

化粧品原料の S/O ナノ粒子化への試み

宮崎県工業技術センター 材料開発部 ○山本建次, 外山真也, (青山勝治), (中山能久)
エーザイフード・ケミカル株式会社 芦澤一英

1 はじめに

工業技術センターは、これまでに取り組んできた製剤関連等の研究開発において、微細な固体粒子が油中に分散した S/O サスペンション及びその製造技術を確認し、その基本特許を取得した（平成 21 年 7 月 31 日登録，特許第 4349639 号）。本研究は、この特許を活用した実用化研究の一つに位置付けているものであり、今後製品化が見込まれる化粧品原料について、特許記載の基本的製法によるナノ S/O サスペンションの調製，すなわち，粒径が 1000nm 未満の微細な S/O ナノ粒子化の実現可能性を調べたので，その結果を報告する。

2 実験方法

2-1 S/O サスペンションの調製方法

図 1 に従って，まず，化粧品原料（水溶性の常温固体物質の一種）の 0.5 重量%水溶液である水相と，ある種の植物性混合油中に 20 重量%の割合で乳化剤を溶解させた油相からなる W/O エマルジョンを，水相：油相=1：4 の重量比で調製し，次に，これを脱水することにより，W 滴中の化粧品原料が濃縮されて微細な固体粒子となった S/O サスペンションを得た。なお，油相に添加する乳化剤には，テトラグリセリン縮合リシノレイン酸エステル TGCR（阪本薬品工業製，CR-310），ショ糖エルカ酸エステル（三菱化学フーズ製，ER-290）及びポリオキシエチレン硬化ヒマシ油（日光ケミカルズ製，HCO-5）の 3 種類を選択した。また，ここでは，乳化剤の違いによる W 滴径の差を確認するために，W/O エマルジョンの調製手段として，W 滴径について特段の制御のないホモミキサーによる簡易的な攪拌法を採用した。

2-2 調製したサンプルの評価方法

調製した W/O エマルジョン及び脱水後の S/O サスペンションの外観を目視により比較した。さらに，脱水前後の粒径（W/O エマルジョンの W 滴径及び S/O サスペンションの S 粒子径）を，レーザー回折散乱式粒度分布測定装置（島津製作所製，SALD-2000 又は SALD-7100）で測定し，平均粒径（体積積算分布の 50%径）を比較することにより評価した。

3 結果及び考察

3-1 調製したサンプルの外観

調製後の W/O エマルジョンについては，図 2 に示すとおり，乳化剤 TGCR を用いた場合及び乳化剤 HCO-5 を用いた場合にはピンク色の，乳化剤 ER-290 を用いた場合には比較的濃い赤色のものが得られた。なお，調製から 72 時間経過後においても，特に外観の変化は見ら

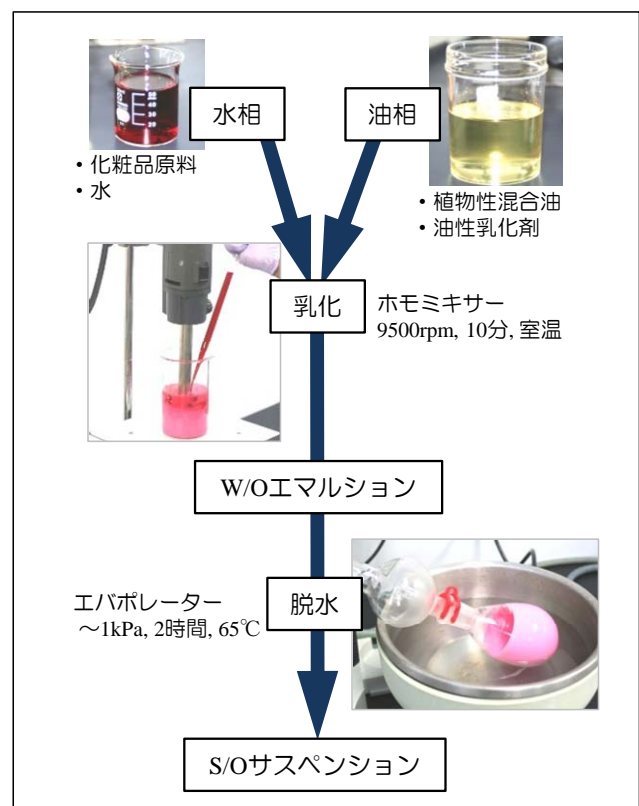


図 1 S/O サスペンションの調製フロー



図 2 調製した W/O エマルジョン及び S/O サスペンションの外観

れなかった。

一方、脱水後の S/O サスペンションについては、乳化剤 TGCR の場合には透明度の高いものが得られたが、乳化剤 ER-290 及び HCO-5 の場合には透明度が低く、特に HCO-5 では S 粒子が目視でも確認できる程の大きさになっていた。

3-2 乳化剤が粒径に及ぼす影響

表 1 に示すとおり、使用する乳化剤の種類によって、W 滴径及び S 粒子径に大きな差が見られた。

まず、調製直後の W 滴径については、乳化剤 TGCR の場合のみ 1000nm を下回る 509nm であった。さらに、調製してから 3 時間経過後の W 滴径（表 1 中のカッコ内）を見ると、乳化剤 HCO-5 の場合のみ、調製直後に比べて

著しく粗大化していた。これは、乳化剤 HCO-5 で得られた W/O エマルションが不安定であるため、W 滴同士の合一が起こったものと考えられる。一方、他の 2 種類の乳化剤（TGCR 及び ER-290）の場合では、3 時間経過後において W 滴径の大きな変化は見られず、安定であった。つまり、使用する乳化剤によって、得られる W/O エマルションの W 滴径及び安定性が異なることが明らかとなった。

脱水後の S 粒子径に関しては、乳化剤 TGCR 及び ER-290 の場合において、1000nm 未満、すなわち、所望の S/O ナノ粒子になっていた。特に、乳化剤 TGCR の場合では、S 粒子径が 149nm と極めて微細であり、外観の透明度が高かったのは、このためと考えられる。また、乳化剤 HCO-5 の場合は、S 粒子径の測定結果が 22400nm であり、脱水前の W 滴径よりもはるかに大きくなっていった。これは、脱水工程の途中で W 滴の合一が起こったことにより、S 粒子が粗大化したものと考えられ、上述の W/O エマルションの不安定性とも符合する。つまり、所望の S/O サスペンションを得るためには、W/O エマルションの安定性が重要であると言える。

さらに、脱水前後の粒子径を比較すると、W/O エマルションの安定性が高かった 2 種類の乳化剤（TGCR 及び ER-290）では、両者の W 滴径と S 粒子径には差が見られたものの、図 3 に示すとおり、両者ともに、W 滴が合一なく S 粒子を形成した場合に成立する次式から得られる S 粒子径の理論計算値（図 3 中の破線）に近い値を示した。

$$Ds = (Cs / 100d)^{1/3} Dw$$

Ds ; S 粒子径, Cs ; 水相中の固体物質重量%濃度, d ; 固体物質の比重, Dw ; W 滴径

上記の結果から、乳化剤 ER-290 を使用した場合であっても、W/O エマルション調製の際に、例えば、多孔質ガラス膜を使用するなどして W 滴を微細なサイズに制御できれば、乳化剤 TGCR の場合と同等の微細な S 粒子を得られることが期待できる。

4 まとめ

特許記載の基本的な S/O サスペンションの製法により、化粧品原料のナノ粒子化が可能であることが示された。特に、使用する乳化剤の種類によって、ナノ粒子化を成功させる上で重要な W/O エマルションの安定性が決定されるため、今後実用化を進めていくにあたっては、W/O エマルションの調製手段及び乳化剤の選択が重要になると考えられる。

表 1 粒径測定結果

乳化剤	W滴径 [nm] (カッコ内は、調製3h後)	S粒子径 [nm]
TGCR	509 (469)	149
ER-290	2770 (2790)	549
HCO-5	1660 (14200)	22400

※W滴径はSALD-2000, S粒子径はSALD-7100による測定結果

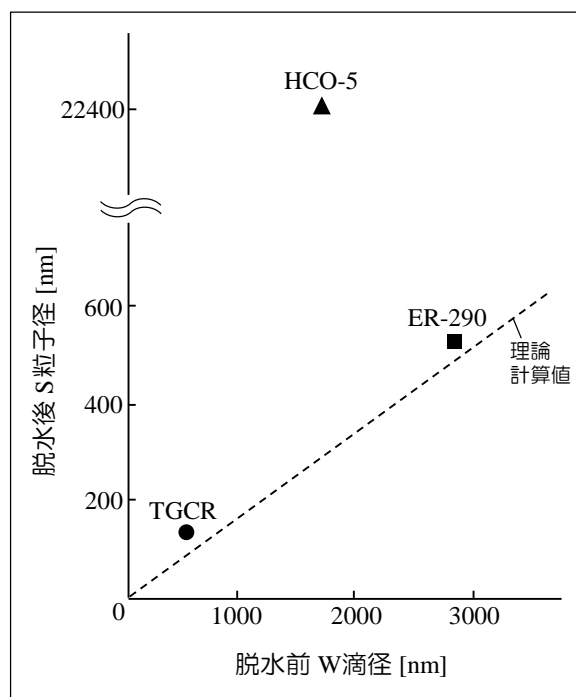


図 3 W 滴径と S 粒子径の関係