ナノサイズの微細気泡を用いた気液 せん断型ホモジナイザーの開発とその応用

=ラボ用気液せん断型ホモジナイザー "CLOSR Type-R1" =

㈱OKUTEC 奥田 伸二

Clean Technology

製品特集:さまざまな場面で活用されるホモジナイザー

ナノサイズの微細気泡を用いた気液 せん断型ホモジナイザーの開発とその応用

ラボ用気液せん断型ホモジナイザー "CLOSR Type-R1"

株OKUTEC 奥田 伸二

はじめに

エマルションや乳化技術は、化粧品 分野をはじめ医薬品、農薬や化学品分 野など種々多岐にわたる分野で活用さ れている。ここで用いられるエマルシ ョンとは、水と油のように均一に溶解 しない二種類の液体の一方を微粒子と し、もう一方の液体中に分散させてい る系のことで、簡単に言うと液体の粒 が別の液体の中に浮かんでいるものを 指している。このようなエマルション は概して熱力学上的には不安定な系で あるため、時間が経過すると分離、凝

界面活性剤 エマルション を加える 油 水 機械的に 混ぜる

図1 一般的なエマルション作製プロセス

集、合一により必然的に崩壊 (分離) する。そのため図1に示す手順で界面 活性剤と呼ばれる物質を添加し混ぜる ことで、分散微粒子(液中に浮かんい る粒) の表面に界面活性剤分子を吸着 させている。そのことにより長期間に わたり崩壊 (分離) しないようにして

しかしながら、エマルションの本来 の目的は、水あるいは油だけの一液相 では得られない高付加価値を作り出す ことであり、界面活性剤に包まれた液 滴を作ることが本来の目的ではない。 また近年、合成化学物質である海洋プ ラスチックごみが大きな環境問題を発 生させているように、合成界面活性剤 による将来への予期せぬ健康や環境リ スクの低減意識が高まっており、界面 活性剤を使わずエマルションを調整す るサーファクタント・フリー・エマル ションが注目を集めてきている。

本稿では、さまざまなエマルション を使った商品に用いられている合成界

面活性剤の使用料を減らす、または無 くす商品開発にチャレンジする研究者 に向けて開発したラボ用気液せん断型 ホモジナイザー "CLOSER Type-R1" (以下CLOSERと呼ぶ) を紹介する。

● 代表的な乳化装置

エマルション作製に用いられる乳化 装置には多様なものが提案されている。 以下に代表的な装置の紹介とその特徴 を説明する。

(1) 回転攪拌型乳化機

ホモミキサー、プロペラミキサー、 ディスパーなどが挙げられ、回転軸と 攪拌羽根を組み合わせた機械攪拌技術 を応用した最も汎用的な乳化機で、ラ ボ用から生産スケールまでラインナッ プされている。界面活性剤を用いたエ マルション作製を前提とした装置であ り、界面活性剤を使わない場合におい てはサブミクロンレベルの微粒化を得 ることは難しい。

(2) 超音波ホモジナーザー

超音波により発生するキャビテーシ ョンを利用してエマルション作製を行 う方法である。局部的なエネルギーに よる高せん断力を簡単に与えることが できるが、均一なせん断力を与えるこ とが困難で大量の処理が必要な生産機 へのスケールアップが困難であり、ま た超音波による分散粒子の変質も課題 とされている。

(3) 高圧ホモジナイザー

100 Mpa以上の超高圧ポンプで液同 土を衝突させる方法や、細いオリフィ

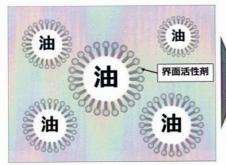




図2 界面活性剤に包まれた液滴と裸の液滴

スを通液させる方法で強いせん断力を 与える方式である。界面活性剤無しで 液滴を微粒化する力は非常に高い。し かし供給する液体を超高圧に加圧する ため装置のサイズ・重量・消費エネル ギーが大きい。また分解洗浄も含めた 維持管理に高い技術力が必要となる。

ウルトラファインバブル 生成技術を応用した 初めての乳化機

図3にホモジナイザーのポジショニングマップを示す。縦軸に微粒化性能、横軸に装置の大きさを示す。この図から分かる通り、回転攪拌型乳化機は研究用の小スケールから工業用の大量生産可能なサイズまで幅広くラインナップされているが、界面活性剤フリーでの液滴の微細化性能は低い(サブミクロン以下の均一化が難しい)。一方、高圧ホモジナイザーに代表される微細化性能に優れた装置はラボ用機種においても大きく・高価な装置しかないのが現状である。

界面活性剤の使用量を減らす、または一切使わないエマルションの調整研究には、機械的な微粒化は非常に重要であり、その研究を促進するには手軽に処方検討できるコンパクト設計で操作性や洗浄性が簡単な装置が必要である。

そこで取り組んだのが乳化工程では タブーとされていた気体の利用である。 ウルトラファインバブル生成技術を応 用、ナノサイズの微細気泡を用いるこ とで気体と液体の間に発生するせん断 力を活用した気液せん断型ホモジナイ ザー "CLOSER"の開発であった。シ



写真 1 CLOSER Type-R1



図3 CLOSER-R1のポジショニング

ンプルな構造でかつ低圧で大きなせん 断力が得られる工法により、小型化で 高い乳化性能が実現できた。これによ り、これまでになかった新たなカテゴ リー商品"CLOSER"を作り出すこと ができた。

● CLOSERの基本仕様と 特徴

CLOSERはタンク・ポンプ・ノズルをモジュール構造で配置した装置で、AC100 Vの電源を接続し、タンクに分散媒と分散質を投入することで乳化実験ができる。コンパクトながら界面活性剤を使用せずに液滴をサブミクロンレベルまで均一化できる。しかも操作性と実験系を切り替えるにために必須となる分解洗浄性が高い。乳化実験をより身近に、スマートにする全く新しいコンセプトのラボ用のホモジナイザーである。

(1) 基本仕様

基本仕様を表1に示す。

表 1 CLOSER Type-R1の基本仕様

名称・型式	CLOSER Type-R1
寸法・重量	230 (W)×260 (D)×300 (H)、 約9.6 kg
電源	AC 単相100~240 V、 50/60 Hz、10 A 以下
気体源	標準:空気自吸方式 $(H_2, O_2, O_3, N_2$ などさまざまな気体が利用可能:別途ガス源準備要)
主部品構成	SUS製 ①ポンプ、②ノズル、③タンク
ポンプ仕様	特殊軸流式ポンプ、 吐出量:8 L/Min DCブラシレスモータ (300 W)
タンク容量	500 mL(標準) 300~2,000 mLのタンクオプショ ン有

(2) 乳化・分散原理

CLOSERの内部流路構造を図4に示す。タンク、ポンプ、ノズルが接続配管を持たないモジュール構造となっている。タンク底からポンプ吸引口へ流

路が直接繋がり、ポンプ出口からタンクの間に気液せん断ノズルがセットされている。ポンプから吐出された混合液は図5に示す通り、ノズル円筒管内で高速の遠心運動(渦流)を発生させ、比重が違う水・油・微細気泡の間で発生するせん断力により粒子(液滴・気泡)を微細化させる。この原理の採用により、回転攪拌型乳化機では不可能であったサブミクロンの微粒化が達成できた。

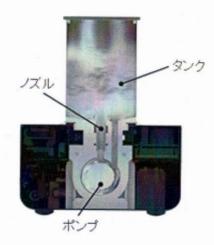


図4 CLOSERの内部流路構造

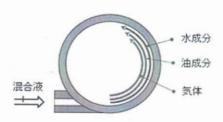


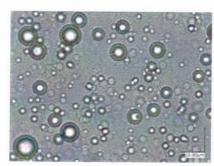
図5 CLOSERの乳化・分散原理

(3) 実験結果

界面活性剤を一切使わず、精製水とオレイン酸1.0Vol.%のエマルション作製を行った。写真2はホモミキサーとCLOSERで作製したエマルションの顕微鏡写真を示す。明らかにCLOSERで作製したエマルションの油滴は均質で微細化できていることが分かる。

写真3に作製したエマルションサン

プルを経時観察した写真を示す。この 観察結果からもホモミキサーは3日後 から分離が確認できるのに対し、CLO-



ホモミキサー

SERのサンプルは2ヶ月経過後も分離が確認できない。

図6にCLOSERで作製した各種エマ



CLOSER

KEYENCEマイクロスコープVHX-6000により観察 (3,000倍)

写真2 オレイン酸エマルションの顕微鏡写真



ホモミキサー CLOSER

乳化直後は白濁度(白)も同 じで均一な乳化状態に見える ホモミキサー CLOSER

乳化3日後で、ホモミキサーでは底部①で乳化濃度が薄くなり分離している様子が観察されたが、CLOSERでは観察できなかった。

ホモミキサー CLOSER

乳化2ヶ月後で、ホモミキサーでは全面に色(白濁濃度)が薄くなったが、CLOSERでは白濁濃度が濃い状態が維持されている。

写真3 オレイン酸エマルションの経時観察

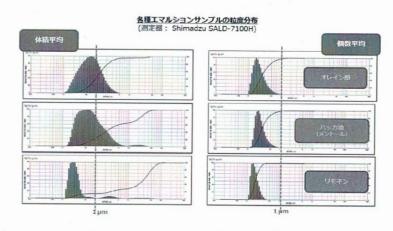


図6 CLOSERで作製したエマルションの粒度分布

ルション(オレイン酸、ハッカ油、リモネン)の粒度分布(個数平均および体積平均)を示す。すべてのサンプルにおいてピーク粒径が1 μ m以下でありサブミクロンレベルの微粒化が達成できている。

(4) CLOSERの特徴

CLOSERの微粒化性能については前述した通りであるが、それ以外の特徴を以下に示す。

① コンパクトデザイン

A4用紙とほぼ同じほぼ同じ面積で実験が可能であり、高圧ホモジナイザーに比べ大幅な省スペース設計である。

② ポータブル性

CLOSERの本体は9.6 kgと軽量で収



写真4 コンパクトデザイン



写真5 専用ケース

納や持ち運び可能な専用ケースに入れ て納入されるため、そのままどこでも 持ち運びでき電源一つで、どこでも実 験が可能である。

③ 容易な分解洗浄

パーツ数を最小化し実験系を変える 際に必ず必要となる分解洗浄性を大幅 に向上。タンク、ポンプ、ノズルの接 液部のモジュールを工具レスで簡単に 取り外し、外したモジュールは容易に 分解。分解した部品は超音波洗浄機で 洗浄可能。さまざまな処方検討をスト レスなく効率的にできる。



写真6 工具レスで取り外せる接液部モジュール

界面活性剤のいらない 世界を作る

CLOSERのネーミングには"生産者と消費者の距離を近づけたい"との思いが込められている。エマルションを用いたさまざまな商品の使用期限は3年以上のものがほとんどである。本当にこの長い使用期限が必要なのだろうか、と疑問を持ったのがCLOSER開発のきかっけである。「使う時に混ぜる・作る」といったアプリケーションができれば、さまざまな添加剤をなくせることができ、新たな付加価値が生まれ

る。そのような用途に向けてCLOSER はさまざまな応用ができる。例えば、図7は商品開発研究所が消費者に近づいたイメージである。肌の診断とともにあなただけの完全無添加の作り立て化粧品を体験でき、購入もできる。未来型研究所へのCLOSERの応用例である。



図7 未来型商品開発研究所イメージ図

また、CLOSERにはさまざまな気体をナノサイズにして混ぜ込むことが容易にできる。災害地の避難場所にCLOSERがあれば、オゾンナノバブルを用いた"飲めるうがい薬"が簡単にその場で作れる。断水で歯磨きができない環境においても避難者の口腔ケアに貢献できる。豪雨により床下浸水した家屋での浸水した箇所の菌やカビ対策に体に優しい除菌剤がその場で作れる。これらはほんの一例であるが、「使う時に混ぜる・作る」アプリケーションへの応用で、合成化学物質が減らせ、新たな付加価値が生まれると期待している。

● おわりに

ウルトラファインバブルを応用した エマルション調整に関する研究報告は 非常に少ない。また、市販されている 同じ工法の乳化・分散装置もないこと から開発には苦労した。しかし、開発 した気液せん断工法は構成要素が少な くシンプルな構造のため、超小型化か

ら大量生産用の大型機のラインアップ には時間はかからないと考える。ウル トラファインバブル技術のさまざまな 応用も広がってきており、新たな乳化 ・分散技術として今後の動向に注目し ていただきたい。

〔謝辞〕

このウルトラファインバブル生成技 術を応用したCLOSERの開発過程おい て高知工業高等専門学校 ソーシャルデ ザイン工学科 秦隆志准教授をはじめ 研究室の皆様からの多くの技術指導お よび評価協力をいただき開発に至った。 研究室の方々へのご協力に対して、こ こに記して謝辞を表します。

〈参考文献〉

- (1) 古澤邦夫監修:新しい分散・乳化の科学と応用 技術の新展開、テクノシステム (2006)
- (2) 化学工業日報:高知高専、マイクロエマルショ ン作製技術開発、乳化剤を使わず安価に (2012)
- (3) 秦隆志・他:実用技術構築を目指したマイク ロ・ナノバブルの物性・特性に関する研究、山 陽放送学術文化財団リポート (57)、pp.13-17
- (4) 阿部正彦:分散安定性に優れたサーファクタン ト・フリー・エマルションの調整方の確立とその 凝集・合一過程の解明、コスメトロジー研究報告、
- (5) 酒井俊郎 (2013): エマルションの本当の姿に 迫る:サーファクタントフリーエマルション、C & I commun: colloid & interface communication: newsletter from DCSC 38(1), pp.9-12
- (6) 酒井秀樹・他:微小気泡を鋳型としたシリカ 中空粒子の調製、材料技術、30(5)、pp.147-153,

- (7) 相澤由花・矢沢勇樹・他:微細気泡鋳型を多段分 級供給した球状水酸アパタイトの合成、日本セラ ミックス協会年会・秋季シンポジウム講演予稿集 (2008)
- (8) 野々村美宗: 化粧品用エマルション、色材協會 誌、85(7)、pp.289-292 (2012)
- (9) 村上良: 微粒子による乳化・起泡~Pickeringエ マルション・ドライウォーター~ (2013)
- (10) 荒川真一:オゾンナノバブル水 (NBW3) の 歯科臨床への応用、日本歯科理工学会誌、34(1)、 pp.21-24 (2015)
- (11) 幕田寿典:マイクロバブルから直接作る中空マイ クロカプセルの生成と応用、新技術説明会 (2010)

筆者紹介

奥田伸二

㈱OKUTEC 代表取締役