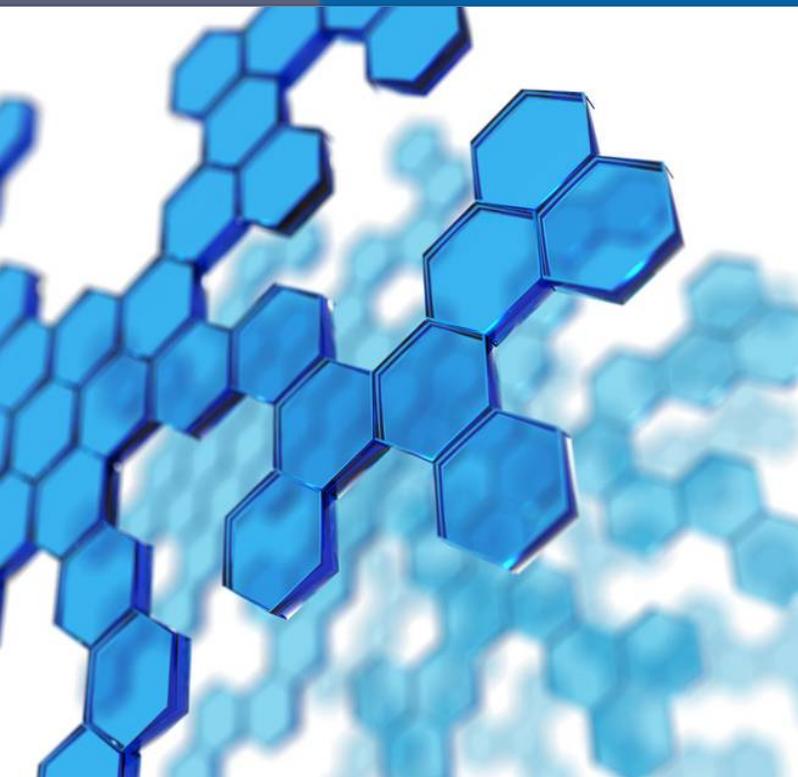


マイクロレオロジー 溶解・結晶化評価

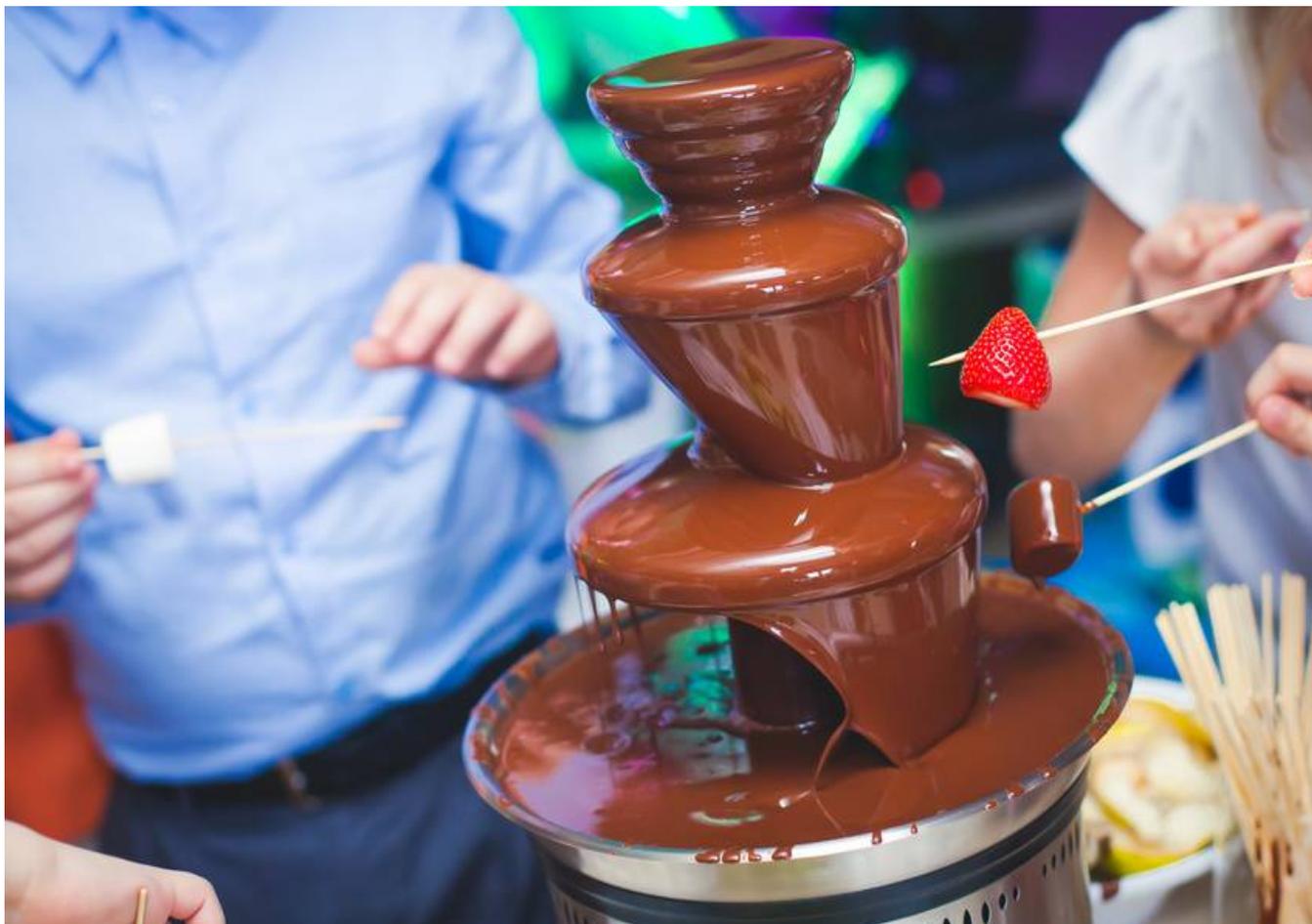
RHEOLASER CRYSTAL

レオレーザー クリスタル



三洋貿易株式会社
科学機器事業部

マイクロレオロジー × 熱分析 = 溶解・結晶化解析



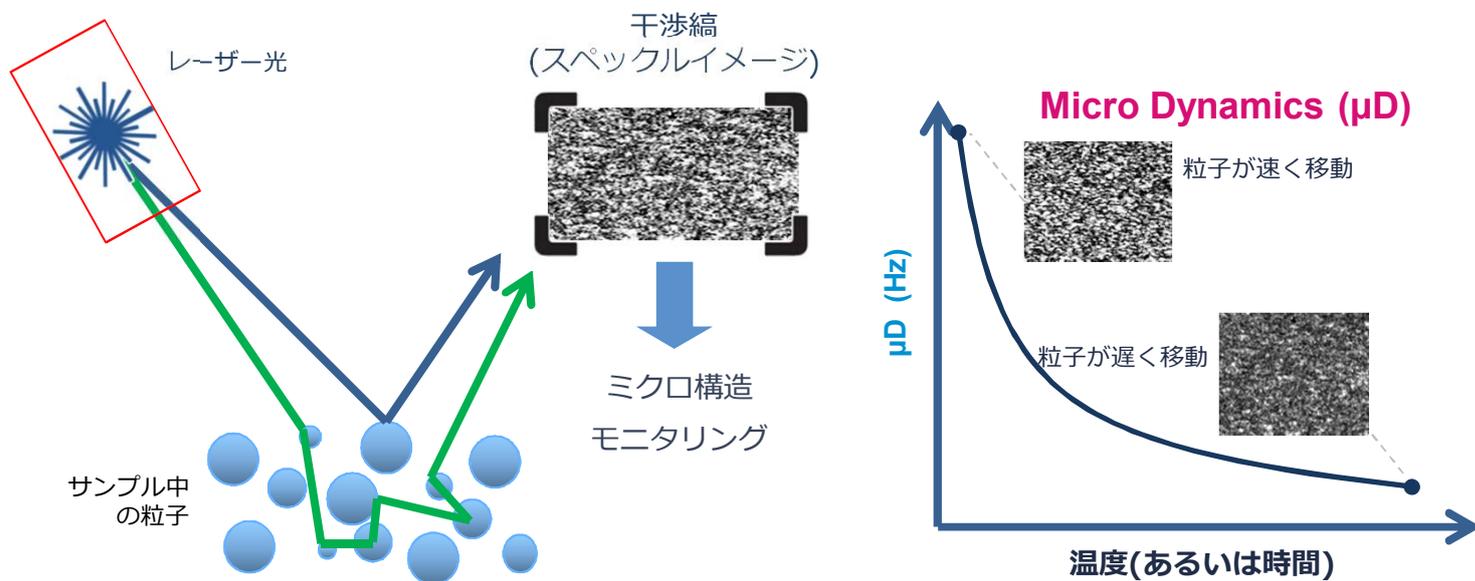
皆さんがチョコレートを食べるとき、手で触ると徐々に溶けてきた経験があると思います。一般的なチョコレートは30度弱の温度で溶けてしまいますので、手で長時間持っている熱が伝わり溶解してしまいます。これはチョコレートに含まれるカカオバターの結晶が溶解するため、チョコレート全体が溶けて液化してしまうからですが、実はカカオバターの結晶には複数の種類があり、チョコレートに適した結晶形態は1つしかないということが知られています。結晶構造が異なると溶解温度が低くなる場合が多く、室温近辺でも簡単に溶け出してしまいます。また、「ブルーム現象」と呼ばれる溶けたカカオバターがチョコレート表面で冷えて固まり、白く粉をふいたようになったチョコレートはカカオバターが結晶構造が異なった状態で固まったものとして有名です。

チョコレートの結晶化は最も端的な事例ですが、世の中に存在する製品の中にはその生産時に結晶化／溶解をうまく制御しているものも多くあります。それらの製品の改良のためには製品の結晶化・溶解挙動を精度良くかつ簡単に評価できる技術が必要不可欠で、研究現場や品質管理の現場で今も求められています。

私たちの開発したマイクロレオロジー評価装置「**Rheolaer(レオレーザー)**」は非破壊・非接触でサンプルの粘弾性特性を評価することができ、幅広い分野で使用されてきました。ここでさらに熱分析との融合を果たし、温度変化による粘弾性特性の変化を追うことでサンプルの結晶化、溶解挙動、相転移など新しい評価が可能となりました。「**Rheolaser Crystal(レオレーザー クリスタル)**」は今までとは異なる視点からの物質の状態変化を解析するツールとなります。

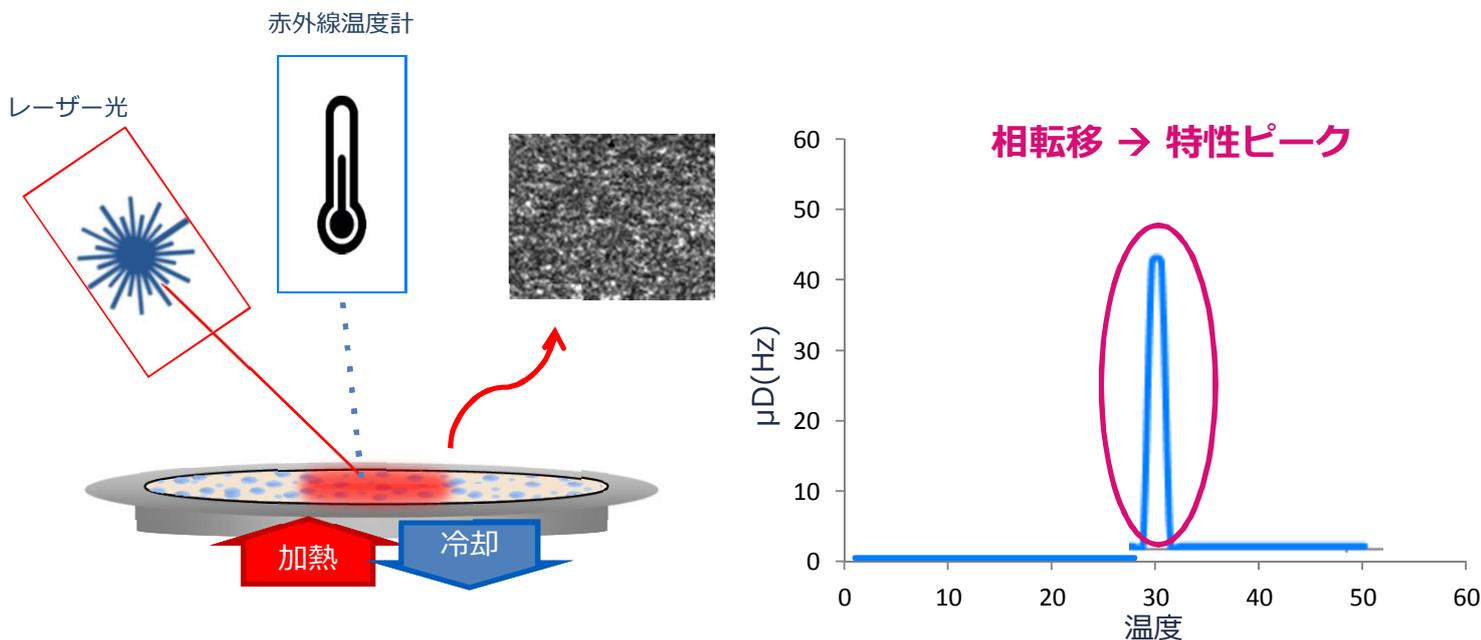
MS-DWS法を用いた溶解・結晶化挙動解析の原理

MS-DWS法はレーザー光をサンプルに照射し、反射散乱光の強度の動きを評価することを基本原理としています。レーザー光をサンプルに当てると、サンプル内部に含まれる粒子に当たって光の散乱が起こり散乱光が返ってきます。その散乱光は粒子のブラウン運動によって干渉を受けており、平面の検出器で観察すると波を打ったような干渉縞(スペckルイメージ)として観察されます。このイメージの動きはそのまま粒子の動きと捉えることができます。



図：原理イメージ

粒子の動きの速さを解析するとそのサンプルの粘弾性特性を評価することになりますが、速さの「変化」を評価するとサンプル内で起こっている相転移など物質の状態変化が見えてきます。RHEOLASER Crystalでは高精度に制御した温調システムで一定速度の温度変化を発生させ、その時に起こる反射光の干渉縞の動きの変化から物質の状態変化を観察することができるシステムです。相転移などの状態変化が起こると特性ピークとして検出され、その時の温度が結果として得られます。





RHEOLASER Crystal

マイクロレオロジーと熱分析を融合させた新しい評価。
サンプルの溶解・結晶化挙動を非接触で測定。

Rheolaser Crystal(レオレーザー クリスタル)はMS-DWS法を使ったマイクロレオロジー評価と熱分析を組み合わせた物質の状態変化挙動を評価する画期的な装置です。高精度温調システムによる温度変化を行いながらレーザーによる非接触レオロジー測定を行うことで、温度の上昇/低下によるサンプルの溶解、結晶化、相転移が評価できます。

サンプルは専用のサンプルホルダに載せるだけで特殊な作業は必要ありません。数グラムのサンプルを切り取ってホルダごと測定チャンバに入れることができます。サンプルは形状を問わず、既存の手法よりも多いサンプル量で評価することが可能なため、ばらつきの少ない測定結果が得られます。

精度の良い温度制御システムと非接触式赤外線温度センサにより、サンプルの温度を測定しながら状態変化測定を行います。

Rheolaser Crystalは新しい溶解・結晶化解析をご提案します。

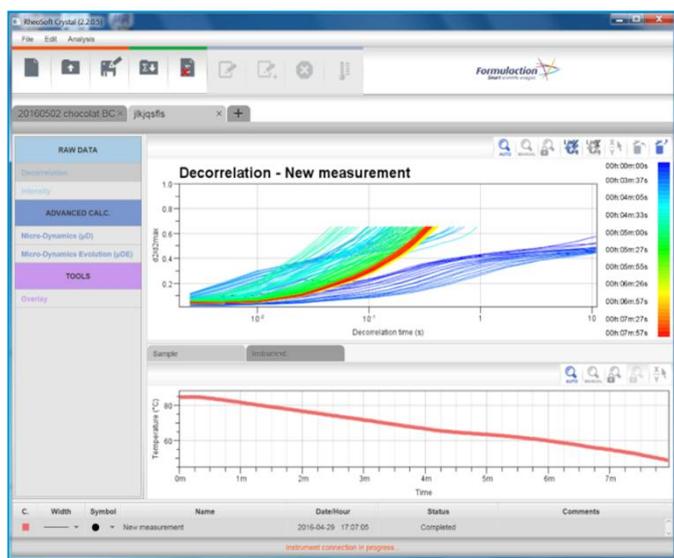
<製品の特徴>

- ・マイクロレオロジーと熱分析を組み合わせた新しい溶解・結晶化評価
- ・サンプルサイズ、形状を問わず測定可能
- ・不均一なサンプルでも安定した測定が可能
- ・相転移温度と多分散性を簡単操作で解析
- ・速く正確な温度調整システム
- ・洗練されたデザインのソフトウェア

RHEOLASER Crystal 基本仕様

- 光源波長：650 nm
- 測定原理：MS-DWS法、赤外線センサー(温度)
- 必要サンプル量：0.1 ~ 5 g
- 温度調整：4℃~90℃
- ランプ温度変化速度：0.1 ~ 25℃/分
- 所要電源：100Vac 50/60Hz
- 寸法・重量：W30 x L40x H40cm 10kg
- 主な評価項目：MS-DWS法を用いた温度変化に伴う
サンプルの溶解・結晶化挙動解析





Rheosoft Crystal操作画面

「Rheosoft Crystal」はマイクロレオロジー溶解・結晶化評価Rheolaser Crystalの専用解析ソフトウェアです。使いやすさを追求したソフトウェアで操作は見やすいアイコン表示のボタンを使って行い、結果の解析も画面左側の項目一覧から簡単に選択して実行可能です。

操作の容易さのコンセプトは「ワンクリック」です。得られた基礎データから実際に活用できる計算結果に至るまでを可能な限りワンクリックで実行できるように工夫されています。

示差走査熱量測定との比較

本装置と同様にサンプルの溶解、結晶化、相転移などを評価可能な測定手法に示差走査熱量測定があります。これはDSC法 (Differential scanning calorimetry) と呼ばれ、測定試料と基準物質を比較して測定する方法です。機器内で2つを同時に加熱し、測定試料が相転移・融解など熱の収支を伴う変化が起こった時の標準試料との熱量の差を検出することで測定する手法です。

この手法は加熱範囲などがRheolaser Crystalよりも広く、古くから使用されている手法なので広く使われています。しかしながら一般的にサンプリング方法がシビアで、均一なサンプルを正確な量で測り取って測定する必要があり、ばらつくことも多いです。Rheolaser Crystalには新しい測定原理を使うことによる多くのメリットがあります。

示差走査熱量測定に対するRHEOLASER Crystalのメリット

メリット① サンプリングの容易さ

カットしたサンプルをそのままサンプルホルダに置いて測定を開始することが可能です。測定結果はサンプルの形状や量に影響を受けません。

メリット② 温度制御の正確さ・速さ

最大25℃/分の高速温調が可能です。

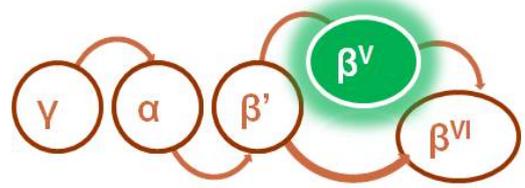
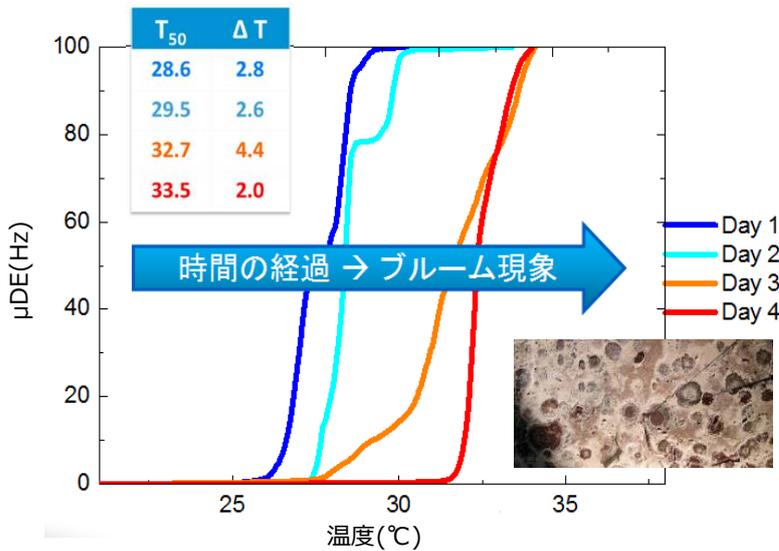
メリット③ 示差走査熱量測定では見えない変化をキャッチ

レオロジー変化からサンプルの状態変化を見ているので、示差走査熱量測定では追うことができない変化ピークを捉えることができます。



RHEOLASER CRYSTAL のアプリケーション例

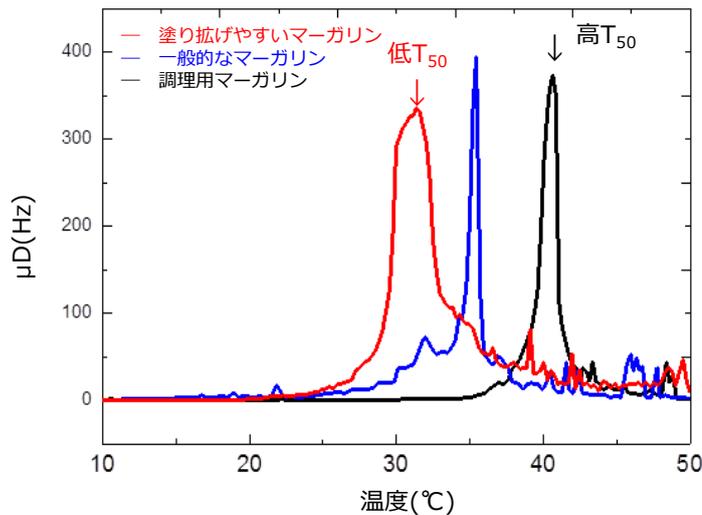
① チョコレートのブルーム現象の評価



チョコレートに含まれるカカオバター結晶構造には複数の種類がありますが、見た目や口溶け等の良さを求められ、一般的に β^V という結晶構造が使われています。しかし、高温での保管や誤った生産工程によって結晶構造が変わってしまいます。

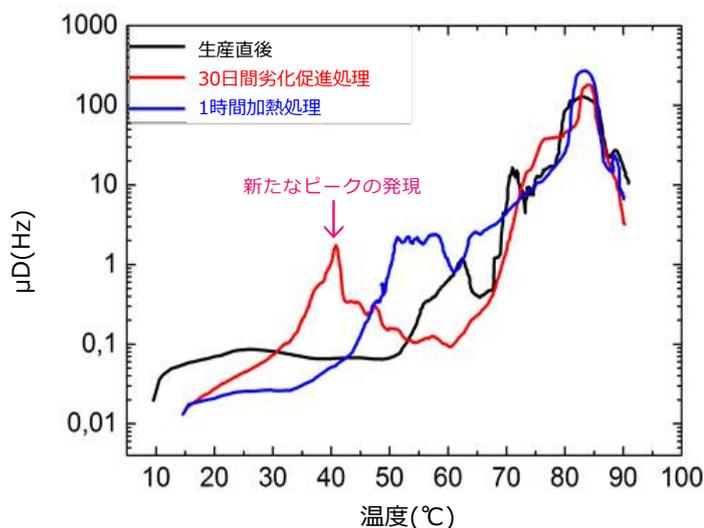
Rheolaser Crystalではチョコレートの正確な溶解温度を評価し、高温保管によって継続的に結晶構造が変化し溶解温度が変化している様子が分かりました。

② バター、マーガリンなど油脂の特性評価



バターやマーガリンなどは使用用途に応じて使いやすいように融点が変わっています。そのため原料や処方などを色々変えています。その際に油脂の結晶化・溶解温度の正確な測定が必要となります。Rheolaser Crystalでは正確な溶解温度の測定が可能であり、明確な差が見られました。

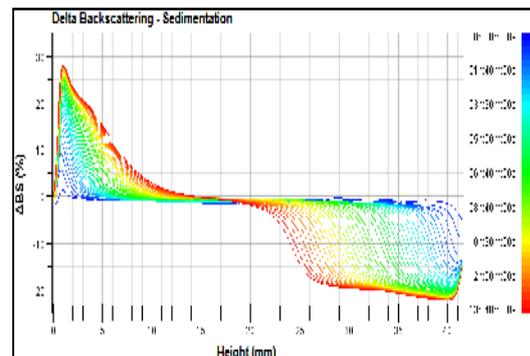
③ リップスティックの安定性予測



リップスティックはワックスが主原料で色素、ポリマー、界面活性剤などが添加されて作られます。リップスティックを長期で保管するとワックスの結晶構造が変化し、表面に滲出して再結晶することがあります。

Rheolaser Crystalで加熱劣化促進処理をしたリップスティックを評価したところ、30日間加熱処理(1日40°C保管、1日10度保管を繰り返す)をしたサンプルには新たなピークが発現しており、ワックスの結晶構造が一部変化していることが分かりました。

TURBISCANシリーズ 液中分散安定性評価



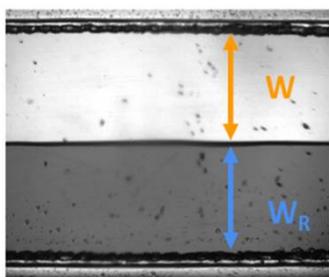
液中分散体は固体粒子、エマルジョン、泡など様々なものがあり、濃度も水に近い低濃度分散溶液から高濃度分散溶液まで幅広く存在します。それらの分散体の安定性を評価するには過去には分散体濃度に制限があるものばかりでした。TURBISCAN(タービスキャン)が採用するマルチ散乱光測定法はそれらすべてを希釈することなく測定できるように開発された技術です。低濃度域は透過光のみでの測定が可能ですが高濃度域では光が全く透過しないこともあり、その場合後方散乱光の測定で評価を行います。多種多様なサンプルを測定できるようにTURBISCANは工夫されています。目に見えない分散体の安定化評価に最適な世界のスタンダード機種です。

RHEOLASERシリーズ レオロジー特性、塗膜乾燥工程、結晶化評価



液体のレオロジー特性を測定する手法として回転式のレオメータが一般的ですがサンプルのレオロジー特性が変化する様々な状況においてそれをモニタリングすることは困難でした。RHEOLASER(レオレーザー)シリーズはそんな難しさをレーザーによる非破壊測定により解決してくれるシステムです。非常に弱いネットワークを持つポリマー溶液のレオロジー特性を評価することでゲル化の評価を行ったり、塗布した塗料のレオロジー特性を評価することで塗膜の乾燥工程を評価したりなどアプリケーションは多種多様に存在します。

FLUIDICAM Rheo 画像解析式レオメータ



Fluidicam Rheoは一般的なレオメータでしばしば問題となる測定子の洗浄の難しさや、高せん断領域での測定が不可能であることを解決した新しい画像解析式のレオメータです。

内部にマイクロスケールの流路を持つマイクロチップを使ったシステムで、2種類の液を別々の方向からチップに注入して界面を形成させ、その流れ幅から粘度を計算します。注入速度 = せん断速度となり最大180,000 s⁻¹という高せん断条件下での測定が実現できます。

RHEOLASER CRYSTAL のアプリケーション

チョコレート



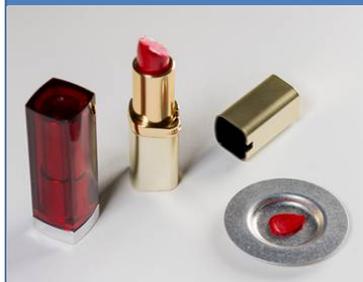
- ・チョコレートのブルーム現象の評価
- ・溶解温度の評価

食品



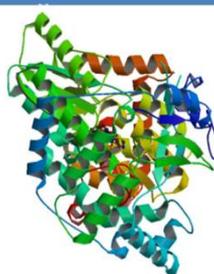
- ・油脂製品の溶解/結晶化温度
- ・オルガノゲルの評価

化粧品・日用品



- ・口紅の油脂の結晶化、滲出
- ・クリームの温度サイクル試験による劣化シミュレーション

生化学・製薬



- ・タンパク質の加熱耐性評価
- ・バイオポリマー

その他の表面・界面張力計、界面粘弾性測定装置、最低造膜温度計等関連製品も多数取り揃えております。詳細はお問い合わせください。



液中分散評価のパイオニア
世界シェアトップの実力

Formulation
Smart scientific analysis

注)本書に記載されている装置の外観や仕様は予告なく変更になる場合があります。

Lev. 1-2016.06

国内総代理店



三洋貿易株式会社 科学機器事業部

〒101-0054 東京都千代田区神田錦町2丁目11番地
TEL 03-3518-1196 FAX 03-3518-1237
e-mail: info-si@sanyo-trading.co.jp URL: <http://www.sanyo-si.com>