

見える化を付与した計測・観察によるナノ粒子解析

宮崎県工業技術センター 材料開発部 ○松浦靖 藤本晃己 山本建次

はじめに

当県の特許技術である「油中ナノ粒子分散体の製造方法」（特許第6582283号）は、油に不溶の水溶性物質をナノオーダーで油の中に分散・配合する技術である。

本発表では、連続相に固体脂を用いた油中ナノ粒子分散体の調製を試み、さらに電子顕微鏡観察によるナノ粒子の見える化を検討したので報告する。



図1 油中ナノ粒子分散体の製造方法

実験方法

✓ 油中ナノ粒子分散体の調製（分散体有効成分濃度 1.0 wt%）

＜調製条件＞ 水相：油相 = 1：1（重量比）
水相：グリチルリチン酸二カリウム_(G2K)水溶液 1.0 wt%
油相：ポリグリセリン縮合リシノール酸エステルを含むCupuacu butter※
＜乳化＞ ホモジナイズ：15 krpm, 1 min → 24 krpm, 0.5 min（※テオブロマグランジフロルム種子脂）
＜脱水＞ エバポレータ：50℃, 常圧（段階的に減圧）→ 5 kPa（気泡発生終了まで）

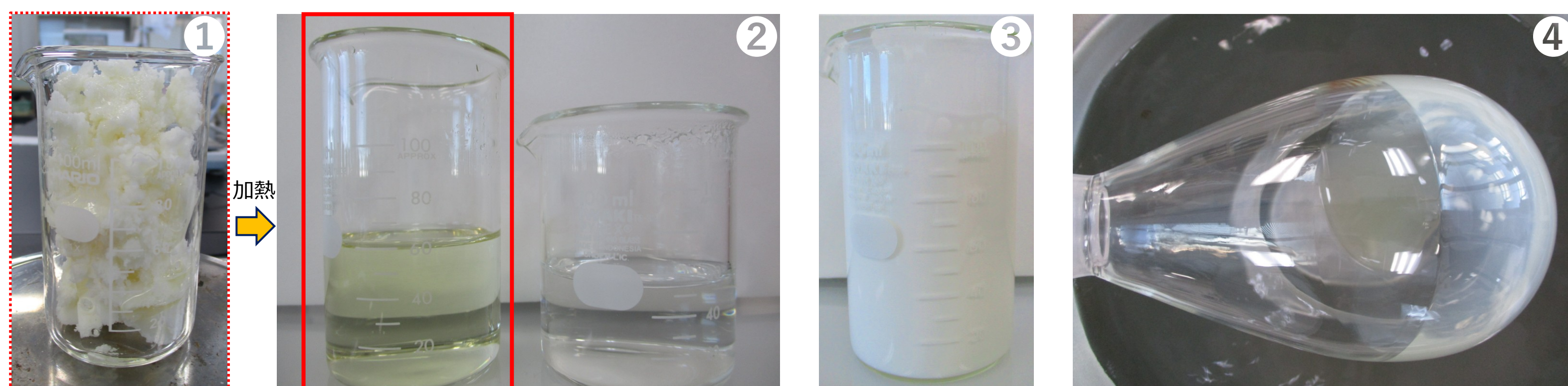


図2 油中ナノ粒子分散体調製の様子

- ①：油相（常温固体の油脂および界面活性剤）
- ②：油相および水相（50℃加熱）
- ③：乳化物（油相および水相を50℃に保持して乳化を実施）
- ④：エバポレータを用いた沸騰脱水工程完了の様子

粒径計測
(動的光散乱光度計)

✓ 遠心分離によるナノ粒子回収

分散体 0.5 g + ヘキサン0.5 mL^①
↓ 遠心分離^② 6,900G, 3分 (2回)^③
上澄み除去、ヘキサン1 mL添加※1
↓ 遠心分離※2 6,900G, 3分
上澄み除去、※1※2の操作を計3回実施^④
↓ 上澄み除去、ヘキサン0.2 mL添加
↓ 超音波処理
懸濁液数滴をカバーガラス上で乾固
↓ スパッタ処理
電子顕微鏡観察 (FE-SEM)



図3 ナノ粒子回収フローとその様子

結果

固体脂温度を融点以上に保持しながら調製することで、連続相を液状油としたときと同様に分散体を調製することができた。また、分散体中のナノ粒子の粒径計測により得られた平均粒径は183 nmであり、回収した粒子の電子顕微鏡観察においても数十から数百nmのナノ粒子が認められた。



図4 油中ナノ粒子分散体の外観
(左：調製直後、右：冷却固化後)

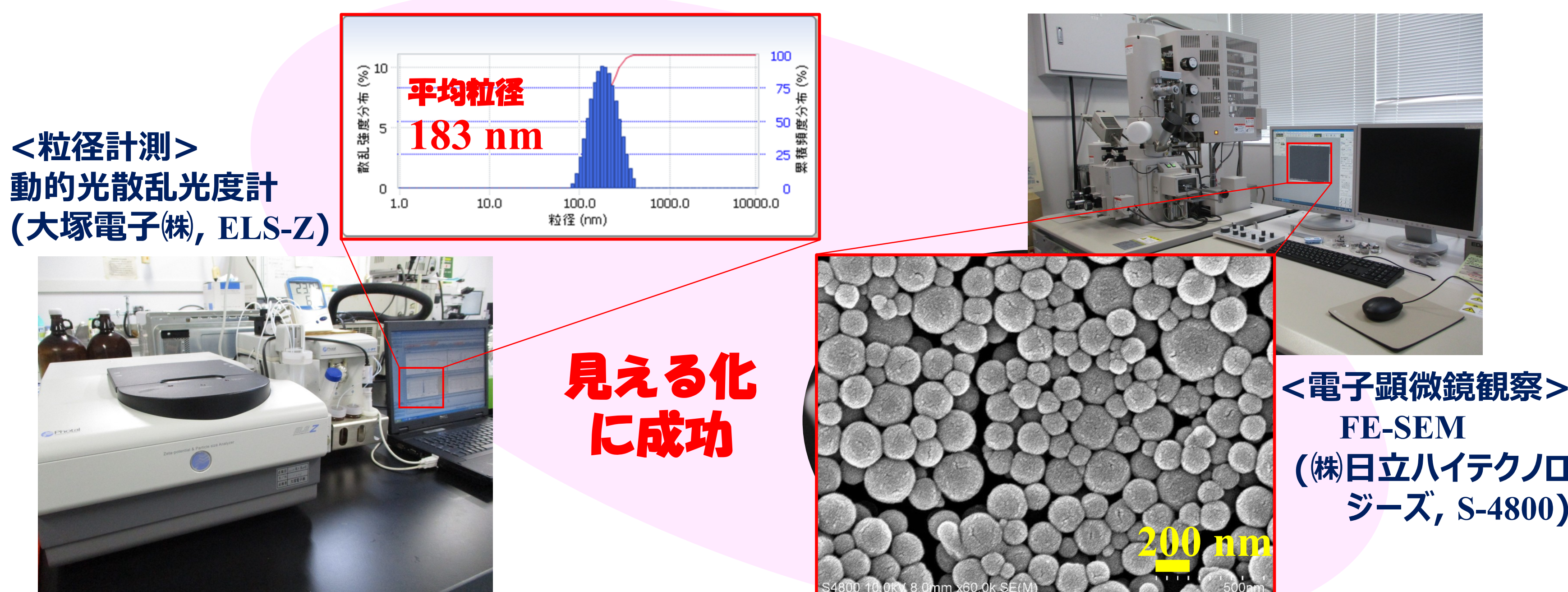


図5 粒径測定値とナノ粒子観察画像の組合せ

まとめ

固体脂を固相から液相に転換することにより、油中ナノ粒子分散体の調製が可能であった。今後は、固体脂の種類や有効成分を変えながら調製事例を増やしていく。

また、本取組では、動的光散乱光度計による粒径測定値のみならず、ナノ粒子の観察像取得による見える化ができたことから、本特許技術の実用化推進（製品と用途拡大）につなげていく。