

# 超臨界流体逆抽出および マイクロAF4による日焼け止め中のナノ粒子分析

Dr. Florian Meier<sup>(a)</sup>, Roland Drexel<sup>(a)</sup>, Dr. Thorsten Klein<sup>(a)</sup> and the SMARTNANO Consortium<sup>(b)</sup>

<sup>(a)</sup>Postnova Analytics GmbH, <sup>(b)</sup>[www.smartnano.org](http://www.smartnano.org)

## 一般情報

ID0044

アプリケーション：ナノ粒子、化粧品

テクノロジー：mAF4-UV-MALS, ICP-MS

機器構成：AF2000 MT、PN3211 UV-Vis、PN3621 MALS、Agilent 7900 ICP-MS

キーワード：マイクロ非対称フローFFF、MALS、超臨界流体逆抽出、日焼け止め、酸化チタンナノ粒子

## はじめに

日焼け止めは構成成分が複雑であるため、ナノ粒子含有量の測定は非常に困難であり、危険な有機化学物質の利用を含むサンプル前処理ステップが必要です[1,2,3]。これは、超臨界流体逆抽出(I-SFE)と、UV-Vis および MALS(mAF4-UV-MALS)を接続したマイクロ非対称フローFFFによる、これらの欠点を克服する新しい分析方法についてのアプリケーションです[4,5]。このアプローチにより、日焼け止め中の酸化チタンナノ粒子の迅速かつ信頼性の高い分離とサイジングが可能になります。また、このような製品のナノ粒子評価に有望なツールとなります。

## 超臨界流体逆抽出を使用したサンプル前処理

超臨界流体抽出はコーヒー豆からカフェイン、及びハーブからエッセンシャルオイル等の抽出と言った、さまざまな産業プロセスに用いられています。日焼け止めサンプルの調製では、逆の形で使用し、超臨界二酸化炭素に対する日焼け止めマトリックス成分の高い溶解度を利用します。これにより、不溶性酸化チタンナノ粒子が残るため mAF4-UV-MALS による分析が可能となります(図 1)。

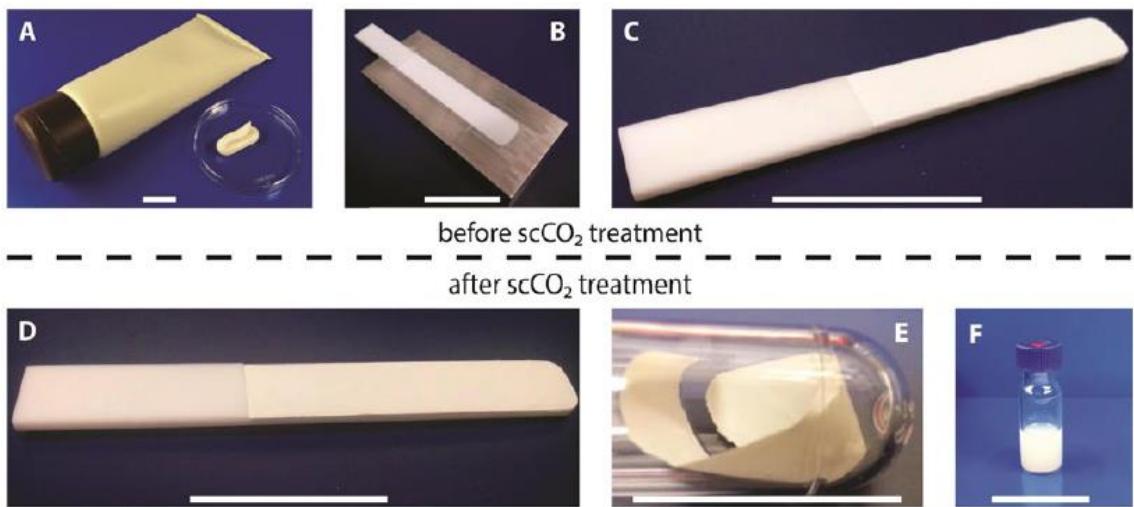


図1：サンプル前処理。 A：日焼け止め。 B + C：テフロンカートリッジへ日焼け止めを塗布

D + E：乾燥させた日焼け止め。 F：分析できる状態にした日焼け止め。 エルゼビア[4]の許可済

## マイクロAF4

マイクロ AF4 は、分析時間が短く、溶媒とサンプルの消費が少ない分離チャネルです [6,7]。 I-SFE と組み合わせることで、日焼け止め中のナノ粒子含有量の迅速な分析が可能になります。

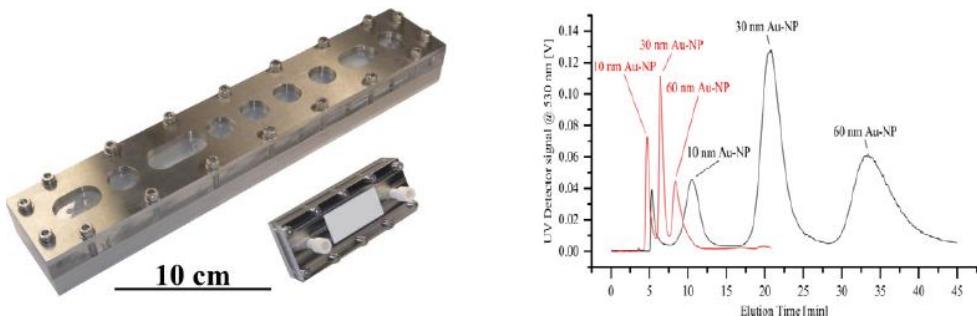


図2：写真（左）は、従来の分析AF4チャネルとmAF4チャネルの寸法を比較しています。 グラフ（右）は、金ナノ粒子の混合物（10 nm、30 nm、60 nm）に対して2つのチャネルを使用して得られたそれぞれの粒子サイズフラクトグラムを示しています。 ([6]の許可済）。

## mAF4-UV-MALSを使用した日焼け止めの分析

I-SFE、mAF4-UV-MALS分析で5つの異なる日焼け止めのナノ粒子含有量を測定しました。 ICP-MSにて検出されたナノ粒子状の酸化チタンは、それぞれの成分リストのナノラベルと一致し3つの日焼け止め（NiveaCream15、NiveaCream30およびGarnierCream30）で見つかりました。 MALSで測定された粒子サイズ分布は、3つのサンプルすべての慣性直径が 50 nm から約 450 nm の範囲の粒子サイズとなりました。 ナノラベル化されていない両方の日焼け止め（CoopCream50およびSherpaSpray30）では、ナノ粒子は検出されませんでした（図3）。

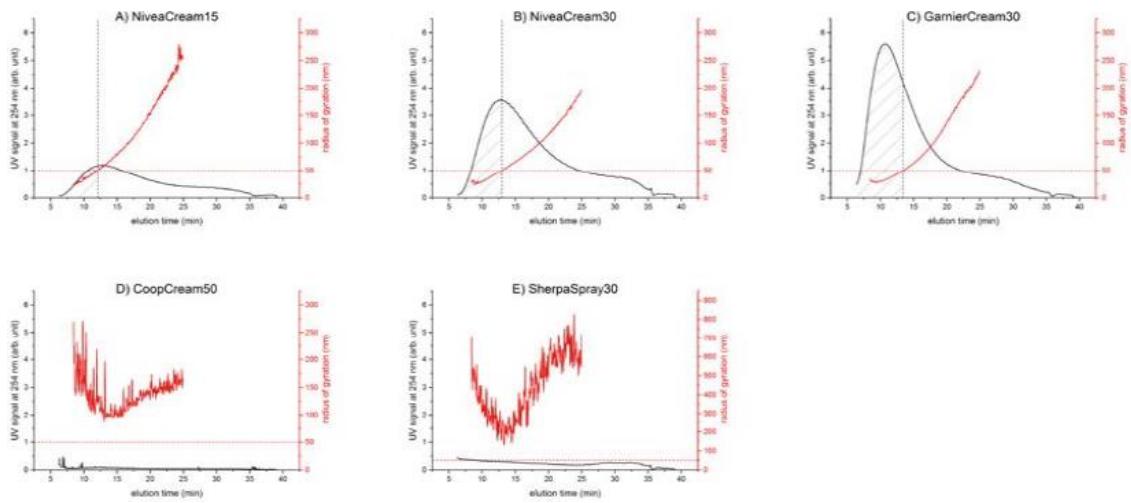


図 3: 5種類の日焼け止めA~Eについて得られた

mAF4-UV-MALS フラクトグラム (アメリカ化学会の許可を得て掲載[5]より)

## まとめ

超臨界流体逆抽出とUVおよびMALS検出器を接続したマイクロ非対称フローFFFの組み合わせは、日焼け止めのナノ粒子を検出するために非常に強力で効率的な手法であることが解りました。その堅牢性と幅広い適用性により、この機器構成は日焼け止めの分析以外に一般なナノ粒子を含む化粧品の測定に役立と思われます。

## 参考文献

- [1] Contado, C. and Pagnoni A., Analytical Chemistry, 2008, 80(19), 7594-7608.
- [2] Nischwitz, V.; Goenaga-Infante, H., Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 2012, 27, 1084-1092.
- [3] Sogne V., Meier F., Klein T., Contado C., Journal of Chromatography A, 2017, 1515, 196-208.
- [4] Müller D., Cattaneo S., Meier F. et al., Journal of Chromatography A, 2016, 1440, 31-36.
- [5] Müller D., Nogueira M., Cattaneo S., Meier F. et al., Analytical Chemistry, 2018, 90(5), 3189-3195.
- [6] Müller D., Cattaneo S., Meier F., Welz R., deMello A.J., Frontiers in Chemistry, 2015, 3.
- [7] You Z., Meier F., Weidner S., Separations, 2017, 4(1), 8-19.