

化粧品中色素之檢驗方法(三)

Method of Test for Colorants in Cosmetics (3)

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中acid blue 62等10項色素(品項見附表一)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC-MS/MS)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 液相層析串聯質譜儀：
 - 2.1.1.1. 離子源：電灑離子化(electrospray ionization, ESI)。
 - 2.1.1.2. 層析管：ACQUITY BEH Shield RP18，1.7 μm ，內徑2.1 mm \times 10 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。
 - 2.2. 試藥：甲醇、乙腈及二氯甲烷均採用液相層析級；甲酸銨及氨水(25%)均採用試藥特級；去離子水(比電阻於25 $^{\circ}\text{C}$ 可達18 $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上)；acid blue 62等10項對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 容量瓶：10 mL及20 mL。
 - 2.3.2. 濾膜：孔徑0.22 μm ，PTFE材質。
 - 2.4. 試劑之調製：
 - 2.4.1. 二氯甲烷：甲醇(2:8, v/v)溶液
取二氯甲烷與甲醇以2：8 (v/v)之比例混勻。
 - 2.4.2. 萃取溶液
取氨水4 mL，加入二氯甲烷：甲醇(2:8, v/v)溶液使成1000 mL。
 - 2.5. 移動相溶液之調製：
 - 2.5.1. 移動相溶液A：
稱取甲酸銨0.63 g，以去離子水溶解使成1000 mL，經濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液A。
 - 2.5.2. 移動相溶液B：
取甲醇與乙腈以1：1 (v/v)比例混勻，經濾膜過濾，取濾液，供作移動相溶液B。
 - 2.6. 標準溶液之配製：
取acid blue 62等對照用標準品各約10 mg，精確稱定，分別以萃

取溶液溶解並定容至10 mL，作為標準原液，冷藏貯存。臨用時取適量各標準原液混合，以萃取溶液稀釋，供作標準溶液，各標準溶液之濃度範圍如附表一。

2.7. 檢液之調製：

將檢體混勻，取約1 g，精確稱定，加入萃取溶液15 mL，以超音波振盪30分鐘，再以萃取溶液定容至20 mL，經濾膜過濾，供作檢液。

2.8. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各2 μ L，分別注入液相層析串聯質譜儀中，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1)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(μ g/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

液相層析串聯質譜分析條件^(註2)：

層析管：ACQUITY BEH Shield RP18，1.7 μ m，內徑2.1 mm \times 10 cm。

層析管溫度：30°C。

移動相溶液：A液與B液以下列條件，進行梯度分析

Time (min)	A (%)	B (%)
0 \rightarrow 3	95 \rightarrow 75	5 \rightarrow 25
3 \rightarrow 7	75 \rightarrow 30	25 \rightarrow 70
7 \rightarrow 8	30 \rightarrow 0	70 \rightarrow
		100
8 \rightarrow 12	0 \rightarrow 0	100 \rightarrow
		100
12 \rightarrow	0 \rightarrow 95	100 \rightarrow 5
12.5		
12.5 \rightarrow 15	95 \rightarrow 95	5 \rightarrow 5

移動相流速：0.3 mL/min。

注入量：2 μ L。

毛細管電壓(Capillary voltage)：2.65 kV。

離子源溫度(Ion source temperature)：150°C。

溶媒揮散溫度(Desolvation temperature)：500°C。

進樣錐氣體流速(Cone gas flow rate)：30 L/hr。

溶媒揮散流速(Desolvation flow rate)：650 L/hr。

偵測模式：多重反應偵測(multiple reaction monitoring, MRM)
。偵測離子對、進樣錐電壓(cone voltage)與碰撞能
量(collision energy)如附表二。

註：1. 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($\leq 100\%$)，容許範圍如下：

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

2. 上述測定條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適
合之測定條件。

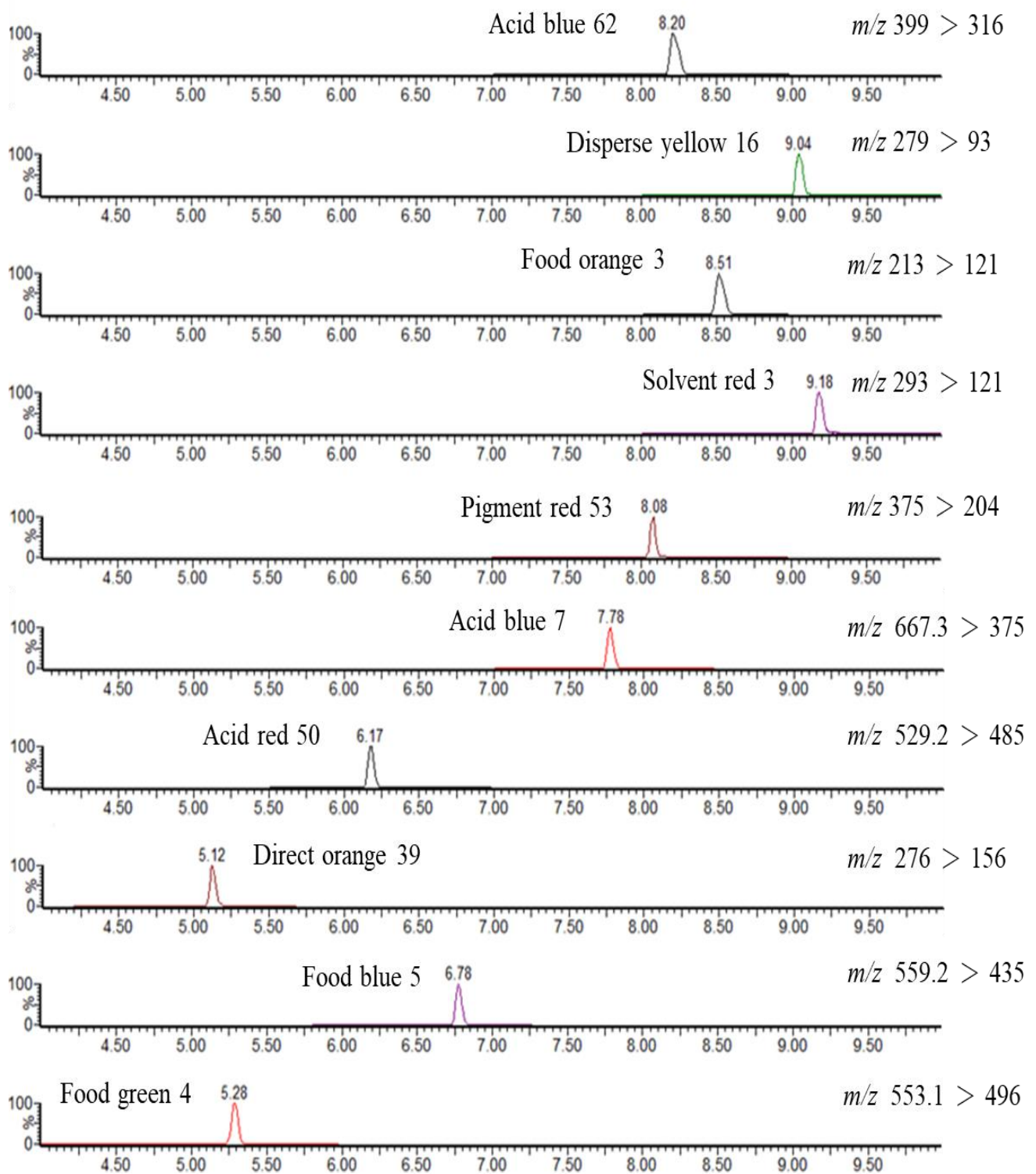
附註：1. 本檢驗方法之定量極限如附表二。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

1. Al Tamim, A., AlRabeh, M., Al Tamimi, A., AlAjlan, A. and Alowaifeer, A. 2020. Fast and simple method for the detection and quantification of 15 synthetic dyes in sauce, cotton candy, and pickle by liquid chromatography/tandem mass spectrometry. Arab. J. Chem. 13: 3882-3888.
2. Keck-Wilhelm, A., Kratz, E., Mildau, G., Ilse, M., Schlee, C. and Lachenmeier D. W. 2015. Chemical analysis and risk assessment of prohibited colouring agents in face paint with special regard to CI 15585 (D&C Red No. 9, Pigment Red 53:1). Int. J. Cosmetic Sci. 37: 187-195.

參考層析圖譜



圖、以LC-MS/MS分析acid blue 62等10項化粧品色素標準品之MRM圖譜

附表一、Acid blue 62等10項化粧品色素之標準溶液濃度範圍

項次	分析物	Color index number	濃度範圍(µg/mL)
1	Acid blue 62	CI 62045	
2	Disperse yellow 16	CI 12700	0.01~0.2
3	Food orange 3	CI 11920	
4	Solvent red 3	CI 12010	
5	Pigment red 53	CI 15585	
6	Acid blue 7	CI 42080	
7	Acid red 50	CI 45220	
8	Direct orange 39	CI 40215	1~10
9	Food blue 5	CI 42051	
10	Food green 4	CI 44090	

附表二、Acid blue 62等10項化粧品色素之液相層析串聯質譜儀多重反應偵測模式參數及定量極限

項次	分析物	離子化 模式	離子對		進樣錐 電壓 (V)	碰撞 能量 (eV)	定量極限 (ppm)
			前驅離子(m/z)	> 產物離子(m/z)			
1	Acid blue 62	ESI ⁻	399	> 316* > 80	8	32 62	0.2
2	Disperse yellow 16	ESI ⁺	279	> 93* > 117	58	24 18	0.2
3	Food orange 3	ESI ⁻	213	> 121* > 120	6	12 24	0.2
4	Solvent red 3	ESI ⁺	293	> 121* > 77	62	16 24	0.2
5	Pigment red 53	ESI ⁻	375	> 204* > 80	40	16 40	1
6	Acid blue 7	ESI ⁻	667.3	> 375* > 561.2	98	58 38	20
7	Acid red 50	ESI ⁻	529.2	> 485* > 80	10	34 60	20
8	Direct orange 39	ESI ⁻	276	> 156* > 92	48	26 30	20
9	Food blue 5	ESI ⁻	559.2	> 435* > 391	40	38 58	20
10	Food green 4	ESI ⁻	553.1	> 496* > 511.0	56	30 26	20

*定量離子對