20 トレーサー粒子としての マイクロカプセルの試作

近畿大学 江藤剛治, 竹原幸生[○]

Development of a method to make microcapsules as tracer particles

Takeharu ETOH^{*} and Kosei TAKEHARA^{*}

A method to make microcapsules which are filled with pure water and covered with thin film of polystyrene was developed. The best temperature for making the microcapsule lies in a range from 30 °C to 40 °C. Their mean specific gravity and mean diameter were 1.0064 and 295 μm , respectively.

1. はじめに

最近, 可視化手法と画像処理を用いた流速測定法の開発が行われている。トレーサー粒子の運動によりその場の流速を測定しようとする際, 厳密にはトレーサー粒子の比重は周囲流体の比重と等しくなければならない。またそのスケールは流体運動の最小スケールよりも十分小さいものでなければならない。今回, 内部がほとんど不純物を含まない水, 外側に薄いポリスチレンの膜のマイクロカプセルの製法に検討を加えた。そのマイクロカプセルの顕微鏡写真をPhoto.1に示す。

マイクロカプセルとは, 径が数 μm から数百 μm の球形のカプセルで, その内部の芯物質が外部の皮膜により保護されているものである。マイクロカプセルの皮膜は, 原理的に膜を形成する性質の材料であれば何でもよいが, 実用的には, 天然および合成高分子が使用される。またマイクロカプセルの径, 膜厚はその製法により変えることができる。これらの性質を用いて芯物質を観測流体と同じ流体にすることができれば, そのマイクロカプセルは周

Photo.1 A micrograph of the microcapsules which are filled with pure water and covered with a thin film of polystyrene

^{*} Faculty of Science and Technology, Kinki University, Higashi-Osaka, 577

囲流体とはほぼ同じ比重になる。また、マイクロカプセルの特徴として、芯物質に液体ばかりではなく、カプセル内部に自由に物質を封じ込められることが挙げられる。例えば、現在用いられているものとして、マイクロカプセル中に感温液晶を入れ、温度分布を可視化するトレーサー等がある。よってマイクロカプセルは、トレーサー粒子として、通常用いられているものよりも有用なものになる可能性が高い。

2. マイクロカプセルの製法

以下のマイクロカプセルの一般的製法に関しては文献1)を引用した。

製法には大別すると、化学的方法、物理化学的方法、および物理機械的方法がある。今回用いられた方法は、物理化学的方法の中の界面沈澱法と呼ばれるものであり、この製法について以下に述べる。

マイクロカプセル化において液体を芯物質とする場合、エマルション（互いに混じり合わない液体の一方が他方の中に分散した系）の調整が必要である。水と混和しない溶剤に皮膜物質を溶かし、その溶剤中に水のエマルションを形成させる。これを再度乳化させ、溶剤を取り除けば、芯物質の水が薄い膜で覆われたマイクロカプセルが形成される。マイクロカプセルの作成手順は次の通りである。

- (1) 沸点が100℃以下で、蒸気圧が大きくて水と混和しない溶剤を選び、この中に皮膜形成能のある疎水性高分子を溶かす。今回は溶剤としてジクロロメタン（沸点40.21℃）、皮膜材としてポリスチレンを用いた。
- (2) 高分子溶液に芯物質となる水を加え、よく攪拌して(W/O)型のエマルションを作る。
- (3) このエマルションを、よく攪拌している保護コロイドを含むカプセル化媒体である別の水溶液に加えて[(W/O)/W]型の複合エマルションとする。
- (4) 皮膜生成は、この系に加温、減圧、溶媒抽出、冷却、冷凍、乾燥などの操作を行って、高分子の溶媒を除去する。今回、ジクロロメタンの沸点が約40℃であるので上記の複合エマルション分散系を40℃付近に保ちながら徐々にジクロロメタンを蒸発させた。

ただし、ここでWは水相、Oは油相を表している。

芯物質に水だけを用いる場合、常温でポリスチレンのジクロロメタン溶液中に水を分散させることは難しい。一般に乳化剤を用いて、エマルションの形成を安定化させる。例えば、椿原ら²⁾はゼラチン水溶液を芯物質とし、エマルションの形成を安定化させている。

3. 今回の製法によるマイクロカプセルの特性

今回の製法によるマイクロカプセルの特性を示す。

まず、エマルション形成時(2.の(2)、(3)の過程)の温度とマイクロカプセルの生成個数について調べてみた。その結果をTable.1に示す。マイクロカプセルの生成に係わる他の条件はすべて同じ条件で行った。その条件をTable.2に示す。実験の温度設定は

Table.1 Productivity of the microcapsule as a function of temperature.

Temperature in which emulsion is formed (°C) (1)	Number of produced micro-capsules (2)
3 0	8 6 1
2 0	5 0 6
1 0	2 5 5
0	2 8

Table.2 Other condition for microcapsule production

Volume of pure water (ml) (1)	Volume of dichloro- methane with 5% polystyrene (ml) (2)	Volume of water with 1% gelatine (ml) (3)	Rate of stirring intensity (rpm) (4)
7.0	20.0	1000	1400

0 °C, 1 0 °C, 2 0 °C, 3 0 °C の 4 つの条件で行った。実験は各々の温度条件において 3 回行った。Table.1 の個数は 3 回の測定結果の平均値を用いている。Table.1 より温度が高くなるにつれて生成しやすくなっているのがわかる。ポリスチレンの溶剤としてジクロロメタンを使用しているため 4 0 °C 以上にはすることができない。マイクロカプセルの生成に対する最適な温度は、3 0 °C と 4 0 °C の間にあると思われる。以下の比重、粒径の測定には 3 0 °C において生成されたマイクロカプセルを用いた。なお、水温は 1 4 °C, 水の比重は 0. 9 9 8 であった。マイクロカプセルの比重の測定法としては、塩水により検定液を比重 0. 0 0 1 間隔で作し、その検定液中で表面に浮いたマイクロカプセルの個数を数えた。また、径の測定法としては顕微鏡写真にマイクロスケールとマイクロカプセルを写し、長さの比により算出した。

Fig.1 にマイクロカプセルの比重のヒストグラムを示す。比重の間隔の中央値を用いて計算した平均値は 1. 0 0 6 4, 標準偏差は 0. 0 0 2 4 であった。現在用いられているトレーサー粒子として、ポリスチレン、ナイロン 1 2, キシレン等の粒子がある。比較のために値を示すと、ナイロン 1 2 の比重は 1. 0 2 程度、ポリスチレンの比重は 1. 0 3 程度である。また、2 % のゼラチン水溶液を芯物質としたマイクロカプセルの比重は約 1. 0 1 であった。これらと比較して、かなり水の比重に近いものであることがわかる。

Fig.2 にマイクロカプセルの径のヒストグラムを示す。径の平均値は 2 9 5 μ m と、かなり大きいものを作ることができた。標準偏差は 6 4 μ m であった。マイクロカプセルの径はエマルジョンを形成するときの攪拌速度に大きく依存する。これ以下の径のものを作るには攪拌速度を上げてやればよく、比較的簡単に作ることができる。

Fig.1 Frequency distribution of specific gravity of the microcapsules

Fig.2 Frequency distribution of diameter of the microcapsules

本研究は文部省科学研究費補助金（試験研究（B）），課題番号0185122，研究代表者 箕原亮）の補助を受けた。記して謝意を表す。

参考文献

- 1) 近藤保・小石真純，新版マイクロカプセル その製法・性質・応用，三共出版，1987.
- 2) 椿原啓・久保宇市，近畿大学理工学部研究報告，第16号，1981.