



化粧品中の元素不純物をどう管理するか ～分析法の選び方～

はじめに

化粧品中の元素不純物は、天然原料由来や製造工程中による混入等、複数の起源があるとされています。鉛、ヒ素、水銀、カドミウム等の有害元素は、過剰に摂取すると人体に悪影響を及ぼすことが報告されており¹⁾、消費者が日常的に使用する化粧品の元素不純物の管理を行うことは重要です。

化粧品の元素不純物の規制

国内における元素不純物の規制は、「化粧品製品中に含まれるヒ素化合物の量は、亜ヒ酸として 10 ppm 以下とすることが適当である」とする厚生省通知²⁾のみです。一方で国際的には、化粧品規制協力国際会議 ICCR(日米欧等の化粧品規制当局から構成される規制協力のための会議)で、元素不純物の規制値や分析法の議論がされてきました。2013 年には鉛、2016 年には水銀についての化粧品製品中の許容限度値に関する文書が出され、鉛 10 ppm 以下、水銀 1 ppm 以下を求めています³⁾⁴⁾。韓国、ASEAN(東南アジア諸国連合)、中国、台湾、カナダでは、鉛、ヒ素、水銀、カドミウム等の有害元素について、1~20 ppm 程度の限度値を示しています。韓国では、ニッケル、アンチモンについても化粧品中の許容限度値が設定されています⁵⁾。

化粧品の元素不純物の分析法

1 重金属試験法

国内では「医薬部外品原料規格 2021」に化粧品原料の重金属試験法が記載されています⁶⁾。重金属試験法は、酸性下で硫化ナトリウム試液によって呈色する重金属類の総量を目視で評価する方法で、日本薬局方や食品添加物公定書等多くの分野で採用されています。利点は、ICP(誘導結合プラズマ)等の高価な装置を必要とせず、さらに鉛、銅、カドミウム、水銀、アンチモン、スズ、ビスマス、銀等多くの元素を対象とすることから、スクリーニングに適していることです。しかし、検出感度が低く、元素ごとに毒性が異なるにも関わらず、呈色した場合に含有する元素を判別することができません。そのため、米国薬局方では、2018 年に重金属試験法が削除され、代替として元素不純物の分析法が採用されました。今後、国際的に多くの分野で、元素不純物のリスク評価の手法として、重金属試験法ではなく、個別元素の分析が求められると考えられます。

2 マイクロ波分解-ICP 質量分析法

個別元素の分析法は、「マイクロ波分解-ICP 質量分析法」が国際的に広く用いられています。この分析法は、試料に酸試薬を添加し、マイクロ波分解で溶液化した後に、ICP 質量分析計に導入し測定する方法です。利点は、多元素を同時に高感度に定量することが可能であることです。一方で、使用装置が高価である点や、酸試薬使用による安全面や環境負荷の点に課題があります。

化粧品の個別元素分析ではさらに、ケイ酸塩や酸化チタン等の無機顔料を溶解できる酸試薬である「フッ化水素酸」の使用の有無で2種類に大別されます（図-1）。

フッ化水素酸を使用しない分析法の一例に、ISO 21392:2021 があります⁷⁾。この分析法で用いる酸試薬は硝酸と塩酸のみであることから、試料中の無機顔料は完全には溶解せず、そこに含有する目的元素が十分に抽出されない場合があります。

一方、フッ化水素酸を使用する分析法には、衛生試験法・注解2020「化粧品試験法」⁸⁾、米国食品医薬品局（FDA）による口紅中の鉛の定量⁹⁾、韓国食品医薬品安全処告示¹⁰⁾等が挙げられます。フッ化水素酸を使用すると、無機顔料が溶解し、試料中の目的元素が全て抽出されます。

フッ化水素酸は無機顔料の溶解に欠かせない試薬ではありますが、最大の課題は毒物であるという点です。皮膚や粘膜に付着すると腐食を起こすため、試験者の安全性や管理方法には十分に留意しなければなりません。



図-1 代表的なマイクロ波分解-ICP 質量分析法のフローチャート

元素不純物の分析法の選び方

「マイクロ波分解-ICP 質量分析法」におけるフッ化水素酸使用の有無による分析結果の差異をご紹介します。表-1 は化粧品の原料として使用される「マイカ」の標準物質を分析した結果を示しています。

フッ化水素酸を使用しない ISO 21392:2021 に基づく方法では、マイクロ波分解後に溶け残りが確認され、Compilation values に比べ、低い分析結果となる傾向が見られます。それに対して、フッ化水素酸を使用した完全溶解の場合、Compilation values とよく一致した結果となります。

輸出先の国や地域で分析法が規定されている場合は、その分析法に従う必要がありますが、様々な国や地域への輸出を検討している場合や分析法が定められていない場合には、国際的に認められた ISO 法 (ISO 21392:2021) は重要な選択肢の一つとなります。その一方で、最も厳しい条件での管理を希望する場合は、フッ化水素酸を使用した分析法の採用が推奨されます。

毒物を用いない化粧品の完全溶解多元素一斉分析法

弊財団では、毒物であるフッ化水素酸使用の課題を解決するため、代替として劇物であるフッ化アンモニウム水溶液を使用した完全溶解法を開発しました。この方法により、多種多様な化粧品及びその原料を安全かつ確実に「完全溶解」し、ICP 質量分析法によって多元素を一斉分析することが可能になりました (図-2) ¹¹⁾。

表-1 標準物質マイカ (SDC-1, USGS) の分析結果 (mg/kg)

元素	Compilation values	ISO21392:2021	フッ化水素酸使用	フッ化アンモニウム水溶液使用
	mean ± SD	(n=3) mean ± SD	完全溶解 (n=3) mean ± SD	完全溶解 (n=3) mean ± SD
クロム	64 ± 7	43.9 ± 1.6	63.5 ± 2.1	64.4 ± 2.4
コバルト	18 ± 1	16.7 ± 0.3	17.8 ± 0.4	18.0 ± 0.6
ニッケル	38	32.7 ± 0.3	34.2 ± 0.9	33.8 ± 0.4
銅	30 ± 3	28.2 ± 0.6	27.7 ± 1	27.7 ± 1.2
亜鉛	103 ± 8	95.1 ± 0.8	106 ± 2.3	101 ± 0.4
ヒ素	0.22 ± 0.01	<0.5 (0.15)	<0.5 (0.25)	<0.5 (0.23)
セレン	-	<0.5 (0.0)	<0.5 (0.0)	<0.5 (0.0)
モリブデン	-	<0.5 (0.0)	<0.5 (0.2)	<0.5 (0.1)
カドミウム	-	<0.5 (0.0)	<0.5 (0.0)	<0.5 (0.0)
スズ	3.0 ± 0.2	1.9 ± 0.2	3.1 ± 0.02	3.0 ± 0.09
アンチモン	0.54 ± 0.05	0.43 ± 0.13	0.52 ± 0.01	0.55 ± 0.06
バリウム	630 ± 60	313 ± 25	628 ± 5	643 ± 14
ネオジム	40 ± 4	39.5 ± 0.4	43.5 ± 0.6	41.4 ± 1.0
水銀	-	<0.5 (0.0)	<0.5 (0.0)	<0.5 (0.0)
タリウム	0.7	0.5 ± 0.01	-	0.6 ± 0.004
鉛	25 ± 2	8.2 ± 0.9	23.6 ± 0.2	23.0 ± 0.1

()内の数値：定量下限未満の値

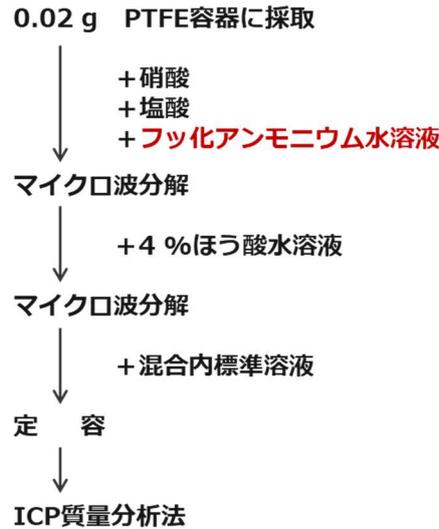


図-2 毒物を用いない化粧品の完全溶解多元素一斉分析法のフローチャート
(弊財団が開発したフッ化アンモニウム水溶液を用いた完全溶解法)

おわりに

弊財団では、分析の目的、化粧品の成分、ご希望の定量下限等に合わせ、適切な分析法をご提案しておりますので、お気軽にご相談ください。

本稿は2024年3月JFRL講演会にて講演した内容を基に作成しました。

参考資料

- 1) 医薬品の元素不純物ガイドラインについて，薬食審査発 0930 第 4 号，平成 27 年 9 月 30 日
- 2) 化粧品の品質確保について，昭和 43 年 5 月 13 日，薬事第 81 号，厚生省薬務局薬事課長通知
- 3) ICCR: Traces Working Group, Considerations on Acceptable Lead Levels in Cosmetic Products, 2013.
- 4) ICCR: Traces Working Group, Recommendation for Acceptable Trace Mercury Levels in Cosmetic Products, 2016.
- 5) 化粧品法規制研究会編，「国際化粧品規制 2021 -EU・アセアン・中国・米国・韓国・台湾・日本-」，薬事日報社，2021
- 6) 厚生労働省：厚生労働省医薬・生活衛生局長通知「医薬部外品 原料規格 2021 について」，薬生発 0325 第 1 号，令和 3 年 3 月 25 日
- 7) ISO 21392:2021 “Cosmetics-Analytical methods-Measurement of traces of heavy metals in cosmetic finished products using ICP/MS technique”
- 8) 公益社団法人日本薬学会編，衛生試験法・注解 2020，金原出版
- 9) “口紅やその他の化粧品に含まれる鉛の制限”，FDA，
https://www.fda.gov/cosmetics/cosmetic-products/limiting-lead-lipstick-and-other-cosmetics#initial_survey，(参照 2024-12-11)
- 10) 化粧品安全基準等に関する規定，韓国食品医薬品安全処告示第 2024-9 号，2024. 2. 7 改正
- 11) 田村麻衣，榊原直樹，松本衣里，石黒聡，“毒物を用いない化粧品の完全溶解・有害重金属 16 元素一斉分析法の開発”日本化粧品学会 第 48 回 講演要旨集，2023，P06.