

## 化粧品に配合が禁止されている成分の分析法に関する研究：塩化ストロンチウム

内野 正<sup>#</sup>, 五十嵐良明, 西村哲治

## Studies for the Analytical method of Prohibited Ingredient Strontium Dichloride in Cosmetics

Tadashi Uchino<sup>#</sup>, Yoshiaki Ikarashi and Tetsuji Nishimura

Strontium dichloride is one of the prohibited ingredients in cosmetics due to the Japanese Pharmaceutical Affairs Act. We established the analytical method for strontium dichloride in cosmetics by capillary electrophoresis (CE). The toothpaste was dispersed into water.

After ultrasonication for 10 min, the solution was centrifuged at 3000 rpm for 10 min. The supernatant was filtrated through a membrane (0.45  $\mu\text{m}$ ), diluted 100-times with water, and injected into CE. The calibration curve showed linear between the concentrations of strontium dichloride (from 2 to 50  $\mu\text{g/ml}$ ) and the peak area of strontium ion. Detection limit of strontium dichloride is 2  $\mu\text{g/ml}$ . There was no interference of the ingredients in the toothpaste.

Keywords: strontium dichloride, capillary electrophoresis, prohibited ingredients, toothpaste, cosmetics

## 1. 緒 言

塩化ストロンチウム( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 分子量266.62)は知覚過敏用の歯磨き粉, 花火の着色や他のストロンチウム化合物の原料などとして用いられているが<sup>1,4)</sup>, 我が国では平成12年9月から化粧品への配合が禁止されている<sup>5)</sup>. (塩化) ストロンチウムの分析法としては, エレクトロスプレーイオン化イオン移動度計(ESI-IMS)法<sup>6)</sup>やフレイムレス原子吸光法<sup>7)</sup>が報告されている. 今回我々は, キャピラリー電気泳動法を検討し, 市販歯磨き粉に適用した.

## 2. 実 験

### 2.1 装 置

Hewlett Packard製3D-CE型キャピラリー電気泳動装置を用いた.

### 2.2 試薬・試液

塩化ストロンチウム(strontium dichloride,  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ : 純度99.9%以上)は和光純薬工業特級を, 無機陽イオン分析用bufferはAgilent社製を用いた. 試料は市販の歯磨き粉4種類 [日本製2種 (A, B), 米国製(C:知覚過敏用), 英国製(D:知覚過敏用, 塩化ストロンチウム10%配合と表示)] を用いた.

塩化ストロンチウム標準溶液: 塩化ストロンチウム約10 mgを精密に量り, 水を加えて正確に10 mlとしたものを原液とした. これを水で希釈し, 2 ~ 50  $\mu\text{g/ml}$ の標準溶液を調製した.

### 2.3 定量法

試料約0.5 gに水を加えて50 mlとし, 超音波浴で10分間分散した. その後, 3000 rpm, 10分間遠心し, 上清を孔径0.45  $\mu\text{m}$ のフィルターでろ過した後, 水で正確に100倍希釈したものを試料溶液とした.

試料溶液及び標準溶液を次の条件でキャピラリー電気泳動法による測定を行い, 標準溶液から作成した検量線から試料溶液中の塩化ストロンチウムの濃度C(mg/l)を求めた.

試料中の塩化ストロンチウムの濃度(mg/ g)=5×C /試料採取量(g)

測定条件:

キャピラリー: 内径75  $\mu\text{m}$ , 有効長72 cm, フューズシリカキャピラリー

キャピラリー温度: 25  $^{\circ}\text{C}$

泳動用buffer: 無機陽イオン分析用buffer

注入法: 加圧法, 50 mbar, 4 seconds

極性: Positive

印加電圧: 30 kV(373V/cm)

分析時間: 15 min

検出波長: 310 nm, バンド幅20 nm

<sup>#</sup> To whom correspondence should be addressed: Tadashi Uchino; Kamiyoga 1-18-1, Setagaya-ku, Tokyo 158-8501, Japan; Tel:03-3700-1141 ext.318; Fax:03-3707-6950; E-mail: uchino@nihs.go.jp

リファレンス波長：215 nm , バンド幅10 nm

### 3. 結果及び考察

#### 3.1 塩化ストロンチウムの検量線及び再現性

塩化ストロンチウム標準溶液(10  $\mu\text{g/ml}$ )のエレクトロフェログラムをFig.1に示した。保持時間8分付近にストロンチウムイオンのピークが検出された。

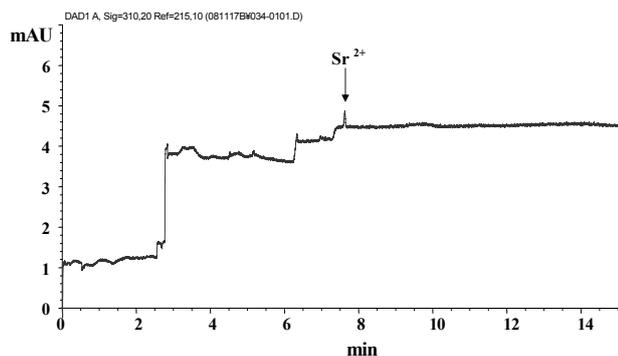


Fig.1 Electropherogram of strontium dichloride

2 ~ 50  $\mu\text{g/ml}$ の標準溶液を用いて、検量線を作成した(Fig.2)。塩化ストロンチウムの濃度とストロンチウムイオンのピーク面積との間には良好な直線関係が成立した。

10  $\mu\text{g/ml}$ の塩化ストロンチウム溶液を3回繰り返し注入したとき、得られたストロンチウムイオンのピーク面積の相対標準偏差(R.S.D.)は0.9 %であった。塩化ストロンチウムの検出限界濃度は、ストロンチウムイオンのピークにおける $S/N=3$ とすると2  $\mu\text{g/ml}$ 、定量下限を $S/N=10$ とすると7  $\mu\text{g/ml}$ であった。

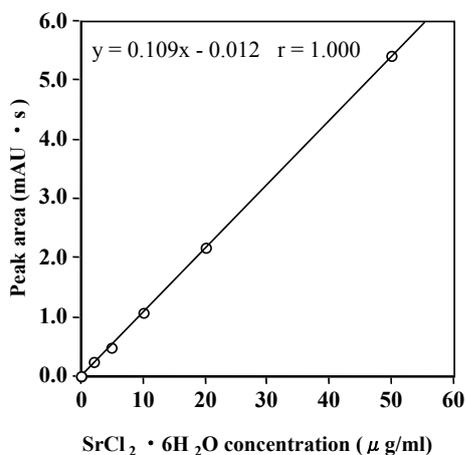


Fig.2 Calibration curve for strontium dichloride

#### 3.2 化粧品への応用

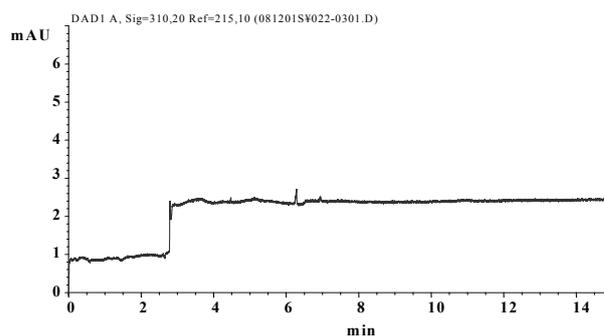
試料A,B及びCそれぞれに塩化ストロンチウムを10%量添加したものについて、回収試験を行った。

日本では、歯磨き粉は薬事法により化粧品若しくは医薬部外品に分類されており、化粧品として分類される歯磨き粉については塩化ストロンチウムの配合が平成12年の告示において禁止されている。

欧米では、塩化ストロンチウムは知覚過敏用歯磨き(日本の医薬部外品に相当)に通常10%の濃度で配合されており<sup>3)</sup>、米国から輸入された歯磨き粉から検出されている<sup>4)</sup>。

Fig.3には、試料A及びこれに塩化ストロンチウムを添加したときのエレクトロフェログラムを示した。塩化ストロンチウムを添加した場合、保持時間8分付近にストロンチウムイオンのピークが認められた。試料B及びCについてもほぼ同様のエレクトロフェログラムが得られ、ストロンチウムイオンに重なるようなピークは認められなかった。

(A)



(B)

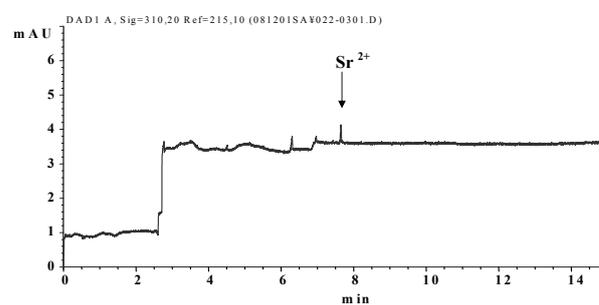


Fig.3 Electropherogram of samples

(A) toothpaste A, (B) toothpaste A + 100 mg/g strontium dichloride

試料A, B及びCに添加した塩化ストロンチウムの回収率はそれぞれ, 102.9%, 99.0%及び97.9%であった (Table1). また, 相対標準偏差は 2.8%, 2.9%及び 1.5%といずれも3%未満であった.

Table 1. Recovery of added strontium dichloride from toothpaste

Experiment No.	Recovery(%)		
	Toothpaste A	Toothpaste B	Toothpaste C
1	99.7	96.0	97.9
2	101.5	96.9	96.0
3	104.3	101.5	97.9
4	106.1	101.5	99.7
Average	102.9	99.0	97.9
R.S.D.	2.8	2.9	1.5

試料Dには10%塩化ストロンチウム( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )を含むという表示がされており, その試料溶液には, ストロンチウムイオンのピークが見られた(Fig.4).

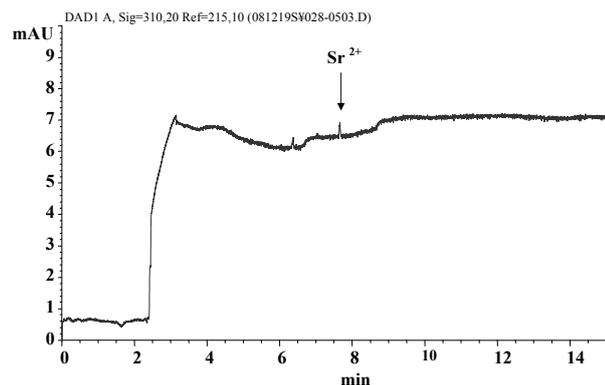


Fig.4 Electropherogram of toothpaste D

試料Dに含まれる塩化ストロンチウムを定量したところ, 101 mg/g (10.1%)と表示通りの値が得られた.

以上, キャピラリー電気泳動法により, 歯磨き粉中の他の成分の妨害を受けることなく塩化ストロンチウムを定量できることが明らかになった.

## 文 献

- 1) 化学大辞典編集委員会: “化学大辞典 1 縮刷版”, 共立出版, 東京, pp.1044 (1978)
- 2) “The Merck Index 13” eds. by O’Neil, J., M., Smith, A., and Heckelman, E., P., Merck Research Laboratories, Whitehouse Station, pp.1575 (2001)
- 3) Lee, S., Y., Kwon, H., K., and Kim, B., I. : *J. Oral Re-*

*habil.*, **35**, 847-853 (2008)

- 4) 厚生労働省ホームページ (化粧品回収の概要) (<http://www.mhlw.go.jp/topics/bukyoku/iyaku/kaisyu/kaisyuu2003-2-1188.html>)
- 5) Notification No.331 of Ministry of Health and Welfare dated on September (2000)
- 6) Dion, H., M., Ackerman, L., K., and Hill, H., H., Jr. : *Talanta*, **57**, 1161-1171 (2002)
- 7) Barto, R., Sips, A., J., van der Vijgh, W., J., and Netelenbos, J., C. : *Clin. Chem.*, **41**, 1159-1163 (1995)