

化粧品中色素成分分析方法之建立

陳信豪 黃守潔 高雅敏 曾素香 王德原

食品藥物管理署研究檢驗組

摘 要

本研究係利用液相層析串聯質譜儀(Liquid Chromatograph/Tandem Mass Spectrometer, LC-MS/MS)建立一簡單、快速的方法，可同時分析18種限用化粧品色素成分；利用正負離子電灑離子化法(ESI)，搭配多重反應偵測模式(multiple reaction monitoring, MRM)偵測，可在16分鐘內完成分析。以唇蜜為空白檢體，添加適量標準品原液，使最終濃度為0.2 - 400 ppm (依檢測品項之感度選定添加濃度)，進行連續三天及五重複之添加回收試驗，其平均回收率為99.1 - 109.3%，變異係數均小於6.89%。結果證實本研究所建立之LC/MS/MS方法可以快速分析及定量化化粧品中18種色素。

關鍵詞：高效液相層析串聯質譜法、化粧品色素

前 言

色素為化粧品的原料之一，在化粧品中廣泛使用，一般使用色素的目的除了賦予產品顏色，使產品更富有吸引力，另可調整原料對產品的色調影響，用以區分不同產品種類。化粧品色素被添加於個人護理的產品中，主要目的為提供皮膚、指甲、頭髮甚至是睫毛著色以修飾容貌⁽¹⁾。色素種類繁多，依照其溶解特性可分為顏料(pigment)及染料(dye)，顏料又可分成無機顏料、有機顏料及金屬顏料等，一般不溶於水、醇或油等溶劑，因具有好的著色力、遮蓋力及抗溶劑等特性，因此常被添加於眼影、牙膏及修飾彩粧品中。染料可分為水溶性染料及油溶性染料，主要用於個人護理產品中像乳液或洗髮精等⁽²⁻³⁾。國際間為易於識別這類物質，多採用英國染料及色彩師學會(Society of Dyers and Colourists)及美國紡織化學協會

(American Association of Textile Chemists and Colourists)共同發布之染料索引(Color Index Numbers, CI)⁽⁴⁾，該編碼係由五個數字所組成，分別依據染料之化學結構及來源類別予以編碼。如CI37000-39999為偶氮染料(Azo dyes)，CI75000-75999為天然染料，CI77000-77999則屬無機顏料。由於化粧品會長期接觸皮膚，且使用化粧品導致皮膚過敏或色素沉著時有所聞，為保護消費者使用化粧品之安全，我國參酌國際管理趨勢訂定「法定化粧品色素品目表」⁽⁵⁾(現為化粧品色素使用限制表⁽⁶⁾)，規定化粧品可使用的色素成分及使用範圍，包括第1類：所有化粧品均可使用；第2類：限用於非接觸眼部周圍之化粧品；第3類：限用於非接觸黏膜之化粧品；第4類：限用於用後立即洗去之化粧品。

化粧品基質複雜且產品中常使用多種色素，因此發展多重成分分析方法是一大挑

戰。有部分文獻中採用液相層析儀搭配光二極管陣列檢測器(High Performance Liquid Chromatograph-photodiode Array Detector, LC-PAD)針對魚、肉、糖果、食品及化粧品中色素進行分析，色素雖在紫外線及可見光波長有強烈吸收，但LC-PDA較不適用於同時篩選大量色素，因色素成分多為異構物及結構類似物，故難以用層析分離，且基質複雜容易導致圖譜誤判⁽⁷⁻¹²⁾。利用液相層析串聯質譜儀以多重反應監測(Multiple Reaction Monitoring, MRM)模式，相較於以往的質譜分析法，MRM具有高靈敏度與選擇性。可排除基質干擾的影響，提高定量的準確性⁽¹³⁾。

本研究針對18種化粧品色素成分，建立高靈敏及準確度之液相層析串聯質譜法，可應用於上市後化粧品之監測，以確保產品之衛生安全。

材料與方法

一、檢體來源

本研究檢體來源係於化粧品販售處所或專櫃購買之化粧品。共計價購12件市售化粧品，包括唇膏1件、眉彩膏1件、頭髮補色劑2件、眼影2件、指甲油4件及唇蜜2件。

二、化學試藥及器材

化粧品色素標準品Acid green 1、beta-Carotene、Solvent red 43、Acid yellow 3及Acid blue 74等對照用標準品皆購自Sigma-Aldrich (St. Louis, MO, USA)；Acid yellow 11、Pigment blue 66、D&C Red No. 30及Natural orange 4等對照用標準品皆購自BOC Sciences (Shirley, NY, USA)；Pigment red 49、Pigment red 64:1、Pigment red 57、Pigment red 48、Pigment red 63:1、Pigment orange 13及Solvent green 3等對照用標準品皆購自Pure Chemistry Scientific Inc. (Watertown, MA, USA)；Natural

yellow 6對照用標準品購自ChromaDex, Inc. (Los Angeles, CA, USA)。甲酸鉍、甲酸及氨水均採用試藥特級，皆購自Sigma-Aldrich；甲醇、乙腈、異丙醇、二甲苯、二甲基亞砷及氯仿均採用LC級，皆購自Merck (Darmstadt, Germany)。針筒式濾頭(syringe filter)採用PTFE材質，直徑為13 mm，孔徑為0.22 μm 。

三、儀器與裝置

液相層析串聯質譜儀(Waters Acquity UPLC、Waters Xevo TQ-S micro Detector, Waters Milford, MA, USA)產品。純水製造機(Milli-Q Waters. Purification System, Millipore Corp, USA)旋渦混合器(Vortex Mixer Genie 2 Scientific Industries, Bohemia, NY, USA)。

四、方法

(一)標準溶液之配製

取18種化粧品色素對照用標準品各約10 mg，精確稱定，分別以表四所示配製溶液溶解，超音波振盪30分鐘，再以二甲基亞砷、二甲苯及氯仿(7:2:1, v/v)溶液定容至10 mL，作為標準原液(1000 $\mu\text{g/mL}$)，於4°C貯存備用。臨用時取適量各標準原液混合，以二甲基亞砷、二甲苯及氯仿(7:2:1, v/v)溶液稀釋，供作標準溶液。

(二)標準曲線之製作

將18種化粧品色素標準原液(1000 $\mu\text{g/mL}$)分別配製成0.01-5 $\mu\text{g/mL}$ 或2-100 $\mu\text{g/mL}$ 共5個濃度之標準溶液於樣品瓶中，混合均勻後進行標準曲線之製作。

(三)檢液之調製

取已均質之檢體約1 g，精確稱定，加入二甲基亞砷:二甲苯:氯仿(7:2:1, v/v)溶液15 mL混勻，超音波振盪30分鐘，再以二甲基亞砷:二甲苯:氯仿(7:2:1, v/v)溶液定容至20 mL，經濾膜過濾，供作檢液。

(四)鑑別試驗及含量測定

精確量取檢液及標準溶液各3 μL ，分別注入液相層析串聯質譜中，依下列條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及多重反應偵測相對離子強度^(註)鑑別之，並依下列計算式求出檢體中各色素之含量(ppm)：

$$\text{檢體中各色素之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中各色素之濃度($\mu\text{g/mL}$)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

註：相對離子強度由定性離子對與定量離子對之波峰面積相除而得($\leq 100\%$)，容許範圍如表一。

LC-MS/MS測定條件：

液相層析儀部分，層析管柱為Acquity HSS T3 (1.8 μm ，內徑2.1 mm $\times$ 10 cm)，移動相為10 mM甲酸銨溶液(以氨水調整pH至9)與乙腈：異丙醇(8:2, v/v)溶液進行梯度沖提(表二)，流速為0.4 mL/min。質譜儀部分，以電灑離子化法(Electrospray ionization, ESI)搭配多重反應偵測模式(MRM)進行偵測，毛細管電壓(capillary

表一、多重反應偵測相對離子強度容許範圍

相對離子強度(%)	容許範圍(%)
> 50	± 20
> 20-50	± 25
> 10-20	± 30
≤ 10	± 50

表二、梯度沖提條件

時間(min)	A (%)	B (%)
0 $\rightarrow$ 3	90 $\rightarrow$ 40	10 $\rightarrow$ 60
3 $\rightarrow$ 6	40 $\rightarrow$ 0	60 $\rightarrow$ 100
6 $\rightarrow$ 14	0 $\rightarrow$ 0	100 $\rightarrow$ 100
14 $\rightarrow$ 14.5	0 $\rightarrow$ 90	100 $\rightarrow$ 10
14.5 $\rightarrow$ 16	90 $\rightarrow$ 90	10 $\rightarrow$ 10

表三、質譜儀之參數條件

Parameter	Value
Capillary (kV)	2.90
Source Temperature ($^{\circ}\text{C}$)	150
Desolvation Temperature ($^{\circ}\text{C}$)	500
Desolvation gas flow (L/Hr)	800
Collision Gas Flow (mL/min)	0.17

voltage) 2.90 kV，離子源(ion source)溫度為150 $^{\circ}\text{C}$ ，溶媒揮散溫度(desolvation temperature)為500 $^{\circ}\text{C}$ ，溶媒揮散流速(desolvation flow)為800 L/Hr。碰撞氣體(collison gas)為氬氣，質譜儀參數如表三。

(五)回收率及重複性試驗

回收率試驗選用唇蜜作為測試檢體，於唇蜜中添加0.2-400 ppm，濃度範圍依檢測品項之感度選定添加濃度，依前述流程進行檢液調製、儀器分析及含量測定，求得5重複平均回收率及變異係數(CV%)，以評估本研究建立分析方法之準確性及再現性。

(六)統計分析

平均值、標準偏差及變異係數運用Microsoft Excel 2010軟體進行計算。18種化粧品色素線性迴歸及判定係數(r^2)由MassLynx Workstation Software Quantitative Analysis 數據分析軟體產生。

(七)方法定量極限之評估

取均質之空白基質1 g，加入適量18種化粧品色素標準品溶液，依所建立之檢驗方法步驟求得測定離子訊號與雜訊之比值(Signal-to-noise ratio, S/N ratio)大於10之最低濃度，作為方法之定量極限。

(八)基質效應(matrix effect)評估

基質效應之探討，分別以下列方式建立檢量線：

1. 標準曲線(Standard calibration curve,

SCC)：同標準曲線之製作，使其最終濃度為0.01-100 µg/mL。

2. 基質匹配檢量線(Matrix calibration curve, MCC)：取空白基質添加標準品溶液，使其最終濃度為0.01-100 µg/mL。

3. 基質效應計算公式如下：

$$\text{基質效應} = (\text{MCC之斜率} - \text{SCC之斜率}) / \text{SCC之斜率} \times 100\%。$$

(九)市售化粧品分析

利用本方法針對12件市售化粧品，分別為唇膏1件、眉彩膏1件、髮用補色劑2件、眼影2件、指甲油4件及唇蜜2件，進行18種化粧品色素檢驗。

結果與討論

一、萃取溶劑之探討

由於本計畫18項標之物之物理特性差異性大，在標準品配製溶劑分別採用甲醇、二甲基亞砜、二甲苯及氯仿等溶劑。而在檢體萃取條件探討，則分別嘗試以甲醇；二甲基亞砜；二甲基亞砜:二甲苯:氯仿(7:2:1, v/v)之混合溶液等3種條件進行比較，結果發現以二甲基亞砜/二甲苯:氯仿(7:2:1, v/v)混合溶液作為萃取溶劑時，Pigment orange 13波峰解析度及偵測感度較好，主要係Pigment orange 13在氯仿中有較好的溶解度，利用甲醇當作萃取溶劑會造成Pigment orange 13溶解度下降而析出導致無法出峰，同樣針對D&C Red No. 30也有相似的現象，需加入二甲苯以提高溶解度並提升感度，也可使峰型較對稱。

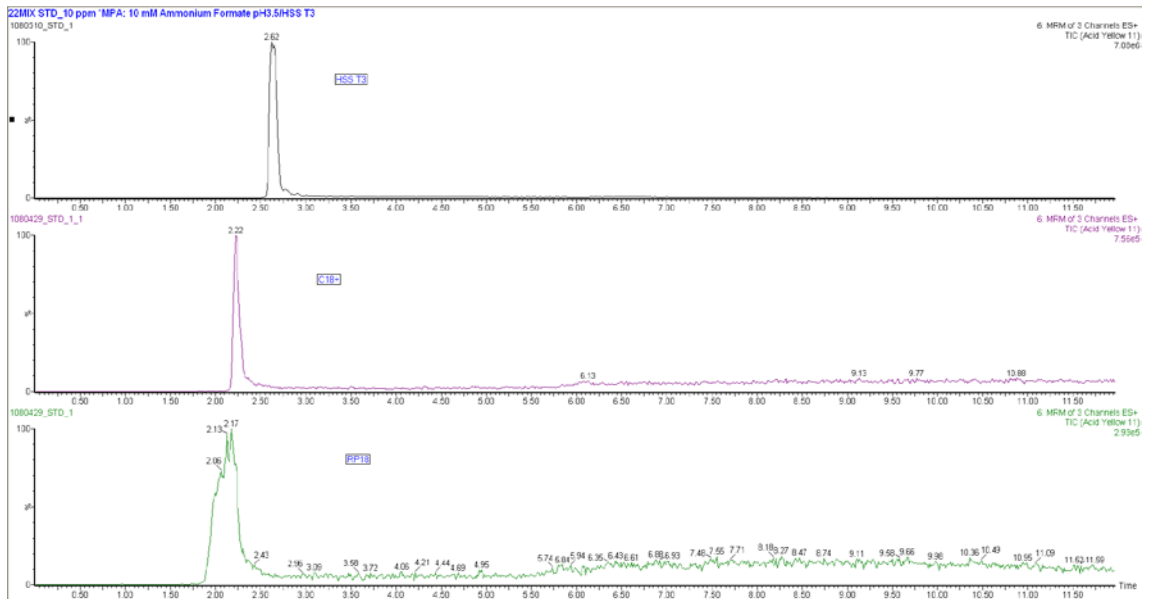
二、分析條件最適化探討

本研究在層析管柱最適化之探討部分，選用了CORTECS UPLC C18⁺ (1.6 µm，內徑2.1 mm × 10 cm)、ACQUITY UPLC HSS T3 (1.8 µm，內徑2.1 mm × 10 cm)及Acquity BEH

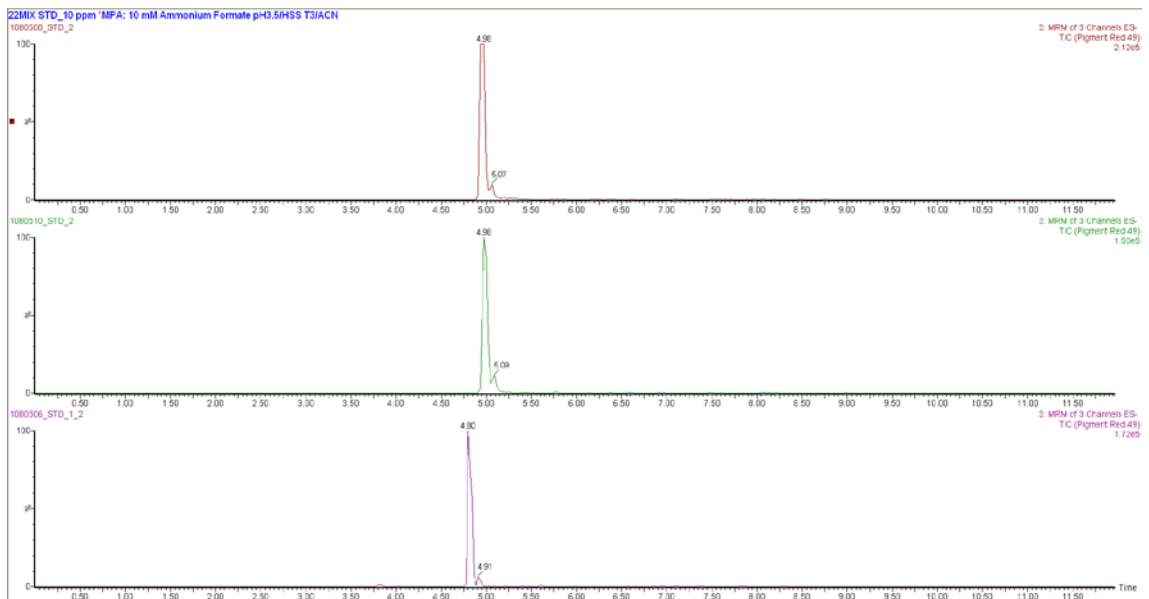
Shield RP 18 (1.7 µm，內徑2.1 mm × 10 cm)等3種層析管柱進行測試，結果發現Acid yellow 11以不同管柱分析，相較其他成分有較大之差異，故以該成分為指標，結果如圖一所示，以Acquity HSS T3層析管柱進行分析時峰型最好，主要係該層析管柱特性對於酸性、小分子及極性高之化合物都有較好的滯留性與波峰。在移動相方面，由於調整移動相之pH值可提供不同選擇性，有助化合物於層析管柱中穩定進行分離，為探討最適pH值，移動相A以10 mM甲酸銨溶液進行酸性、中性及鹼性3種不同範圍之pH值調整，分別為pH 3.5、pH 6.2及pH 9進行分析測試，結果發現Pigment red 49相較其他成分，受pH值影響較大，故以該成分來評估移動相之適用性，結果如圖二所示該成分在pH 9條件下之波峰窄、對稱性好，且感度提升。透過上述條件探討，選定10 mM甲酸銨溶液以氨水調整pH至9 (移動相A)及乙腈:異丙醇(8:2, v/v)溶液(移動相B)，進行梯度沖提，可於16分鐘完成18項成分分析。

三、液相層析串聯質譜儀參數

本研究運用LC/MS/MS進行分析，利用電離離子化 (ESI)，針對質譜儀之質量解析度及感度進行最佳化之調整其參數，使用串聯質譜儀以三段式四極桿MRM模式進行分析，先於第一個四極桿(Q1)選擇一特定離子，於第二段四極桿(Q2)通入氬氣進行碰撞後，產生產物離子碎片，再由第三段四極桿(Q3)選擇特定之產物離子進行偵測。於個別化合物之選擇反應偵測得到一個最佳化之條件，並尋找經氬氣碰撞後產生訊號最強的產物離子為定量離子(quantitative ion)，訊號次之為定性離子(qualitative ion)，各化合物之MRM偵測參數列於表四。本方法以最佳化條件進行層析及質譜分析，利用MRM模式可將18種化粧品色素波峰分離(圖三)。



圖一、Acid yellow 11濃度為10 µg/mL分別以ACQUITY HSS T3 (a)、CORTECS® C18⁺ (b)及ACQUITY BEH Shield RP 18 (c)層析管柱分析之MRM層析圖

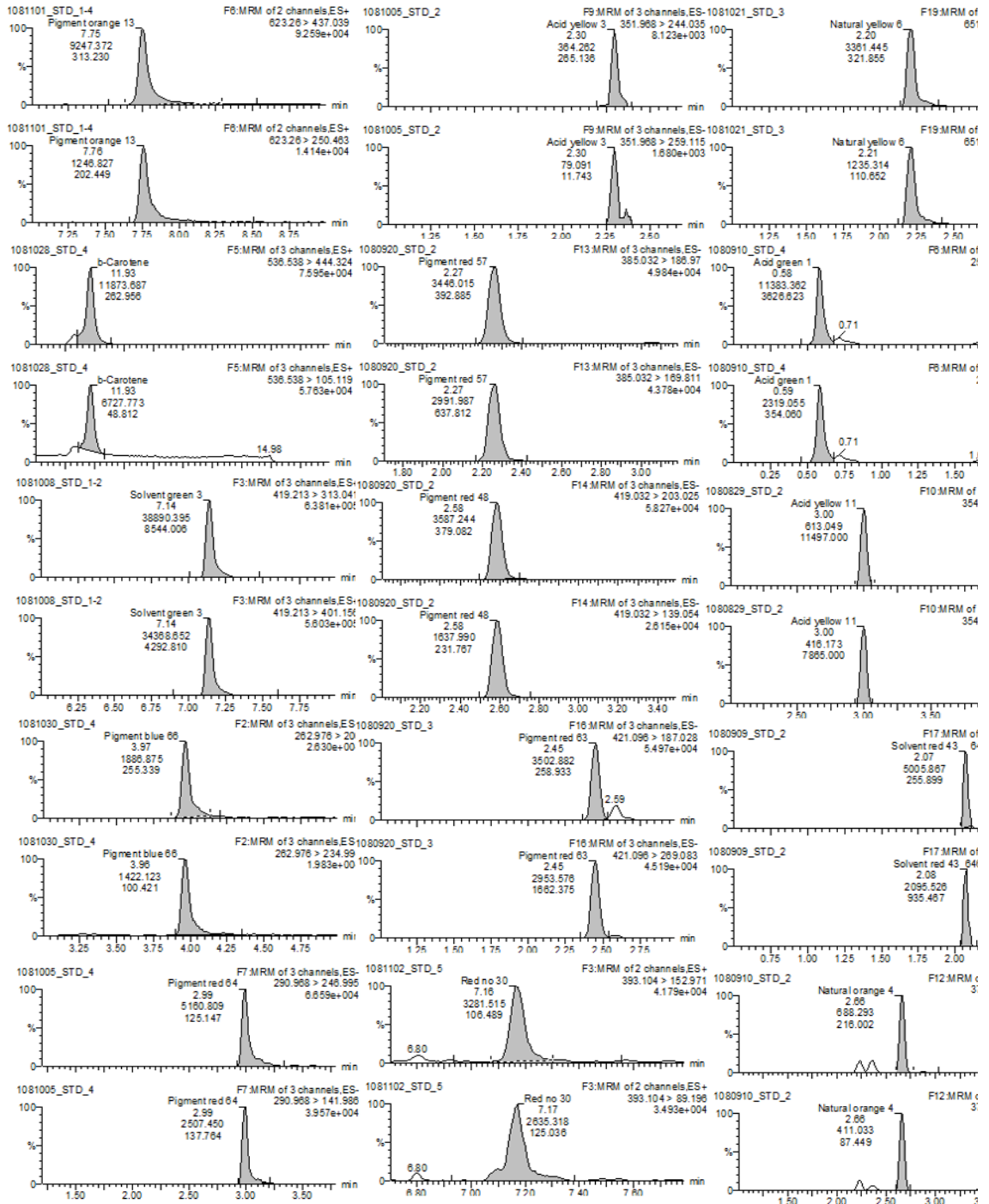


圖二、Pigment red 49濃度為1 µg/mL以pH 3.5 (a)、pH 6.2 (b)及pH 9 (c)移動相A分析之MRM層析圖

表四、化粧品色素之MRM偵測參數

分析物	標準原液 配製溶劑	離子化 模式	離子對	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	定量極限 (µg/g)
			前驅離子(m/z) > 產物離子(m/z)			
Pigment orange 13	氯仿	ESI ⁺	623 > 437* 623 > 250	70	26 46	0.2
beta-Carotene	二甲基亞碸	ESI ⁺	537 > 444* 537 > 119	36	16 40	0.2
Solvent green 3	二甲基亞碸	ESI ⁺	419 > 313* 419 > 401	56	24 26	0.2
Pigment blue 66	二甲基亞碸	ESI ⁻	263 > 206* 263 > 234	50	20 28	0.2
Pigment red 49	二甲基亞碸	ESI ⁻	377 > 206* 377 > 297	48	28 18	4
Pigment red 64:1	二甲基亞碸	ESI ⁻	291 > 246* 291 > 142	26	14 26	4
Acid yellow 3	甲醇	ESI ⁻	352 > 244* 352 > 259	64	26 38	4
Pigment red 57	二甲基亞碸	ESI ⁻	385 > 187* 385 > 170	44	22 26	10
Pigment red 48	二甲基亞碸	ESI ⁻	419 > 203* 419 > 139	50	16 30	10
Pigment red 63:1	二甲基亞碸	ESI ⁻	421 > 187* 421 > 269	50	28 20	10
Acid red 95	甲醇	ESI ⁻	331 > 280* 331 > 243	42	28 30	10
D&C Red No.30	二甲苯	ESI ⁺	393 > 153* 393 > 89	25	14 18	10
Natural yellow 6	二甲基亞碸	ESI ⁻	651 > 327* 651 > 283	70	12 13	40
Acid green 1	甲醇	ESI ⁻	252 > 207* 252 > 80	44	16 32	200
Acid yellow 11	甲醇	ESI ⁺	355 > 286* 355 > 222	14	6 40	200
Solvent red 43	二甲基亞碸	ESI ⁻	648 > 78* 648 > 523	64	34 38	200
Acid blue 74	甲醇	ESI ⁻	421 > 341* 421 > 261	54	28 36	200
Natural orange 4	二甲基亞碸	ESI ⁻	379 > 335* 379 > 291	32	10 12	200

*: 定量離子



圖三、超高效能液相層析串聯質譜儀分析18項色素標準品500 ng/mL之MRM圖譜

四、標準曲線之建立

18種色素成分之混合標準品，針對色素成分有不同感度上之差異，設定適當標準曲線濃度範圍，判定係數(r^2)皆在0.995以上，如表五。

五、基質效應之評估

由於化粧品基質複雜，基質化合物可能會干擾分析訊號，產生基質效應，為確認方法受基質的影響，以標準品溶於純溶劑和基質的檢量線斜率評估基質效應，如基質效應微弱(增強或抑制0-20%)，可忽視基質干擾，但具中等(增強或抑制20-50%)或強烈(增強或抑制>50%)基質效應，則必須利用基質匹配檢量線來克服基質的影響。經評估結果顯示18種色素成分之基質效應皆小於± 9.1%，如表五所示。

六、回收率及重複性試驗

以唇蜜空白基質經混勻後進行添加回收試驗，分別添加18種化粧品色素標準品，其濃度範圍介於0.2 - 400 ppm之間，取檢體約1 g，精確稱定，加15 mL稀釋後，以液相層析串聯質譜分析，所得15重複之平均回收率介於99.1 - 109.3%，變異係數(coefficient of variation, CV)皆小於6.89%，由結果顯示，本研究方法具有良好之回收率及重複性，如表六。

七、定量極限之評估

本計畫所建立之檢驗方法，因各色素成分感度不同，方法之定量極限分別為0.2、4、10、40及200 µg/g，如表四。

八、市售化粧品檢驗結果

表五、18種化粧品色素線性範圍及基質效應評估

分析物	線性範圍 (µg/mL)	標準曲線	基質匹配檢量線	基質效應 (%)
Pigment orange 13	0.01-0.1	$y = 133072x + 4526.9$	$y = 128876x + 4662.5$	-3.2
beta-Carotene	0.01-0.1	$y = 232717x + 524.31$	$y = 241128x + 414.86$	-3.6
Solvent green 3	0.01-0.1	$y = 1455992.49x - 1117.49$	$y = 1434720.53x - 91.55$	-1.5
Pigment blue 66	0.01-0.1	$y = 25608x + 527.56$	$y = 24567x + 548.42$	-4.1
Pigment red 49	0.2-2	$y = 3121.2x + 290.72$	$y = 3379.8x + 194.04$	8.3
Pigment red 64:1	0.2-2	$y = 4576.6x + 439.46$	$y = 4995x + 369.55$	9.1
Acid yellow 3	0.2-2	$y = 1488.8x - 38.709$	$y = 1495.9x - 41.348$	0.5
Pigment red 57	0.5-5	$y = 2687.3x + 381.05$	$y = 2734.3x + 400.65$	1.7
Pigment red 48	0.5-5	$y = 3291.4x + 718.62$	$y = 3307.1x + 789.55$	0.5
Pigment red 63:1	0.5-5	$y = 1320.3x + 236.99$	$y = 1321.9x + 248.72$	0.1
Acid red 95	0.5-5	$y = 713.4x + 55.36$	$y = 728.67x + 65.48$	2.1
D&C Red No. 30	0.5-5	$y = 610.2x + 95.15$	$y = 645.28x + 81.885$	5.7
Natural yellow 6	2-20	$y = 1698.6x - 31.56$	$y = 1724.8x - 4.09$	1.5
Acid green 1	10-100	$y = 247.62x - 723.43$	$y = 242.86x - 535.55$	-1.9
Acid yellow 11	10-100	$y = 32.784x - 92.65$	$y = 29.962x - 31.573$	-8.6
Solvent red 43	10-100	$y = 131.62x + 607.58$	$y = 134.25x + 619.06$	2.0
Acid blue 74	10-100	$y = 308.14x + 887.76$	$y = 322.62x + 624.68$	4.7
Natural orange 4	10-100	$y = 17.577x - 23.31$	$y = 17.887x - 21.79$	1.8

表六、18種化粧品色素添加於唇蜜之平均回收率及變異係數

分析物	添加濃度 (ppm)	回收率* (%)	CV (%)	分析物	添加濃度 (ppm)	回收率* (%)	CV (%)
Pigment orange 13	0.2	102.2	5.59	Pigment red 63:1	10	100.3	1.52
	0.5	100.2	1.07		40	100.4	5.14
beta-Carotene	0.2	101.2	3.60	Acid red 95	10	100.3	0.59
	0.5	99.6	0.70		40	100.6	5.10
Solvent green 3	0.2	103.2	5.11	D&C red No. 30	10	100.0	0.79
	0.5	100.8	2.73		40	100.5	0.29
Pigment blue 66	0.2	102.0	5.44	Natural yellow 6	40	100.8	0.67
	0.5	100.3	2.90		100	100.5	1.46
Pigment red 49	4	101.1	4.46	Acid green 1	200	104.9	5.23
	10	100.8	4.25		400	100.1	0.92
Pigment red 64:1	4	100.4	2.85	Acid yellow 11	200	102.3	1.87
	10	100.6	2.93		400	99.1	3.62
Acid yellow 3	4	100.9	4.32	Solvent red 43	200	102.1	6.89
	10	99.5	3.86		400	101.1	1.57
Pigment red 57	10	109.3	1.59	Acid blue 74	200	99.6	4.43
	40	104.8	1.21		400	100.5	3.70
Pigment red 48	10	99.5	1.39	Natural orange 4	200	101.8	2.54
	40	101.4	4.89		400	100.6	1.81

*: 連續3天每個濃度進行5重複，n=15

表七、市售化粧品之檢體類別、色素成分標示及檢驗結果

檢體編號	檢體類別	標示含有本方法涵蓋之色素成分	檢驗結果
SA001	唇膏	未標示	未檢出
SA002	眉彩膏	未標示	未檢出
SA003	頭髮補色劑	未標示	未檢出
SA004	頭髮補色劑	未標示	未檢出
SA005	眼影	未標示	未檢出
SA006	眼影	未標示	未檢出
SA007	指甲油	未標示	未檢出
SA008	指甲油	Pigment red 57	檢出Pigment red 57
SA009	指甲油	Pigment red 57	檢出Pigment red 57
SA010	指甲油	Pigment red 57	檢出Pigment red 57
SA011	唇蜜	Pigment red 57 Solvent red 43	檢出 Pigment red 5及Solvent red 43
SA012	唇蜜	Pigment red 57	檢出Pigment red 57

本研究所價購之化粧品檢體類別如表七所示，共計12件，分別為唇膏1件、眉彩膏1件、髮用補色劑2件、眼影2件、指甲油4件及唇蜜2件，其中5件檢體檢出Pigment red 57，其中1件另檢出Solvent red 43，其餘7件則皆未檢出本研究之18項色素成分。

結 論

利用LC-MS/MS建立化粧品中18種色素檢驗方法，針對標示不清或無標示成分之產品可進行快速篩檢分析，改進了高效液相層析儀搭配光二極體陣列檢出器分析時間長及基質複雜造成檢驗誤判之可能性。本研究方法已完成確效，其回收率及重複性良好，可應用於化粧品中色素成分之例行性檢驗，並已公開為建議檢驗方法供各界參考引用，以提升檢驗效率並確保化粧品之衛生安全。

參考文獻

1. Gran enciclopedia planeta. 2015. Colorants, fabric dyes and 345 foods. [<http://www.planetasaber.com/theworld/gats/seccions/cards/default.asp?pk=796&art=59>].
2. The Essential Chemical Industry. 2013. Colorants. [<http://www.essentialchemicalindustry.org/materials-and-applications/colorants.html>].
3. Ahlström, L. H., Eskilsson, C. S., and Björklund, E., 2005. Determination of banned azo dyes in consumer goods. TRAC Trends Anal. Chem. 24: 49-56.
4. Colour Index™ Online. [<https://colour-index.com/cicn-explained>].
5. 衛生福利部。2015。法定化粧品色素品目表。104.07.15部授食字第1041605508號公告。
6. 衛生福利部。2019。化粧品色素成分使用限制表。108.05.30衛授食字第10081601762號公告。
7. Alves, S. P., Brum, D. M., de Andrade, E. C. B. and Netto, A. D. P. 2008. Determination of synthetic dyes in selected foodstuffs by high performance liquid chromatography with UV-DAD detection. Food Chem. 107: 489-496.
8. Trandafir, I., Nour, V. and Ionică, M. E. 2009. The liquid-chromatographic quantification of some synthetic colorants in soft drinks. Sci. Study Res. 10 (1): 73-82.
9. Zou, T., He, P., Yasen, A. and Li, Z. 2013. Determination of seven synthetic dyes in animal feeds and meat by high performance liquid chromatography with diode array and tandem mass detectors. Food Chem. 138: 1742-1748.
10. Minioti, K. S., Sakellariou, C. F. and Thomaidis, N. S. 2007. Determination of 13 synthetic food colorants in water-soluble foods by reversed-phase high-performance liquid chromatography coupled with diode-array detector. Anal. Chim. Acta 583(1): 103-110.
11. Culzoni, M. J., Schenone, A. V., Llamas, N. E. and et al. 2009. Fast chromatographic method for the determination of dyes in beverages by using high performance liquid chromatography-diode array detection data and second order algorithms. J. Chromatogr. A 1216(42): 7063-7070.
12. Rastogi, S. C., Barwick, V. J. and Barwick, S. V. 1997. Identification of organic colourants in cosmetics by HPLC-diode array detection. Chromatographia 45(1): 215-228.
13. Guerra, E., Celeiro, M., Lamas, J. P., Llompart, M. and Garcia-Jares, C. 2015. Determination

of dyes in cosmetic products by micro-matrix solid phase dispersion and liquid

chromatography coupled to tandem mass spectrometry. J. Chromatogr. A 1415: 27-37.

Establishment of Analytical Method for Banned and Restricted Dyes in Cosmetics

SHIN-HAO CHEN, SHOU-CHIEH HUANG, YA-MIN KAO,
SU-HSIANG TSENG AND DER-YUAN WANG

Division of Research and Analysis, TFDA

ABSTRACT

A simple and fast method was developed for simultaneous determination of 18 dyes in cosmetics by liquid chromatography/tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). The analysis could be accomplished within 16 min by employing electrospray ionization (ESI) with the multiple reaction monitoring (MRM) mode for detection. The recoveries were assayed to be from 99.1% to 109.3%, by spiking multiple concentrations levels of standards ranging between 0.2 and 400 ppm in lip gloss samples. Intraday and interday precisions (relative standard deviations) were all less than 6.89%. The results validated that the LC-MS/MS method was a fast and quantitative technique readily used for simultaneous determination of dyes in cosmetics.

Key words: LC-MS/MS, dyes in cosmetics