

Application News

No. L473

高效液相色谱
High Performance Liquid Chromatography

使用 Nexera-i 分析医药部外品 (1) 对有效成分和防腐剂进行高效高分离分析

Analysis of Quasi-Drug by Nexera-i (Part 1)
High Speed, High Resolution Analysis of Active Ingredient and Preservatives

日本的医药部外品（按照日本药事法规定，把介于药物和化妆品之间的物品称为“医药部外品”）中除有效成分外，大部分还含有防腐剂等成分。通常，使用 UV 检测器或光电二极管阵列（PDA）检测器对这些成分进行定性和定量分析。使用 PDA 检测器，则可通过 UV 吸收光谱进行定性分析，通过色谱进行定量分析。

本文向您介绍使用新一体化超快速液相色谱仪 Nexera-i，对医药部外品（化妆品）中的有效成分和防腐剂进行分析的示例。

有效成分和防腐剂的 analysis

Analysis of Standard of Active Ingredient and Preservatives

我们将具有抗炎作用的甘草酸作为有效成分，将尼泊金甲酯、尼泊金乙酯、尼泊金异丙酯、尼泊金丙酯、尼泊金异丁酯、尼泊金丁酯、苯氧乙醇、水杨酸、苯甲酸和脱氢乙酸等 10 种成分作为防腐剂，对其进行了分析。

图 1 为注入 1 μ L 标准混合溶液（各 100 mg/L，以甲醇制备）的色谱图；表 1 为分析条件。本次分析使用了快速分析用色谱柱 Shim-pack XR-ODS II，并向流动相中添加了乙酸，由此既可分离所有成分，又可防止水杨酸和脱氢乙酸发生拖尾。

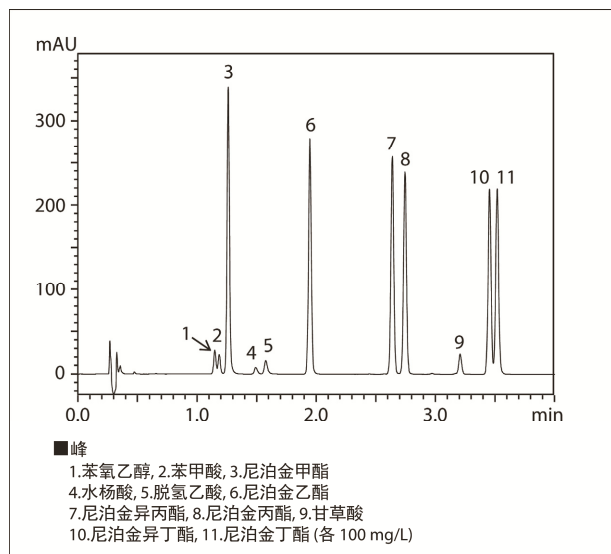


图 1 有效成分（甘草酸）和 10 种防腐剂成分的色谱图
（各 100 mg/L，注入 1 μ L）

Chromatogram of Standard Mixture of Active Ingredient (Glycyrrhizic Acid) and Ten Preservatives (100 mg/L each, 1 μ L Injected)

表 1 分析条件
Analytical Conditions

色谱柱	: Shim-pack XR-ODS II (75 mmL \times 3.0 mmI.D., 2.2 μ m)
流动相	: A) 1% 乙酸水溶液 B) 1% 乙酸乙腈溶液
时间程序	: B. Conc. 25% (0 min) \rightarrow 50% (3.0-3.5 min) \rightarrow 25% (3.51-6 min)
流速	: 1.2 mL/min
柱温	: 40 $^{\circ}$ C
进样体积	: 1 μ L
检测器	: LC-2040C 3D 260 nm
流通池	: 快速高灵敏度流通池

医药部外品的 analysis

Analysis of Quasi-Drug

图 2 为市售医药部外品药用牙膏的色谱图。称量 1.0 g 样品，再添加 5 mL 甲醇进行超声波萃取后，用孔径 0.2 μ m 的薄膜过滤器过滤。进样体积为 1 μ L，分析条件与表 1 相同。

由图可知，从市售药用牙膏中检测出水杨酸、尼泊金乙酯、尼泊金丙酯和甘草酸。

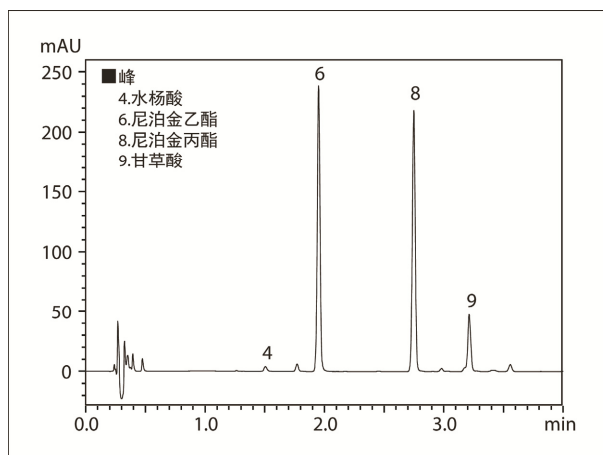


图 2 药用牙膏的色谱图（注入 1 μ L）
Chromatogram of Medicated Toothpaste (1 μ L Injected)

■ 化妆品的分析

Analysis of a Cosmetic Product

图3为市售化妆品（喷雾式化妆水）的色谱图。用甲醇将样品的上清液稀释2倍，并用0.2 μm 薄膜过滤器过滤。进样体积为1 μL，分析条件与表1相同。

由图可知，从喷雾式化妆水中检测出尼泊金甲酯、尼泊金乙酯、尼泊金丙酯和甘草酸。

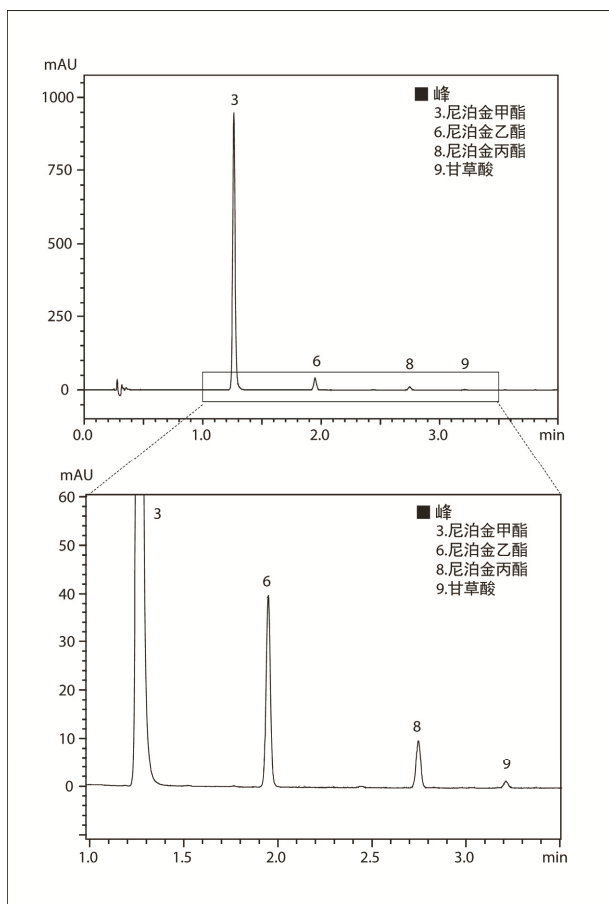


图3 喷雾式化妆水的色谱图（注入1 μL）
Chromatogram of Lotion Mist (1 μL Injected)

■ 目标成分的吸收光谱

UV-VIS Spectra of Target Compounds

通过对图2和图3中的保留时间及其光谱图与图1中标准样品的保留时间及其光谱图进行比较，对目标成分进行了定性分析。

图4为LC-2040C 3D（PDA型）得到的医药部外品（化妆品）中所含甘草酸和水杨酸的光谱图。为比较各光谱，将其进行了归一化处理。由图可知，在251 nm处检测到甘草酸的最大吸收波长，在237 nm和301 nm处检测到水杨酸的最大吸收波长。

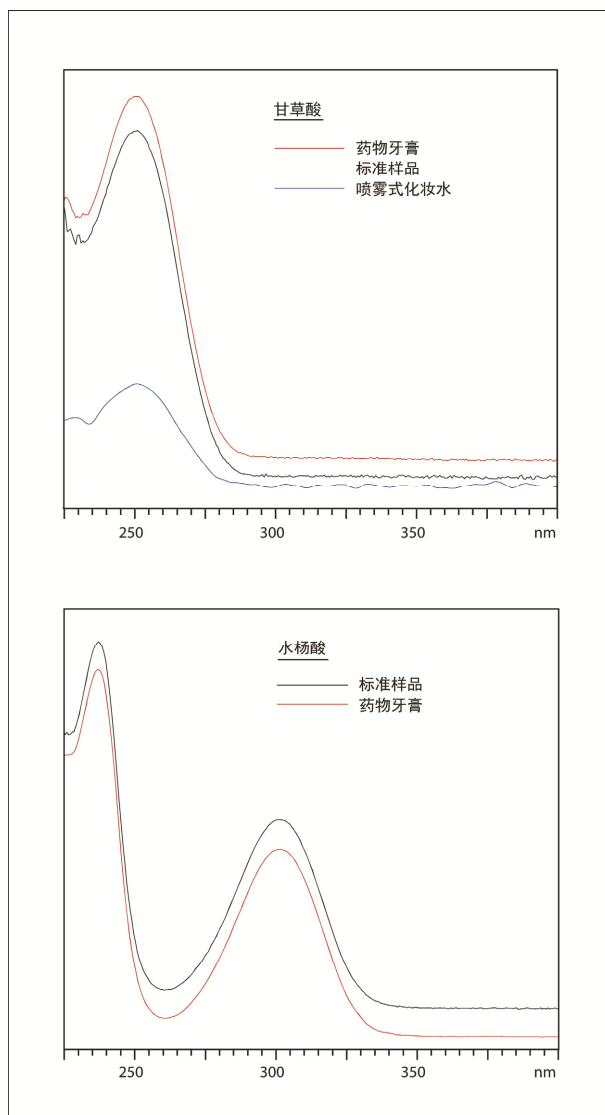


图4 有效成分和防腐剂成分的光谱图
上：甘草酸
下：水杨酸
Spectra of Active Ingredients and Preservative
Upper: Glycyrrhetic Acid
Lower: Salicylic Acid