

# Application News

## No. L541

高速液体クロマトグラフィー

### 化粧品中の規制対象紫外線吸収剤 23 成分の表面多孔性粒子充てんカラムを用いた高速一斉分析

紫外線から肌を守るために、多くの化粧品には紫外線吸収剤が配合されています。日本では紫外線吸収剤は薬事法に基づく化粧品基準（平成 12 年厚生省告示第 331 号）により、配合成分の種類及びその最大配合量が定められています。国や地域ごとに基準が異なっているため、輸出入の際には HPLC を用いた確認が行われています。

ここでは Nexera™シリーズと表面多孔性粒子 (superficially porous particles: SPP、別名 コアシェル) 充てんカラムである“Shim-pack Velox™ C18”を用いて、アプリケーションニュース No.L381 で報告しました 11 成分に、EU では配合可能な成分などを追加した、紫外線吸収剤 23 成分の高速分析例をご紹介します。

M. Oshiro

#### ■ 標準物質の分析

図 1 に紫外線吸収剤 23 成分混合溶液（各 100 mg/L）を 1 μL 注入した結果を示します。表 1、2 に分析条件を示します。今回は化粧品に配合される可能性のある紫外線吸収剤 23 成分（詳細は次頁表 3 参照）を分析対象としました。直線性については全ての成分において 1-100 mg/L の範囲内で寄与率 (R<sup>2</sup>) 0.999 以上と良好な直線性を示しました。

本分析に用いた“Shim-pack Velox C18”は表面多孔性粒子であり高流量で分析しても圧力上昇が小さく、高い理論段数を得られます。本分析のシステム負荷圧は最大 30 MPa 程度でした。

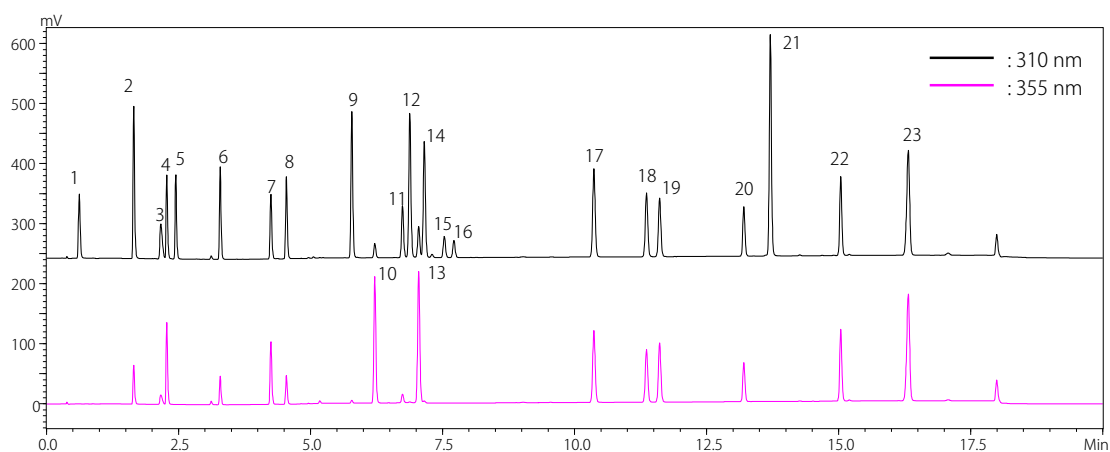
また、流量 1 mL/min で分析を行うことにより、従来分析に時間がかかっていた、2,2'-methylenebis[6-(benzotriazol-2-yl)-4-tert-octylphenol]（ピーク 22）、bis-ethylhexyloxyphenol methoxyphenyl triazine（ピーク 23）を 20 分以内に分析することが可能です。

表 1 分析条件

Column	: Shim-pack Velox C18 (100 mm L. × 3.0 mm I.D., 2.7 μm)
Mode	: Low pressure gradient
Mobile Phase	: A) 0.1 % Formic acid in water B) Acetonitrile C) Methanol
Flow Rate	: 1 mL/min
Column Temp.	: 60 °C
Injection volume	: 1 μL
Detection	: 310 nm, 355 nm

表 2 タイムプログラム

Time (min)	A. Conc	B. Conc	C. Conc
0	90	10	0
2	60	40	0
4	25	0	75
14	0	0	100
17	0	0	100
17.01	90	10	0
20	90	10	0



- |  |  |
|--|--|
| 1, 4-aminobenzoic acid                                   | 13, 4-tert-butyl-4'-methoxydibenzoylmethane                          |
| 2, ferulic acid  | 14, 2-ethylhexyl 4-methoxycinnamate                                  |
| 3, 2-hydroxy-4-methoxybenzophenone-5-sulfonic acid       | 15, 2-ethylhexyl salicylate  |
| 4, 2,2',4,4'-tetrahydroxybenzophenone                    | 16, 3,3,5-trimethylcyclohexyl salicylate                             |
| 5, ethyl 4-aminobenzoate                                 | 17, 2-benzotriazol-2-yl- 4,6-di-tert-butylphenol                     |
| 6, 2,4-dihydroxybenzophenone                             | 18, 2-(2H-benzotriazol-2-yl)- 4,6-di-tert-pentylphenol               |
| 7, 2,2'-dihydroxy-4,4'-dimethoxybenzophenone             | 19, 2,4-di-tert-butyl-6-(5-chloro-2H-benzotriazol-2-yl)phenol        |
| 8, 2-hydroxy-4-methoxybenzophenone                       | 20, drometizole trisiloxane  |
| 9, 4-methylbenzylidene camphor                           | 21, 2,4,6-tris[4-(2-ethylhexyloxy)carbonyl]- anilino]-1,3,5-triazine |
| 10, hexyl 2-[4-(diethylamino)- 2-hydroxybenzoyl]benzoate | 22, 2,2'-methylenebis[6-(benzotriazol-2-yl)-4-tert-octylphenol]      |
| 11, 2-ethylhexyl 2-cyano-3,3-diphenylacrylate            | 23, bis-ethylhexyloxyphenol methoxyphenyl triazine                   |
| 12, 2-ethylhexyl-4-dimethylaminobenzoate                 |  |

図 1 紫外線吸収剤 23 成分の標準クロマトグラム（各 100 mg/L）

## ■再現性

表3に紫外線吸収剤23成分の標準混合溶液(各10mg/L)を6回繰り返し分析した際の保持時間と面積値の再現性を示します。

表3 紫外線吸収剤23成分の再現性(各10mg/L)

No.	Compound name	Retention time (%RSD)	Area (%RSD)
1	4-aminobenzoic acid	0.33	1.93
2	ferulic acid	0.25	1.48
3	2-hydroxy-4-methoxybenzophenone-5-sulfonic acid	0.41	1.98
4	2,2',4,4'-tetrahydroxybenzophenone	0.21	1.27
5	ethyl4-aminobenzoate	0.23	1.06
6	2,4-dihydroxybenzophenone	0.13	1.05
7	2,2'-dihydroxy-4,4'-dimethoxybenzophenone	0.12	1.47
8	2-hydroxy-4-methoxybenzophenone	0.08	1.47
9	4-methylbenzylidene camphor	0.11	0.90
10	Hexyl 2-[4-(diethylamino)-2-hydroxybenzoyl]benzoate	0.10	0.98
11	2-ethylhexyl 2-cyano-3,3-diphenylacrylate	0.10	0.92
12	2-ethylhexyl-4-dimethylaminobenzoate	0.12	1.04
13	4-tert-butyl-4'-methoxydibenzoylmethane	0.12	1.31
14	2-ethylhexyl 4-methoxycinnamate	0.10	1.10
15	2-ethylhexyl salicylate	0.13	1.15
16	3,3,5-trimethylcyclohexyl salicylate	0.11	1.56
17	2-benzotriazol-2-yl-4,6-di-tert-butylphenol	0.11	0.90
18	2-(2H-benzotriazol-2-yl)-4,6-di-tert-pentylphenol	0.09	0.89
19	2,4-di-tert-butyl-6-(5-chloro-2H-benzotriazol-2-yl)phenol	0.10	1.19
20	drometrizole trisiloxane	0.08	0.94
21	2,4,6-tris[4-(2-ethylhexyloxy)carbonyl-anilino]-1,3,5-triazine	0.07	0.95
22	2,2'-methylenebis[6-(benzotriazol-2-yl)-4-tert-octylphenol]	0.05	0.90
23	bis-ethylhexyloxyphenol methoxyphenyl triazine	0.11	0.93

## ■化粧品分析

図2に市販の化粧品(クリーム)を分析した結果を示します。試料は実試料100mgを秤量し、テトラヒドロフラン5mLを加えて超音波抽出した後、遠心分離し、上澄み0.5mLをアセトニトリルで全量10mLに調製し、孔径0.22μmメンブランフィルターでろ過したものを分析に用いました。注入量は1μLの条件で分析されています。

本サンプルで検出された紫外線吸収剤は4種類で、いずれも基準値以下でした。

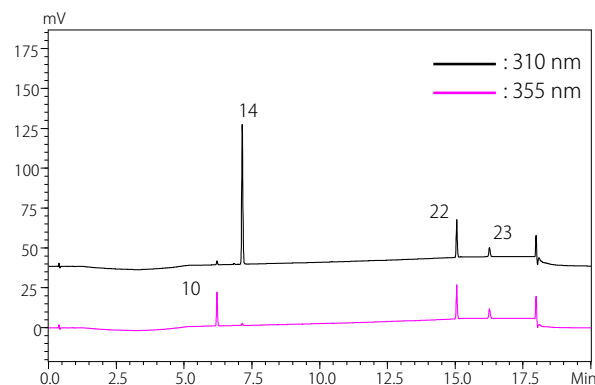


図2 化粧品(クリーム)のクロマトグラム

Nexera および Shim-pack Velox は、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

**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

初版発行：2019年4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/solnavi/solnavi.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。