

 茨城県 <small>IBARAKI Prefectural Government</small>	MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.)	2017BM0005	2018年9月28日
実験課題名(Title of experiment)	界面活性剤の泡膜における分子配向状態の検証	装置責任者(Name of responsible person)
実験責任者名(Name of principal investigator)	藤田 博也	石垣 徹
所属(Affiliation)	日油株式会社 油化学研究所	装置名(Name of Instrument : BL No.)
		BL20 iMATERIA
		実施日(Date of Experiment)
		2018年1月20日

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 実験目的(Objectives of experiment)

化粧品原料、特に毛髪洗浄剤、身体洗浄剤に界面活性剤を配合する目的として、使用感(泡の弾力性、起泡性など)の向上が挙げられる。これまで申請者らは、アミノ酸系界面活性剤の一つである *N*-アシル-*N*-(2-ヒドロキシエチル)- β -アラニン塩について、界面化学的な基礎物性や毛髪洗浄剤組成物としての研究を行い、他のアミノ酸系界面活性剤に比べて泡に弾力があり、毛髪洗浄剤や身体洗浄剤に対して有用であることを明らかにした。しかし、この泡の弾力がどのような機構により生じるものか、詳細は解明されていない。そこで中性子小角散乱(SANS)の測定により、泡の物性に影響している「泡沫中に含まれる界面活性剤分子の挙動」を解析することとした。本トライアルユースでは課題利用に向けて、実験手順や実験条件の検討を行った。

2. 試料及び実験方法

Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

2.1 試料 (sample(s))

- ① *N*-ラウロイル-*N*-(2-ヒドロキシエチル)- β -アラニン Na 重水溶液 100 mmol dm⁻³ (pH 12~13)
- ② *N*-ラウロイル-*N*-メチル- β -アラニン Na 重水溶液 100 mmol dm⁻³ (pH 12~13)

2.2 実験方法(Experimental procedure)

試料セル(W 70 mm×D 30 mm×H 250 mm)に各種界面活性剤水溶液 30 mL を注ぎ、電動エアポンプで一定流速(1500 mL/min)の空気を流して起泡した。泡が試料セルの高さ 250 mm の位置まで到達した時点で起泡を止め、試料セルの高さ 115 mm の位置に中性子(ビーム出力:500 kW)を 30 分間照射し測定を行った。

3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

当トライアルユースでは、今後の測定条件を確立するため下記の2点に着目した。

- ① 設備面：泡に対する中性子の照射が可能となる装置の開発
- ② 起泡条件：中性子の照射中に維持が可能であり、再現性が高い泡を得る条件の確立

設備面に関して、小泉教授(茨城大学)のご協力を頂き、下図に示す起泡装置を製作した。

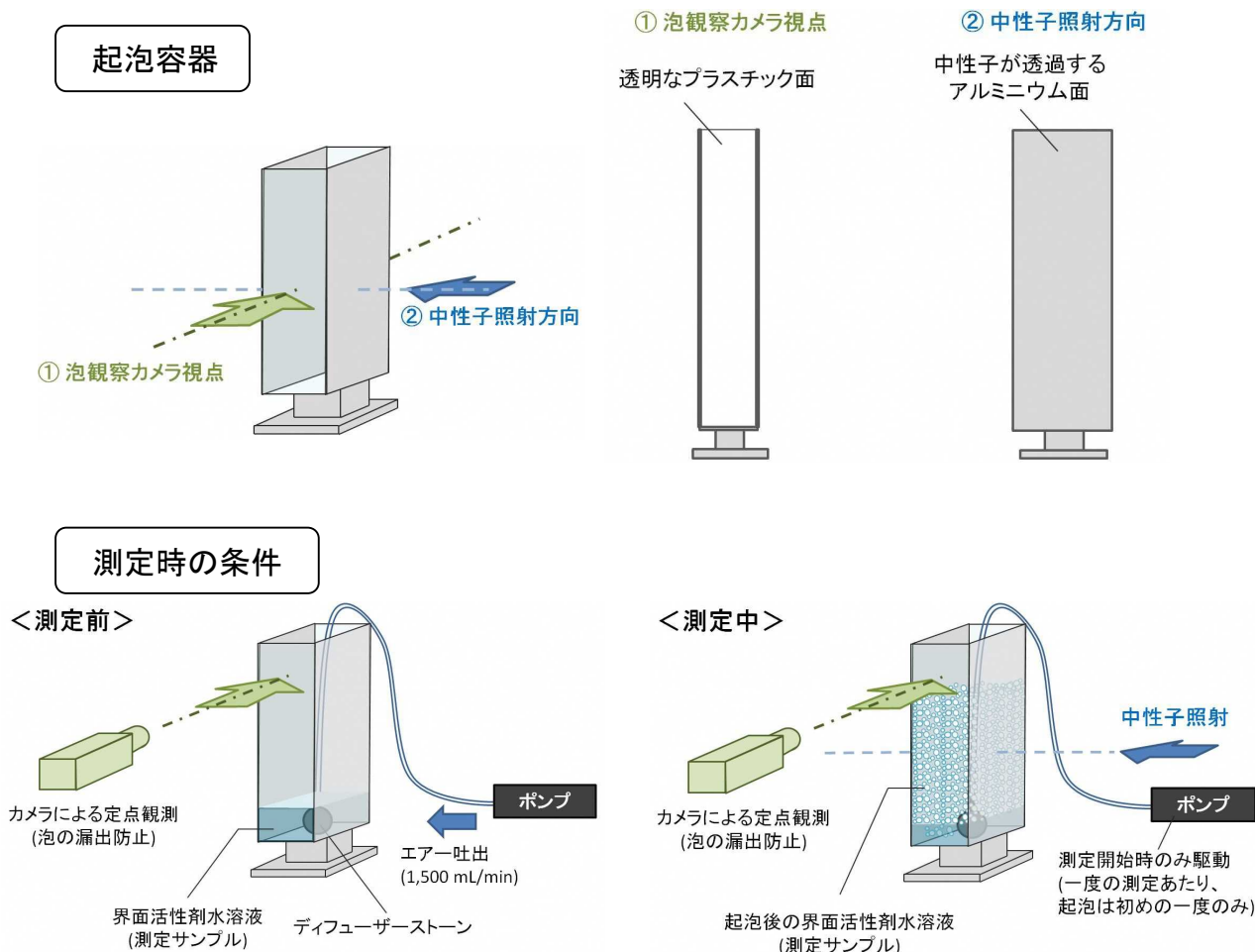


図 1. 起泡装置略図

当装置は、ポンプとディフューザーストーンによるバブリングで界面活性剤水溶液を起泡させ、起泡後の泡に対して中性子を照射するために考案した設備である。起泡の際はエアータ出過多による泡の漏出を防ぐため、カメラの定点観測による中継を行うこととした。このため容器の2側面はカメラで観測可能となるよう透明なプラスチック面とした(図1 ①泡観察カメラ視点)。また、当面に垂直な2側面(図1 ②中性子照射方向)の材質を中性子が透過するアルミニウムとすることで、泡の中性子小核散乱を観測できるよう容器を設計した(プラスチック素材では透明であっても中性子の散乱を生じるため)。なお測定時は測定機器(iMATERIA)内部が真空条件となるため、泡の状態が実使用時と異なる可能性を生じる。そこで図2に示すアルミニウム製の起泡装置ボックスを設け、ボックス内を測定装置外と繋げることで大気圧条件下になるよう設計した。

以上の設備により iMATERIA 内における測定サンプルの起泡が可能となり、系の状態が著しく変化する「泡」の中性子小核散乱を、起泡直後から経時で追跡することが可能となった。

<ボックス模式図>

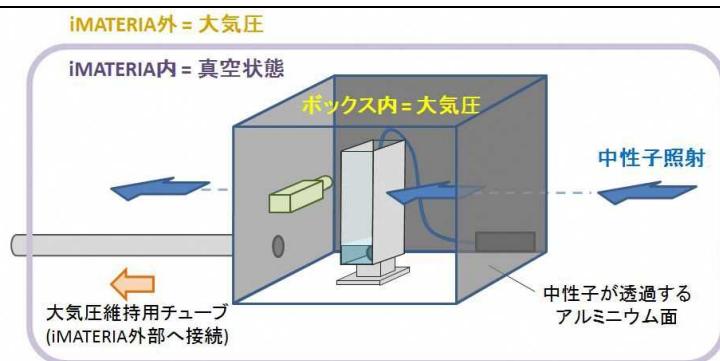


図 2. 大気圧における泡サンプルの測定方法

起泡条件の確立においては、種々の項目(界面活性剤の品種、濃度条件、エアータ出の流量、サンプル量など)で条件をスクリーニングした。その結果、100 mmol/L(洗浄剤使用時と同等の条件)の界面活性剤水溶液で泡が維持され、界面活性剤の品種毎に泡の挙動が異なり品種間の比較が可能となる条件として、1500 mL/min のエアータ出流量で 30~50 mL のサンプルを使用し、20~60 秒の起泡を行う条件が好ましいことを見出した。以上の検討結果より、2.2 項に示す実験条件でトライアルユースを行うこととした。

当条件で測定を行ったところ、起泡後の泡沫と、起泡前におけるバルク状態の液相で、同様のピークを干渉性散乱の領域に確認した(図3)。解析の結果、当ピークは9.0 nmの膜厚構造を示すことがわかり、分子サイズとの相関から界面活性剤が形成するミセルを観測したものと考えられる。これより、バルクの界面活性剤水溶液中のみではなく、泡膜の液相中にもミセルが存在することが示唆された。

また当測定においては、同様の泡高さまで起泡した際も、見る泡高さの位置により泡膜の挙動が変化することを見出した。今後の測定においては、①泡高さ、②起泡後の時間経過、③界面活性剤の品種等の条件と、泡沫の構造変化について相関を確認する予定である。

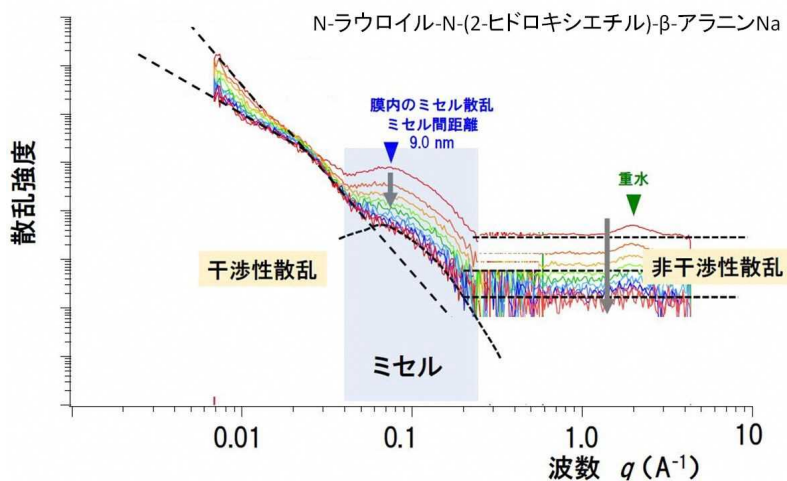


図 3. N-ラウロイル-N-(2-ヒドロキシエチル)-β-アラニン Na 液の測定結果

4. 結論(Conclusions)

文献によると、高い位置の泡は、水の排出が進むことで界面活性剤が主となるのに対し、低い位置の泡は水の比率が高まると考えられている。トライアルユース時の測定位置よりも高い位置に中性子を照射することで、より界面活性剤のみの挙動を詳細に調べることが可能になると考えられる。