

# レオロジー手法を用いた使用感触コントロール技術の開発

曾我部 敦

資生堂リサーチセンター 〒224-08558 横浜市都筑区早渕 2-2-1

## 1. 緒言

化粧品には、乳液、美容液、ジェル等の製品の粘度を調整したり安定性を保つ目的で多くの水溶性高分子が増粘剤として用いられている。さらにこれらの増粘剤は、製剤の使用感触をコントロールする重要な役割を担う。しかしながら、一般的な高分子増粘剤には特有の糸ひき現象が見られ、べたつく・ぬるぬるするなど好まれない感触を有していることが多い。これまでの検討から架橋部を導入することで高分子の絡み合いが解消され、さっぱりみずみずしい使用感触が得られることがわかってきており、ここでは界面科学的手法により合成した微細マイクロゲルを紹介する。

一方で感触の評価は、試作・官能評価の繰り返しに頼ってきており、一連の作業には非常に時間がかかり、また使用感触を客観的に評価することは困難であった。そこで化粧品の塗布プロセスを反映すると考えられるレオロジー測定を行い、得られる物理量を変数として用い、官能評価結果を定量的に表現することを試みた。ここでは粘度のシアレート依存性から得られる Herschel-Bulkley 式<sup>1)</sup>及びクリープ測定から得られる Nutting 式<sup>2,3)</sup>を用い、得られたパラメーターと使用感触の相関について検証した。

## 2. ミクロゲル増粘剤の開発と Herschel-Bulkley 解析

マイクロゲル原料として身近な素材である寒天を活用した。加熱・放冷プロセスにより寒天のゲルを形成させ機械力で粉碎し、ペースト状の寒天マイクロゲルを得た。<sup>4,5)</sup>寒天マイクロゲルはまったく曳糸性を示さず、さっぱりとみずみずしい感触が得られた。使用感触を客観的に評価するために、ストレス制御型レオメーターMCR300(Paar Physica 社製)を用いて、シアレート

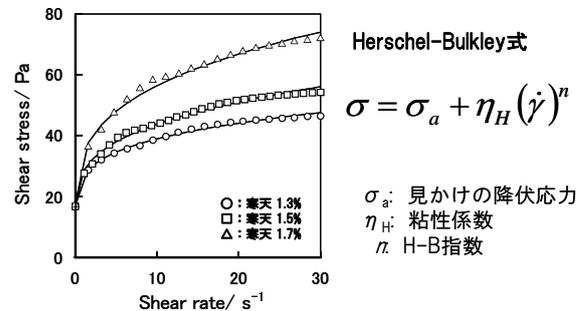


図 1 Herschel-Bulkley 解析

に対する粘度依存を Herschel-Bulkley 式の式(図 1)<sup>1)</sup> で解析した。見かけの降伏応力  $\sigma_a$ 、粘性指数  $\eta_H$ 、H-B 指数  $n$  をフィッティングにより求めたところ、 $n$  値が大きい場合に、ぬるつきが少なく、みずみずしい感触を与えていた。

寒天マイクロゲルは破碎法で調製するため、粒子サイズが数十ミクロンと大きく外観が白濁していた。そこで分散系で高分子ゲル合成を行い、より微細なマイクロゲルを得る方法に取り組んだ。<sup>4,5)</sup> 重合場として逆相マイクロエマルジョンを用いることとし、活性剤のHLBを調整し、ラジカル重合を行う温度付近で、逆相マイクロエマルジョンが得られる条件を見出した。重合温度付近ではおよそ 50nm 程度の W(モノマー水溶液)/O マイクロエマルジョンが得られ、この分散した水相の中で重合を行い微細マイクロゲルを得た。本ポリマーを水に分散させると、すみやかに外観が透明均一なゲルが得られた。再膨潤させたミク

ロゲルのAFM像観察より、均一なサイズのマイクロゲルが得られている事が確認されている(図2)。

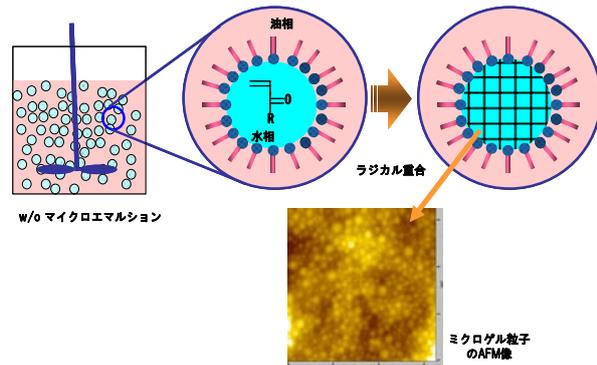


図2 逆相乳化重合によるマイクロゲルの合

### 3. Nutting Parameter を用いた使用感触の定量化<sup>6)</sup>

Herschel-Bulkley 式の  $n$  値はべたつきに関して良い相関を示したが、寒天マイクロゲルと合成マイクロゲルといった、ともにべたつかない素材同士を比較するのは困難であった。そこで、より微小な感触の違いを識別できるレオロジー評価法として、クリープ測定で得られるデータを食品の熟成度の評価にも応用されている Nutting の式<sup>2,3)</sup> で解析した。

各種水溶性増粘剤を配合した美容液を調製し、レオメータを用いクリープ測定を行った(図3)。複雑流体のかたさを評価する指数則の経験式である Nutting の式(1)を用いて解析し、未知パラメーター $\alpha$ 、 $\beta$ 、および $\phi$ を算出した。

$$\phi = \sigma^\beta \gamma^{-1} t^\alpha \dots(1)$$

ここで $\phi$ はかたさ、 $\sigma$ は応力、 $\gamma$ はひずみ、 $t$  は時間を表す。また $\beta$ はかたさ $\phi$ の応力依存性を示し、 $\alpha$ はかたさ $\phi$ の時間依存性を示す。20代および30代の一般女性各50名を対象とした使用テストを実施し、各評価項目に対し5段階評価のアンケートを行った。 $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\phi$ とスコア化された官能評価結果との相関を線形単回帰分析により検証し、官能評価スコアの Nutting Parameter(NP)による定量化を試みた。時間依存性のパラメーターである $\alpha$ について、「ぬるつき」、「べたつき」、「さっぱりさ」、「しみこみ」の各評価スコアと有意に相関が認められた。

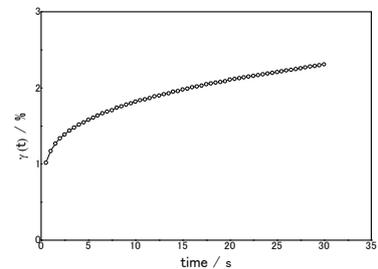


図3 クリープ測定

### 4. 引用文献

- 1) Herschel WH, Bulkley R, *Kolloid-Z*, **39**, 291(1962)
- 2) Nutting P. G., *J. Franklin Inst.* **191**, 679(1921)
- 3) Scott Blair, G. W. and Coppen, F. M. V., *J. Soc. Chem. Ind.* **60**, 447(1941)
- 4) 特許 3531735
- 5) 金田 勇, 梁木 利男, 日本レオロジー学会誌, **30**, 89-(2002)
- 6) I. Kaneda, A. Sogabe, and H. Nakajima, *J. Colloid Interface Sci.*, **275**, 450-457(2004)
- 7) 金田 勇, 曾我部 敦, 日本化粧品技術者会誌, **39**, 282 (2005)
- 8) 中村 綾野, 曾我部 敦, 町田 明子, 金田 勇, 日本レオロジー学会誌, **37**, 5, 247-251(2009)