

微小角入射 X 線散乱を用いた乳化物の塗布状態における構造解析 Study of the Applied Emulsion Film with Ultra-small-angle X-ray Scattering

八巻 悟史, 岡 隆史, 國澤 直美, 岡本 亨

Satoshi Yamaki, Takashi Oka, Naomi Kunizawa, Toru Okamoto

資生堂リサーチセンター

Shiseido Research Center

化粧品中の分子構造体は、製剤の安定性だけでなく化粧品の機能・効果にも影響を及ぼしている。化粧品製剤のバルク状態での構造解析に関しては多く検討されているが、肌に塗布した状態での構造については知見が少ない。そこで、化粧品乳化物を塗布乾燥した薄膜状態にして、微小角入射 X 線回折により製剤中の構造解析を行った。その結果、濃縮・乾燥によって化粧品製剤中の構造が変化することが分かった。

キーワード： 化粧品、薄膜、微小角 X 線散乱

背景と研究目的：

超高齢化社会となった日本において、アンチエイジングが注目されている。スキンケア化粧品は肌のアンチエイジングにおいて重要な役割を果たしており、スキンケア化粧品の効果向上には一層の期待がよせられている。一方、グローバルに目を向けるとアジアを中心とした新興国がめざましい経済発展を続け、国民の所得増に伴い美と健康に関する意識が高まることで、化粧品に関しても市場がさらに拡大していくと考えられる。このような背景から、化粧品製剤の技術的優位性を確立し維持することは、日本の企業が化粧品の世界市場で勝つための重要な要素となってくる。

化粧品には用途に応じて様々な基剤が用いられており、 α ゲルやラメラ液晶など特徴的な分子構造体を有する基剤もある。これらの分子構造体は、化粧品の安定性に寄与すると同時に、皮膚や毛髪に適用した際の化粧品の効果にも影響を及ぼしている。従って、近年では化粧品原料や基剤、或いは皮膚や毛髪について、ナノオーダーにおける構造解析に関する研究が盛んに行われている。これまでに、研究対象とする化粧品製剤に関しては、バルク状態での構造解析、またこれらの製剤塗布後における角層の構造変化については種々研究されて来た[1][2]。しかし、製剤の機能発揮や使用性実感の観点から製剤を肌に塗布した際に形成される薄膜の構造が極めて重要であるが、それらの構造の詳細を解明するためには既存機器を用いた手法では限界があり、十分な知見は得られていない。そこで、本研究では肌上に塗布した状態を想定し、薄膜状態にした化粧品基剤の構造解析を試みた。

実験：

BL19B2 に設置されている多軸回折計を利用し、薄膜の X 線回折測定を行った。入射光のエネルギーは 10 keV に設定し、検出器にはシンチレーションカウンターを用いた。化粧品試料は、10 cm×3 cm 角程度の大きさのシリコンウエハー基板上に塗布して、32 °C のプレート上で十分に乾燥させた。ポリイミド製ドームで覆って He 置換した試料台に試料を設置し測定を行った。今回測定対象とした化粧品試料には、脂肪酸石鹼で強固な α ゲルを作る乳化物を調製し、あらかじめ X 線回折にてバルク中の結晶構造を調べておいた。 α ゲル乳化物の X 線回折では、脂質炭化水素鎖の充填構造と層構造を計測することができる。そこで、今回は格子定数で 0.3 nm- 15 nm の小角から広角にわたる領域のデータを取得した。

結果および考察：

図 1 に、薄膜の X 線プロファイルを示す(赤線)。また、バルク状態の試料の X 線プロファイルを重ねて示す(黒線)。薄膜ではバルクの構造に比べて、 α ゲルのパッキング構造を示す $S = 2.5 \text{ nm}^{-1}$ の回折ピークが非常に大きく現れた。化粧品試料の約 70% は水、油分+保湿剤が 18% で、 α ゲル構造の骨

格である脂肪酸と高級アルコールは 2%しか含まれていない。そのため、乾燥成分である水が蒸発することで結晶構造性が高くなっていると考えられる。一方、小角側に見られる α ゲルの層構造を示す回折ピークは、薄膜状態になることで見られなくなった。

以上のことから、バルク状態と塗布後の薄膜状態では、乾燥による組成変化等に基づき結晶構造が変化することがわかった。また、塗布乾燥後の薄膜状態でも α ゲルのパッキング構造は保たれていることが分かった。

今後の課題：

今後は、検討基剤の種類を変えて、バルク中の構造と乾燥薄膜状態の構造との関係、化粧品機能との関係について詳細に検討する必要がある。さらには、GIXD の利点を生かした薄膜中の分子の配向状態の解析・深さ方向の分析も行いたいと考えている。

参考文献：

- [1] 2006A0124 「化粧品用増粘剤の構造と使用感触との相関性に関する研究」
- [2] 小幡誉子ら 「角層細胞間脂質の動的構造変化に基づく医薬品・化粧品の開発研究」 H22 年度重点産業利用報告会

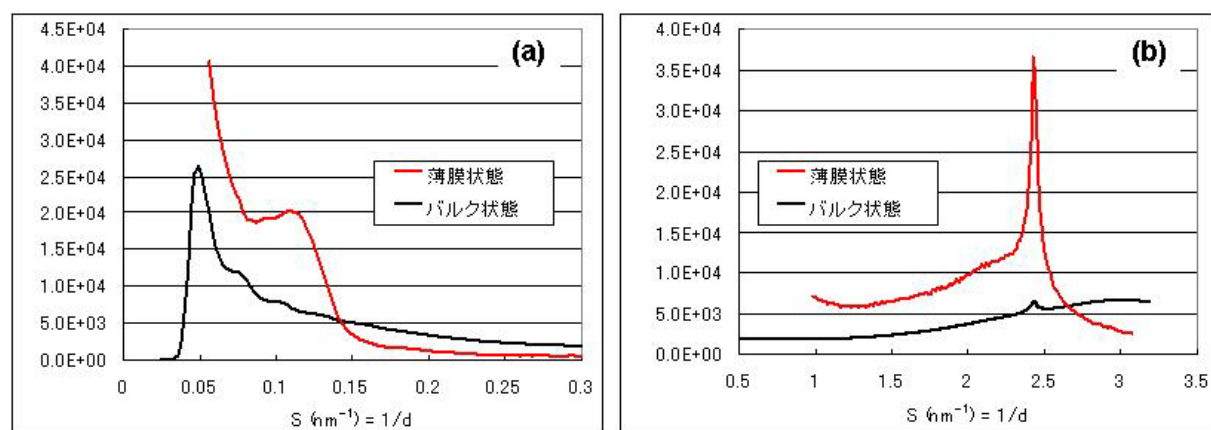


図 1. α ゲルのバルク、薄膜状態における X 線プロファイル(a : 小角領域、b : 広角領域)