

染髮產品中禁用成分之鑑別方法
Method of Test for the Identification of Forbidden Ingredients in Hair Dye
Products

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於染髮產品中disperse blue 7、disperse brown 1、disperse orange 3及disperse red 11等4項禁用成分之鑑別。
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 UPLC HSS T3，1.8 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：甲酸及乙腈均採用液相層析級；甲酸銨及氨水(25%)均採用試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達18 M Ω ·cm以上)；disperse blue 7等4項對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 容量瓶：10 mL。
 - 2.3.2. 濾膜：孔徑0.22 μm ，PTFE材質。
 - 2.4. 移動相溶液之調製：
 - 2.4.1. 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，以氨水調整pH值至8，經濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液A。
 - 2.4.2. 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。
 - 2.5. 標準溶液之配製：

取disperse blue 7等4項對照用標準品各約10 mg，精確稱定，分別以甲醇溶解並定容至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，以甲醇稀釋至disperse brown 1、disperse orange 3及disperse blue 7均為0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，disperse red 11為0.005 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，供作標準溶液。
 - 2.6. 檢液之調製：

將檢體混勻，取約0.5 g，精確稱定，加入甲醇8 mL，以超音波振盪30分

鐘，再以甲醇定容至10 mL，經濾膜過濾，供作檢液。

2.7. 鑑別試驗：

精確量取檢液及標準溶液各3 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、波峰面積及多重反應偵測相對離子強度^(註1)鑑別之。

液相層析串聯質譜分析測定條件^(註2)：

層析管：ACQUITY UPLC HSS T3，1.8 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

時間(min)	A (%)	B (%)
0 \rightarrow 3	95 \rightarrow 95	5 \rightarrow 5
3 \rightarrow 8	95 \rightarrow 70	5 \rightarrow 30
8 \rightarrow 10	70 \rightarrow 5	30 \rightarrow 95
10 \rightarrow 13	5 \rightarrow 5	95 \rightarrow 95
13 \rightarrow 13.5	5 \rightarrow 95	95 \rightarrow 5
13.5 \rightarrow 15	95 \rightarrow 95	5 \rightarrow 5

移動相流速：0.3 mL/min。

注入量：3 μ L。

毛細管電壓(Capillary voltage)：2.85 kV。

離子化模式：ESI正離子。

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)：900 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)及碰撞能量(collision energy)如附表。

註：1. 相對離子強度由2偵測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。

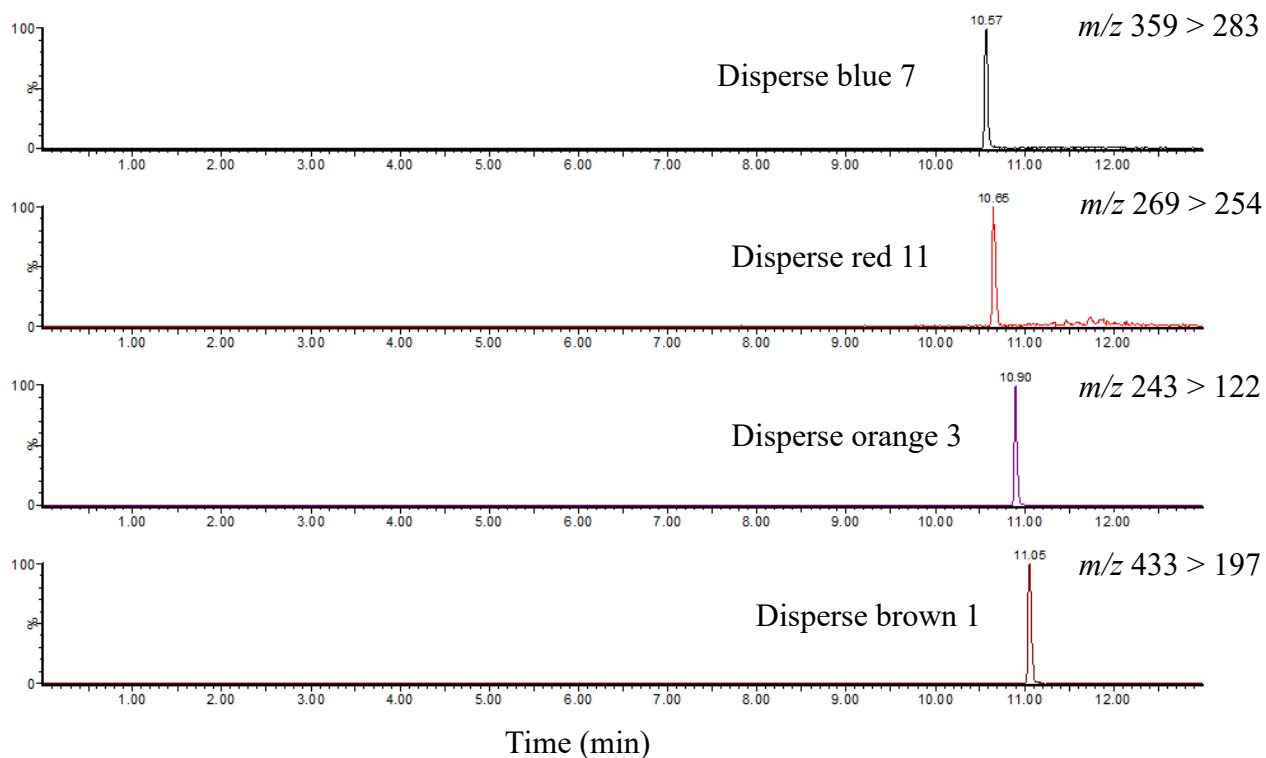
附註：1. 本檢驗方法之偵測極限如附表。

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. 陳信豪、黃守潔、陳玉盆、周秀冠、陳惠芳。2016。利用液相層析串聯質譜法分析化粧品中染髮劑成分。食品藥物研究年報，7: 175-186。

參考層析圖譜



圖、以 LC-MS/MS 分析 disperse blue 7 等 4 項成分之 MRM 圖譜

附表、Disperse blue 7等4項成分之多重反應偵測模式參數及偵測極限

項次	分析物	CAS #	離子對		進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	偵測極限 (µg/g)
			前驅離子(m/z) >	產物離子(m/z)			
1	Disperse blue 7	3179-90-6	359 >	283	20	26	2
			359 >	255		42	
2	Disperse red 11	2872-48-2	269 >	254	18	18	0.1
			269 >	169		40	
3	Disperse orange 3	730-40-5	243 >	122	28	14	2
			243 >	92		22	
4	Disperse brown 1	23355-64-8	433 >	197	18	22	2
			433 >	153		26	