

化粧品中のビタミンE及びパラベン類の分析

(α-2500による分配モードでの分析法)

TSK-gel α-シリーズは疎水的吸着が少なく、水溶媒から極性有機溶媒まで溶媒交換が出来る膨潤収縮性の少ない、極性溶媒でのゲル浸透クロマトグラフィー(GPC)用のカラムとして販売されている。

今回、α-2500を本来のGPCでなく「分配モード」を利用する特殊な使い方で化粧品の成分分析を試みた。

化粧品は「化学品のデパート」と云われている様に界面活性、抗菌、抗酸化、保湿、香料、色素等多くの生理作用を持たせるため、多数の化合物が添加されている商品である、従って使用目的は多岐にわたり、種類は膨大な数になる。標記のHPLC分析は一般にはODS系で行われている。ODS系では成分毎に前処理方法、溶離条件を変えて測定し非常に優れた分離が得られているが混入する高分子成分に対するカラムのクリーンアップ操作が必要である。

α-2500ではピークの鋭さは劣るけれども高分子成分は最初のGPC領域に溶出されカラムのクリーンアップを必要としない点に着目した。

市販化粧品で表示成分名に「トコフェロール又はビタミンE、パラベン」と記されていることを基準に次の5種を選択した。シャンプー、リンス、乳液、ハンドクリーム、クリーム
定量の対象化合物は「酢酸トコフェロール、p-ヒドロキシ安息香酸ブチル、n-プロピル、n-エチル、n-メチル」の5成分とした。

「分配モード、対象は低分子」である故に、α-2500カラムで溶離液にエタノールを用いた。分析はHLC-8120GPC装置を使用した。測定条件を下に示す。

また、多波長検出器(PD-8020)でピークスpekトルによる確認を行った。

測定条件

装置	HLC-8120GPC, UV-8010, SC-8020		
カラム	α-2500 (7.8mmID x30cm) 2本		
溶離液	エタノール(10mM LiBr)		
流速	0.5ml/min		
	温度 40℃	注入量 50μl	検出器 UV275nm 及び RI

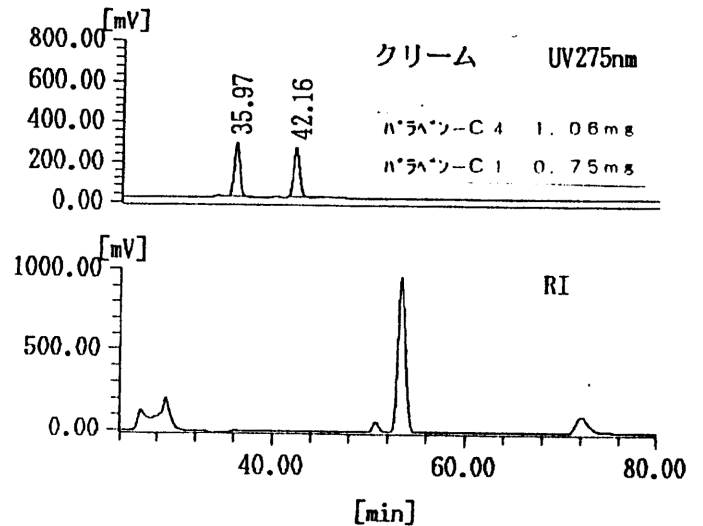
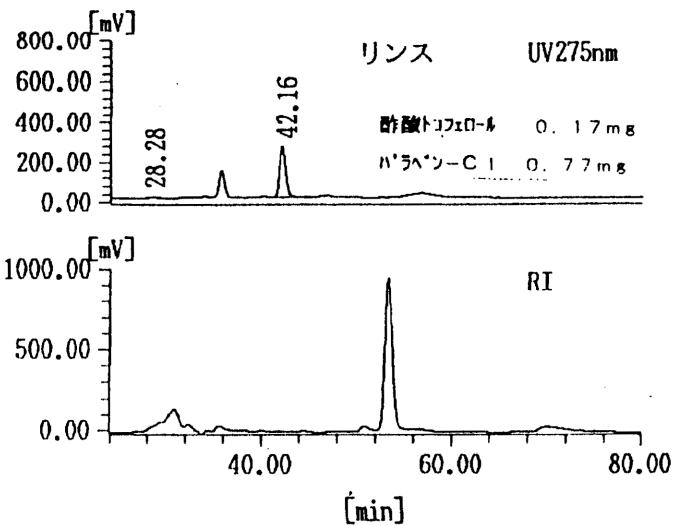
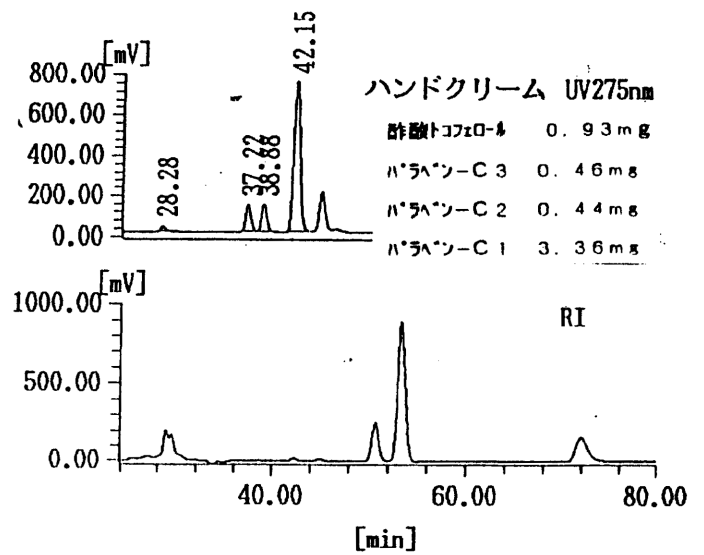
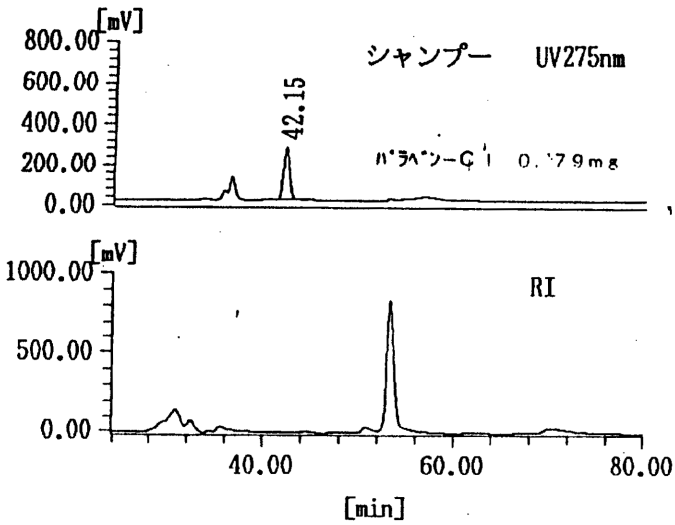
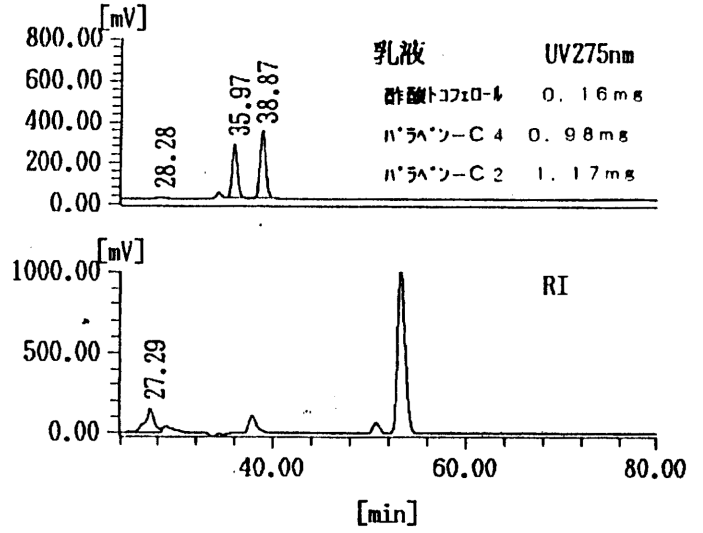
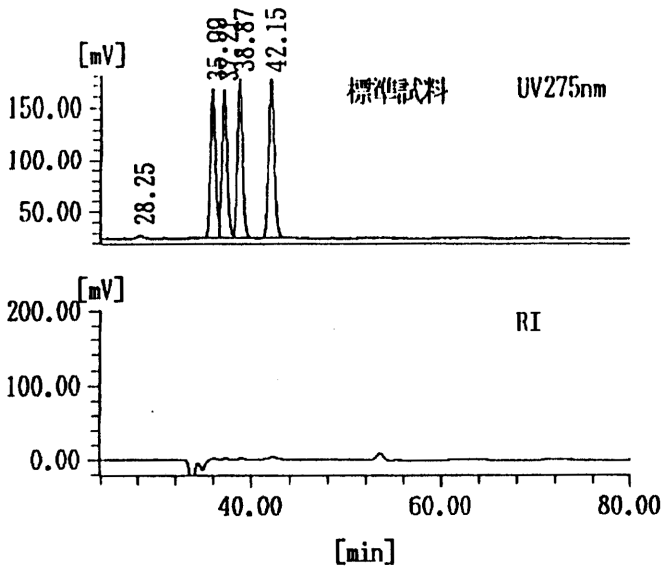
試料 市販化粧品

前処理 試料1gを5mlエタノールで抽出する。操作は3回繰り返す。
抽出液を20mlにメスアップする。--(測定溶液になる)

添付資料 1 分析クロマト 上段はUV275nm、下段はRIのクロマト
数値は試料1g中の成分含有量

2 PD-8020によるピークの確認

分析クロマト



PD-8020によるピークの確認

測定条件

装置 PD-8020
 検出 モニター波長 275 nm スペクトル波長 210~360 nm
 収集 24~80 min 間隔 500 msec

各試料の測定において標準試料の溶出時間が同じピークについてスペクトルを採り、標準試料のスペクトルと比較し、マッチ度 97%以上を同一とした。

結果

各香粧品の1g中に含まれている成分は次の通りであった。

標準成分	酢酸トコフェロール	ハラブソープチル	ハラブソープロピル	ハラブソープエチル	ハラブソープメチル
溶出時間min	28.25	35.99	37.21	38.87	42.15
シャンプー					⊙ 0.79
リンス	⊙ 0.17				⊙ 0.77
乳液	⊙ 0.16	⊙ 0.98		⊙ 1.17	
ハンドクリーム	⊙ 0.93		⊙ 0.46	⊙ 0.44	⊙ 3.36
クリーム		⊙ 1.06			⊙ 0.75

⊙ 印は溶出時間、スペクトルともに一致した。

数値は含有量 [mg / 1 g 香粧品]