

# 反相高效液相色谱法测定化妆品中的防晒剂\*

姚孝元 郑星泉 秦效英 戚其平

(中国预防医学科学院环境卫生监测所 北京 100021)

提 要 用反相高效液相色谱法在20min内同时测定化妆品中11种防晒剂。色谱柱为YWG-C<sub>18</sub>柱,流动相为甲醇-四氢呋喃-水-高氯酸(200·200·160·0.1, V/V),检测波长为311nm。报告了对103种防晒化妆品测定的结果。

关键词 高效液相色谱法, 防晒剂, 化妆品

分类号 O658/TQ66

## 1 前言

化妆品中加入一定量的防晒剂可使人的皮肤免受紫外线的伤害,但加入过量对人体也有不利影响<sup>[1]</sup>。因此,我国化妆品卫生标准(GB 7916)对防晒剂种类和使用量作了限制<sup>[2]</sup>。国外已用薄层色谱法<sup>[3]</sup>、气相色谱法<sup>[4]</sup>和高效液相色谱法<sup>[5-9]</sup>等测定化妆品中防晒剂的含量,我国尚未建立类似的方法。本文选用反相高效液相色谱法,一次实现2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮-5-磺酸等11种防晒剂的分离检测。

## 2 实验部分

### 2.1 试剂和实验材料

防晒剂标准品2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮-5-磺酸(Uvinol MS-40)、2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮(Uvinol M-40)、3-(4'-甲基苄基)樟脑(Eusolex 6300)、对-二甲氨基苯甲酸辛脂(Eusolex 6007)、4-异丙基-二苯甲酰甲烷(Eusolex 8020)、水杨酸辛脂(Escalol 587)均由 Phocelia 公司提供;4-叔丁基-4-甲氧基二苯甲酰甲烷(Parsol 1789)、对-甲氧基肉桂酸辛脂(Parsol MCX)由北京丽源化妆品公司提供;对氨基苯甲酸(PABA)从Sigma公司购买;水杨酸钠、水杨酸苯脂(Salol)从北京化学试剂公司购买。其它试剂为分析纯或优级纯。水为二次去离子水。所有溶剂和溶液在进行高效液相色谱分析前都要经0.45μm滤膜(Millipore)过滤及超声波脱气。

### 2.2 高效液相色谱条件

美国SP8810高效液相色谱系统。色谱柱:YWG-C<sub>18</sub>, 220mm×4.6mm i.d., 10μm(北京分析仪器厂)。流动相:甲醇-四氢呋喃-水-高氯酸(200·200·160·0.1, V/V), 流速:1.0mL/min。紫外检测波

长311nm, 检测灵敏度0.05A<sub>ufs</sub>。

### 2.3 标准溶液

称取一定量的防晒剂,用流动相定容至100mL。制成的防晒剂Uvinol MS-40, PABA, 水杨酸, Uvinol M-40, Salol, Eusolex 6300, Eusolex 6007, Eusolex 8020, Parsol 1789, Parsol MCX, Escalol 587标准贮备液的质量浓度分别为8, 2, 12, 8, 16, 6, 8, 30, 30, 8, 50g/L。防晒剂混合标准溶液是取标准贮备液各1.00mL,用流动相定容至100mL。

## 3 结果与讨论

### 3.1 色谱条件

图1为11种防晒剂混合液的HPLC图。流动相中加入0.1体积的70%高氯酸,可改善Uvinol MS-40, PABA及水杨酸钠三者的分离情况。选择紫外检测器可提高防晒剂的检测灵敏度且能在很大程度上消除化妆品中其它成分的干扰。根据各防晒剂的吸收光谱选择检测波长为311nm。

### 3.2 线性关系实验

分别移取0, 0.10, 0.20, 0.40, 0.80, 1.50, 3.00, 5.00mL防晒剂混合标准溶液置于10mL具塞刻度试管中,用流动相稀释至刻度。取10μL进行高效液相色谱分析,用峰面积与防晒剂量进行线性回归,各防晒剂相关系数r均大于0.9995。

### 3.3 回收率测定和重现性考察

将膏霜状、油状、粉状化妆品精确称重后,分别加入一定量的防晒剂,混合制成加标样品。每种取10个平行样品,样品经预处理、过滤得到澄清溶液后,经高效液相色谱仪分析测得平均回收率在94.1%~101%之间,最大为108%,最小为90.9%;相对标准偏差小于5%。

\* 本课题获国家卫生部资助  
本文收稿日期:1996-12-07, 修回日期:1997-05-11

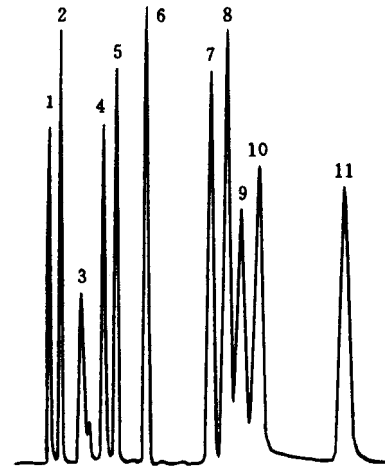


图1 11种防晒剂混合标准液的典型谱图

Fig. 1 Typical chromatogram of a standard mixture of eleven sunscreen agents

峰 (Peak): 1. Uvinol MS-40 (1.90m in), 2. PABA (2.51m in), 3. 水杨酸 (salicylic acid, 3.71m in), 4. Uvinol M-40 (5.03m in), 5. Salol (5.77m in), 6. Eusolex 6300 (7.45m in), 7. Eusolex 6007 (11.24m in), 8. Eusolex 8020 (12.17m in), 9. Parsol 1789 (13.01m in), 10. Parsol MCX (13.97m in), 11. Escalol 587 (18.81m in).

3.4 样品测定

称取一定量的防晒化妆品,用流动相超声提取15m in,经适当稀释后,用0.45μm 滤膜过滤,取滤液进行HPLC分析.用本方法已测定103种防晒化妆品,图2为其中1种乳状防晒化妆品的HPLC图.表1为其中的30种防晒化妆品的测定结果.

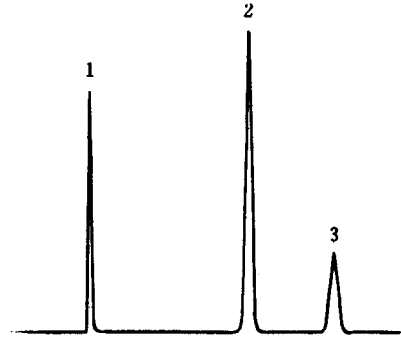


图2 防晒化妆品色谱图

Fig. 2 Chromatogram of commercial suntan cosmetics  
峰 (Peak): 1. Uvinol M-40 (5.02m in), 2. Parsol MCX (13.97m in), 3. Escalol 587 (18.82m in).

表1 化妆品中防晒剂含量的测定结果(% , W/W)

Table 1 Contents of sunscreen agents in cosmetics(% , W/W)

| 样 品 编 号         | Uvinol MS-40 | Uvinol M-40 | Salol | Eusolex 6007 | Parsol 1789 | Parsol MCX | Escalol 587 |
|-----------------|--------------|-------------|-------|--------------|-------------|------------|-------------|
| Sample No.      |              |             |       |              |             |            |             |
| 膏霜类 Cream       | 1            |             |       |              |             | 3.2        |             |
|                 | 2            |             |       | 0.98         |             |            |             |
|                 | 3            | 0.10        |       |              |             | 2.6        |             |
|                 | 4            | 0.20        |       |              |             |            | 0.96        |
|                 | 5            | 0.11        |       |              |             | 7.8        |             |
|                 | 6            |             | 1.8   |              |             | 2.5        |             |
|                 | 7            |             | 2.1   |              | 6.2         | 3.9        |             |
|                 | 8            |             | 0.98  |              |             |            |             |
|                 | 9            |             |       |              |             | 1.4        |             |
|                 | 10           |             |       |              |             | 1.8        | 4.6         |
| 蜜露类 Lotion      | 1            |             |       |              |             | 3.0        | 1.1         |
|                 | 2            |             |       |              |             | 1.1        | 2.8         |
|                 | 3            |             | 5.7   |              |             | 5.2        | 4.6         |
|                 | 4            |             | 1.5   |              | 2.6         |            |             |
|                 | 5            |             | 2.6   |              |             | 0.91       | 2.4         |
|                 | 6            |             | 3.8   |              |             |            | 5.6         |
|                 | 7            |             |       |              |             |            | 4.5         |
| 乳类 Milk         | 8            | 0.5         | 1.5   |              |             |            |             |
|                 | 1            |             | 0.94  |              | 2.8         |            |             |
|                 | 2            | 1.3         |       |              |             |            |             |
|                 | 3            |             | 1.5   |              | 3.8         |            |             |
| 粉饼类 Powder cake | 4            |             |       |              |             | 1.3        | 1.1         |
|                 | 1            |             |       |              |             |            | 0.7         |
|                 | 2            |             | 2.1   |              |             |            | 5.2         |
|                 | 3            |             |       |              |             | 1.8        | 6.8         |
| 油类 Oil          | 1            | 2.4         |       |              |             |            | 8.2         |
|                 | 2            |             | 3.0   |              |             |            |             |
| 护发类 Hair tonic  | 1            | 0.04        |       | 0.07         |             |            |             |
|                 | 2            | 0.07        |       | 0.06         |             |            |             |
|                 | 3            |             | 0.42  |              | 1.9         |            |             |
| 唇膏类 Lipstick    | 1            |             |       |              |             | 0.91       |             |

在所有的103种防晒化妆品中都未检出 PABA、水杨酸盐、Eusolex 6300和 Eusolex 8020等4种防晒剂。103种防晒化妆品中有3种化妆品中的3个防晒剂不包括在本方法的11种防晒剂内。103种防晒化妆品中有29种未检出任何防晒剂。

#### 4 结语

本方法在20min内可同时测定11种防晒剂,方法简便,准确度和精密度较好。使用国产色谱柱价格便宜,易于推广。可用于常规防晒化妆品中防晒剂的测定。

#### 参 考 文 献

- 1 Schauder S, Ippen H. Photodermatology, 1986, 3: 140-147
- 2 中华人民共和国化妆品卫生标准 GB 7916-87
- 3 Vanoosthuyze K E, Van Poucke L S G, Deloof A C A et al. Anal Chin Acta, 1993, 275: 177-182
- 4 Ikeda K, Suzuki S, Watanabe Y. J Chrom atogr, 1990, 513: 321-326
- 5 Masse M O, Herpol-Borrem ans M. Internation Journal of Cosmetic Science, 1991, 13: 303-315
- 6 Gagliardi L, Cavazzutti G, Montanarella L et al. J Chrom atogr, 1989, 464: 428-433
- 7 Gagliardi L, Am ato A, Turchetto L et al. Anal Lett, 1990, 23(11): 2123-2133
- 8 姚孝元. 水杨酸高基脂等14种防晒剂——反相高效液相色谱法。见:郑星泉主编. 化妆品卫生检验. 天津:天津大学出版社, 1994. 174~ 178
- 9 Ikeda K, Suzuki S, Watanabe Y. J Chrom atogr, 1989, 482: 240-245

## Determination of Sunscreen Agents in Cosmetic Products by Reversed-Phase High Performance Liquid Chromatography

Yao Xiaoyuan, Zheng Xingquan, Qin Xiaoying and Qi Qiping

(Institute of Environmental Health Monitoring,

Chinese Academy of Preventive Medicine, Beijing, 100021)

**Abstract** A method for quantitative determination of eleven sunscreen agents (benzophenone-4, *p*-aminobenzoic acid, salicylic acid, benzophenone-3, phenyl salicylate, 4-methylbenzylidene camphor, octyldimethyl *p*-aminobenzoate, isopropyl dibenzoylmethane, butylmethoxydibenzoylmethane, octylmethoxycinnamate, octyl salicylate) in cosmetic products is described. It was based on a high performance liquid chromatographic separation under the condition of isocratic elution with a mixture solution of methanol-THF-water-70% perchloric acid (200:200:160:0.1) by using a column packed with 10 $\mu$ m YWG-C<sub>18</sub> and UV detection. The recoveries ( $n=6$ ) were 94.1%-101% and the relative standard deviations ( $n=6$ ) for all eleven sunscreen agents were less than 5%. In addition, the results of analysis of 30 samples out of 103 samples of commercial suntan cosmetics performed are reported in this paper.

**Key words** high performance liquid chromatography, sunscreen agents, cosmetics

## 《高效液相色谱法及其专家系统》

由中国科学院大连化学物理研究所-国家色谱研究分析中心卢佩章院士、张玉奎研究员和梁鑫淼博士共同编著的《高效液相色谱法及其专家系统》一书由辽宁科学技术出版社正式出版。该书是基于大连化学物理研究所这个集体自七十年代初至今对高效液相色谱柱、仪器、色谱方法以及近几年发展的色谱专家系统的研究成果,通过作者系统地总结编写而成的。全书共48.4万字,分六章。书价37元/本,包装费2.5元,邮费5.5元/本,共45元。

欲订购者,请与《色谱》编辑部孙树平联系。地址:大连市中山路161号,邮编:116012,电话:3693405。