



化粧品中合成及天然色素檢驗方法之建立

陳信豪 黃秋羽 鄧書芳 高雅敏 林美智 曾素香

衛生福利部食品藥物管理署研究檢驗組

摘 要

化粧品中色素主要用於改善產品觀感及提升消費者吸引力，合成色素因顏色多樣、著色力強及穩定性好被廣泛用於指甲油、眼影及唇膏等化粧品中。本研究係利用液相層析串聯質譜法(Liquid chromatography/tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)建立一個簡單、快速之定性檢驗方法，可同時分析Acid orange 10等5項合成及天然色素成分。檢體以去離子水：二甲基亞砜(Dimethyl sulfoxide, DMSO)：甲醇(2：3：5, v/v/v)溶液萃取，以超音波振盪30分鐘，經濾膜過濾後，以LC-MS/MS進行分析。使用ACQUITY HSS T3層析管柱，並採用10 mM甲酸銨溶液及甲醇：乙腈(1：1, v/v)溶液作為移動相進行梯度沖提；利用電灑游離法(Electrospray ionization, ESI)，搭配多重反應偵測模式(Multiple reaction monitoring, MRM)偵測，5項色素可在15分鐘內完成分析。以唇膏、唇蜜及指甲油等檢體作為化粧品研究基質，評估本方法偵測極限及專一性，結果5項色素於唇膏、唇蜜及指甲油之偵測極限皆為200 µg/g；且無基質干擾情形，添加標準品後分析5項色素成分之滯留時間及相對離子強度均能與標準品分析結果相符，顯示方法具有良好專一性。本檢驗方法可應用於上市後產品之監測，以確保消費者之健康安全。

關鍵詞：液相層析串聯質譜法、化粧品、色素

前 言

色素用途廣泛，多元應用於食品、藥品、玩具或塑料等產品中，在化粧品更是扮演重要的角色，添加於個人化粧品的產品中，可為皮膚、指甲、頭髮，甚至是睫毛著色，帶來修飾容貌⁽¹⁾、增添吸引力的效果，並可賦予產品顏色，使化粧品產品絢麗多彩，吸引消費者購買。色素種類繁多，可依其結構、來源、顏色、溶解度及應用進行分類，依來源及製造方式不同，可區分為天然色素及合成色素，天然色素來自於天然物，大部分由植物部位中抽提而成，亦有部分來自動物或礦物；合成色素則

是使用化學合成方式製得的有機色素，具有許多優點，如顏色多樣、著色力強、穩定性好、不易褪色等，故逐步取代天然色素。色素的分類主要根據化學結構分類所編號之顏色指數(Color index, CI)，是由五個數字所組成的全球通用代碼，用於識別種類繁多複雜的色素物質，如CI 10000-CI 74900表示為合成色素，而CI 75000-CI 75999則表示為天然色素⁽²⁾。

我國依據化粧品衛生安全管理法，訂有「化粧品色素成分使用限制表」，規範化粧品可使用的色素成分及使用範圍，依使用範圍，化粧品色素分為4類，第1類為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⁽³⁾，本研究係以前述法規收載之5項色素品項為研究範疇，相關資訊彙整於表一。其中Natural red 4色素係為來自於胭脂蟲之天然色素，Acid orange 10、Acid yellow 11、Bromothymol blue及Bromocresol green等4項則為合成色素。天然色素相較於合成色素成分單純、色調自然及無毒性等優點，但缺點就是成本較高、保質期短及相溶性較差。其中Natural red 4為化粧品第1類色素，為所有化粧品均可使用，Acid orange 10為第3類色素，限用於非接觸黏膜之化粧品，其他Acid yellow 11等3項則為第4類色素，限用於用後立即洗去之化粧品。本研究品項共計涵蓋了化粧品的第1、3及4類色素，在研究基質的選擇上，雖有3項色素「限用於用後立即洗去之化粧品」中，但因考量唇膏、唇蜜及指甲油產品顏色較多元，與皮膚接觸時間較久、風險性較大，故選擇以唇膏、唇蜜及指甲油為研究基質，另因5項色素於法規中無限量規定，本研究將以開發化粧品之色素定性分析方法為主。

化粧品基質複雜且產品中常同時添加使用多種色素，因此發展多重分析方法是一大挑

戰。化粧品中色素，雖在紫外線及可見光波長具有顯著吸收，可採用液相層析儀搭配光二極體陣列檢測器(Liquid chromatograph-photodiode array detector, LC-PDA)進行分析，但因其多為結構異構物或類似物，於液相層析系統中不易分離，且基質複雜常有干擾，容易導致圖譜誤判⁽⁴⁻⁹⁾，故較不適合以LC-PDA進行多項色素成分之篩檢。利用液相層析串聯質譜儀則可提高分析選擇性及鑑別度，輔以多重反應偵測(Multiple reaction monitoring, MRM)模式，更具有高靈敏度與選擇性，可排除基質干擾，提高定性分析結果的正確性⁽¹⁰⁾。

本研究擬以液相層析串聯質譜法(Liquid chromatography tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)，建立可同步分析Acid orange 10等5項化粧品色素之簡單、快速定性方法，針對液相層析與串聯質譜儀之參數進行最佳化，並進行5項化粧品色素於唇膏、唇蜜及指甲油產品中之偵測極限及方法專一性評估探討。

材料與方法

一、檢體來源

本研究檢體來源係於市面價購之唇膏、唇

表一、5項化粧品色素於我國之使用規定

編號	Color Index Number/ 成分名	別名	使用範圍			
			1 所有化粧品 均可使用	2 限用於非接觸 眼部周圍之化 粧品	3 限用於非接觸 黏膜之化粧品	4 限用於用後立 即洗去之化粧 品
1	16230	Acid orange 10			●	
2	18820	Acid yellow 11 Ext. D&C yellow No. 3 Fast light yellow 3G				●
3	75470	Natural red 4 Carmine	●			
4	Bromothymol blue					●
5	Bromocresol green					●



蜜及指甲油化粧品。

二、化學試藥及器材

Acid orange 10、Acid yellow 11及Natural red 4對照用標準品皆購自Dr. Ehrenstorfer；Bromothymol blue及Bromocresol green對照用標準品皆購自Sigma Aldrich (St. Louis, MO, USA)。甲酸銨(Ammonium formate)採用試藥特級，購自Sigma-Aldrich；甲醇(Methanol)、乙腈(Acetonitrile)及二甲基亞砜(Dimethyl sulfoxide, DMSO)，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 ，購自Waters (Waters, Milford, MA, USA)。

三、儀器與裝置

- (一)液相層析串聯質譜儀：Waters ACQUITY UPLC、Waters Xevo TQ-S micro Detector及MassLynx Workstation Software Quantitative Analysis數據分析軟體。
- (二)純水製造機：Milli-Q SP Advantage A10 System (Millipore Ltd., Bedford, MA, USA)。
- (三)旋渦混合器：Vortex Mixer Genie 2 (Scientific Industries, Bohemia, NY, USA)。

四、方法

(一)萃取溶液之調製

取去離子水、DMSO及甲醇以2：3：5 (v/v/v)之比例混勻，即得。

(二)10 mM甲酸銨溶液之調製

稱取甲酸銨0.63 g，以去離子水溶液溶解使成1,000 mL，經濾膜過濾，即得。

(三)標準溶液之配製

取Acid orange 10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，以萃取溶液稀釋至Acid orange 10、Acid yellow 11、Bromothymol blue、Bromocresol green及Natural red 4均為10 $\mu\text{g/mL}$ ，供作標準溶液。

(四)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。

(五)LC-MS/MS測定條件

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甲酸銨溶液與甲醇：乙腈(1：1, v/v)溶液依表二條件進行梯度沖提，流速為0.3 mL/min；注入量為5 μL ；管柱溫度為30 $^{\circ}\text{C}$ 。質譜儀參數設定，以電灑離子法(Electrospray ionization, ESI)搭配多重反應偵測模式(Multiple reaction monitoring, MRM)進行偵測，毛細管電壓(Capillary voltage)為2.65 kV，離子源(Ion source)溫度為150 $^{\circ}\text{C}$ ，溶媒揮散溫度(Desolvation temperature)為500 $^{\circ}\text{C}$ ，進樣錐氣體流速(Cone gas flow rate)為30 L/Hr，溶媒揮散流速(Desolvation gas flow)為650 L/Hr，碰撞氣體(Collision gas)為氬氣，偵測離子對及MRM模式偵測參數詳見表三。

(六)鑑別試驗

表二、移動相A (10 mM甲酸銨溶液)及移動相B [甲醇：乙腈(1：1, v/v)溶液]之沖提條件

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 $\rightarrow$ 12.5	0 $\rightarrow$ 95	100 $\rightarrow$ 5
12.5 $\rightarrow$ 15	95 $\rightarrow$ 95	5 $\rightarrow$ 5

月日知識庫

表三、5項化粧品色素之質譜MRM偵測參數

分析物	離子化 模式	RT (min)	離子對		進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)
			前驅離子(<i>m/z</i>) > 產物離子(<i>m/z</i>)			
Acid orange 10	ESI	4.26	407	> 222	38	34
			407	> 158		36
Acid yellow 11	ESI	7.42	357	> 237	28	22
			357	> 198		32
Bromothymol blue	ESI	8.55	623.4	> 447	8	30
			623.4	> 463		24
Bromocresol green	ESI	6.35	697.0	> 521.8	6	34
			697.0	> 536.9		30
Natural red 4	ESI	2.08	491	> 270	42	46
			491	> 327		26

精確量取檢液及標準溶液各5 μL ，分別注入液相層析串聯質譜儀中，依前述(五)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(ion ratio)^(A)鑑別之。

^A：相對離子強度由二偵測離子對之波峰面積相除而得(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

(七)方法偵測極限之評估

取唇膏、唇蜜及指甲油等作為空白樣品，添加一系列不同濃度之標準溶液，依前述(四)檢液之調製進行五重複配製及分析，以感度最佳之第一離子對及感度次之之第二離子對波峰訊噪比(Signal-to-noise ratio, S/N ratio)均大於或等於3，且MRM層析圖譜波峰於五重複分析之滯留時間與相對離子強度均相符的最低添加濃度作為偵測極限(Limit of detection, LOD)。

(八)方法專一性試驗

1. 空白檢體分析

以唇膏、唇蜜及指甲油作為空白檢體，依前述(四)進行檢液之調製，以(五)之測定條件進行分析比對，以確認空白檢體不含待測物。

2. 添加基質分析

取前述唇膏、唇蜜及指甲油等空白檢體作為本方法之空白基質，添加相當於方法偵測極限濃度之色素標準品，重複添加5次，各色素添加濃度皆為200 $\mu\text{g/g}$ ，依檢液調製步驟製備檢液，再注入液相層析串聯質譜儀檢測，就所得波峰之訊號強度計算其相對離子強度，記錄5重複試驗之滯留時間及相對離子強度。

結果與討論

一、分析條件最適化探討

(一)層析管

本研究選用了ACQUITY UPLC HSS T3 (1.8 μm ，內徑2.1 mm $\times$ 100 mm)、ACQUITY BEH Shield RP 18 (1.7 μm ，內徑2.1 mm $\times$ 100 mm)及CORTECS UPLC C18⁺ (1.6 μm ，內徑2.1 mm $\times$ 100 mm)等

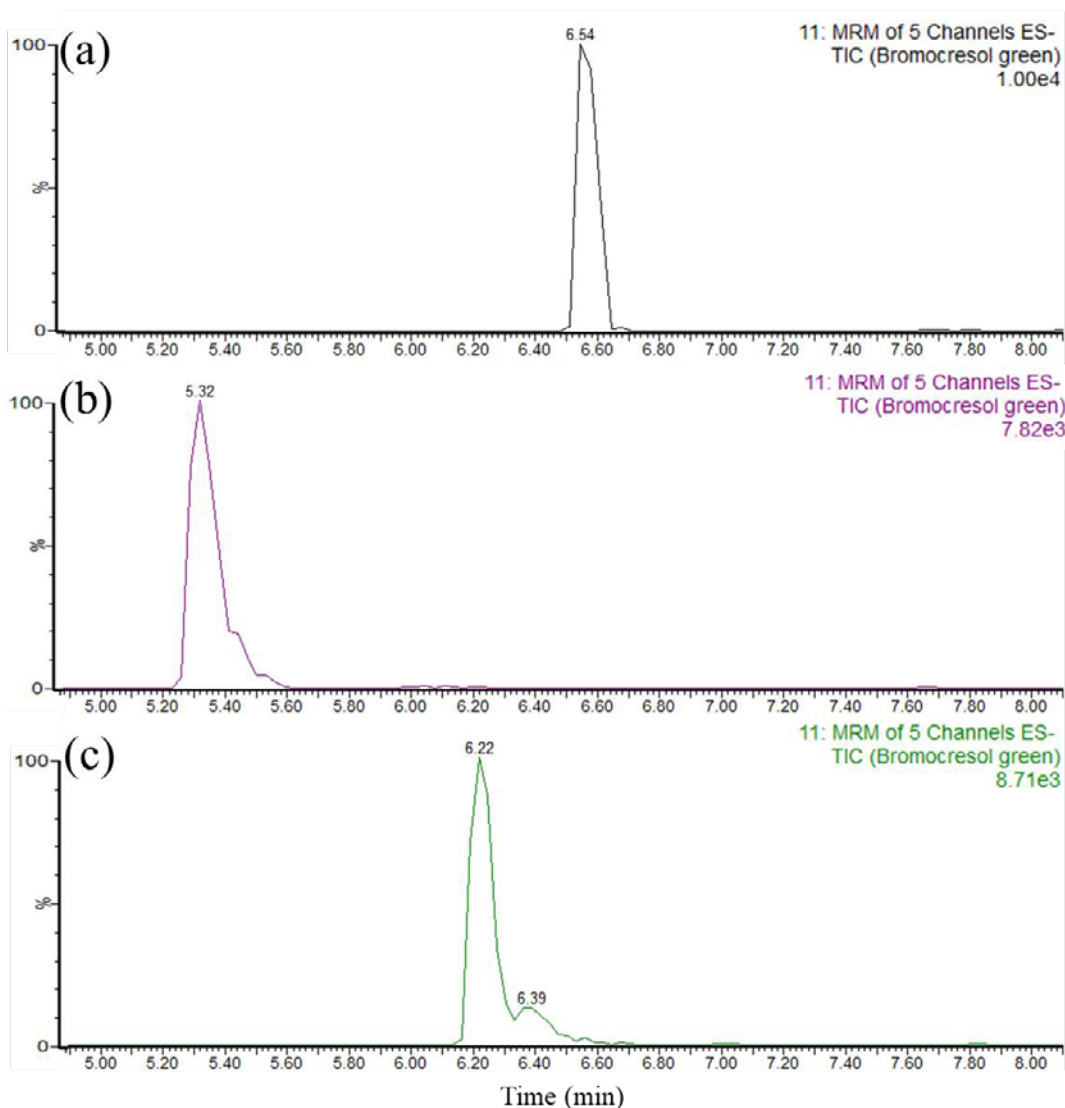


3種層析管柱進行測試，以Bromocresol green為例，結果如圖一所示，以ACQUITY UPLC HSS T3層析管柱進行分析時，化合物滯留情形較為理想且感度最佳，主要係該層析管柱特性為固定相充填可與100%水相兼容的C18材質，在極性及非極性化合物之分析上都有較好的分離度

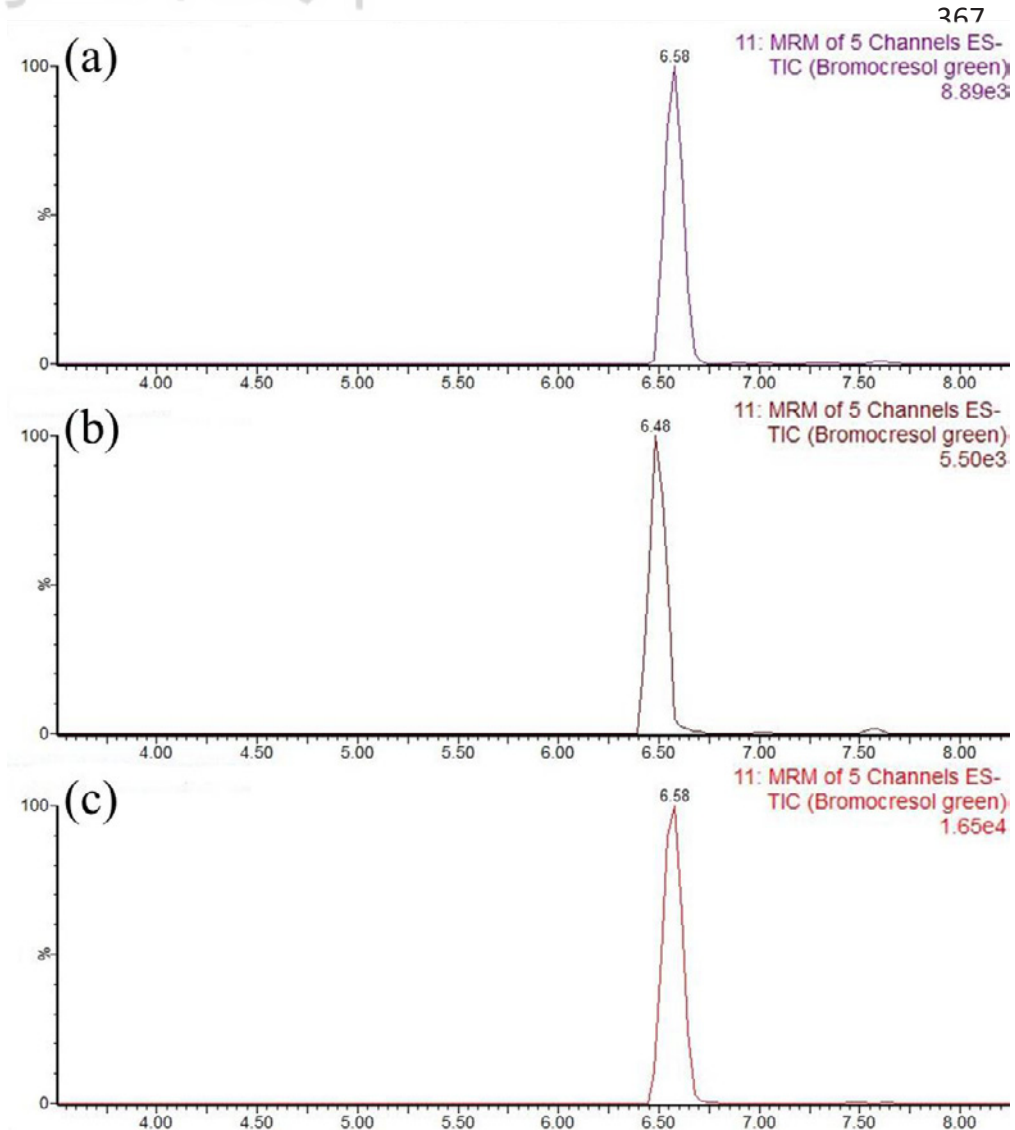
與波峰形狀。

(二)萃取溶液

萃取溶液分別以二氯甲烷：甲醇(2：8, v/v)溶液、50%甲醇溶液及去離子水：DMSO：甲醇(2：3：5, v/v/v)溶液進行測試，以Bromocresol green為例(圖二)，使用去離子水：DMSO：甲醇(2：3：5, v/v/v)



圖一、Bromocresol green分別以ACQUITY UPLC HSS T3 (a)、ACQUITY BEH Shield RP 18 (b)及CORTECS UPLC C18⁺ (c)等不同層析管柱分析之MRM層析圖



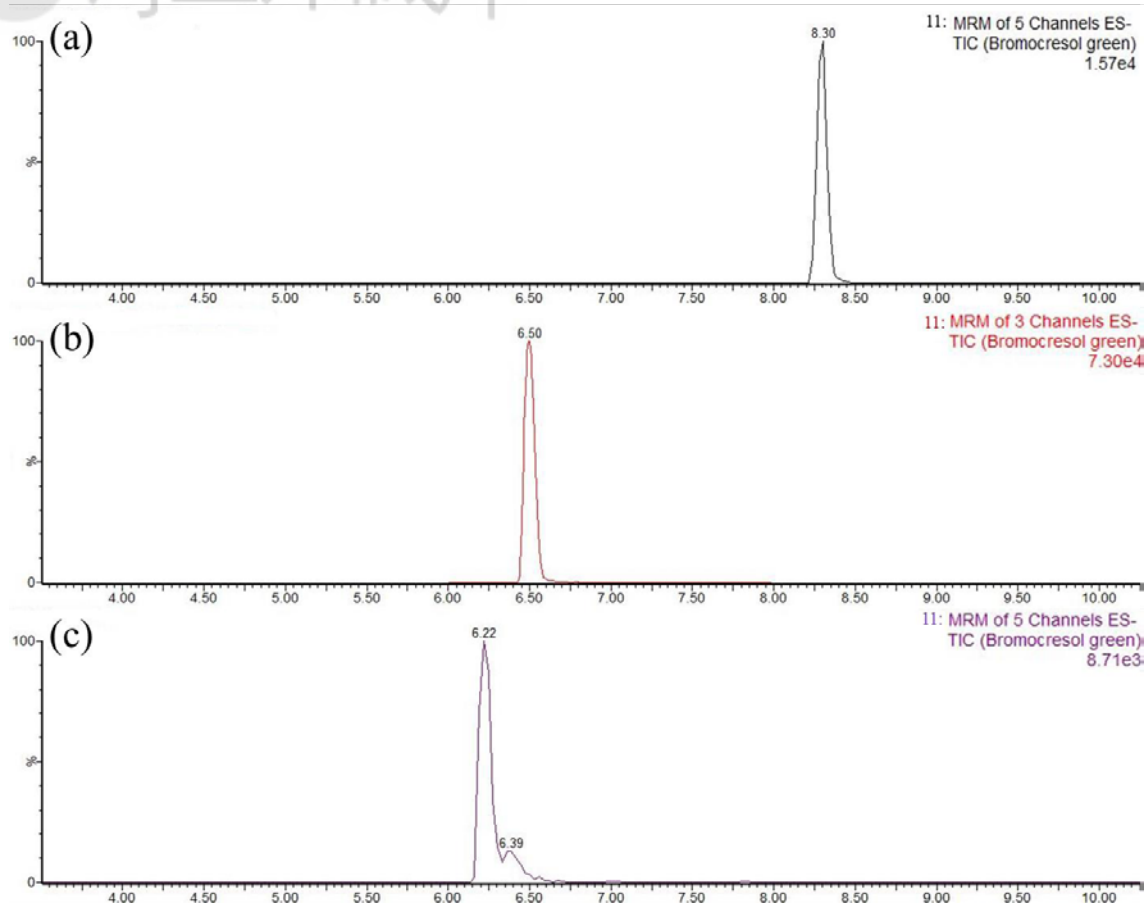
圖二、Bromocresol green分別以二氯甲烷：甲醇(2：8, v/v)溶液(a)、50%甲醇溶液(b)及去離子水：DMSO：甲醇(2：3：5, v/v/v)溶液(c)等不同萃取溶液進行萃取之MRM層析圖

v)溶液為萃取溶液時，所呈現峰形及感度為最好。

(三)移動相之pH值

調整移動相之pH值，以改變分析物之化性，有助分析物於層析管柱中之分離。本研究配製10 mM甲酸銨溶液，分別調整

其pH值，使為3.5 (以甲酸調整)、6.2及9.0 (以氨水調整)，供作移動相A，再搭配甲醇：乙腈(1：1, v/v)溶液作為移動相B，進行梯度沖提，以Bromocresol green為例，結果如圖三所示，以含10 mM甲酸銨溶液(pH 6.2)，搭配甲醇：乙腈(1：1, v/v)溶液



圖三、Bromocresol green分別以10 mM甲酸銨溶液(以甲酸調整成pH 3.5) (a)、10 mM甲酸銨溶液(pH 6.2) (b)及10 mM甲酸銨溶液(以氨水調整成pH 9.0) (c)等不同酸鹼值移動相A分析之MRM層析圖

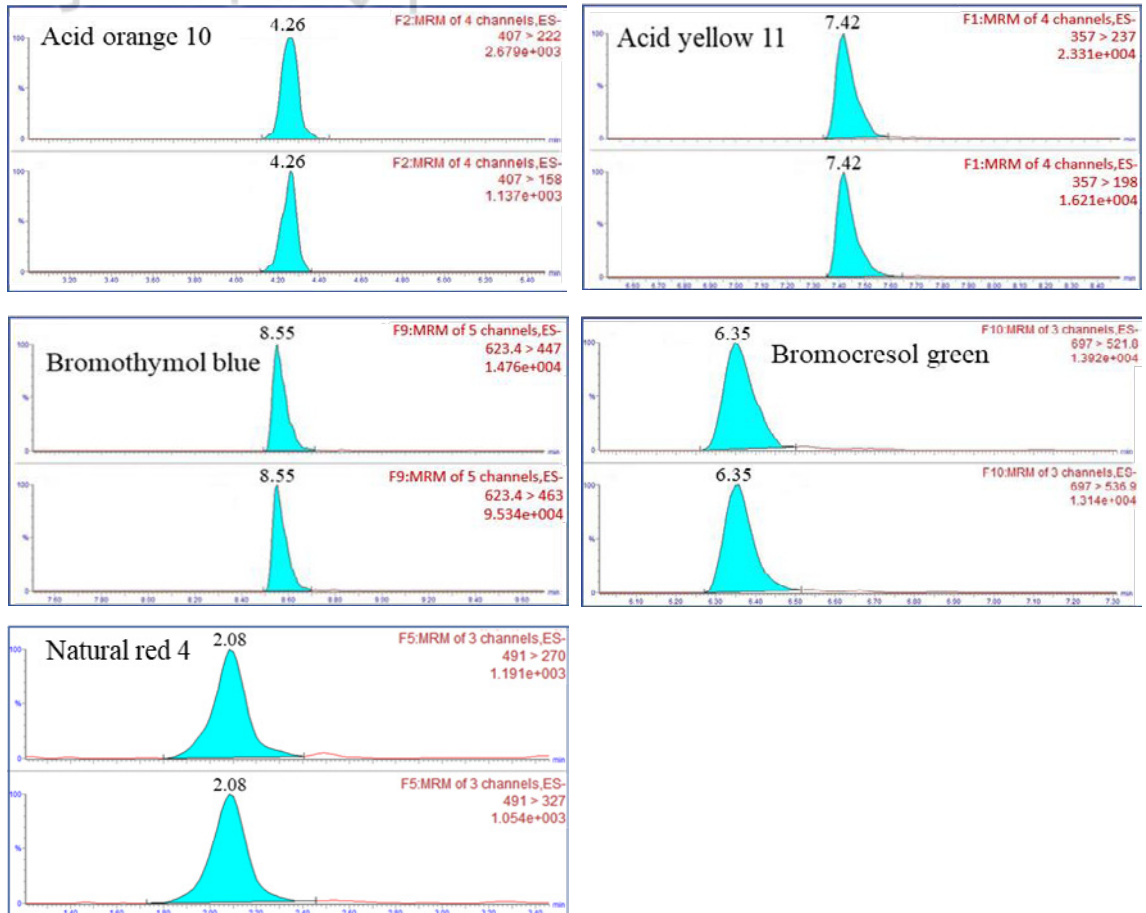
之移動相組成，所得峰形及感度最好。綜合上述層析條件探討，選定10 mM甲酸銨溶液及甲醇：乙腈(1：1, v/v)溶液之移動相，進行梯度沖提，可於15分鐘內完成5項色素之分析。

二、液相層析串聯質譜儀之參數最佳化

本研究利用LC-MS/MS進行分析，採用電灑游離法(Electrospray ionization, ESI)之離子化方式，針對質譜之質量解析度及感度進行最佳化參數之調整，以三段式四極桿MRM模式進行分析，先於第一段四極桿(Q1)選擇一特定

離子作為前驅離子，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，經氬氣碰撞後產生訊號最強的產物離子為第1定性離子，訊號次之為第2定性離子，各色素之MRM偵測參數如表三。

本方法以最佳化層析條件及質譜參數進行分析，利用MRM偵測模式，可將5項色素成分分離，層析圖譜如圖四。



圖四、5項化粧品色素標準品之MRM層析圖

三、方法偵測極限之評估

本研究以唇膏、唇蜜及指甲油作為空白檢體，添加一系列不同濃度之色素標準溶液，評估5項色素於唇膏、唇蜜及指甲油中之偵測極限，結果顯示5項色素於唇膏、唇蜜及指甲油中之添加標準品濃度為200 $\mu\text{g/g}$ 時，檢液中各色素之第一定性離子對及第二定性離子對訊噪比(S/N)皆大於3(詳如表四之一至表四之三)，且色素波峰滯留時間及相對離子強度與標準品相較，均能符合容許範圍(詳如表五之一至表五之三)，本方法偵測極限為200 $\mu\text{g/g}$ 。

四、方法專一性之評估

取唇膏、唇蜜及指甲油空白檢體，依前述檢液調製方法配製及分析，結果空白樣品於5項色素標準品滯留時間處無出現波峰，顯示空白樣品無干擾，另取唇膏、唇蜜及指甲油空白檢體，添加各色素標準品相當於LOD濃度，再依前述檢液調製方法配製及分析，結果各色素並無基質干擾現象(如圖五之一至圖五之三)，顯示方法具有良好專一性。



表四之一、5項色素標準品及添加LOD濃度於空白樣品(唇膏)之5重複分析訊噪比(S/N ratio)

分析物	添加濃度 ($\mu\text{g/g}$)	標準品		唇膏									
		S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a	1		2		3		4		5	
				S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a	S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a	S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a	S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a	S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a
Acid orange 10	200	30	17	18	10	22	7	15	4	10	5	15	6
Acid yellow 11	200	160	126	117	105	113	109	89	77	120	133	122	121
Bromothymol blue	200	540	271	300	236	451	204	271	172	339	255	340	152
Bromocresol green	200	496	200	126	123	143	138	156	129	140	189	77	161
Natural red 4	200	125	108	56	46	39	44	55	41	54	40	30	54

^a S/N ratio (1)：第一定性離子對之訊噪比；S/N ratio (2)：第二定性離子對之訊噪比

表四之二、5項色素標準品及添加LOD濃度於空白樣品(唇蜜)之5重複分析訊噪比(S/N ratio)

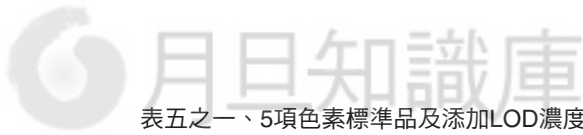
分析物	添加濃度 ($\mu\text{g/g}$)	標準品		唇蜜									
		S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a	1		2		3		4		5	
				S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a	S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a	S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a	S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a	S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a
Acid orange 10	200	30	17	28	10	20	10	32	13	21	9	35	23
Acid yellow 11	200	160	126	123	126	136	136	114	120	87	116	157	130
Bromothymol blue	200	540	271	465	354	413	228	422	259	561	242	524	211
Bromocresol green	200	496	200	235	250	324	251	308	157	290	242	269	272
Natural red 4	200	125	108	75	53	66	47	69	47	66	61	70	97

^a S/N ratio (1)：第一定性離子對之訊噪比；S/N ratio (2)：第二定性離子對之訊噪比

表四之三、5項色素標準品及添加LOD濃度於空白樣品(指甲油)之5重複分析訊噪比(S/N ratio)

分析物	添加濃度 ($\mu\text{g/g}$)	標準品		指甲油									
		S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a	1		2		3		4		5	
				S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a	S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a	S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a	S/N ratio (1) ^a	S/ N ratio (2) ^a	S/N ratio (1) ^a	S/N ratio (2) ^a
Acid orange 10	200	30	17	28	8	21	22	18	23	29	10	19	11
Acid yellow 11	200	160	126	136	89	114	95	123	130	113	83	86	76
Bromothymol blue	200	540	271	249	199	247	153	284	190	262	123	370	134
Bromocresol green	200	496	200	295	294	275	404	434	294	266	359	317	430
Natural red 4	200	125	108	132	56	102	66	78	70	105	50	87	89

^a S/N ratio (1)：第一定性離子對之訊噪比；S/N ratio (2)：第二定性離子對之訊噪比



表五之一、5項色素標準品及添加LOD濃度於空白樣品(唇膏)之5重複分析滯留時間及相對離子強度

分析物	添加濃度 (μg/g)	標準品		唇膏									
				1		2		3		4		5	
		RT (min) ^a	Ion ratio ^a	RT (min) ^a	Ion ratio ^a	RT (min) ^a	Ion ratio ^a	RT (min) ^a	Ion ratio ^a	RT (min) ^a	Ion ratio ^a	RT (min) ^a	Ion ratio ^a
Acid orange 10	200	4.26	0.356	4.24	0.379	4.24	0.337	4.24	0.325	4.24	0.350	4.24	0.322
Acid yellow 11	200	7.42	0.671	7.40	0.670	7.40	0.698	7.40	0.676	7.40	0.674	7.40	0.697
Bromothymol blue	200	8.55	0.652	8.55	0.673	8.55	0.680	8.55	0.693	8.54	0.672	8.54	0.646
Bromocresol green	200	6.35	0.909	6.33	0.927	6.33	0.907	6.33	0.869	6.32	0.924	6.32	0.967
Natural red 4	200	2.08	0.941	2.02	0.848	2.02	0.934	2.03	0.949	2.03	0.868	2.03	0.944

^a RT：滯留時間；ion ratio：相對離子強度

表五之二、5項色素標準品及添加LOD濃度於空白樣品(唇蜜)之5重複分析滯留時間及相對離子強度

分析物	添加濃度 (μg/g)	標準品		唇蜜									
				1		2		3		4		5	
		RT (min) ^a	Ion ratio ^a	RT (min) ^a	Ion ratio ^a	RT (min) ^a	Ion ratio ^a	RT (min) ^a	Ion ratio ^a	RT (min) ^a	Ion ratio ^a	RT (min) ^a	Ion ratio ^a
Acid orange 10	200	4.26	0.563	4.26	0.619	4.26	0.552	4.26	0.467	4.26	0.486	4.26	0.497
Acid yellow 11	200	7.42	0.749	7.47	0.767	7.48	0.748	7.48	0.799	7.47	0.755	7.47	0.755
Bromothymol blue	200	8.55	0.655	8.58	0.646	8.58	0.640	8.58	0.640	8.58	0.647	8.58	0.672
Bromocresol green	200	6.35	0.877	6.58	0.997	6.57	0.913	6.56	0.885	6.54	0.882	6.53	0.909
Natural red 4	200	2.08	0.845	2.20	0.847	2.20	0.817	2.17	0.845	2.17	0.806	2.19	0.900

^a RT：滯留時間；ion ratio：相對離子強度

表五之三、5項色素標準品及添加LOD濃度於空白樣品(指甲油)之5重複分析滯留時間及相對離子強度

分析物	添加濃度 (μg/g)	標準品		指甲油									
				1		2		3		4		5	
		RT (min) ^a	Ion ratio ^a	RT (min) ^a	Ion ratio ^a	RT (min) ^a	Ion ratio ^a	RT (min) ^a	Ion ratio ^a	RT (min) ^a	Ion ratio ^a	RT (min) ^a	Ion ratio ^a
Acid orange 10	200	4.26	0.621	4.26	0.525	4.26	0.595	4.26	0.728	4.26	0.702	4.26	0.551
Acid yellow 11	200	7.42	0.749	7.45	0.713	7.45	0.774	7.45	0.780	7.46	0.777	7.45	0.739
Bromothymol blue	200	8.55	0.655	8.57	0.654	8.57	0.672	8.57	0.688	8.57	0.663	8.57	0.695
Bromocresol green	200	6.35	0.877	6.50	0.973	6.49	0.889	6.48	0.848	6.48	0.893	6.47	0.911
Natural red 4	200	2.08	0.988	2.22	0.886	2.24	0.875	2.24	0.896	2.22	0.894	2.22	0.830

^a RT：滯留時間；ion ratio：相對離子強度

月旦知識庫

結 論

本研究利用LC-MS/MS建立化粧品中5項色素之定性檢驗方法，針對無明確標示或無標示成分之產品可進行快速篩檢分析，有效降低分析時間及基質複雜造成檢驗誤判之可能性。所建立的方法已完成定性方法確效，經以唇膏、唇蜜及指甲油評估方法之偵測極限及專一性，因法規中沒有限量規定，5項色素於唇膏、唇蜜及指甲油之偵測極限皆為200 µg/g作為定性測試標準之評估，且方法具有良好專一性。本研究建立之檢驗方法將公開於本署網站，提供地方衛生局及檢驗單位使用，可提升國內產業水準，增加國際競爭力，並可應用於上市化粧品之品質監測，保障國人化粧品使用安全。

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. American Association of Textile Chemists and Colourists. 2015. Colour Index™ Online. [https://colour-index.com/cicn-explained]
3. 衛生福利部。2020。化粧品色素成分使用限制表。109年9月29日衛授食字第1091605373號公告。
4. 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.
5. 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.
6. 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.
7. 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.
8. Culzoni, M.J., Schenone, A.V., Llamas, N.E., Garrido, M. 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.
9. 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.
10. 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 an Analytical Method for Synthetic and Natural Colorants in Cosmetics

SHIN-HAO CHEN, CHIU-YU HUANG, SHU-FANG TENG, YA-MIN KAO,
MEI-CHIH LIN AND SU-HSIANG TSENG

Division of Research and Analysis, TFDA, MOHW

ABSTRACT

Colorants are key components of cosmetics to enhance attractiveness to the consumers; synthetic dyes are extensively employed in makeup cosmetic products such as nail polish, eyeshadows, and lipsticks due to their diverse range of colors, strong coloring capabilities, and excellent stability. A simple and fast qualitative liquid chromatography/tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) method was developed for simultaneous determination of acid orange 10, four other synthetic and natural colorants in cosmetics. The sample was uniformly dispersed with a solution of water: dimethyl sulfoxide: methanol (2:3:5, v/v/v) and then extracted by ultrasonication for 30 minutes. After filtration, the filtrate was separated on an ACQUITY HSS T3 column with gradient elution of 10 mM ammonium formate and methanol: acetonitrile (1:1, v/v) solutions. The analysis could be accomplished within 15 minutes by employing electrospray ionization (ESI) with multiple reaction monitoring (MRM) mode for detection. The detection limits and specificity of this method were assessed using a lipstick, a lip gloss, and nail polish as blank matrices. The results showed that the detection limits for the 5 colorants in lipstick, lip gloss, and nail polish were all at 200 µg/g. The blank samples showed no interference, and the retention times and relative ion intensities of the 10 colorants spiked in blank samples were consistent with those of 10 colorant standards, indicating that the method had good specificity. This method can be applied to post-market surveillance and safeguard health and safety of the consumers.

Key words: LC-MS/MS, cosmetics, colorants