

課題番号 : F-14-NU-0034
 利用形態 : 機器利用
 支援課題名(日本語) : 超臨界流体を利用した貧溶媒化法による微粒子製造
 Program Title(in English) : Microparticulation by anti-solvent method using supercritical fluid
 利用者名(日本語) : 後藤元信
 Username(in English) : Motonobu Goto
 所属名(日本語) : 名古屋大学大学院工学研究科
 Affiliation(in English) : Graduate School of Engineering, Nagoya University

1. 概要(Summary)

超臨界 CO₂ と植物由来疎水性色素であるカロテノイドを溶解した有機溶媒を、同軸二重ノズルの内管と外管から各々噴射して、均一混合することにより、溶媒溶存色素を超臨界 CO₂ で貧溶媒化することで、従来技術では製作が困難だった、疎水性色素のサブμm 粒子を作成した。

2. 実験(Experimental)

・利用した主な装置
走査型電子顕微鏡

・実験方法

使用する微粒子化槽は一般的には円柱型が用いられるが、チューブ型に変更することで粒子にどのような影響が与えられるかを検討した。

圧力 14 MPa、温度 40°C を固定し、溶液流量(0.25～0.1 mL/min)、超臨界 CO₂ 流量(10～20 mL/min)の条件域において、得られるカロテノイド粒子の粒径分布との関連性を電子顕微鏡観察によって把握した。カロテノイドのサブμm 粒子化に適した条件を解明した。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

カロテノイドの一種であるβカロテンの微粒子化の結果を Table1 に示す。溶液流量一定で、CO₂ 流量を変化させた場合、得られた粒子は流量に伴ってプレート状の大きな粒子から球形の微細なナノ粒子となった。一方、溶液流量依存性試験では、溶液流量の増加に伴って微細な球形粒子からかなりサイズの大きい不定形粒子へと変化した。これは、カロテノイド溶液に対し超臨界 CO₂ をより多く吹き込むことで、効率よくミキシングでき、貧溶媒化が促進されることにより粒子が微細化すると考えられる。また、CO₂ 流量を増加することで噴霧後の液滴自体が細くなるため、粒子結晶の成長を抑制していることも考えられる。

本電子顕微鏡観察により、当初の研究計画を達成できた。

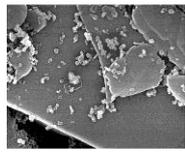
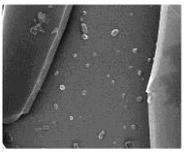
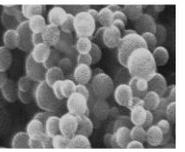
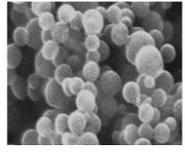
| CO ₂ | 5 mL/min | 10 mL/min | 20 mL/min |
|---------------------------------|---|--|--|
| solution 0.25 mL/min |  |  |  |
| solution | 0.25 mL/min | 0.5 mL/min | 1.0 mL/min |
| CO ₂ 20 mL/min |  |  |  |

Table 1 SEM image of prepared particles.

4. その他・特記事項(Others)

・共同研究者: 根路銘葉月(名古屋大学大学院工学研究科)、Nadezhda Tcareva(名古屋大学大学院工学研究科)、Siti Machmudah(スラバヤ工科大学)、Wahyudiono(名古屋大学大学院工学研究科)

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

- (1) 根路銘他、粉体工学会春期研究発表会、平成 26 年 5 月 29 日(ベストプレゼンテーション賞受賞)
- (2) N. Tsareva 他、分離技術会年会 2014、平成 26 年 5 月 31 日
- (3) 後藤元信他、化学工学会第 80 年会、平成 27 年 3 月 20 日

6. 関連特許(Patent)

なし。