

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-288317

(P2005-288317A)

(43) 公開日 平成17年10月20日(2005.10.20)

(51) Int. Cl.⁷

B 0 1 J 13/14

C 0 8 F 2/44

C 0 8 F 2/56

F I

B 0 1 J 13/02

C 0 8 F 2/44

C 0 8 F 2/56

テーマコード (参考)

4 G 0 0 5

4 J 0 1 1

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2004-107097 (P2004-107097)

(22) 出願日 平成16年3月31日 (2004.3.31)

(71) 出願人 000231604

日本精蠟株式会社

東京都中央区新川1丁目22番15号

(71) 出願人 598069939

阿部 正彦

千葉県野田市大殿井58-71

(71) 出願人 504127980

酒井 秀樹

東京都足立区東綾瀬1-17-9-504

(71) 出願人 303014623

武林 敬

茨城県つくば市小野川11-65

(74) 代理人 100081282

弁理士 中尾 俊輔

最終頁に続く

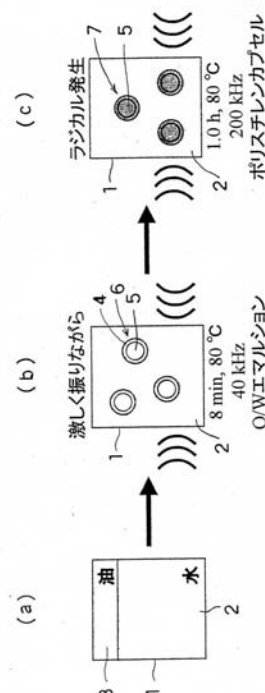
(54) 【発明の名称】 ナノカプセル製造方法

(57) 【要約】

【課題】 重合開始剤や界面活性剤等の助剤を用いることなく目的とする被封装体となる蠟相を目的とするカプセル媒体によって被覆したナノカプセルを良好にかつ確実に製造することができ、更に生産効率もよく短時間に大量生産可能なナノカプセル製造方法を提供すること。

【解決手段】 分散用の液相に対して、重合体からなるナノカプセルを形成するカプセル媒体のモノマーと当該ナノカプセル内に封入される被封装体となる融点以上に加熱された状態の蠟相との混合物を添加し、その後全体に超音波を照射して前記液相内に前記カプセル媒体によって前記被封装体を被覆した微小滴を分散させ、その後更に超音波を照射することにより前記微小滴のカプセル媒体を重合させてナノカプセルとさせることを特徴とする。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

分散用の液相に対して、重合体からなるナノカプセルを形成するカプセル媒体のモノマーと当該ナノカプセル内に封入される被封入体となる融点以上に加熱された状態の蠟相との混合物を添加し、その後全体に超音波を照射して前記液相内に前記カプセル媒体によって前記被封入体を被覆した微小滴を分散させ、その後更に超音波を照射することにより前記微小滴のカプセル媒体を重合させてナノカプセルとさせることを特徴とするナノカプセル製造方法。

【請求項 2】

前記カプセル媒体を重合させる時の超音波の周波数をその前の分散時の周波数より高くすることを特徴とする請求項 1 に記載のナノカプセルの製造方法。

10

【請求項 3】

前記カプセル媒体を重合させる時の超音波の周波数を 40 Hz 以上とすることを特徴とする請求項 2 に記載のナノカプセル製造方法。

【請求項 4】

前記液相は水であり、前記カプセル媒体はスチレンであり、前記蠟相はワックスであることを特徴とする請求項 1 に記載のナノカプセルの製造方法。

【請求項 5】

前記ナノカプセルは、直径 5 nm ~ 5000 nm とされていることを特徴とする請求項 1 から請求項 4 のいずれか 1 項に記載のナノカプセル製造方法。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ナノカプセル製造方法に係り、特に蠟相を被封入体としたナノカプセルを化学的方法により製造するナノカプセル製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、種々の産業分野においてナノカプセルの製造が盛んに行われている。

【0003】

例えば、ワックス等の蠟相からなる被封入体をポリスチレン等の高分子物質によって被覆したナノカプセルを製造する場合には、化学的方法の界面重合法によって製造されるものであるが、従来においては、重合開始剤や界面活性剤の添加が必要とされていた。また、化学的方法によって製造されたナノカプセルの均質化を図るために超音波を用いて振動を付与することが行われていた（例えば、特許文献 1 参照）。

30

【0004】

【特許文献 1】特開平 6 - 057005 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、従来の化学的方法においては被封入体となる蠟相とカプセル媒体との組み合わせに適正に対応した重合開始剤や界面活性剤を選択する必要があり、また得られるナノカプセルの性質にこれらの重合開始剤や界面活性剤も影響することとなり、真の目的とするナノカプセルを製造することができないという問題点があった。また、従来においては、ナノカプセルを短時間に大量生産することもできなかった。

40

【0006】

本発明はこれらの点に鑑みてなされたものであり、重合開始剤や界面活性剤等の助剤を用いることなく目的とする被封入体となる蠟相を目的とするカプセル媒体によって被覆したナノカプセルを良好にかつ確実に製造することができ、更に生産効率もよく短時間に大量生産可能なナノカプセル製造方法を提供することを目的とするものである。

【課題を解決するための手段】

50

【 0 0 0 7 】

本発明者等は鋭意研究し、従来既に製造されたナノカプセルの均質化の手段として用いられている超音波を利用して、最初に比較的低い周波数の超音波を照射することにより分散用の液相中において被封入体となる蠟相をカプセル媒体のモノマーによって被覆した微小滴に分散させ、その後比較的周波数の高い超音波を照射することによってモノマー状のカプセル媒体をラジカル重合させることによってカプセル媒体を重合させることができることを発見して本発明を完成させた。

【 0 0 0 8 】

従って、本発明のナノカプセルの製造方法は、分散用の液相に対して、重合体からなるナノカプセルを形成するカプセル媒体のモノマーと当該ナノカプセル内に封入される被封入体となる融点以上に加熱された状態の蠟相との混合物を添加し、その後全体に超音波を照射して前記液相内に前記カプセル媒体によって前記被封入体を被覆した微小滴を分散させ、その後更に超音波を照射することにより前記微小滴のカプセル媒体を重合させてナノカプセルとさせることを特徴とする。これにより、本発明によれば、重合開始剤や界面活性剤等の助剤を用いることなく目的とする被封入体となる蠟相を目的とするカプセル媒体によって被覆したナノカプセルを良好にかつ確実に製造することができ、更に生産効率もよく短時間に大量生産可能なものとなる。

【 0 0 0 9 】

また、前記カプセル媒体を重合させる時の超音波の周波数をその前の分散時の周波数より高くするとよい。これによりカプセル媒体のラジカル重合を確実に行わせてナノカプセルを得ることができる。

【 0 0 1 0 】

また、カプセル媒体を重合させる時の超音波の周波数を40Hz以上とするとよい。これによりカプセル媒体のラジカル重合を確実に行わせることができる。

【 0 0 1 1 】

また、前記液相を水とし、前記カプセル媒体をスチレンとし、前記蠟相をワックスとするとよい。

【 0 0 1 2 】

また、前記ナノカプセルは、直径5nm～5000nmとするとよい。

【 発明の効果 】

【 0 0 1 3 】

このように本発明は構成され作用するものであるので、重合開始剤や界面活性剤等の助剤を用いることなく目的とする被封入体となる蠟相を目的とするカプセル媒体によって被覆したナノカプセルを良好にかつ確実に製造することができ、更に生産効率もよく短時間に大量生産可能である等の優れた効果を奏するものである。

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 1 4 】

次に、本発明の実施の形態を図1から図4について説明する。

【 0 0 1 5 】

図1は本発明の原理を示している。

【 0 0 1 6 】

本発明においては、まず容器1内に分散用の液相としての溶液2を入れ、この溶液2に対して、重合体からなるナノカプセルを形成するカプセル媒体のモノマーと当該ナノカプセル内に封入される被封入体となる融点以上に加熱された状態の蠟相との混合物3を添加する(図1a参照)。

【 0 0 1 7 】

次に、容器1内の溶液2と混合物3の全体を蠟相の融点以上に加熱しながら比較的低い周波数(例えば、20kHz～100kHz)の超音波を所定時間照射する。これにより液相である溶液2内にカプセル媒体4によって被封入体5を被覆した微小滴6が分散される(図1b参照)。具体的にはエマルジョンが形成される。分散した微小滴6の直径はナ

10

20

30

40

50

ノカプセルの直径とほぼ同じ程度とされている。

【0018】

次に、更に蠟相の融点以上に加熱しながら比較的高い周波数（例えば、40kHz以上）超音波を所定時間照射することにより微小滴6のモノマー状のカプセル媒体4がラジカル重合を開始してポリマーとなりナノカプセル7が生産される。

【0019】

本発明における前記液相を形成する溶液2としては、ナノカプセル7を形成するカプセル媒体4と被封入体5との性質に対応して分散できる性質を有するものであればよく、例えば、水、水道水、湖水、海水、無機電解質を含む水溶液、グリセリン水溶液等を挙げることができる。

10

【0020】

本発明における前記カプセル媒体4としては、製造すべきナノカプセル7の特性に応じて被封入体5となる蠟相を被覆できるものであればよく、例えば、被封入体となる蠟相がワックスであれば、スチレン、イソブチレン等を挙げることができる。その他にカプセル媒体4としては、その他のラジカル重合する高分子等を挙げることができる。

【0021】

本発明における前記被封入体5となる蠟相としてのワックスは、ナノカプセル7の特性に応じて選択するとよい。

【0022】

混合物3を分散させる場合の超音波の周波数および照射時間としては、混合物3を微小滴6とするために十分なものであればよく、周波数としては例えば20kHz～100kHz程度がよく、照射時間としては例えば2分～30分程度がよい。超音波の周波数が20kHz未満であると分散が行われず、100kHzを超えるとラジカル重合が開始されてしまうからである。また、照射時間が2分未満であると分散が行われず、30分を超えるとラジカル重合が開始されてしまうからである。

20

【0023】

微小滴6のモノマー状のカプセル媒体4を重合させる場合の超音波の周波数および照射時間としては、モノマーをポリマーとするためのエネルギーを付与するために十分なものであればよく、周波数としては例えば40kHz以上、好ましくは100kHz以上がよく、照射時間としては例えば30分～120分程度がよい。超音波の周波数が40kHz未満であるとラジカル重合が開始されないからである。また、照射時間が30分未満であるとラジカル重合が行われず、120分を超えるとラジカル重合が十分に実行されてしまっているからである。

30

【実施例】

【0024】

次に、本発明の実施例を説明する。

【0025】

本実施例においては、カプセル媒体4のモノマーとしてスチレンモノマーを使用し、被封入体5となる蠟相としてパラフィンワックス（Paraffin wax - 140）を使用し、スチレンモノマー/パラフィンワックスの混合物3として、2.0/0.20（各ml）を用意した。

40

【0026】

溶液2として蒸留水50mlを用いた。

【0027】

<分散>

まず、各組み合わせに対して、容器1内全体をパラフィンワックスの融点以上の80に加熱し、周波数が40kHzの超音波を8分間照射して分散化（エマルジョン化）を行った。

【0028】

<重合>

50

本発明の実施例においては、容器 1 内全体をパラフィンワックスの融点以上の 80 に継続的に加熱し、更に微小滴 6 が形成されている容器 1 に対して周波数が 200 kHz の超音波を 1 時間照射した。これによりモノマー状のスチレンがラジカル重合してポリスチレンに変化した。

【0029】

< 成果物 >

1) TEM (透過型電子顕微鏡) 観察による粒子の大きさ (図 2)

ポリスチレン / パラフィンワックスのナノカプセル 7 の粒子の TEM 観察を行った。その内容は図 2 の通りである。

その結果、ポリスチレン / パラフィンワックスのナノカプセル 7 の微粒子の粒子径は、200 nm ~ 1.0 μm であり、形は整っていないもののナノ微粒子のナノカプセル 7 を確認できた。

10

2) DSC (示差走査熱量計) 測定による確認 (図 3 ~ 図 4)

TEM 観察で確認した微粒子の定性を行うために、DSC 測定を行った。

図 3 は本実施例により製造されたナノカプセル 7 の DSC 測定結果の特性を示し、図 4 はポリスチレンの DSC 測定結果の特性を示す。

図 3 に示すナノカプセル 7 の DSC 測定結果の特性は、図 4 に示すポリスチレンの DSC 測定結果の特性と相違しているので、ナノカプセル 7 内にワックスが含まれていることがわかる。従って、ワックスは表面のポリスチレンカプセル内に内包若しくは混合していることがわかる。

20

3) 加温による確認 (図 5)

次に、図 1 c に示すナノカプセル 7 が分散している溶液を、ワックスの融点以上であり、かつ、ポリスチレンの融点以下である 75 以下まで次第に温度を上昇させるように加熱し、温度を上げる前後において溶液の状態の違いを観察した。その結果、溶液の状態に変化が観測されないで、ワックスの溶融が発生していない証左となり、ナノカプセル 7 が製造されていることがわかった。

【0030】

以上の結果より、重合開始剤無添加で超音波によってラジカル重合させた本実施例の製造方法においてもナノ微粒子となるナノカプセル 7 を製造することができたことを確認した。

30

【0031】

これにより本発明に基づいて、界面開始剤や界面活性剤等の助剤を無添加としてナノカプセル 7 を製造できることを確認した。

【0032】

なお、本発明は、前述した実施の形態に限定されるものではなく、必要に応じて種々の変更が可能である。例えば、超音波を溶液に付与する場合には、超音波の振動方向を重力方向や水平方向と平行としたり、振動方向を溶液に対して相対移動させるように、振動子若しくは溶液を入れる容器を 360 度の範囲で回転させる等に調整して、超音波エネルギーを効率よく付与できるようにするとよい。

【図面の簡単な説明】

40

【0033】

【図 1】 a ~ c は本発明のナノカプセルの製造方法の原理を示す説明図

【図 2】 実施例の粒子を示す TEM 観察図

【図 3】 実施例の DSC 測定結果を示す線図

【図 4】 ポリスチレンの DSC 測定結果を示す線図

【符号の説明】

【0034】

1 容器

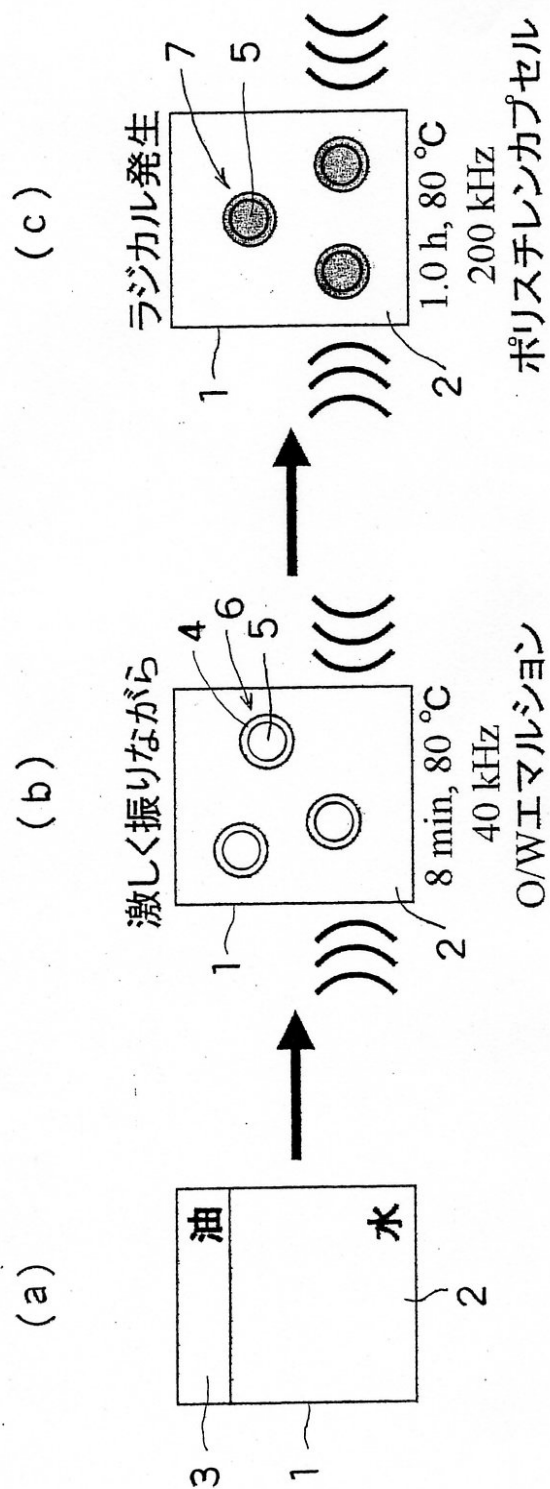
2 溶液

3 混合物

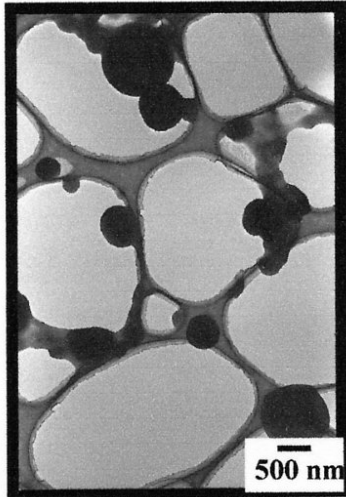
50

- 4 カプセル媒体
- 5 被封入体
- 6 微小滴
- 7 ナノカプセル

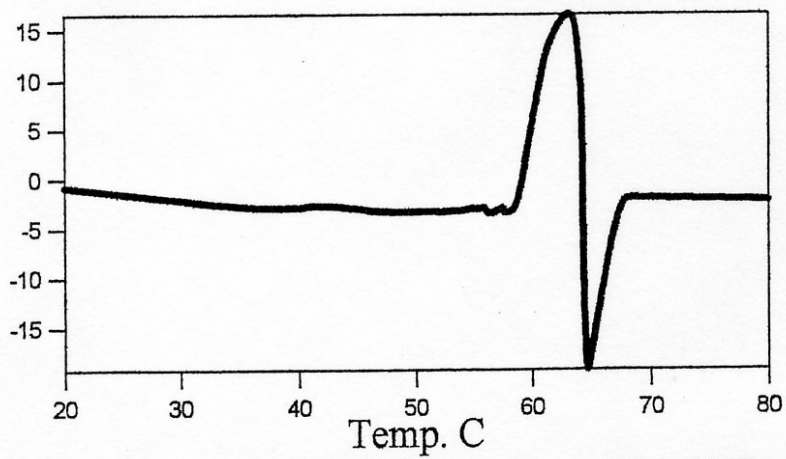
【図 1】



【図 2】

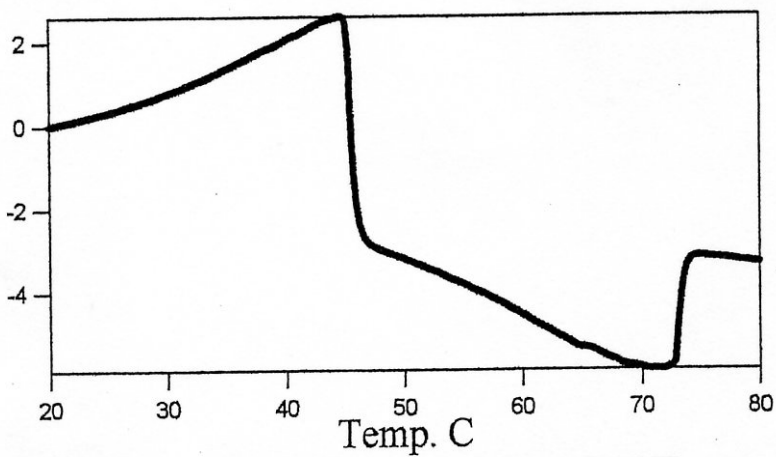


【図 3】



ワックス内包カプセルのDSC測定結果

【図 4】



ポリスチレンのDSC測定結果

フロントページの続き

(74)代理人 100085084
弁理士 伊藤 高英

(74)代理人 100095326
弁理士 畑中 芳実

(74)代理人 100115314
弁理士 大倉 奈緒子

(74)代理人 100117190
弁理士 玉利 房枝

(74)代理人 100120385
弁理士 鈴木 健之

(74)代理人 100123858
弁理士 磯田 志郎

(72)発明者 阿部 正彦
千葉県野田市大殿井 5 8 番地 7 1

(72)発明者 酒井 秀樹
東京都足立区東綾瀬 1 - 1 7 - 9 - 5 0 4

(72)発明者 大久保 貴広
埼玉県熊谷市大字新堀 2 8 0

(72)発明者 梅田 多衣子
奈良県奈良市神殿町 2 2 0 - 2 3

(72)発明者 中山 亜衣
千葉県千葉市緑区あすみが丘 6 - 2 7 - 8

(72)発明者 田中 健介
神奈川県鎌倉市手広 7 0 3 - 3 7

(72)発明者 永橋 達
山口県周南市大字大島 8 5 0 番地 日本精蠟株式会社開発研究センター内

(72)発明者 山本 益司
山口県周南市大字大島 8 5 0 番地 日本精蠟株式会社開発研究センター内

F ターム(参考) 4G005 AA02 BA02 BB11 BB12 BB20 BB22 DB01X DD04Z DD07Z DD15Z
4J011 AB01 AC04 AC06 PA56 PC02 PC05 PC11 QA09 RA10 UA06
VA02