

# 28T-am04

化粧品中フェノキシエタノール及びパラベン類の qNMR 等を用いた短時間簡便分析法

○秋山 卓美<sup>1</sup>, 植野 麻美<sup>1</sup>, 内野 正<sup>1</sup>, 田原 麻衣子<sup>1</sup>, 杉本 直樹<sup>1</sup>, 五十嵐 良明<sup>1</sup>  
(<sup>1</sup>国立衛研)

【目的】化粧水、クリーム及び乳液に含まれる防腐剤フェノキシエタノール(PE)及びパラベン類は配合量が制限され、衛生試験法注解に逆相 HPLC による定量法が記載されている。この定量法の改良により分析時間の短縮を試みた。また、一次標準測定法で値付けされた標準物質を持たない PE について、qNMR 法により簡便かつ正確に定量する分析法の開発を試みた。

【方法】国内で製造されて流通する化粧品約 40 製品を試料とした。試料はメタノールに分散させ、ODS カラムを装着した HPLC に注入し、1%ギ酸/アセトニトリル混液を移動相としてアセトニトリル含量を 30%から 70%まで上昇させるグラジエント分析を行い、PE、メチルパラベン(M-P)、エチルパラベン、プロピルパラベン、イソプロピルパラベン、ブチルパラベン及びイソブチルパラベンを定量した。qNMR 法では、試料に重クロロホルムを加えて防腐剤を抽出し、これを認証標準物質 1,4-bis(trimethylsilyl)benzene-*d*<sub>4</sub> (1,4-BTMSB-*d*<sub>4</sub>)を含む重クロロホルムと混合して検液とした。検液について、qNMR に最適化された方法により <sup>1</sup>H-NMR 測定を行い、PE の定量を行った。

【結果及び考察】本 HPLC 条件では、性質の近い PE と M-P が分離し、かつ 6 種すべてのパラベンが従来法より早く溶出された。この方法により市場流通製品に含まれるこれらの防腐剤を定量できた。重クロロホルム抽出による qNMR 法では、PE のエチレングリコール部分のシグナルは化粧品中の他の成分のシグナルと重なって定量には適さなかったが、芳香環のシグナルはよく分離され、1,4-BTMSB-*d*<sub>4</sub> のシグナルを基準として定量することができた。現在、他の認証標準物質の使用や製品への応用を検討中である。