

## GC-MS Application Datasheet No.37

## OPTIC-4を用いた化粧品中のアレルゲンのGC/MS定量分析

人口の1から2%のアレルギー体質であると考えられるため、EUは2003年にアレルギーを起こす香料の使用を規制しました。洗い流される製品(シャンプー等)には0.01%を、また、塗布したままにしておくもの(ハンドクリーム等)には0.001%が設定されました。この規制に伴い、製造業者はこれらのアレルゲンを定量する必要があります。

### 実験

#### 試料

アレルゲンの標準混合試料と化粧クリームを1/10に希釈した溶液を分析しました。

Table 1 分析条件

#### 装置

注入口:	OPTIC-4 (ATAS GL International BV)
ライナー:	L100011, DMI liner with taper (ATAS GL International BV)
GC-MS:	GCMS-QP2010 Ultra (島津製作所)
オートサンプラー:	AOC-5000 Plus (島津製作所)
	LINEX (ATAS GL International BV)
カラム:	InertCap 5 MS/Sil 30m x 0.25 mm I.D., df=0.5 $\mu$ m (ジーエルサイエンス)

#### 注入口

注入モード:	スプリット
平衡時間:	5秒
分析時間:	29分30秒
気化室温度:	35°C → (5°C/秒) → 250°C(5分)
キャリアガス:	ヘリウム
制御モード:	流量制御
トランスファータイム:	3分
カラム流量:	1.0 ml/分
Split Flow:	100 ml/分

#### [GC]

カラムオープン温度:	35°C(3分) → (10°C/分) → 250°C(5分)
------------	---------------------------------

#### [MS]

インターフェース温度:	250°C
イオン源温度:	200°C
溶媒溶出時間:	3分
データ採取時間:	3 - 29.5分
測定モード:	スキャン
質量範囲:	$m/z$ 35-350
検出器電圧:	相対値モード

## 結果と考察

### 標準試料測定

3種類の標準試料を測定した結果をFigure 1, 2, 3に示します。

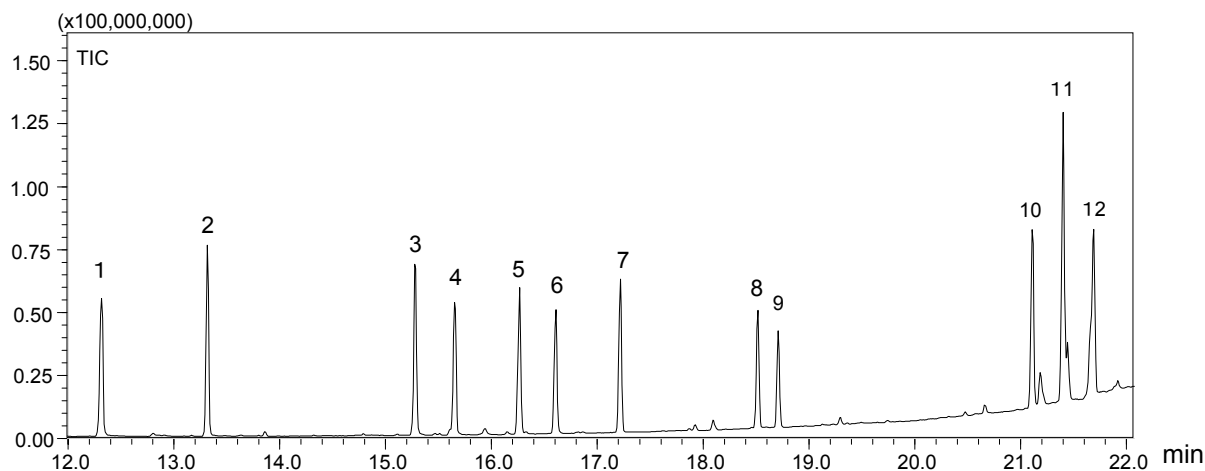


Figure 1 アレルゲンの標準試料Aの測定結果

1. Benzyl Alcohol, 2. Linalool, 3. Citronellol, 4. Geraniol, 5. Anisyl Alcohol, 6. Cinnamyl alcohol, 7. Eugenol, 8. Isoeugenol, 9. Amylcinnamyl alcohol, 10. Farnesol, 11. Farnesol, 12. Cinnamaldehyde, .alpha.-hexyl-

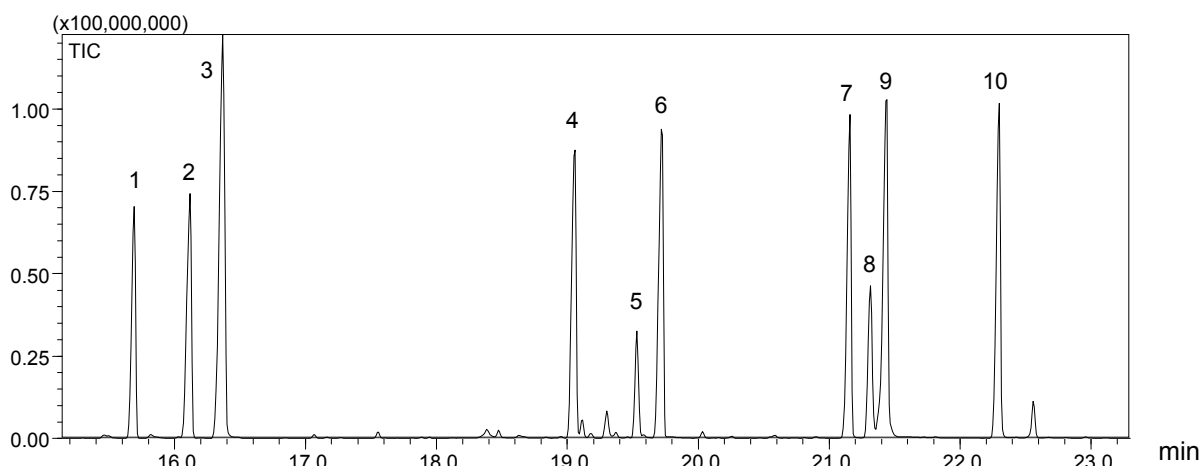


Figure 2 アレルゲンの標準試料Bの測定結果

1. Citral; 2. Citral; 3. Citronellal, hydroxy-; 4. .alpha. Isomethyl ionone; 5. Lilial; 6. Cinnamaldehyde, .alpha.-pentyl-; 7. Amylcinnamyl alcohol; 8. Lyral (21.111); 9. Lyral (21.238); 10. Cinnamaldehyde, .alpha.-hexyl

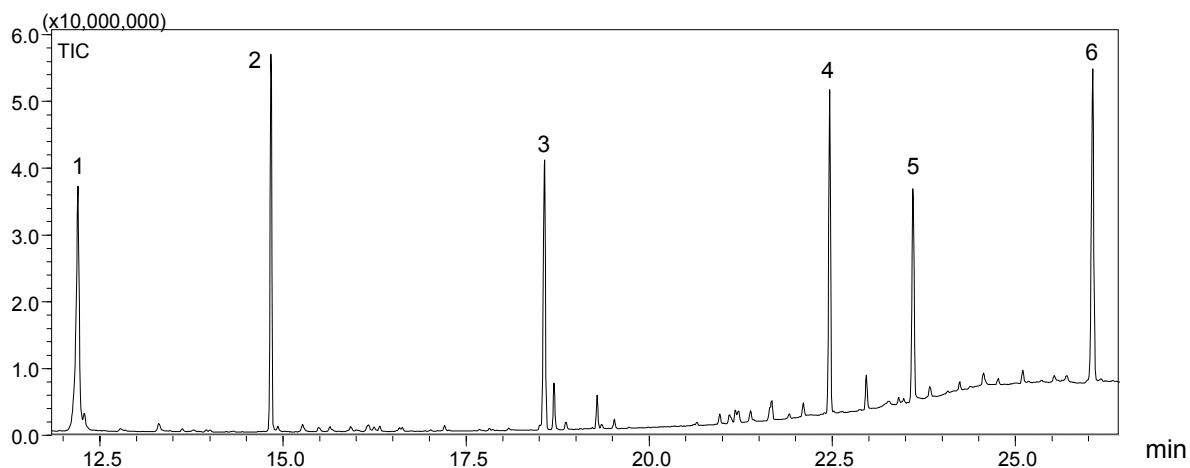
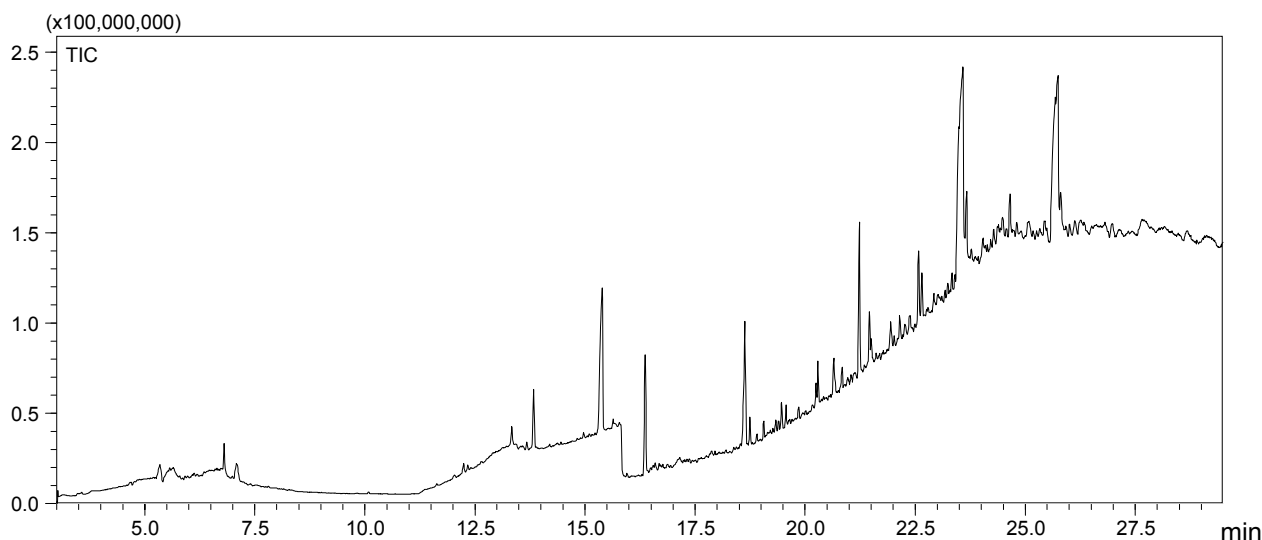


Figure 3 アレルゲンの標準試料Cの測定結果

1. D-Limonene; 2. Methyl 2-octynoate; 3. Coumarin; 4. Benzyl Benzoate; 5. Benzyl salicylate; 6. Benzyl cinnamate

## 実試料測定

化粧クリームを測定した結果をFigure 4に示します。



Name Compound	Ret Time (min)	m/z	Area	RSD's	Amount (µg/ml)
D-Limonene	12.241	68.00	2525392	8%	30.80
Citral	15.639	41.00	725549	7%	12.92
Geraniol	15.683	69.00	696831	9%	7.02
Citral	15.954	69.00	282420	5%	6.13
Cinnamyl alcohol	16.634	92.00	51418	5%	1.07
Eugenol	17.246	164.00	101188.00	6%	1.60
.alpha. Isomethyl ionone	18.904	135.00	1563043	9%	13.05
Lilial	19.564	189.00	4009084	5%	40.10
Cinnamaldehyde, .alpha.-pentyl-	21.000	129.00	370996	6%	7.09
Cinnamaldehyde, .alpha.-hexyl-	22.145	129.00	3144191	1%	63.36
Benzyl salicylate	23.648	91.00	13512534	3%	67.06

Figure 4 化粧クリームの測定結果

トータルイオンクロマトグラムと検出された成分の面積および繰り返し分析精度を示します。

## まとめ

DMIライナーをOPTIC-4を用いて、注入口温度を調整することにより、測定対象成分をカラムに導入し、不要な高沸点物をDMIライナー内のマイクロバイアルに残すことができます。よって、測定試料をメタノールで1/10に希釈するのみでアレルギーを分析することができます。化粧クリーム中のアレルギー測定を行った結果、繰り返し分析精度も%RSDが10%以下であることから、本法はアレルギーの定量分析に適用できることが分かります。

なお、このアプリケーションデータシートはATAS GL INTERNATIONAL 社のIwan Horsting氏と弊社が協力して作成しました。

このデータ集は弊社が得た情報および内容のままにご提供するものであり、作成にあたり万全を期していますが、その正確性および特定の目的における有用性について保証するものではありません。弊社は、このデータ集の使用により直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても責任を負えないものであり、その使用により生じた結果および現象については使用者の責任とします。また、このデータ集の内容は将来予告なしに変更することがあります。  
Copyright © 2011 Shimadzu Corporation. All right reserved.