

# Application News

## No.L473A

高速液体クロマトグラフィー  
High Performance Liquid Chromatography

### “Nexera-i” による医薬部外品の分析 (その1) 有効成分および防腐剤の高速高分離分析

Analysis of Quasi-Drug by “Nexera-i” (Part 1)  
High Speed with High Resolution Analysis of Active Ingredient and Preservations

医薬部外品（化粧品）には、多くの場合、有効成分とともに防腐剤などさまざまな成分が含まれています。一般的に、これらの成分の定性・定量分析を行うためには、UV 検出器、あるいは、フォトダイオードアレイ（PDA）検出器を使用します。特に、PDA 検出器を用いることにより、UV 吸収スペクトルによる定性、および、クロマトグラムによる定量を行うことが可能です。

ここでは、新一体型超高速液体クロマトグラフ “Nexera-i” を用いて、医薬部外品（化粧品）中の有効成分、および、防腐剤の分析例についてご紹介します。

N. Iwata

#### ■ 有効成分および防腐剤標準品の分析

Analysis of Standard of Active Ingredient and Preservations

医薬部外品（化粧品）の有効成分としては、抗炎症作用を期待して添加されているグリチルリチン酸を、防腐剤としては、今回は 10 成分（メチルパラベン、エチルパラベン、イソプロピルパラベン、プロピルパラベン、イソブチルパラベン、ブチルパラベン、フェノキシエタノール、サリチル酸、安息香酸、デヒドロ酢酸）を分析対象としました。

Fig. 1 には標準混合溶液（各 100 mg/L、メタノールで調製）を 1  $\mu$ L 注入したクロマトグラムを、Table 1 には分析条件をそれぞれ示します。分析カラムには、高速分析カラム “Shim-pack XR-ODS II” を用いました。移動相に酢酸を添加することで、ODS カラムを用いた場合でもサリチル酸やデヒドロ酢酸がテーリングすることなく、全成分を分離することが可能です。

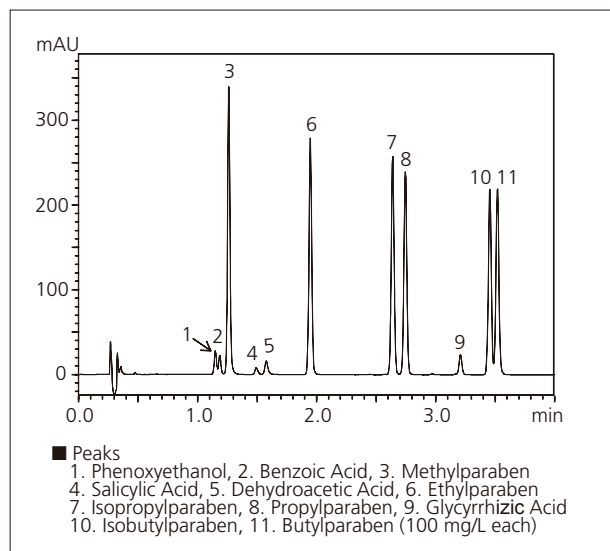


Fig. 1 有効成分（グリチルリチン酸）、および、防腐剤 10 成分のクロマトグラム（各 100 mg/L, 1  $\mu$ L 注入）  
Chromatogram of Standard Mixture of Active Ingredient (Glycyrrhizic Acid) and 10 Preservations (100 mg/L each, 1  $\mu$ L Injected)

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack XR-ODS II (75 mm L $\times$ 3.0 mm I.D., 2.2 $\mu$ m)
Mobile Phase	: A) 1 % Acetic Acid in Water B) 1 % Acetic Acid in Acetonitrile
Time Program	: B. Conc. 25 % (0 min) $\rightarrow$ 50 % (3.0 - 3.5 min) $\rightarrow$ 25 % (3.51 - 6 min)
Flow Rate	: 1.2 mL/min
Column Temp.	: 40 $^{\circ}$ C
Injection Volume	: 1 $\mu$ L
Detection	: LC-2040C 3D at 260 nm
Flow Cell	: High-Speed High-Sensitivity Cell

#### ■ 医薬部外品の分析

Analysis of Quasi-Drug

Fig. 2 に市販医薬部外品（薬用はみがき）の分析例を示します。試料は 1.0 g を秤量し、メタノール 5 mL を加え、超音波抽出した後、上澄みを孔径 0.2  $\mu$ m のメンブランフィルターでろ過しました。注入量は 1  $\mu$ L、分析条件は Table 1 と同じです。

市販薬用はみがきからサリチル酸、エチルパラベン、プロピルパラベン、および、グリチルリチン酸が分離検出されました。

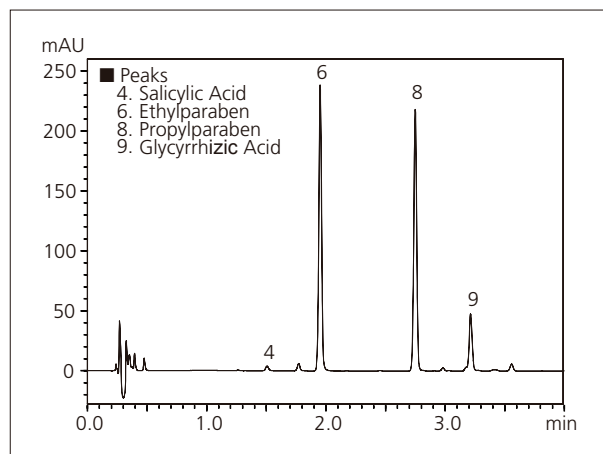


Fig. 2 薬用はみがきのクロマトグラム（1  $\mu$ L 注入）  
Chromatogram of Medicated Toothpaste (1  $\mu$ L Injected)

## ■化粧品の分析

### Analysis of a Cosmetic Product

Fig. 3 に市販化粧品（ローションミスト）の分析例を示します。試料は上澄みをメタノールで2倍希釈し、0.2 μmのメンブランフィルターでろ過しました。注入量は1 μL、分析条件はTable 1と同じです。

市販ローションミストからメチルパラベン、エチルパラベン、プロピルパラベン、グリチルリチン酸が分離検出されました。

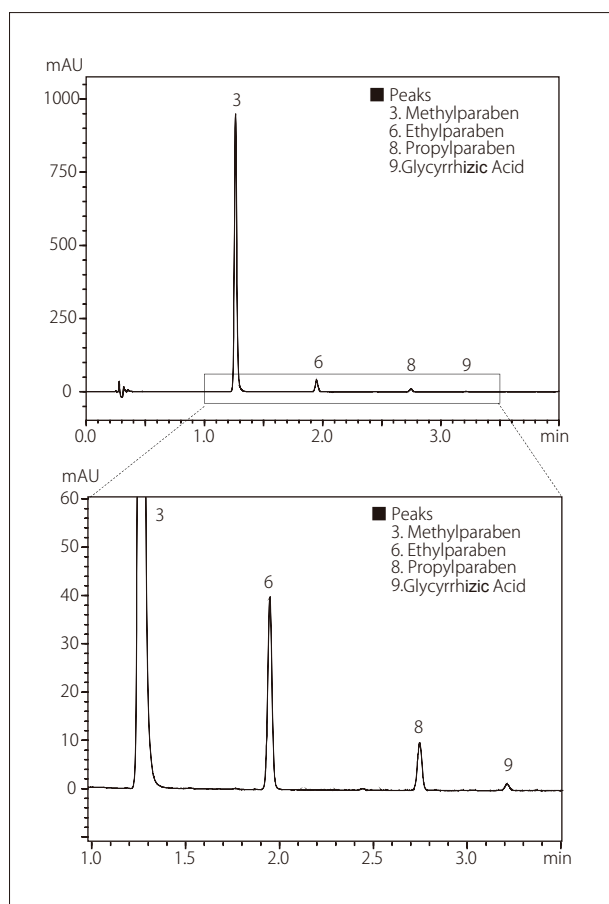


Fig. 3 ローションミストのクロマトグラム (1 μL 注入)  
Chromatogram of Lotion Mist (1 μL Injected)

## ■対象成分の吸収スペクトル

### UV-VIS Spectra for the Target Compounds

Fig. 2, 3 で得られたピークの保持時間、および、ピークから得られるスペクトルを標準品 (Fig. 1) のスペクトルと比較することでそれぞれの成分を定性しました。

Fig. 4 に LC-2040C 3D (PDA モデル) により得られた、医薬部外品 (化粧品) 中に含有されるグリチルリチン酸、および、サリチル酸のスペクトルを示します。各スペクトルは比較のため、ノーマライズして表示しています。グリチルリチン酸では 251 nm に、サリチル酸では 237 nm、および、301 nm に極大吸収波長が検出されました。

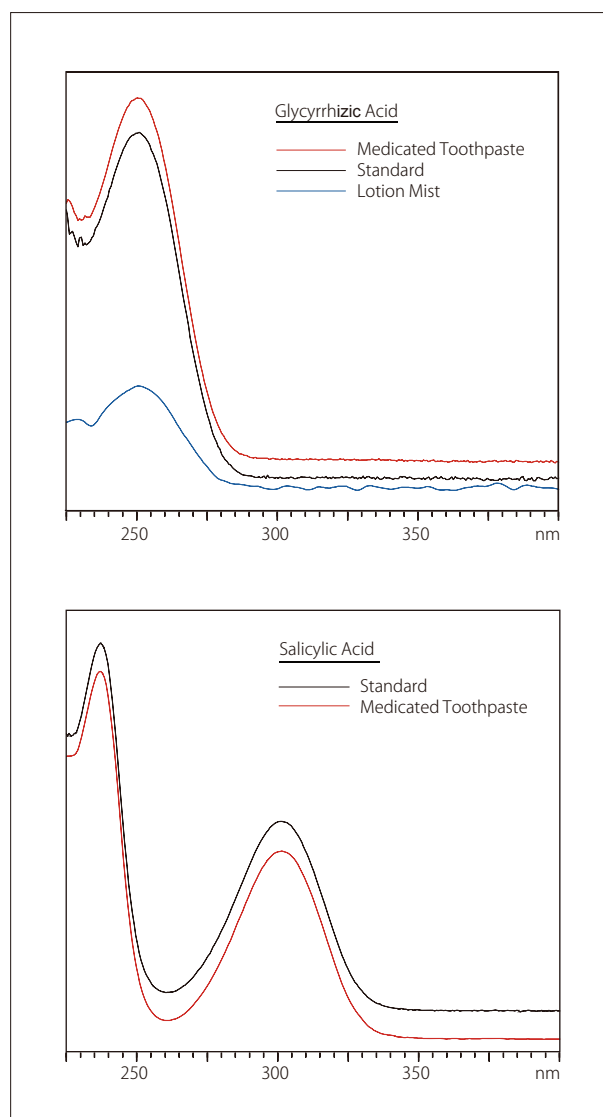


Fig. 4 有効成分、防腐剤成分のスペクトル  
上段:グリチルリチン酸  
下段:サリチル酸  
Spectra of Active Ingredient and Preservation  
Upper: Glycyrrhizic Acid  
Lower: Salicylic Acid

株式会社 島津製作所

分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

A改訂版発行：2014年11月

初版発行：2014年9月

島津コールセンター ☎ 0120-131691  
(075)813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。  
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavig/solnavig.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。

3100-09402-490IK  
2014.9