

# 平成25年度・衛生研究所研究費事業報告

## 化粧品中の重金属分析法に関する検討と実態調査

(計画年度：平成25年度)

研究代表者

薬品担当 濱田佳子 千葉雄介\*

共同研究者

薬品担当 鎌苅有華 宮澤法政 高橋邦彦 高野真理子

### 目的

化粧品の規制として定められている化粧品基準では、ネガティブリスト及びポジティブリストが設定され、これらリストに定められていない成分については、製造販売者の責任において自由に配合可能である。

重金属に関しては、Cd, Hg, Sr 及び Se の化粧品への配合が禁止されている。また、Pb については最終製品中の限度値を  $10 \mu\text{g/g}$  とするよう、日本を含む化粧品規制協力国際会議で取りまとめが進んでいる。

現在、国内では、化粧品中の重金属の調査報告は少ない。国内流通の化粧品中に重金属がどの程度含まれるか調査しその実態を把握することは、重要な研究課題である。

今回、前処理法としてマイクロエーブ分解法を、測定法として多元素同時分析が可能で高感度な誘導結合プラズマ質量分析計(ICP-MS)を使用した多元素一斉分析法を検討した。さらに、国内流通化粧品中の重金属含有実態調査を行った。また、総水銀については水銀分析計を用いて測定した。

### 成果概要

#### 1 マイクロエーブ分解法

マイクロエーブ試料分解装置はマイルストーンゼネラル製の ETHOS TC を使用した。各試料  $0.2 \text{g}$  に硝酸(超高純度試薬)  $7.5 \text{ml}$  及び過酸化水素水  $0.5 \text{ml}$  を加えて  $600 \text{W}$ ,  $3 \text{min} \rightarrow 0 \text{W}$ ,  $2 \text{min} \rightarrow 600 \text{W}$ ,  $15 \text{min} \rightarrow 600 \text{W}$ ,  $10 \text{min}$  のプログラム条件で分解を行った。分解液は水で適当な希釈倍率に希釈し ICP-MS に使用した。

#### 2 ICP-MS による多元素一斉分析

Agilent7500ce(Agilent 製)を使用した。標準品は Custom Assranse Standard (SREX)を用い Al, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, As, Se, Rb, Sr, Zr, Mo, Ag, Cd, Sn, Sb, Cs, Ba, W, Pb, U の 27 元素を測定した。

#### 3 総水銀の測定

水銀分析計のマーキュリーMA-1, MD-1(日本インストルメンツ製)を使用した。専用ボードに試料  $0.1 \text{g}$  を採り、金アマルガム法で測定した。

#### 4 試料

頭髮用化粧品 13 検体、皮膚用化粧品 57 検体(化粧水 19, クリーム 6, 洗淨料 15, 他 17), 仕上げ用化粧品 30 検体(フ

ァンデーション7, 化粧下地3, 口紅9, アイメークアップ7, 他4), 化粧せっけん1 検体の計 101 検体

#### 5 分析法の妥当性評価

マイクロエーブ試料分解装置で分解する際、ファンデーション、口紅等の仕上げ用化粧品に多く含まれる Si, Ti が硝酸に不溶であったため、これらの製品は過酸化水素水の代わりにフッ化水素酸を使用した。最適量は  $0.5 \text{ml}$  であった。

加熱分解後、50 倍希釈した検体溶液に、標準品を  $1 \mu\text{g}/1$  となるよう添加した際の回収率は、概ね 70~120%と良好であった。仕上げ用化粧品についてはマトリックスの影響が大きかったため、希釈倍率を 250 倍以上にすることで回収率が改善された。

また、標準品を  $10 \mu\text{g/g}$  となるよう検体に添加し加熱分解した後の回収率では、Fe, Ag を除き概ね 70~120%となった。ただしフッ化水素酸添加で分解した検体で良好な回収率を得られた元素は約半数であった。

なお、Pb については回収率が安定せず、マイクロエーブによる加熱分解の条件について検討する必要があると考えられた。

#### 6 含有実態調査

Cd は口紅1 検体から  $4.0 \mu\text{g/g}$ , Sr は化粧下地等 24 検体から  $1.3 \sim 138.5 \mu\text{g/g}$ , Se は洗淨料等 7 検体から  $1.1 \sim 37.1 \mu\text{g/g}$  検出された。As はアイメークアップ等 2 検体から  $3.8 \sim 8.0 \mu\text{g/g}$  傑出された。Hg は全て  $0.1 \mu\text{g/g}$  以下であった。

#### 自己評価

平成25年度に予定していた検討内容はすべて終了した。

#### 展望

化粧品には実に様々な形態・基材の製品があり、日々新規の化粧品が市場に流通している。今回の分析法を多くの製品に適用するためにはマトリックスの影響等について、詳細な検討が必要である。今後さらに情報の収集を行い、検討を進めていく必要があると考える。

公表等 なし

\*埼玉県春日部保健所