

顕微IRを使用した毛髪内部浸透成分解析

～SPring – 8 BL43IRの活用～

稲益 悟志

クラシエホームプロダクツ(株)

ビューティケア研究所

発表内容

1. 会社紹介
2. 研究背景
3. 目的
4. 研究概要
 - ① ターゲット成分の選定
 - ② 測定・解析手法
(顕微IRイメージング)
 - ③ 試料の準備
5. 測定・解析結果
6. まとめ

発表内容

1. 会社紹介
2. 研究背景
3. 目的
4. 研究概要
 - ① ターゲット成分の選定
 - ② 測定・解析手法
(顕微IRイメージング)
 - ③ 試料の準備
5. 測定・解析結果
6. まとめ

Kracie

クラシエグループ

暮らしへ、Kracie

クラシエホールディングス
株式会社

クラシエ製薬



クラシエホームプロダクツ



クラシエフーズ



クラシエホームプロダクツ株式会社 *Kracie*

ヘアケア



いち髪、レシェ、ナイーブ、
海のうるおい藻、シルク

スタイリング



プロスタイル

ヘアカラー



プロスタイル
シンプロ

身体洗剤



ナイーブ

基礎化粧品



肌美精, 和漢花, モイスタージュ

入浴剤



旅の宿

発表内容

1. 会社紹介
2. 研究背景
3. 目的
4. 研究概要
 - ① ターゲット成分の選定
 - ② 測定・解析手法
(顕微IRイメージング)
 - ③ 試料の準備
5. 測定・解析結果
6. まとめ

毛髪化粧品とは

Kracie

種 類	髪への機能	生活上の位置付け
シャンプー	頭皮・頭髪洗浄	清潔性の維持
ヘアリンス コンディショナー ヘアトリートメント	平滑性付与 静電気防止 油分補給	快適性 ダメージ予防
スタイリング	ヘアスタイル固定・維持	ファッション 快適性 老化対策
ヘアカラー	染色 脱色	ファッション 快適性 老化対策
パーマメントウェーブ	改質 ヘアスタイル固定・維持	ファッション 快適性 老化対策

毛髪化粧品に必要な技術要件

Kracie

技術	働き	成分
表面洗浄	汚れ吸着 可溶化、除去 摩擦を防ぐ(泡)	界面活性剤(アニオン系、 ノニオン系、両性系)
表面吸着 コーティング	電氣的 粘着 包み込み 親水・疎水バランス	カチオン系界面活性剤、 高分子ポリマー 油剤(植物油、シリコーン 油など)
内部への浸透制御	内部構造補修 染色、脱色 酸化、還元	タンパク質、アミノ酸、脂 質など 酸化染料、酸性染料 酸化還元剤
構造改質	膨潤 シスチン結合コントロール	アルカリ剤(アンモニア、 モノエタノールアミン) 亜硫酸水素Na

毛髪化粧品へのニーズ変化

Kracie

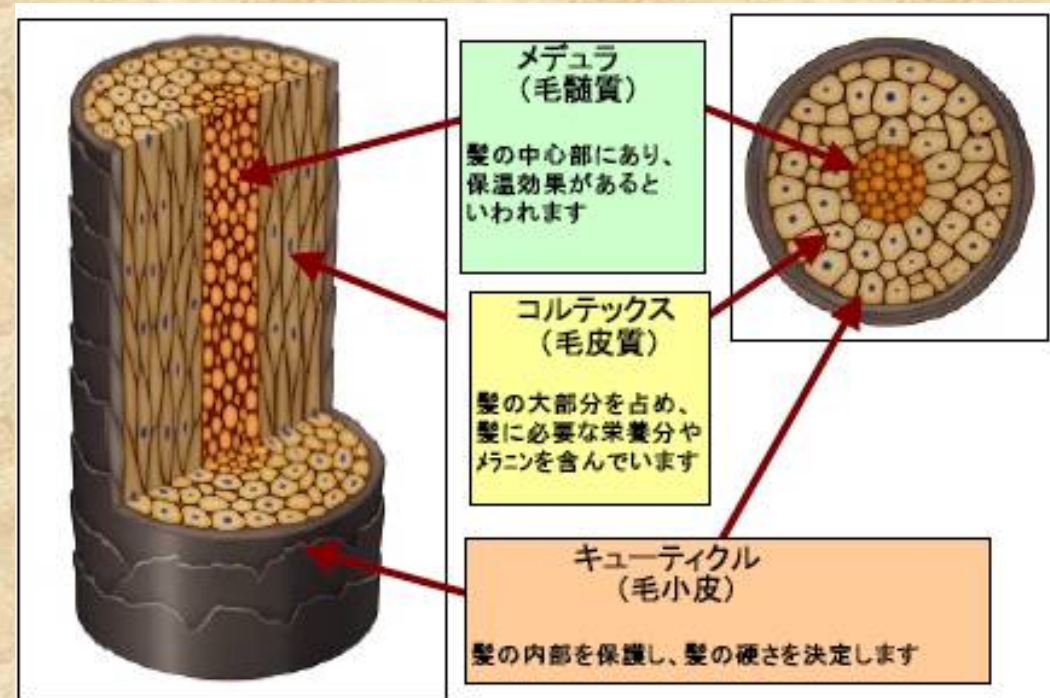
生活、環境要因の変化に伴い、毛髪化粧品へのニーズに変化

1. ロングヘアの流行
毛先のダメージ蓄積、
ダメージ機会の増加
毛髪内部の空洞化 → 『内部ケアニーズの増加』
2. カラーリングの定着
慢性的なヘアダメージ蓄積、
高度な『浸透コントロール技術ニーズ増加』
3. パーマネントウェーブの定着
致命的なヘアダメージ増加、
高度な『浸透コントロール技術ニーズ増加』

毛髪への浸透制御技術

より効果的な毛髪化粧料を開発するためには、
毛髪内部への浸透制御技術を総合的に考えていく必要がある。

- ① 浸透物質の探索
低分子量化、高親和性など
- ② 浸透促進物質の探索
アルカリ剤(毛髪の膨潤促進)
有機溶剤(ベンジルエタノール)
 α ヒドロキシ酸
- ③ 浸透物質の定性、定量
間接法
直接法(標識、イメージング)
- ④ 浸透現象と毛髪構造の関係
浸透経路の解明
(X線回折を利用したキューティクルCMCの構造変化)



浸透物質解析手法(現状)

浸透物質の定性、定量について現状の技術は？

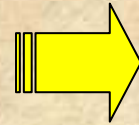
間接法 : ①色素染毛性(色差計)
染色前後の色味変化を測定

②ニンヒドリン染色
タンパク、アミノ酸の定性方法。

標識法 : ①蛍光ラベル(FTIC:Fluorescein Isothiocyanate)

②放射性同位体(C^{14})

タンパク質蛍光ラベル実施例



セリン処理前

セリン処理後

蛍光顕微鏡観察(x 400)

セリシン

繭玉

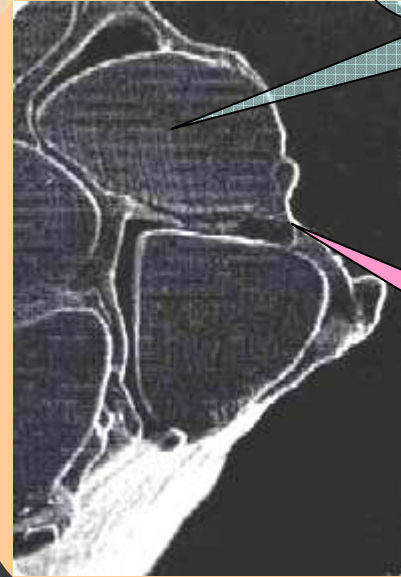


拡大

生糸



生糸の電子顕微鏡写真

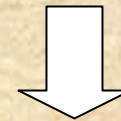


フィブロイン

繊維状タンパク質

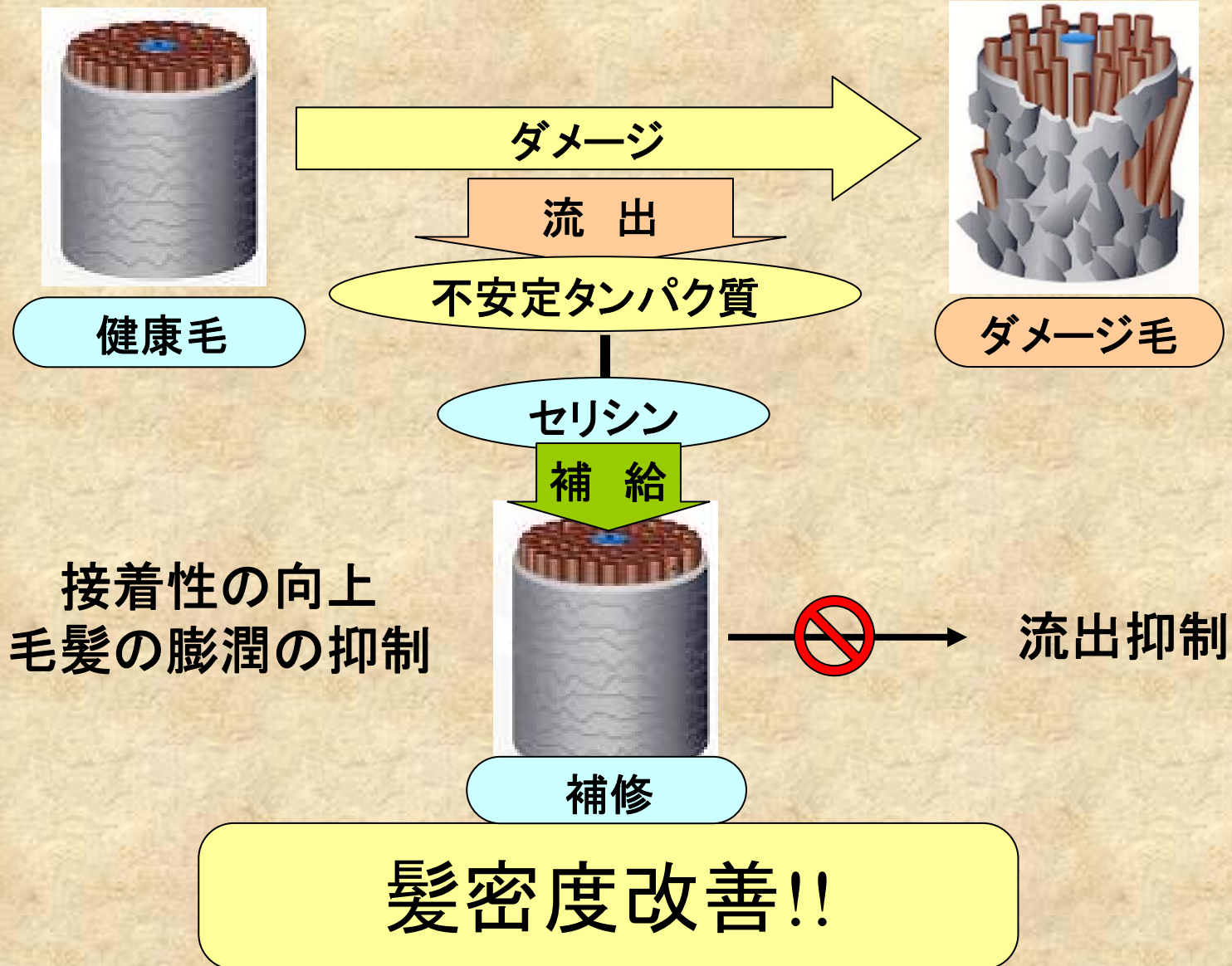
セリシン

- ・繊維(フィブロイン)を接着する
ゴム状タンパク質
- ・セリンを40%含有する



毛髪繊維を接着？

セリシンのダメージヘア改善効果



浸透物質解析手法(課題)

- 間接法 : ①色素染毛性(色差計)
染料にのみ適用
②ニンヒドリン染色
定量性は乏しい

- 標識法 : ①蛍光ラベル
②放射性同位体

標識化に伴う立体構造変化

→性質の変化?

標識化物の安定性

→ターゲット物質の定量化率は?

新規浸透物質解析手法検討

イメージング

① 顕微IR

顕微FT-IRによる毛髪内部へのダメージケア成分の浸透性に関する検討—毛髪の重水吸収挙動

Ito T. , SPring-8利用報告書2005B0696

② TEM/EELS

透過電子顕微鏡

(Transmission Electron Microscopy, TEM)

+ 電子エネルギー損失分光法

(Electron Energy-Loss Spectroscopy:EELS)

③ TOF-SIMS

飛行時間型二次イオン質量分析

ダイレクトに浸透物質の定性、定量が可能になる。

研究目的

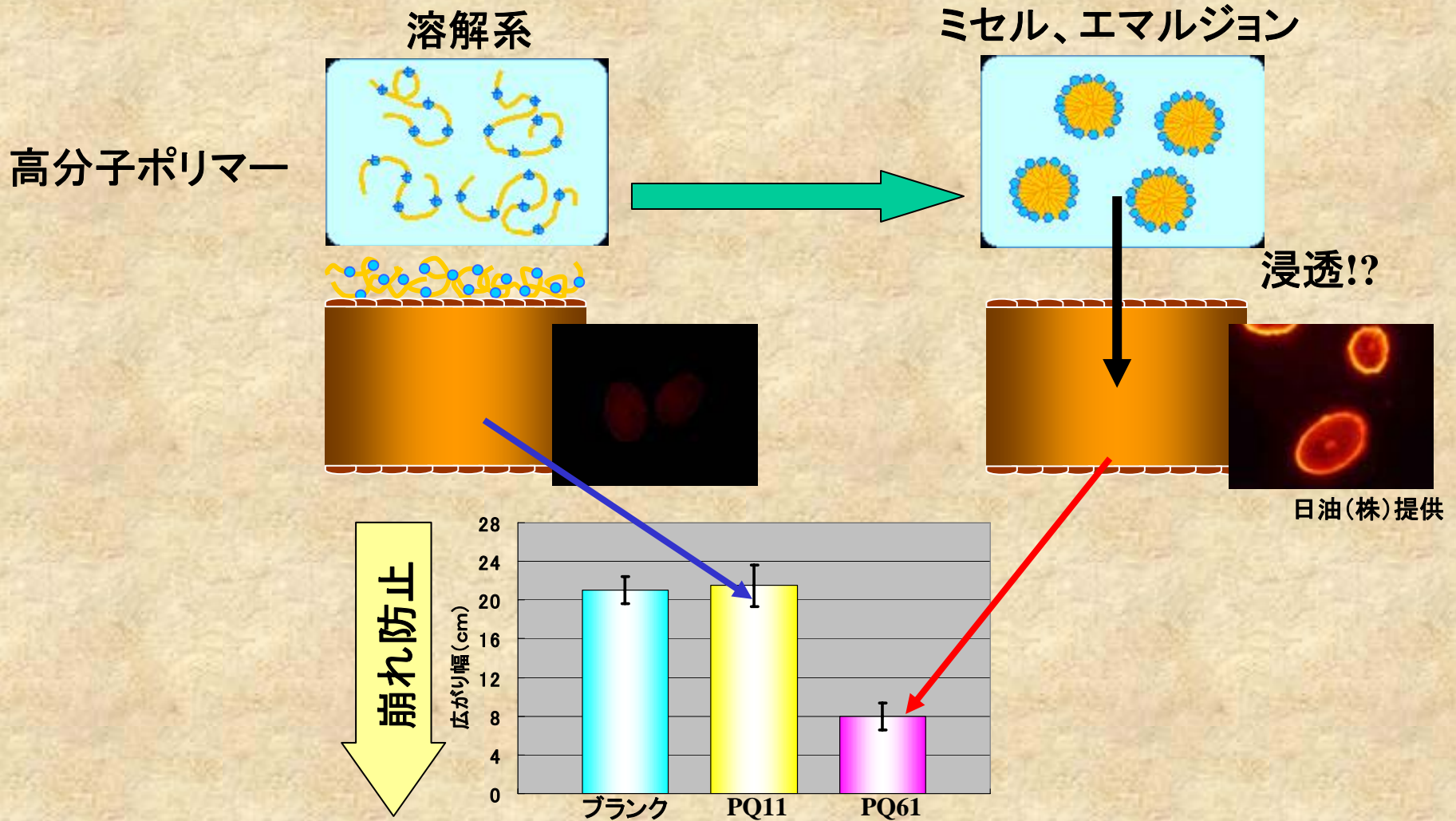
**SPring – 8 BL43IRの輝度が高い特性に着目、
毛髪内部の浸透現象を詳細に解析できると考え、
顕微IRによる浸透物質の定性、定量を目的とした。**

発表内容

1. 会社紹介
2. 研究背景
3. 目的
4. 研究概要
 - ① ターゲット成分の選定
 - ② 測定・解析手法
(顕微IRイメージング)
 - ③ 試料の準備
5. 測定・解析結果
6. まとめ

ターゲット成分選定

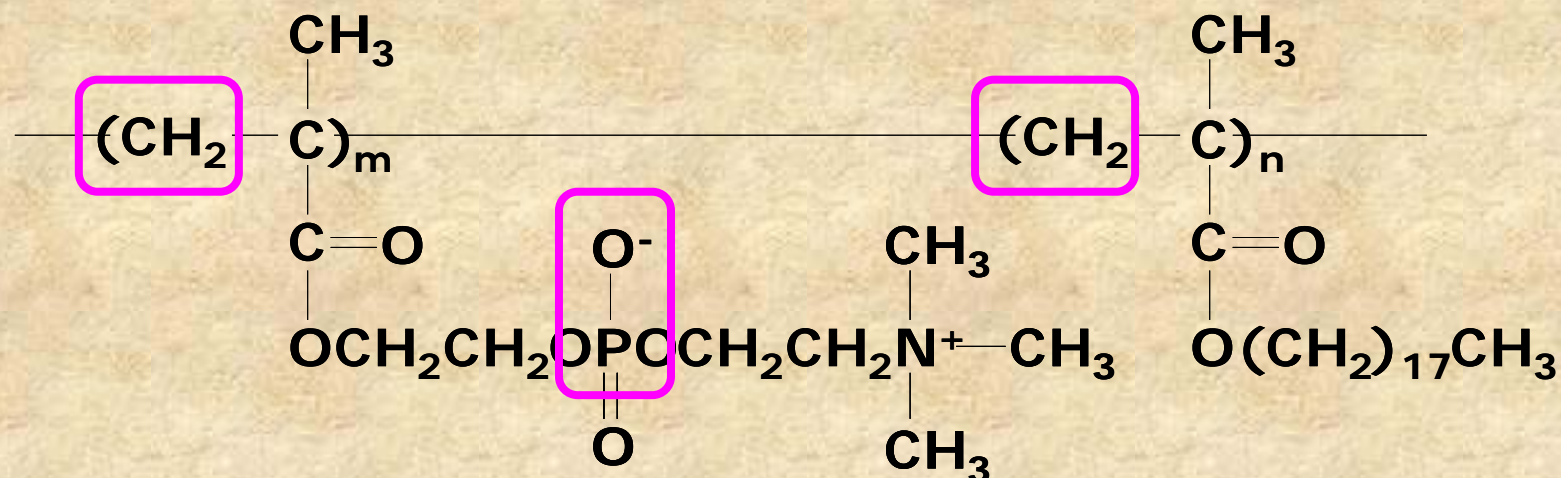
リン脂質誘導ポリメタクリレートポリマー
 (ポリクオタニウム-61マイクロエマルジョン)
 『持続する』トリートメント、スタイリング成分



選定理由

条件：毛髪自身とは異なる赤外吸収特性を有すること

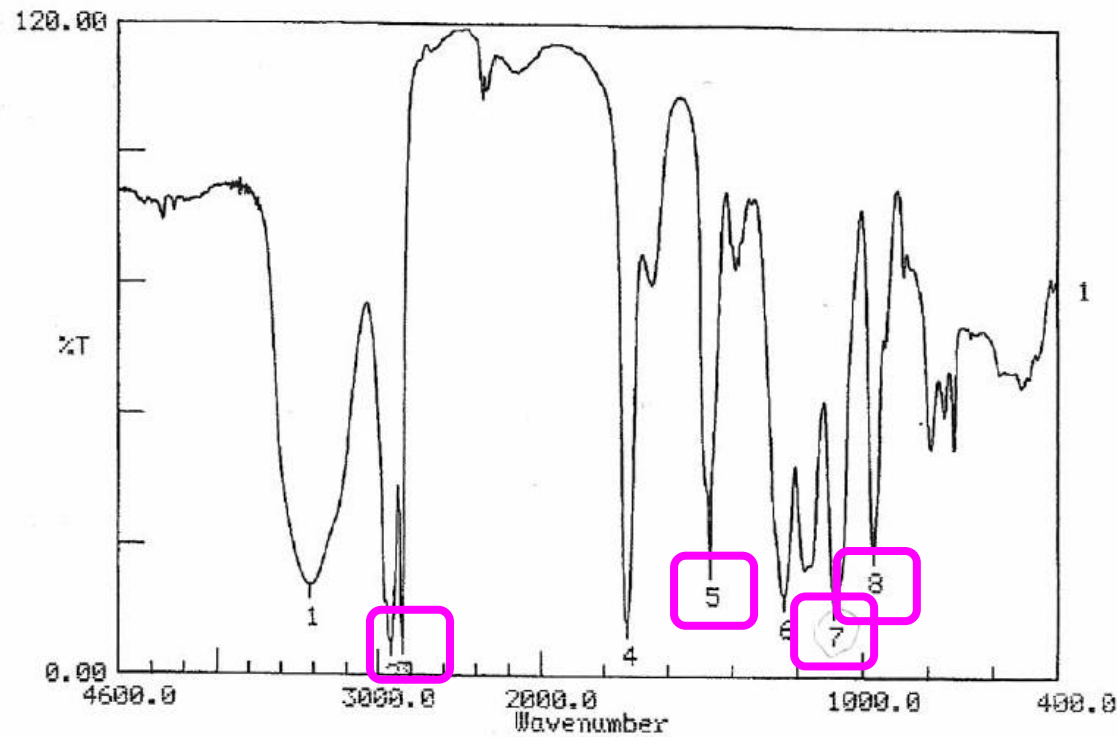
化学構造（ポリクオタニウム-61）



タンパク質、アミノ酸などは毛髪自身のケラチンタンパク質の吸収と重なるため、本手法には不向き。

選定理由

条件：毛髪自身とは異なる特定構造吸収を有すること
IRスペクトルデータ(ポリクオタニウム-61)



日油(株)提供

IR 帰属		日油(株)提供					
3450 ~3400	2920	2850	1730	1470	1240	1090	970
-OH	-C-H	-C-H	-C=O	-C-H	-C-C	-P-O-	-P-O-R

(単位 cm⁻¹)

発表内容

1. 会社紹介
2. 研究背景
3. 目的
4. 研究概要
 - ① ターゲット成分の選定
 - ② 測定・解析手法
(顕微IRイメージング)
 - ③ 試料の準備
5. 測定・解析結果
6. まとめ

顕微IRイメージング 解析手法

大型放射光SPring-8 BL43IRの活用
一般課題へ応募
(2006A、2006B、2007B期実施)

『 メリット 』

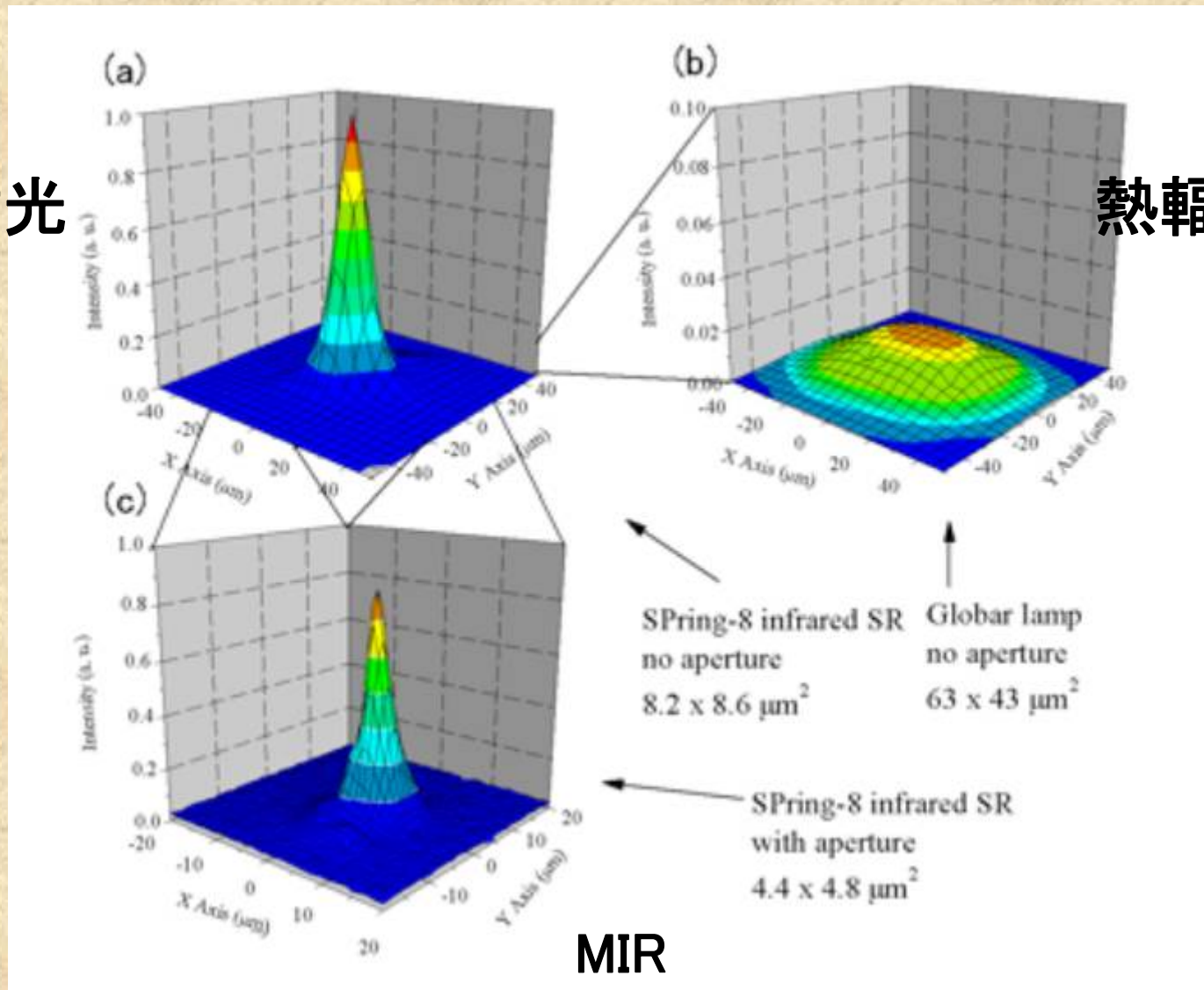
世界最高峰の輝度の高いビームが利用できる。
高度な空間分解能、波数分解能

SPring-8 BL43IRの特性

Kracie

放射光

熱輻射光

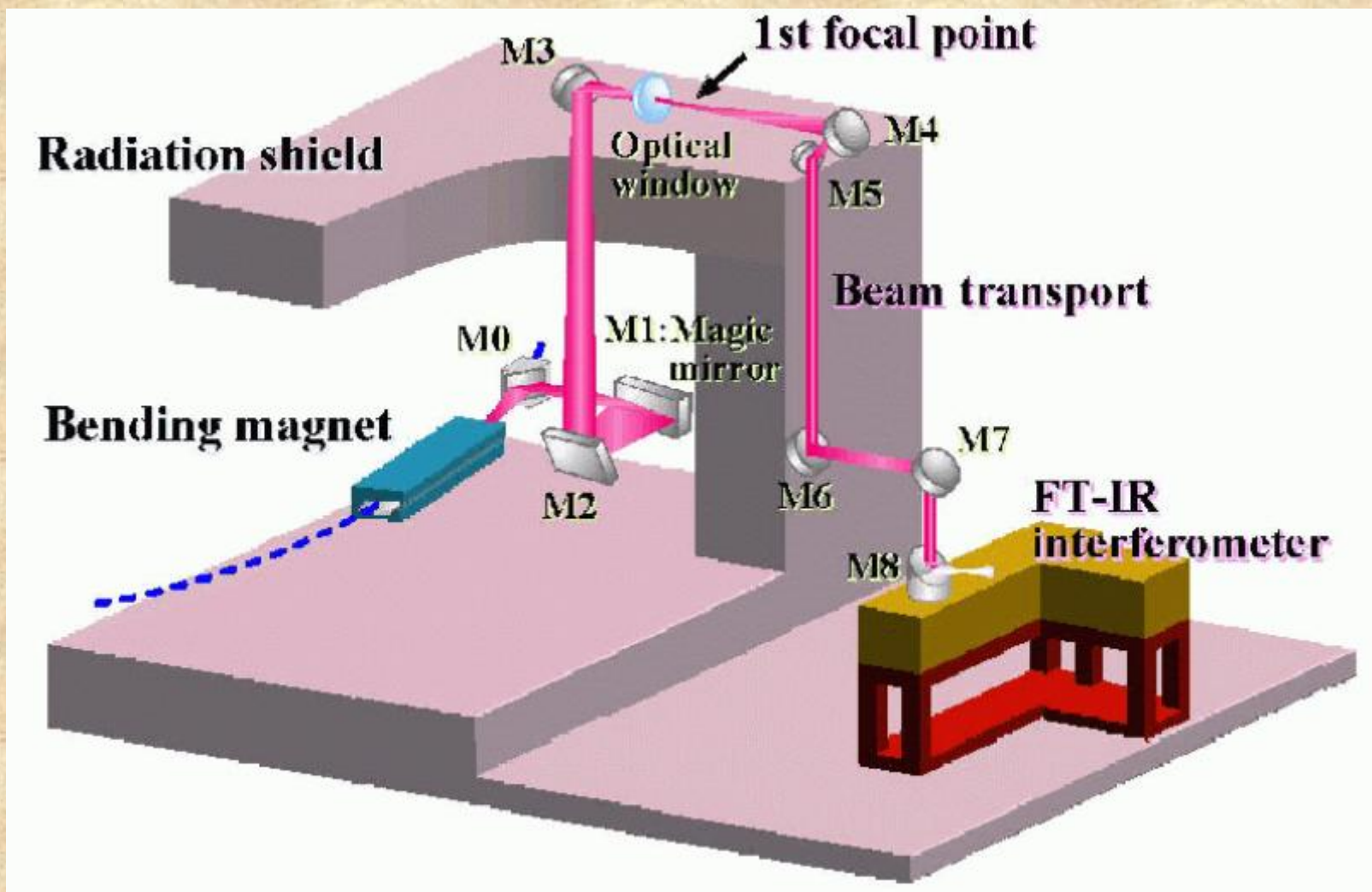


MIR

Spatial Resolution

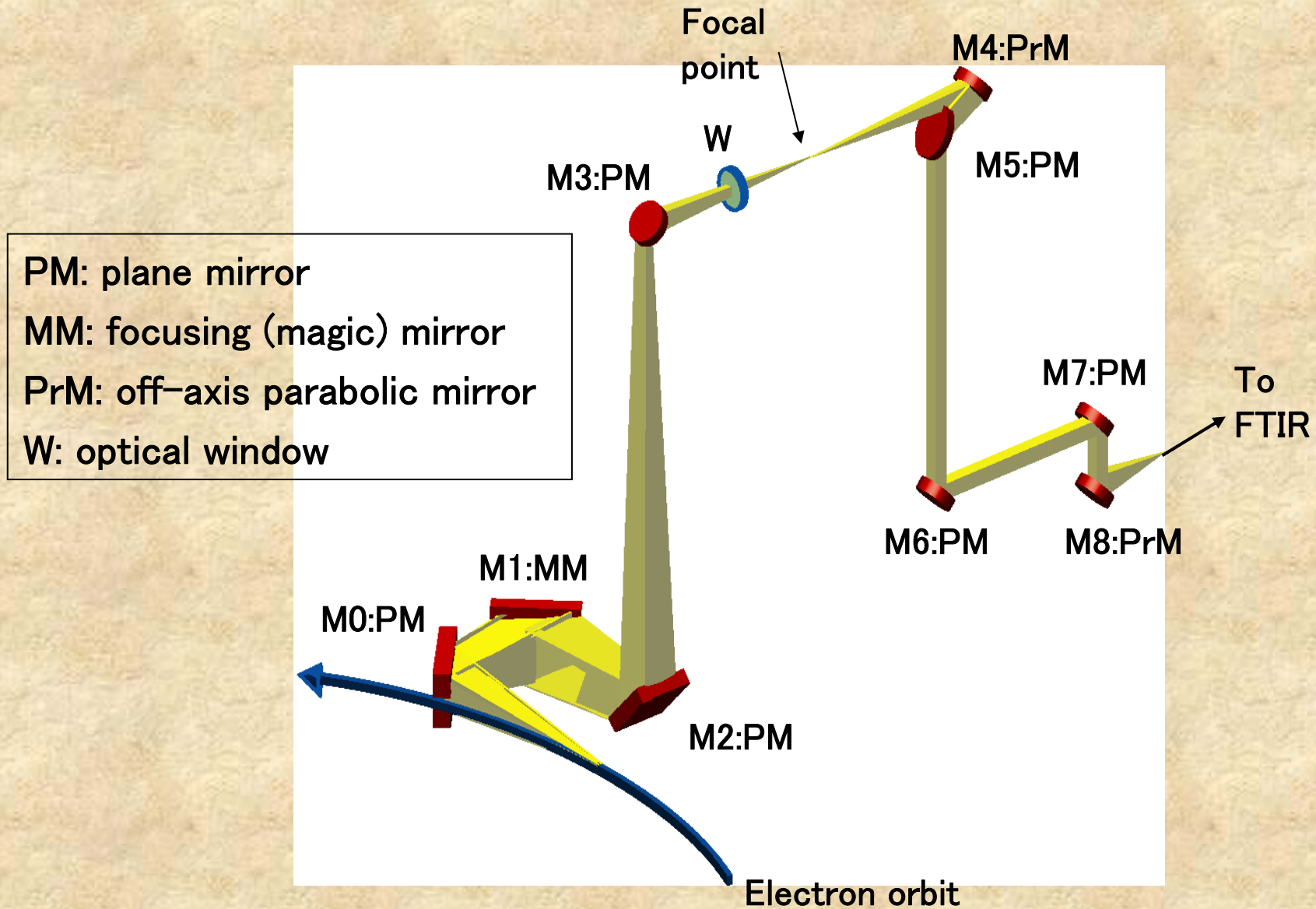
SPring-8 BL43IR光路概略图

Kracie



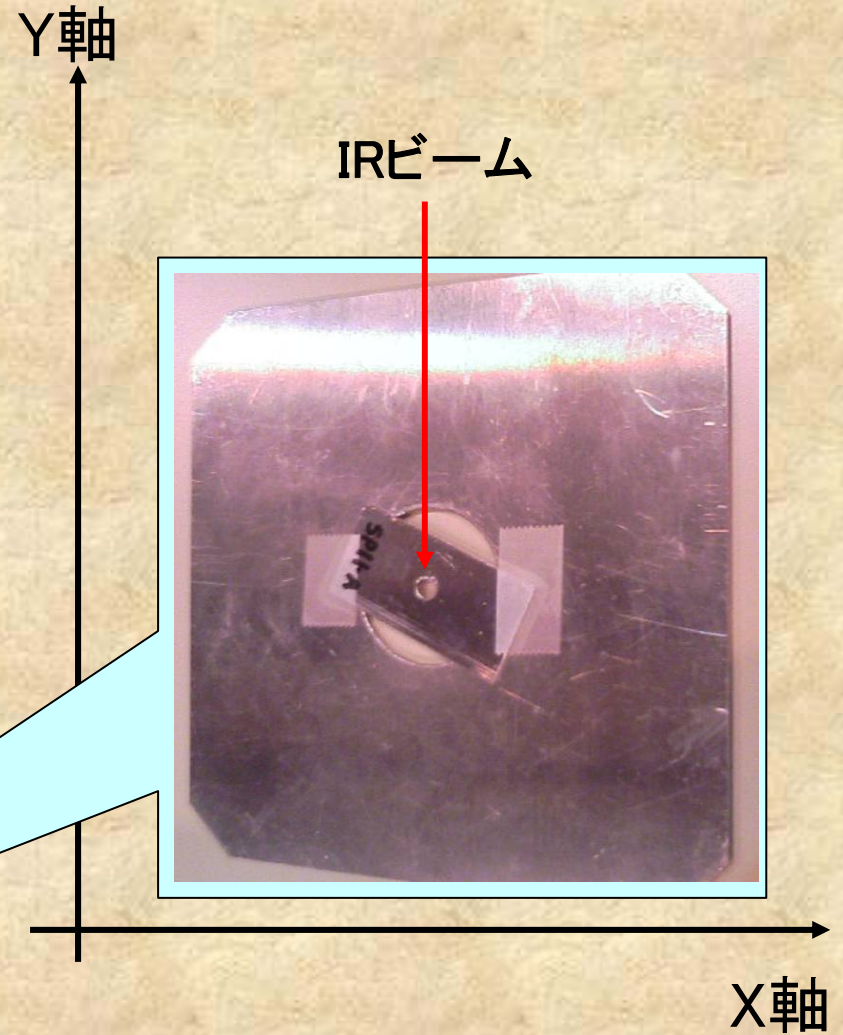
BL43IR ミラー、窓配置図

Kracie



顕微IR装置概要

Kracie

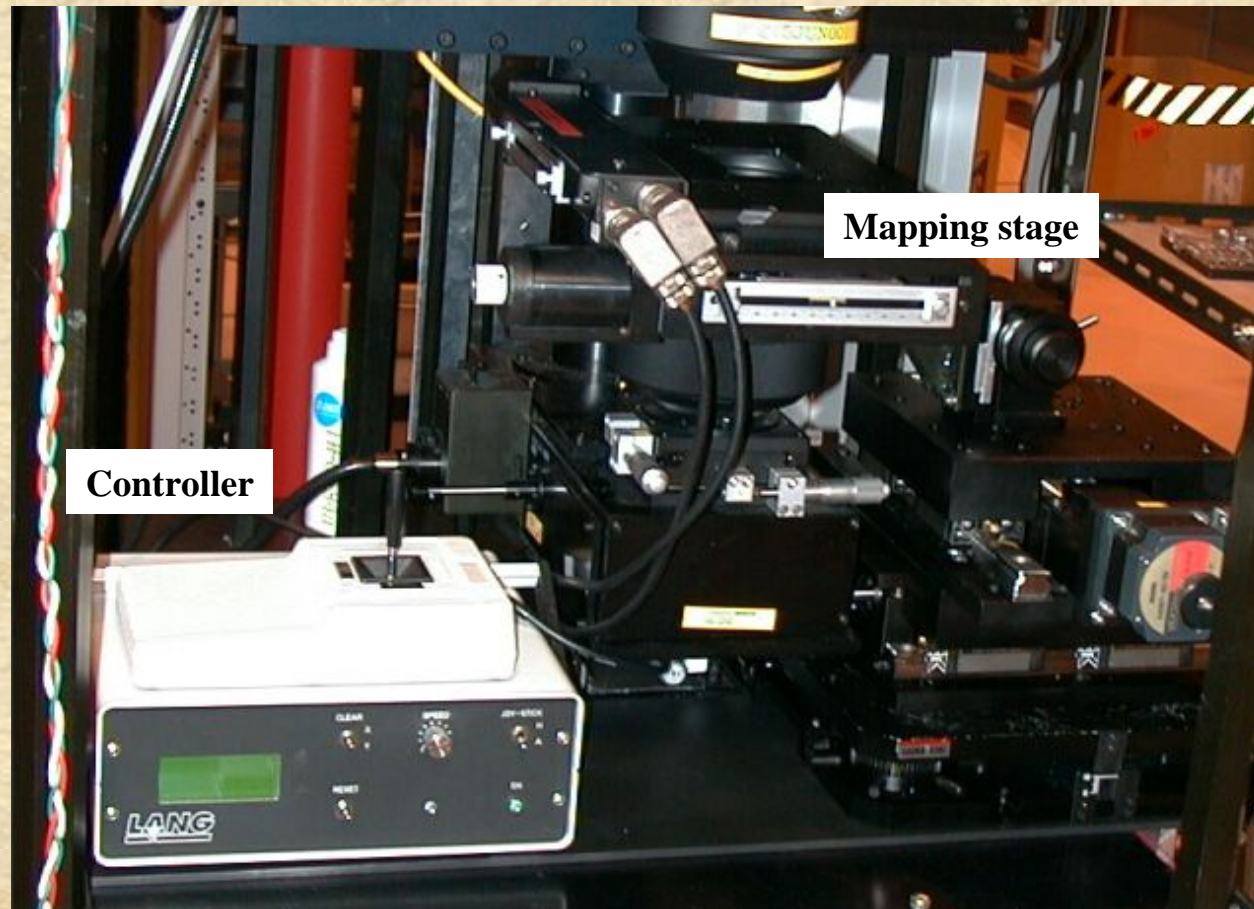


マッピングステージ

Kracie

ワーキングディスタンスが長い
→各種アクセサリを装着できる

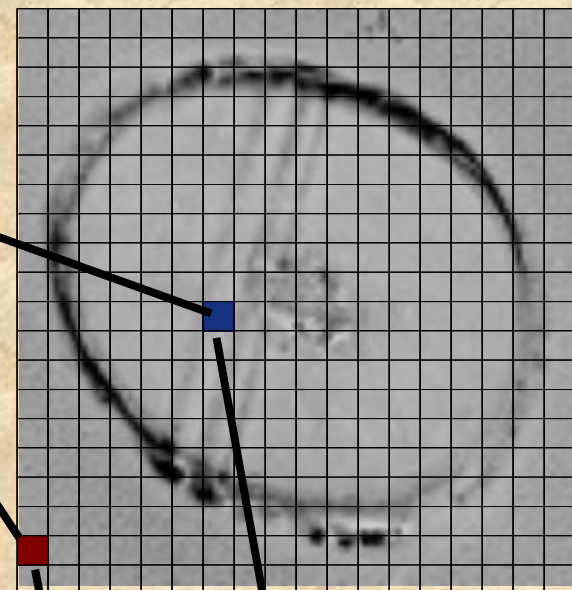
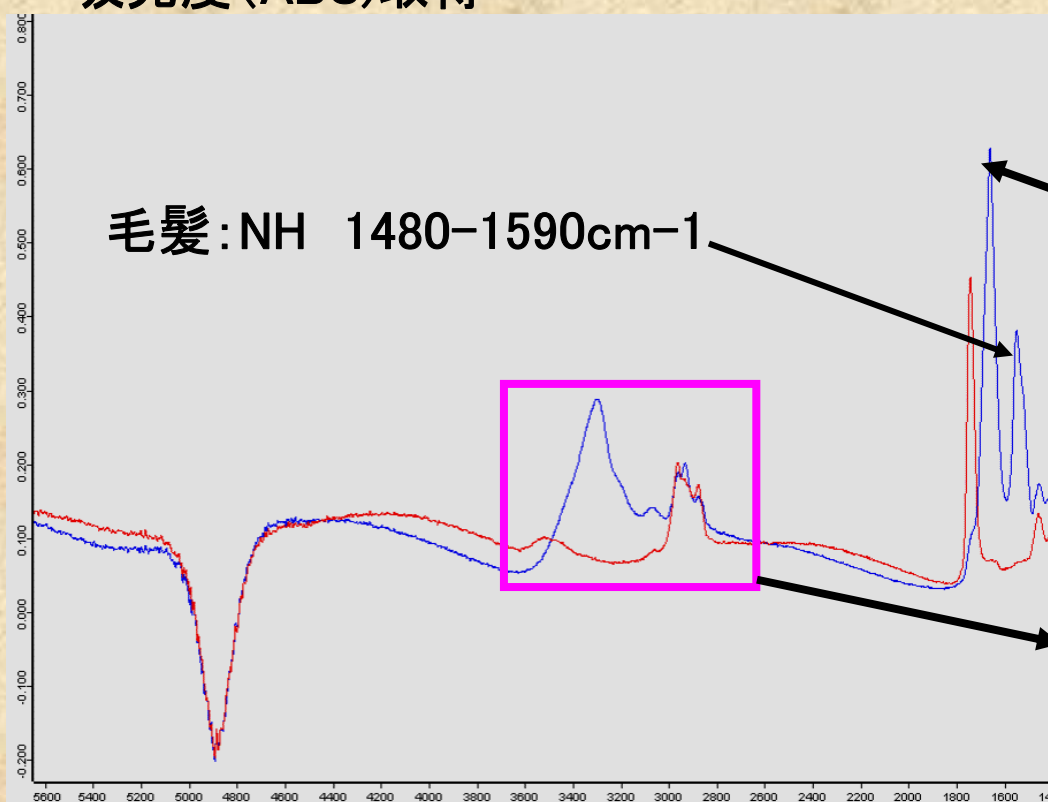
Mapping stage



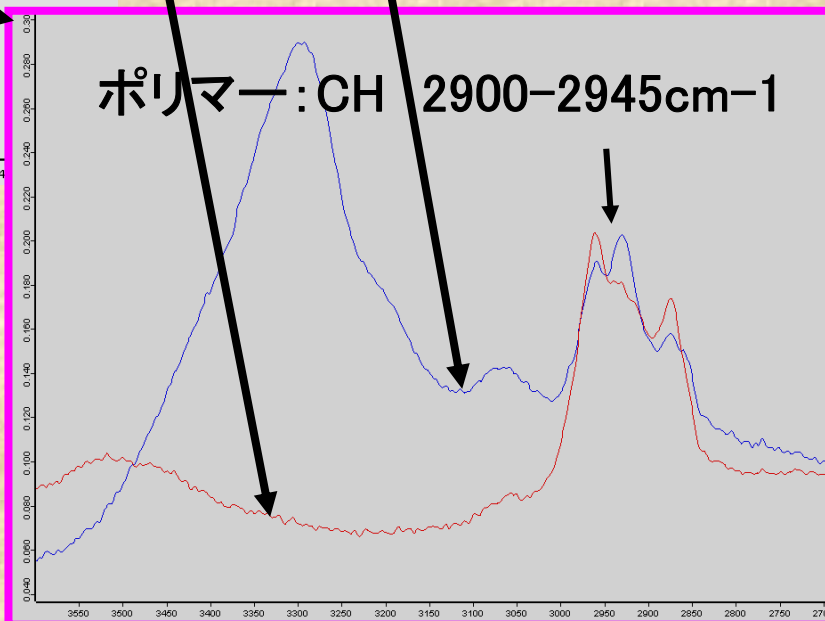
データ取得イメージ

Kracie

吸光度 (ABS) 取得



測定波数領域: 8000-450 cm^{-1}
ターゲット吸収を絞り各ピーク面積を算出



発表内容

1. 会社紹介
2. 研究背景
3. 目的
4. 研究概要
 - ① ターゲット成分の選定
 - ② 測定・解析手法
(顕微IRイメージング)
 - ③ 試料の準備
5. 測定・解析結果
6. まとめ

試料の準備

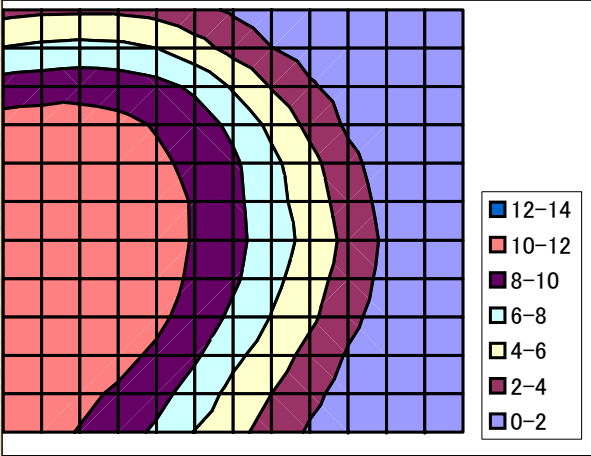
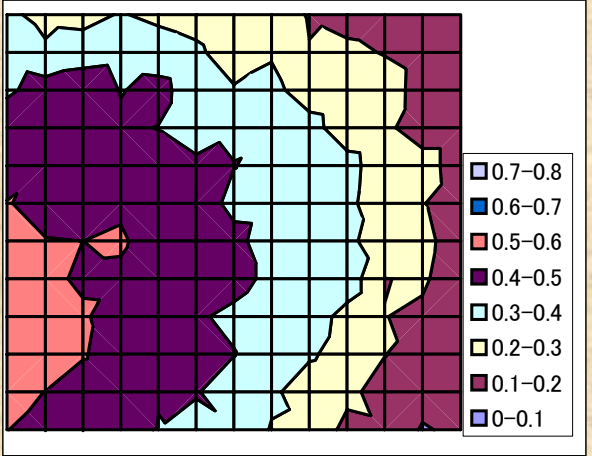
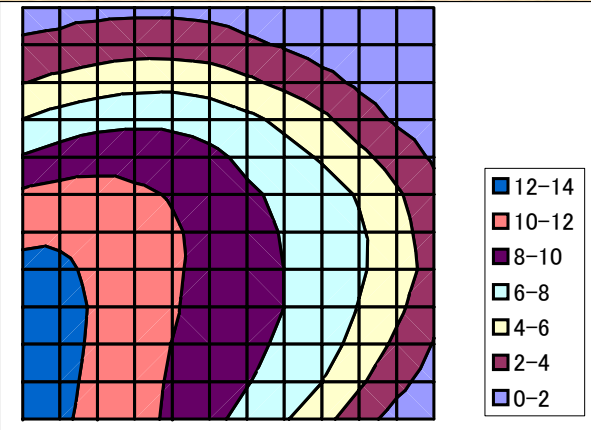
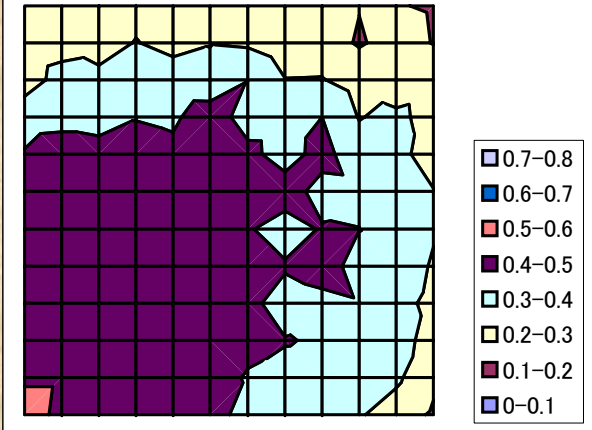
	条件		
サンプル溶液	濃度%	0.05%、0.5%	
↓ 毛束	ダメージ処理	健康毛、ブリーチ、パーマ毛	
↓ 浸漬 (30°C)	時間	10分、24時間、72時間	
↓ 取り出し			
↓ 風乾(一昼夜)			
↓ 切片作製	厚さ	2-3 μm	10 μm
	包埋	樹脂	パラフィン
↓ アルミ片プレート作製			
↓ SPring-8にて測定	測定面積	全領域 約130 × 130 μm 、 1/4領域 約70 × 70 μm	
	空間分解能	5 μm 、10 μm	

発表内容

1. 会社紹介
2. 研究背景
3. 目的
4. 研究概要
 - ① ターゲット成分の選定
 - ② 測定・解析手法
(顕微IRイメージング)
 - ③ 試料の準備
5. 測定・解析結果
6. まとめ

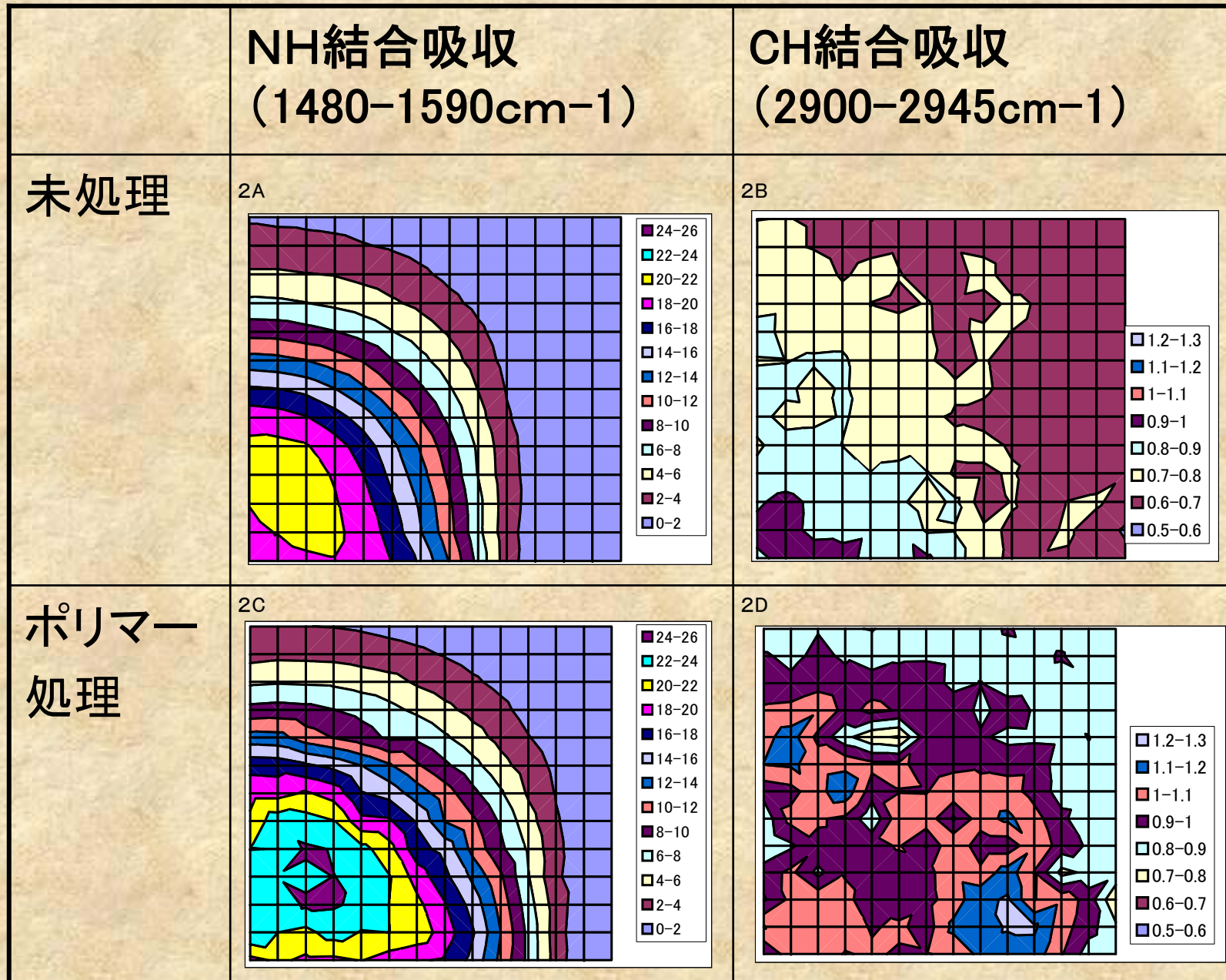
測定・解析結果(健康毛)

Kracie

	NH結合吸収 (1480-1590cm ⁻¹)	CH結合吸収 (2900-2945cm ⁻¹)
未処理	<p>1A</p> 	<p>1B</p> 
ポリマー 処理	<p>1C</p> 	<p>1D</p> 

空間分解能
5 μm

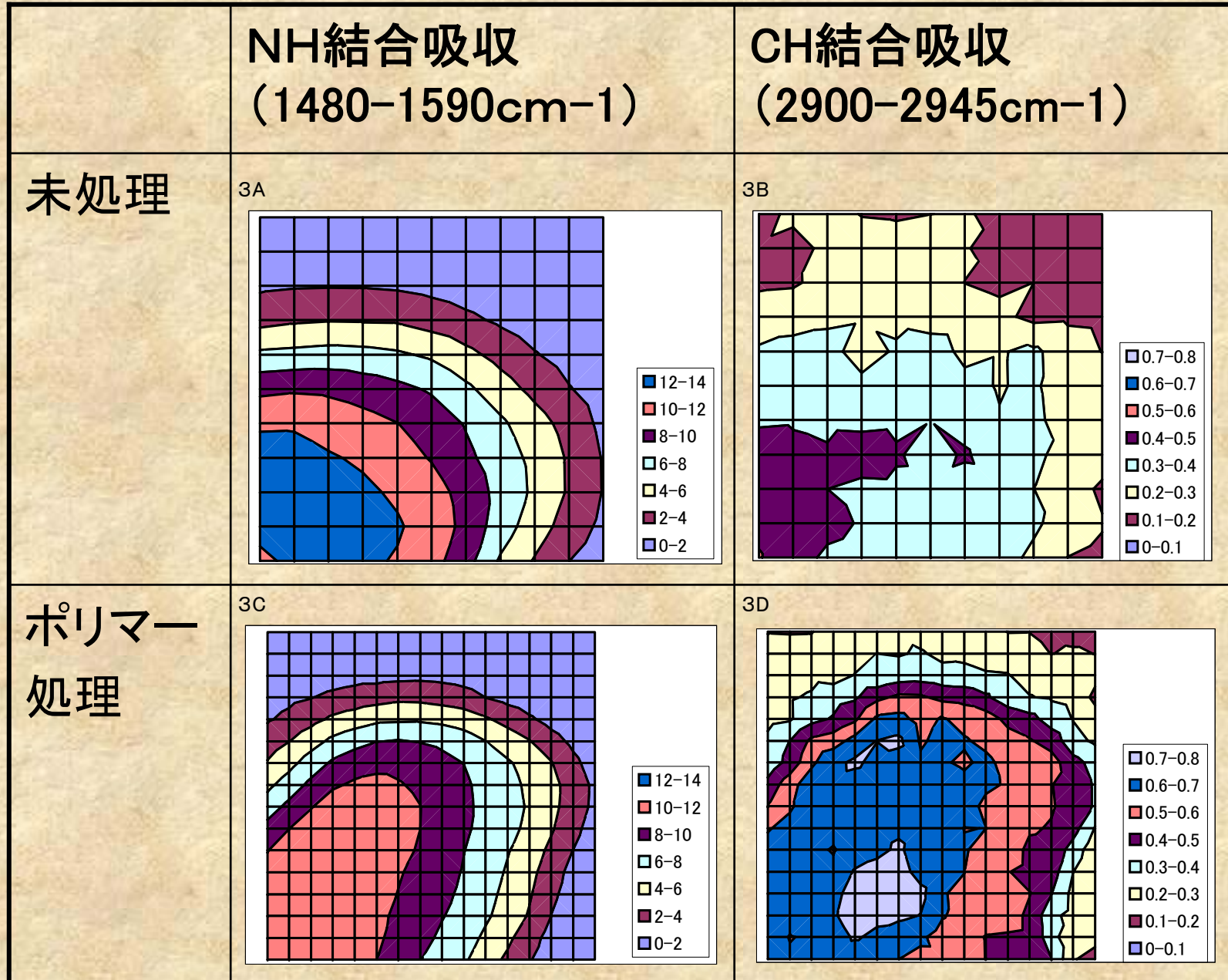
測定・解析結果(フリース毛) *Kracie*



空間分解能
5 μm

測定・解析結果(パーマ毛)

Kracie



空間分解能
5 μm

まとめ

1. リン脂質誘導メタクリレートポリマーの浸透現象を直接的に解析できた。
→ 優れたスタイリング性能発現と浸透現象の関連性を裏付け。
2. 本ポリマーはダメージ毛選択的に浸透が高まる。
→ 内部構造のしっかりしている健康毛には浸透しにくい。
3. 本ポリマーの浸透性確認手法として、顕微IR法の有効性が確認できた。
→ 毛髪切片の厚みの設定と検出感度の見極めに課題。
4. ターゲット成分の種類を変えることで
本手法の応用の幅を広げることが可能となる。