

Application News

No. L541

高效液相色谱法

使用表面多孔填料色谱柱对化妆品中的监管的 23 种紫外线吸收剂进行高效同时分析

为保护皮肤免受紫外线危害，多数化妆品中添加了紫外线吸收剂。在日本，紫外线吸收剂通过基于药事法的化妆品标准（2000 年厚生省告示第 331 号），规定了添加成分种类及其最大添加量。标准因国家和地区而有所不同，因此进出口时使用 HPLC 进行确认。

这里介绍采用 Nexera™ 系列和表面多孔填料（superficiallyporous particles: SPP、别名 核壳）色谱柱 Shim-pack Velox™ C18，对 23 种紫外线吸收剂进行高效分析的事例，涵盖了应用报告 No.L381 中报告的 11 种成分，同时包含 EU 允许添加的成分。

M. Oshiro

另外，以 1 mL/min 的流量进行分析，可将以往分析需要较长时间的 2,2'-methylenebis [6-(benzotriazol-2-yl)-4-tert-octylphenol] (22 号峰)、bis-ethylhexyloxyphenolmethoxyphenyl triazine (23 号峰) 缩短至 20 分钟以内。

表 1 分析条件

Column	: Shim-pack Velox C18 (100 mm L. × 3.0mm I.D., 2.7μm)
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

■ 标准物质的分析

图 1 所示为 L23 种紫外线吸收剂混合溶液（各 100 mg/L）进样 1μL 的结果。表 1、2 所示为分析条件。此次以可能添加至化妆品的 23 种紫外线吸收剂（详细参照下页表 3）为分析对象。线性方面，所有成分在 1-100 mg/L 的范围内线性良好，相关系数 (R2) 为 0.999 以上。

本分析中使用的“Shim-pack Velox C18”为表面多孔填料，高流速下分析时压力上升仍很小，可获得较高的理论塔板数。本分析中系统耐受压力最大约为 30 MPa。

表 2 时间程序

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

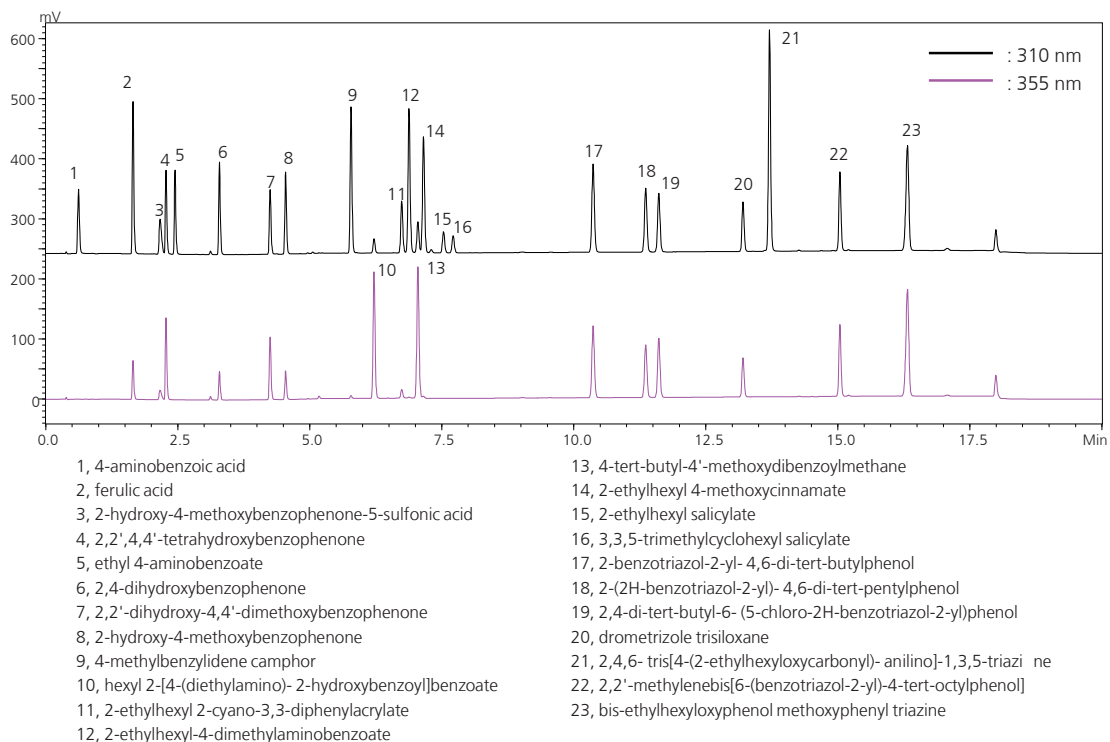


图 1 23 种紫外线吸收剂的标准色谱图（各 100 mg/L）

■ 重复性

表 3 所示为重复分析 6 次 23 种紫外线吸收剂的标准混合溶液（各 10 mg/L）的保留时间和峰面积的重复性。

表 3 23 种紫外线吸收剂的重复性（各 10 mg/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	ethyl 4-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

Nexera 及 Shim-pack Velox 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。

■ 化妆品的分析

图 2 所示为分析市售化妆品（面霜）的结果。称量 100 mg 实际样品，添加 5 mL 四氢呋喃进行超声波萃取后，进行离心分离，取 0.5 mL 上清液用乙腈配制至总量 10 mL，使用 0.22 μm 孔径的滤膜过滤后进行分析，进样量为 1 μL。本样品检测出的紫外线吸收剂为 4 种，均低于标准值。

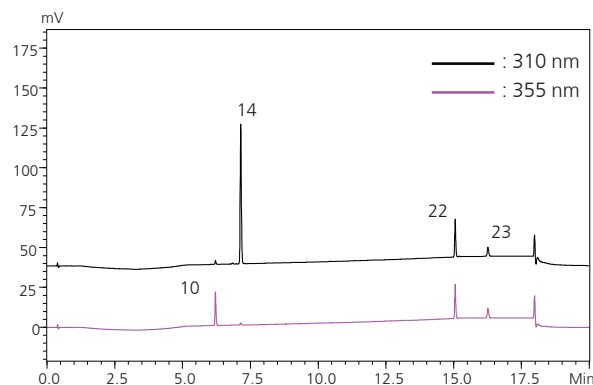


图 2 化妆品（面霜）的色谱图



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2019 年 4 月