

医薬部外品・化粧品

1967（昭和 42）年、化粧品原料基準（粧原基）が告示され、44 の試験法と 114 品目の成分が制定された。これが我が国の化粧品原料規格・試験法の公定書としての始まりである。その後、粧原基は 1999（平成 11）年の粧原基新訂版（406 成分、57 試験法）まで 6 回の改定・追加が行われた。

その間、粧原基収載以外の原料を化粧品に配合するには、承認許可を得なくてはならず、内外の簡素化の動きと、グローバル化を進めるために化粧品を種別（香水、石けん、クリーム、口紅、マニキュア等）ごとに分類し、そこで使用された実績を持つ成分をリスト化し、規格を制定、収載された原料は承認許可を得ずとも使用可能とした、いわゆる「化粧品種別許可基準」制度が制定された。1993（平成 5）年に出された種別ごとの原料をまとめた化粧品原料基準外成分規格 1993（粧外規）が 1410 成分となり、ここに及んで粧原基の一般試験法のみでは、これらの成分すべてに対応できなくなり、新たに化粧品種別配合成分規格一般試験法として、18 の試験法を作成した。この種別許可基準は化粧品種別配合成分規格（粧配規）と名を変え、1999 年まで毎年、新規成分の改定・追加を行っていった。

一方、医薬部外品は化粧品と医薬品の中間に位置付けられ、我が国独特の制度であり、承認審査の一層の明確化および簡素化を図るため、1991（平成 3）年の染毛剤承認基準の作成に伴い、医薬部外品原料規格（外原規）としてまとめたもので、有効成分を別記 I（62 成分）、添加剤（その他の成分）を別記 II（1005 成分）として始まった。

2001 年に化粧品全成分表示制度が導入された。これは、禁止成分（negative list）、制限成分（positive list：タル系色素、防腐剤、紫外線吸収剤等）以外の成分は、企業責任の名のもとで配合可能となった。この結果、2006（平成 18）年 3 月末に粧原基、粧配規は実質廃止になり、これらに収載の大半の原料（部外品として承認を得ていないマニキュア等専用の原料は除く）は見直し・改定を行い、医薬部外品原料規格 2006 別記 II に移行した。

医薬部外品原料規格 2006 一般試験法

今回整備された一般試験法を表 1 に示す。日本薬局方（局方）と食品添加物公定書は、我々が参考とする公定書である。特に局方は同じ薬事法で規制されているため、試験項目、記載内容は類似している点が多い。しかし、化粧品・部外品はその形態（化粧水等の水物から粉物、油性原料主体のリップ類等）は様々であり、そこで使用される原料も多種多様である。ここでは、紙面の都合上この業界独特の試験法の幾つかを紹介する。

1. アクリル残存モノマー試験法

アクリル樹脂はマスカラ、アイライナー等のメイクアップ製品や、頭髮化粧品において皮膜形成剤やヘアセッティング剤として広く利用されているものである。アクリル樹脂のモノマーであるアクリル酸、メタクリル酸の限度を規定する方法で、二重結合を持つ残存モノマー量を求める試験法である。試料に水を加え、よく分散させた後に、臭素酸カリウム・臭化カリウム試液を加え、塩酸を加えた後に、ヨウ化カリウム試液を加え、チ

表 1 医薬部外品原料規格 2006 一般試験法

1. アクリル残存モノマー試験法	42. 多価アルコール試験法
2. アクリロニトリル試験法	43. 多価アルコール脂肪酸エステル試験法
3. アミン価測定法	44. 窒素定量法
4. アルコール数測定法	45. 定性反応
5. アンモニウム試験法	46. 鉄試験法
6. 陰イオン界面活性剤定量法	47. 電気滴定法
7. 液化ガス試験法	48. 糖試験法
8. 液体クロマトグラフ法	49. 糖エステル類・ソルビタン脂肪酸エステル試験法
9. エステル価測定法	50. 鉛試験法
10. 塩化物試験法	51. 軟化点測定法
11. 炎色反応試験法	52. 二酸化チタン定量法
12. 灰分及び酸不溶性灰分試験法	53. 粘度測定法
13. ガスクロマトグラフ法	54. 薄層クロマトグラフ法
14. 乾燥減量試験法	55. pH 測定法
15. 吸光度測定法	56. 比重及び密度測定法
16. 吸光度比法	57. 比旋光度測定法
17. 鏡検法	58. ヒ素試験法
18. 凝固点測定法	59. ビタミン A 定量法
19. 強熱減量試験法	60. 不けん化物測定法
20. 強熱残分試験法	61. フッ素試験法
21. 屈折率測定法	62. 沸点測定法及び蒸留試験法
22. 曇り点測定法	63. プロテアーゼ力価試験法
23. けん化価測定法	64. 粉末 X 線回折測定法
24. 原子吸光光度法	65. ポリオキシエチレンアルキルエーテル試験法
25. 高級アルコール試験法	66. 見掛け比容測定法
26. 高級アルコール脂肪酸エステル試験法	67. 水可溶物試験法
27. 香料試験法	68. メタノール試験法
28. 酸価測定法	69. メトキシル基定量法
29. 酸可溶物試験法	70. 融点測定法
30. 酸素フラスコ燃焼法	71. 陽イオン界面活性剤試験法
31. 酸不溶物試験法	72. ヨウ素価測定法
32. 脂肪酸試験法	73. リパーゼ力価試験法
33. 重金属試験法	74. 硫酸塩試験法
34. 蒸発残留物試験法	75. 硫酸呈色物試験法
35. 蒸発残分試験法	76. ろ紙クロマトグラフ法
36. シリコーン試験法	77. 色の比較液
37. 脂肪酸価測定法	78. 標準品
38. 水分定量法（カールフィッシャー法）	79. 試薬・試液
39. 水溶性カラーゲン試験法	80. 容量分析用標準液
40. ステロイド試験法	81. 標準液
41. 赤外吸収スペクトル測定法	82. 計量器・用器

オ硫酸ナトリウム液で滴定して求めるものである。本試験法適用原料の大半は 1.5% 以下と規定している。本試験は塩酸性にしたときに、樹脂が固化し回収率が下がる場合がある。適用原料の中には、本法でなく個々のモノマーを標準品としてガスクロマトグラフィー（GC 法）により求めているものもある。この場合、100 ppm 以下に限度設定しているものが多い。

2. 鏡検法

主として、植物の切片、粉末原料を対象としてスライドグラスに取り、封入剤や潤滑剤を滴加し、対物レンズ 10～40 倍、接眼レンズ 10 倍の光学顕微鏡を用いて観察し、その組織構造からその原料を確認する試験法である。現在、本試験法の適用原料は「乾燥クロレラ」「ニンジン末」「クルミ殻粒」「モモ殻粒」の 4 成分である。本試験法は、機器分析、一般化学試験と異なり、かなりの経験を要する。

3. 高級アルコール脂肪酸エステル試験法

高級アルコール脂肪酸エステルは天然界では、一般にロウ類と称されるもので、「ラノリン」「ミツロウ」がその代表である。最近では合成品が多数化粧品・部外品の原料として登録され、主にエモリエント剤、皮膚保護剤として配合されている。一般試験法としては、赤外吸収スペクトル測定法（IR法）とGC法があるが、その利便性・簡便性から原料個々の確認試験では、IR法が一般的である。しかし、類似成分の吸収スペクトルは、類似の吸収を示すために、更なる確認のためにGC法が用いられる。GC法は、一般に炭素数20～50までの原料が対象であるのと、化粧品原料はほとんどが単一成分ではない（原料名：「パルミチン酸セチル」といっても、ステアリン酸セチルやパルミチン酸ステアリル等が混入しているのが、一般的である）。そのため、分離管には非極性の担体を用い、設定温度も昇温で行うのが一般的である。ただし、これの欠点は試薬等の標準品が少ないことと、炭素数50以上の高分子原料では適応が難しいことである。そのような場合は、試料に水酸化カリウム・エタノール試液を加え、加水分解した後に、ヘキサンでけん化物を抽出し、残留液を塩酸酸性にし、ヘキサンでけん化物を抽出する。これらのけん化物を一般試験法記載の「高級アルコール試験法」、けん化物を「脂肪酸試験法」中のGC法で行えば、より確かな確認試験となる。

4. シリコン試験法

シリコンは、ケイ素原子と酸素原子が結合したシロ

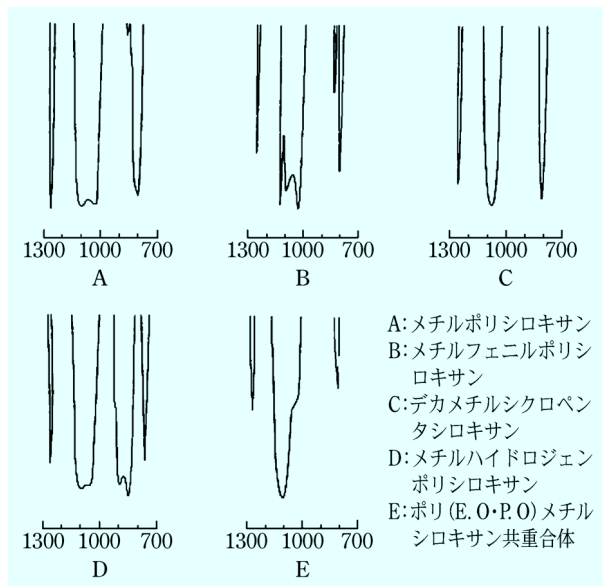


図1 構造の異なるシリコン化合物の 1300 cm^{-1} ～ 700 cm^{-1} 付近のスペクトルの例

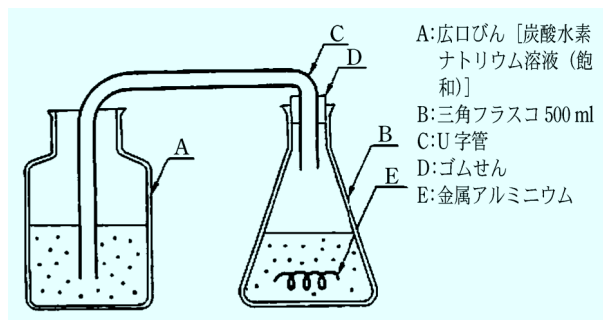


図2 二酸化チタン定量法

キサン結合の繰り返し構造 Si-O からなる物質で、その重合度、側基の種類、橋かけ程度によって揮発性の液体からオイル状、ロウ状、樹脂状と形状は様々である。その特性である発水性、発油性、皮膚への滑潤性、持続性により、昨今の化粧品・部外品にはほとんどの製品に配合されている原料である。確認試験としては、分解してケイ素を確認する方法もあるが、低分子シリコンにはGC法が有効な方法である。しかし、これら種々の形状・分子量の物質を一括して一つの試験法とするために、一般試験法としてIR法を採用している。その基本骨格 Si-O の共通吸収帯 1300 cm^{-1} ～ 900 cm^{-1} 付近の吸収からシリコン種を確認している。図1に代表的なシリコンの吸収スペクトルを示した。

5. 水溶性コラーゲン試験法

コラーゲンは、組織構造の維持・保護、細胞の支持など組織の枠組みタンパク質として働いており、一般に機能性物質、美容添加剤と称されるものである。本試験法は、ドデシル硫酸ナトリウム（SDS）-ポリアクリルアミドゲル電気泳動法により泳動を行ったときに得られる未変性コラーゲン分子に相当する α 鎖（分子量約10万）、 β 鎖（分子量約20万）及び γ 鎖（分子量約30万）の3本のバンドにより、コラーゲンタンパク質の分子量を推定し、確認する方法である。試験は、泳動装置（ガラス板と電極槽）を用意し、パッキングを挟み込んだガラス板対にアクリルアミドのゲルを調製し、泳動用緩衝液を注入後、上部電極を陰極、下部電極を陽極として、30 mA の定電流で泳動させた後に染色・脱色し、コラーゲン標準品から得られたバンドにより、試料の α 鎖、 β 鎖、 γ 鎖を推定する。この方法には、アガロースやポリアクリルアミドなどのゲルを担体したものと、シリカゲルや酢酸セルロース膜を用いたものが使われている。さらに、ポリアクリルアミドゲル電気泳動の中には、ディスク電気泳動、SDS電気泳動、等電点電気泳動があるが、コラーゲンの分析には、分子ふるい効果や分離能の良いSDS電気泳動が最も適している。本法で用いているSDSがコラーゲンタンパク質表面に多数結合し複合体を形成する。この複合体分子は、全体がマイナスに荷電しているため、すべての分子がプラス極方向へ泳動し、精度よく分子ふるい効果が発揮される。

6. 二酸化チタン定量法

二酸化チタンは白色顔料として、古くからメークアップ化粧品に使われてきた。最近では、サンケアー製品に配合され、紫外線散乱剤として欠かせない原料となっている。試験法としては、図2に試験器具を示したが、二酸化チタンを含む無機物を硫酸と硫酸アンモニウムとで溶かした後、水及び塩酸を加え、金属アルミニウム（アルミホイルが一番良い）を加えて二酸化チタンを還元し、冷却後、0.1 mol/L 硫酸第二鉄アンモニウム液で滴定するものである（0.1 mol/L 硫酸第二鉄アンモニウム液 $1\text{ mL} = 7.988\text{ mgTiO}_2$ ）。昨今、諸外国においては、サンケアー製品は含薬製品や機能性化粧品に位置づけられ、製品中の配合量の試験法が求められている。本試験法は、簡単な前処理でこの要望にこたえるものとなっている。

文 献

- 1) 医薬部外品原料規格 2006, (薬事日報社)。
- 2) 化粧品種別配合成分規格一般試験法注解 (1995), (薬事日報社)。
- 3) 化粧品原料基準 (1999), (薬事日報社)。
- 4) 化粧品種別配合成分規格 (1997), (薬事日報社)。
- 5) 医薬部外品原料規格 (1991), (薬事日報社)。

[株]伊勢半 高橋 守