

04

最新の分析手法を用いた 化粧品製剤内部構造の可視化技術

株式会社日産アーキ 飯田 景子／磯田 綾乃／宋 哲昊／服部 真帆

1. はじめに

化粧品をはじめとした多くの製品開発において、想定した機能を発揮するには、想定どおりの構造を有していることが重要である。例えば、口紅であれば保湿や色素の役割を持つ成分の分散状態が塗り心地や発色性に影響を及ぼし、サンスクリーン剤であればエマルションやフィラーの分散状態が使用感や紫外線防止効果に大きく影響する。これらの成分の内部構造はマイクロ～ナノレベルで制御する必要があり、これらの可視化には、最先端の分析装置と特殊な前処理技術、また多くの情報を処理するデータ解析技術が不可欠である。本稿では、市販されている口紅、サンスクリーン剤、基礎化粧品（化粧水、乳液、クリーム）の各種成分の分散状態や内部構造、さらに乾燥過程における形態変化等を可視化した事例を紹介する。

2. 口紅中における無機粒子の分散状態とカードハウス構造の可視化

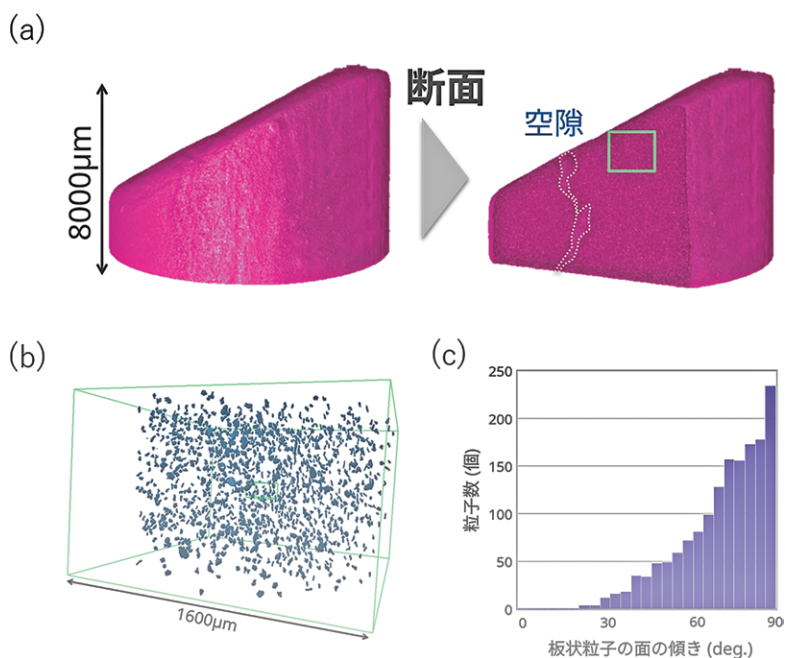
口紅は、リップメイクの主演として顔の印象に大きく影響する「色付け機能」と、皮膚の中でも薄く乾燥しやすい部位である唇を乾燥から守る「保護機能」の2つの機能を担っている。口紅の主成分は、オイルやワックス、色材であるが、そのほかに様々な機能を有する微粒子が添加されている。

ここでは市販の口紅について、3次元X線顕微鏡（3D-XRM : 3 Dimension X-ray Microscope）を用いて非破壊かつ広域で空隙の様子を捉えるとともに、無機粒子の分散状態を可視化、画像解析した。また、クライオ電子顕微鏡を用いて、ワックスやオイル成分にて形成されたカードハウス構造^{1,2)}を可視化した。

2.1. 3D-XRMによる内部構造可視化

3D-XRMは、観察対象物を回転しながらX線を照射、透過、撮影し、非破壊で物体の内部構造を可視化する手法である。破壊することなく観察対象の内部構造を調べることができるため、製品内部における欠陥（空隙や異物など）の検査やフィラーなど微粒子の分散状態を評価するために広く用いられている。弊社で昨年導入した μ -XRM装置（Sigray製Apex XCT-150）は、試料面に対してX線を斜めから照射する斜交型タイプであり、大面積の試料であっても高い空間分解能を確保でき、製品管理から研究開発フェーズまで幅広い用途で活用されることが期待される。本測定では、市販の口紅について、ケースから約20mm程度繰り出し、口紅先端についてマクロ観察及びミクロ観察を行った。

図1に、3D-XRMによる口紅の内部構造観察結果を示す。図1 (a) に示すマクロ観察の結果、



■図1 3D-XRMによる口紅の内部構造観察結果

mmオーダーの比較的大きな空隙が検出された。さらに、図1 (a) に示す□枠に対し、分解能を向上させてミクロ観察を実施したところ、板状の微粒子が確認された。基材部分を画像から除去し、板状粒子のみを抽出した結果を図1 (b) に示す。粒径は数 μm ～数十 μm 程度であった。次に、画像解析により各粒子の面の傾きを粒子数で整理した結果を図1 (c) に示す。横軸は口紅の軸方向と粒子表面の法線との角度であり、90度傾いている粒子が最も多かったことから、軸方向に対して平

出される二次電子や試料を透過してくる電子を結像し、微細な形態を調べる装置である。可視光を用いる光学顕微鏡やX線を用いる3D-XRMに比べ、より細く絞れる電子線を励起源としているため、nmオーダーの形態を捉えることが可能である。通常、観察は室温環境下で行うが、電子線照射による熱ダメージを抑えることを目的として、試料を冷却した状態、つまりクライオ環境下での観察技術の構築が主に生命科学分野において進められてきた⁹⁾。近年では、マテリアル分野においても

これ以降の閲覧を希望の場合は、本誌をご購読ください。