

化粧品中禁用農藥檢驗方法之建立

江怡君 王聖瑋 鄧書芳 林美智 曾素香 王德原

衛生福利部食品藥物管理署研究檢驗組

摘 要

近年隨著健康意識抬頭，宣稱含天然或有機植物萃取成分化粧品容易吸引消費者青睞，因此許多源自植物不同部位之萃取物(如花、葉或種子等)被添加於化粧品中。然而植物於種植過程中，可能噴灑農藥或被種植於有農藥殘留的土壤中，因此化粧品可能有殘留農藥之風險，且我國化粧品禁止使用成分表已列載多項農藥為禁止使用成分。本研究以氣相層析串聯質譜儀(GC-MS/MS)建立化粧品中19項禁用農藥檢驗方法，先進行層析條件及質譜參數建置及優化，並優先選擇含植物萃取成分較高之按摩精油及乳液，以探討方法之適用性。本研究層析管柱選用DB-5MS UI，搭配電子游離(EI)及多重反應監測模式(Multiple Reaction Monitoring, MRM)偵測，於15分鐘內可完成分析，按摩精油及乳液分別經C18粉劑及Captiva EMR-Lipid固相萃取匣淨化，均可有效去除基質干擾，本研究涉19項農藥均屬化粧品禁用成分，因此以探討分析物之偵測極限(Limit of Detection, LOD)作為方法確效，以感度最佳之離子對S/N ratio大於10、感度次佳之離子對S/N ratio大於3及波峰清晰之最低濃度為本方法之偵測極限，結果顯示19項禁用農藥於按摩精油及乳液之偵測極限介於0.01-1.0 µg/g之間，並以市售宣稱含植物萃取物之按摩精油及乳液各10件測試方法適用性，結果皆未檢出。

關鍵詞：農藥、按摩精油、乳液、氣相層析串聯質譜儀

前 言

近年隨著健康意識抬頭，宣稱含天然或有機植物萃取成分的化粧品更容易吸引消費者青睞，許多植物萃取物因此被添加於化粧品中。然而，植物於種植過程中，可能噴灑農藥或被種植於有農藥殘留的土壤中，因此農藥確有可能殘留於化粧品之可能與風險，已有文獻指出，化粧品中檢出農藥殘留之情形，南韓京畿道健康環境研究所 (Gyeonggi-do Institute of Health and Environment, Gyeonggi Province, Republic of Korea)於2012年檢測市售化粧品計56件，發現其中3件有農藥殘留：1件

化粧品檢出Permethrin 0.6 mg/kg、1件蜜粉檢出Tricyclazole 11.7 mg/kg及1件油脂類化粧品檢出Malathion 0.05 mg/kg⁽¹⁾；另有文獻指出於奈及利亞城市伊費(Ile-Ife)抽樣檢驗化粧品等個人護理產品(Personal care products)發現分別有1件洗手乳、洗髮精及潤髮乳均被檢出有機氯(Organochlorine pesticides, OCP)農藥成分，檢出成分及其含量範圍分別為Aldrin檢出0.25-0.72 µg/mL、 α -BHC檢出0.66-1.92 µg/mL、 β -BHC檢出0.04-0.15 µg/mL、 δ -BHC檢出0.88-2.4 µg/mL、Dieldrin檢出 0.37-0.45 µg/mL、*o,p'*-DDT檢出0.23-31.49 µg/mL、Endrin檢出0.92-1.74 µg/mL及Heptachlor檢出0.49-1.23 µg/

mL等，另有1件香皂Aldrin檢出0.03 µg/mL、*o,p'*-DDT檢出0.03 µg/mL及Heptachlor檢出0.06 µg/mL等⁽²⁾，顯示化粧品存在農藥殘留之風險。

衛生福利部111年4月27日以衛授食字第1111602704號函公告修正「化粧品禁止使用成分表」，並自111年7月1日生效⁽³⁾，列有化粧品禁止使用之15項農藥成分，其中BHC、Chlordane及DDT具異構物，因此本研究建立共計19項之檢驗方法，包含Aldrin、 α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC、Captan、*cis*-Chlordane、*trans*-Chlordane、Chlorothalonil、Cyanazine、*o,p'*-DDT、*p,p'*-DDT、Dieldrin、Diphenylamine、Endrin、Folpet、Heptachlor及Mirex，以上禁用農藥中除了Chlorothalonil、Diphenylamine及Captan在我國食品法規中亦有訂定農藥殘留容許量標準外，其他皆屬於我國長效性環境污染的禁用農藥，已被禁止使用多年⁽⁴⁾。

經評估這些化合物為低極性且分子結構具熱穩定，因此本研究採用氣相層析串聯質譜儀(Gas Chromatograph/tandem Mass Spectrometer, GC-MS/MS)建立19項禁用農藥檢驗方法，並以按摩精油及乳液等含植物萃取物可能性較高之產品類型為研究基質，再以市售產品驗證方法可行性，以保障民眾使用化粧品之安全。

材料與方法

一、檢體來源

本研究檢體來源為衛生福利部食品藥物管理署於化粧品販售處所價購之化粧品檢體共20件。

二、試藥及實驗器材

(一)試藥

1. 對照用標準品

Aldrin、 α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、

δ -BHC、Captan、Captan、*cis*-Chlordane、*trans*-Chlordane、Chlorothalonil、Cyanazine、*o,p'*-DDT、*p,p'*-DDT、Dieldrin、Diphenylamine、Endrin、Folpet、Heptachlor及Mirex (AccuStandard, USA) 純度皆達97%以上。

2. 試藥及溶劑

乙腈及甲苯採用液相層析級；無水硫酸鎂及C18-EC為試藥級；去離子水(比電阻於25°C可達18M Ω ·cm以上)。

(二)實驗器材

Captiva EMR-Lipid固相萃取匣(Agilent, USA)；15 mL及50 mL離心管(Corning, USA)；3 mL無針針筒(Terumo, Taiwan)；PVDF針筒式濾膜(直徑13 mm，孔徑0.22 µm) (Millipore, USA)。

三、儀器及裝置

(一)氣相層析串聯質譜儀(8890 GC System搭配7000D triple quadrupole GC/MS systems與PAL3 RTC120 Autosampler，Agilent, USA)。

(二)數據分析軟體(MassHunter Quantitative Analysis, Agilent, USA)。

(三)層析管柱(DB-5MS UI，內膜厚度0.25 m，內徑0.25 mm × 30 m, Agilent, USA)。

(四)純水製造機(Milli-Q Waters Purification System, Millipore, USA)。

(五)旋渦混合器(Vortex Mixer Genie 2, Scientific Industries, USA)。

(六)離心機(TABLE-TOP CENTRIFUGE 4000, KUBOTA, Japan)。

(七)超音波振盪器(GTD30, GT Sonic，臺灣)。

四、實驗方法

(一)標準溶液之配製

取適量之Aldrin、 α -BHC、 β -BHC、

γ -BHC、 δ -BHC、Captafol、Captan、*cis*-Chlordane、*trans*-Chlordane、Chlorothalonil、Cyanazine、*o,p'*-DDT、*p,p'*-DDT、Dieldrin、Diphenylamine、Endrin、Folpet、Heptachlor及Mirex各對照用標準品溶液，分別以甲苯配製成100 $\mu\text{g/mL}$ ，於-40 $^{\circ}\text{C}$ 貯存備用，再分別取適量各標準原液混合，以甲苯稀釋Aldrin、 α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC、*cis*-Chlordane、*trans*-Chlordane、Chlorothalonil、Cyanazine、*o,p'*-DDT、*p,p'*-DDT、Dieldrin、Diphenylamine、Endrin、Folpet、Heptachlor及Mirex等17項標準品至0.5 $\mu\text{g/mL}$ ，Captan至2.5 $\mu\text{g/mL}$ ，Captafol至5 $\mu\text{g/mL}$ ，作為混合標準溶液，貯存備用。

(二) 檢液之調製

1. 按摩精油之淨化及萃取

取檢體約0.25 g，精確稱定，置於10 mL容量瓶中，加入乙腈8 mL，經超音波振盪30分鐘後，以乙腈定容至10 mL，取6 mL置於含C18-EC粉劑300mg之淨化用離心管，以手激烈振盪1分鐘後，以4,000 $\times g$ 離心5分鐘，取上清液4 mL至離心管中，以真空離心機濃縮至乾，殘留物以甲苯1 mL溶解，混合均勻，以濾膜0.22 μm PVDF過濾，供做檢液。

2. 乳液之淨化及萃取

取檢體約0.25 g，精確稱定，置於5 mL容量瓶中，加入乙腈4 mL，以超音波振盪15 min，以乙腈定容至5 mL後，倒入15 mL離心管中，加入去離子水1.25 mL，以手激烈振盪1分鐘後，注入Captiva EMR-Lipid固相萃取匣，收集流出液，以乙腈：去離子水= 4：1溶液1.25 mL沖提，收集沖提液，加入無水硫酸鎂3.5 g，以手激烈振盪1分鐘後，以4,000 $\times g$ 離心10分鐘，取上清液2 mL

至離心管中，以真空離心機濃縮至乾，殘留物以甲苯1 mL溶解，混合均勻，以濾膜0.22 μm PVDF過濾，供做檢液。

(三) 氣相層析串聯質譜分析測定條件

1. 氣相層析分析條件

(1) 氣相層析管柱：DB-5MS UI (30 m $\times$ 0.25 mm, 0.25 μm)

(2) 層析管溫度：初溫：60 $^{\circ}\text{C}$ ，1 min
升溫速率：40 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$
中溫：170 $^{\circ}\text{C}$
升溫速率：10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$
終溫：310 $^{\circ}\text{C}$ ，2.25 min

(3) 移動相流速：氮氣，1.2 mL/min

(4) 注入器溫度：280 $^{\circ}\text{C}$

(5) 注入量及模式：1 μL ；不分流 (Splitless)

2. 質譜分析條件

(1) 介面溫度：280 $^{\circ}\text{C}$

(2) 離子化模式：電子游離(EI)，70 eV

(3) 離子源溫度：300 $^{\circ}\text{C}$

(4) 偵測模式：多重反應偵測模式 (MRM)。

(四) 鑑別試驗

精確量取檢液及標準溶液各1 μL ，分別注入氣相層析串聯質譜儀，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。

註：相對離子強度由二偵測離子對之波峰面積比而得($\leq 100\%$)，容許範圍如下：

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

(五) 確效試驗

1. 空白樣品分析

以按摩精油及乳液做為本方法之空白樣

品，依檢液調製步驟製備未添加農藥標準品之空白樣品進行分析比對，確認空白樣品無待測物。

2. 添加樣品分析

以按摩精油及乳液等基質做為本方法之空白樣品，添加一系列相當檢體濃度為0.01-1.0 µg/g之標準溶液，並進行5重複添加試驗，依檢液製備步驟製備檢液，再注入氣相層析串聯質譜儀檢測，就所測得波峰之訊號強度計算其訊噪比(S/N ratio)，求得5重複之訊噪比(S/N ratio)。

3. 偵測極限評估

以感度最佳之離子對S/N ratio > 10、感度次佳之離子對S/N ratio > 3，且MRM層析圖譜峰形清晰之最低濃度作為偵測極限(Limit of Detection, LOD)。

(六)市售化粧品檢體分析

以建立之方法進立市售按摩精油及乳液中19種禁用農藥之檢測。

結果與討論

一、儀器條件及質譜參數最適化探討

本研究參考食品中殘留農藥檢驗方法—多重殘留分析方法(五)之氣相層析串聯質譜儀之分析條件⁽⁵⁾，將分析物依序進行全掃描模式(MS1 scan)、產物離子掃描(Product ion)及多重反應監測(MRM)，完成層析條件及質譜參數建置及優化(表一)。

二、鑑別試驗結果

根據歐盟執委會於2021年發布IMPLEMENTING REGULATION (EU) 2021/808⁽⁶⁾關於鑑別點數(Identification Point, IP)之規定，本研究以GC作為層析分離方法(1 IP)，並檢測各分析物1-2個前驅離子(1-2 IP)及2個產物離子(1.5 × 2 = 3 IP)，可得5-6個鑑別點數(表一)，達規範之要求4 IP以上。該規範亦提出有關目標分

析物與標準品之滯留時間，其差異應在±0.1分鐘內，經檢視本研究之鑑別試驗結果，顯示無論配製於按摩精油或乳液中，19項目標分析物與標準品之滯留時間，其差異皆於±0.1分鐘內(表二及三)。

進一步比對添加於按摩精油或乳液中之目標分析物與標準品之相對離子強度，結果顯示皆符合容許範圍內，標準品相對離子強度平均值大於50%者，包含α-BHC、β-BHC、γ-BHC、δ-BHC、Captafol、Captan、Cyanazine、Folpet及Mirex；介於20-50%者，包含cis-Chlordane、trans-Chlordane、Chlorothalonil、o,p'-DDT、Dieldrin及Endrin；介於10-20%者為p,p'-DDT及Diphenylamine；小於10%者，包含Aldrin及Heptachlor。

三、確效試驗結果

本研究中19項農藥為化粧品中禁用成分，因此本研究探討目標分析物之偵測極限(Limit of Detection, LOD)。經參考歐洲官方化粧品品質監控實驗室網絡(The European Network of Official Cosmetics Control Laboratories, OCCLs)訂定之確效指引⁽⁷⁾，偵測極限(Limit of Detection, LOD)定義如下：「偵測極限為分析物能夠與儀器訊號值區別之最低量，但不一定可以被定量，若以數值定義，當分析物之S/N ratio大於3之濃度，可作為其偵測極限」。爰此，本研究偵測極限之評估以感度最佳之離子對S/N ratio > 10、感度次佳之離子對S/N ratio > 3，且偵測離子對之MRM層析圖譜峰形清晰之最低添加濃度作為偵測極限。本研究所涉19項目標分析物於按摩精油及乳液之偵測極限評估結果如表二及表三，其偵測極限範圍介於0.01-1.0 µg/g，多已低於參考文獻檢出值，評估足可因應未來化粧品禁用農藥檢驗，且分別經C18-EC粉劑及Captiva EMR-Lipid固相萃取匣淨化後，確有顯著減少基質干擾之效果，使偵測離子對之MRM層析圖譜峰形更清晰。

表一、19項禁用農藥標準品之多重反應偵測模式參數及滯留時間

項次	分析物	鑑別點數(IP)	偵測離子對		碰撞 能量 (eV)	偵測離子對		碰撞能量(eV)
			前驅離子(<i>m/z</i>)	產物離子(<i>m/z</i>)		前驅離子(<i>m/z</i>)	產物離子(<i>m/z</i>)	
1	Aldrin	5	263	> 193	40	263	> 226	25
2	α -BHC	5	181	> 145	15	181	> 109	30
3	β -BHC	5	181	> 145	15	181	> 109	30
4	γ -BHC	5	181	> 145	15	181	> 109	30
5	δ -BHC	5	181	> 145	15	181	> 109	30
6	Captafol	6	183	> 79	25	150	> 72	10
7	Captan	6	149	> 70	20	117	> 82	25
8	<i>cis</i> -Chlordane	6	373	> 266	25	375	> 301	10
9	<i>trans</i> -Chlordane	6	373	> 266	25	375	> 301	10
10	Chlorothalonil	5	266	> 168	30	266	> 229	20
11	Cyanazine	6	225	> 189	15	198	> 91	10
12	<i>o,p'</i> -DDT	5	235	> 165	40	235	> 200	10
13	<i>p,p'</i> -DDT	5	235	> 165	25	235	> 200	10
14	Dieldrin	5	263	> 193	40	263	> 228	25
15	Diphenylamine	5	169	> 168	24	169	> 66	28
16	Endrin	5	263	> 193	40	263	> 228	25
17	Folpet	5	260	> 130	15	260	> 232	5
18	Heptachlor	6	272	> 237	20	237	> 143	30
19	Mirex	6	272	> 237	20	274	> 239	40

表二、19項禁用農藥添加於空白樣品(按摩精油)之分析結果及與標準品之比較

項次	分析物	添加量 (µg/g)	按摩精油中滯留時間 (min)	標準品滯留時間 (min)	按摩精油中相對離子強度 平均值 ^a (%)	標準品相對離子 強度 (%)	敏感度最佳離子對S/N ratio 平均值 ^a
1	Aldrin	0.1	9.92	9.92	9.40	9.59	138.46
2	α-BHC	0.02	7.55	7.55	70.21	69.72	60.65
3	β-BHC	0.02	7.93	7.94	71.04	68.99	39.96
4	γ-BHC	0.02	8.07	8.07	71.46	70.94	26.04
5	δ-BHC	0.02	8.51	8.52	69.96	67.65	44.74
6	Captafol	1.0	13.48	13.49	50.51	54.28	30.47
7	Captan	0.25	10.74	10.74	64.75	66.10	43.31
8	cis-Chlordane	0.05	11.24	11.25	31.48	32.08	166.96
9	trans-Chlordane	0.05	11.01	11.02	26.57	26.92	298.52
10	Chlorothalonil	0.05	8.32	8.33	39.45	39.59	61.73
11	Cyanazine	0.05	9.84	9.84	72.47	78.36	67.92
12	o,p'-DDT	0.02	12.40	12.44	24.28	24.01	87.31
13	p,p'-DDT	0.02	13.04	13.04	16.02	16.31	58.87
14	Dieldrin	0.1	11.75	11.75	31.19	31.90	50.26
15	Diphenylamine	0.01	6.92	6.92	19.82	19.31	27.38
16	Endrin	0.05	12.14	12.13	30.84	30.89	36.24
17	Folpet	0.1	10.85	10.86	70.66	70.46	45.32
18	Heptachlor	0.05	9.28	9.29	8.30	9.01	1,273.44
19	Mirex	0.02	15.03	15.03	72.14	70.55	377.77

^a n=5

表三、19項禁用農藥添加於空白樣品(乳液)之分析結果及與標準品之比較

項次	分析物	添加量 ($\mu\text{g/g}$)	乳液中滯留時間 (min)	標準品滯留時間 (min)	乳液中相對離子強度平均 值 ^a (%)	標準品相對離子 強度(%)	敏感度最佳離子對S/N ratio 平均值 ^a
1	Aldrin	0.1	9.93	9.92	9.53	9.59	90.10
2	α -BHC	0.02	7.56	7.55	70.83	69.72	70.09
3	β -BHC	0.02	7.96	7.94	69.79	68.99	46.85
4	γ -BHC	0.02	8.08	8.07	71.54	70.94	38.87
5	δ -BHC	0.02	8.54	8.52	71.63	67.65	61.69
6	Captafol	1.0	13.49	13.49	61.48	54.28	21.98
7	Captan	0.25	10.74	10.74	65.47	66.10	54.17
8	<i>cis</i> -Chlordane	0.05	11.24	11.25	31.99	32.08	227.29
9	<i>trans</i> -Chlordane	0.05	11.01	11.02	26.56	26.92	246.08
10	Chlorothalonil	0.05	8.32	8.33	39.08	39.59	120.23
11	Cyanazine	0.05	9.83	9.84	72.47	78.36	101.98
12	<i>o,p'</i> -DDT	0.02	12.40	12.44	24.67	24.01	57.63
13	<i>p,p'</i> -DDT	0.02	13.07	13.04	16.47	16.31	41.22
14	Dieldrin	0.1	11.76	11.75	31.03	31.90	42.45
15	Diphenylamine	0.01	6.94	6.92	22.33	19.31	50.44
16	Endrin	0.05	12.13	12.13	30.56	30.89	32.33
17	Folpet	0.1	10.86	10.86	67.60	70.46	54.25
18	Heptachlor	0.05	9.28	9.29	8.14	9.01	1,094.53
19	Mirex	0.02	15.05	15.03	72.33	70.55	413.98

^a n=5

表四、市售宣稱含植物萃取物之按摩精油及乳液檢出結果

檢體編號	檢體類別	產地	標示植物萃取物	檢出結果
001	按摩精油	法國	玫瑰、葡萄籽、向日葵籽油	未檢出
002	按摩精油	澳洲	玫瑰果油、橄欖油、酪梨油、小麥胚芽油	未檢出
003	按摩精油	澳洲	玫瑰果油、玫瑰精油、橄欖油、金盞花萃取、杏仁油	未檢出
004	按摩精油	臺灣	葡萄籽油、向日葵籽油	未檢出
005	按摩精油	美國	杏仁油、玫瑰果油、迷迭香葉萃取物	未檢出
006	按摩精油	澳洲	天竺葵葉、柑橘皮、佛手柑皮	未檢出
007	按摩精油	美國	向日葵籽油、橄欖油、酪梨油、迷迭香葉萃取物、柚子皮油、檸檬油、柑橘皮油	未檢出
008	按摩精油	臺灣	杏仁油、葡萄柚、天竺葵、填茴香、杜松果、迷迭香	未檢出
009	按摩精油	英國	薰衣草油、洋甘菊油、芝麻油、甜杏仁油	未檢出
010	按摩精油	英國	向日葵籽油、杏仁油、天竺葵、薰衣草	未檢出
011	乳液	泰國	洋甘菊	未檢出
012	乳液	日本	石榴萃取物、葛根萃取物、蘆薈	未檢出
013	乳液	日本	薰衣草、迷迭香、葡萄籽油	未檢出
014	乳液	日本	黃柏樹皮、尤加利葉	未檢出
015	乳液	義大利	乳木果油、洋甘菊、燕麥萃取物	未檢出
016	乳液	臺灣	茶樹精油、白柳萃取、魚腥草萃取	未檢出
017	乳液	臺灣	菠蘿果萃取	未檢出
018	乳液	美國	香茅草、柑橘皮	未檢出
019	乳液	韓國	茶樹精油	未檢出
020	乳液	澳洲	玫瑰、天竺葵、薰衣草、迷迭香	未檢出

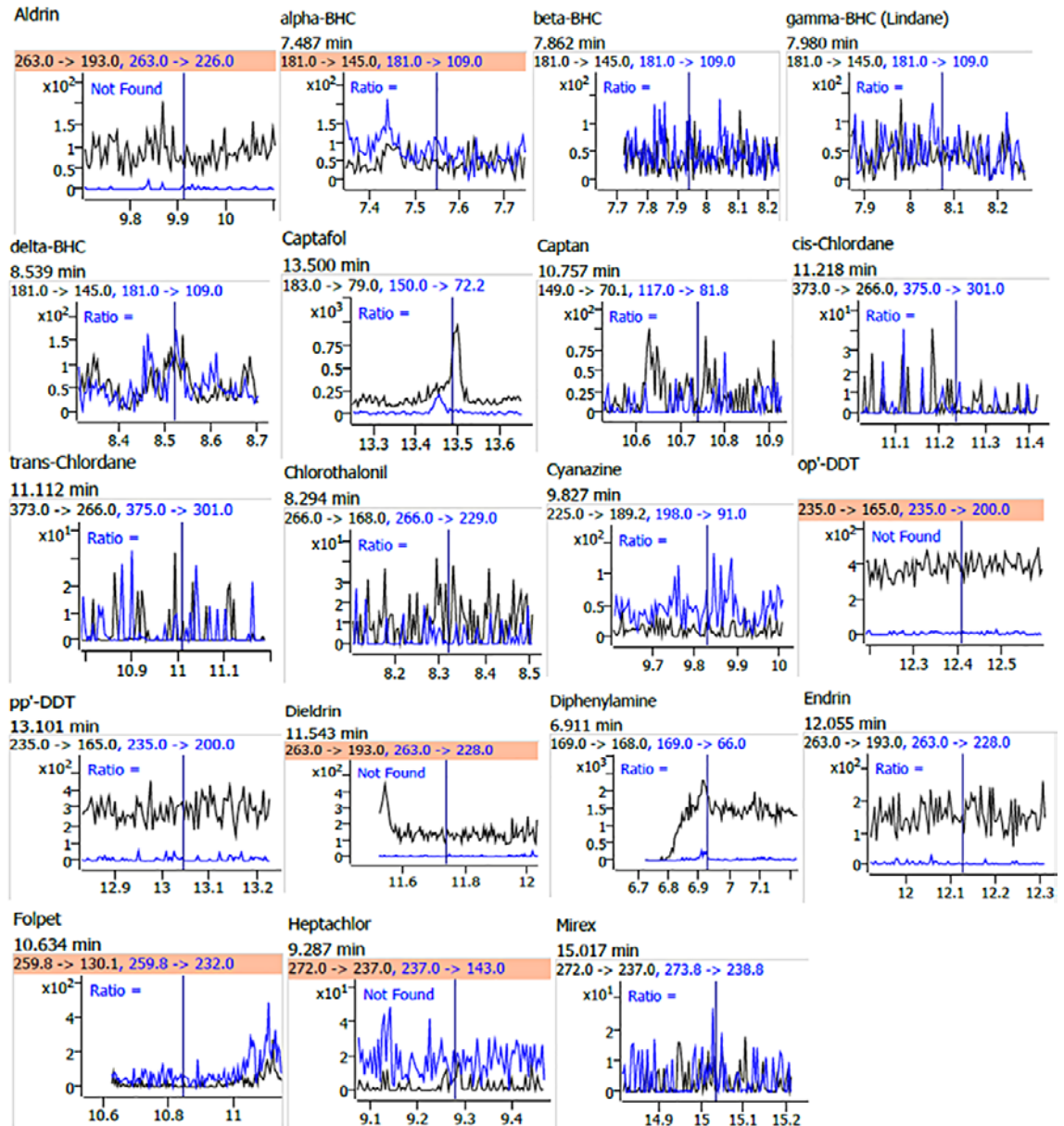
因另考量MRM層析圖譜峰形，其中按摩精油及乳液之*cis*-Chlordane、*trans*-Chlordane、Heptachlor及Mirex，於按摩精油中Aldrin，於乳液中之Chlorothalonil及Cyanazine，以上分析物各自之偵測極限(LOD)，感度最佳及次佳之偵測離子對S/N ratio平均值較其他目標分析物高，若添加量再降低，惟經測試其MRM層析圖譜峰形不佳，易衍生爭議。19項目標分析物於按摩精油或乳液之MRM層析圖譜如圖一至圖四。

四、市售按摩精油及乳液產品之檢測

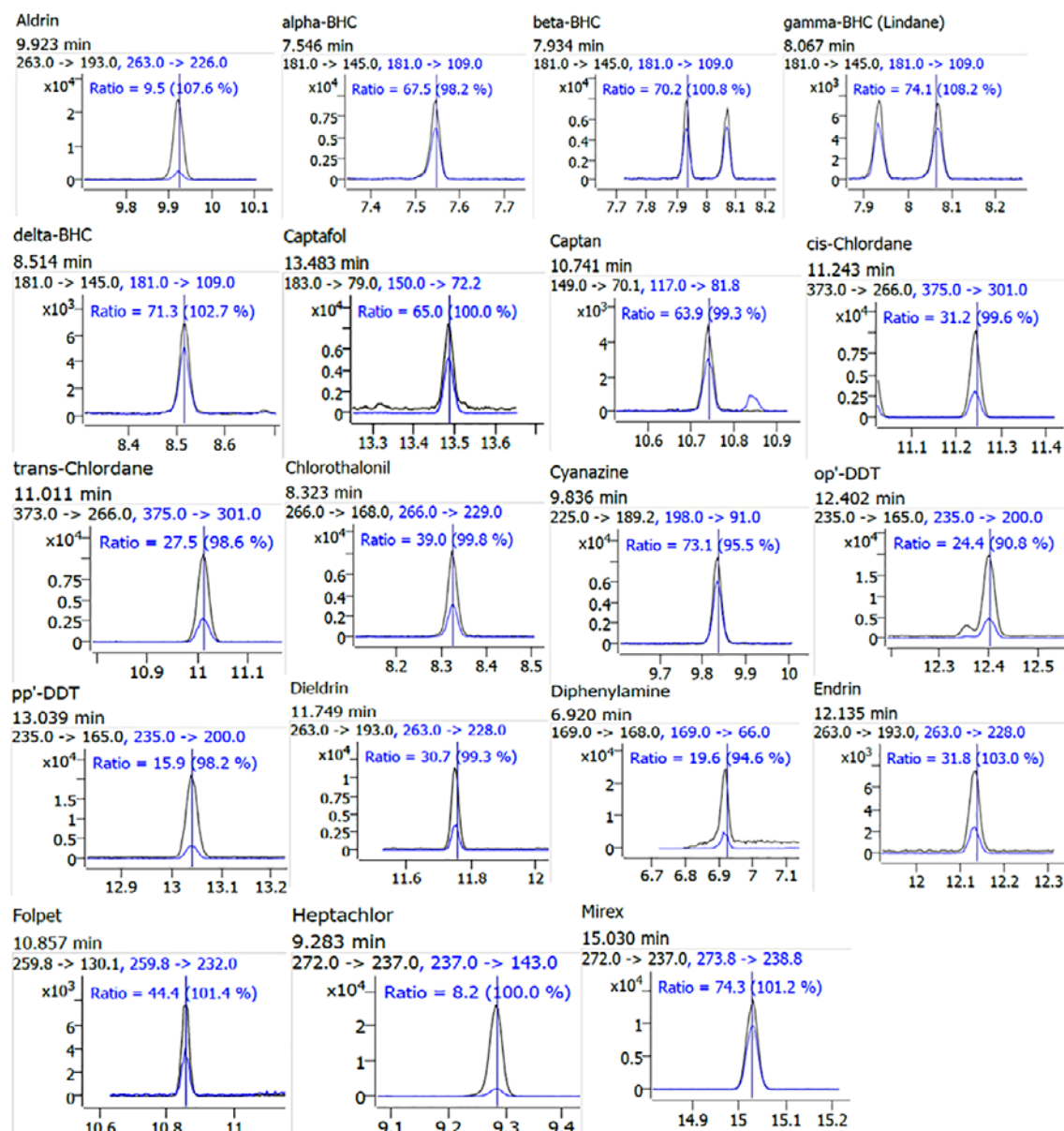
本研究進行按摩精油及乳液市售產品檢

測，結果如表四，選擇標示含有植物萃取物之按摩精油及乳液，作為測試檢體，評估方法之適用性，分別進行10件檢體測試，結果顯示各檢體於19項待測物之滯留時間皆未出峰，復經添加偵測極限含量之待測物標準品再行測試與比對，結果顯示上述按摩精油及乳液測試檢體依本研究開發方法測試皆未檢出本法所涉禁用農藥成分。

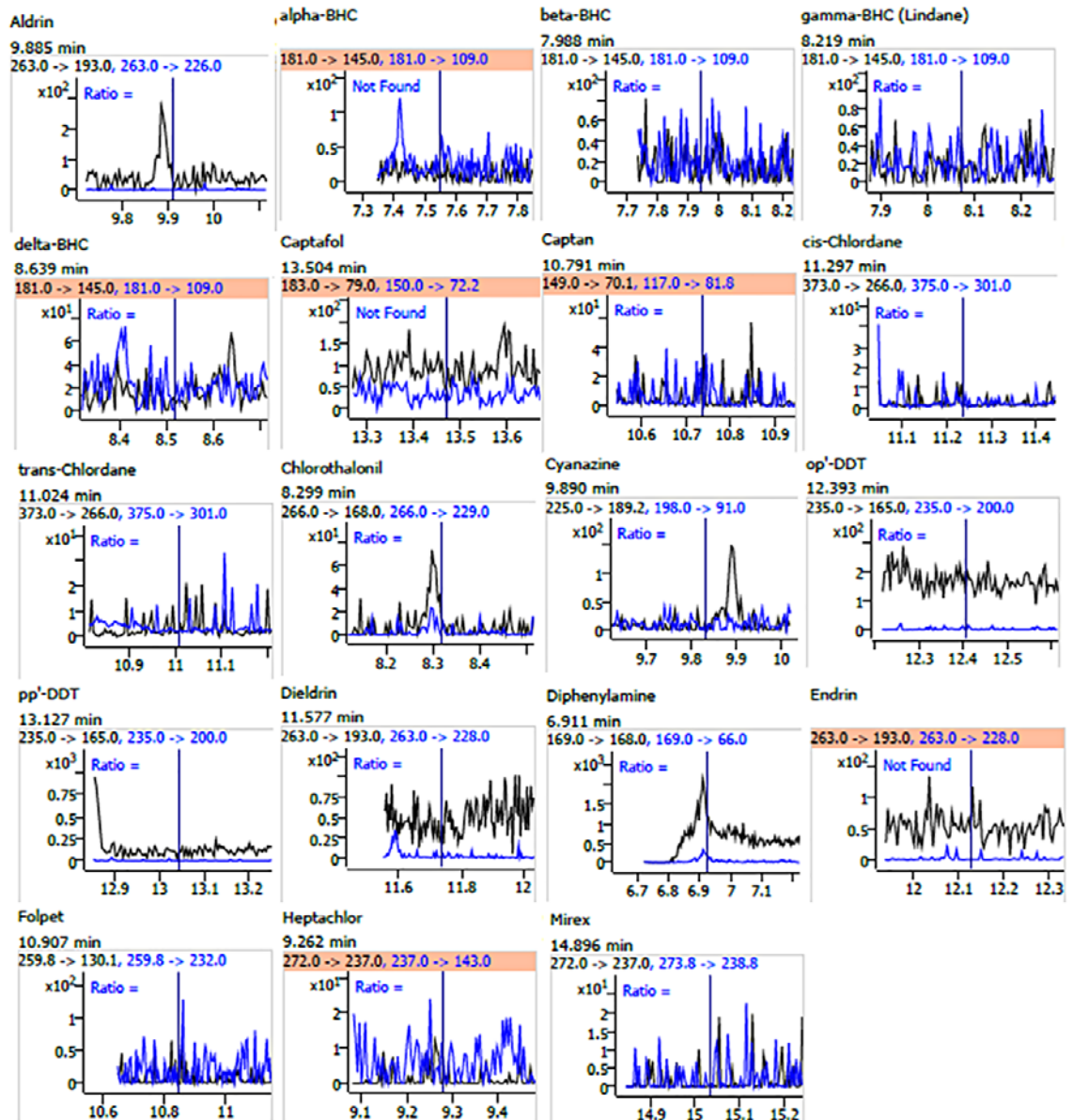
本研究開發之檢驗方法未來將公布為本署建議檢驗方法，作為地方衛生單位及民間檢驗單位參考，提高國內產業水準與國際競爭力，守護國人使用化粧品之安全性。



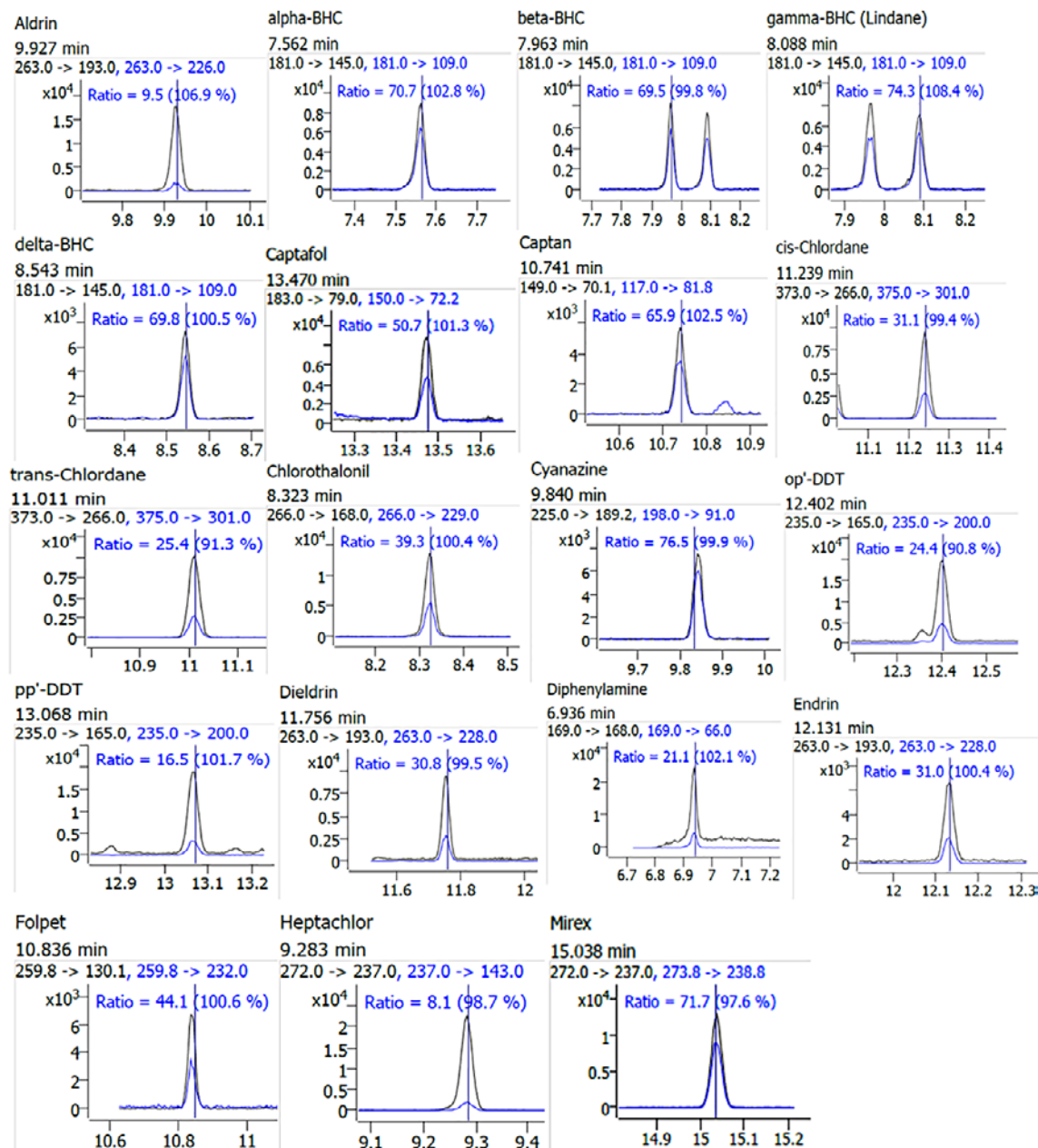
圖一、空白按摩精油之MRM層析圖譜



圖二、19項禁用農藥添加LOD濃度於空白按摩精油之MRM層析圖譜



圖三、空白乳液之MRM層析圖譜



圖四、19項禁用農藥添加LOD濃度於空白乳液之MRM層析圖譜

參考文獻

1. Park, E. M., Um, M. N., Kim, B. H., Cho, S. H., and *et al.* 2012. Monitoring of pesticide residues and preservatives in cosmetics using natural materials. *J. Food Hyg. Saf.* 27(3): 257-263.
2. Adekunle, A.S., Oyekunle, J.A.O., Ola, I.J., Obisesan, O.R. and Maxakato, N. W. 2018. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) and organochlorine pesticides (OCPs) in some personal care products in Nigeria. *Toxicol. Rep.* 5: 994-1001.
3. 衛生福利部。2022。修正「化粧品禁止使用成分表」。111.04.27衛授食字第1111602704號函公告。
4. 農藥資訊服務網。2022。[<https://pesticide.baphiq.gov.tw/information/Data/Forbid1>]。
5. 衛生福利部。2021。食品中殘留農藥檢驗方法－多重殘留分析方法(五)(MOHWP0055.04)。108.05.10衛授食字第1081900612號公告修正。
6. The European Commission. 2021. On the performance of analytical methods for residues of pharmacologically active substances used in food-producing animals and on the interpretation of results as well as on the methods to be used for sampling and repealing Decisions 2002/657/EC and 98/179/EC. Off. j. Eur. Union. L180: 84-109.
7. The European Network of Official Cosmetics Control Laboratories (OCCLs). 2021. OCCL Guideline on validation and verification of the performance of analytical procedures for cosmetic products. PA/PH/OCCL (19) 3 R5.

Development of the Method for Banned Pesticides in Cosmetics

YI-CHUN CHIANG, SHENG-WEI WANG, SHU-FANG TENG,
MEI-CHIH LIN, SU-HSIANG TSENG AND DER-YUAN WANG

Division of Research & Analysis, TFDA, MOHW

ABSTRACT

In recent years, many extracts derived from various parts of plants, such as flowers, leaves or seeds, etc., are added to cosmetics to attract consumers' attention with the rising health awareness. However, plants may be sprayed with pesticides during their growth or even be planted in soil with pesticides residues. Therefore, trace amount of pesticides may remain in cosmetics. "The list of ingredients prohibited in cosmetic products" includes multiple pesticides. A gas chromatography coupled with tandem mass spectrometry (GC-MS/MS) method was developed to determine 19 prohibited pesticides in cosmetics. At first, the instrument conditions for analytes were established and optimized and essential oils for massage and lotions, considered containing high plant extracts, were used to assess the applicability of the method. In this study, DB-5MS UI column was adapted and combined with multiple reaction monitoring (MRM) for analytes detection in 15 minutes. The essential oils for massage and lotions were extracted with C18-EC and Captiva EMR-Lipid, respectively. The results showed that the purification procedure could effectively remove matrix interference. The LODs (limit of detection) of the analytes were determined at the concentration with which the S/N ratio of the precursor ion and the product ion were greater than 10 and 3, respectively, and all the peaks must be clear. The LODs of 19 analytes ranged from 0.01-1.0 µg/g. The method was applied to test 10 essential oils for massage and another 10 lotions. The results showed that none of the samples contained any of 19 prohibited pesticides.

Key words: pesticides, essential oils for massage, lotions, GC-MS/MS