

초고성능액체크로마토그래프법에 의한 화장품에서 2-페녹시에틸알콜의 정량

윤정호, 김성희, 전해경

경애하는 최고령도자 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《과학연구부문에서는 나라의 경제발전과 인민생활향상에서 전망적으로 풀어야 할 문제들과 현실에서 제기되는 과학기술적문제들을 풀고 첨단을 돌파하여 지식경제건설의 지름길을 열어놓아야 합니다.》

2-페녹시에틸알콜은 살균, 살충작용이 있으므로 화장품에서 향료보장제로, 방부제로 리용되고있다.[4] 그러므로 화장품에서 2-페녹시에틸알콜의 정량은 화장품의 질을 높이는 데서 중요한 문제로 나선다.

화장품에서 2-페녹시에틸알콜의 분석은 HPLC법[5-7], 미셀전기영동크로마토그래프법[8]으로 진행하고있다.

우리는 초고성능액체크로마토그래프법[1-3]을 리용하여 화장품에서 2-페녹시에틸알콜을 분석하기 위한 방법을 확립하고 크림과 살결물속에서 2-페녹시에틸알콜을 정량하였다.

실험 방법

기구로는 초고성능액체크로마토그래프(《ACQUITY UPLC》), 빛2극소자배렬검출기, 전자천평, 초음파분산기, 원심분리기를, 시약으로는 메틸알콜(HPLC급), 2-페녹시에틸알콜 표준용액, 에틸알콜(순), 초순수를 리용하였다.

2-페녹시에틸알콜의 크로마토그래프특성은 일정한 량의 $16\mu\text{g/mL}$ 2-페녹시에틸알콜 표준용액을 UPLC체계에 주입하여 연구하였다.

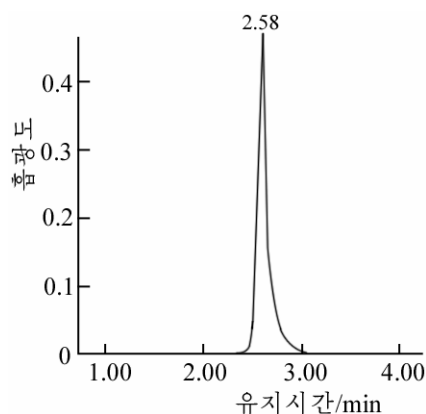


그림 1. 2-페녹시에틸알콜의 크로마토그램

UPLC측정조건은 다음과 같다. 탭 ACQUITY HSS C18, $1.8\mu\text{m}$, $2.1\text{mm}\times 150\text{mm}$, 이동상 물/메틸알콜=30/70 (체적비), 류속 0.2mL/min , 주입체적 $10\mu\text{L}$, 실행시간 10min, 측정파장 270nm.

이 조건에서 측정한 2-페녹시에틸알콜의 크로마토그램은 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 2-페녹시에틸알콜의 유지시간은 $(2.58\pm 0.03)\text{min}$ 이다.

2-페녹시에틸알콜의 추출은 일정한 량의 시료를 취하여 메틸알콜 10mL를 첨가하고 초음파분산기로 5min동안 분산시킨 다음 용액을 원심분리하고 려과한 후 적당한 량의 려과액을 취해 측정을 진행하였다.

실험 결과

1) 추출조건

용매의 영향 시료에서 2-페녹시에틸알콜의 추출률에 미치는 메틸알콜과 에틸알콜의 영향을 검토한 결과 메틸알콜의 추출률(98.7%)이 에틸알콜의 추출률(90.5%)보다 높았다.

그러므로 시료에서 2-페녹시에틸알콜의 추출용매를 메틸알콜로 정하였다.

초음파분산시간의 영향 시료에서 2-페녹시에틸알콜의 추출률에 미치는 초음파분산시간의 영향은 그림 2와 같다.

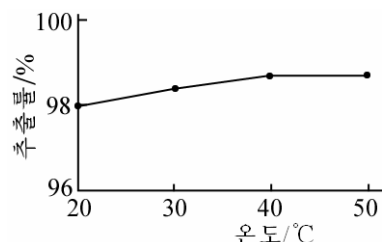


그림 3. 2-페녹시에틸알콜의 추출률에 미치는 온도의 영향

추출용매체적의 영향 시료에서 2-페녹시에틸알콜의 추출률에 미치는 메틸알콜체적의 영향은 그림 4와 같다.

시료에 첨가하는 메틸알콜의 체적이 증가함에 따라 2-페녹시에틸알콜의 추출률도 커지다가 6mL 이상에서는 추출률이 일정해지므로 우리는 대상물분석에서 메틸알콜의량을 10mL로 정하였다.

2) 선형범위와 검출한계

2-페녹시에틸알콜의 농도와 상대세기사이의 선형성은 0.01~40 $\mu\text{g/mL}$ 의 범위에서 성립된다.(그림 5) 검량선의 회귀방정식은 $y = 0.421x - 0.1$, 상관결수(R^2)는

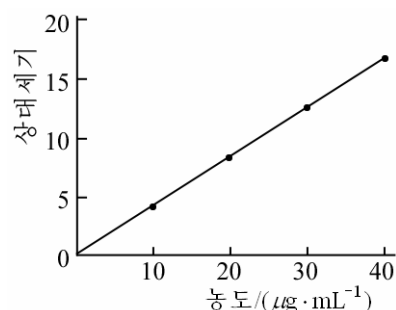


그림 5. 2-페녹시에틸알콜의 농도와 상대세기사이의 관계

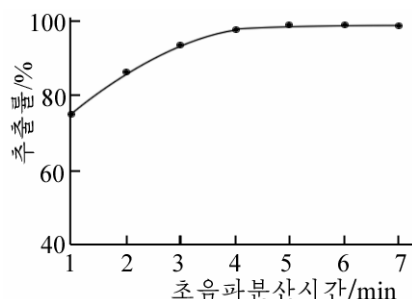


그림 2. 2-페녹시에틸알콜의 추출률에 미치는 초음파분산시간의 영향

그림 2에서 보는바와 같이 분산시간 4min후에는 추출률이 일정하므로 대상물분석에서는 초음파분산시간을 5min으로 정하였다.

온도의 영향 온도는 시료에서 2-페녹시에틸알콜의 추출률에 거의 영향을 미치지 않는다.(그림 3)

실지 시료에서 2-페녹시에틸알콜의 추출은 방온도에서 진행하였다.

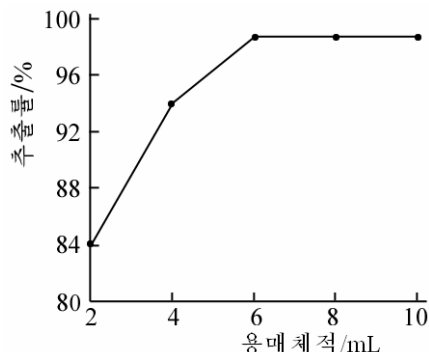


그림 4. 2-페녹시에틸알콜의 추출률에 미치는 메틸알콜체적의 영향

0.999 2이며 검출한계($S/N=3$)는 0.02 $\mu\text{g/mL}$ 이다.

3) 대상물분석

대상물분석은 표준첨가법으로 하였다.

저울질한 일정한 량의 시료와 2-페녹시에틸알콜표준용액을 10mL 눈금플라스크에 넣고 눈금까지 메틸알콜을 넣는다. 5min동안 초음파분산시킨 후 원심분리관에 옮겨 7 000r/min에서 원심분리하고 일정한 량의 상등액을 취해 UPLC체계에 주입하였다.

몇가지 화장품에서 추출한 2-페녹시에틸알콜의 크

로마토그램은 그림 6과 같다.

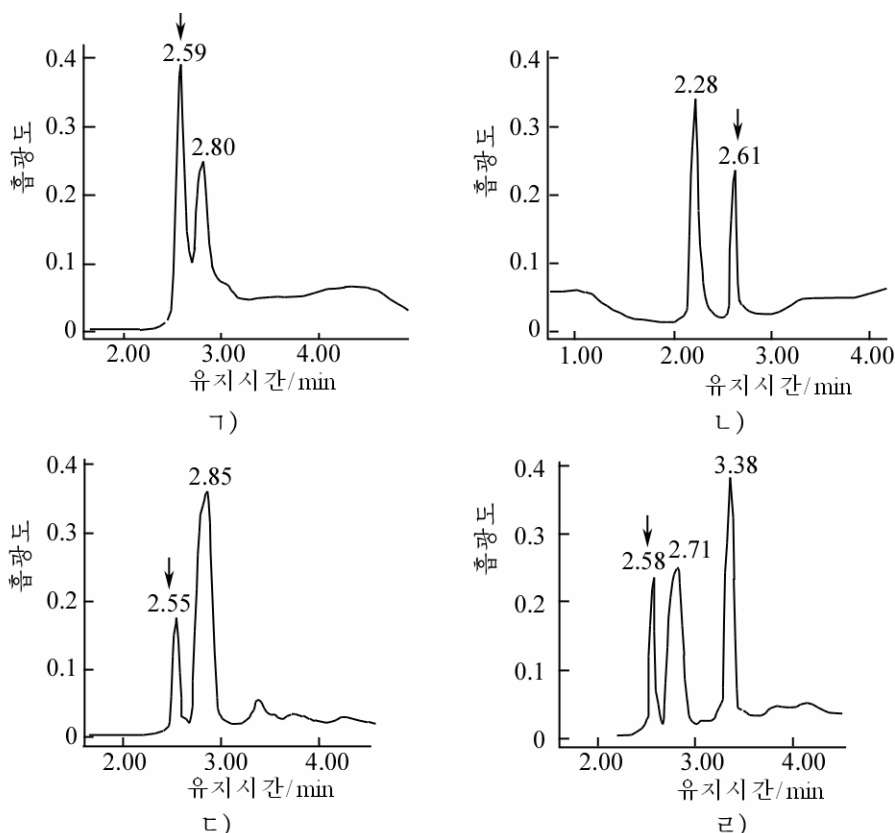


그림 6. 시료에서 추출한 2-페녹시에틸알콜의 크로마토그램
 가) 젤형머리칼고착제, 나) 살결물, 다) 크림-1, 라) 크림-2

몇가지 화장품에서 2-페녹시에틸알콜의 함량은 표와 같다.

표. 몇가지 화장품에서 2-페녹시에틸알콜의 함량

시료	2-페녹시에틸알콜의 함량/%	변동계수/%	회수률/%
젤형머리칼고착제	0.55	1.2	95.4
살결물	0.31	1.6	98.2
크림-1	0.42	1.1	96.3
크림-2	0.40	1.2	96.7

화장품에서 2-페녹시에틸알콜을 정량할 때 변동계수($n=5$)는 1.6%이하였으며 실지 시료에 첨가한 2-페녹시에틸알콜의 회수률은 95.4%이상이었다.

맺 는 말

초고성능액체크로마토그래프법(UPLC)을 리용하여 화장품에서 2-페녹시에틸알콜을 정량하기 위한 분석방법을 확립하고 크림과 살결물속에서 2-페녹시에틸알콜을 정량하였다.

검량선의 선형범위는 $0.01 \sim 40 \mu\text{g/mL}$ 이고 검출한계($S/N=3$)는 $0.02 \mu\text{g/mL}$ 이며 2-페녹시에틸알콜을 변동계수($n=5$) 1.6%이하, 회수률 95.4%이상으로 정량할수 있다.

참 고 문 헌

- [1] Yao-Yao Dong et al.; Journal of Chromatography, B 1002, 234, 2015.
- [2] Solfrid Hegstad et al.; Journal of Chromatography, B 947–948, 83, 2014.
- [3] Kenji Hirose et al.; J. Mass Spectrom. Soc. Jpn., 55, 3, 201, 2007.
- [4] S. C. Rastogi et al.; J. Chromatogr. Acta, 1031, 315, 2004.
- [5] M. Borremmans et al.; Chromatographia, 59, 47, 2004.
- [6] N. Dekruijf et al.; J. Chromatogr. Acta, 410, 395, 1987.
- [7] L. Gagliardi et al.; Anal. Chim. Acta, 235, 465, 1990
- [8] A. Bianco-Prevot et al.; Anal. Chim. Acta, 412, 141, 2000.

주체107(2018)년 10월 5일 원고접수

Determination of 2-Phenoxyethanol in Cosmetics by Ultra Performance Liquid Chromatography

Yun Jong Ho, Kim Song Hui and Jon Hye Gyong

We established the analytical method for determining 2-phenoxyethanol in cosmetics by ultra performance liquid chromatography.

The linear range of calibration curve of 2-phenoxyethanol is $0.01 \sim 40 \mu\text{g/mL}$ and detection limit($S/N=3$) is $0.02 \mu\text{g/mL}$, the variation coefficient of determination of 2-phenoxyethanol in various cosmetics is below 1.6% and the recovery is up 95.4%.

Key words : ultra performance liquid chromatography, 2-phenoxyethanol