

# 化粧品中のグリチルリチン酸ジカリウム およびトラネキサム酸の分析

赤木 美穂、井星 大雅

## ユーザーベネフィット

- ◆ 簡便な前処理で、化粧品中のグリチルリチン酸ジカリウム、トラネキサム酸の同時分析が可能です。
- ◆ 夾雑成分が多いサンプルでもフォトダイオードアレイ (PDA) 検出器による紫外可視吸収スペクトル情報を用いることで定性能力を向上させることができます。

## ■はじめに

グリチルリチン酸は、生薬として知られる甘草（カンゾウ）に含まれる成分の一種であり、一般的に抗アレルギー、抗炎症、解毒作用などの薬理作用があることが知られています。グリチルリチン酸ジカリウム（GK2）などの塩は、市販薬のほか、化粧品、シャンプー、歯磨き剤などの幅広い製品に利用されています。また、トラネキサム酸（TA）は、人工的に合成されたアミノ酸の一種で、一般に抗炎症・止血などの薬理作用があることが知られており、美白有効成分として化粧品にも利用されています。

一般的にTAは極性が高くODSカラムでは保持し難い傾向があることに加え、塩基性化合物であるためテーリングが起りやすい性質があります。一方で、GK2はODSカラムでは比較的保持が強い化合物です。そこで本稿では、これら2成分を同時に分析するために過塩素酸ナトリウムを用いた化粧品中のTAおよびGK2の分析例をご紹介します。

## ■混合標準溶液の分析

図1にGK2とTAの混合標準溶液（GK2：200 mg/L、TA：4,000 mg/L、超純水で調製）のクロマトグラムを、表1に分析条件を示します。移動相に過塩素酸ナトリウムを添加することでTAを保持させ、テーリングを抑制することができました。過塩素酸ナトリウムは、アルキルスルホン酸ナトリウム等のイオンペア試薬と比較して、迅速にシステムを安定化できることに加え、有機溶媒濃度が高い条件にも適用可能なことが特長です。

図2に標準溶液を分析して得られた紫外可視吸収スペクトルを示します。化粧品のような夾雑成分を多く含む試料の分析では、保持時間情報に加え、PDA検出器による紫外可視吸収スペクトルを用いた定性が有用です。

表1 分析条件

System	: i-Series LC-2050C 3D
Column	: Shim-pack™ VP-ODS, 5 μm <sup>*1</sup> (150 mm × 4.6 mm I.D., 5 μm)
Flow rate	: 1.0 mL/min
Mobile phase	: A) 100 mM NaClO <sub>4</sub> in 10 mmol/L (Sodium) phosphate buffer (pH 2.6) B) 100 mM NaClO <sub>4</sub> in acetonitrile
Time Program	: 2%B (0 min) → 90%B (9.00 -12.00 min) → 2%B (12.01-15.00 min)
Mixer	: 40 μL
Column temp.	: 40 °C
Injection volume	: 5 μL
Vial	: SHIMADZU LabTotal™ for LC 1.5 mL, Glass <sup>*2</sup>
Detection (PDA)	: 250 nm (GK2), 220 nm (TA)

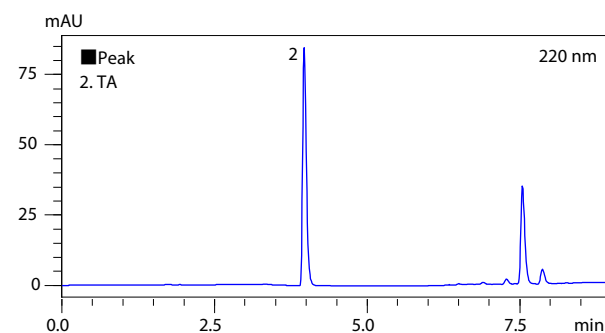
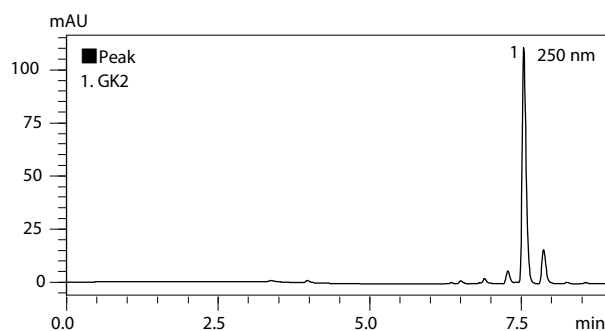


図1 標準溶液のクロマトグラム

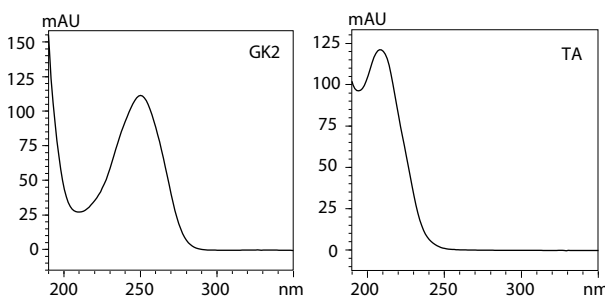


図2 標準溶液の紫外可視吸収スペクトル

## ■再現性

対象の2成分について、5回の繰り返し分析における保持時間とピーク面積の再現性を確認しました。表2に保持時間の再現性を、表3にピーク面積の再現性を相対標準偏差 (%RSD) で示します。それぞれ良好な再現性が得られました。

\*1 P/N: 228-34937-91

\*2 P/N: 227-34001-01

表2 保持時間の再現性評価 (n=5)

Compound	Average of retention time (min)	%RSD
GK2	7.5	0.03
TA	4.0	0.06

表3 ピーク面積値の再現性評価 (n=5)

Compound	Average of peak area	%RSD
GK2	509,962	0.3
TA	350,576	0.1

## ■ 検量線

図3に対象の2成分の検量線を示します。いずれも寄与率  $r^2=0.9999$ 以上と良好な直線性が得られました。

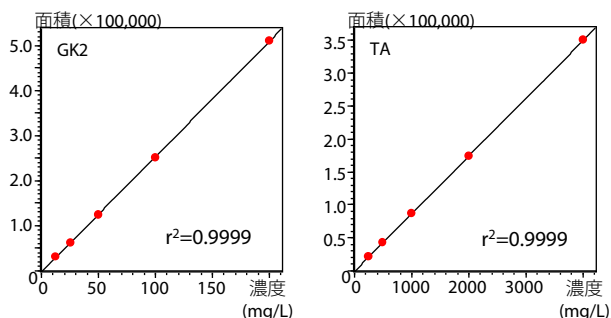


図3 各成分の検量線

## ■ 化粧品の分析

市販の化粧水1 mLを超純水で10倍希釈し、0.45 μmのメンブレンフィルターでろ過後、HPLCに供しました (図4)。

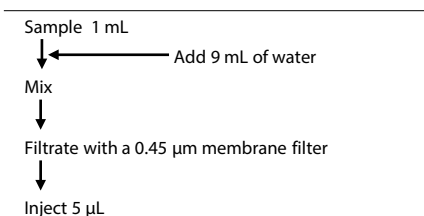


図4 化粧品サンプルの前処理

図5に化粧水試料を分析した際のクロマトグラムを、図6にGK2およびTAの保持時間における紫外可視吸収スペクトルを示します。また、表4に標準品の紫外可視吸収スペクトルと比較したときの類似度を示します。このように、保持時間情報と紫外可視吸収スペクトルを合わせて確認することで、それぞれのピークがGK2およびTAであり、夾雑成分とも分離されていることが確認できます。

表4 類似度

Compound	Similarity
GK2	0.97
TA	0.99

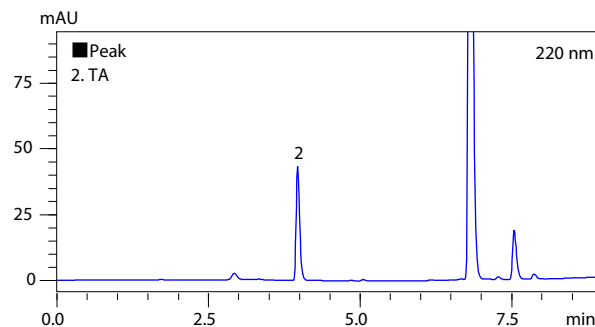
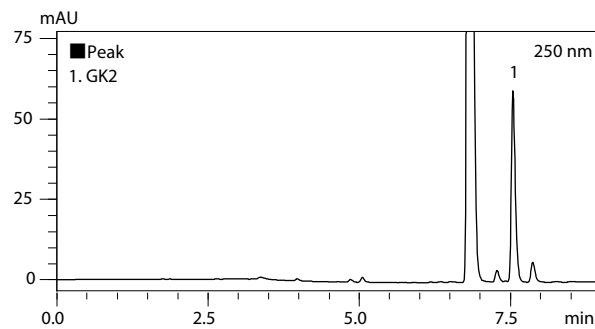


図5 化粧水のクロマトグラム

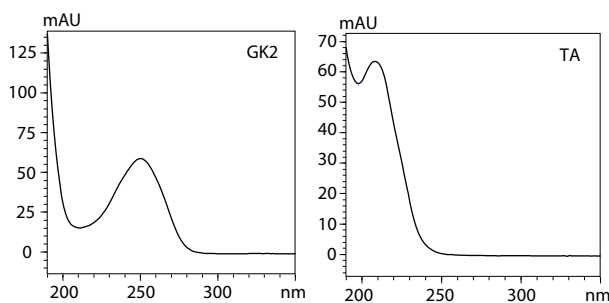


図6 化粧水の紫外可視吸収スペクトル

さらに、前処理後の化粧水中のGK2およびTAの濃度を表5に示します。また、この化粧水試料にGK2およびTAの標準試料をそれぞれ100 mg/L、2,000 mg/L添加することで調製した1試料を3回連続分析し、添加回収率を算出しました。

表5 分析結果 (n=3)

Compound	Average of concentration (mg/L)	%RSD	Average of recovery (%)
GK2	106.8	0.6	98.1
TA	1,970	0.5	97.7

## ■ まとめ

化粧品中の有効成分であるGK2およびTAの同時分析を行いました。移動相に過塩素酸ナトリウムを添加することによりTAをODSカラムに保持させることができ、これら2成分の同時分析が可能でした。また、保持時間情報に加えて、PDA検出器による紫外可視吸収スペクトルを用いることで、化粧品中の対象成分について定性可能でした。

<関連アプリケーション>

- 化粧品中グリチルリチン酸の分析- Application News No.L273

Shim-packおよびSHIMADZU LabTotalは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。