

LC-MS/MS快速检测化妆品中CI 10020等11种着色剂

Determination of CI 11020 and other 10 kinds of Colorants in Cosmetics by High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

李广宁, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海

Li Guangning, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

Keywords: SCIEX Triple Quad; Colorants; Cosmetics

化妆品着色剂, 作为一种特殊的添加剂, 为化妆品赋予了五彩斑斓的色彩。它不仅能改善化妆品的外观, 还能通过修饰美化产品外形, 调整成分对产品色泽的影响, 从而提升消费者的购买欲望。虽然化妆品着色剂在提升产品美观度方面发挥了重要作用, 但其安全性问题也不容忽视。过量使用着色剂可能导致皮肤刺激、过敏等不良反应。因此, 各国对化妆品着色剂的使用都有严格的监管规定, 以确保产品的安全性和合法性。我国《化妆品安全技术规范》2015版(下称《规范》)列出了一个包含157种化妆品准用着色剂的清单。只有在这份清单上的着色剂才被允许用于化妆品生产中。另外, 《规范》对着色剂在化妆品中的使用范围进行了明确的规定。具体来说, 《规范》对I类着色剂规定了限制使用剂量或做了相关质量要求, 而II、III、IV类着色剂则是不得超出其规定的使用范围。

2023年8月, 国家药监局发布第41号公告, 公告明确规定了化妆品中CI 10020等11种原料的补充检验方法, 根据此公告, 我们在SCIEX液相色谱质谱系统上开发了化妆品中11种水溶性着色剂的检测方法, 方法具有良好灵敏度及重现性, 可用于化妆品中水溶性着色剂成分的检测:

该方法具有以下特点:

1. 分析时间短, 10分钟即可完成化妆品中11种水溶性着色剂的检测。
2. 灵敏度高: 方法具有良好的检出下限及稳定性, 充分满足国家相关标准要求。

3. 拿来即用: 检测质谱条件遵循相关法规, 可快速帮助客户在SCIEX仪器上完成相关项目分析, 无需进行方法偏离等验证工作。

仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 系统



样品处理:

样品处理参考国家药监局2023年第41号公告, 《化妆品中CI 10020等11种原料的检验方法》进行处理。

色谱方法:

色谱柱: C18, 1.8 μm , 2.1 mm \times 100 mm

流动相: A: 水 (含10 mmol/L 乙酸铵)

B: 乙腈 (含 0.02% 乙酸)

梯度洗脱:

Time [min]	Flow [mL/min]	B[%]
0.00	0.4000	5
0.50	0.4000	5
6.00	0.4000	80
6.50	0.4000	95
8.00	0.4000	95
8.10	0.4000	5
10.00	0.4000	5

流速：0.4 mL/min；

柱温：40°C；

质谱方法：

扫描方式：MRM正负同时扫描

离子源：ESI

离子源参数：

IS电压：5500 V / -4500V

气帘气 CUR: 30 psi

雾化气 GAS1: 50 psi

辅助加热器 GAS2: 55 psi

源温度 TEM: 550°C

碰撞气 CAD: Medium

离子对列表见附表

实验结果

化合物提取离子流色谱图（见图1）

1. 线性，回归方程及回归系数

使用空白基质配置标准测试液，配置10-500 ng/mL基质添加溶液，相关曲线见图2，所有化合物线性回归系数R均在0.997以上，且各化合物从低浓度点到高浓度点均具有良好的准确度。

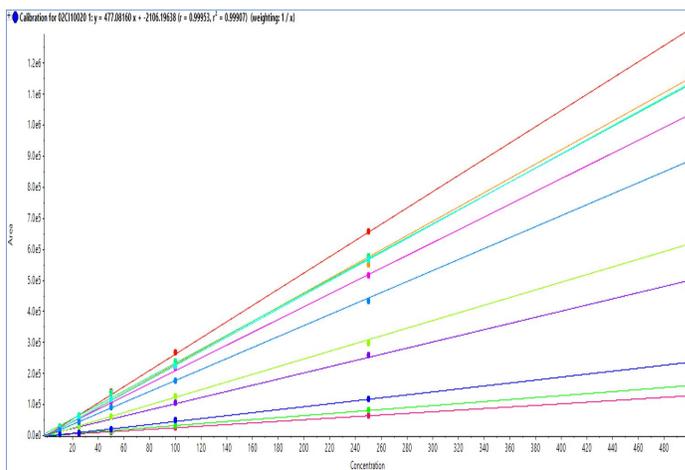


图2. 11种限用着色剂的校准曲线

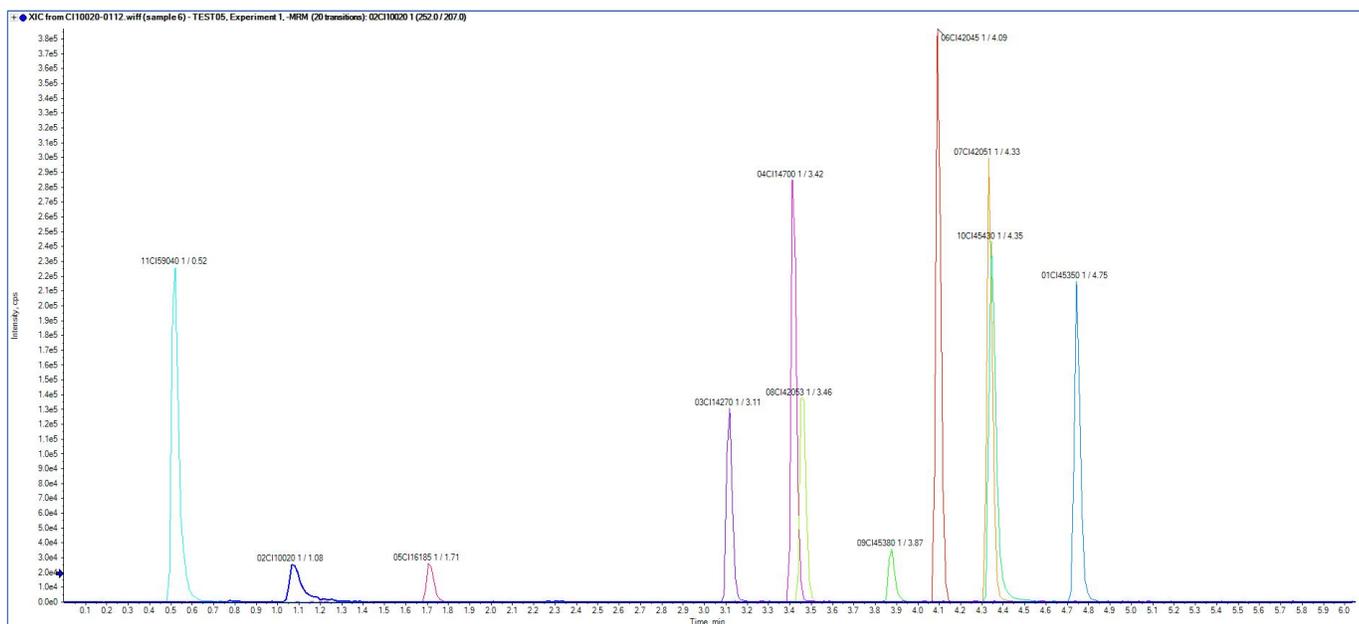


图1. 11种限用着色剂的提取离子流色谱图

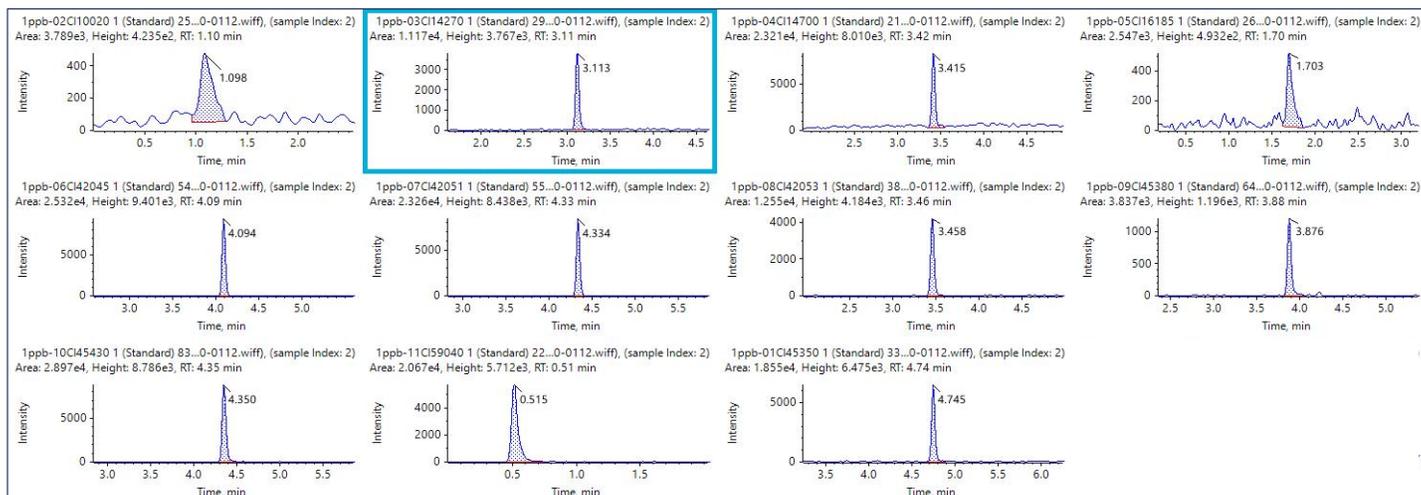


图3. 11种限用着色剂的基质加标色谱图 (1ng/mL)

2. 灵敏度考察, 使用化妆品空白基质空白分别配制1 ng/mL的基质加标溶液, 所有化合物均具有良好的灵敏度, 可充分满足国家药监局第41号公告《化妆品中CI 10020等11种原料的检验方法》的监测需求 (按处理0.2g样品计, 要求见表1)。

表1. 《化妆品中CI 10020等11种原料的检验方法》监测需求

索引号	中文名	最低检出浓度 (μg/g)	最低检出浓度 (上机) (ng/mL)
CI 10020	酸性绿1	15	300
CI 14270	酸性橙6	7.5	150
CI 14700	食品红1	7.5	150
CI 16185	食品红9	7.5	150
CI 42045	酸性蓝1	7.5	150
CI 42051	食品蓝5	7.5	150
CI 42053	食品绿3	7.5	150
CI 45350	酸性黄73	7.5	150
CI 45380	酸性红87	7.5	150
CI 45430	食品红14	15	300
CI 59040	溶剂绿7	15	300

总结

本实验在SCIEX Triple Quad™ 系统上, 建立了化妆品中11种限用着色剂的LC-MS/MS方法, 方法快速简便, 灵敏度高, 可满足化妆品中水溶性着色剂的检测及阳性确认需求。

参考文献

1. 国家药监局关于《化妆品中CI 10020等11种原料的检验方法》化妆品补充检验方法的公告

附录：

11种限用着色剂的质谱离子对参数

着色剂索引号	化合物	电离模式	Q1	Q3	DP	CE	着色剂索引号	化合物	电离模式	Q1	Q3	DP	CE
CI 45350	酸性黄73	正模式	333.1	202.1	175	73	CI 42051	食品蓝5		559.1	435.1	-140	-58
				287		50					479.1		-45
CI 10020	酸性绿1		252	207	-100	-31	CI 42053	食品绿3		381.2	170	-100	-42
				234.8		-24					341.1		-25
CI 14270	酸性橙6		293	171	-85	-30	CI 45380	酸性红87	负模式	646.7	520.9	-150	-42
				156		-40					442.9		-50
CI 14700	食品红1	负模式	217	199	-70	-21	CI 45430	食品红14		834.5	662.6	-175	-52
				170		-25					536.7		-52
CI 16185	食品红9		268.2	206.1	-85	-30	CI 59040	溶剂绿7		228	188	-75	-19
				228.2		-20					80		-45
CI 42045	酸性蓝1		543.1	419.3	-160	-59							
				463.2		-45							

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15987-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话：010-5808-1388
传真：010-5808-1390
全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419-7201
传真：021-2419-7333
官网：sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话：020-8842-4017

官方微信：[SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)