

# 확장품 중 배합한도성분 분석법 가이드라인 개정

2010. 6

# 「화장품 중 배합한도성분 분석법 가이드라인」 중 개정

## I. 개정이유 및 주요내용

### 1. 개정이유

가. 「화장품원료지정에 관한 고시」에서 배합한도로 지정하여 관리하고 있는 성분은 살균·보존제 및 자외선 차단제로, 동 성분에 대한 분석법 확립을 통하여 국내 유통화장품의 안전성과 품질향상을 도모하고자 「화장품 중 배합한도성분 분석법 가이드라인」을 발간한 바 있습니다.

나. 이에 그치지 않고 보다 더 나은 우리나라 화장품의 안전성 확보 및 적정한 품질관리를 위하여 화장품 원료지정에 관한 규정(식품의약품안전청고시 제2009-52호)에 지정된 자외선차단성분 및 살균·보존제 성분의 분석법을 동 가이드라인에 추가하고자 합니다.

### 2. 주요내용

가. 살균·보존제 중 디클로로펜, 메칠이소치아졸리논의 분석법 추가.

나. 자외선차단성분 중 드로메트리졸, 4-메칠벤질리덴캠퍼, 멘틸안트라닐레이트, 벤조페논-3, 벤조페논-8, 부틸메톡시디벤조일메탄, 에칠헥실텐트리아존, 옥토크릴렌, 에칠헥실디메칠파바, 에칠헥실메톡시신나메이트, 파라아미노벤조익애씨드, 페닐벤즈이미다졸설포닉애씨드, 이소아밀p-메톡시신나메이트, 디에칠헥실부타미도트리아존, 메칠렌비스-벤조트리아졸일테트라메칠부틸페놀, 테레프탈릴리덴디캠퍼설포닉애씨드의 분석법 및 폴리실리콘-15(디메치코디에칠벤잘말로네이트) 분석법 추가.

## 「화장품 중 배합한도 성분 분석법 가이드라인」 중 개정

「화장품 중 배합한도 성분 분석법 가이드라인」 중 다음과 같이 개정한다.

II. 살균·보존제 중 9. 디클로로펜[Dichlorophen(e)], 10. 메칠이소치아졸리논(Methylisothiazolinone)을 신설한다.

III. 자외선차단제 중 4. 드로메트리졸, 4-메칠벤질리덴캄퍼, 멘틸안트라닐레이트, 벤조페논-3, 벤조페논-8, 부틸메톡시디벤조일메탄, 에칠헥실트리아존, 옥토크릴렌, 에칠헥실디메칠파바, 에칠헥실메톡시신나메이트, 파라아미노벤조익애씨드, 페닐벤즈이미다졸설포닉애씨드, 이소아밀p-메톡시신나메이트, 디에칠헥실부타미도트리아존, 메칠렌비스-벤조트리아졸일테트라메칠부틸페놀, 테레프탈릴리덴디캄퍼설포닉애씨드, 5. 폴리실리콘-15(디메치코디에칠벤잘말로네이트)를 신설한다.

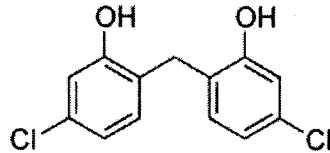
## II. 살균·보존제

### 9. 디클로로펜

#### 가. 성분개요

##### 1) 디클로로펜 [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 디클로로펜 표준품 약 20.0 mg 정밀하게 달아 메탄올에 녹여 1000 ppm(1000  $\mu$ 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  $\mu$ L 씩을 가지고 다음 조작조건으로 액체 크로마토그래프 절대검량선법에 따라 시험한다.

#### <조작조건>

검출기(파장)	자외부흡광광도계 220 nm
칼럼	Waters, Atlantis dC 18(5 $\mu$ m, 4.6 x 250 mm)
이동상	메탄올:희석한 30% 암모니아수(0.5→61)혼합액(48 : 52)
유속	1.3 mL/min
주입량	10 $\mu$ L

다. 크로마토그램

성분	크로마토그램	흡수 스펙트럼	공시험 크로마토그램
디클로로메탄			

라. 참고문헌

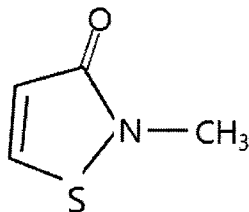
1. 화장품 중 신규지정 살균·보존제, 자외선차단성분 분석법 확립과 소비자를 위한 화장품 컨텐츠 개발 연구, 화장품연구팀 (2009)

## 10. 메칠이소치아졸리논

### 가. 성분개요

#### 1) 메칠이소치아졸리논(Methylisothiazolinone)

- 분자식 :  $C_4H_5NOS$
- 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  $\mu$ g/mL)으로 만든 다음 표준액 일정량을 취하여 1, 5, 10, 20, 70, 100 ppm 농도로 한 것을 표준액으로 한다. 검액 및 표준액 약 10  $\mu$ L씩을 가지고 다음 조작조건으로 액체크로마토그래프 절대검량선법에 따라 시험한다.

#### <조작조건>

검출기(파장)	자외부흡광광도계 280 nm
칼럼	Xterra RP 18(5 $\mu$ m, 4.6 x 250 mm)
이동상	메탄올:0.07 mol/L 암모니아수혼합액(25:75)
유속	0.5 mL/min
주입량	10 $\mu$ L

다. 크로마토그램

성분	크로마토그램	흡수 스펙트럼	공시험 크로마토그램
메칠이소 치아졸리논			

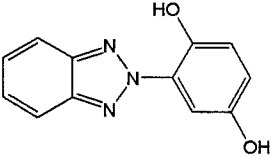
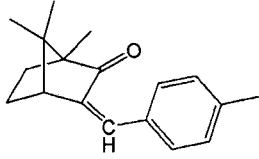
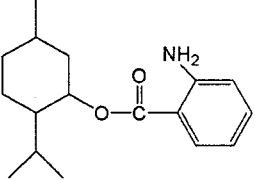
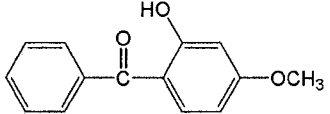
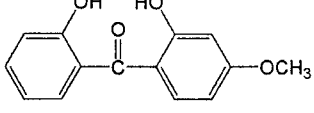
라. 참고문헌

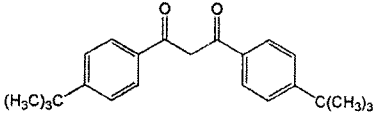
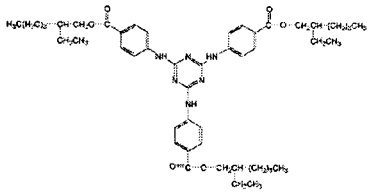
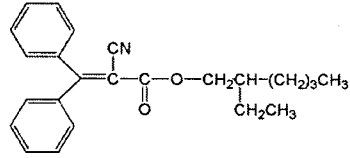
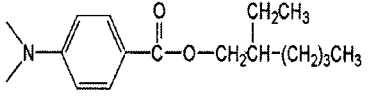
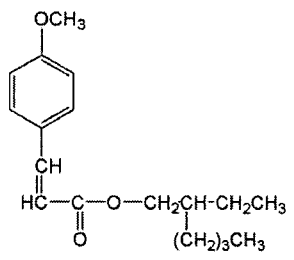
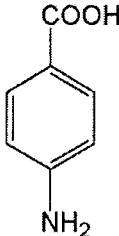
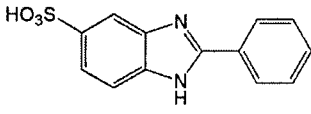
1. 화장품 중 신규지정 살균·보존제, 자외선차단성분 분석법 확립과 소비자를 위한 화장품 컨텐츠 개발 연구, 화장품연구팀 (2009)

### III. 자외선차단제

4. 드로메트리졸, 4-메칠벤질리덴캠퍼, 멘틸안트라닐레이트, 벤조페논-3, 벤조페논-8, 부틸메톡시디벤조일메탄, 에칠헥실텐트리아존, 옥토크릴렌, 에칠헥실디메칠파바, 에칠헥실메톡시신나메이트, 파라아미노벤조익애씨드, 페닐벤즈이미다졸설포닉애씨드, 이소아밀p-메톡시신나메이트, 디에칠헥실부타미도트리아존, 메칠렌비스-벤조트리아졸일테트라메칠부틸페놀, 테레프탈릴리덴디캠퍼설포닉애씨드의 동시분석

#### 가. 성분개요

성분명/화학명	분자식	분자량	CAS 번호	구조
드로메트리졸/ 2-(2-hydroxy-5-methylphenyl) benzotriazol	$C_{13}H_{11}N_3O$	225.25	2440-22-4	
4-메칠벤질리덴캠퍼/ 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-methoxy benzophenone	$C_{14}H_{12}O_3$	228.25	205.031-5	
벤조페논-8/ 2,2'-Dihydroxy-4-me thoxy benzophenone	$C_{14}H_{12}O_4$	244.24	131-53-3	

성분명/화학명	분자식	분자량	CAS 번호	구조
부틸메톡시디벤조일 메탄/ 1-(p-t-Butylphenyl)-3-(p-methoxyphenyl)-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	
에칠헥실메톡시신나 메이트/ 2-Ethylhexyl trans-4-methoxycinnamate	$C_{18}H_{26}O_3$	290.40	5466-77-3	
파라아미노벤조익애 씨드/ 4-Aminobenzoic acid	$C_7H_7NO_2$	137.14	150-13-0	
페닐벤즈이미다졸 포닉 애씨드/ 2-Phenylbenzimidazole-5-sulfonic acid	$C_{13}H_{10}N_2O_3$ S	274.29	27503-81-7	

성분명/화학명	분자식	분자량	CAS 번호	구조
이소아밀p-메톡시신 나메이트/ isoamyl p-methoxycinnamate	C <sub>15</sub> H <sub>20</sub> O <sub>3</sub>	248.32	71617-10 -2	
디에칠헥실부타미도 트리아존/ Diethylhexyl butamidotriazone	C <sub>44</sub> H <sub>59</sub> N <sub>7</sub> O <sub>5</sub>	765.98	154702-1 5-5	
메틸렌비스-벤조트 리아졸릴테트라메칠 부틸페놀/ Methylene bis-benzotriazolyl tetramethylbutyl phenol	C <sub>41</sub> H <sub>50</sub> N <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	658.88	103597-4 5-1	
테레프탈릴리덴디캠 퍼설포닉애씨드/ Terephthalylidene dicamphor sulfonic acid	C <sub>28</sub> H <sub>34</sub> O <sub>8</sub> S <sub>2</sub>	562.69	92761-26 -7 (90457-8 2-2)	

## 나. 시험방법

시료 약 1.0 g을 정밀하게 달아 메탄올에 희석하여 검액으로 한다. 따로 4-메칠벤질리덴캄퍼, 멘틸안트라닐레이트, 벤조페논-3, 벤조페논-8, 부틸메톡시디벤조일메탄, 옥토크릴렌, 에칠헥실디메칠파바, 에칠헥실메톡시신나메이트, 파라아미노벤조익애씨드, 이소아밀p-메톡시신나메이트, 디에칠헥실부타미도트리아존, 테레프탈릴리덴디캄퍼설포닉애씨의 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, 페닐벤즈이미다졸설포닉 애씨드 표준품 약 10 mg은 정밀히 달아 메탄올, 물, 아세트산혼합액(50:44:6)에, 메칠렌

비스-벤조트리아졸릴테트라메칠부틸페놀 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  $\mu$ L 씩을 가지고 다음 조건으로 액체크로마토그래프법의 절대검량선법에 따라 시험한다.

<조작조건>

검출기 : 자외부흡광광도계 (측정파장 300, 320, 360 nm)

칼 럼 : C18 (4.6 mm $\times$ 250 mm, 4.6  $\mu$ m)

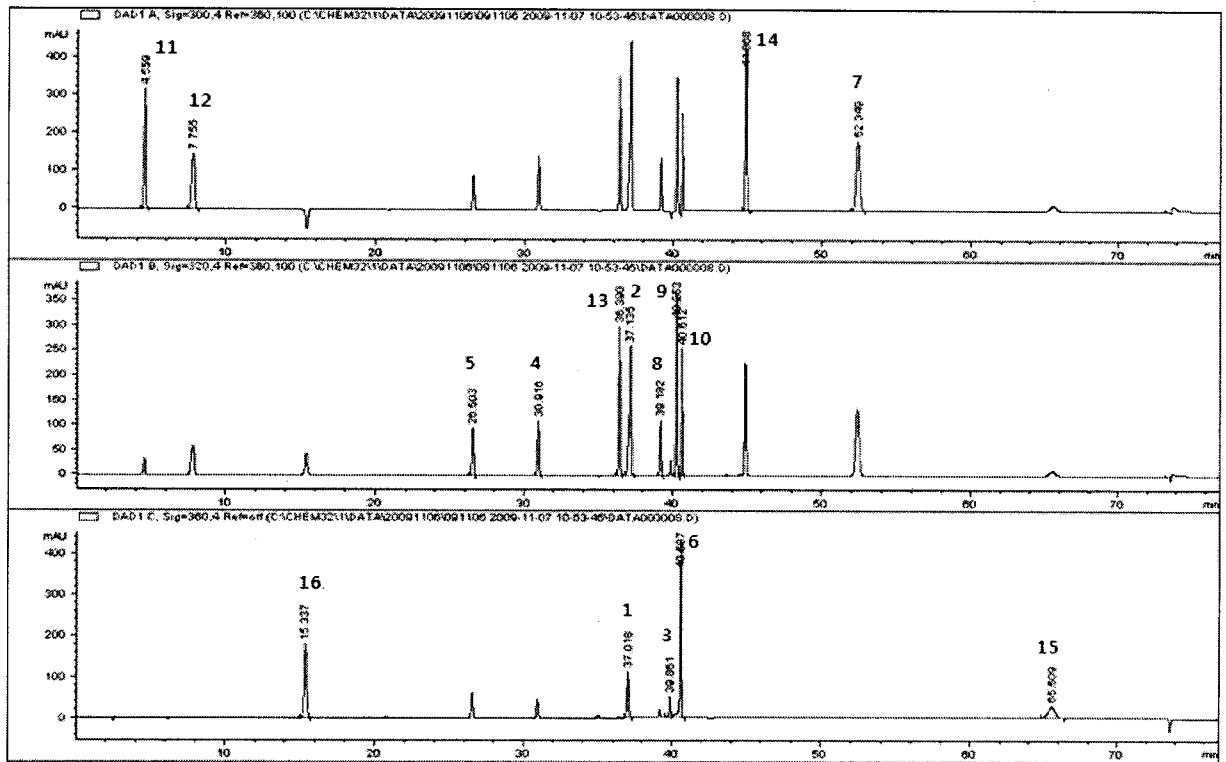
칼럼 온도 : 40  $^{\circ}$ C

이 동 상 :

시간(분)	용매 A (%) :		용매 B (%) :		유속 (mL/min)
	메탄올*		0.01M 인산이수소나트륨		
0	30		70		1.0
0 $\rightarrow$ 40	100		0		1.0
40.1	100		0		1.2
40.1 $\rightarrow$ 70	100		0		1.2
70.1	30		70		1.0
70.1 $\rightarrow$ 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-메틸벤질리덴캠퍼, 3:멘틸안트라닐레이트, 4:벤조페논-3, 5:벤조페논-8, 6: 부틸메톡시디벤조일메탄, 7:에칠헥실트리아존, 8:옥토크릴렌, 9:에칠헥실디메칠파바, 10:에칠헥실메톡시신나메이트, 11:파라아미노벤조익애씨드, 12:페닐벤즈이미다졸설포닉 애씨드, 13:이소아밀p-메톡시신나메이트, 14:디에칠헥실부타미도트리아존, 15:메칠렌비스-벤조트리아졸릴테트라메칠부틸페놀, 16:테레프탈릴리덴디캠퍼설포닉애씨드

## 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 suncare 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)

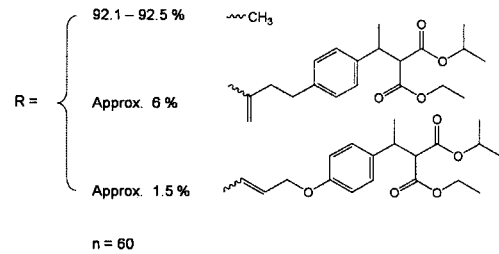
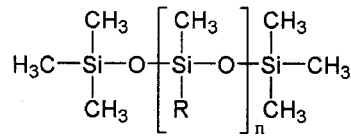
## 5. 폴리실리콘-15 (디메치코디에칠벤잘말로네이트)

### 가. 성분개요

1) 폴리실리콘-15 [Polysilicone-15 (Dimethicodiethylbenzal malonate)]

- 분자량 : 평균 2550

- 구조식 :



- CAS 번호 : 207574-74-1

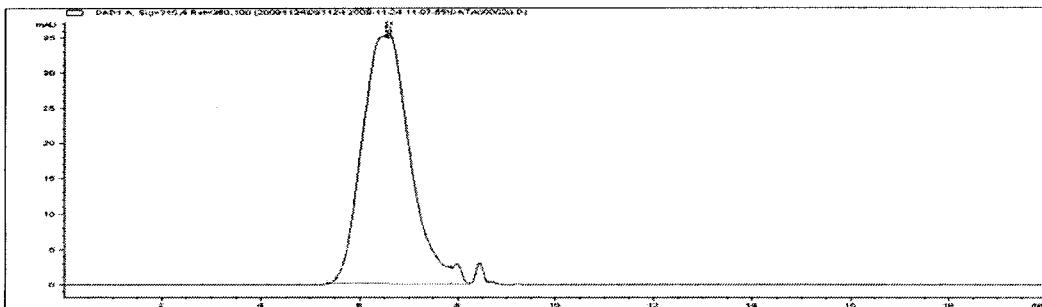
### 나. 시험방법

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)
칼럼	PLgel (7.5 mm×800 mm, 5 μm)
칼럼온도	40 °C
이동상	THF
유속	1 mL/min

### 다. 크로마토그램



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 suncare 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)