábra. p-feniléndiamin (PFD), p-toluiléndiamin (PTD) és p-aminofenol (PAF) keverékének kromatogramja (Futtatási idő 15 + 77 óra).

men piros, az o-feniléndiaminé barnás sárga, a m-feniléndiaminé narancs sárga a p-toluiléndiamin foltjának színe rozsdabarna, a p-aminofenolé sárga, a rezorcíné kékes lila.

Az aromás diamino mennyiségének hajfestőszerekben való meghatározásával a rendelkezésre álló szakirodalom szerint *Newburger és Jones* (8), továbbá *Kajdacsí* (7) foglalkoztak.

Az előbbi szerzők eljárása azon alapszik, hogy a p-aminofenoltól szerves oldószerrel elkülönített p-feniléndiamin, illetve p-toluiléndiaminból diacetil származékokat állítanak elő és mennyiségüket gravimetriásan, vagy az ultrabolya tartományba eső fényelnyelésük alapján spektrofotometriásan mérik. Ez a módszer csak olyan esetben használható, ha az említett aromás diamino közül csak egyik van jelen, de nem teszi lehetővé a p-feniléndiaminnak p-toluiléndiamin melletti meghatározását.

Kajdacs (7) a p-feniléndiaminnak anilinnal és FeCl_3 -al történő együttes oxidációja révén keletkező vegyület kék színének intenzitását használja fel a hajfestőszer p-feniléndiamin tartalmának meghatározására. A módszer, bár igen gyors és érzékeny, mégis korlátozott alkalmazhatóságú. Ugyanis olyan esetekben, amikor a hajfestőszer p-feniléndiamin mellett fenolokat és aminos-fenolokat (pl. rezorcin, p-aminofenol) is tartalmaz (a hazánkban egyedül engedélyezett p-feniléndiamin tartalmú Komol-ipari hajfestőszer csaknem minden árnyalatánál ez a helyzet), az oxidációs reakció során a jellegzetes kék színtől eltérő keverékszín áll elő a különböző fenolok FeCl_3 -al adott színreakciója következtében. Ezért a módszer ilyen körülmények között nem alkalmazható a hajfestőszer p-feniléndiamin tartalmának meghatározására.



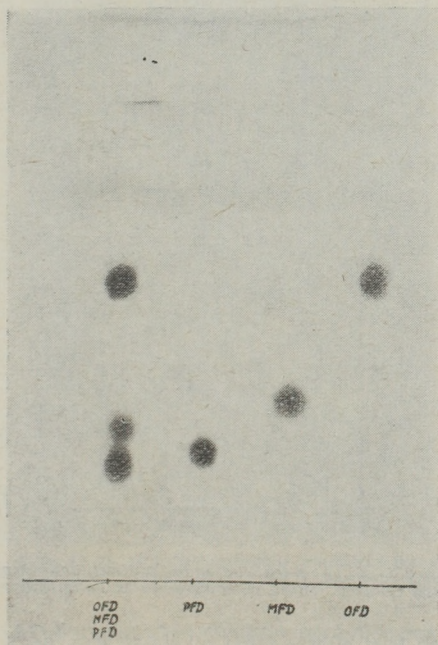
3. ábra. p-feniléndiamin (PFD), p-toluidin (PTD) és p-aminofenol (PAF) keverékének kromatogramja (Futtatási idő 15+7+5 óra).

Kísérleti rész

Munkánkban a fenti módszerek közül a *Deshusses* és *Desbaumes* (11) egy dimenziós papírkromatográfiás módszeréből kívántunk kiindulni. Ez a módszer látszott ugyanis legmegfelelőbbnek az általunk kitűzött cél elérésére, vagyis hajfestőszerekben levő p-feniléndiaminnak az egyidejűleg jelenlevő egyéb aromás aminoktól és rezorcintól való teljes elválasztására és a p-feniléndiamin meghatározására a kromatogram előhívása után kapott foltja ismert p-feniléndiamin mennyiségek foltjaival történő összehasonlítása alapján. Ez az eljárás egyben lehetőséget nyújt a vizsgálati és a standard-minta teljesen azonos körülményben történő vizsgálatára.

mények közötti kezelésére, amely az összehasonlításon alapuló mennyiségi meghatározás megbízhatóságának előfeltétele.

Deshusses és Desbaumes (11) eljárásukban felszálló papirkromatográfiát alkalmaznak Wathman № 1 papíron n-bútanol, cc. sósav, desztillált víz 7:2:4 arányú keverékével a szokásos technikát használva. Módszerük alkalmazása során azt tapasztaltuk, hogy az általuk leírt futtatási idő alatt (14 óra) a p-feniléndiamin és p-toluiléndiamin foltjainak szétválása nem tökéletes és legfeljebb csak a kvalitatív kimutatás céljára alkalmas. A foltok szétválását a fenti oldószerben történő ismételt futtatással próbáltuk olymértékben növelni, hogy a kromatogramot kvantitatív értékelésre is alkalmassá tegyük. Az 1, 2, 3. ábra a p-feniléndiamin és p-toluiléndiamin különböző arányú keverékeinek p-amino-

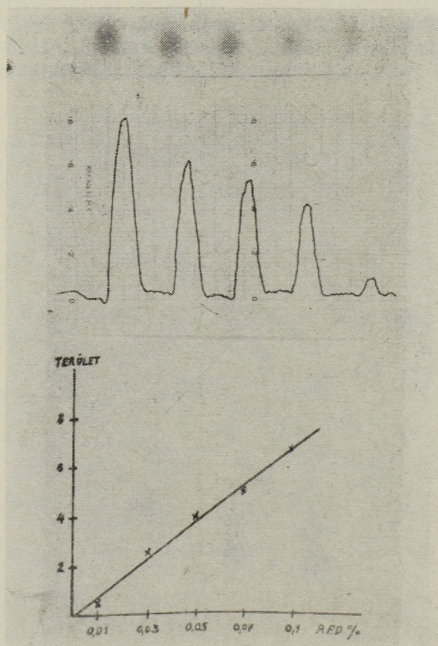


4. ábra. o-feniléndiamin (OFD), m-feniléndiamin (MFD), p-feniléndiamin (PFD) és e vegyületek keverékeinek kromatogramja

fenol mellett, 6+4, 15+7 és 15+7+5 óráig futtatott, *Jacobelli-Turi* (12) szerint készített p-dimetilaminobenzaldehid tartalmú előhívóval láthatóvá tett kromatogramját mutatja. Ezek közül a háromszori, összesen 27 óráig tartó futtatással nyert kromatogram alkalmasnak bizonyult a p-feniléndiamin kvantitatív kiértékelésére. Ily módon jól elvált a p-toluiléndiamin és p-feniléndiamin foltja még ötvenszeres mennyiségű p-toluiléndiamin jelenléte esetében is. Az 1, 2, 3 ábrákból látható, hogy a fenti oldószerkeverék igen alkalmas a p-feniléndiaminnak és p-toluiléndiaminnak a hajfestőszerekben általában alkalmazott para-aminofenoltól való elválasztására is, mert a p-aminofenol Rf. értéke kb.

háromszorosa az előbbiekének. Megjegyezzük, hogy a rezorcin foltja a fenti futtatószer alkalmazásakor közvetlenül a front közelében helyezkedik el.

A fenti eljárással a feniléndiamin három izomérje is elkülöníthető. A kromatogramon az előhívott foltok jól körülhatároltak. A feniléndiamin izomerek savas oldószerrel történő elválasztásánál *Hais* és *Macek* (10) által észlelt „farok” az általunk használt savanyú oldószer keverék alkalmazása esetén nem keletkezik.



5. ábra. 0,4–4 μg p-feniléndiamin p-dimetilaminobenzaldehyd reagenssel előhívott foltjai, denzitogramja és kalibrációs egyenese.

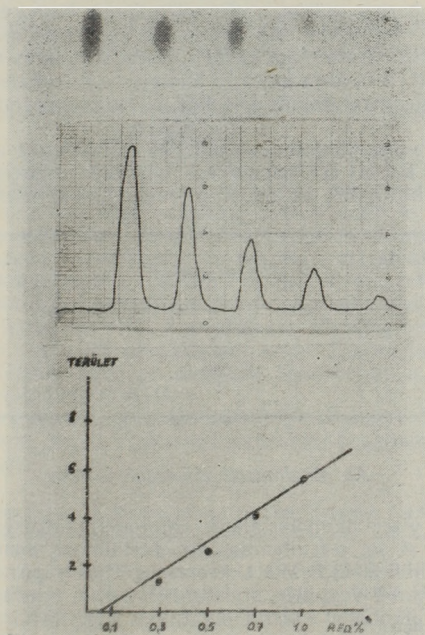
Az előbbiekben leírt eljárás tehát alkalmas arra, hogy a p-feniléndiamint az engedélyezett hazai hajfestőszerekben (Komol ipari hajfesték) jelenleg alkalmazott olyan egyéb anyagoktól, mint a p-toluiléndiamin, p-aminofenol és rezorcin, sőt a p-feniléndiamint esetleg szennyező orto-, és meta-izomerjeitől is elválassza.

Megjegyezzük, hogy a hajfestőszerek egészségügyi megítélése szempontjából a feniléndiamin izomerek közül csak a p-feniléndiamin tartalom mennyiségének ismerete lényeges, mert a meta-, s még inkább az ortofeniléndiamin sokkal kevésbé bőrérzékenyítő hatású.

Ezek után arról kívántunk meggyőződni, hogy milyen összefüggés van a papirostra felvitt p-feniléndiamin mennyisége és a használt előhívószerrel kapott folt nagysága, illetve színének intenzitása között. Eredményeink azt mutatták, hogy 1–4 μg p-feniléndiamint tartalmazó foltok előbb említett tulajdonságai

már szemmel is megállapíthatóan sorrendben egyenletes emelkedést mutatnak. Éppen ezért ez a módszer vizuális értékelés alapján a p-feniléndiamin tartalom félkvantitatív meghatározására is alkalmas.

Az eljárás kvantitatív tétele céljából megkíséreltük a p-feniléndiamin növekvő koncentrációja mellett kapott foltok denzitometriás mérését és a kapott denzitogram planimetriás kiértékelését.



6. ábra. 4–40 μg p-feniléndiamin ammóniás peroxiddal előhívott foltjai, denzitogramja és kalibrációs egyenese.

Amint az 5. ábra mutatja, ezen objektív mérő-módszer az adott mennyiségi határok között alkalmas a p-feniléndiamin koncentráció megállapítására. Vizsgálataink szerint – amint az alábbi adatokból kitűnik – a módszerrel kapott értékek szórása (standard deviáció) 1–4 μg p-feniléndiamin esetén legfeljebb $\pm 5\%$. Erről a hajfestőszerhez adott ismert mennyiségű p-feniléndiamin visszanyerésével is meggyőződhetünk.

Vizsgált p-feniléndiamin mennyiség (μg)	Mérések száma	Eredmények szórása (standard deviáció)
1	5	$\pm 3,6$
2	5	$\pm 5,0$
3	5	$\pm 1,6$
4	5	$\pm 2,8$

Mivel a p-dimetilaminobenzaldehiddel történő előhívással 1 – 4 μg közötti mennyiségű p-feniléndiamin ad mérhető és a koncentrációval arányosan változó intenzitású foltot, tekintetbe véve a hazai hajfestőszerek szokásos p-feniléndiamin koncentrációját, ezeket a készítményeket a meghatározás előtt hígítani kell. Ennek elkerülésére megpróbáltuk az előhívást az irodalomban leírt előhívószerek helyett cc. ammoniumhidroxid oldattal meglúgosított 5%-os H_2O_2 oldattal végezni. Ezzel a reagenssel a p-feniléndiamin és a p-aminofenol, valamint a p-toluiléndiamin barnás szürke, a m-feniléndiamin barna és az o-feniléndiamin sárgás barna színű foltot ad. Az ammóniás peroxidos reagenssel a reakció érzékenysége kisebb: 10 – 40 μg közötti p-feniléndiamin mennyiségek adnak jól mérhető foltokat. A 6. ábra mutatja a növekvő p-feniléndiamin koncentráció mellett ezen előhívószerral kapott foltokat, a denzitogramot és a koncentrációs görbét.

Hasonlóan a p-dimetilaminobenzaldehid előhívószert alkalmazó módszerhez, ezen eljárással kapott értékek szórása – standard deviációja – (lásd alábbi adatok) is legfeljebb $\pm 5\%$ az adott p-feniléndiamin mennyiségek esetében.

Vizsgált p-feniléndiamin mennyiség (μg)	Mérések száma	Eredmények szórása (standard deviáció)
10	5	$\pm 4,5$
20	5	$\pm 3,3$
30	5	$\pm 5,0$
40	5	$\pm 3,5$

Az alkalmazott eljárások leírása

1. módszer

A vizsgálandó vizes-alkoholos alapú ammoniumhidroxid tartalmú hajfestőszerekből 1, 2, 3 és 4 μg p-feniléndiamint tartalmazó mennyiségeket vittünk fel Schleicher és Schüll 2043 B/MG I. kromatográfiás papírra. Mivel a p-feniléndiamin bázis nem stabil vegyület, standardként p. a. minőségű p-feniléndiamin klórhidrát 50%-os alkohollal készült oldatában NH_4OH hozzáadásával felszabadított p-feniléndiamin bázist használtunk. A standard oldatból a vizsgálandó anyaggal azonos p-feniléndiamin bázist tartalmazó mennyiségeket vittünk fel ugyanarra a papírra. A futtatást n-butanol, cc. sósav, desztillált víz 7:2:4 arányú keverékének felső fázisával végeztük 17 – 18 óra hosszat, 20 – 22 $^{\circ}\text{C}$ hőmérsékleten felszálló technikával. Amennyiben a vizsgálandó hajfestőszert p-feniléndiamin mellett p-toluiléndiamint is tartalmaz, a futtatást ugyanilyen oldószerben még két alkalommal (7 majd 5 órán keresztül) megismételtük. A foltokat a szobahőmérsékleten megszáritott papírnak a következőkben leírt összetételű reagensben való gyors áthúzásával hívtuk elő:

0,5 g p-dimetilaminobenzaldehid,
30 ml cc. sósav,
120 ml desztillált víz.

A foltok végleges színének kialakulása után, vagyis 24 óra elteltével, a p-feniléndiamin foltokat tartalmazó papírcsikokat kivágtuk és a Locarte gyártmányú denzitométeren a készülék megfelelő érzékenységre való beállítása mellett denzitometráltuk. Amennyiben a foltok nem estek pontosan egy vonalba, illetve hosszanti irányban elnyúltak, úgy azokat egyenként vágtuk ki és denzitometráltuk. A denzitogram kiértékelése MOM gyártmányú planiméterrel történt.

II. módszer

Mind a vizsgálandó anyagból, mind az előbbieken leírt módon készített standard oldatból a I. módszerrel feltüntetett mennyiség tízszeresét használtuk fel vizsgálatra. A futtatás az ott leírtakkal azonos módon történt. Előhívásra a következő oldatot használtuk:

100 ml 5%-os H_2O_2 ,
10 ml 25%-os NH_4OH .

A szobahőmérsékleten megszáritott papírból kivágott foltok denzitometrá-
lása és a denzitogram kiértékelése az előbivel azonos módon történt.

A módszer alkalmazása víz-alkohol alapú hajfestőszer p-feniléndiamintartalmának ellenőrzésére

A fenti I. és II. eljárás segítségével egészségügyi szempontból ellenőriztük a Magyarországon gyártott és forgalombahozatalra jelenleg engedélyezett, víz-alkohol alapú, ammoniumhidroxid tartalmú, Komol luxus és Komol ipari haj-
festékek néhány árnyalatát. Az előbbi közfogyasztásra szánt, p-toluiléndiamin hatóanyag tartalmú és p-feniléndiamint a rendelet szerint nem tartalmazhat, az utóbbi pedig színárnyalatoktól függően a megadott receptura szerint 0,1 – 1% közötti váltakozó mennyiségű p-feniléndiamint tartalmaz. Mind a Komol luxus, mind a Komol ipari hajfestékekben p-aminofenol, illetőleg resorcin is van.

Vizsgálataink szerint a közfogyasztásra szánt Komol luxus hajfestékben p-feniléndiamin legfeljebb csak nyomokban, feltehetően a p-toluiléndiamin szennyeződéseként volt kimutatható.

A vizsgált Komol ipari hajfestőszerben 1%-nál nagyobb p-feniléndiamin tartalmat nem találtunk. Tehát e készítmények az előbbieken említett rendelet előírásainak megfeleltek.

Néhány Komol ipari hajfesték ellenőrző vizsgálatának eredményei

A vizsgált anyag megnevezése	I. módszerrel			II. módszerrel		
	Talált	Deklarált	Eltérés	Talált	Deklarált	Eltérés
	p-feniléndiamin %		%	p-feniléndiamin %		%
Komol ipari hajfesték, No. 4.	0,97	1,0	- 3,0	0,98	1,0	- 2,0
Komol ipari hajfesték, No. 6.	0,64	0,65	- 1,5	0,67	0,65	+ 3,1
Komol ipari hajfesték, No. 5.	0,71	0,70	+ 1,4	0,68	0,70	- 2,9
Komol ipari hajfesték, No. 8.	0,52	0,50	+ 4,0	0,49	0,50	- 2,0
Komol ipari hajfesték, No. 9.	0,22	0,25	-12,0	0,22	0,25	-12,0

Fenti talált értékek 4–4 mérés eredményeinek középértékei.

A fenti táblázatból kitűnik, hogy az I. és II. eljárással ellenőrzött haj-
festőszerünk általunk talált p-feniléndiamin tartalmának a deklarált p-fenilén-
diamin tartalommal szembeni eltérése $\pm 5\%$ -on belül volt, egy esetet kivéve,
amikor -12% eltérés mutatkozott mindkét eljárással. Ez utóbbi eltérés a vizs-
gált hajfestőszer p-feniléndiamin tartalmának bizonyos fokú bomlottságára
utal.

A fenti fenti ereményeink is bizonyítják, hogy az ismertett analitikai eljárás alkalmas a rezorcint és p-aminofenolt is tartalmazó víz-alkohol alapú hajfestőszerekben a p-feniléndiamin és p-toluiléndiamin egymás mellett történő kimutatására, valamint a p-feniléndiamin mennyiségének p-feniléndiamin standarddal való összehasonlításán alapuló meghatározására.

I R O D A L O M

- (1) Wall, F. E.: „Bleaches, Hair Colorings and Dye Removers“ in: E. Sagarin, „Cosmetics, Science and Technology“, Interscience Publishers Inc. New York 1957, 479. o.
- (2) Freytag, H.: „Haarbehandlungsmittel“ in: W. Foerst, „Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, Bd. 10, 3. Aufl. Urban & Schwarzenberg, München – Berlin 1958. 736. o.
- (3) Borelli, S.: Hautarzt 9, 19, 1958.
- (4) Fischer, A. A., Pelzig, A., Kanof, N. B.: J. invest. Dermatol. 30, 9, 1958.
- (5) Friederich, H. C., Ruther, H.: Arch. Klin. exp. Dermatologie 209, 171, 1959.
- (6) Schulz, K. H.: Berufsdermatosen 10, 69, 1962.
- (7) Kajdacsí F.: ÉVIKE 5, 69, 1959.
- (8) Newburger, S. H., Jones, J. H.: J. Ass. Off. Agr. Chem. 36, 784, 1953.
- (9) Newburger, S. H.: A Manual of Cosmetic Analysis. Washington, 1962.
- (9) Zipp, J. W. H.: Rec. trav. Chim. 76, 317, 1957.
ref: Vámos E. Kromatográfia, Műszaki könyvkiadó, Budapest, 1959. 278. o.
- (10) Hais, I. M., Macek, K.: Handbuch der Papierchromatographie. Veb. Gustav Fischer Verlag Jena, 1958. I. 402. o.
- (11) Deshausses J., Desbaumes P.: Mitteilungen 49, 335, 1958.
- (12) Jacobelli – Turi C.: Annali di Chimica 49, 459, 1959.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПАРАФЕНИЛЕНДИАМИНА В КРАСКАХ ДЛЯ ВОЛОС МЕТОДОМ БУМАЖНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ОЦЕНКИ ИХ ГИГИЕНЫ

И. Пинтер и М. Крамер

Авторы сообщают аналитический метод определения парафенилендиамин в присутствии пара-толуилендиамин, парааминофенола или резорцина для гигиенической оценки красок для волос. Метод основывается на бумажной хроматографии верхнего слоя смеси указанных соединений, нормал-бутанола, концентрированной соляной кислоты и дистиллированной воды в отношении 7 : 2 : 4.

Пятна появляются раствором пара-диаминобензалдегида в соляной кислоте или раствором H_2O_2 в аммиаке, потом денситометрируются и планиметрируются. Первый реагент применяется для определения 1–4 г, последний для определения 10–40 г пара-фенилендиамин. Колебание результатов полученных указанными методами $\pm 5\%$. Практическое применение метода указывается на некоторых примерах.

DIE BESTIMMUNG DES PARAPHENILENDIAMINGEHALTES VON HAARFÄRBE MITTELN MIT PAPIERCHROMATOGRAPHISCHEM VERFAHREN ZWECKS HYGIENISCHER BEURTEILUNG

I. Pintér und M. Krámer

Die Verfasser entwickelten ein analytisches Verfahren zur Bestimmung des p-Phenilendiamingehaltes von Haarfärbemitteln neben p-Toluidendiamin in Anwesenheit von p-Aminophenol oder Resorcin zwecks hygienischer Beurteilung.

Die Methode besteht in papierchromatographischer Trennung der genannten Verbindungen vermittelt der oberen Phase des Gemisches n-Butanol- conc. Salzsäure und dest. Wasser 7 : 2 : 4 und Densitometrierung und planimetrischer Auswertung der mit einer salzsauren Lösung von p-Dimethylaminobenzaldehyd oder einer ammoniakalischen H_2O_2 -Lösung sichtbar gemachten Flecke.

Das erstgenannte Reagens eignet sich zur Messung von 1–4 g, das andere zur Messung von 10–40 g Mengen von p-Phenylendiamin. Die Streuung der mit der Methode erhaltenen Resultate (standard Deviation) ist in beiden Fällen $\pm 5\%$. Die praktische Verwendungsmöglichkeit des Verfahrens wird an einigen Beispielen illustriert.

DETERMINATION OF THE CONTENT OF P-PHENYLENE DIAMINE IN HAIR DYEING AGENTS BY PAPER CHROMATOGRAPHIC METHOD, FOR PURPOSES OF HYGIENIC EVALUATION

I. Pintér and M. Krámer

An analytical method for the determination of the content of p-phenylene diamine in the simultaneous presence of p-toluylene diamine, p-aminophenol or resorcinol is presented by the authors, in order to facilitate the hygienic evaluation of hair dyeing agents. The method consists in a paper chromatographic separation of the mentioned compounds with the upper phase of a 7 : 2 : 4 mixture of n-butanol, concentrated hydrochloric acid and distilled water, followed by the densitometric examination of the spots developed with a hydrochloric acid solution of p-dimethylaminobenzaldehyde or with an ammonia solution of hydrogen peroxide. The former reagent is applied in the measurement of p-phenylene amounts of 1 to 4 g, while the latter reagent for that of quantities of 10 to 40 g of p-phenylene diamine. The standard deviations of the data obtained by the suggested method ranged with both reagents $\pm 5\%$. The practical applicability of the method is shown in several examples.

DOSAGE DE LA TENEUR EN PARAPHÉNYLÈNEDIAMINE DES TEINTURES DE CHEVEUX PAR LA CHROMATOGRAPHIE AU PAPIER AU POINT DE VUE HYGIENIQUE

I. Pintér et M. Krámer

Les auteurs publient un procédé analytique pour le dosage de la teneur en p-phénylènediamine en présence de p-toluidènediamine et de p-aminophénol ou de résorcine dans le but de la qualification au point de vue hygiénique des teintures de cheveux. La méthode consiste en la séparation des composants mentionnés par chromatographie sur papier, avec la phase supérieure obtenue avec un mélange de n-butanol, d'acide chlorhydrique concentrée et d'eau à 7 : 2 : 4, par le densitétrage des taches rendues visibles par une solution de p-diméthylaminobenzaldehyde dans de l'acide chlorhydrique ou par une solution ammoniacale de H_2O_2 et finalement par le mesurage planimétrique des taches. Le premier réactif peut servir pour le dosage de 1 à 4 g de p-phénylènediamine et le second pour des quantités entre 10 et 40 g. La déviation standard des résultats obtenus avec les deux méthodes est $\pm 5\%$. La praticabilité du procédé est démontrée sur quelques exemples.