

化粧品中Polysilicone-15之檢驗方法
Method of Test for Polysilicone-15 in Cosmetics

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中polysilicone-15之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以高效液相層析儀(high performance liquid chromatograph, HPLC)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 高效液相層析儀：
 - 2.1.1.1. 檢出器：光二極體陣列檢出器(photodiode array detector)。
 - 2.1.1.2. 層析管：Eclipse plus C18，5 μm ，內徑4.6 mm $\times$ 15 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。
 - 2.2. 試藥：異丙醇、四氫呋喃及乙腈均採用液相層析級；去離子水(比電阻於25°C可達18 M Ω ·cm以上)；polysilicone-15對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 容量瓶：10 mL。
 - 2.3.2. 濾膜：孔徑0.22 μm ，PVDF材質。
 - 2.4. 萃取溶液之調製：

取乙腈與四氫呋喃以1：4 (v/v)之比例混勻。
 - 2.5. 標準溶液之配製：

取polysilicone-15對照用標準品約50 mg，精確稱定，以萃取溶液溶解並定容至10 mL，作為標準原液。臨用時取適量標準原液，以萃取溶液稀釋至25~1000 $\mu\text{g/mL}$ ，供作標準溶液。
 - 2.6. 檢液之調製：

將檢體混勻，取約1 g，精確稱定，加入萃取溶液5 mL，以超音波振盪30分鐘，再以萃取溶液定容至10 mL，經濾膜過濾後，供作檢液。
 - 2.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各5 μL ，分別注入高效液相層析儀中，依下列條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及吸收圖譜比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中polysilicone-15之含量(%)：

$$\text{檢體中polysilicone-15之含量(\%)} = \frac{C \times V}{M} \times 10^{-4}$$

C：由標準曲線求得檢液中polysilicone-15之濃度($\mu\text{g/mL}$)
V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件^(註)：

光二極體陣列檢出器：定量波長312 nm。

層析管：Eclipse plus C18，5 μm，內徑4.6 mm × 15 cm。

移動相溶液：A液(去離子水)、B液(異丙醇)及C液(乙腈)以下列條件進行梯度分析。

時間(min)	A (%)	B (%)	C (%)
0 → 5	35 → 0	60 → 100	5 → 0
5 → 10	0 → 0	100 → 100	0 → 0
10 → 16	0 → 15	100 → 80	0 → 5
16 → 21	15 → 35	80 → 60	5 → 5
21 → 26	35 → 35	60 → 60	5 → 5

移動相流速：0.8 mL/min。

注入量：5 μL。

管柱溫度：25°C。

註：上述測定條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

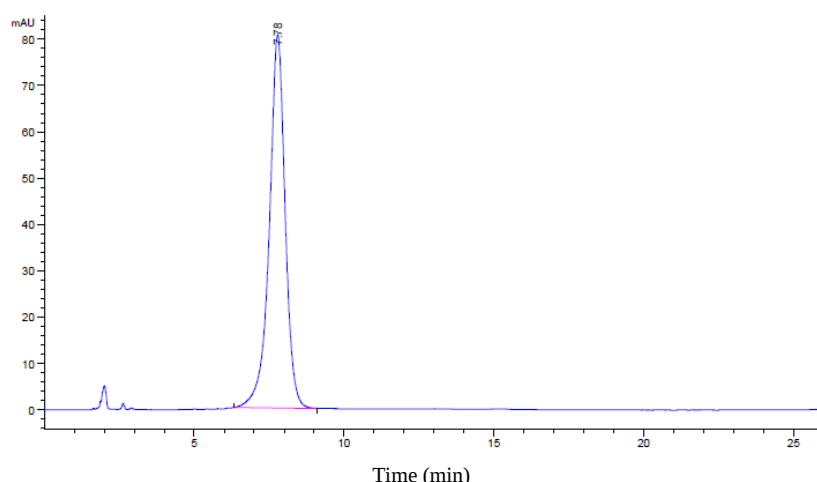
附註：1. 本檢驗方法之定量極限為0.025%。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

Scientific Committee on Consumer Safety. 2010. Opinion on polysilicone-15. [http://ec.europa.eu/health/scientific_committees/consumer_safety/index_en.htm.]

參考層析圖譜



圖、Polysilicone-15標準品之HPLC圖譜