

課題番号 : F-16-NU-0035  
 利用形態 : 機器利用  
 利用課題名(日本語) : 超臨界流体噴霧による天然有価物の貧溶媒晶析  
 Program Title (English) : Antisolvent crystallization of valuable substances by supercritical fluid  
 利用者名(日本語) : 後藤元信, 神田英輝  
 Username (English) : M. Goto, H. Kanda  
 所属名(日本語) : 名古屋大学大学院工学研究科  
 Affiliation (English) : Graduate School of Engineering, Nagoya University

### 1. 概要(Summary)

超臨界二酸化炭素(SC-CO<sub>2</sub>)を貧溶媒として用いる晶析法の一つである超臨界溶液促進分散法にチューブ型析出槽を採用し、食物由来疎水性色素β-カロテンの微粒子化を試みた。溶媒の種類・溶液濃度・温度・圧力・流量を変化させて、それぞれの要因が粒子の粒径と形状に与える影響を検討した。

### 2. 実験(Experimental)

#### 【利用した主な装置】

走査型電子顕微鏡(SEM)

#### 【実験方法】

本研究で用いた装置の概略図を Fig.1 に示す。溶媒はジクロロメタン(DCM)である。チューブ型析出槽の内径は 2.17 mm, 長さ 5.4 m とした。各条件で得られたβ-カロテン粒子を SEM 観察し、粒子の粒径分布を求めた。

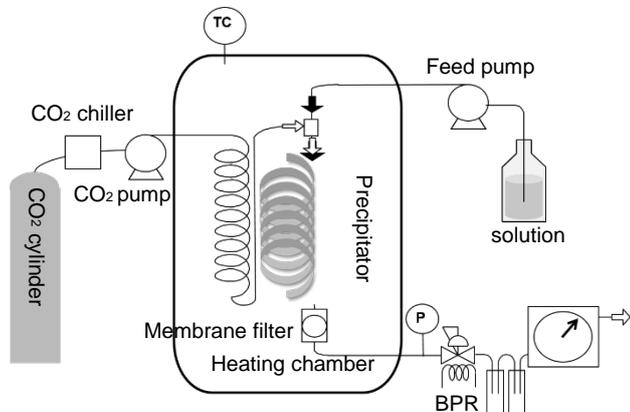


Fig. 1 Apparatus of microparticulation by SC-CO<sub>2</sub>.

### 3. 結果と考察(Results and Discussion)

β-カロテン溶液濃度  $C = 1.5 \text{ mg/mL}$ , CO<sub>2</sub> 流量  $FCO_2 = 15 \text{ mL/min}$  の条件で、低温高圧ほど中位径が小さくなり 40°C, 14 MPa では最も小さい  $1.3 \text{ }\mu\text{m}$  となった。低温高圧ほど SC-CO<sub>2</sub> の密度が増加し DCM の SC-CO<sub>2</sub> への溶解度が大きくなることで、β-カロテンの DCM への過飽和度が大きくなる。そのため核発生が核成長より速く進行することで粒子が小さくなる。 $C = 0.5 \text{ mg/mL}$  では、 $C = 1.5 \text{ mg/mL}$  と同様に低温高圧ほど粒径が小さくなった。40°C, 14 MPa で結晶状粒子と球状微

粒子の凝集体が混在しており(Fig.2-A)、結晶状粒子は歪な形状をしていた。結晶状粒子の中位径  $0.61 \text{ }\mu\text{m}$  であり(Fig.2-B)、凝集体を構成する球状粒子の中位径は  $70 \text{ nm}$  だった(Fig.2-C)。一方で高温低圧ほど中位径は大きくなる傾向があり、60°C, 10 MPa のとき中位径が  $1.6 \text{ }\mu\text{m}$  のプレート状の結晶状粒子が得られた(Fig.2-D)。

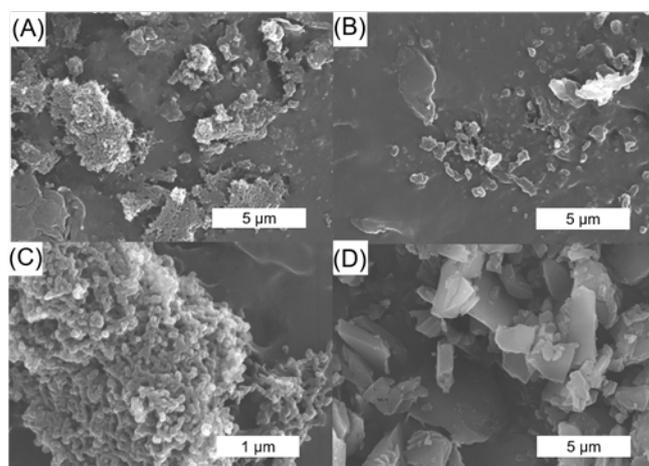


Fig. 2 SEM images of β-carotene particles.  
 (A-C)  $T = 40^\circ\text{C}$ ,  $P = 14 \text{ MPa}$ , (D)  $T = 60^\circ\text{C}$ ,  $P = 10 \text{ MPa}$

### 4. その他・特記事項(Others)

なし。

### 5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

- (1) 児玉智彦・上森千穂・村上和弥・Wahyudiono・神田英輝・後藤元信、チューブ型析出槽を用いた超臨界貧溶媒化法によるβ-カロテンの微粒子化, 第 47 回中部化学関係学協会支部連合秋季大会, 平成 28 年 11 月 5 日(発表日)。
- (2) 児玉智彦・村上和弥・上森千穂・Wahyudiono・神田英輝・後藤元信、チューブ型析出槽を用いた超臨界貧溶媒晶析法によるβ-カロテンの微粒子化, 化学工学会第 82 年会, 平成 29 年 3 月 6 日(発表日)。

### 6. 関連特許(Patent)

なし。