



화장품 중 배합한도성분 분석법 가이드라인 개정

2013.08.



「화장품 중 배합한도성분 분석법 가이드라인」 개정

1. 개정 이유

화장품법 제5조 및 제15조에 따라 부정·불량 화장품을 제조·판매하는 것을 방지하고 국내 유통 화장품의 안전성과 품질향상을 위하여 화장품 중의 살균보존제 및 자외선차단제 분석법 등에 대한 연구사업을 지속적으로 수행하여 왔으며, 이 연구결과를 토대로 「화장품 중 배합한도 성분 분석법 가이드라인」을 개정함으로써 국내 유통 화장품의 품질 및 안전성 확보에 기여하고자 함

2. 주요 내용

- 가. 자외선차단 성분인 티타늄디옥사이드 및 징크옥사이드의 동시분석법 및 드로메트리졸트리실록산 분석법
- 나. 살균·보존제 성분인 메칠클로로이소치아졸리논과 메칠이소치아졸리논 혼합액의 동시분석법
- 다. 비듬 및 가려움을 덜어주고 씻어내는 성분 및 살균·보존제 성분인 징크피리치온 분석법

I. 서론

1. 화장품법 제5조 및 제15조에 따라化妆품을 제조·수입하고자 하는 자는 제품이 변질, 변패되거나 오염이 되는 등 부정·불량化妆품을 제조·판매하여서는 안된다.
2. 화장품 성분 중 미생물로부터의 오염 및 부패를 방지하는 살균·보존제, 자외선으로부터 피부를 보호하는 자외선차단제 및 비듬 및 가려움을 덜어주고 씻어내는 성분은 피부 알레르기 등의 안전성 문제를 야기할 수 있어 그 종류와 배합한도가 지정되어 있다.
3. 화장품 중 배합한도 물질에 대한 분석법을 제시함으로써 화장품 안전성 확립에 기여하고, 분석법 가이드라인의 제시로 화장품 업계 및 관련 검사기관에서의 품질관리에 도움을 주고, 유해물질 관리 능력을 향상시켜 화장품의 안전관리에 만전을 기여하고자 한다.
4. 이 가이드라인의 분석조건은 분리에 방해를 주는 성분을 함유하고 있는 제품에서는 분석조건을 재조정하여 검증할 필요가 있다.

II. 살균·보존제

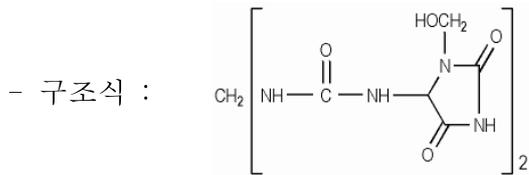
1. 이미다졸리디닐우레아 및 파라벤류의 동시분석

가. 성분

1) 이미다졸리디닐우레아 (Imidazolidinyl urea)

- 분자식 : $C_{11}H_{16}N_8O_8$

- 분자량 : 388.29



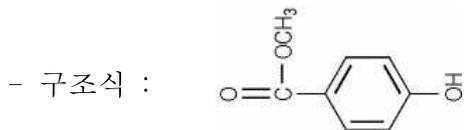
- CAS 번호 : 39236-46-9

- 배합한도 : 0.6%

2) 메칠 파라벤 (Methyl paraben)

- 분자식 : $C_8H_8O_3$

- 분자량 : 152.15



- CAS 번호 : 99-76-3

- 배합한도 : 파라옥시안식향산으로서 0.4%

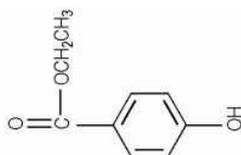
(파라벤류 혼합사용시 파라옥시안식향산으로서 0.8%)

3) 에칠 파라벤 (Ethyl paraben)

- 분자식 : $C_9H_{10}O_3$

- 분자량 : 166.17

- 구조식 :

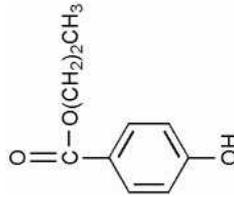


- CAS 번호 : 120-47-8
- 배합한도 : 파라옥시안식향산으로서 0.4%
(파라벤류 혼합사용시 파라옥시안식향산으로서 0.8%)

4) 프로필파라벤 (Propyl paraben)

- 분자식 : $C_{10}H_{12}O_3$
- 분자량 : 180.20

- 구조식 :

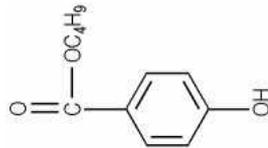


- CAS 번호 : 94-13-3
- 배합한도 : 파라옥시안식향산으로서 0.4%
(파라벤류 혼합사용시 파라옥시안식향산으로서 0.8%)

5) 부틸파라벤 (Butyl paraben)

- 분자식 : $C_{11}H_{14}O_3$
- 분자량 : 194.23

- 구조식 :



- CAS 번호 : 94-26-8
- 배합한도 : 파라옥시안식향산으로서 0.4%
(파라벤류 혼합사용시 파라옥시안식향산으로서 0.8%)

나. 시험방법

시료 약 4 g을 정밀하게 달아 내부표준액 2.0 mL 및 50% 메탄올을 넣어 20 mL로 한 다음 초음파 진탕으로 충분히 분산시켜 추출하고 30 분간 원심분리 (3500 rpm)한 후 상등액을 취하여 검액으로 한다. 따로 이미다졸리디닐우레아 표준품 250 mg 및 메칠파라벤, 에칠파라벤, 프로필파라벤, 부틸파라벤 표준품을 각각 200 mg씩을 정밀하게 달아 50% 메탄올을 넣어 녹여 각각 100 mL로 하여 표준원액으로 한다. 이미다졸리디닐우레아

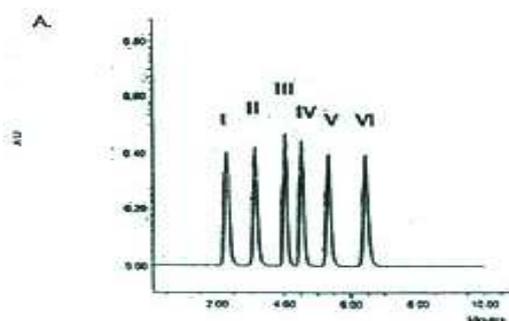
표준원액 0.8 mL, 1.2 mL, 1.6 mL, 2.5 mL, 5.0 mL, 10.0 mL와 파라벤류 표준원액 0.6 mL, 1.2 mL, 2.5 mL, 5.0 mL, 10.0 mL를 각각 정확하게 취하고 내부표준액 2.0 mL 및 50% 메탄올을 넣어 20 mL로 한 액을 각각의 표준액으로 한다. 표준액과 검액을 가지고 다음 조작조건으로 기능성화장품 기준 및 시험방법 일반시험법의 액체크로마토그래프법의 내부표준법에 따라 시험한다. 필요한 경우 표준액의 검량선 범위내에서 검체 채취량 또는 희석배수를 조정할 수 있다.

- 내부표준액 : 카페인 250 mg을 정밀하게 달아 50% 메탄올에 넣어 녹여 250 mL로 하여 내부표준액으로 한다.

<조작조건>

검출기(파장)	자외부흡광광도계(228 nm)
칼럼	Cyanopropyl column (5 μm, 4.6 × 150 mm)
이동상	50 % MeOH with 0.5 mM hexane sulfonic acid
유속	1.3 mL/min
주입량	10 μL

다. 크로마토그램



Chromatogram of Standard Solution.
 A. I: Imidazolidinyl urea, II: Caffein (Internal standard), III: Methylparaben, IV: Ethylparaben, V: Propylparaben, VI: Butylparaben

라. 참고문헌

1. 의약품등의 제제평가에 관한 연구 - 화장품중 살균·보존제에 관한 연구, 식품의약품안전청 연구보고서, 제5권, 159~166(2001)

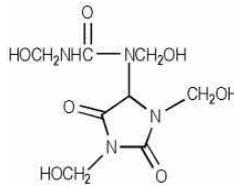
2. 디아졸리디닐우레아 및 파라벤류의 동시분석

가. 성분개요

1) 디아졸리디닐우레아 (Diazolidinyl urea)

- 분자식 : $C_8H_{14}N_7O_4$
- 분자량 : 278.22

- 구조식 :



- CAS 번호 : 78491-02-8
- 배합한도 : 0.5%

나. 시험방법

시료 약 4 g을 정밀하게 달아 내부표준액 2.0 mL 및 50% 메탄올을 넣어 20 mL로 한 다음 초음파 진탕으로 충분히 분산시켜 추출하고 30 분간 원심분리 (3500 rpm)한 후 상등액을 취하여 검액으로 한다. 따로 디아졸리디닐우레아 표준품 400 mg 및 메칠파라벤, 에칠파라벤, 프로필파라벤, 부틸파라벤 표준품을 각각 200 mg씩을 정밀하게 달아 50% 메탄올을 넣어 녹여 각각 100 mL로 하여 표준원액으로 한다. 각각의 표준원액 0.6 mL, 1.2 mL, 1.6 mL, 2.5 mL, 5.0 mL, 10.0 mL를 정확하게 취하고 내부표준액 2.0mL 및 50% 메탄올을 넣어 20 mL로 하여 각각의 표준액으로 한다. 표준액과 검액을 가지고 다음 조작조건으로 기능성화장품 기준 및 시험방법 일반시험법의 액체크로마토그래프법의 내부표준법에 따라 시험한다. 필요한 경우 표준액의 검량선 범위내에서 검체 채취량 또는 희석배수를 조정할 수 있다.

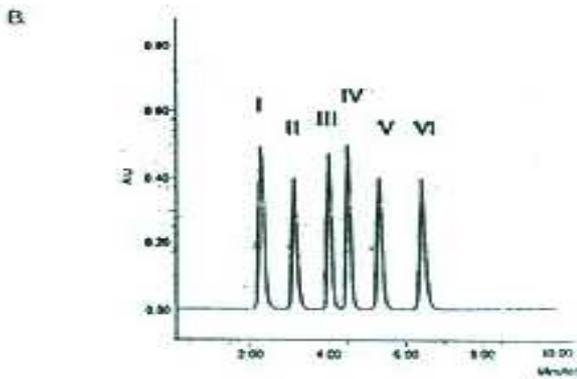
- 내부표준액 : 카페인 250 mg을 정밀하게 달아 50% 메탄올에 넣어 녹여 250 mL로 하여 내부표준액으로 한다.

<조작조건>

검출기(파장)	자외부흡광도계(228 nm)
칼럼	Cyanopropyl column (5 μ m, 4.6 \times 150 mm)

이동상	50 % MeOH with 0.5 mM hexane sulfonic acid
유속	1.3 mL/min
주입량	10 μ L

다. 크로마토그램



Chromatogram of Standard Solution.
 B, Diazolidinyl urea, II: Caffein (Internal standard),
 III :Methylparaben, IV: Ethylparaben,
 V: Propylparaben, VI: Butylparaben
 Chromatographic conditions : as in Table 3.

라. 참고문헌

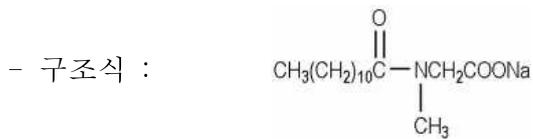
1. 의약품등의 제제평가에 관한 연구 -화장품중 살균·보존제에 관한 연구, 식품의약품안전청연구보고서, 제5권, 159~166(2001)

3. 라우로일사르코신나트륨

가. 성분개요

1) 라우로일사르코신나트륨 (Sodium Lauroyl Sarcosinate)

- 분자식 : $C_{15}H_{29}NO_3 \cdot Na$
- 분자량 : 293.38



- CAS 번호 : 137-16-6
- 배합한도 : 사용 후 세척되는 제품에만 허용

나. 시험방법

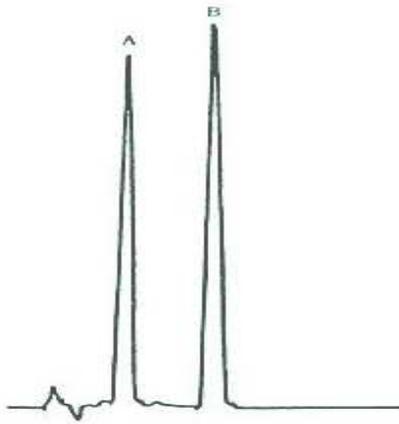
시료 약 5 g을 정밀하게 달아 물을 넣어 50 mL로 한 다음 5.0 mL를 정확하게 취하여 내부표준액 5.0 mL를 넣고 물을 넣어 100 mL로 한 액을 검액으로 한다. 따로 라우로일사르코신나트륨 표준품 약 1.0 g을 정밀하게 달아 물을 넣어 녹여 100 mL로 하여 표준원액으로 한다. 표준원액 2.0 mL를 정확하게 취하여 내부표준액 5.0 mL를 넣고 물을 넣어 100 mL로 하여 표준액으로 한다. 표준액과 검액을 가지고 다음 조작조건으로 기능성 화장품 기준 및 시험방법 일반시험법의 액체크로마토그래프법의 내부표준법에 따라 시험한다. 필요한 경우 표준액의 검량선 범위내에서 검체 채취량 또는 희석배수를 조정할 수 있다.

- 내부표준액 : 히드로코티손 약 100 mg을 정밀하게 달아 메탄올을 소량 넣어 녹인 다음 물을 넣어 100 mL로 한다.

<조작조건>

검출기(과장)	자외부흡광광도계(225 nm)
칼럼	μ -Bondapak phenyl (10 μ m, 3.9 \times 300 mm)
이동상	0.5mM Ammonium acetate in 40% MeOH
유속	1.0 mL/min
온도	65 $^{\circ}$ C
주입량	10 μ L

다. 크로마토그램



Chromatogram of standard
A: Sodium lauroylsarcosinate (RT 5.08)
B: Internal standard (RT 8.85)

라. 참고문헌

1. 화장품의 특수성분에 관한 연구(VII) -샴푸중 라우로일사르코신나트륨의 분석법, 국립보건 원보 제31권 제2호, 424~430(1994)

4. 클로페네신 및 1-(4-클로로페녹시)-1-(이미다졸-1-일)3,3-디메틸부탄-2-온의 동시분석

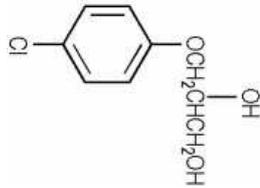
가. 성분개요

1) 클로페네신 (Chlorphenesin)

- 분자식 : $C_9H_{11}ClO_3$

- 분자량 : 202.64

- 구조식 :



- CAS 번호 : 104-29-0

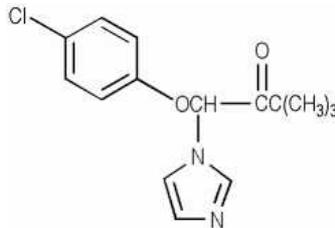
- 배합한도 : 0.3%

2) 1-(4-클로로페녹시)-1-(이미다졸-1-일)3,3-디메틸부탄-2-온(1-(4-Chlorophenoxy)-1-(imidazol-1-yl)-3,3-dimethylbutan-2-one)

- 분자식 : $C_{15}H_{17}ClN_2O_2$

- 분자량 : 292.76

- 구조식 :



- CAS 번호 : 38083-17-9

- 배합한도 : 0.5%

- 이명 : 클림바졸(Climbazole)

나. 시험방법

시료 약 0.5 ~ 1.0 g을 정밀하게 달아 내부표준액 1 mL를 넣고 이동상을 넣어 초음파 진탕하여 검체를 충분히 분산시킨 다음 이동상을 넣어 50 mL로 한 액을 여과하여 검액으로 한다. 따로 클로페네신 및 클림바졸 표준품을 약 50 mg을 각각 정밀하게 달아 이동상

을 넣어 녹여 100 mL로 한 액을 표준원액으로 한다. 표준원액 1.0 mL, 2.0 mL, 4.0 mL, 6.0 mL, 8.0 mL, 10.0 mL를 각각 정확하게 취하여 내부표준액 1.0 mL씩을 넣고 이동상을 넣어 50 mL로 하여 각각의 표준액으로 한다. 표준액과 검액을 가지고 다음 조작조건으로 기능성화장품 기준 및 시험방법 일반시험법의 액체크로마토그래프법의 내부표준법에 따라 시험한다. 필요한 경우 표준액의 검량선 범위내에서 검체 채취량 또는 희석배수를 조정할 수 있다.

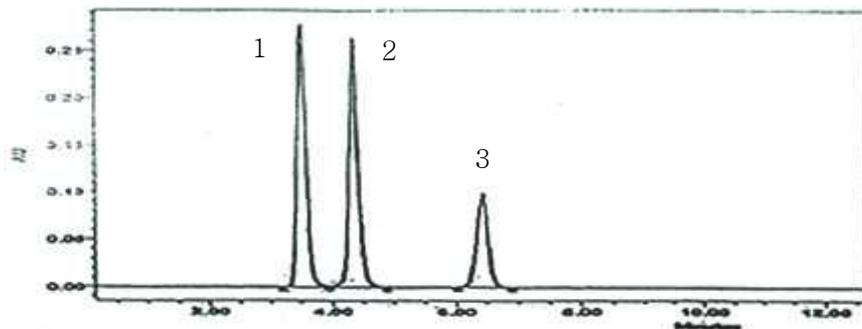
○ 내부표준액 : 아스피린 약 100 mg을 정밀하게 달아 메탄올을 넣어 50 mL로 한다.

<조작조건>

검출기(과장)	Photo diode array detector (275 nm)
칼럼	Xterra C18 (3.5 μm, 4.6 × 250 mm)
이동상	MeOH:PIC B6 ^{*)} (65:35)
유속	1.0 mL/min
주입량	20 μL

* PIC B6 : Waters, WATO85140

다. 크로마토그램



HPLC chromatogram of standards
 peak 1: Aspirin
 peak 2: Chlorphenesin
 peak 3: 1-(4-chlorophenoxy)-1-(imidazol-1-yl)-3,3-dimethylbutan-2-one)

라. 참고문헌

1. 화장품의 특수성분의 분석법 개발(Ⅱ) -화장품 중 살균·보존제의 분석법 개발, 식품의약품안전청연구보고서, 제7권, 175~180(2003)

5. 벤질알콜, 페녹시에탄올, 소르빈산, 안식향산, 메칠파라벤, 클로페네신, 디히드로초산, 살리실산, 에칠파라벤, 이소프로필파라벤, 프로필파라벤, 이소부틸파라벤, 부틸파라벤의 동시분석

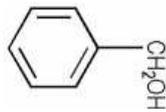
가. 성분개요

1) 벤질알콜 (Benzyl alcohol)

- 분자식 : C_7H_8O

- 분자량 : 108.14

- 구조식 :



- CAS 번호 : 100-51-6

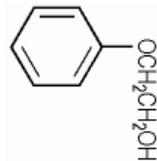
- 배합한도 : 1%(두발용제품은 제외)

2) 페녹시에탄올 (Phenoxy ethanol)

- 분자식 : $C_8H_{10}O_2$

- 분자량 : 138.16

- 구조식 :



- CAS 번호 : 122-99-6

- 배합한도 : 1%

3) 소르빈산 (Sorbic acid)

- 분자식 : $C_6H_8O_2$

- 분자량 : 112.13

- 구조식 : $CH_3CH=CHCH=CHCOOH$

- CAS 번호 : 110-44-1

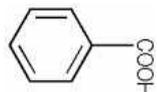
- 배합한도 : 0.6%

4) 안식향산 (Benzoic acid)

- 분자식 : $C_7H_6O_2$

- 분자량 : 122.12

- 구조식 :



- CAS 번호 : 65-85-0

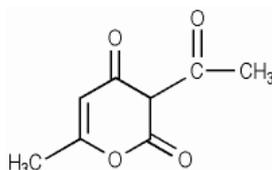
- 배합한도 : 0.5%

5) 데히드로초산 (Dehydroacetic Acid)

- 분자식 : $C_8H_8O_4$

- 분자량 : 168.15

- 구조식 :



- CAS 번호 : 520-45-6

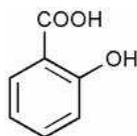
- 배합한도 : 0.6%

6) 살리실산 (Salicylic Acid)

- 분자식 : $C_7H_6O_3$

- 분자량 : 138.12

- 구조식 :



- CAS 번호 : 69-72-7

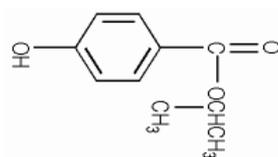
- 배합한도 : 0.5%

7) 이소프로필파라벤 (Isopropyl paraben)

- 분자식 : $C_{10}H_{12}O_3$

- 분자량 : 180.20

- 구조식 :

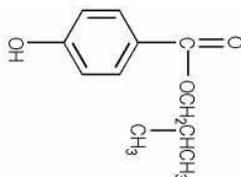


- CAS 번호 : 4191-73-5

- 배합한도 : 파라옥시안식향산으로서 0.4%
(파라벤류 혼합사용시 파라옥시안식향산으로서 0.8%)

8) 이소부틸파라벤 (Isobutyl paraben)

- 분자식 : C₁₁H₁₄O₃
- 분자량 : 194.23
- 구조식 :



- CAS 번호 : 4247-02-3
- 배합한도 : 파라옥시안식향산으로서 0.4%
(파라벤류 혼합사용시 파라옥시안식향산으로서 0.8%)

나. 시험방법

시료 약 2.0 g을 정밀하게 달아 1% 인산 함유 50% 아세트니트릴을 넣어 초음파 진탕하여 검체를 충분히 분산시킨 다음 내부표준액 1 mL 및 1% 인산함유 50% 아세트니트릴을 넣어 50 mL로 한 액을 여과하여 검액으로 한다. 따로 벤질알콜, 페녹시에탄올, 메칠파라벤, 에칠파라벤, 이소프로필파라벤, 프로필파라벤, 이소부틸파라벤, 부틸파라벤 표준품 약 100 mg, 안식향산, 디히드로초산, 소르빈산, 클로페네신, 살리실산 표준품 약 50 mg을 각각 정밀하게 달아 1% 인산함유 50% 아세트니트릴을 넣어 녹여 25 mL로 한 액을 표준원액으로 한다. 표준원액 0.63 mL, 1.25 mL, 2.5 mL, 5.0 mL, 10.0 mL를 각각 정확하게 취하여 내부표준액 1.0 mL씩을 넣고 1% 인산함유 50% 아세트니트릴을 넣어 100 mL로 하여 각각의 표준액으로 한다. 표준액과 검액을 가지고 다음 조작조건으로 기능성화장품 기준 및 시험방법 일반시험법의 액체크로마토그래프법의 내부표준법에 따라 시험한다. 필요한 경우 표준액의 검량선 범위내에서 검체 채취량 또는 희석배수를 조정할 수 있다.

○ 내부표준액 : 아세트아미노펜 약 100 mg을 정밀하게 달아 1% 인산 함유 50% 아세트니트릴을 넣어 녹여 50 mL로 한다.

<조작조건>

검출기(파장)	Photo diode array derector (220 nm)
칼럼	Capcellpak C18 UG 120 (5 μm, 4.6 × 250 mm)

이동상

A : 1% 인산함유 20% ACN

B : 1% 인산함유 70% ACN

이동상 구배

시간	A(%)	B(%)
0	100	0
8	75	25
15	60	40
25	40	60
30	0	100
37	100	0

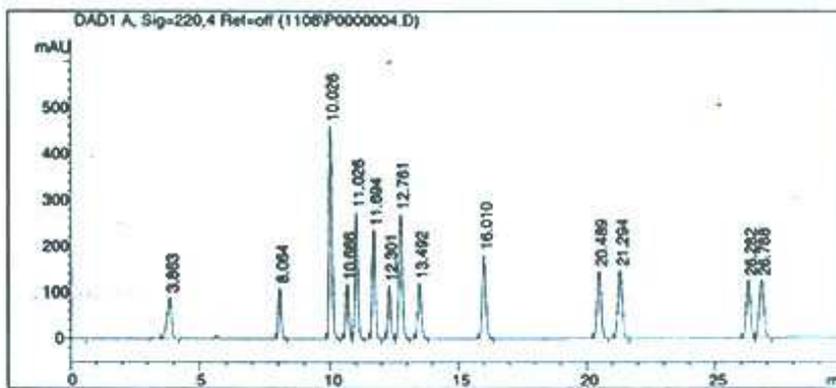
유속

1.0 mL/min

주입량

20 μ L

다. 크로마토그램



Chromatogram of 13 preservative Standards

아세트아미노펜(3.86), 벤질알콜(8.06), 페녹시에탄올(10.02), 소르빈산(10.66), 안식향산(11.02), 메칠파라벤(11.69), 클로페네신(12.30), 디히드로초산(12.76), 살리실산(13.49), 에칠파라벤(16.01), 이소프로필파라벤(20.48), 프로필파라벤(21.29), 이소부틸파라벤(26.28), 부틸파라벤(26.78)

라. 참고문헌

1. 유통 크림류 화장품중의 살균보존제 함량 모니터링 화장품안전성관리사업연구보고서, Vol. 2(2002)

6. 디엠디엠히단토인

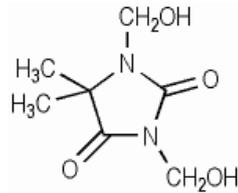
가. 성분개요

1) 디엠디엠히단토인 (DMDM Hydantoin, 1,3-Dimethylol-5,5-Dimethyl Hydantoin)

- 분자식 : $C_7H_{12}N_2O_4$

- 분자량 : 188.18

- 구조식 :



- CAS 번호 : 6440-58-0

- 배합한도 : 0.6%

나. 시험방법

시료 약 0.5 g을 정밀하게 달아 내부표준액 30 mL를 넣어 초음파 진탕하여 검체를 충분히 분산시킨 후 내부표준액을 넣어 정확하게 50 mL로 한 액을 여과하여 검액으로 한다. 따로 디엠디엠히단토인 표준품 약 50 mg을 정밀하게 달아 내부표준액을 넣어 녹여 50mL로 한 액을 표준원액(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)으로 한다. 표준원액 1.0 mL, 2.0 mL, 3.0 mL, 4.0 mL 및 5.0 mL를 정확하게 취하여 내부표준액을 넣어 50 mL로 한 액을 검량선용 표준액으로 하였다. 표준액과 검액을 가지고 다음 조작조건으로 기능성화장품 기준 및 시험방법 일반시험법의 액체크로마토그래프법의 내부표준법에 따라 시험한다. 필요한 경우 표준액의 검량선 범위 내에서 검체 채취량 또는 희석배수를 조정할 수 있다.

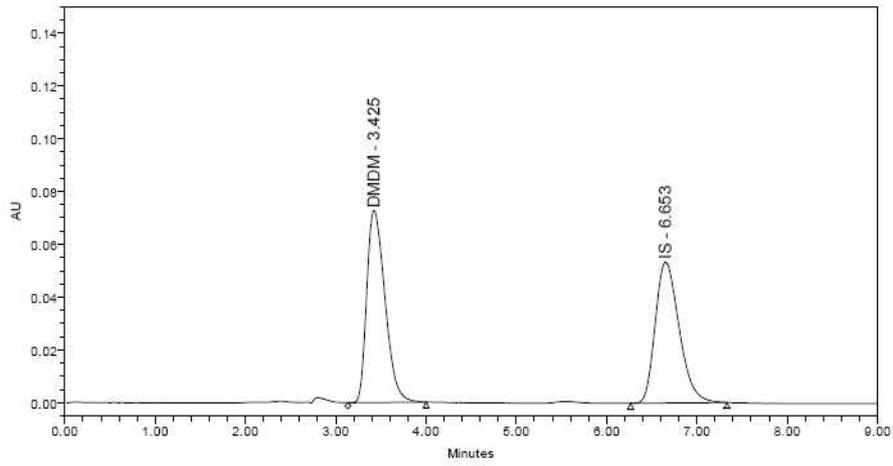
○ 내부표준액 : 카페인 표준품 약 20 mg을 정밀하게 달아 메탄올을 넣어 녹여 정확하게 1000 mL로 한다.

<조작조건>

검출기(과장)	자외부흡광광도계 (214 nm)
칼럼	Xterra C ₁₈ (5 μm , 4.6 × 250 mm)
이동상	MeOH : Water (10:90)

유속	1.0 mL/min
주입량	10 μ L

다. 크로마토그램



HPLC Chromatogram of DMDM hydantoin and internal standard(Caffeine)

라. 참고문헌

1. 화장품에 사용되는 살균 보존제 중 히단토인류 및 요도프로피닐부틸카바메이트 기기분석방법 연구 및 시판화장품의 사용현황 모니터링 식품의약품안전청연구보고서, 제11권(2007)

7. 엠디엠히단토인

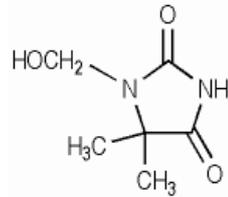
가. 성분개요

1) 엠디엠히단토인 (MDM Hydantoin, 1-(Hydroxymethyl)-5,5-Dimethyl Hydantoin)

- 분자식 : $C_6H_{10}N_2O_3$

- 분자량 : 158.16

- 구조식 :



- CAS 번호 : 116-25-6

- 배합한도 : 0.2%

나. 시험방법

시료 약 0.5 g을 정밀하게 달아 내부표준액 30mL를 넣어 초음파 진탕하여 검체를 충분히 분산시킨 후 내부표준액을 넣어 정확하게 50mL로 한 액을 여과하여 검액으로 한다. 따로 엠디엠히단토인 표준품 약 50mg을 정밀하게 달아 내부표준액을 넣어 녹여 50mL로 한 액을 표준원액(1000 μ g/mL)으로 한다. 표준원액 0.5mL, 1.0mL, 2.0mL, 3.0mL 및 5.0mL를 정확하게 취하여 내부표준액을 넣어 50mL로 한 액을 검량선용 표준액으로 하였다. 표준액과 검액을 가지고 다음 조작조건으로 기능성화장품 기준 및 시험방법 일반시험법의 액체 크로마토그래프법의 내부표준법에 따라 시험한다. 필요한 경우 표준액의 검량선 범위내에서 검체 채취량 또는 희석배수를 조정할 수 있다.

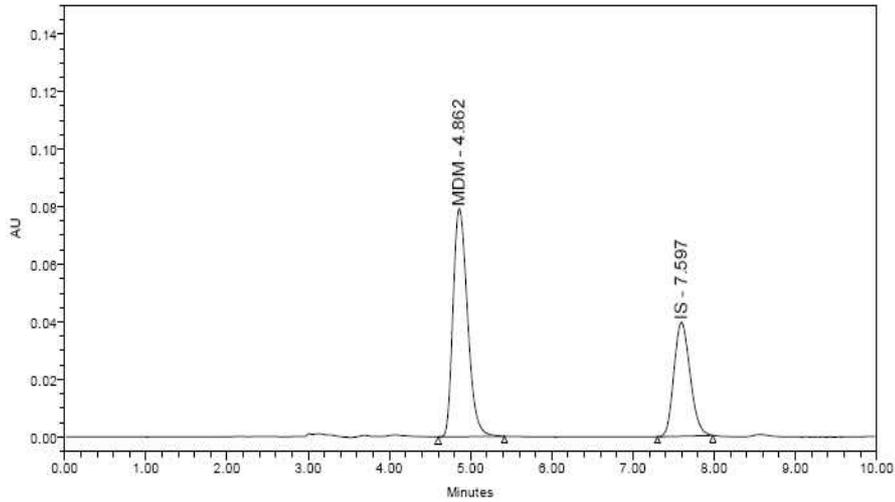
○ 내부표준액 : 히드로퀴논 표준품 약 20mg을 정밀하게 달아 메탄올을 넣어 녹여 정확하게 1000mL로 한다.

<조작조건>

검출기(파장)	자외부흡광광도계(214 nm)
칼럼	Xterra C ₁₈ (5 μ m, 4.6 × 250 mm)
이동상	0.01% phosphoric acid : ACN : THF (95:5:1)

유속	1.0 mL/min
주입량	10 μ L

다. 크로마토그램



HPLC Chromatogram of MDM hydantoin and internal standard (Hydroquinone)

라. 참고문헌

1. 화장품에 사용되는 살균 보존제 중 히단토인류 및 요도프로피닐부틸카바메이트 기기분석방법 연구 및 시판화장품의 사용현황 모니터링, 식품의약품안전청연구보고서, 제11권 (2007)

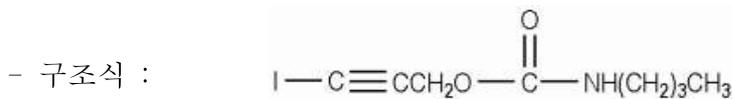
8. 요도프로피닐 부틸카바메이트

가. 성분개요

1) 요도프로피닐 부틸카바메이트 (Iodopropynyl Butylcarbamate)

- 분자식 : $C_8H_{12}INO_2$

- 분자량 : 281.09



- CAS 번호 : 55406-53-6

- 배합한도 : 0.05%(입술에 사용하는 제품에는 사용금지)

나. 시험방법

시료 약 2 g을 정밀하게 달아 내부표준액 30mL를 넣어 초음파 진탕하여 검체를 충분히 분산시킨 후 규조토 약 2g과 혼합하여 냉동실에서 약 6시간 동안 가끔씩 저어주면서 방치한 다음 여과한 액을 검액으로 한다. 따로 요도프로피닐부틸카바메이트 표준품 약 50mg을 정밀하게 달아 내부표준액을 넣어 녹여 50mL로 한 액을 표준원액(1000 μ g/mL)으로 한다. 표준원액 0.15mL, 0.25mL, 0.5mL, 1.25mL 및 2.5mL를 정확하게 취하여 내부표준액을 넣어 50mL로 한 액을 검량선용 표준액으로 하였다. 표준액과 검액을 가지고 다음 조작조건으로 기능성화장품 기준 및 시험방법 일반시험법의 액체크로마토그래프법의 내부표준법에 따라 시험한다. 필요한 경우 표준액의 검량선 범위내에서 검체 채취량 또는 희석배수를 조정할 수 있다.

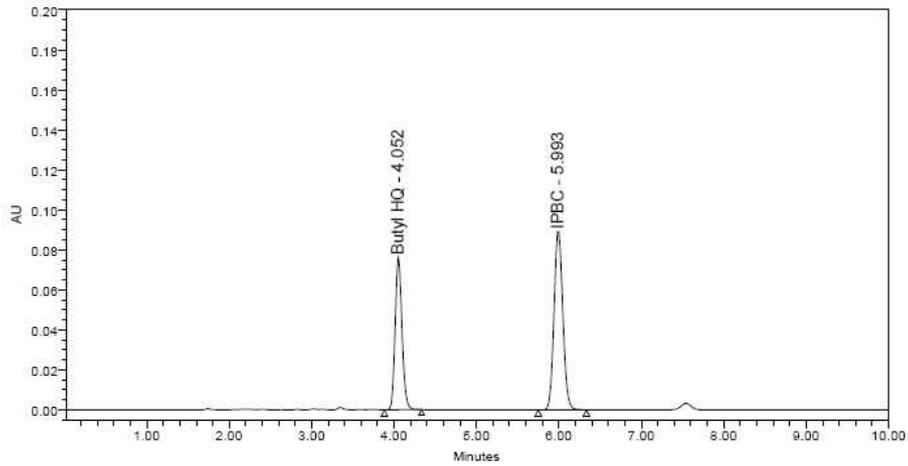
○ 내부표준액 : 부틸히드로퀴논 표준품 약 50mg을 정밀하게 달아 메탄올을 넣어 녹여 정확하게 1000mL로 한 액 50mL를 정확하게 취하여 아세트니트릴을 넣어 정확하게 500mL로 한다.

<조작조건>

검출기(과장)	자외부흡광광도계(220 nm)
칼럼	CapcellPak C ₁₈ (5 μ m, 4.6 × 250 mm)
이동상	Water : ACN (40:60)

유속	1.0 mL/min
주입량	10 μ L

다. 크로마토그램



HPLC Chromatogram of Iodopropynyl Butylcarbamate and internal standard (Butyl Hydroquinone)

라. 참고문헌

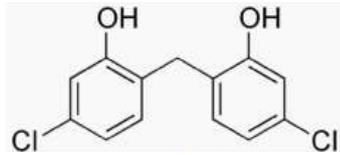
1. 화장품에 사용되는 살균 보존제 중 히단토인류 및 요도프로피닐부틸카바메이트 기기분석 방법 연구 및 시판화장품의 사용현황 모니터링, 식품의약품안전청연구보고서, 제11권(2007)

9. 디클로로페논

가. 성분개요

1) 디클로로페논(Dichlorophen(e))

- 분자식 : $C_{13}H_{10}O_2$
- 분자량 : 269.12
- 구조식 :



- CAS번호 : 97-23-4
- 배합한도 : 0.5%

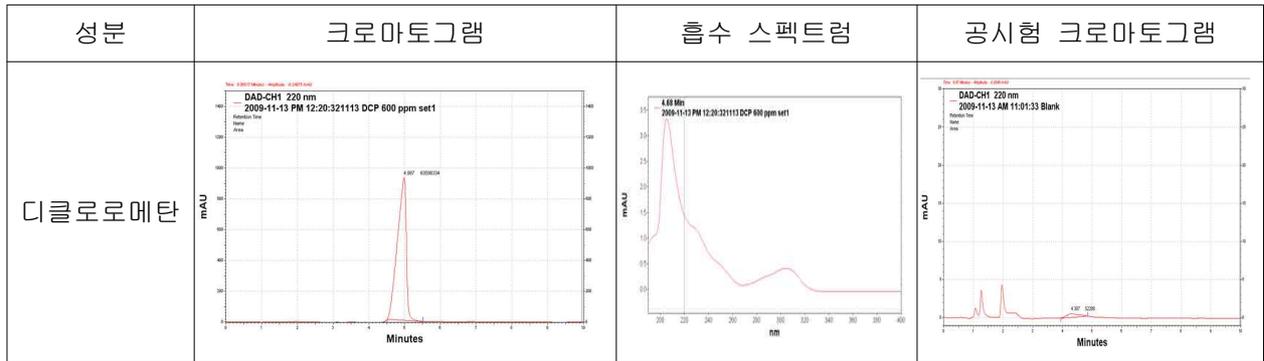
나. 시험방법

시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 메탄올을 넣어 2시간 동안 초음파를 이용하여 균질 혼합하고 메탄올을 넣어 10.0 mL로 한 것을 여과하여 검액으로 한다. 따로 디클로로페논 표준품 약 20.0 mg 정밀하게 달아 메탄올에 녹여 1000 ppm(1000 $\mu\text{g/mL}$)으로 만든 다음 표준액 일정량을 취하여 50, 100, 200, 250, 500, 600 ppm 농도로 한 것을 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 약 10 μL 씩을 가지고 다음 조작조건으로 액체크로마토그래프 절대검량선법에 따라 시험한다.

<조작조건>

검출기(파장)	자외부흡광도계 220 nm
칼럼	Waters, Atlantis dC 18(5 μm , 4.6 x 250 mm)
이동상	메탄올 · 희석한 30% 암모니아수(0.5→61)혼합액(48 : 52)
유속	1.3 mL/min
주입량	10 μL

다. 크로마토그램



라. 참고문헌

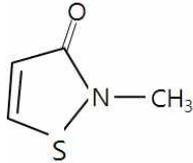
1. 화장품 중 신규지정 살균·보존제, 자외선차단성분 분석법 확립과 소비자를 위한 화장품 컨텐츠 개발 연구, 화장품연구팀 (2009)

10. 메칠이소치아졸리논(Methylisothiazolinone)

가. 성분개요

1) 메칠이소치아졸리논

- 분자식 : C₄H₅NOS
- 분자량 : 115.15
- 구조식 :



- CAS번호 : 2682-20-4
- 배합한도 : 0.01%

나. 시험방법

시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 메탄올을 넣어 2시간 동안 초음파를 이용하여 균질 혼합하고 메탄올을 넣어 10.0 mL로 한 것을 여과하여 검액으로 한다. 따로 메칠이소치아졸리논 표준품 약 20.0 mg을 정밀하게 달아 메탄올에 녹여 500 ppm(500 µg/mL)으로 만든 다음 표준액 일정량을 취하여 1, 5, 10, 20, 70, 100 ppm 농도로 한 것을 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 약 10 µL씩을 가지고 다음 조작조건으로 액체크로마토그래프 절대검량선법에 따라 시험한다.

<조작조건>

검출기(파장)	자외부흡광도계 280 nm
칼럼	Xterra RP 18(5 µm, 4.6 x 250 mm)
이동상	메탄올 · 0.07 mol/L 암모니아수혼합액(25:75)
유속	0.5 mL/min
주입량	10 µL

다. 크로마토그램

성분	크로마토그램	흡수 스펙트럼	공시험 크로마토그램
메칠이소 치아졸리논			

라. 참고문헌

1. 화장품 중 신규지정 살균·보존제, 자외선차단성분 분석법 확립과 소비자를 위한 화장품 컨텐츠 개발 연구, 화장품연구팀 (2009)

11. 메칠클로로이소치아졸리논과 메칠이소치아졸리논 혼합물

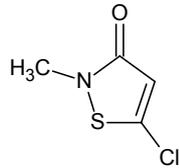
가. 성분개요

1) 메칠클로로이소치아졸리논 (Methylchloroisothiazolinone)

- 분자식 : C_4ClH_4NOS

- 분자량 : 149.59

- 구조식 :



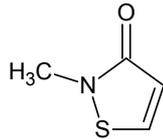
- CAS번호 : 26172-55-4

2) 메칠이소치아졸리논 (Methylisothiazolinone)

- 분자식 : C_4H_5NOS

- 분자량 : 115.15

- 구조식 :



- CAS번호 : 2682-20-4

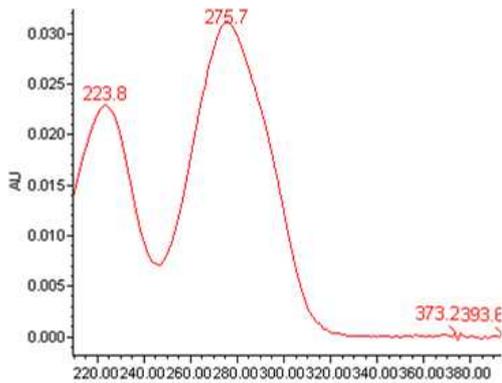
3) 사용 한도

- 0.0015 % (메칠클로로이소치아졸리논 : 메칠이소치아졸리논 = 3 : 1 혼합물로서)

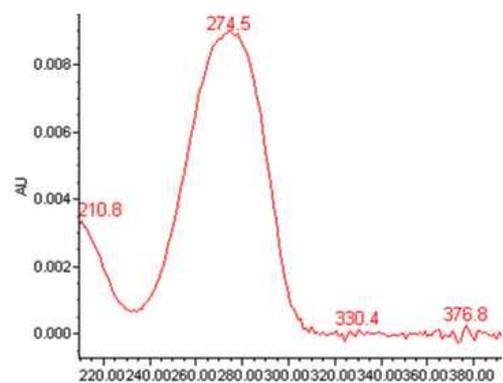
나. 시험방법

1) 확인시험

함량시험법에 따라 시험할 때 검액과 표준액의 주피크 유지시간은 같고, 자외가시부흡광도 측정법에 따라 시험할 때 자외가시부 흡수스펙트럼의 피크는 아래 그림과 같다.



메칠클로로이소치아졸리논의 자외부 흡수스펙트럼



메칠이소치아졸리논의 자외부 흡수스펙트럼

2) 함량시험

시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 메탄올을 적당량 넣어 60분간 초음파 진탕하여 추출하고 상온에서 식힌 다음 메탄올을 넣어 정확하게 10 mL로 하여 검액으로 한다.

따로 메칠클로로이소치아졸리논 및 메칠이소치아졸리논 표준품 약 10 mg을 정밀하게 달아 메탄올을 넣어 정확하게 100 mL로 하여 표준원액(100 mg/L)으로 한다. 표준원액 0.1 mL, 0.2 mL, 0.5 mL, 1.0 mL, 2.0 mL를 정확하게 취하여 메탄올로 정확하게 100 mL로 한 액을 표준액으로 한다.

검액 및 표준액 10 μ L씩을 가지고 다음의 조건으로 액체크로마토그래프법(HPLC법)에 따라 시험한다. 검량선의 y축에 검액의 피크 면적을 대입하여 검액의 농도를 구한다. 검량선에서 구한 검액의 농도에 검액의 최종부피를 곱하고 검체 채취량으로 나누어 메칠클로로이소치아졸리논 및 메칠이소치아졸리논의 함량을 산출한다. 따로 시료를 제외하고 검액과 동일하게 조작하여 공시험액으로 한다.

$$\text{메칠클로로이소치아졸리논(CMIT) 함량(\%)} = \frac{(C-B) \times V}{S \times 10000}$$

C : 검량선에서 계산된 검액 중 메칠클로로이소치아졸리논의 농도(μ g/mL)

B : 공시험액의 농도(μ g/mL)

V : 검액의 최종부피(mL)

S : 검체 채취량(g)

10000 : 단위 환산계수

$$\text{메칠이소치아졸리논(MIT) 함량(\%)} = \frac{(C-B) \times V}{S \times 10000}$$

C : 검량선에서 계산된 검액 중 메칠이소치아졸리논의 농도($\mu\text{g/mL}$)

B : 공시험액의 농도($\mu\text{g/mL}$)

V : 검액의 최종부피(mL)

S : 검체 채취량(g)

10000 : 단위 환산계수

< 조작조건 >

검출기 : 자외부흡광광도계(측정파장 275 nm)

칼 럼 : 안지름 약 4.6 mm, 길이 약 25 cm인 스테인레스강관에 5 μm 의 액체크로마토그래프용옥타데실실릴실리카겔을 충전한다.

유 속 : 0.8 mL/분

이동상 : 이동상 A 및 이동상 B를 가지고 다음과 같이 단계적 또는 농도기울기적으로 제어한다.

이동상 A - 0.1 % 인산완충액 · 아세트니트릴 혼합액 (95 : 5)

이동상 B - 0.1 % 인산완충액 · 아세트니트릴 혼합액 (5 : 95)

시간 (분)	이동상 A (%)	이동상 B (%)
0	100	0
8	100	0
15	20	80
20	20	80
25	100	0
30	100	0

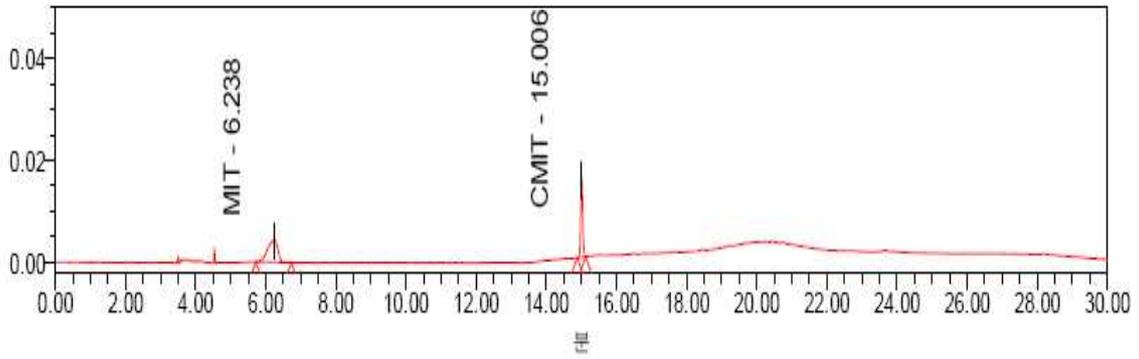
칼럼온도 : 30 $^{\circ}\text{C}$ 부근의 일정 온도

< 시스템적합성 >

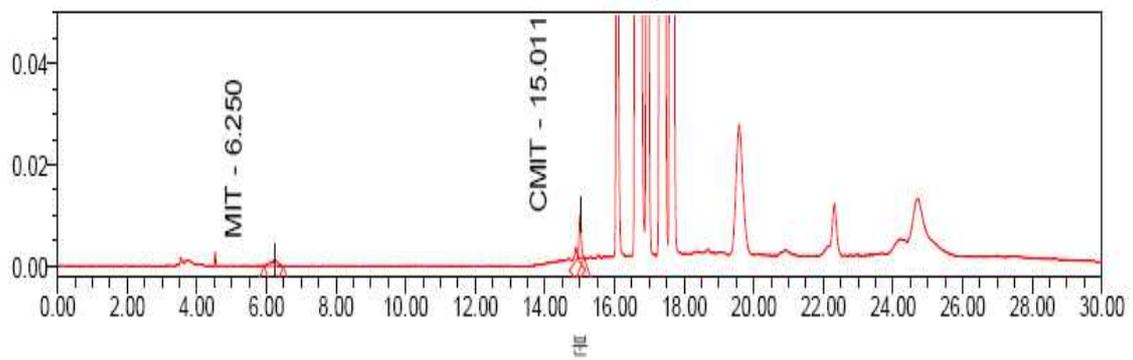
0.5 mg/L 표준액을 가지고 위의 조건으로 6회 반복 시험했을 때 메칠클로로이소치아졸리논·메칠이소치아졸리논 혼합물 피크면적의 상대표준편차는 0.8 % 이하이다.

다. 크로마토그램

1) 표준액 (CMIT : 메칠클로로이소치아졸리논, MIT : 메칠이소치아졸리논)



2) 검액 (CMIT : 메칠클로로이소치아졸리논, MIT : 메칠이소치아졸리논)



라. 참고문헌

1. 화장품 중 배합한도 성분 분석법 개발에 관한연구 - 자외선차단성분 및 살균보존성분, 용역연구개발과제(2012)

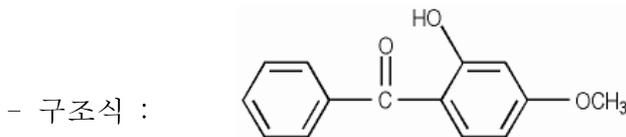
III. 자외선차단제

1. 벤조페논-3, 에칠헥실디메틸파바, 부틸메톡시디벤조일메탄, 에칠헥실메톡시신나메이트, 에칠헥실살리실레이트의 동시분석

가. 성분

1) 벤조페논-3 (Benzophenone-3)

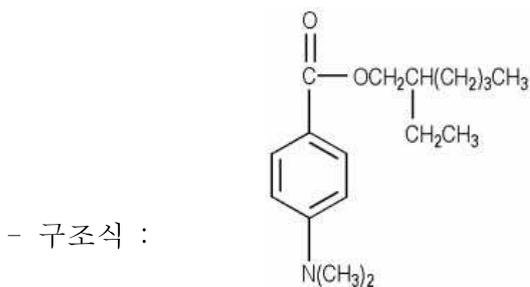
- 분자식 : $C_{14}H_{12}O_3$
- 분자량 : 228.25



- CAS 번호 : 131-57-7
- 배합한도 : 5%

2) 에칠헥실디메틸파바 (Ethylhexyl Dimethyl PABA)

- 분자식 : $C_{17}H_{27}NO_2$
- 분자량 : 277.41

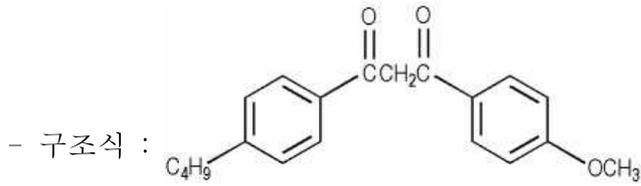


- CAS 번호 : 21245-02-3
- 배합한도 : 8%

3) 부틸메톡시디벤조일메탄 (Butyl Methoxydibenzoylmethane)

- 분자식 : $C_{20}H_{22}O_3$

- 분자량 : 310.39



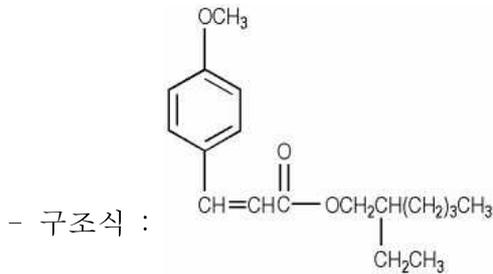
- CAS 번호 : 70356-09-1

- 배합한도 : 5%

4) 에칠헥실메톡시신나메이트 (Ethylhexyl Methoxycinnamate)

- 분자식 : $C_{18}H_{26}O_3$

- 분자량 : 180.20



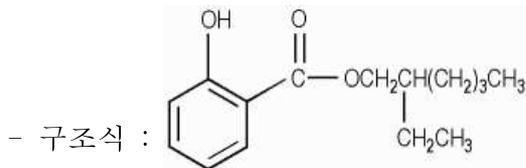
- CAS 번호 : 5466-77-3

- 배합한도 : 7.5%

5) 에칠헥실살리실레이트 (Ethylhexyl Salicylate)

- 분자식 : $C_{15}H_{22}O_3$

- 분자량 : 250.33



- CAS 번호 : 118-60-5

- 배합한도 : 5%

나. 시험방법

시료 약 1.0~3.0 g을 정밀하게 달아 메탄올 50 mL을 넣고 초음파진탕하여 검체를 충분

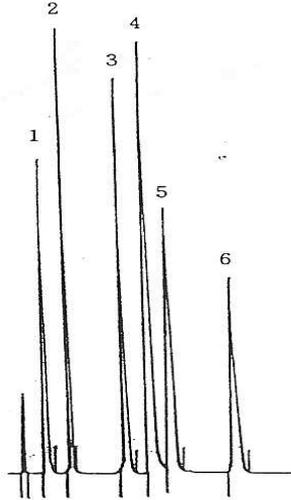
히 분산시킨 다음 메탄올을 넣어 정확하게 100 mL로 한 액 10 mL를 정확하게 취하여 내부표준액 5.0 mL 및 메탄올을 넣어 50 mL로 한다. 이 액에 규조토 1 g을 넣고 잘 혼합한 다음 냉동실에서 2시간 동안 가끔씩 저어주면서 방치한 다음 여과한 액을 검액으로 한다. 따로 벤조페논-3, 에칠헥실디메틸과바, 에칠헥실메톡시신나메이트 표준품을 약 25 mg씩, 부틸메톡시디벤조일메탄, 에칠헥실살리실레이트 표준품을 약 60 mg씩을 정밀하게 달아 THF를 넣어 녹여 50 mL로 하여 각각의 표준원액으로 한다. 따로 벤조페논-3 표준원액 3.0 mL, 에칠헥실디메틸과바 표준원액 5.0 mL, 부틸메톡시디벤조일메탄 표준원액 1.0 mL, 에칠헥실메톡시신나메이트 표준원액 6.0 mL 및 에칠헥실살리실레이트 표준원액 2.0 mL를 정확하게 취하고 여기에 내부표준액 5.0 mL를 정확하게 넣고 메탄올을 넣어 정확하게 50mL로 한다. 이 액에 규조토 1g을 넣고 잘 혼합한 다음 냉동실에서 2시간 동안 가끔씩 저어주면서 방치한 다음 여과한 액을 표준액으로 한다. 표준액과 검액을 가지고 다음 조작조건으로 기능성화장품 기준 및 시험방법 일반시험법의 액체크로마토그래프법의 내부표준법에 따라 시험한다. 필요한 경우 표준액의 검량선 범위내에서 검체 채취량 또는 희석 배수를 조정할 수 있다.

○ 내부표준액 : 안트라센 약 0.4 g을 정밀하게 달아 THF를 넣어 녹여 내부표준액으로 한다.

<조작조건>

검출기(파장)	자외부흡광광도계(313 nm)
칼럼	Nova-Pak C ₁₈ (3.9 × 150 mm)
이동상	THF : MeOH : Water (7:5:8)
유속	1.0 mL/min
주입량	10 μL

다. 크로마토그램



HPLC Chromatogram of standard solution

Peak 1 : 벤조페논-3, Peak 2 : 내부표준액, Peak 3 : 에칠헥실디메칠파바, Peak 4 : 부틸메톡시디벤조일메탄, Peak 5 : 에칠헥실메톡시신나메이트, Peak 6 : 에칠헥실살리실레이트

라. 참고문헌

1. 화장품의 특수성분에 관한 연구(VIII) - 화장품 중 자외선차단제의 분석법, 국립보건원보 제32권 제2호 443-455(1995)

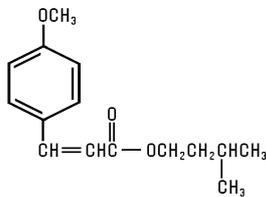
2. 이소아밀-p-메톡시신나메이트, 3-(4-메틸벤질리덴)캄파, 에칠헥실메톡시신나메이트, 부틸메톡시디벤조일메탄, 에칠헥실살리실레이트, 에칠헥실디메틸과바의 동시 분석

가. 성분

1) 이소아밀-p-메톡시신나메이트 (Isoamyl p-Methoxycinnamate)

- 분자식 : C₁₅H₂₀O₃

- 분자량 : 248.35



- 구조식 :

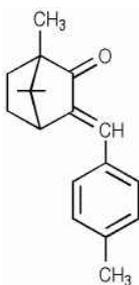
- CAS 번호 : 71617-10-2

- 배합한도 : 10%

2) 3-(4-메틸벤질리덴)캄파 (3-(4-Methylbenzylidene) Camphor)

- 분자식 : C₁₈H₂₂O

- 분자량 : 254.37



- 구조식 :

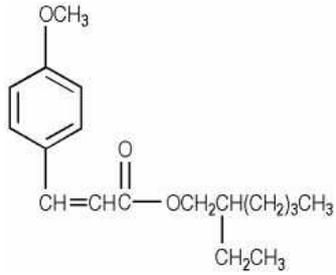
- CAS 번호 : 36861-47-9

- 배합한도 : 5%

3) 에칠헥실메톡시신나메이트 (Ethylhexyl Methoxycinnamate)

- 분자식 : C₁₈H₂₆O₃

- 분자량 : 180.20



- 구조식 :

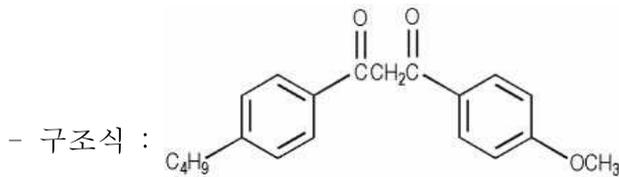
- CAS 번호 : 5466-77-3

- 배합한도 : 7.5%

4) 부틸메톡시디벤조일메탄 (Butyl Methoxydibenzoylmethane)

- 분자식 : C₂₀H₂₂O₃

- 분자량 : 310.39



- 구조식 :

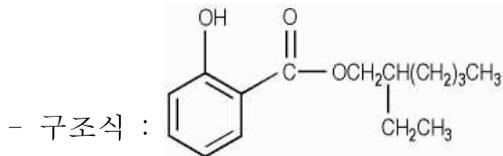
- CAS 번호 : 70356-09-1

- 배합한도 : 5%

5) 에틸헥실살리실레이트 (Ethylhexyl Salicylate)

- 분자식 : C₁₅H₂₂O₃

- 분자량 : 250.33



- 구조식 :

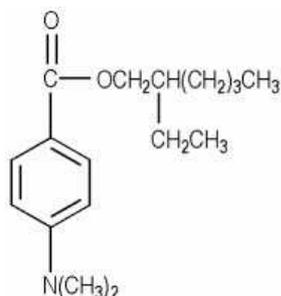
- CAS 번호 : 118-60-5

- 배합한도 : 5%

6) 에틸헥실디메틸파바 (Ethylhexyl Dimethyl PABA)

- 분자식 : C₁₇H₂₇NO₂

- 분자량 : 277.41



- 구조식 :

- CAS 번호 : 21245-02-3

- 배합한도 : 8%

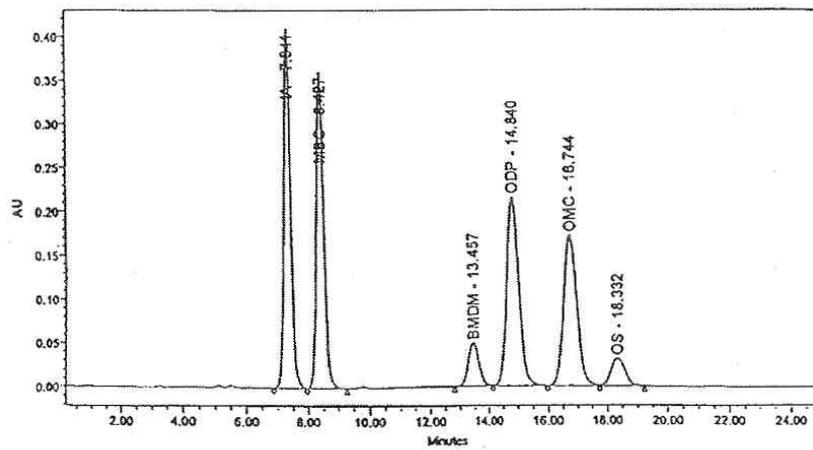
나. 시험방법

시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 메탄올 50 mL를 넣어 초음파 진탕하여 검체를 충분히 분산시킨 다음 메탄올을 넣어 녹여 100 mL로 한다. 이 액 10 mL를 정확하게 취하여 메탄올을 넣어 50 mL로 한 액을 여과하여 검액으로 한다. 따로 이소아밀-p-메톡시신나메이트, 3-(4-메틸벤질리덴)카복, 에칠헥실메톡시신나메이트, 부틸메톡시디벤조일메탄, 에칠헥실살리실레이트, 에칠헥실디메틸과바 표준품을 각각 100 mg 씩을 정밀하게 달아 메탄올을 넣어 녹여 100 mL로 한 액을 표준원액으로 한다. 각각의 표준원액 2.0 mL, 4.0 mL, 6.0 mL, 8.0 mL 및 10.0 mL를 정확하게 취하여 메탄올을 넣어 100 mL로 한 액을 표준액으로 한다. 표준액과 검액을 가지고 다음 조작조건으로 기능성화장품 기준 및 시험방법 일반시험법의 액체크로마토그래프법에 따라 시험한다. 필요한 경우 표준액의 검량선 범위내에서 검체 채취량 또는 희석배수를 조정할 수 있다.

<조작조건>

검출기(파장)	자외부흡광광도계(310 nm)
칼럼	Discovery C8 column (4.6 × 250 mm)
이동상	MeOH:Water:Acetic acid(70:25:5)
유속	1.3 mL/min
주입량	20 µL

다. 크로마토그램



HPLC Chromatogram of standard solution

IA : 이소아밀-p-메톡시신나메이트, MBC : 3-(4-메틸벤질리덴)카복, BMDM : 부틸메톡시디벤조일메탄, ODP : 에칠헥실디메칠과바 : OMC : 에칠헥실살리실레이트, OS : 에칠헥실살리실레이트

라. 참고문헌

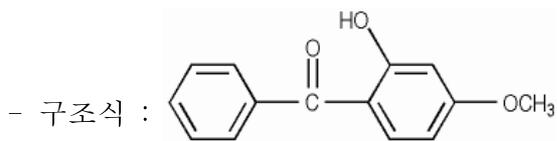
1. 의약품등의 제제평가에 관한 연구 -화장품중 살균·보존제에 관한 연구, 식품의약품안전청 연구보고서, 제5권, 159~166(2001)

3. 벤조페논-3, 벤조페논-4, 벤조페논-8 및 에칠헥실페톡시신나메이트의 동시분석

가. 성분

1) 벤조페논-3 (Benzophenone-3)

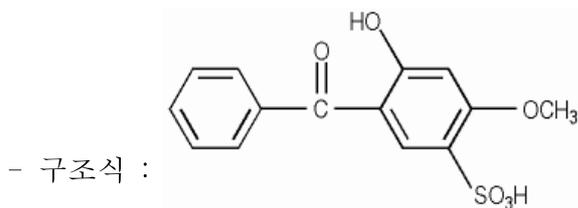
- 분자식 : $C_{14}H_{12}O_3$
- 분자량 : 228.25



- CAS 번호 : 131-57-7
- 배합한도 : 5%

2) 벤조페논-4 (Benzophenone-4)

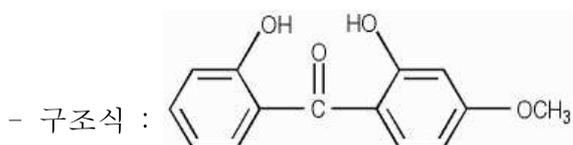
- 분자식 : $C_{14}H_{12}O_6S$
- 분자량 : 308.31



- CAS 번호 : 4065-45-6
- 배합한도 : 5%

3) 벤조페논-8 (Benzophenone-8)

- 분자식 : $C_{14}H_{12}O_4$
- 분자량 : 244.25

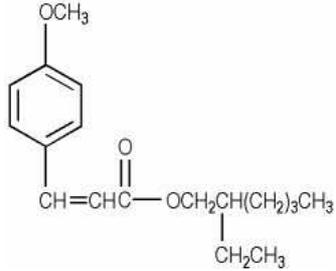


- CAS 번호 : 131-53-3
- 배합한도 : 3%

4) 에칠헥실메톡시신나메이트 (Ethylhexyl Methoxycinnamate)

- 분자식 : C₁₈H₂₆O₃

- 분자량 : 180.20



- CAS 번호 : 5466-77-3

- 배합한도 : 7.5%

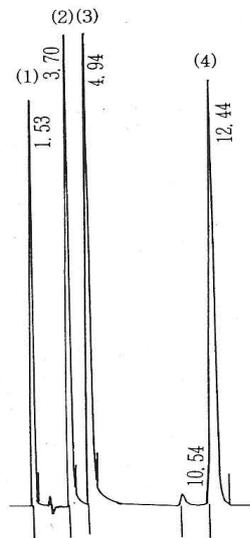
나. 시험방법

시료 약 5 g을 정밀하게 달아 83% 메탄올 50 mL을 넣고 초음파진탕하여 검체를 충분히 분산시킨 다음 83% 메탄올을 넣어 정확하게 100 mL로 한다. 이 액에 규조토 5 g을 넣고 잘 혼합한 다음 냉동실에서 약 3시간 동안 가끔씩 저어주면서 방치한 다음 여과한 액을 검액으로 한다. 따로 벤조페논-3, 벤조페논-4, 벤조페논-8 및 에칠헥실메톡시신나메이트 표준품 약 100 mg씩을 각각 정밀하게 달아 83% 메탄올을 넣어 100 mL로 한 액을 표준원액으로 한다. 벤조페논-4, 벤조페논-8 및 에칠헥실메톡시신나메이트 표준원액 각 2 mL씩, 벤조페논-3 표준원액 4 mL를 각각 정확하게 취하여 83% 메탄올을 넣어 정확하게 100 mL로 한 액에 규조토 5 g을 넣고 잘 혼합한 다음 냉동실에서 약 3시간 동안 가끔씩 저어주면서 방치한 다음 여과한 액을 표준액으로 한다. 표준액과 검액을 가지고 다음 조작조건으로 기능성화장품 기준 및 시험방법 일반시험법의 액체크로마토그래프법의 내부표준법에 따라 시험한다. 필요한 경우 표준액의 검량선 범위내에서 검체 채취량 또는 희석배수를 조정할 수 있다.

<조작조건>

검출기(과장)	자외부흡광광도계(313 nm)
칼럼	Zorbax C8
이동상	MeOH : Water (83:17)
유속	1.2 mL/min
주입량	20 µL

다. 크로마토그램



HPLC Chromatogram of standard solution

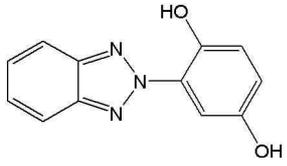
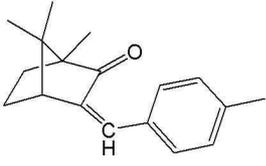
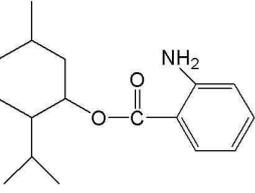
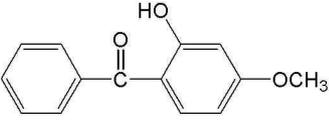
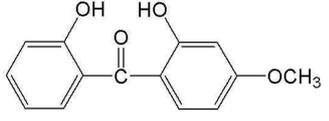
Peak 1 : 벤조페논-4, Peak 2 : 벤조페논-8, Peak 3 : 벤조페논-3, Peak 4 : 에칠헥실메톡시신나메이트

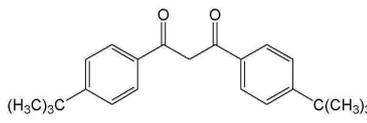
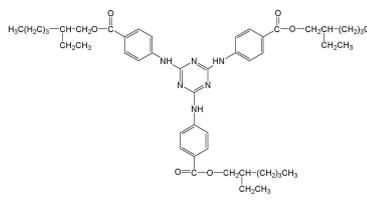
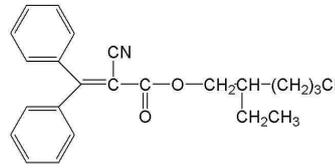
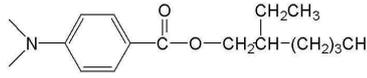
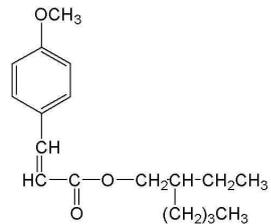
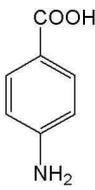
라. 참고문헌

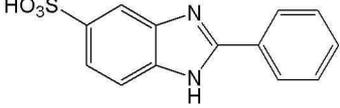
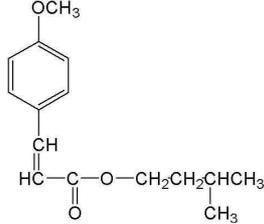
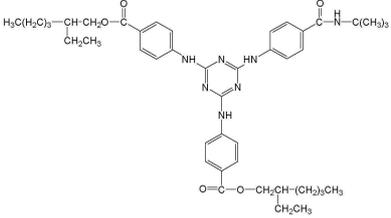
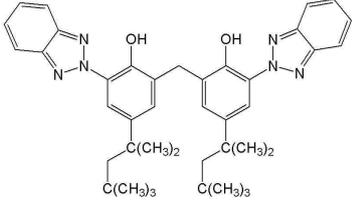
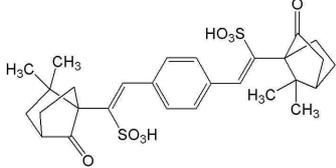
1. 화장품의 특수성분에 관한 연구(II) - 일소방지제중 자외선차단제의 분석법, 국립보건원보 제26권 제26호 397-408(1989)

4. 드로메트리졸, 4-메칠벤질리덴캄퍼, 멘틸안트라닐레이트, 벤조페논-3, 벤조페논-8, 부틸메톡시디벤조일메탄, 에칠헥실트리아존, 옥토크릴렌, 에칠헥실디메칠파바, 에칠헥실메톡시신나메이트, 파라아미노벤조익애씨드, 페닐벤즈이미다졸설포닉애씨드, 이소아밀p-메톡시신나메이트, 디에칠헥실부타미도트리아존, 메칠렌비스-벤조트리아졸일테트라메칠부틸페놀, 테레프탈릴리덴디캄퍼설포닉애씨드 분석

가. 성분개요

성분명/화학명	분자식	MW	CAS	구조
드로메트리졸/ 2-(2-hydroxy-5-methylphenyl) benzotriazol	C ₁₃ H ₁₁ N ₃ O	225.25	2440-22-4	
4-메칠벤질리덴캄퍼/ 3-(4-Methylbenzylidene) camphor	C ₁₈ H ₂₂ N	254.37	36861-47-9	
멘틸안트라닐레이트/ Menthyl anthranilate	C ₁₇ H ₂₅ NO ₂	275.40	134-09-8	
벤조페논-3/ 2-Hydroxy-4-methoxybenzoph enone	C ₁₄ H ₁₂ O ₃	228.25	205.031-5	
벤조페논-8/ 2,2'-Dihydroxy-4-methoxy benzophenone	C ₁₄ H ₁₂ O ₄	244.24	131-53-3	

성분명/화학명	분자식	MW	CAS	구조
부틸메톡시디벤조일메탄/ 1-(p-t-Butylphenyl)-3-(p-met hoxyphenyl)-1,3-propanedione	$C_{20}H_{22}O_3$	310.38	70356-09-1	
에칠헥실트리아존/ Ethylhexyltriazone	$C_{48}H_{66}N_6O_6$	823.07	88122-99-0	
옥토크릴렌/ 2-Ethylhexyl 2-cyano-3,3-diphenylacrylate	$C_{24}H_{27}NO_2$	361.48	6197-30-4	
에칠헥실디메칠파바/ 2-Ethylhexyl 4-(dimethylamino)benzoate	$C_{17}H_{27}NO_2$	277.40	21245-02-3	
에칠헥실메톡시신나메이트/ 2-Ethylhexyl trans-4-methoxycinnamate	$C_{18}H_{26}O_3$	290.40	5466-77-3	
파라아미노벤조익애씨드/ 4-Aminobenzoic acid	$C_7H_7NO_2$	137.14	150-13-0	

성분명/화학명	분자식	MW	CAS	구조
페닐벤즈이미다졸설포닉 애씨드/ 2-Phenylbenzimidazole-5-sulfonic acid	$C_{13}H_{10}N_2O_3S$	274.29	27503-81-7	
이소아밀 p-메톡시신나메이트/ isoamyl p-methoxycinnamate	$C_{15}H_{20}O_3$	248.32	71617-10-2	
디에틸헥실부타미도트리아존/ Diethylhexyl butamidotriazone	$C_{44}H_{59}N_7O_5$	765.98	154702-15-5	
메칠렌비스-벤조트리아졸릴테트라메틸부틸페놀/ Methylene bis-benzotriazolyl tetramethylbutyl phenol	$C_{41}H_{50}N_6O_2$	658.88	103597-45-1	
테레프탈릴리덴디캄퍼설포닉애씨드/ Terephthalylidene dicamphor sulfonic acid	$C_{28}H_{34}O_8S_2$	562.69	92761-26-7 (90457-82-2)	

나. 시험방법

시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 메탄올에 희석하여 검액으로 한다. 따로 4-메칠벤질리텐 캄퍼, 멘틸안트라닐레이트, 벤조페논-3, 벤조페논-8, 부틸메톡시디벤조일메탄, 옥토크릴렌, 에칠헥실디메칠파바, 에칠헥실메톡시신나메이트, 파라아미노벤조익애씨드, 이소아밀p-메톡시신나메이트, 디에칠헥실부타미도트리아존, 테레프탈릴리텐디캄퍼설포닉애씨드의 표준품 각 100 mg을 정밀하게 달아 메탄올에 녹여 10000 ppm으로 만들고, 에칠헥실트리아존 표준품 약 100 mg을 정밀하게 달아 THF에 녹여 10000 ppm로 만든 후 각각 1 mL를 취하고 메탄올을 넣어 20 mL가 되게 하여 500 ppm 표준액으로 만들었다. 드로메트리졸 표준품 약 10 mg을 정밀히 달아 메탄올에, 페닐벤즈이미다졸설포닉애씨드 표준품 약 10 mg은 정밀히 달아 메탄올·물·초산 혼합액(50:44:6)에, 메칠렌비스-벤조트리아졸릴테트라 메칠부틸페놀 표준품 약 10 mg은 정밀하게 달아 THF에 녹여 각 1000 ppm으로 만들었다. 각 표준액 일정량을 취해 메탄올로 희석하여 1, 5, 10, 20, 30, 40, 50 ppm 농도로 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 각 10 µL씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법의 절대검량선법에 따라 시험한다.

<조작조건>

검출기 : 자외부흡광도계 (측정파장 300, 320, 360 nm)

칼 럼 : C18 (4.6 mm × 250 mm, 4.6 µm)

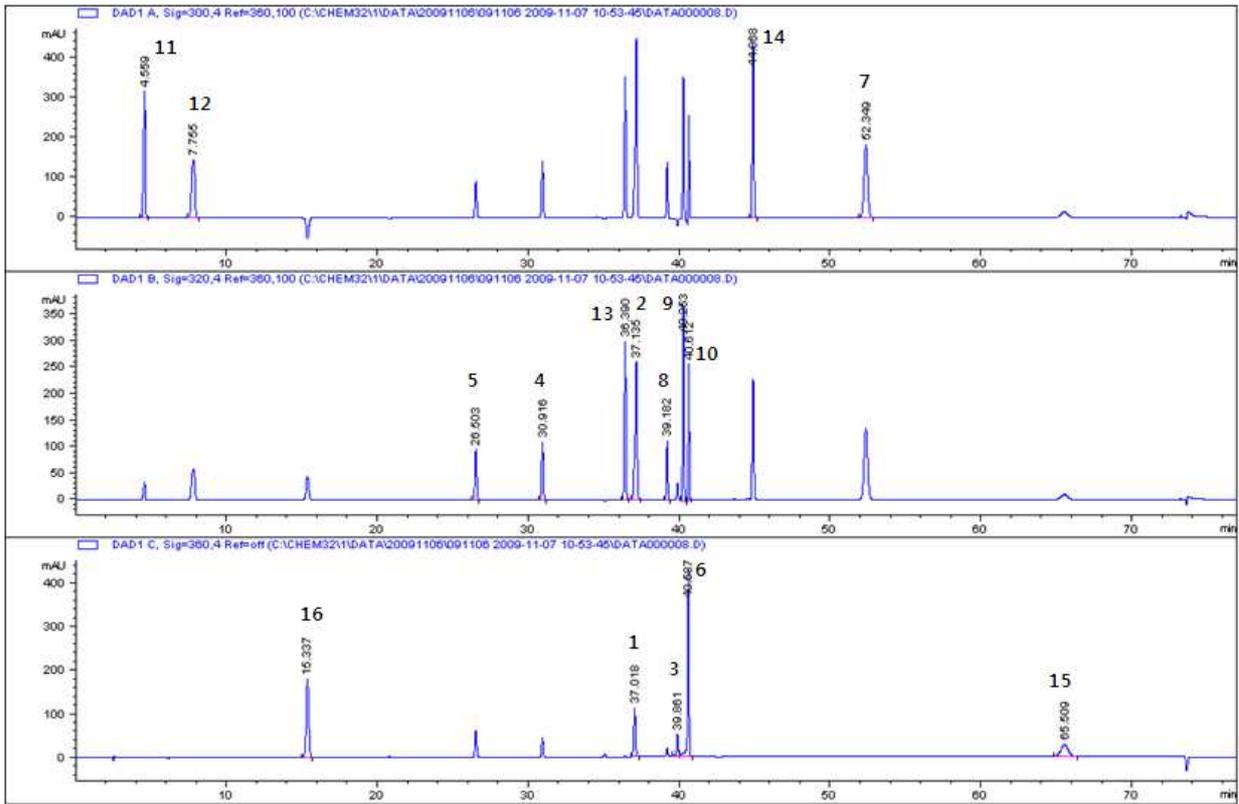
칼럼 온도 : 40 °C

이 동 상 :

시간(분)	용매 A (%): 메탄올*	용매 B (%): 0.01M 인산이수소나트륨	유속 (mL/min)
0	30	70	1.0
0 → 40	100	0	1.0
40.1	100	0	1.2
40.1 → 70	100	0	1.2
70.1	30	70	1.0
70.1 → 77	30	70	1.0

* 제품에 함유된 자외선차단성분의 종류에 따라 메탄올 함량을 조절하여 분석할 수 있다.

다. 크로마토그램



* 상: 300 nm, 중: 320 nm, 하: 360 nm

* 1:드로메트리졸, 2:4-메틸벤질리텐캠퍼, 3:멘틸안트라닐레이트, 4:벤조페논-3, 5:벤조페논-8, 6: 부틸메톡시디벤조일메탄, 7:에칠헥실트리아존, 8:옥토크릴렌, 9:에칠헥실디메칠과바, 10:에칠헥실메톡시신나메이트, 11:파라아미노벤조익애씨드, 12:페닐벤즈이미다졸설포닉 애씨드, 13:이소아밀p-메톡시신나메이트, 14:디에칠헥실부타미도트리아존, 15:메칠렌비스-벤조트리아졸릴테트라메칠부틸페놀, 16:테레프탈릴리텐디캠퍼설포닉애씨드

라. 참고문헌 :

1. A. Chisvert and A. Salvador: Determination of water-soluble UV-filters in sunscreen sprays by liquid chromatography, *J. Chromatogr. A*, 977(2): 277-80, 2002
2. D. J. Schakel, D. Kalsbeek and K. Boer: Determination of sixteen UV filters in sunscreen formulations by high-performance liquid chromatography, *J. Chromatogr. A*, 1049(1-2): 127-30, 2004
3. E. R. Kedor-Hackmann, M. L. De Lourdes Perez Gonzalez, A. K. Singh and M. I. Santoro: Validation of a HPLC method for simultaneous determination of five sunscreens in lotion preparation, *Int. J. Cosmet. Sci.*, 28(3): 219-24, 2006

4. L. Dencausse, A. Galland, J. L. Clamou and J. Basso: Validation of HPLC method for quantitative determination of Tinosorb S and three other sunscreens in a high protection cosmetic product, *Int. J. Cosmet. Sci.*, 30(5): 373-82, 2008
5. 의약품등의 제제평가에 관한연구(II): 화장품 중 살균·보존제에 관한 연구(2001년 연구사업)
6. 화장품 배합한도 지정 성분의 분석 - 자외선 차단용 화장품 중 자외선 차단제 함유량 분석(2003년 연구사업)
7. 자외선차단제의 동시분석법 개발(2007년 연구사업)

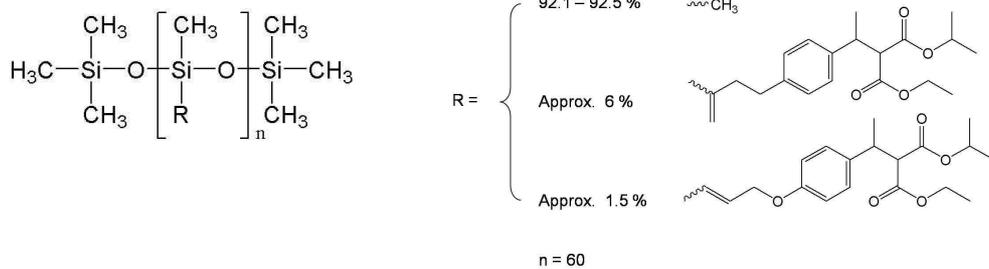
5. 폴리실리콘-15 분석

가. 성분개요

1) 폴리실리콘-15 (Polysilicone-15, Dimethicodiethylbenzal malonate)

- 분자량 : 평균 2550

- 구조식 :



- CAS번호 : -

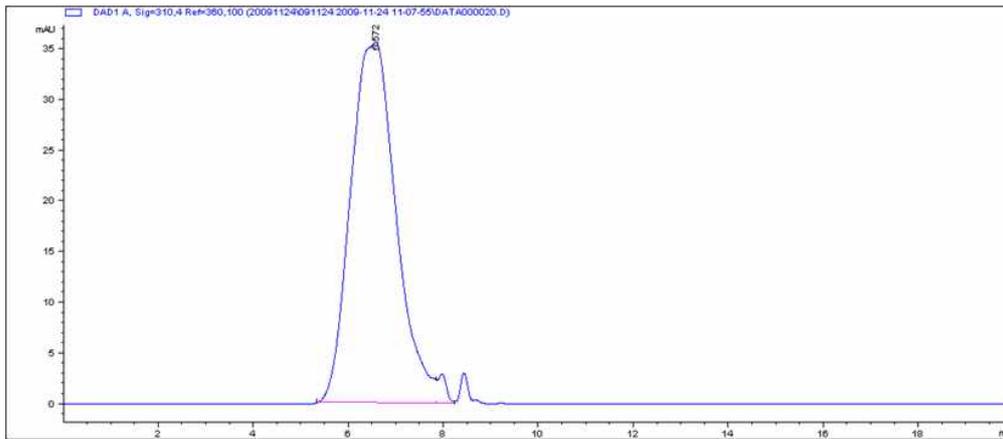
나. 시험방법

시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 검액 중 폴리실리콘-15 해당량으로 100 ppm 이 되도록 THF 에 녹여 검액으로 한다. 따로 폴리실리콘 표준품을 달아 THF에 녹여 100 ppm 이 되도록 THF 로 녹여 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 각 10 μL씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법에 따라 시험한다.

<조작조건>

검출기	자외부흡광광도계(측정파장 310 nm)
칼 럼	PLgel (7.5 mm × 300 mm, 5 μm)
칼럼온도	40 °C
이동상	THF
유속	1 mL/min

다. 크로마토그램



라. 참고문헌 :

1. D. J. Schakel, D. Kalsbeek and K. Boer: Determination of sixteen UV filters in sun care formulations by high-performance liquid chromatography, *J. Chromatogr. A*, 1049(1-2): 127-30, 2004
2. E. R. Kedor-Hackmann, M. L. De Lourdes Perez Gonzalez, A. K. Singh and M. I. Santoro: Validation of a HPLC method for simultaneous determination of five sunscreens in lotion preparation, *Int. J. Cosmet. Sci.*, 28(3): 219-24, 2006
3. L. Dencausse, A. Galland, J. L. Clamou and J. Basso: Validation of HPLC method for quantitative determination of Tinosorb S and three other sunscreens in a high protection cosmetic product, *Int. J. Cosmet. Sci.*, 30(5): 373-82, 2008
4. 자외선차단제의 동시분석법 개발(2007년 연구사업)

6. 티타늄디옥사이드 및 징크옥사이드의 동시분석

가. 성분개요

1) 티타늄디옥사이드 (Titanium Dioxide)

- 분자식 : TiO_2
- 분자량 : 79.88
- CAS번호 : 13463-67-7
- 사용한도 : 25 %

2) 징크옥사이드 (Zinc Oxide)

- 분자식 : ZnO
- 분자량 : 81.4
- CAS번호 : 1314-13-2
- 사용한도 : 25 %

나. 시험방법

시료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 테플론 재질의 극초단파분해용 용기의 기벽에 닿지 않도록 조심하여 넣는다. 시료를 분해하기 위하여 질산 7 mL, 황산 2 mL 및 불화수소산 1 mL를 넣고 뚜껑을 닫은 다음 용기를 극초단파분해 장치에 장착하고 조작조건에 따라 무색~엷은 황색이 될 때까지 분해한다. 분해가 완료되면 상온에서 1시간 동안 방치한 후 마개를 열고 극초단파분해용 용기를 가열판(hot plate)에서 가열하여 불화수소산을 제거한다. 상온으로 식힌 다음 내용물을 넣고 물을 넣어 정확하게 500 mL로 하여 검액으로 한다. 따로 질산 7 mL, 황산 2 mL 및 불화수소산 1 mL를 가지고 검액과 동일하게 조작하여 공시험액으로 한다. 필요하면 검체를 분해하기 위하여 사용하는 산의 종류와 양, 극초단파분해 조건은 변경할 수 있다.

<조작조건>

최대파워 : 1,000 W

최고온도 : 220 °C

분해조건 : 0 °C ~ 120 °C (15분) → 120 °C (5분) → 220 °C (10분)

분해시간 : 45 분

티타늄(Ti) 및 아연(Zn) 표준원액(1000 µg/mL)을 희석시킨 질산(3→100)으로 희석하여 농도가 다른 3가지 이상의 검량선용 표준액을 만든다. 이 표준액은 1 mL 당 티타늄(Ti) 및 아연(Zn)이 5 µg~100 µg 농도범위에 포함되게 한다.

표준액 및 검액을 유도결합플라즈마분광기(ICP-AES)에 주입하고 티타늄 및 아연의 검량선으로 부터 검액 중의 티타늄 및 아연의 양을 산출한다.

<조작조건>

파장 : 티타늄 324.199 nm (간섭현상이 없는 범위에서 선택)

아연 202.551 nm (간섭현상이 없는 범위에서 선택)

플라즈마기체 : 아르곤(99.99 v/v% 이상)

다. TiO₂ 및 ZnO 함량 계산

위의 조건에서 얻어진 시험결과를 피크 면적법에 따라 정량한다. 검량선에서 얻어진 표준물질의 피크 면적을 y축으로, 표준물질의 농도를 x축으로 검량선을 작성하고 검액의 피크 면적을 y축에 대입하여 검액의 농도를 구한다.

검량선에서 구한 검액의 농도에 검액의 최종부피를 곱하고 검체 채취량으로 나눈 다음 환산계수 1.6680(TiO₂와 Ti 질량 비율)을 곱하여 티타늄디옥사이드의 함량을 산출하며 환산계수 1.2447(ZnO와 Zn 질량 비율)을 곱하여 징크옥사이드의 함량을 산출한다.

$$\text{TiO}_2 \text{ 함량}(\%) = \frac{(C-B) \times 1.6680 \times V}{S \times 10000}$$

C : 검량선에서 계산된 검액 중 티타늄의 농도(µg/mL)

B : 공시험액의 농도(µg/mL)

V : 검액의 최종부피(mL)

S : 검체 채취량(g)

10000 : 단위 환산계수

$$\text{ZnO 함량}(\%) = \frac{(C-B) \times 1.2447 \times V}{S \times 10000}$$

C : 검량선에서 계산된 검액 중 아연의 농도($\mu\text{g/mL}$)

B : 공시험액의 농도($\mu\text{g/mL}$)

V : 검액의 최종부피(mL)

S : 검체 채취량(g)

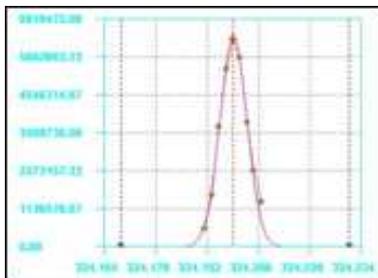
10000 : 단위 환산계수

< 주의사항 >

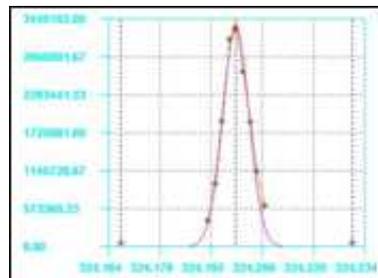
- 1) 극초단파 분해법은 습식 산분해법에 비해 전처리시간 단축, 외부오염 차단, 난분해성 시료의 분해용이 및 재현성 있는 결과 등의 이유로 일반적으로 많이 사용되는 전처리 법이지만 시료양의 한계, 산 종류의 선택 등에 대해 유의해야 한다.
- 2) 시료에 산을 가하고 바로 극초단파 분해를 할 경우 유기물이 분해되면서 발생한 가스로 인해 용액이 새어나올 수 있으므로 산을 가하고 최소 15분 이상 극초단파 분해 용 용기(vessel)의 뚜껑을 덮지 않고 방치한 다음 분해한다.
- 3) 극초단파 분해시 분해가 완료되면 상온으로 충분히 식힌 다음 여과 한다.
- 4) 만약 시료가 완전히 분해되지 않으면 산의 종류 및 극초단파 분해조건을 변경 한다.
- 5) 분해에 사용된 불화수소산은 유리 재질의 초자류 및 ICP 부품에 영향을 줄 수 있으므로 불화수소산을 제거한 후 여과 등의 과정을 진행 한다.
- 6) ICP-AES의 Ti 및 Zn의 측정과장은 각 제조사별 사용 장비에 따라 방해물질의 간섭이 없는 파장영역을 선택해서 측정하도록 한다.

< 측정 피크의 단일성 여부 확인 >

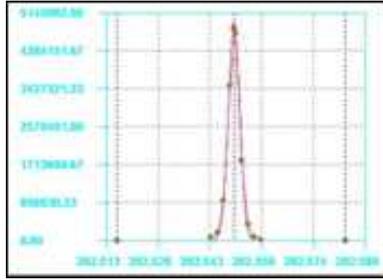
방해물질의 영향을 확인하기 위해 표준액과 검액의 ICP-AES 측정 피크의 스펙트럼 대해 비교·확인하는 것이 필요하다. 만약 방해물질이 있을 경우 용매추출법 등을 이용하여 방해물질을 제거하여야 한다.(스펙트럼 예시)



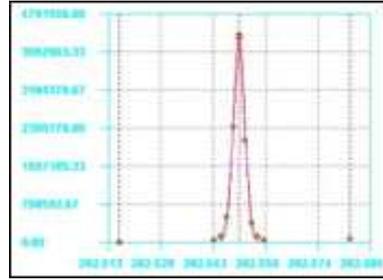
Ti 표준액의 스펙트럼



크림제형 시료의 Ti 스펙트럼



Zn 표준액의 스펙트럼



크림제형 시료의 Zn 스펙트럼

라. 참고문헌 : 화장품 중 배합한도 성분 분석법 개발에 관한연구 - 자외선
차단성분 및 살균보존성분, 용역연구개발과제(2012)

7. 드로메트리졸트리실록산

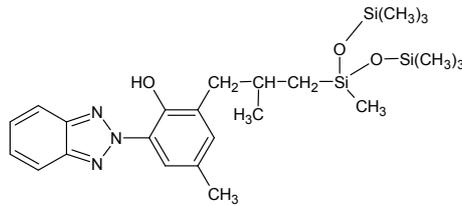
가. 성분 개요

1) 드로메트리졸트리실록산 (Drometrizole Trisiloxane)

- 분자식 : $C_{24}H_{39}N_3O_3Si_3$

- 분자량 : 501.85

- 구조식 :



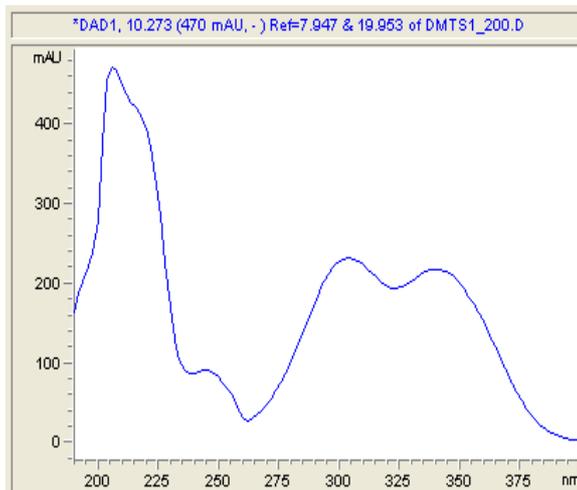
- CAS번호 : 155633-54-8

- 사용함도 : 15 %

나. 시험방법

1) 확인시험

함량시험법에 따라 시험할 때 검액과 표준액의 주피크 유지시간은 같고, 자외가시부흡광도 측정법에 따라 시험할 때 자외가시부 흡수스펙트럼의 피크는 아래 그림과 같다.



2) 함량시험

시료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 메탄올을 적당량 넣어 60분간 초음파 진탕하여 추출하고 상온에서 식힌 다음 메탄올을 넣어 정확하게 100 mL로 하여 검액으로 한다.

따로 표준품 약 100 mg을 정밀하게 달아 메탄올을 넣어 정확하게 100 mL로 한 액을 표준원액(1 mg/mL)으로 한다. 표준원액 1 mL, 2 mL, 5 mL, 10 mL, 20 mL를 정확하게 취하여 메탄올로 정확하게 100 mL로 한 액을 검량선용 표준액으로 한다.

검액 및 표준액 10 µL씩을 가지고 다음의 조건으로 액체크로마토그래프법(HPLC법)에 따라 시험한다. 검량선의 y축에 검액의 피크 면적을 대입하여 검액의 농도를 구한다. 검량선에서 구한 검액의 농도에 검액의 최종부피를 곱하고 검체 채취량으로 나누어 드로메트리졸트리실록산의 함량을 산출한다. 따로 시료를 제외하고 검액과 동일하게 조작하여 공시험액으로 한다.

$$\text{드로메트리졸트리실록산 함량(\%)} = \frac{(C-B) \times V}{S \times 10000}$$

C : 검량선에서 계산된 검액 중 드로메트리졸트리실록산의 농도(µg/mL)

B : 공시험액의 농도(µg/mL)

V : 검액의 최종부피(mL)

S : 검체 채취량(g)

10000 : 단위 환산계수

< 조작조건 >

검출기 : 자외부흡광광도계(측정파장 305 nm)

칼 럼 : 안지름 약 4.6 mm, 길이 약 25 cm인 스테인레스강관에 5 µm의 액체크로마토그래프용옥타데실실릴실리카겔을 충전한다.

유 속 : 1.0 mL/분

이동상 : 메탄올

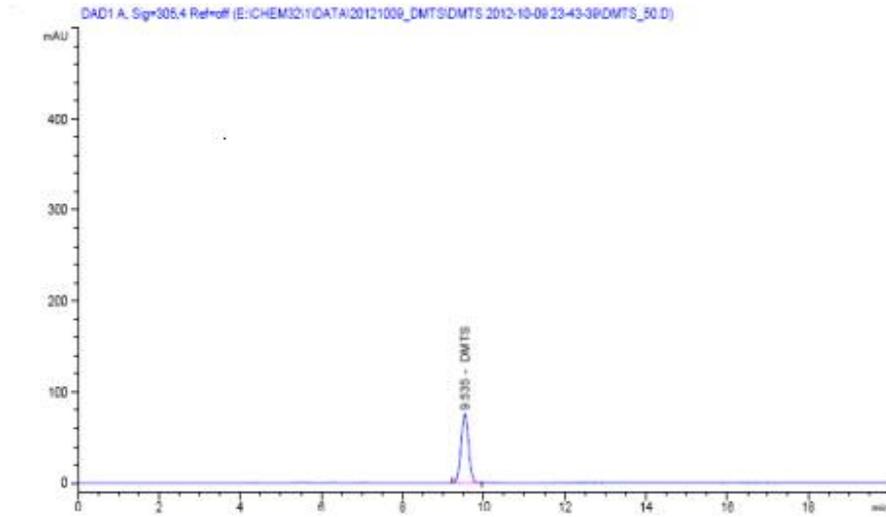
칼럼온도 : 30 °C 부근의 일정 온도

< 시스템적합성 >

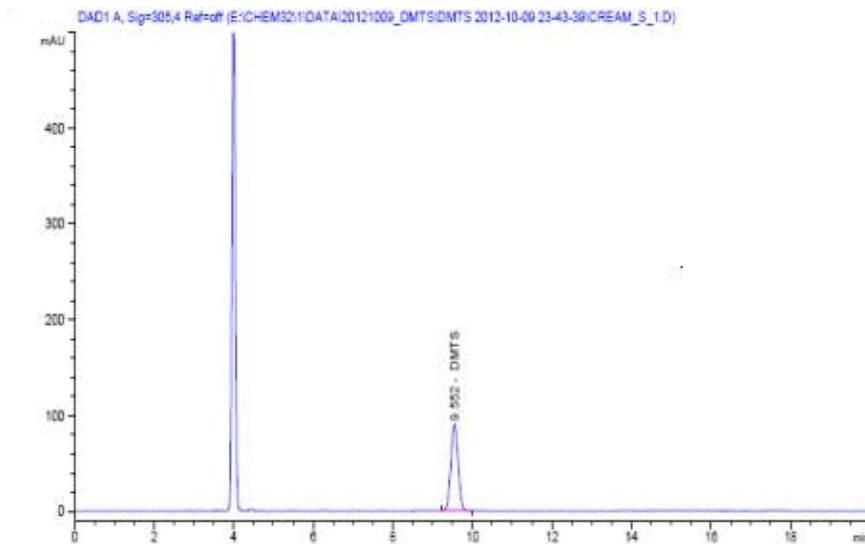
50 mg/L 표준액을 가지고 위의 조건으로 6회 반복 시험했을 때 드로메트리졸트리실록산의 피크면적의 상대표준편차는 0.5 % 이하이다.

다. 크로마토그램

1) 표준액



2) 검액



라. 참고문헌

화장품 중 배합한도 성분 분석법 개발에 관한연구 - 자외선차단성분 및 살균보존성분, 용역연구개발과제(2012)

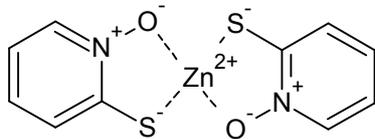
VI. 기타

1. 징크피리치온

가. 성분개요

1) 징크피리치온 (Zinc Pyrithione)

- 분자식 : $C_{10}H_8N_2O_2S_2Zn$
- 분자량 : 317.7
- 구조식 :



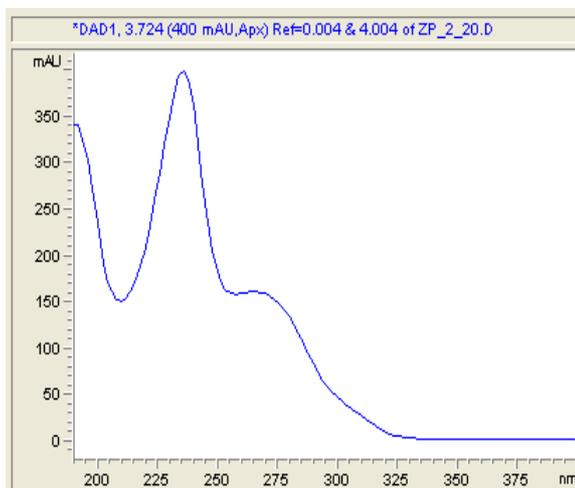
- CAS번호 : 113463-41-7
- 사용한도 : 0.5 % (사용 후 씻어내는 제품)

총 징크피리치온으로 1.0 % (비듬 및 가려움을 덜어주고 씻어내는 제품)

나. 시험방법

1) 확인시험

함량시험법에 따라 시험할 때 검액과 표준액의 주 피크 유지시간은 같고, 자외가시부흡광도 측정법에 따라 시험할 때 자외가시부 흡수스펙트럼의 피크는 아래 그림과 같다.



2) 함량시험

시료 약 0.1 g을 정밀하게 달아 디메틸설폭사이드(DMSO)를 적당량을 넣어 60분간 초음파 진탕 추출하고 DMSO를 넣어 정확하게 10 mL로 한다. 이 용액 1 mL, 0.3 M EDTA 용액¹⁾ 1 mL와 0.1 % DPDS 용액²⁾ 1 mL를 각각 넣은 다음 물을 넣어 정확하게 10 mL로 한다. 상온에서 1시간 동안 반응시킨 액을 검액으로 한다.

따로 표준품 약 100 mg을 정밀하게 달아 DMSO를 넣어 정확하게 100 mL로 한 액을 표준원액(1000 mg/L)으로 한다. 표준원액 0.5 mL, 1 mL, 5 mL, 10 mL 및 20 mL를 정확하게 취하여 DMSO로 정확하게 100 mL로 한 액을 1차 표준액으로 한다. 1차 표준액을 각각 1 mL, 0.3 M EDTA 용액 1 mL 및 0.1 % DPDS 용액 1 mL를 넣은 다음 물을 넣어 정확하게 10 mL로 한다. 상온에서 1시간 동안 반응시킨 액을 검액으로 한다.

검액 및 표준액 10 µL씩을 가지고 다음의 조건으로 액체크로마토그래프법(HPLC법)에 따라 시험한다. 검량선의 y축에 검액의 피크 면적을 대입하여 검액의 농도를 구한다. 검량선에서 구한 검액의 농도에 검액의 최종부피를 곱하고 검체 채취량으로 나누어 징크피리치온의 함량을 산출한다. 따로 시료를 제외하고 검액과 동일하게 조작하여 공시험액으로 한다.

$$\text{징크피리치온 함량(\%)} = \frac{(C-B) \times V}{S \times 10000}$$

C : 검량선에서 계산된 검액 중 징크피리치온의 농도(µg/mL)

B : 공시험액의 농도(µg/mL)

V : 검액의 최종부피(mL)

S : 검체 채취량(g)

10000 : 단위 환산계수

<주의사항>

징크피리치온의 검량선 작성시 표준액의 농도는 반응의 희석배수를 고려하여 제조농도의 1/10로 계산 한다.

< 조작조건 >

-
- 1) 0.3 M EDTA 용액 : 2Na-EDTA·2H₂O 11.1672 g을 취해 100 mL 용량플라스크에 넣고 증류수로 표선을 맞추고 투명해질 때까지 완전히 용해시킨다.
 - 2) 0.1 % DPDS(2,2'-Dipyridyl disulfide) 용액 : DPDS 0.1 g을 취해 100 mL 용량플라스크에 넣고 아세트니트릴(25 mL) 및 증류수(75 mL)를 넣은 후 초음파 진탕하여 완전히 용해시킨다.

검출기 : 자외부흡광광도계(측정파장 235 nm)

칼 럼 : 안지름 약 4.6 mm, 길이 약 25 cm인 스테인레스강관에 5 μ m의 액체크로마토그래프용옥타데실실릴실리카겔을 충전한다.

유 속 : 1.0 mL/분

이동상 : 아세토니트릴 · 물 혼합액 (40 : 60)

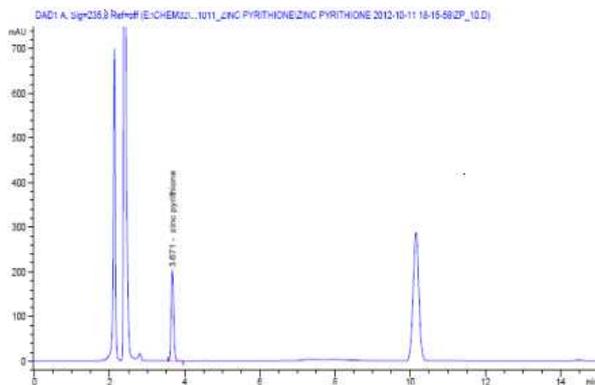
칼럼온도 : 30 $^{\circ}$ C 부근의 일정 온도

< 시스템적합성 >

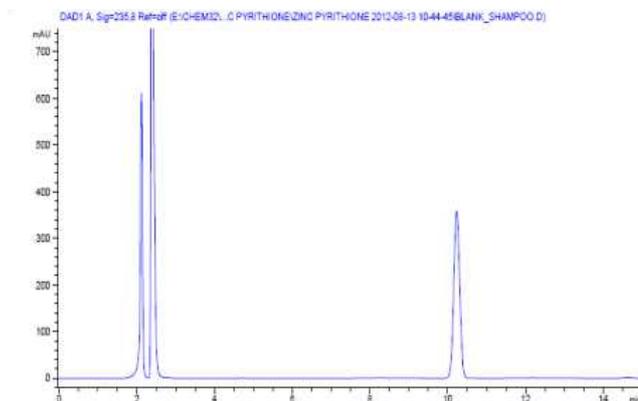
5.0 mg/L 표준액을 가지고 위의 시험조건에 따라 6회 반복 시험할 때 징크피리치온 피크면적의 상대표준편차는 0.3% 이하이다.

다. 크로마토그램

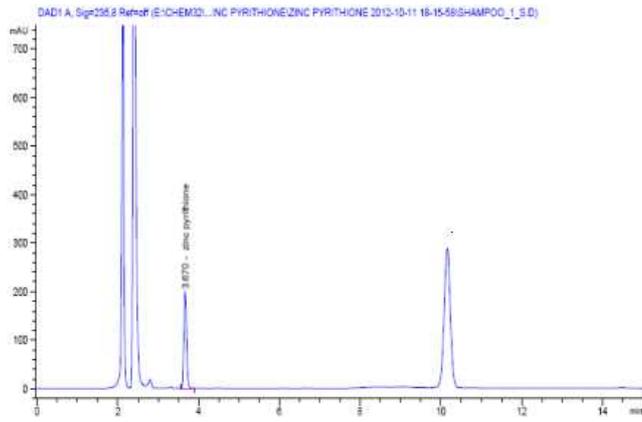
1) 표준액



2) 공시험액



3) 검역



라. 참고문헌

1. 화장품 중 배합한도 성분 분석법 개발에 관한연구 - 자외선차단성분 및 살균보존성분, 용역연구개발과제(2012)