ApplicationNOTE

Waters

ACQUITY UPLC™/PDAによる紫外線吸収剤と防腐剤の分析

Application Note No. 720001770J

概要

紫外線吸収剤や防腐剤はパーソナルケア製品、化粧品、家庭用品、プラスチック、塗料、インキや接着剤などに広く利用されています。法規制やガイドラインはこれらパーソナルケア製品や化粧品とそのパッケージ製品の製品化に影響を与えます。最終製品だけでなく原料全般についても優れた手法によってきちんと評価することが重要になっています。米国では9 UV-Bと7 UV-A紫外線吸収剤は日焼け止めに使用するにあたりFDAの承認が必要であり、その法規制に遵守していなければいけません。

防腐剤はバクテリア、カビなどを防ぐために使用されており、やはりFDAによって規制されています。米国では防腐剤の50%以上がパーソナルケア製品と化粧品分野に使用されています。

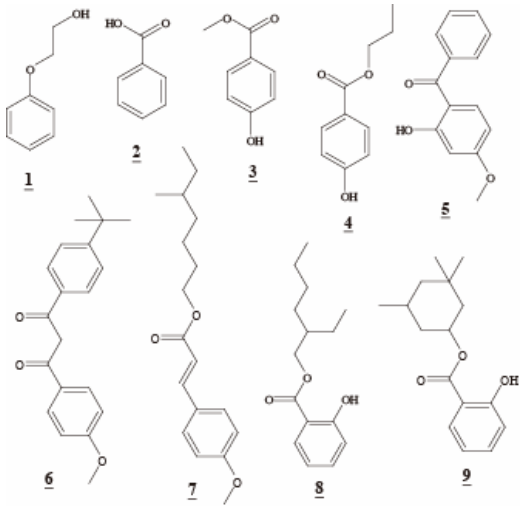
このアプリケーションノートでは、Waters ACQUITY UPLC™ /PDA システムとEmpower2ソフトウエアを用いて、構造の類似した日焼け止め成分と防腐剤9種類を7分以内に分離・同定するメソッドについて説明します。

サンプルの調整

化合物1-9をアセトニトリルに溶解し、100μg/mLの原液としました。この原液500μLと水500μLを混合し、50μg/mLの希釈標準溶液を作成しました。

Acquity™ Ultra Performance LC

構造式



1 フェノキシエタノール
2 安息香酸
3 メチルパラベン
4 プロピルパラベン
5 オキシベンゾン
6 アボベンゾン
7 オクチノキセート
8 オクチサレート
9 ホモサレート

分析条件

装置

Waters ACQUITY UPLC™ PDAシステム

ソフトウエア：	Empower build 2154
カラム：	ACQUITY UPLC BEH™ C18 2.1×100 mm , 1.7 μm
カラム温度：	50℃
移動相：	A) 0.05 % TFA/水 B) 0.05 % TFA/アセトニトリル
流速：	0.8mL/min.
グラジェント：	5%Bから100%Bまで7分
注入量：	3 μl
検出器：	PDA 215-500nm
サンプリング速度：	20pts/s

ApplicationNOTE

Waters

図1. 化合物1-9のクロマトグラム (12回注入の重ね書き)

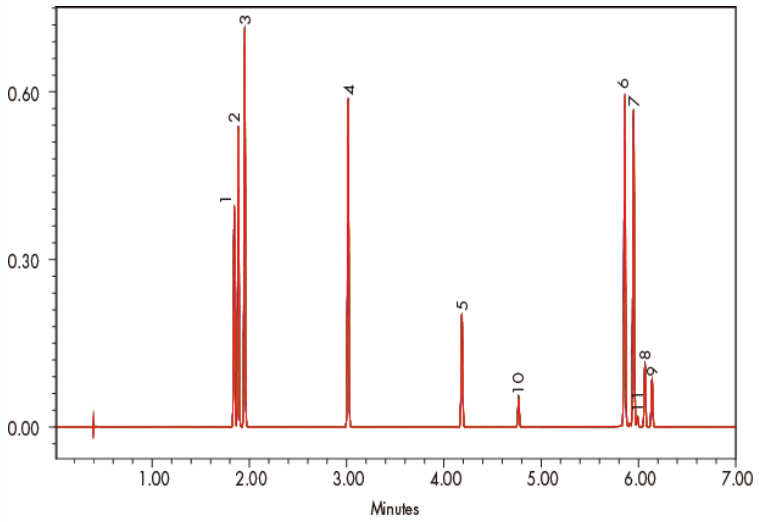


図1は9化合物の重ね書きクロマトグラムです。0.00分で220nm、1.92分で250nm、5.00分で360nm、5.90分で300nmに波長を切り替えた時間－波長クロマトグラムになってます。ピーク10はアボベンゾン6由来の不純物で、ピーク11はホモサレート9の異性体です。これら11ピークが分析時間7分以内にきれいに分離されています。

表１. 化合物1-9の保持時間のサマリーテーブル

Component Summary For Retention Time

	SampleName	1 (min)	2 (min)	3 (min)	4 (min)	5 (min)	10 (min)	6 (min)	7 (min)	11 (min)	8 (min)	9 (min)
1	9_analytes_50ug	1.844	1.888	1.953	3.017	4.187	4.770	5.862	5.953	5.993	6.070	6.142
2	9_analytes_50ug	1.845	1.888	1.953	3.017	4.187	4.770	5.861	5.953	5.993	6.070	6.142
3	9_analytes_50ug	1.845	1.888	1.953	3.017	4.187	4.770	5.862	5.953	5.993	6.070	6.143
4	9_analytes_50ug	1.844	1.887	1.952	3.016	4.186	4.769	5.860	5.951	5.991	6.068	6.141
5	9_analytes_50ug	1.844	1.886	1.951	3.016	4.186	4.768	5.860	5.951	5.991	6.068	6.141
6	9_analytes_50ug	1.842	1.885	1.950	3.014	4.184	4.767	5.858	5.949	5.989	6.066	6.138
7	9_analytes_50ug	1.843	1.886	1.951	3.015	4.185	4.768	5.859	5.950	5.990	6.067	6.139
8	9_analytes_50ug	1.844	1.887	1.952	3.016	4.186	4.769	5.860	5.951	5.991	6.068	6.141
9	9_analytes_50ug	1.845	1.887	1.952	3.017	4.187	4.770	5.860	5.952	5.992	6.069	6.141
10	9_analytes_50ug	1.845	1.887	1.953	3.017	4.187	4.770	5.861	5.952	5.992	6.069	6.142
11	9_analytes_50ug	1.845	1.888	1.953	3.017	4.186	4.769	5.860	5.951	5.991	6.068	6.141
12	9_analytes_50ug	1.844	1.886	1.952	3.016	4.185	4.768	5.859	5.950	5.990	6.067	6.139
Mean		1.844	1.887	1.952	3.016	4.186	4.769	5.860	5.951	5.992	6.068	6.141
Std. Dev.		0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001
% RSD		0.043	0.044	0.043	0.026	0.023	0.020	0.021	0.021	0.021	0.021	0.021

図1の9化合物の保持時間を表1にまとめました。保持時間再現性は12回注入で%RSD範囲が0.02-0.04%と良好な結果でした。

図2. PDAデータから抽出された化合物1-9のUVスペクトル

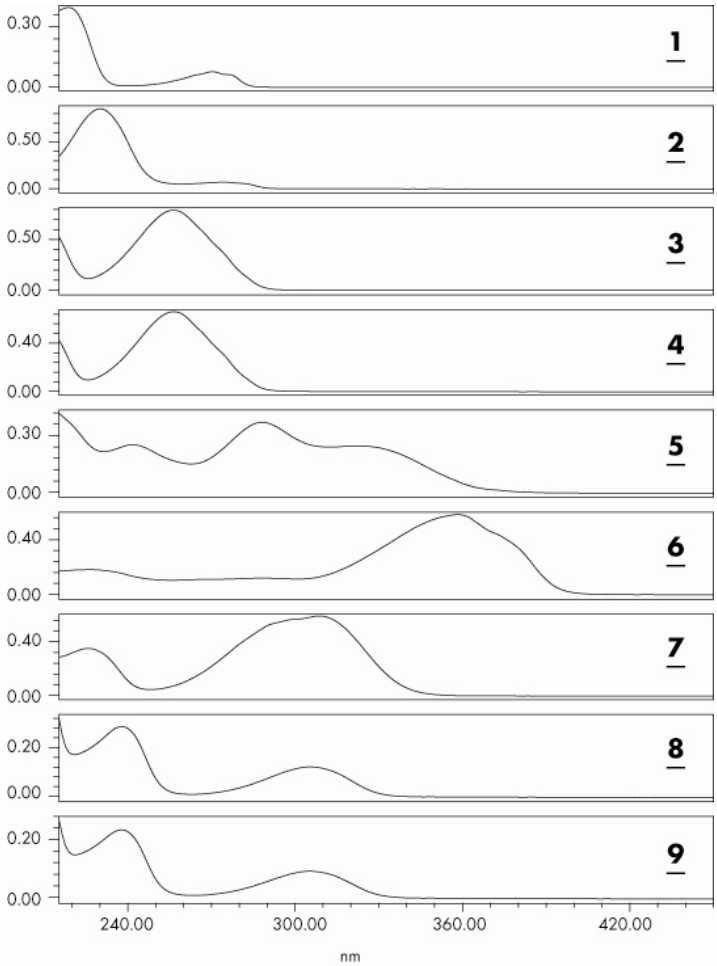


図2は標準品のクロマトグラムから抽出したUVスペクトルです。これらは化合物名、濃度と保持時間情報とともにライブラリー登録に使用されました。

表2. ピーク同定のためのPDAライブラリマッチの結果

名前	保持時間（分）	PDAマッチ１スペクトル名	PDAマッチ１アングル	PDAマッチ１許容差	純度１アングル	純度１許容差
1	1.845	フェノキシエタノール	0.290	1.497	0.359	0.407
2	1.888	安息香酸	0.103	1.112	0.069	0.302
3	1.953	メチルパラベン	0.060	1.036	0.046	0.289
4	3.017	プロピルパラベン	0.058	1.043	0.056	0.290
5	4.187	オキシベンゾン	0.056	1.064	0.067	0.291
6	5.862	アボベンゾン	0.095	1.061	0.132	0.315
7	5.953	オクチノキセート	0.082	1.045	0.088	0.287
8	6.070	オクチサレート	0.167	1.171	0.142	0.336
9	6.142	ホモサレート	0.156	1.218	0.156	0.366

Empower2ソフトウエアはライブラリー検索と純度検定において、UVスペクトルの形状を定量的に比較するためにスペクトラムコントラスト理論を用いています。
マッチアングルや純度アングルはスペクトル同士の重なりがどれほど近いものであるかということを表す指標です。例えばスペクトルコトラストアングル0°はそのピークのスペクトルとライブラリースペクトルの完全なスペクトルの一致を表し、90°はまったく異なったスペクトルで別の化合物である、ということを表します。許容差は“不確実さ”の指標で、アングルが許容差より小さければ、スペクトルはよく一致していてピークは純粋であるということになります。
表2は日焼け止め製品に含まれる紫外線吸収剤と防腐剤のライブラリー検索と純度検定の結果です。9成分ともにライブラリーに登録された標準化合物のスペクトルと良い一致を示し、純度が高いことがわかります。

まとめ

本アプリケーションでは、Waters ACQUITY UPLC™/PDAシステムによって、一般的に使用される紫外線吸収剤と防腐剤9化合物を7分以内で分析するメソッドを開発しました。保持時間再現性の高いクロマトグラムと信頼性の高いライブラリー検索の組み合わせは、原料の分析や製品中の目的成分の分析にも適した手法です。このアプリケーションはパーソナルケア製品や化粧品の品質管理、新製品開発やトラブルシューティングへの応用が期待されます。

Waters

日本ウォーターズ株式会社　www.waters.co.jp

東京本社　〒140-0001 東京都品川区北品川 1-3-12 第 5 小池ビル
TEL 03-3471-7191　FAX 03-3471-7118

大阪支社　〒532-0011 大阪市淀川区西中島 5-14-10 カトキチ新大阪ビル 11F
TEL 06-6304-8888　FAX 06-6300-1734

ショールーム　東京　大阪

テクニカルセンター　東京　大阪　名古屋　福岡　静岡