

化粧品中Camphor Benzalkonium Methosulfate及Benzyldiene Camphor
Sulfonic Acid之檢驗方法

Method of Test for Camphor Benzalkonium Methosulfate and Benzyldiene
Camphor Sulfonic Acid in Cosmetics

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中防曬劑camphor benzalkonium methosulfate及benzyldiene camphor sulfonic acid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：CAPCELL CORE AQ HPLC，2.7 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：甲醇及乙腈均採用液相層析級；甲酸銨及甲酸均採用試藥級；去離子水(比電阻於25°C可達18 M Ω ·cm以上)；camphor benzalkonium methosulfate (CBM) 及 benzyldiene camphor sulfonic acid (BCSA)對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 容量瓶：10 mL及20 mL。
 - 2.3.2. 濾膜：孔徑0.45 μm ，PTFE材質。
 - 2.4. 移動相溶液之調製：
 - 2.4.1. 移動相溶液A：

稱取甲酸銨0.63 g，加入甲酸1 mL，以去離子水溶解使成1000 mL，經濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液A。
 - 2.4.2. 移動相溶液B：甲醇。
 - 2.5. 標準溶液之配製：

取CBM及BCSA對照用標準品各約10 mg，精確稱定，分別以甲醇溶解並定容至10 mL。臨用時取適量各標準原液混合，以甲醇稀釋至CBM 2~50 $\mu\text{g/mL}$ 及BCSA 1~50 $\mu\text{g/mL}$ ，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，加入甲醇5 mL，以超音波振盪30分鐘，再以甲醇定容至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CBM或BCSA之含量(%)：

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

C：由標準曲線求得檢液中CBM或BCSA之濃度(μg/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290 nm。

層析管：CAPCELL CORE AQ HPLC，2.7 μm，內徑4.6 mm × 15 cm。

層析管溫度：40°C。

移動相溶液：A液、B液以下列條件進行等梯度分析。

時間(min)	A (%)	B (%)
0.0 → 12.0	55	45

移動相流速：0.7 mL/min。

注入量：5 μL。

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。

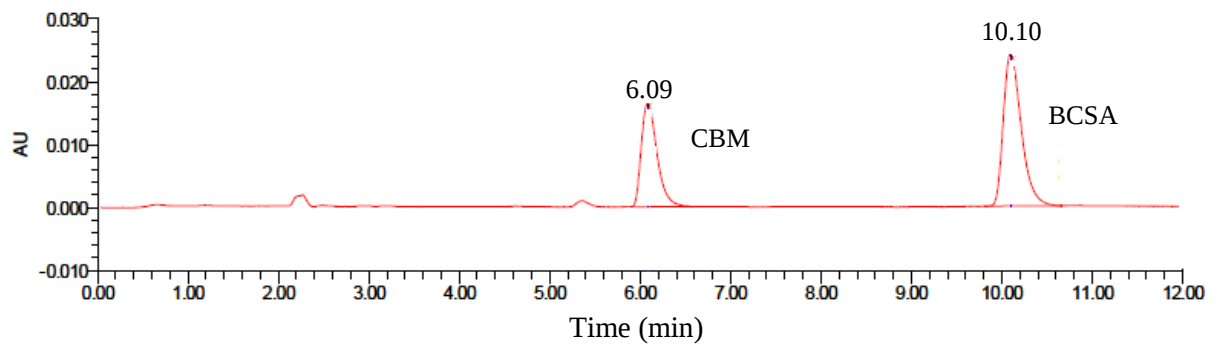
附註：1. 本檢驗方法之定量極限，camphor benzalkonium methosulfate為0.002%，benzylidene camphor sulfonic acid為0.001%。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

1. Wharton, M., Geary, M., O'Connor, N., Curtin, L. and Ketcher, K. 2015. Simultaneous liquid chromatographic determination of 10 ultra-violet filters in sunscreens. J. Chromatogr. Sci. 53: 1289-1295.
2. Kim, D., Kim, S., Kim, S. A., Choi, M., Kwon, K. J., Kim, M., Kim, D. S., Kim, S. H. and Choi, B. K. 2012. Simultaneous analysis and monitoring of 16 UV filters in cosmetics by high-performance liquid chromatography. J. Cosmet. Sci. 63: 103-117.

參考層析圖譜



圖、Camphor benzalkonium methosulfate及benzylidene camphor sulfonic acid
標準品之HPLC圖譜