- 2) 奥井誠一, 星野正彦: 本誌 5, 126 (1957). 561 (1954).
 3) J. W. Cook: J. Assoc. Offic. Agr. Chemists 37, 4) 衛生化学 5, 88 (1957).

口紅中の着色料の試験成績

大阪市立衛生研究所 蔵行義雄, 福井弥生

Analytical Results of Colouring Matters in the Lipsticks

Y. Kurayuki and Y. Fukui (Ōsaka City Public Health Laboratory)

まえがき

化粧品の一つである口紅中の着色料については、すでに報告されているが、著者らは市販の口紅の着色料について、日本薬学会協定法および A. O. A. C. の方法に少し吟味を加えて実験を行ったので、その結果を報告する。

実 験

1. 石油エーテル抽出

口紅約 0.5 g をとり、適当量の石英砂を加えて、乳バチの中で混和したのち、ソクスレット浸出器を用いて、約 20 時間石油エーテルで脱脂すると共に着色料の抽出を行う。石油エーテル浸出液を分液漏斗に移し、充分水洗したのち、1% 塩酸を加えてローダミン B を塩酸液に転溶させ、石油エーテル層を分取して蒸発乾固する。

2. ガソリン溶液について

石油エーテル抽出液の蒸発残留物に、ガソリンを加えて浸出し、その浸出液に水、塩酸および酢酸 (0.5 : 1 : 5)¹⁾ の混液 15 ml を加えて 2 回繰返し抽出する。抽出後なおガソリン溶液が着色している場合は、さらに水、硫酸および酢酸 (1 : 4 : 9)²⁾ の混液 15 ml を加え、2 回繰返し抽出する。

つぎに水、塩酸、酢酸の混液および水、硫酸、酢酸の混液で抽出した抽出液は 25% 水酸化ナトリウム溶液でアルカリ性にしたのち、石油エーテルで抽出する。石油エーテル抽出液を分取して蒸発乾固したのち、残留物をクロロホルムに溶かし、ペーパークロマトグラフィーを行った。その結果は Table. 1 のとおりである。

展開用溶媒 A はアセトン : エタノール : 酢酸 : 水 (70 : 13 : 5 : 13)

展開用溶媒 B はアセトン : エタノール : 水³⁾ (1 : 2 : 1)

口紙 A : 東洋口紙 No. 50 の 2 cm × 4 cm を流動パ

ラフィン 5% を含む石油エーテルに浸漬したのち、乾燥したもの⁴⁾

口紙 B : 東洋口紙 No. 50 の 2 cm × 40 cm

展開温度 30 ± 1°

上昇距離 25 ~ 27 cm

Table. 1.

着 色 料	Rf 値		吸収極大の波長 (CHCl ₃)
	展開剤 A	展開剤 B	
Oil Red XO	0.88	0.93	497 ~ 498
Oil Red OS	0.51	0.54	532 ~ 535

水、塩酸および酢酸の混液に Oil Red XO が移行し、水、硫酸および酢酸の混液に Oil Red OS が移行する。

3. 水浸液について

1. の石油エーテル不溶物に水を加えて浸出し、水浸液の着色料について、ペーパークロマトグラフィーを行った。またスポットの部位を切りとって水で抽出し、その吸収極大の波長を測定した。それらの結果は Table. 2 に示すとおりである。

展開用溶媒 *n*-ブタノール : ピリジン : 0.5 N アンモニア水⁵⁾ の混液 (6 : 3 : 4)

口紙 東洋口紙 No. 50 2 cm × 4 cm

展開温度 30 ± 1°

上昇距離 25 ~ 27 cm

Table. 2.

着 色 料	Rf 値	吸収極大波長
Phloxin	0.65	546
Eosin	0.5	518
Dibromofluorescein	0.45	504
Orange I	0.75	488
Amaranth	0.28	520

水浸液中の phloxin, eosin はいずれも水溶性の塩類をなしているものと思われる。なお dibromofluorecein には 0.31, 0.4 および 0.54 の Rf 値を示す附随物質を有するものがあつた。

4. エーテル抽出

3. の水に不溶の残留物にエーテルを加えて浸出し、その浸出液を濃縮してペーパークロマトグラフィーを行った。またスポットの部位を切りとって抽出し、吸収極大の波長を測定した。それらの結果は Table. 3 のとおりである。

展開剤 *n*-ブタノール, ピリジン, 0.5 N アンモニア水の混液 (6 : 3 : 4)

ロ紙 東洋ロ紙 No. 50 2 cm × 40 cm

展開温度 30 ± 1°

上昇距離 25 ~ 27 cm

Table. 3.

着 色 料	Rf 値	紫外線下の呈色	吸収極大の波長
Rhodamine B	0.92	橙黄色	556
Toluidine Red	0.95	鈍紅色	510
Eosin	0.5	黄 色	518
Phloxin	0.62	鈍橙色	540
Dibromofluorescein	0.45	緑黄色	504

5. 2% NaOH 液抽出

エーテルに不溶の残留物に 2% 水酸化ナトリウム溶液を加えて浸出し、その浸出液について次の各試験を行った。

(1) 2% 水酸化ナトリウム浸出液の 1 部にエーテルを加えて浸出し、浸出液を 0.5% 水酸化ナトリウム溶液で洗ったのち、1% 塩酸を加えて発色させ、その吸収極大の波長を測定した。

(2) (1) の塩酸溶液の残部を、水酸化ナトリウム溶液で中和し、濃縮したのち、ペーパークロマトグラフィーを行った。それらの結果は Table. 4, および Table. 5 に示すとおりである。

展開用溶媒 A⁶⁾ 25% エタノール : 5% アンモニア水の混液 (1 : 1)

展開用溶媒 B⁷⁾ ピリジン : 濃アンモニア水 : 水の混液 (3 : 10 : 17)

ロ紙 5% の流動パラフィンを含む石油エーテル中に 1 時間浸漬したのち、乾燥したもの

展開温度 30 ± 1°

上昇距離 25 ~ 27 cm

Table. 4. 展開剤 A の場合

着 色 剤	Rf 値	吸収極大の波長
Rhodamine B	0.59	557 ~ 558
Rhodamine B stearate	0.56	557 ~ 558

Table. 5. 展開剤 B の場合

着 色 料	Rf 値	吸収極大の波長
Rhodamine B	0.82	557 ~ 558
Rhodamine B stearate	0.84	557 ~ 558

また 2% 水酸化ナトリウム溶液の残部は、酢酸で中和したのち、アミルアルコールを加えて色素を抽出する。そのアミルアルコール抽出液に、2 倍量の石油エーテルを加え、さらに水を加えると色素は水層に移行する。その水溶液についてペーパークロマトグラフィーを行った。その結果は Table. 6 および Table. 7 に示すとおりである。

展開用溶媒 A エタノール : アセトン : 水の混液 (2 : 1 : 1)

展開用溶媒 B エタノール : アセトン : 酢酸 : 水の混液 (70 : 13 : 5 : 13)

ロ紙 5% のオリブ油を含むエーテル溶液に、ロ紙を浸したのち、乾燥したもの

展開温度 30 ± 1°

上昇距離 25 ~ 27 cm

Table. 6. 展開剤 (A)

Table. 7. 展開剤 (B)

着 色 料	Rf 値	着 色 料	Rf 値
Lithol rubin BCA	0.65	Lithol rubin BCA	0.91

なおこの水液の吸収極大の波長を測定すると 510 mμ で lithol rubin BCA であることが確認できた。

6. アミルアルコール溶液

2% 水酸化ナトリウム溶液に不溶の残留物を水洗し、希塩酸を加えて弱塩酸性にしたのち、アミルアルコールを加えて浸出する。浸出液を少量の水で水洗したのち、濃縮してペーパークロマトグラフィーを行った。その結果は Table. 8 および Table. 9 のとおりである。

展開用溶媒 A エタノール : アセトン : 水の混液 (2 : 1 : 1)

展開用溶媒 B エタノール : アセトン : 酢酸 : 水の混液 (70 : 13 : 5 : 13)

ロ紙 5% のオリブ油を含むエーテルに浸したのち、

乾燥したもの

展開温度および上昇距離はいずれも前記同様である。

Table. 8. 展開剤 (A)

着色料	Rf 値	吸収極大の波長
Lithol red	0.81	494
Toluidine red	0.70	510
Deep maroon	0.50	518
Lake red C	0.92	483
Brilliant lake red R	0.55	487

7. トルオール抽出

残留物にトルエンを加えて浸出し、浸出液を濃縮して

Table. 9. 展開剤 (B)

着色料	Rf 値
Lithol red	0.87
Deep maroon	0.80
Lake red C	0.95
Brilliant Lake red R	0.83

吸収極大の波長を測定し、478 m μ で、パーマネントオレンジと同一の極大吸収部を示したので、パーマネントオレンジであることを確認した。

以上の方法で市販の口紅 14 種について、着色料を調査した結果は Table. 10 のとおりである。

Table. 10.

品種	検出した色素名
A	Phloxin, Dibromofluorescein, Rohdamine B
B	Oil red XO, Phloxin, Eosin
C	Oil red XO, Eosin, Lithol rubin BCA, Toluidine red, Deep maroon, 不明色素
D	Eosin, Dibromofluorescein, Lithol red
E	Oil red XO, Eosin, Dibromofluorescein, Lithol rubin BCA, Toluidine red, 不明色素
F	Phloxin, Eosin, Dibromofluorescein, Lake red C, 不明色素
G	Eosin, Dibromofluorescein, Rhodamine B, 不明色素
H	Oil red XO, Eosin, Toluidine red
I	Eosin, Permanent orange
J	Eosin, Dibromofluorescein
K	Orange I, Eosin, Dibromofluorescein, Amaranth, Rhodamine B, Lithol red, 不明色素
L	Eosin, Dibromofluorescein, Lithol red, 不明色素
M	Phloxin, Eosin, Dibromofluorescein, Rhodamine B, Permanent orange
N	Oil red XO, Phloxin, Eosin, Lake red C, Brilliant lake red R

試験したほとんど全部の口紅に eosin を認め、そのほかに dibromofluorescein, phloxin などを含むものが多い。使用している dibromofluorescein には、附随色素を含有するものが多い。不明色素については、明瞭なスポットを認めたが、色素名を確認することはできなかった。

終りに当所々長岡原国男博士の御校閲を感謝する。なお標準色素を供与された国立衛生試験所大阪支所および大阪府立公衆衛生研究所に深謝する。

文 献

- 1) "Offic. Methods Analysis Assoc. Offic. Agr. Chemists" 8 Ed. 710 (1955).
- 2) "Offic. Methods Analysis Assoc. Offic. Agr. Chemists" 8 Ed. 710 (1955).
- 3) 藤井： 衛生試報. 73, 362 (1955).
- 4) 薬学会協定法追補 56 (1956).
- 5) 藤井： 衛生試報. 73, 336 (1955).
- 6) 薬学会協定法追補 57 (1956).
- 7) 藤井： 衛生試報. 73, 357 (1955).