

化粧品における配合成分の検査結果及びビサボロールの分析条件の検討（平成24年度）

中村 絢^a, 蓑輪 佳子^a, 鈴木 淳子^a, 立川 孟^a, 中村 義昭^a,
守安 貴子^a, 中江 大^b

平成24年度に搬入された78製品について、ホルマリンや防腐剤、紫外線吸収剤、タール色素、承認化粧品成分の製品への表示状況並びに検査結果をまとめた。配合禁止成分であるホルマリンは、ホルムアルデヒドとして検査し、ホルムアルデヒドを検出した製品はなかった。防腐剤については、パラオキシ安息香酸エステル類やフェノキシエタノールの検出頻度が高かった。パラオキシ安息香酸エステル類は延べ40成分、フェノキシエタノールは22成分を検出した。化粧品基準に定められた最大配合量を超過した濃度の防腐剤を検出した製品はなかった。また、表示されていない防腐剤を検出した製品は8製品であった。紫外線吸収剤では、パラメトキシケイ皮酸2-エチルヘキシルの検出頻度が高く、8成分が検出された。最大配合量を超過した濃度の紫外線吸収剤を検出した製品はなかった。また、表示されていない紫外線吸収剤を検出した製品はなかった。タール色素で検出頻度の高いものは黄色4号であった。承認化粧品成分については、酢酸*dl*- α -トコフェロールの検出頻度が高く、最大配合量を超過した濃度の承認化粧品成分を検出した製品はなかった。加えて、承認化粧品成分であるビサボロールの分析条件の検討を行ったので、あわせて報告する。

キーワード：化粧品，ホルマリン，ホルムアルデヒド，防腐剤，紫外線吸収剤，タール色素，承認化粧品成分，ビサボロール

はじめに

平成12年9月、化粧品について従前の種別毎の承認制が廃止され、欧米と同様に配合禁止・配合制限成分リスト等による規制に移行するとともに、配合したすべての成分の名称を表示する制度に移行する旨の通知¹⁾が出された。配合禁止・配合制限成分は、平成13年4月施行の「化粧品基準²⁾」に定められている。化粧品基準には、全ての化粧品に配合が禁止されている成分としてホルマリン等の30成分が記載され、続いて、化粧品の種類によって最大配合量（以下、上限とする）が定められた成分として防腐剤や紫外線吸収剤等が列挙されている。また、タール色素については使用可能な83種類が定められている。平成19年、化粧品に配合できる医薬品成分（以下、承認化粧品成分とする）について明確化を図るため、厚生労働省より33種類の承認化粧品成分とその最大配合量が示された通知³⁾が出された。当科では、薬事監視員が搬入した化粧品を対象として、化粧品基準に定められた成分の一部について検査を行っている。これまで、ホルマリンや防腐剤、紫外線吸収剤、承認化粧品成分の使用実態を把握することを目的として、化粧品の種類ごとに検査結果を集計し、有用なデータが得られた⁴⁻⁷⁾。今回は、平成24年度に搬入された78製品について、ホルマリンや防腐剤、紫外線吸収剤、タール色素、承認化粧品成分の製品への表示状況並びに検査結果について報告する。加えて、承認化粧品成分であるビサボロールの分析の際、従前の方法では夾雑成分の影響によりビサボ

ロールの有無を確認することができなかつたため、分析条件の検討を行った。

実験方法

1. 試料

平成24年4月から平成25年3月に、薬事監視員が都内で取去又は試買した化粧品78製品について調査した。これらの製品を、製品評価技術基盤機構の化学物質管理センターによる化粧品の区分⁸⁾に従い、表1に示す6グループに分類したところ、スキンケア47製品、メイクアップ5製品、ヘアケア6製品、ボディケア16製品、歯みがき2製品、フレグランス2製品であった。

表1. 検査対象化粧品の分類

	製品数
スキンケア	47
メイクアップ	5
ヘアケア	6
ボディケア	16
歯みがき	2
フレグランス	2
計	78

2. 分析対象成分及び分析方法

ホルマリンはホルムアルデヒド35.0~38.0%を含む成分であることから⁹⁾、分析対象はホルムアルデヒドとした。以下、分析方法ならびに結果及び考察においては、ホルム

^a 東京都健康安全研究センター薬事環境科学部医薬品研究科
169-0073 東京都新宿区百人町 3-24-1

^b 東京都健康安全研究センター薬事環境科学部

アルデヒドと表記する。ホルムアルデヒドの分析は前報⁷⁾の試験法を用いた。製品中の濃度が0.002 g/100 g未満の場合は「検出せず」とした。

防腐剤の分析対象成分は、表2に示した13成分に、今回検査した製品に表示のあった感光素201、トリクロロヒドロキシジフェニルエーテル（別名トリクロサン）、メチルイソチアゾリノンの3成分を加えた計16成分。表2の13成分の分析は前報⁷⁾の試験法を用いた。製品中の濃度がそれぞれ0.01 g/100 g未満の場合は「検出せず」とした。表2以外の防腐剤の試験はフォトダイオードアレイ検出器付高速液体クロマトグラフィーによった。

紫外線吸収剤の分析対象成分は、表3に示した13成分に、今回検査した製品に表示のあった2-[4-(ジエチルアミノ)-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の3成分を加えた計16成分。表3の13成分の分析は前報⁷⁾の試験法を用いた。製品中の濃度がそれぞれ0.05 g/100 g未満の場合は「検出せず」とした。表3以外の紫外線吸収剤の試験はフォトダイオードアレイ検出器付高速液体クロマトグラフィーによった。

表2. 防腐剤13成分の略称

	名称	略称
別表第3の1 ^{a)}	安息香酸	BA
	サリチル酸	SA
	ソルビン酸	SO
	デヒドロ酢酸	DA
	パラオキシ安息香酸メチル	MP
	パラオキシ安息香酸エチル	EP
	パラオキシ安息香酸イソプロピル	iPP
	パラオキシ安息香酸プロピル	PP
	パラオキシ安息香酸イソブチル	iBP
	パラオキシ安息香酸ブチル	BP
	フェノキシエタノール	PE
別表第3の2 ^{b)}	イソプロピルメチルフェノール	IPMP
	クロルフェネシン	CP

a) 化粧品基準²⁾の別表3の1

b) 化粧品基準²⁾の別表3の2

タール色素の分析対象成分は、今回検査した製品に表示のあった、赤色104号の(1)、赤色106号、黄色4号、黄色5号、青色1号、赤色202号、赤色226号、赤色227号、赤色230号の(1)、青色205号、赤色504号の11成分。タール色素の定性試験はフォトダイオードアレイ検出器付高速液体クロマトグラフィー、薄層クロマトグラフィー、分光光度計のいずれかによった。薄層クロマトグラフィーにより判断できない場合は、フォトダイオードアレイ検出器付高速液体クロマトグラフィー、分光光度計により、あらためて試験を行った。紫外吸収スペクトルが確認できない場合は「検出せず」とした。

承認化粧品成分の分析対象成分は、今回検査した製品に表示のあったDL-パントテニールアルコール、*l*-メントール、 β -グリチルレチン酸、 γ -オリザノール、アラントイン、カフェイン、グリチルリチン酸ジカリウム、酢酸*dl*-トコフェロール、ビスボロールの9成分。前報⁶⁾の試験法を用いた。製品中の濃度がそれぞれ0.005 g/100 g未満の場合は「検出せず」とした。

ホルマリン、表2に示した防腐剤13成分、表3に示した紫外線吸収剤13成分についてはすべての検体で検査を行った。表2に示した防腐剤13成分は、化粧品基準²⁾の別表第3に掲げられている防腐剤の中から、過去の使用頻度⁴⁾を参考に選択した。同様に、表3に示した紫外線吸収剤13成分は、化粧品基準²⁾の別表第4に掲げられている紫外線吸収剤について、過去の使用頻度⁵⁾を参考に選択した。

また、表2以外の防腐剤、表3以外の紫外線吸収剤、タール色素、承認化粧品成分は表示のあった製品についてのみ検査を行った。

3. ビサボロールの試験方法

1) 試薬

テトラヒドロフラン（安定剤不含） 高速液体クロマトグラフ用 和光純薬工業株式会社製、メタノール 高速液体クロマトグラフィー用 関東化学株式会社製、0.45 μ m PTFEメンブレンフィルター Merck Millipore社製を用いた。

表3. 紫外線吸収剤13成分の略称

	名称	略称
別表第4の1 ^{a)}	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）	ECA
	パラアミノ安息香酸エチル	EAB
	4-tert-ブチル-4'-メトキシベンゾイルメタン	BMB
別表第4の2 ^{b)}	サリチル酸オクチル	ESA
	ジヒドロキシメトキシベンゾフェノン	DHDMB
	ジヒドロキシベンゾフェノン	DHB
	ジメトキシベンジリデンジオキソイミダゾリジプロピオン酸2-エチルヘキシル	EBP
	テトラヒドロキシベンゾフェノン	THB
	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	TEAT
	パラジメチルアミノ安息香酸2-エチルヘキシル	EDB
	パラメトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル	EMC
	2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン	HMB
	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)	MBP

a) 化粧品基準²⁾の別表4の1

b) 化粧品基準²⁾の別表4の2

標準品には, (-)- α -ビスボロール Aldrich社製を用いた.

2) 試料調製

泡状の試料約0.5 gをビーカーに正確に量りとり, テトラヒドロフラン3 mLを加えて溶解する. 10 mLメスフラスコに移し, 80%メタノールで10 mLにメスアップし, メンブランフィルターでろ過したものを試料溶液とした.

(-)- α -ビスボロールを80%メタノールで希釈して標準溶液とした.

3) 分析条件

フォトダイオードアレイ検出器付高速液体クロマトグラフィによる. 装置: 日本分光株式会社製GULLIVER, 温度: 40°C, 移動相: 80%メタノール, 流速: 1 mL/min, 注入量: 10 μ L, 検出波長: 210 nm, カラム: ① COSMOSIL 5C18-AR-II, 4.6 \times 150 mm, 5 μ m (ナカライテスク株式会社製), ② TSKgel ODS-80Ts, 4.6 \times 150 mm, 5 μ m (東ソー株式会社製), ③ InertSustain C18, 4.6 \times 250 mm, 5 μ m (GLサイエンス株式会社製)

結果及び考察

1. ホルムアルデヒドの検出状況

ホルマリンは, 化粧品への配合が禁止される成分として化粧品基準²⁾の別表第1に定められている. 検査した78製品中, ホルムアルデヒドを検出した製品はなかった.

2. 防腐剤の検出状況

1) 表示のある防腐剤の検出状況

表示のある防腐剤の検出状況を表4に示した. 検査した78製品中, 43製品に延べ95成分の防腐剤が表示されていた. iPPは表示事例もなく, 検出もしなかった. 表2の13成分以外に製品に表示のある防腐剤は, 感光素201, トリクロロヒドロキシジフェニルエーテル (別名トリクロサン), メチルイソチアゾリノンであった. 感光素201はスキンケア1製品, トリクロロヒドロキシジフェニルエーテル (別名トリクロサン) はスキンケア1製品, メチルイソチアゾリノンは3製品 (スキンケア1製品, ヘアケア1製品, ボディケア1製品) に表示があり, いずれも検出した. 化粧品の分類によらず, パラオキシ安息香酸エステル (以下, パラベンとする) 類やPEの使用頻度が高かった. 上限を超過した濃度の防腐剤を検出した製品はなかった.

2) 表示のない防腐剤の検出状況

表示のない防腐剤の検出状況を表5に示した. 8製品から延べ19成分の表示のない防腐剤を検出した. 3成分は0.01 g/100 gを少し超える程度の微量の濃度であった. いわゆるキャリアオーバーの成分については, 表示の必要がないと定められている¹⁰⁾ ことから, 3成分についてはキャリアオーバーの可能性が推測される. 上限を超過した濃度の防腐剤を検出した製品はなかった.

(1) BAを検出した事例 2製品から検出した. 製品は口紅 (メイクアップ) と浴用化粧品 (ボディケア) であった. 検出濃度はBAとして0.029 g, 0.14 g/100 gであった. 上限

は, BAが0.2 g/100 g, BAの塩類が合計量で1.0 g/100 gである²⁾が, 上限を超える製品はなかった.

(2) SAを検出した事例 2製品から検出した. 製品は化粧水と洗顔料 (スキンケア) であった. 検出濃度はSAとして0.11 g/100 g, 0.12 g/100 gであった. 上限は, SAが0.20 g/100 g, SAの塩類が合計量で1.0 g/100 gである²⁾が, 上限を超える製品はなかった.

(3) DAを検出した事例 1製品から検出した. 製品はハンドクリーム (ボディケア) であった. 検出濃度はDAとして0.13 g/100 gであった. 上限は, DA及びその塩類合計量として0.50 g/100 gである²⁾が, 上限を超える製品はなかった.

(4) パラベン類を検出した事例 スキンケア3製品から延べ11成分のパラベン類を検出した. 製品は化粧水, クリーム, ローションであった. うち, 2製品は表示のないPEもあわせて検出した. 複数のパラベン類を含むものが多かった. 3製品すべてでMPが検出された. 今回, 検出したパラベン類の合計検出濃度は0.013 g/100 g, 0.15 g/100 g, 0.58 g/100 gであった. パラベン類の合計量の上限は1.0 g/100 gと定められている²⁾が, 上限を超える製品はなかった.

(5) PEを検出した事例 3製品からPEを検出した. 製品はクリーム, ローション (スキンケア) とハンドクリーム (ボディケア) であった. うち, 2製品は表示のないパラベン類も検出し, 1製品は表示のないDAも検出した. PEの検出濃度は0.022 g/100 g, 0.85 g/100 g, 0.91 g/100 gであった. パラベン類と比較すると, 高濃度で検出された. PEの上限は1.0 g/100 gと定められている²⁾が, 上限を超える製品はなかった.

3. 紫外線吸収剤の検出状況

表示のある紫外線吸収剤の検出状況を表6に示した. 検査した78製品中, 12製品に延べ24成分の紫外線吸収剤が表示されていた. 表示はあるが検出しない成分はBMB, ESAの2成分 (ともにボディケア) であった. EAB, DHDMB, DHB, EBP, THB, EDB, HMB, MBPは表示事例もなく, 検出もしなかった. 表3の13成分以外に製品に表示のあるものは, 2-[4-(ジエチルアミノ)-2-ヒドロキシベンゾイル] 安息香酸ヘキシルエステルは3製品 (スキンケア3製品), ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸は3製品 (スキンケア1製品, ヘアケア1製品, ボディケア1製品), フェニルベンズイミダゾールスルホン酸は2製品 (スキンケア2製品) であり, いずれも検出した.

EMCの使用頻度が高かった. 8製品では複数の紫外線吸収剤が使用されていた. これは, 紫外線吸収剤には, 紫外線B波 (UVB, 波長290~320 nm) を吸収するタイプと紫外線A波 (UVA, 波長320~400 nm) を吸収するタイプとがあるためであると推測される. UVBの吸収に優れた⁵⁾ EMCはUVAの吸収に優れた⁵⁾ 2-[4-(ジエチルアミノ)-2-ヒドロキシベンゾイル] 安息香酸ヘキシルエステルやBMB

表4. 表示のある防腐剤の検出状況

名称		スキンケア	メイクアップ	ヘアケア	ボディケア	菌みがき	フレグランス	延べ成分数
BA及びその塩類	小計	1	0	2	2	0	0	5
	検出する	0	0	1	0	0	0	1
	検出せず	1	0	1	2	0	0	4
SA及びその塩類	小計	2	0	0	0	0	0	2
	検出する	1	0	0	0	0	0	1
	検出せず	1	0	0	0	0	0	1
SO及びその塩類	小計	2	0	0	2	0	0	4
	検出する	2	0	0	1	0	0	3
	検出せず	0	0	0	1	0	0	1
DA及びその塩類	小計	0	0	0	1	0	0	1
	検出する	0	0	0	1	0	0	1
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
MP	小計	17	2	1	7	0	0	27
	検出する	17	2	1	6	0	0	26
	検出せず	0	0	0	1	0	0	1
EP	小計	5	0	0	2	1	0	8
	検出する	1	0	0	2	1	0	4
	検出せず	4	0	0	0	0	0	4
PP	小計	8	1	0	2	1	0	12
	検出する	6	1	0	2	1	0	10
	検出せず	2	0	0	0	0	0	2
iBP	小計	3	0	0	0	0	0	3
	検出する	0	0	0	0	0	0	0
	検出せず	3	0	0	0	0	0	3
BP	小計	3	0	0	0	0	0	3
	検出する	0	0	0	0	0	0	0
	検出せず	3	0	0	0	0	0	3
PE	小計	15	1	1	6	0	0	23
	検出する	14	1	1	6	0	0	22
	検出せず	1	0	0	0	0	0	1
IPMP	小計	0	0	0	1	0	0	1
	検出する	0	0	0	1	0	0	1
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
CP	小計	1	0	0	0	0	0	1
	検出する	1	0	0	0	0	0	1
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
感光素201	小計	1	0	0	0	0	0	1
	検出する	1	0	0	0	0	0	1
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
トリクロロヒドロキシジフェニル エーテル (別名トリクロサン)	小計	1	0	0	0	0	0	1
	検出する	1	0	0	0	0	0	1
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
メチルイソチアゾリノン	小計	1	0	1	1	0	0	3
	検出する	1	0	1	1	0	0	3
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
計		60	4	5	24	2	0	95

製品中の濃度が0.01 g/100 g未満の場合は「検出せず」とした

iPPは表示がなく検出もなかったため表に含めない

と併用されていた。しかし、UVAとUVBの両方を吸収する¹¹⁾ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸は単独で使用される傾向にあった。

サンスクリーン(日焼け止め)はスキンケアのグループに分類されるため、スキンケアにおいて紫外線吸収剤の使用頻度が高かった。上限を超過した濃度の紫外線吸収剤を検出した製品はなかった。表示のない紫外線吸収剤を検出した製品はなかった。

4. タール色素の検出状況

タール色素の検出状況を表7に示した。検査した78製品中、17製品に延べ37成分のタール色素が表示されていた。表示はあるが検出しない成分は14成分あった。そのうち、11成分については「+/-」の記載の後に表示があった。いわゆるシリーズ製品については、その成分がその色の製品に配合されているかに関係なく「+/-」の記号を記載した後に、当該シリーズの製品に配合されるすべての着色料を表示してよい¹²⁾とされていることから、11成分につ

表5. 表示のない防腐剤の検出状況

名称	製品1 スキンケア	製品2 スキンケア	製品3 スキンケア	製品4 スキンケア	製品5 スキンケア	製品6 メイクアップ	製品7 ボディケア	製品8 ボディケア
BA						0.029	0.14	
SA	0.11	0.12						
DA								0.13
MP			0.087	0.19	0.013			
EP			0.020	0.044				
PP			0.010	0.027				
iBP			0.010	0.023				
BP			0.020	0.053				
PE				0.91	0.022			0.85

単位: (g/100 g)

定量下限値は0.010 g/100 gとした

表6. 表示のある紫外線吸収剤の検出状況

名称		スキンケア	メイクアップ	ヘアケア	ボディケア	菌みがき	フレグランス	延べ成分数
ECA	小計	1	0	0	0	0	0	1
	検出する	1	0	0	0	0	0	1
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
BMB	小計	0	0	0	1	0	1	2
	検出する	0	0	0	0	0	1	1
	検出せず	0	0	0	1	0	0	1
ESA	小計	1	0	0	1	0	1	3
	検出する	1	0	0	0	0	1	2
	検出せず	0	0	0	1	0	0	1
TEAT	小計	2	0	0	0	0	0	2
	検出する	2	0	0	0	0	0	2
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
EMC	小計	7	0	0	0	0	1	8
	検出する	7	0	0	0	0	1	8
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
2-[4-(ジエチルアミノ)-2-ヒドロキシベンゾイル]安息香酸ヘキシルエステル	小計	3	0	0	0	0	0	3
	検出する	3	0	0	0	0	0	3
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
ヒドロキシメトキシベンゾフェノンスルホン酸	小計	1	0	1	1	0	0	3
	検出する	1	0	1	1	0	0	3
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
フェニルベンズイミダゾールスルホン酸	小計	2	0	0	0	0	0	2
	検出する	2	0	0	0	0	0	2
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
計		17	0	1	3	0	3	24

製品中の濃度が0.05 g/100 g未満の場合は「検出せず」とした

EAB, DHDMB, DHB, EBP, THB, EDB, HMB, MBPは表示がなく検出もしなかったため表に含めない

いては今回検査した製品に使用されていない可能性が推測される。他の3成分については、配合された量が微量である等の理由により検出しなかったものとする。

医薬品等に使用することができるタール色素を定める省令¹³⁾の別表第一部及び第二部はすべての化粧品に使用できるものであり、第三部は粘膜に使用されることがない化粧品に使用できるものであるが、すべての製品で正しく表示され、検出された。

タール色素の表示が多かった製品は、バブルバスやボディウォッシュを含むボディケア及び口紅やチークを含むメイクアップの分類であった。検出頻度は高いほうから黄色4号、黄色5号、青色1号であった。いずれのタール色素も

すべての化粧品に使用できるものである。黄色4号や黄色5号はシャンプー（ヘアケア）、バブルバス（ボディケア）で使用される傾向があった。青色1号はひげ剃り用ローション（スキンケア）、口紅（メイクアップ）、ボディミスト（ボディケア）等に使用されていた。

5. 承認化粧品成分の検出状況

承認化粧品成分の検出状況を表8に示した。検査した78製品中、30製品に延べ45成分の承認化粧品成分が表示されていた。表示はあるが検出しない成分はアラントイン、カフェインの2成分（ともにボディケア）であった。検出頻度は高いほうから酢酸dl-α-トコフェロール、グリチルリチ

表7. タール色素の検出状況

名称		スキンケア	メイクアップ	ヘアケア	ボディケア	菌みがき	フレグランス	述べ成分数	
別表第一部 ^{a)}	赤色104号の(1)	小計	0	1	0	0	0	1	
		検出する	0	0	0	0	0	0	
		検出せず	0	1	0	0	0	0	
赤色106号	小計	0	0	0	2	0	0	2	
	検出する	0	0	0	2	0	0	2	
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0	
黄色4号	小計	3	2	3	2	0	0	10	
	検出する	3	1	1	1	0	0	6	
	検出せず	0	1	2	1	0	0	4	
黄色5号	小計	0	1	2	3	0	0	6	
	検出する	0	1	2	2	0	0	5	
	検出せず	0	0	0	1	0	0	1	
青色1号	小計	2	2	0	3	0	0	7	
	検出する	2	2	0	1	0	0	5	
	検出せず	0	0	0	2	0	0	2	
別表第二部 ^{b)}	赤色202号	小計	1	2	0	0	0	0	3
		検出する	1	1	0	0	0	0	2
		検出せず	0	1	0	0	0	0	1
赤色226号	小計	0	1	0	0	0	0	1	
	検出する	0	1	0	0	0	0	1	
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0	
赤色227号	小計	0	0	0	2	0	0	2	
	検出する	0	0	0	0	0	0	0	
	検出せず	0	0	0	2	0	0	2	
赤色230号の(1)	小計	0	1	0	0	0	0	1	
	検出する		1	0	0	0	0	1	
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0	
青色205号	小計	0	0	0	1	0	0	1	
	検出する	0	0	0	1	0	0	1	
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0	
別表第三部 ^{c)}	赤色504号	小計	0	0	1	2	0	0	3
		検出する	0	0	0	0	0	0	0
		検出せず	0	0	1	2	0	0	3
計		6	10	6	15	0	0	37	

紫外吸収スペクトルが確認できない場合は「検出せず」とした

a) 医薬品等に使用することができるタール色素を定める省令¹³⁾の別表第一部

b) 医薬品等に使用することができるタール色素を定める省令¹³⁾の別表第二部

c) 医薬品等に使用することができるタール色素を定める省令¹³⁾の別表第三部

ン酸ジカリウム、*l*-メントールであった。前報⁶⁾と同様に、酢酸*dl*- α -トコフェロールとグリチルリチン酸ジカリウム、酢酸*dl*- α -トコフェロールとアラントイン等、組み合わせて処方される製品が多かった。酢酸*dl*- α -トコフェロール、グリチルリチン酸ジカリウム、アラントインは消炎効果¹¹⁾や、皮膚の調子を整える作用があり¹⁴⁾、化粧水や美容液（スキンケア）及びボディ用保湿クリーム（ボディケア）等、洗い流さない製品で使用されていた。上限を超過した濃度の承認化粧品成分を検出した製品はなかった。

6. ビサボロールの分析条件検討

ひげ剃り用クリーム（スキンケア）に含有されるビサボロールについて、カラム①を用いて試験を行った。しかし、夾雑成分の影響により、ビサボロールの有無を確認することができなかったことから、異なるODSカラムで夾雑成分との分離を試みた。

図1は、3種類のカラムで分析したビサボロール標準溶液

と試料溶液のクロマトグラムである。カラム①を用いて分析したところ、標準品の保持時間は8.04分であり、試料溶液では7.85分（A）と8.28分（B）にピークが出現した。ビサボロールは特徴的な紫外吸収スペクトルを持たないが、ピークA及びBの紫外吸収スペクトルはいずれも235 nm及び303 nmに極大があり、夾雑成分のピークと考えられたことから、この条件ではビサボロールの有無が確認できないことが判明した。そこで、カラム②を用いて分析したところ、標準品の保持時間は9.49分であり、試料溶液では8.23分（C）・8.80分（D）・9.47分（E）にピークが出現した。この内、保持時間及び紫外吸収スペクトルより、ピークEはビサボロールと推測されたが、分離が不十分であった。さらに、保持力の強いカラム③を用いて分析したところ、標準品の保持時間は16.69分であり、試料溶液では16.65分（F）・17.73分（G）・18.76分（H）にピークが出現した。ピークF・G・H相互が分離でき、この内、保持時間及び紫外吸収スペクトルからピークFをビサボロールと同一し

表8. 承認化粧品成分の検出状況

名称		スキンケア	メイクアップ	ヘアケア	ボディケア	歯みがき	フレグランス	延べ成分数
DL-パントテニールアルコール	小計	1	0	0	0	0	0	1
	検出する	1	0	0	0	0	0	1
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
L-メントール	小計	4	0	1	2	1	0	8
	検出する	4	0	1	2	1	0	8
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
β-グリチルレチン酸	小計	3	0	0	0	0	0	3
	検出する	3	0	0	0	0	0	3
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
γ-オリザノール	小計	1	0	0	0	0	0	1
	検出する	1	0	0	0	0	0	1
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
アラントイン	小計	3	0	0	3	0	0	6
	検出する	0	0	0	2	0	0	5
	検出せず	0	0	0	1	0	0	1
カフェイン	小計	3	0	0	2	0	0	5
	検出する	3	0	0	1	0	0	4
	検出せず	0	0	0	1	0	0	1
グリチルリチン酸ジカリウム	小計	8	0	0	1	0	0	9
	検出する	8	0	0	1	0	0	9
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
酢酸dl-α-トコフェロール	小計	7	1	0	2	0	0	10
	検出する	7	1	0	2	0	0	10
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
ビサボロール	小計	2	0	0	0	0	0	2
	検出する	2	0	0	0	0	0	2
	検出せず	0	0	0	0	0	0	0
計		32	1	1	10	1	0	45

製品中の濃度が0.005 g/100 g未満の場合は「検出せず」とした

た.

また、定量の結果、本製品100 g中のビサボロール含有量は0.010 gであり、承認化粧品成分とその最大配合量が示された通知³⁾(粘膜に使用されることがない化粧品のうち洗い流すものとして、100 g中の最大配合量1.2000 g)に適合していることが判明した。本製品には、ビサボロールの検出に際して妨害となる可能性のある様々な精油成分が含まれていたが、カラム③を選択することによって、それらとの分離が実現でき、定量性の高い分析が可能となった。

ま と め

平成24年度に搬入された78製品について、ホルムアルデヒドを検出した製品はなかった。78製品中、43製品に延べ95成分の防腐剤が表示されており、75成分を検出した。パラベン類やPEの検出頻度が高かった。さらに、8製品から延べ19成分の表示のない防腐剤(パラベン類, PE, SA, BA, DA)を検出した。上限を超過した濃度の防腐剤を検出した製品はなかった。紫外線吸収剤は12製品に延べ24成分が表示され、22成分を検出した。使用頻度はEMCが高

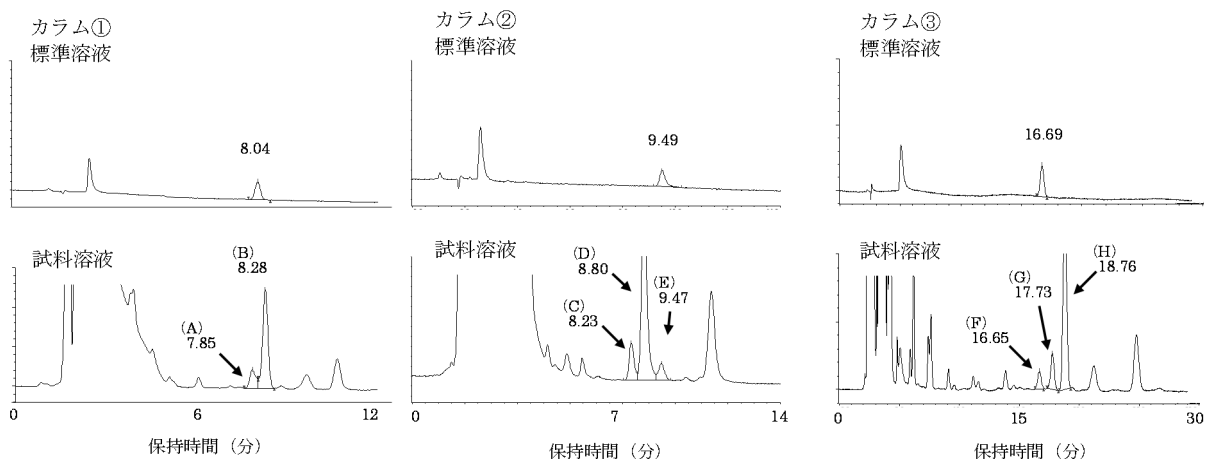


図1. ビサボロール標準溶液と試料溶液のクロマトグラム

かった。表示のない紫外線吸収剤を検出した製品や上限を超過した濃度の紫外線吸収剤を検出した製品はなかった。また、タール色素が表示されていた製品は17製品であり、延べ37成分であった。このうち23成分を検出し、黄色4号の検出頻度が高かった。承認化粧品成分は30製品中、延べ45成分の表示があり、43成分を検出した。酢酸 dl - α -トコフェロールの検出頻度が高く、上限を超過した濃度の承認化粧品成分を検出した製品はなかった。承認化粧品成分であるピサボロールの分析の際、夾雑成分の影響によりピサボロールの有無を確認することができなかったため、分析条件の検討を行い良好な結果を得た。

文 献

- 1) 厚生省医薬安全局長通知, 医薬発第990号, 平成12年9月29日
- 2) 厚生省告示第331号, 平成12年9月29日.
- 3) 厚生労働省医薬食品局審査管理課長通知, 薬食審査発第0524001号, 化粧品に配合可能な医薬品の成分について, 平成19年5月24日.
- 4) 森 謙一郎, 中村 義昭, 大貫 奈穂美, 他: 東京健安研七周年報, **58**, 103-106, 2007.
- 5) 宮本 道子, 寺島 潔, 中村 義昭, 他: 東京健安研七周年報, **59**, 109-113, 2008.
- 6) 鈴木 淳子, 中村 義昭, 宮本 道子, 他: 東京健安研七周年報, **61**, 179-183, 2010.
- 7) 鈴木 淳子, 藁輪 佳子, 中村 絢, 他: 東京健安研七周年報, **64**, 61-69, 2013.
- 8) 製品評価技術基盤機構化学物質管理センター: 化粧品, 2006.
- 9) 日本薬局方解説書編集委員会: 第十六改正日本薬局方解説書, C-4658-C-4661, 2011, 廣川書店, 東京.
- 10) 厚生労働省医薬局審査管理課長・厚生労働省医薬局監視指導・麻薬対策課長通知, 医薬審発第163号, 医薬監麻発220号, 平成13年3月6日.
- 11) 宇山 悦男, 岡部 美代治: 化粧品成分ガイド 第5版, 2011, フレグランスジャーナル社, 東京.
- 12) 日本化粧品工業連合会: 化粧品の全成分表示記載のガイドライン (改定), 平成14年2月27日.
- 13) 厚生省令第30号, 医薬品等に使用することができるタール色素を定める省令, 昭和41年8月31日.
- 14) 日本化粧品工業連合会: 日本化粧品成分表示名称辞典 第2版, 2005, 薬事日報社, 東京.

**Analysis of Ingredients and Investigation of Analytical Conditions for Bisabolol in Cosmetics
(April 2012 to March 2013)**

Aya NAKAMURA^a, Keiko MINOWA^a, Atsuko SUZUKI^a, Hajime TACHIKAWA^a, Yoshiaki NAKAMURA^a,
Takako MORIYASU^a and Dai NAKAE^a

Formalin, preservatives, UV absorbers, tar colors, and medical drug ingredients permitted for cosmetics were analyzed in 78 cosmetic products collected from April 2012 to March 2013. A high-performance liquid chromatograph equipped with a photodiode array detector was used for these analyses. No product was found to contain formalin, which is an ingredient prohibited in cosmetics. Among the preservatives, 4-hydroxybenzoic acid alkyl esters and phenoxyethanol were the most common. The concentrations of the preservatives in the products did not exceed the maximum allowed concentrations specified in the *Standards for Cosmetics* in Japan. Preservatives that were not listed on the container or package labels were detected in 8 of the products. Among the UV absorbers, 2-ethylhexyl *p*-methoxycinnamate was the most common. The concentrations of UV absorbers in the products did not exceed the maximum allowed concentrations specified in the *Standards for Cosmetics* in Japan. None of the UV absorbers that were not listed on the container or package labels were detected. Among the tar colors, Yellow No.4 was the most common. Among the medical drug ingredients permitted for use in cosmetics, the most common ingredient was *dl*- α -tocopherol acetate. No cosmetics contained ingredients exceeding the maximum allowed concentrations based on the Ministry of Health, Labour and Welfare notice. The analytical conditions for the quantification of bisabolol in cosmetics were also investigated.

Keywords: cosmetics, formalin, formaldehyde, preservative, UV absorber, tar colors, medical drug ingredients available for cosmetics, bisabolol

^a Tokyo Metropolitan Institute of Public Health
3-24-1, Hyakunin-cho, Shinjuku-ku, Tokyo 169-0073, Japan