

厚生労働科学研究費補助金
(医薬品・医療機器等レギュラトリーサイエンス政策研究事業研究事業)
分担研究報告書

化粧品基準における規制物質の試験法の確立及び標準化のための研究

分担課題名

化粧品基準に収載された紫外線吸収剤の分析法に関する文献調査

研究分担者 久保田領志 国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 室長

研究協力者 田中優樹 国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 任期付研究員

要旨

化粧品基準は、我が国における化粧品の配合禁止成分及び配合制限成分を規定しており、配合制限成分については最大配合量が定められている。一方、これらの成分を化粧品製品中で定量するための分析法は体系的に整備されていない。また、国及び地方自治体においては、薬機法に基づき、化粧品及び医薬部外品を対象とした収去試験において、化粧品基準に基づく規格適合性の確認が行われているが、これらに用いられる分析法についても体系的整理はされていない。そのため、国及び地方自治体の試験機関が独自に検討等した分析法を適用しているのが現状である。本研究では、地方衛生研究所の年報及び英文学術雑誌の既報を対象として、化粧品基準に規定される紫外線吸収剤の分析に関する報告を収集し、その実施状況及び分析法の動向を整理した。その結果、地方衛生研究所における分析実施状況には機関間で差異が認められ、東京都健康安全研究センターでは固定対象成分と追加成分を組み合わせた体系的な分析が継続的に実施されていた一方、他機関では限定的又は未実施であった。英文学術雑誌の既報では、LC/MS/MS 及び HPLC を用いた分析が報告されており、LC/MS/MS は主として環境試料及び生体試料を対象とした微量分析に、HPLC は市販化粧品製品中の比較的高濃度成分の定量に用いられていた。分析条件としては、いずれの手法においても C18 系カラムを用いた逆相分離が主流であり、LC/MS/MS では同位体標識内部標準を用いた高選択的分析、HPLC では DAD 又は UV-Vis 検出器による定量が中心であった。以上より、紫外線吸収剤の分析は分析目的及び対象試料に応じて手法が使い分けられていることが明らかとなった。一方で、化粧品基準に収載された成分を製品中で網羅的に一斉定量する標準的手法は十分に確立されておらず、配合限度値への適合性確認を目的とした試験法の整備が今後の課題であると考えられた。

A. 研究目的

化粧品基準¹⁾は、我が国における化粧品の配合禁止成分及び配合制限成分を定めたものであり、別表第1に配合禁止成分、別表第2に防腐剤・紫外線吸収剤・タール色素以外の配合制限成分、別表第3に防腐剤、別表第4に紫外線吸収剤の各配合制限成分を規定している。一方、これらの成分を対象とした化粧品製品中の分析法は体系的に示されていない。

国及び地方自治体においては、医薬品、医療機器等の品質、有効性及び安全性の確保等に関する法律（いわゆる薬機法）に基づき、化粧品及び医薬部外品を対象とした収去試験が実施されている。これらの試験では、化粧品基準に規定された配合禁止成分及び配合制限成分について、製品中濃度の測定や規格適合性の確認が行われており、防腐剤、紫外線吸収剤、色素等が主な対象とされている。これらの分析は地方自治体においては、主として地方衛生研究所において独自に検討等した分析法にて実施されているが、その分析法は年報等に個別に報告されるにとどまり、対象成分、分析法及び妥当性評価の観点から十分に整理されているとはいえない。

そこで本研究では、地方衛生研究所の年報（東京都健康安全研究センター、大阪健康安全基盤研究所、神奈川県衛生研究所及び福岡県保健環境研究所）並びに英文雑誌に掲載された論文を対象として、紫外線吸収剤の分析に関する報告を収集し、対象成分及び分析法の観点からその傾向を整理することを目的とした。

B. 研究方法

地方衛生研究所の年報及び関連論文を対象として、化粧品成分の分析に関する報告を収集した。地方衛生研究所については、対象機関は、東京都健康安全研究センター、大阪健康安全基盤研究所、神奈川県衛生研究所及び福岡県保健環境研究所とした。収集対象は、化粧品中の紫外線吸収剤、防腐剤、色素、ホルムアルデヒド関連物質等に関する分析法の開発、実態調査及び測定法の検討に関する報告とした。本研究では、これらの報告のうち紫外線吸収剤を対象とした分析に関する報告を主対象として抽出し、当該報告について、機関名、対象製品、分析法及び分析対象成分の構成に着目して整理した。紫外線吸収剤の分析対象成分については、年報において固定的に設定されている成分群と個別に追加された成分に区分して整理した。なお、紫外線吸収剤に該当する報告が認められない場合についても、その結果として整理した。

C. 結果及び考察

地方衛生研究所の年報における紫外線吸収剤分析の実施状況

地方衛生研究所の年報に掲載された化粧品関連報告について、紫外線吸収剤を対象とした分析に関する報告を抽出し整理した結果、機関間で実施状況に明確な差異が認められた。

東京都健康安全研究センターにおいては、紫外線吸収剤を対象とした分析が継続的に実施されており、複数年度にわたり報告が認められた（表1）。これらの報告では、紫外線吸収剤として表2に示す

13 成分を固定対象とし、これに加えて製品表示に応じた成分を個別に追加する分析体系が採用されていた（表 1）。固定対象成分は、ベンゾフェノン誘導体、ケイ皮酸誘導体、サリチル酸誘導体等から構成されており（表 2）、化粧品中に配合される紫外線吸収剤を網羅的に把握することを目的としたものと考えられた。また、分析法としては HPLC/PDA 又は LC/MS/MS が用いられており（表 1）、対象製品としてはクリーム、液体、スプレー等の多様な剤型が含まれていた。

一方、大阪健康安全基盤研究所においては、2009 年から 2024 年までの化粧品関連報告 12 報を調査した範囲において、紫外線吸収剤を対象とした分析に関する報告は認められなかった。これらの報告は主として防腐剤及びホルムアルデヒド放出体に関する分析や分解挙動の検討が中心であり、紫外線吸収剤に関する分析は実施されていなかった。

また、神奈川県衛生研究所では 2004 年から 2022 年までの化粧品関連報告 5 報中 1 報、福岡県保健環境研究所では 2023 年の 1 報において紫外線吸収剤を対象とした分析が認められた。神奈川県の報告ではベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤を対象とした分析法の検討が行われており、福岡県の報告ではベンゾフェノン-4 を対象とした分析法開発及び実態調査が実施されていた。いずれも単一又は少数成分を対象とした検討であり、東京都におけるような固定成分と追加成分を組み合わせた体系的な分析とは異なる傾向が認められた。

以上の結果から、地方衛生研究所にお

ける紫外線吸収剤の分析は、東京都において体系的かつ継続的に実施されているのに対し、他機関では限定的又は未実施であり、機関間で研究対象及び分析体制に差異が存在することが示唆された。特に、東京都で採用されている表 2 に示す固定成分と追加成分を組み合わせた分析体系は、化粧品中の紫外線吸収剤を網羅的に把握する上で有効な手法であり、他機関における分析の展開に資する知見となる可能性がある。

英文学術雑誌の既報における LC/MS/MS 及び HPLC による紫外線吸収剤分析の動向

英文学術雑誌の既報による LC/MS/MS を用いた紫外線吸収剤の分析条件を表 3 に示した。LC/MS/MS を用いた報告では、環境水、ヒト尿、血清、母乳、食品、日焼け止め製品等、多様な試料が対象とされており、化粧品製品そのものに限らず、紫外線吸収剤の曝露評価や残留実態調査を目的とした分析が多く認められた。

測定対象物質としては、オキシベンゾン-1、-2、-3 及び-6 を含むベンゾフェノン系紫外線吸収剤が多く取り上げられていた。特に、オキシベンゾン-3 は多くの報告で測定対象となっており、紫外線吸収剤の代表的な曝露マーカーとして広く分析されていることが示された。一方で、オキシベンゾン-4、-5 及び-9 を含む報告は限定的であり、化粧品基準に収載されたオキシベンゾン類全体を対象とした分析例は少なかった。

分析法としては、いずれの報告においても LC/MS/MS を用いた MRM 又は SRM

測定が採用されており、選択性及び感度を重視した分析条件が設定されていた。イオン化法は ESI が中心であったが、対象物質の構造に応じてポジティブイオンモード及びネガティブイオンモードが使い分けられていた。特に、ベンゾフェノン系化合物ではネガティブイオンモードで測定される例が多い一方、オキシベンゾン-3 等ではポジティブイオンモードによる測定例も認められ、測定条件は文献間で一定ではなかった。

LC 条件については、C18 系カラムを用いた逆相分離が主流であった。移動相には水又は緩衝液とメタノール又はアセトニトリルを組み合わせたグラジエント条件が用いられており、ギ酸、酢酸、アンモニウム塩等を添加した条件が多く認められた。これは、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤の保持、ピーク形状及びイオン化効率を両立させるためと考えられた。

内部標準物質については、重水素標識体又は ^{13}C 標識体を用いる報告が多く、マトリックス効果や前処理時の損失を補正する目的で同位体標識内部標準が活用されていた。一方、すべての対象成分に対応する同位体標識体を用いられているわけではなく、類似構造化合物を内部標準として用いる例も認められた。この点は、化粧品のようにマトリックスが多様な試料を対象とする場合、定量値の信頼性に影響し得る重要な要素である。

以上より、LC/MS/MS は紫外線吸収剤の高感度かつ選択的な分析に広く用いられているが、既報の多くは曝露評価又は環境・生体試料中濃度の測定を目的としており、化粧品基準に収載されたオキシ

ベンゾン類を製品中で一斉に定量することを目的とした報告は限定的であった。また、対象成分、イオン化モード、内部標準物質及び移動相条件は文献間でばらつきが大きく、化粧品製品中の規制成分を評価するためには、対象成分及び試料マトリックスに応じた条件設定並びに妥当性評価が必要であると考えられた。

一方、HPLC を用いた既報では、主として市販化粧品製品を対象とした分析が多く認められた（表 4）。LC/MS/MS を用いた報告では環境試料、生体試料及び食品等を対象とした微量分析が多かったのに対し、HPLC では日焼け止め等の化粧品製品中に比較的高濃度で配合される紫外線吸収剤を対象とした報告が中心であった。

測定対象物質としては、オキシベンゾン-3 及びオキシベンゾン-4 を含むベンゾフェノン系紫外線吸収剤に加え、その他の紫外線吸収剤を含む多成分分析の報告が認められた。市販化粧品を対象とした実態調査や添加回収試験による妥当性確認を目的とした研究が多く、製品中分析法としての適用性が検討されていた。

分析条件としては、C18 系カラムを用いた逆相 HPLC が用いられていた。検出器としては DAD 又は UV-Vis 検出器が用いられており、測定波長は 311~315 nm 付近に設定されている例が多かった。UV-Vis 検出器は単一波長における吸光度を測定するため、定量には適しているものの、スペクトル情報が得られないことから同定能力は限定的である。一方、DAD は複数波長の吸収スペクトルを同時に取得可能であり、ピークごとのスペクトル確認や純度評価が可能である。このため、

類似した吸収特性を有する紫外線吸収剤を複数同時に分析する場合には、DADの方が成分同定の信頼性を高める上で有利であると考えられた。

移動相には、エタノール、アセトニトリル、メタノール、水、酢酸又は酢酸緩衝液を組み合わせた条件が用いられており、グラジエント条件に加えてアイソクラティック条件による分析例も認められた。また、一部の報告では、EDTA やヒドロキシプロピル- β -シクロデキストリンを添加することにより、ピーク形状の改善や分離の向上が図られていた。

LC/MS/MS と比較すると、HPLC は選択性及び感度の点では劣るものの、装置の汎用性が高く、化粧品製品中に比較的高濃度で配合される紫外線吸収剤の定量には実用的な手法であると考えられた。一方で、共存成分の影響を受けやすく、対象成分が多い場合には十分なピーク分離が求められる。

以上より、HPLC は市販化粧品製品中の紫外線吸収剤分析において実用性の高い手法として広く用いられているが、LC/MS/MS は微量分析及び複雑なマトリックス中での高選択的分析に優れることから、両手法は分析目的に応じて使い分けられていると考えられた。化粧品基準に基づく配合限度値への適合性確認を目的とする場合には、HPLC による定量が実用的な第一選択となり得るが、共存成分による妨害が懸念される場合や低濃度成分の確認が必要な場合には、LC/MS/MS による補完的分析が有用であると考えられた。

D. まとめ

本調査では、地方衛生研究所の年報及び英文学術雑誌の既報を対象として、化粧品及びその他の試料中紫外線吸収剤に関する分析報告を整理した。その結果、地方衛生研究所における紫外線吸収剤分析の実施状況には機関間で差異が認められた。東京都健康安全研究センターでは、固定対象 13 成分に製品表示に応じた成分を追加する体系的な分析が継続的に実施されていた一方、大阪健康安全基盤研究所では該当する報告は認められず、神奈川県衛生研究所及び福岡県保健環境研究所では各 1 報にとどまった。

英文学術雑誌の既報では、LC/MS/MS 及び HPLC を用いた紫外線吸収剤分析が報告されていた。LC/MS/MS は、環境試料及び生体試料等を対象とした曝露評価や残留実態調査に多く用いられ、オキシベンゾン-3 を中心とするベンゾフェノン系紫外線吸収剤が主な測定対象であった。一方、HPLC は市販化粧品製品中に比較的高濃度で配合される紫外線吸収剤の定量に用いられる例が多く、製品中分析法としての実用性が示されていた。

分析条件については、LC/MS/MS では C18 系カラムを用いた逆相分離、ESI による MRM 又は SRM 測定、同位体標識内部標準の使用が多く認められた。一方、HPLC では C18 系カラムを用いた逆相分離、DAD 又は UV-Vis 検出器による測定が中心であり、DAD では吸収スペクトルの確認により成分同定の信頼性向上が期待されることが考えられた。

以上より、紫外線吸収剤の分析は、調査目的及び対象試料に応じて HPLC と

LC/MS/MS が使い分けられていることが示された。一方で、化粧品基準に収載されたオキシベンゾン類を製品中で網羅的に一斉定量する報告は限られており、配合限度値への適合性確認を目的とした標準的な試験法の整備が今後の課題であると考えられた。

E. 研究発表

E1. 論文発表

なし

E.2 学会発表

田中優樹, 細江潤子, 久保田領志, 内山奈穂子: 紫外線吸収剤オキシベンゾンの純度測定. 第7回日本定量 NMR 研究会年会 (2025.11.5, 埼玉)

F. 知的所有権の取得状況

1. 特許取得
なし
2. 実用新案登録
なし
3. その他
なし

G. 引用文献

1. 厚生労働省、化粧品基準 (厚生省告示第331号) 平成12年9月29日.
2. 成瀬敦子, 橋本秀樹, 中村絢, 寺岡大輔, 岸本清子, 観公子, 伊藤善光, 蓑輪佳子, 鈴木俊也, 猪又明子. 化粧品における配合成分の検査結果 (令和4年度). 東京健安研セ年報, 74, 135-142 (2023).

3. 寺岡大輔, 橋本秀樹, 成瀬敦子, 齋藤友里, 中村絢, 蓑輪佳子, 伊藤善光, 鈴木俊也, 守安貴子, 猪又明子. 化粧品における配合成分の検査結果 (令和2~3年度). 東京健安研セ年報, 73, 149-156 (2022).
4. 中村絢, 橋本秀樹, 成瀬敦子, 齋藤友里, 蓑輪佳子, 伊藤善光, 鈴木俊也, 猪又明子, 守安貴子. 化粧品における配合成分の検査結果 (令和元年度). 東京健安研セ年報, 72, 149-156 (2021).
5. 齋藤友里, 橋本秀樹, 成瀬敦子, 立川孟, 中村絢, 蓑輪佳子, 鈴木仁, 鈴木俊也, 猪又明子, 守安貴子. 化粧品中の配合成分の検査結果 (平成30年度). 東京健安研セ年報, 71, 107-116 (2020).
6. 成瀬敦子, 橋本秀樹, 齋藤友里, 立川孟, 中村絢, 蓑輪佳子, 鈴木仁, 猪又明子, 守安貴子. 化粧品における配合成分の検査結果 (平成28~29年度). 東京健安研セ年報, 70, 85-94 (2019).
7. 立川孟, 橋本秀樹, 成瀬敦子, 中村絢, 蓑輪佳子, 鈴木仁, 猪又明子, 守安貴子. 化粧品中の防腐剤一斉分析法の改良. 東京健安研セ年報, 69, 85-90 (2018).
8. 中村絢, 橋本秀樹, 立川孟, 蓑輪佳子, 中村義昭, 鈴木仁, 守安貴子. 化粧品における配合成分の検査結果 (平成27年度). 東京健安研セ年報, 68, 91-98 (2017).
9. 立川孟, 橋本秀樹, 蓑輪佳子, 中村絢, 中村義昭, 鈴木淳子, 守安貴子, 保坂三継. 化粧品における配合成分の検

- 査結果（平成 26 年度）. 東京健安研セ年報, 67, 101-109 (2016).
10. 中村絢, 橋本秀樹, 蓑輪佳子, 立川孟, 中村義昭, 鈴木淳子, 守安貴子, 栗田雅行. 化粧品における配合成分の検査結果（平成 25 年度）. 東京健安研セ年報, 66, 117-124 (2015).
 11. 中村絢, 蓑輪佳子, 鈴木淳子, 立川孟, 中村義昭, 守安貴子, 中江大. 化粧品における配合成分の検査結果及びビスボロールの分析条件の検討（平成 24 年度）. 東京健安研セ年報, 65, 77-85 (2014).
 12. 鈴木淳子, 蓑輪佳子, 中村絢, 中村義昭, 横山敏郎, 守安貴子, 中江大. 化粧品から検出されたホルマリン, 防腐剤及び紫外線吸収剤の検査結果（平成 20 年～23 年度）. 東京健安研セ年報, 64, 61-69 (2013).
 13. 宮本道子, 中村義昭, 横山敏郎, 伊藤弘一, 寺島潔, 鈴木淳子, 浜野朋子, 荻野周三. 医薬部外品および化粧品中の紫外線吸収剤の分析に関する研究（第 2 報）ビスエチルヘキシルオキシフェノールメトキシフェニルトリアジン, ホモサレートおよびメチルベンジリデンカンファを含む 17 成分同時分析法. 東京健安研セ年報, 60, 97-102 (2009).
 14. 宮本道子, 寺島潔, 中村義昭, 伊藤弘一, 鈴木淳子, 横山敏郎, 森謙一郎, 浜野朋子, 荻野周三. 化粧品に含有される紫外線吸収剤の検査結果（平成 16～19 年度）. 東京健安研セ年報, 59, 109-113 (2008).
 15. 宮本道子, 森謙一郎, 中村義昭, 寺島潔, 大貫奈穂美, 横山敏郎, 荻野周三, 斉藤和夫. 医薬部外品および化粧品中紫外線吸収剤の分析に関する研究フェルラ酸, ドロメトリゾールトリシロキサンを含む 14 成分同時分析法. 東京健安研セ年報, 58, 97-101 (2007).
 16. 横山敏郎, 森謙一郎, 中村義昭, 寺島潔, 大貫奈穂美, 宮本道子, 荻野周三, 斉藤和夫. 医薬部外品及び化粧品中の紫外線吸収剤同時分析法についての改良. 東京健安研セ年報, 57, 145-150 (2006).
 17. 横山敏郎, 森謙一郎, 中村義昭, 寺島潔, 大貫奈穂美, 荻野周三. 化粧品及び医薬部外品中の紫外線吸収剤同時分析法. 東京健安研セ年報, 56, 105-110 (2005).
 18. 森謙一郎, 中村義昭, 大貫奈穂美, 寺島潔, 横山敏郎, 荻野周三. 医薬部外品及び化粧品中感光素類の同時分析法. 東京健安研セ年報, 56, 111-115 (2005).
 19. Tanaka, M., DOI, T., Takeda, A., Nakamura, A., Azuma, T., Kawaguchi, M., Tagami, T. Rapid determination of preservatives in cosmetics using a core-shell column, Journal of Chromatographic Science 61 (7), 637-643 (2023)
 20. Doi T., Takeda A., Asada A., Kiyota K., Tagami T., Yamano T. The development of dual-function solid-phase method as extraction and a decomposition reaction media for the determination of a formaldehyde releaser, imidazolidinyl

- urea, in cosmetics. *Anal. Chim. Acta*, 1191, 338891 (2022).
21. 青山愛倫, 田上貴臣, 梶月由香, 川口正美, 沢辺善之. 化粧品中の防腐剤の検査結果 (平成 24-26 年度) 及び一斉分析法の改良. 大阪府立公衆衛生研究所研究報告, 53, 52-55 (2015).
 22. Aoyama A., Doi T., Tagami T., Kajimura K. Simultaneous determination of 11 preservatives in cosmetics by high-performance liquid chromatography. *J. Chromatogr. Sci.*, 52(9), 1010-1015 (2014).
 23. 中島孝江, 東恵美子. モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン塗布のマウスに対する生体影響. 大阪府立公衆衛生研究所研究報告, 51, 51-56 (2013).
 24. Doi T., Takeda A., Asada A., Kajimura K. Characterization of the decomposition of compounds derived from imidazolidinyl urea in cosmetics and patch test materials. *Contact Dermatitis*, 67(5), 284-292 (2012).
 25. Asada A., Doi T., Takeda A., Kajimura K. Quantification of 1,3-dimethylol-5,5-dimethylhydantoin and its decomposition products in cosmetics by high-performance liquid chromatography. *J. Pharm. Biomed. Anal.*, 67-68, 163-168 (2012).
 26. Kajimura K., Doi T., Asada A., Takeda A., Tagami T. Bactericidal activity of Quaternium-15 and its decomposition products against aerobic bacteria. *Journal of Japanese Cosmetic Science Society*, 36(1), 1-6 (2012).
 27. Doi T., Kajimura K., Taguchi S. The different decomposition properties of diazolidinyl urea in cosmetics and patch test materials. *Contact Dermatitis*, 65(2), 81-91 (2011).
 28. Kajimura K., Doi T., Takeda A., Tagami T. The Release of Formaldehyde upon Decomposition of Imidazolidinyl Urea., *Journal of Japanese Cosmetic Science Society*, 34, No.1, 7-13 (2010).
 29. Doi T., Kajimura K., Taguchi S. ホルムアルデヒド供与型防腐剤が配合された化粧品中に含まれるホルムアルデヒド濃度について. *Journal of Health Science*, 56(1), 116-122 (2010).
(ア) 英文題名の有無は要確認。
 30. 沢辺善之, 川口正美. HPLC を用いた化粧品中の防腐剤の定量法. 大阪府立公衆衛生研究所研究報告, 47, 33-36 (2009).
 31. 羽田千香子, 甲斐茂美. 化粧品中のユビデカレノンの分析法の検討. 神奈川衛研報告, 52, 18-21 (2022).
 32. 松阪綾子. 高速液体クロマトグラフィーを用いた化粧品中のクロルクレゾールの分析. 神奈川県衛生研究所年報, 70, 68 (2020).
 33. 羽田千香子, 甲斐茂美, 熊坂謙一, 宮澤真紀. フェニルカラムを用いた液体クロマトグラフィーによる化粧品中の防腐剤の一斉分析法の検討. 神奈川衛研報告, 49, 18-21 (2019).
 34. 中野登美, 河合伸亮, 佐藤信夫, 小島尚. 高速液体クロマトグラフィーに

- よる化粧品中の紫外線吸収剤 2,2'-メチレンビス(6-(2H ベンゾトリアゾール-2-イル)-4-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)フェノール)の分析. 神奈川衛研報告, 38, 51-54 (2008).
35. 松阪綾子, 佐々木加代, 佐藤信夫, 土井佳代. 化粧品中のクロルクレゾールの高速液体クロマトグラフィーによる分析. 神奈川衛研報告, 34, 17-20 (2004).
 36. 高橋浩司. 紫外線吸収剤ベンゾフェノン-4 の分析法開発及び環境調査. 福岡県保健環境研究所年報, 50, 85-88 (2023).
 37. Negreira, N., Rodríguez, I., Ramil, M., Rubí, E., Cela, R. Solid-phase extraction followed by liquid chromatography–tandem mass spectrometry for the determination of hydroxylated benzophenone UV absorbers in environmental water samples, *Anal Chim Acta*, 2009 Nov 10;654(2):162-70.
 38. Kunisue, T., Wu, Q., Tanabe, S., Aldous, K.M., Kannan, K. Analysis of five benzophenone-type UV filters in human urine by liquid chromatography-tandem mass spectrometry, *Anal. Methods*, 2010, 2, 707-713.
 39. Vela-Soria, F., Jiménez-Díaz, I., Rodríguez-Gómez, R., Zafra-Gómez, A., Ballesteros, O., Navalón, A., Vilchez, J.L., Fernández, M.F., Olea, N. Determination of benzophenones in human placental tissue samples by liquid chromatography–tandem mass spectrometry, *Talanta*, Volume 85, Issue 4, 30 September 2011, Pages 1848-1855.
 40. Tarazona, I., Chisvert, A., Salvador, A. Determination of benzophenone-3 and its main metabolites in human serum by dispersive liquid–liquid microextraction followed by liquid chromatography tandem mass spectrometry, *Talanta*, Volume 116, 15 November 2013, Pages 388-395.
 41. Vela-Soria, F., Ballesteros, O., Zafra-Gómez, A., Ballesteros, L., Navalón, A. A new method for the determination of benzophenone-UV filters in human serum samples by dispersive liquid–liquid microextraction with liquid chromatography–tandem mass spectrometry, *Talanta*, Volume 121, April 2014, Pages 97-104.
 42. Asimakopoulou, A.G., Wang, L., Thomaidis, N.S., Kannan, K. A multi-class bioanalytical methodology for the determination of bisphenol A diglycidyl ethers, p-hydroxybenzoic acid esters, benzophenone-type ultraviolet filters, triclosan, and triclocarban in human urine by liquid chromatography–tandem mass spectrometry, *Journal of Chromatography A*, Volume 1324, 10 January 2014, Pages 141-148.
 43. Rodríguez-Gómez, R., Zafra-Gómez, A., Dorival-García, N., Ballesteros, O., Navalón, A. Determination of benzophenone-UV filters in human milk samples using ultrasound-assisted extraction and clean-up with dispersive

- sorbents followed by UHPLC–MS/MS analysis, *Talanta*, Volume 134, 1 March 2015, Pages 657–664.
44. Piovesana, S., Capriotti, A.L., Cavaliere, C., Barbera, G.L., Samperi, R., Chiozzi, R.Z., Laganà, A. A new carbon-based magnetic material for the dispersive solid-phase extraction of UV filters from water samples before liquid chromatography–tandem mass spectrometry analysis, *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, Volume 409, 2017, pages 4181–4194.
 45. Liu, Z.R., Huang, Y.F., Huang, J.J. Identification of Benzophenone Analogs in Rice Cereal through Fast Pesticide Extraction and Ultrahigh-Performance Liquid Chromatography–Tandem Mass Spectrometry, *Foods* 2022, 11(4), 572.
 46. Li, Z.M., Kannan, K., Comprehensive Survey of 14 Benzophenone UV Filters in Sunscreen Products Marketed in the United States: Implications for Human Exposure, *Environmental Science & Technology*, 11 Aug 2022, 56(17):12473–12482.
 47. Zhang, K., Deng, M., Su, Y., Xie, D., Xu, Y., Liu, X. Simultaneous determination of 22 sunscreen agents in cosmetics by ultra-high-performance liquid chromatography using diode array detector, *Chinese Journal of Chromatography*, 2021 Apr 8, 39(4): 415–423.
 48. Schakel, D.J., Kalsbeek, D., Boer, K. Determination of sixteen UV filters in suncare formulations by high-performance liquid chromatography, *Journal of Chromatography A*, Volume 1049, Issues 1–2, 17 September 2004, Pages 127–130.
 49. Wharton, M., Geary, M., O'Connor, N., Curtin, L., Ketcher, K. Simultaneous Liquid Chromatographic Determination of 10 Ultra-Violet Filters in Sunscreens, *Journal of Chromatographic Science*, Volume 53, Issue 8, September 2015, Pages 1289–1295.
 50. Chisvert, A., Pascual-Martí, M.C., Salvador, A., Determination of the UV filters worldwide authorised in sunscreens by high-performance liquid chromatography: Use of cyclodextrins as mobile phase modifier, *Journal of Chromatography A*, Volume 921, Issue 2, 6 July 2001, Pages 207–215.
 51. Ceresole, R., Han, Y.K., Simionato, L.D., Segall, A.I. Stability indicating HPLC method for the determination of benzophenone-3 and avobenzone in cosmetic formulations, *Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies*, 2013, 36:2882–2894.

表1 地方衛生研究所年報における紫外線吸収剤の分析対象成分の整理

文庫番号	機関名	対象試料	前処理法	定量法	紫外線吸収剤類 (固定物質)	紫外線吸収剤類 (追加物質)
2	東京健安研セ	化粧品77製品	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	2-[4-(2-エチルアミノ)-2-ヒドロキシベンゾイル]安息香酸ヘキシルエステル、 2,4-ビス-[(4-(2-エチルヘキシルオキシ)-2-ヒドロキシ)-フェニル]-6-(4-メトキシフェニル)-1,3,5-トリアジン、 2,4-ビス-[(4-(2-エチルヘキシルオキシ)-2-ヒドロキシ)-フェニル]-6-(4-メトキシフェニル)-1,3,5-トリアジン、 2-[4-(2-エチルアミノ)-2-ヒドロキシベンゾイル]安息香酸ヘキシルエステル、 オキシベンゾン-4
3	東京健安研セ	化粧品114製品	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	
4	東京健安研セ	化粧品87製品	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	2-[4-(2-エチルアミノ)-2-ヒドロキシベンゾイル]安息香酸ヘキシルエステル、 2,4-ビス-[(4-(2-エチルヘキシルオキシ)-2-ヒドロキシ)-フェニル]-6-(4-メトキシフェニル)-1,3,5-トリアジン、 オキシベンゾン-4、フェルラ酸
5	東京健安研セ	化粧品105製品	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	サリチル酸ホモモンチル、トリスビフェニルトリアジン、 2-[4-(2-エチルアミノ)-2-ヒドロキシベンゾイル]安息香酸ヘキシルエステル、 ジヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸ナトリウム、 2,4-ビス-[(4-(2-エチルヘキシルオキシ)-2-ヒドロキシ)-フェニル]-6-(4-メトキシフェニル)-1,3,5-トリアジン、 ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸及びその三水塩、フェニルベンズイミダゾールスルホン酸
6	東京健安研セ	化粧品176製品	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	2-[4-(2-エチルアミノ)-2-ヒドロキシベンゾイル]安息香酸ヘキシルエステル、 2-[4-(2-エチルヘキシルオキシ)-2-ヒドロキシ)-フェニル]-6-(4-メトキシフェニル)-1,3,5-トリアジン、 ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸及びその三水塩、 ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸ナトリウム
7	東京健安研セ	—	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	—
8	東京健安研セ	化粧品80製品	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸ナトリウム、 ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸及びその三水塩
9	東京健安研セ	化粧品81製品	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	サリチル酸ホモモンチル、 2,4-ビス-[(4-(2-エチルヘキシルオキシ)-2-ヒドロキシ)-フェニル]-6-(4-メトキシフェニル)-1,3,5-トリアジン、 ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸ナトリウム、 2-[4-(2-エチルアミノ)-2-ヒドロキシベンゾイル]安息香酸ヘキシルエステル
10	東京健安研セ	化粧品80製品	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸、フェニルベンズイミダゾールスルホン酸
11	東京健安研セ	化粧品78製品	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	2-[4-(2-エチルアミノ)-2-ヒドロキシベンゾイル]安息香酸ヘキシルエステル、 ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸、フェニルベンズイミダゾールスルホン酸
12	東京健安研セ	化粧品596製品	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	—
13	東京健安研セ	—	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	フェルラ酸、ドロメトリソールトリジロキサ、 2,4,6-トリス[4-(2-エチルヘキシルオキシカルボニル)アニリノ]-1,3,5-トリアジン
14	東京健安研セ	化粧品891製品	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	フェルラ酸、ドロメトリソールトリジロキサ、 2,4,6-トリス[4-(2-エチルヘキシルオキシカルボニル)アニリノ]-1,3,5-トリアジン、 フェニルベンズイミダゾールスルホン酸、ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸、 ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸ナトリウム、 ジヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸ナトリウム
15	東京健安研セ	—	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	2-エチルヘキシル、2,4,6-トリス[4-(2-エチルヘキシルオキシカルボニル)アニリノ]-1,3,5-トリアジン、 2,2,4,4-テトラヒドロ-2H-ベンゾ[1,2-b:4,5-b']ピリジン-2-イル)-4(1,1,3,3-テトラメチルブチル)-フェニル]
16	東京健安研セ	—	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	オクチルトリアソソ
17	東京健安研セ	—	メタノール抽出	HPLC/PDA又はLC/MS/MS	13物質 (表2参照)	—

—：該当なし

表2 東京都健康安全研究センター年報における紫外線吸収剤の固定分析対象成分一覧

No.	化粧品基準名	化粧品表示名称
1	2-シアノ-3,3-ジフェニルプロパ-2-エン酸2-エチルヘキシルエステル (別名オクトクリレン)	オクトクリレン
2	パラアミノ安息香酸エチル	パラアミノ安息香酸エチル
3	4-tert-ブチル-4'-メトキシジベンゾイルメタン	t-ブチルメトキシジベンゾイルメタン
4	サリチル酸オクチル	サリチル酸エチルヘキシル
5	ジヒドロキシメトキシベンゾフェノン	オキシベンゾン-6
6	ジヒドロキシベンゾフェノン	オキシベンゾン-1
7	ジメトキシベンジリデンジオキソニイミダゾリジンプロピオン酸2-エチルヘキシル	ジメトキシベンジリデンジオキソニイミダゾリジンプロピオン酸エチルヘキシル
8	テトラヒドロキシベンゾフェノン	オキシベンゾン-2
9	2,4,6-トリス[4-(2-エチルヘキシルオキシカルボニル)アニリノ]-1,3,5-トリアジン	エチルヘキシルトリアジン
10	パラジメチルアミノ安息香酸2-エチルヘキシル	エチルヘキシルジメチルPABA
11	パラメトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル	メトキシケイ皮酸エチルヘキシル
12	2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン	オキシベンゾン-3
13	2,2'-メチレンビス(6-(2H-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)フェノール)	メチレンビスベンゾトリアゾリルテトラメチルブチルフェノール

表3 英文学術雑誌の既報による紫外線吸収剤のLC/MS/MS分析条件の整理

文献番号	試料情報	測定対象物質	内部標準物質	LC/MS条件	グラシエント条件	測定法及び測定モード	オキシベンゾンの測定条件 測定対象：フレカサーイオン>プロダクトイオン (イオン化法)
37	環境水12試料	OB-1、OB-2、OB-3、OB-4、OB-6、他紫外線吸収剤1種	記載なし	装置：Varian MS 1200L カラム：Kromasil C18 (100 × 2.1 mm, 5 µm; Sugelabor) 移動相A：5 mM酢酸アンモニウム水、移動相B：5 mM酢酸アンモニウム メタノール 流速：200 µL/min カラム温度：35℃ 注入量：10µL	0-2 min：15% B 6 min：40% B 10 min：70% B 18 min：75% B 21-24 min：100% B 27-36 min：15% B	LC/MS/MS MRM	OB-1：213 > 91 (q)、213 > 135 (c) (ESI-) OB-2：245 > 135 (q)、245 > 109 (c) (ESI-) OB-3：229 > 151 (q)、229 > 105 (c) (ESI+) OB-4：307 > 210 (q)、307 > 227 (c) (ESI-) OB-6：273 > 123 (q)、273 > 108 (c) (ESI-)
38	ヒト尿25試料	OB-1、OB-2、OB-3、OB-6、他紫外線吸収剤2種	d16-Bisphenol A, 4-methylumbelliferyl-β-glucuronide	装置：API 2000エレクトロスプレートリプル四重極質量分析計 (Applied Biosystems) カラム：Betasil C18 (100 × 2.1 mm, 5 µm; Thermo Fisher Scientific) 移動相A：メタノール、移動相B：水 流速：300 µL/min カラム温度：記載なし 注入量：10µL	0-1.5 min：85% B 5 min：20% B 6 min：20% B 7 min：10% B 7-11.5 min：10% B	LC/MS/MS MRM	OB-1：213>91 (q)、213 > 65 (c) (ESI-) OB-2：245>91 (q)、245 > 109 (c) (ESI) OB-3：227>211 (q)、227 > 183 (c) (ESI-)
39	ヒト胎盤16試料	OB-1、OB-2、OB-3、OB-6、他紫外線吸収剤2種	d10-Benzophenone	装置：API 2000 (Applied Biosystems) カラム：Gemini C18 (100 × 2.0 mm, 3 µm; Phenomenex) 移動相A：0.1% (v/v) アンモニウム水、移動相B：0.1% (v/v) アンモニウムメタノール 流速：250 µL/min カラム温度：40℃	0.0-3.5 min：60% B 3.5-4.0 min：60-100% B 4.0-6.5 min：100% B 6.5-7.0 min：60% B	LC/MS/MS MRM	OB-1：215.0 >137.1 (q)、215.0 > 105.1 (c) (ESI+) OB-2：247.0 > 137.1 (q)、247.0 > 108.9 (c) (ESI+) OB-3：229.0 > 150.8 (q)、229.0 > 105.0 (c) (ESI+) OB-6：275.0 >150.9 (q)、275.0 >95.0 (c) (ESI+)
40	ヒト血清40試料	OB-1、OB-3、他紫外線吸収剤1種	dihydroxy-4,4'-dimethoxybenzophenone	装置：Acquity UPLC H-Class with TQ Detector (Waters) カラム：ACQUITY UPLC BEH C18 (50 × 2.1 mm, 1.7 µm; Waters) 移動相A：0.1% 酢酸水、移動相B：メタノール 流速：350 µL/min カラム温度：30℃ 注入量：10µL	0-0.15 min：40% B 3 min：95% B 3-4.7 min：95% B 4.8 min：40% B 4.8-6.0 min：40% B	LC/MS/MS MRM	OB-1：215.3 >136.8 (q)、215.3 > 104.8 (c) (ESI+) OB-3：229.4 > 151.0 (q)、229.4 >104.9 (c) (ESI+)
41	ヒト血清20試料	OB-1、OB-2、OB-3、OB-6、他紫外線吸収剤2種	d10-Benzophenone 13C4-4-methylumbelliferone standard mixture	装置：ACQUITY UPLC™ H-Class (Waters) Xevo TQ5-スタンダム四重極質量分析計 (Waters) カラム：ACQUITY UPLC BEH C18 (50 × 2.1 mm, 1.7 µm; Waters) 移動相A：0.1% (v/v) アンモニウム水、移動相B：0.1% (v/v) アンモニウムメタノール 流速：250 µL/min カラム温度：40℃ 注入量：10µL	0.0-3.5 min：60% B 3.5-4.0 min：60-100% B 4.0-6.5 min：100% B 6.5-6.6 min：60% B	LC/MS/MS MRM	OB-1：214.9 > 136.8 (q)、214.9 > 80.8 (c) (ESI+) OB-2：245.1 >134.8 (q)、245.1 > 108.9 (c) (ESI+) OB-3：229.0 > 150.8 (q)、229.0 >104.9 (c) (ESI+) OB-6：275.0 > 150.9 (q)、275.0 >94.9 (c) (ESI+)
42	ヒト尿30試料	OB-1、OB-2、他17化合物	ds-Atrazine, ds-BADGE, 13C6-methylparaben, 13C6-butylparaben, 13C12-triclosan	装置：Agilent 1100 Series HPLC system (Agilent Technologies) API 2000 エレクトロスプレートリプル四重極質量分析計 (Applied Biosystems) カラム：Betasil C18 (100 × 2.1 mm, 5 µm; Thermo Fisher Scientific) 移動相A：メタノール、移動相B：0.1% 酢酸水 流速：200 µL/min カラム温度：記載なし 注入量：10µL	0-6 min：95% B 6-9 min：95-50% B 9-11 min：50-25% B 11-13.5 min：25-1% B 13.5-25.0 min：1% B 25.0-25.1 min：1-95% B 25.1-30.0 min：95% B	LC/MS/MS MRM	OB-1：213>91 (q) (ESI-) OB-2：245>93 (q) (ESI-)
43	ヒト母乳10試料	OB-1、OB-3、OB-6、他紫外線吸収剤2種	d10-Benzophenone	装置：Waters Acquity UPLC™ H-Class from Waters Xevo TQ5-スタンダム四重極質量分析計 (Waters) カラム：CORTECS UPLC C18 (50 × 2.1 mm, 1.6 µm; Waters) 移動相A：4 mM 酢酸アンモニウム水 (pH=9)、移動相B：0.025% (v/v) アンモニウムメタノール 流速：300 µL/min カラム温度：40℃ 注入量：10µL	0-2 min：80% A 2-5 min：80-10% A 5-5.1 min：10-0% A 5.1-7 min：0% A 7-7.1 min：0-80% A 7.1-10 min：80% A	LC/MS/MS MRM	OB-1：214.9 > 136.8 (q)、214.9 > 105.1 (c) (ESI+) OB-3：229.0 > 150.8 (q)、229.0 >104.9 (c) (ESI+) OB-6：275.0 > 150.9 (q)、275.0 >94.9 (c) (ESI+)
44	環境水8試料	OB-1、OB-2、OB-3、OB-4、他紫外線吸収剤6種	ds-Benzophenone-3	装置：Ultimate 3000 UHPLC system(Thermo Fisher Scientific) TSQ Vantage™ triple-stage 四重極質量分析計 (Thermo Fisher Scientific) カラム：Hypersil GOLD C18 (100 × 2.1 mm, 1.9 µm; Thermo Fisher Scientific) 移動相A：0.1% 酢酸水、移動相B：0.1% 酢酸メタノール 流速：200 µL/min カラム温度：40℃	0-1 min：10% B 1-2 min：10-30% B 2-6 min：30-60% B 6-7 min：60-99% B 7-11 min：99% B 11-11.1 min：99-10% B 11.1-16.1 min：10% B	LC/MS/MS SRM	OB-1：213>91.1、135.1 (c) (ESI) OB-2：245>91.2、134.9 (ESI-) OB-3：229>105.0、151.0 (ESI+) OB-4：307>211.0、227.0 (ESI-)
45	米シリアル25試料	BP、OB-1、OB-2、OB-3、他紫外線吸収剤6種	ds-Benzophenone, ds-Benzophenone-1, d4-Benzophenone-2, ds-Benzophenone-3, d4-4-methylbenzophenone, d3-Benzophenone-8, 13C6-dihydroxybenzophenone, d4-4	装置：Nexera UHPLC-MS/MS system (Shimadzu) トリプル四重極質量分析計システム(Shimadzu) カラム：ACQUITY UPLC BEH C18 (100 × 2.1 mm, 1.7 µm; Waters) 移動相A：0.1% (v/v) 酢酸メタノール、移動相B：水 流速：300 µL/min カラム温度：記載なし 注入量：10µL	0-3.5 min：20-80% A 3.5-4.5 min：80% A 4.5-5.5 min：80-90% A 5.5-9.5 min：90% A 9.5-9.6 min：90-20% A 13.5 min：20% A	LC/MS/MS MRM	BP：183.0>105.1 (q)、183.0>77.2 (c) (ESI+) OB-1：214.9 >137.0 (q)、214.9 >105.0 (c) (ESI+) OB-2：245.0 >135.0 (q)、245.0 >109.0 (c) (ESI-) OB-3：229.0 >151.1 (q)、229.0 >105.1 (c) (ESI+)
46	日焼け止め50製品	BP、OB-1、OB-2、OB-3、OB-4、OB-6、OB-9、他紫外線吸収剤7種	ds-Benzophenone-1, ds-2,3,4-trihydroxybenzophenone, 13C6-Benzophenone-3, d10-benzophenone, d4-4-hydroxybenzophenone, d4-Benzophenone-2	装置：AB Sciex 5500+ Q-Trap質量分析計 (Framingham, MA) ExionLC HPLC (SCIEX, Redwood City, CA) 分離カラム：Ultra AQ C18カラム (100 mm × 2.1 mm, 5 µm; Restek, Bellefonte, PA) 移動相A：水、移動相B：アセトニトリル、グラジエント 流速：300 µL/分 カラム温度：30℃	0-1 min：20% B 1-8 min：20-100% B 8-11 min：100% B 11-12 min：100-20% B 12-13 min：20% B	LC/MS/MS MRM	BP：183.0>104.9 (q)、183.0>76.9 (c) (ESI+) OB-1：212.8>90 (q)、212.8>134.9 (c) (ESI-) OB-2：244.8>134.9 (q)、244.8>109 (c) (ESI-) OB-3：226.9>210.8 (q)、226.9>211.6 (c) (ESI-) OB-4：306.8>210.9 (q)、306.8>79.9 (c) (ESI-) OB-6：272.8>210.9 (q)、272.8>107.9 (c) (ESI-) OB-9：216>203 (q)、216>229 (c) (ESI-)

表4 英文学術雑誌の既報による紫外線吸収剤のHPLC分析条件の整理

文献番号	試料	前処理法	測定対象物質	分析条件
47	市販化粧品16種	テトラヒドロフランの添加後、0.1% (v/v) 酢酸エタノール溶液で超音波抽出	OB-2、OB-3、OB-4、 他紫外線吸収剤19種	装置条件：HPLC (Thermo Fisher Scientific UltiMate 3000、DAD検出器) カラム：Poroshell 120 EC-C18 (100 × 4.6 mm、2.7 μm ; Agilent Technologies) 温度：25 °C 移動相：移動相A：50 mmol/L 酢酸アンモニウム水溶液 (0.05% (v/v) 酢酸含有)、移動相B：アセトニトリル、移動相C：イソプロパノール 流速：0.5 mL/min 注入量：記載なし 測定波長：311 nm
48	市販化粧品407種	エタノール及びTween 20で超音波抽出	OB-3、OB-4、他紫外線吸収剤14種	装置条件：HPLC (Agilent Technologies、DAD検出器) カラム：LiChrospher 100 RP-18 (125 × 4.6 mm、5 μm ; Merck) 温度：28 °C 移動相：移動相A：0.2 mM EDTA含有エタノール、移動相B：0.2 mM EDTA含有酢酸緩衝液 (pH 2.5) (グラジエント) 流速：1.0 mL/min 注入量：20 μL 測定波長：313 nm、360 nm
49	市販化粧品4種	エタノール抽出	OB-3、他紫外線吸収剤9種	装置条件：HPLC (Agilent Technologies 1100、DAD検出器) カラム：Hypersil C18 BDS (100 × 4.6 mm、3 μm ; Thermo Fisher Scientific) 温度：35 °C 移動相：エタノール/1% 酢酸 (70:30, v/v) (アイソクラティック) 流速：1.0 mL/min 注入量：20 μL 測定波長：313 nm
50	市販化粧品6種	エタノール抽出	OB-3、OB-4、他紫外線吸収剤5種	装置条件：HPLC (日立 L-7420、UV-Vis検出器) カラム：LiChrospher 100 RP-18 (125 × 4.0 mm、5 μm ; Merck) 温度：記載なし 移動相：水/酢酸/エタノール (29.5 : 0.5 : 70, v/v/v) (65.4 mM ヒドロキシプロピル-β-シクロデキストリン含有) (アイソクラティック) 流速：0.6 mL/min 注入量：20 μL 測定波長：313 nm
51	添加回収試験のみ	メタノール抽出	OB-3、他紫外線吸収剤1種	装置条件：HPLC (UV-Vis検出器) カラム：Inertsil ODS-3 (250 × 4.6 mm、5 μm ; GL Sciences) 温度：室温 移動相：移動相A：メタノール、移動相B：水 (95:5, v/v, pH 3.2 リン酸調整) (アイソクラティック) 流速：1.0 mL/min 注入量：20 μL 測定波長：315 nm