

藤森科学技術振興財団 研究実施概要報告書

(西暦) 2026年 5月 31日

公益財団法人藤森科学技術振興財団
理事長 藤森 行彦 殿

藤森科学技術振興財団の助成金による研究が終了しましたので、下記のとおり報告をいたします。

所属機関	大阪大学
職名	准教授
氏名	内田 幸明



【提出書類】

- (1) 研究実施概要報告書（本紙）
添付書類（A4版3枚以内）：研究状況を示す写真等の資料
- (2) 収支報告書
添付書類：助成金を充当した経費の領収書
領収書を添付しない場合：支払一覧表と支払部門担当者記名捺印

④

(1) テーマ

※スペースが足りない場合は、

枠を追加いただいて構いません。

機能性液晶マイクロカプセル用乳化技術の開発

(2) 本研究の期間

(西暦) 2025年4月～2026年3月

(3) 本研究の目的

非生分解性の石油化学製品が環境に蓄積することが問題となっている。有力な解決策の一つは、製品のリサイクルである。ケミカルリサイクルには回収が不可欠であるが、原理的に回収が難しい製品も存在する。その一例が、プラスチック MC である。一般的な認知度は低いものの、製造が容易で安価なため、その需要は大きく、中でもプラスチック MC の需要は特に大きい。一方で、MC は回収が難しく、環境への蓄積が問題となっている。

塗料・農業・医薬・医用材料・芳香剤・防虫剤など、プラスチック MC の用途は幅広い。これらは人間活動に必須の薬品である一方で、生態系に害をもたらす薬品でもある。環境への放出を制御する手法として、MC が開発されたが、その MC 自身が新たに問題視され始めたのである。この問題の唯一の解決策は、環境中で速やかに分解される材料への代替である。生分解性プラスチックが有力候補であるが、特殊な環境のみで分解されるものも多い。本研究では、天然の材料のみから調製した液晶をシェルとして用いて、金属の腐食を防ぐ pH 応答性防錆顔料を実現する方向性を採用した。内相に防錆剤を閉じ込めておき、シェルの液晶が pH に応答して破裂して、防錆能を発揮する、という応用モデルが想定される。

研究代表者は、液晶制御技術を応用した環境適合性マイクロカプセル (MC) の構築を目指している。通常の MC の刺激応答性がプラスチックの化学構造に由来するのに対して、低分子の化学構造に由来する微小な刺激応答性を、液晶の構造・状態の変化を通じた巨視的な刺激応答性へと増幅する。次項で詳述するように、環境適合性材料だけを使って液晶状態を実現することでプラスチックの機能と安定性を実現して、プラスチック MC を置き換えられるはずである。

この液晶 MC を塗料等の外観が重要な製品に応用する場合、企業へのヒアリングにより、外観の邪魔にならない $1\mu\text{m}$ の MC が必要であることがわかった。申請者は、膜乳化法を応用した手法 (ELIXIR 膜乳化法：後述) を開発し、 $1\mu\text{m}$ の液晶 MC の作製 [特願 2023-037879] に成功した。本研究の目的は、ELIXIR 膜乳化法を用いて環境適合性液晶 MC を作製することである。すなわち、申請時に掲げたとおり、環境適合性液晶をシェルとする MC の、膜乳化法による小型化を主な目的として推進する。

申請者は、流動による乳化を利用する MC 作製技術を開発しており、高粘度・高融点の液晶や固体をシェルとする MC の作製法である ELIXIR (Encapsulating with a Little amount of eliXir Instantly Removable) 法を確立した [J. Mater. Chem. C 2017]。しかし、ELIXIR 法によって作製可能な液晶 MC の外径は $100\mu\text{m}$ から 1mm であった。上述の応用上の要請 (研究の目的) から、申請者は ELIXIR 法と膜乳化法を融合した ELIXIR 膜乳化法を確立した。原理的には、環境適合性液晶をシェルとして用いても液晶 MC が作製可能であるが、溶媒に対する低溶解性が問題となっており、これを解決することが本研究を成功させる鍵となる。本報告書では、助成期間中にこの鍵となる課題に対してどのように取り組み、どこまで進展したかを述べる。

(4) 本研究の概要

本研究では、具体的な手法として、環境適合性液晶 MC を作製するための膜乳化法を開発する。マイクロ流体デバイス技術を用いた液晶 MC の作製法として申請者が開発した ELIXIR 法を膜乳化法に適用した ELIXIR 膜乳化法を用いる。膜としてはシラスポーラスガラス (SPG) 膜を用いる。環境適合性液晶として、糖類や脂質の誘導体には無溶媒で液晶相を示すものがある。本研究では、生分解性が確認されているコレステロール誘導体 (CHS) とアルキルアミンを複合化した水素結合性液晶を用いる。これに ELIXIR 膜乳化法を適用する。

ELIXIR 膜乳化法では、親水性有機溶媒に液晶を溶解して粘度を下げ、作製時に脱溶媒した有機相が液晶相に戻ることで構造が安定化される。予備研究において、親水性有機溶媒への上述の液晶材料の溶解性が低いことがわかってきた。本研究の成功の鍵は、溶媒の選定により ELIXIR 膜乳化法を適用できるようにすることにある。

1. 液晶と溶媒の選定

アルコールやアセトン、アセトニトリル等の親水性有機溶媒を少量添加することで等方相に転移する条件を見出す。混合溶媒や加熱などを用いる他、別の生分解性の液晶であるセロビオース誘導体との混合により溶媒との親和性を向上させる手法も試す。助成期間中は、CHS とアルキルアミンからなる水素結合性液晶の調製、クロロホルム等を用いた等方相化、およびこれらを ELIXIR 膜乳化法に供する条件の整理を進めた。

2. ELIXIR 膜乳化法における SPG 膜の細孔径の影響

SPG 膜の細孔径を変更して、液晶 MC の外径と内径、生成率を比較する。市販されている SPG 膜の細孔径は 5 μm から 50 μm まであり、疎水処理された SPG 膜を用いて W/O エマルションを得たのち、親水性の SPG 膜を用いて W/O/W エマルションとして液晶 MC を得る。1 回目、2 回目の乳化での膜の細孔径は変えることができるが、2 回目の細孔径の方が 1 回目よりも大きいと同じ時に MC の生成率が高いことがわかっており、その範囲で系統的に実験を行う。サイトビジットに向けた実施では、疎水膜 5 μm ・親水膜 50 μm の組合せで二段乳化を行った。

3. 試料が SPG 膜を通過する回数の影響

試料が SPG 膜を通過する回数については、10 回から 100 回の範囲で単分散性が高い最適値が得られることがわかっている。前項で MC の生成率が高い細孔径の組み合わせを持つ疎水処理された SPG 膜と親水性 SPG 膜を用いて、1 回目、2 回目の乳化での膜への通過回数を 10 回から 100 回まで系統的に変化させて、液晶 MC の生成率と単分散性を測定する方針であった。助成期間中もこの方針に沿って検討を継続した。

4. 外水相の界面活性剤の影響

外水相の界面活性剤は溶液の粘度とエマルションの安定性を決める。種類と濃度を変えて、液晶 MC の径と生成率、単分散性を測定する。前項まで最適化された疎水処理がなされた SPG 膜と親水性 SPG 膜と膜通過回数を用いて、液晶 MC を作製する。現在想定している界面活性剤はポリビニルアルコール (PVA) とポリエーテル系の Pluronic F127 である。濃度を 0.1 wt% から 10 wt% まで系統的に変化させて生成した液晶 MC の各種測定を行う。実施記録では PVA 1 wt% 水溶液を外水相として用いた例が整理されている。

5. ELIXIR 膜乳化法における溶液の押し出し速度の影響

膜乳化の際には、溶液が膜を通過する速度も重要である。SPG 膜に取り付けたシリンジの押し出し速度を調整することで、膜通過速度を制御できる。本研究では、シリンジポンプによって SPG 膜の両側のシリンジを交互に押し出してエマルションを得る。シリンジポンプの流速を 50 ml/h から 2000 ml/h まで、系統的に変えて液晶 MC を作製して、液晶 MC の各種測定を行う。助成期間中は、作製再現性の観点からこの項目を継続課題として位置づけ、他の条件との組合せで最適化を進めた。

(5) 本研究の内容及び成果

5-1. 研究内容（申請時計画に沿った実施）**5-1-1. 液晶と溶媒の選定**

コハク酸コレステロールと 1-アミノデカンを用い、エタノール中で調製した水素結合性液晶（生分解性 CLC 系）を調製した。得られた CLC をクロロホルムに溶解し等方相溶液としたうえで、ELIXIR 膜乳化法による乳化を行った。親水性有機溶媒への溶解性が低いという申請時の課題に対し、溶媒種・組成・調製温度（例：45°Cでの攪拌、脱溶媒）を実施条件として整理した。セロビオース誘導体との混合による親和性向上も計画に含まれていたが、本期間の中心は CHS-アルキルアミン系での作製検討であった。

5-1-2. ELIXIR 膜乳化法における SPG 膜細孔径

疎水処理 SPG 膜（細孔径 5 μm ）で W/O エマルジョン、親水性 SPG 膜（50 μm ）で W/O/W エマルジョンとする二段乳化を実施した。申請計画どおり、1 回目・2 回目の膜細孔径の組合せが粒径・生成率に与える影響を比較する条件で試験を進めた。

5-1-3. 膜通過回数

試料の SPG 膜通過回数を変化させ、単分散性・生成率との関係を確認する系統実験を計画に沿って実施した。

5-1-4. 外水相の界面活性剤

外水相に PVA 1 wt% 水溶液等を用い、エマルジョン安定性を確保した。Pluronic F127 等の比較も計画に含まれていた。

5-1-5. 押し出し速度

シリンジポンプによる膜乳化（50–2000 ml/h）の条件は、作製再現性の観点から継続検討課題とした。

5-2. 助成期間中の主な成果

- ELIXIR 膜乳化法を用いた環境適合性（水素結合性）液晶 MC の作製試験を、申請計画の枠組みで実施し、作製プロトコルと主要パラメータを整理した。
- 溶媒選定・SPG 膜条件・外水相条件が作製成否に直結することを再確認し、低溶解性問題に対する具体的な検討の方向性を明確化した。
- 膜乳化法による液晶 MC 作製については、申請時に記載のとおり特許出願済みであり、**環境適合性液晶の小型 MC**については論文化・追加出願に向けたデータ整理を進めた。
- 企業ヒアリングで得られた 1 μm 級粒径等の要求を、今後の条件最適化の評価指標として位置づけた。

5-3. 期間中のアウトプット状況（申請時の成果目標との対応）

申請書では、本期間の主目的を「環境適合性液晶をシェルとする MC の膜乳化法による小型化」とし、得られた小型 MC について重要性の高い論文として公表できる見込み、環境適合性の小型液晶 MC について早期の特許出願、事業化に向けた企業との連携、を成果目標として掲げていた。

- **論文:** 膜乳化法による液晶 MC 作製法は未公表のため、本助成期間の結果を含めた論文準備を継続中
- **特許:** 膜乳化法・pH 応答性液晶 MC は出願済み。環境適合性の小型液晶 MC についても出願の準備を始めている。
- **事業化:** 関心企業へのヒアリングに基づくニーズ整理を継続

(6) 本研究の考察

本助成研究は、申請時に掲げた「環境適合性液晶をシェルとする MC の、膜乳化法による小型化」を主目的として推進した。申請書では、本期間において環境適合性液晶の小型 MC が得られれば、重要性の高い論文として本手法を公表できるものと見込んでいた。膜乳化法による液晶 MC の作製については特許出願を終えているが、論文としては公表していない状況は、助成期間を通じて継続していた。したがって、本研究の学術的意義は、未公表の膜乳化技術を、環境適合性液晶という新しい材料系で実証し、論文化の足がかりを得ることにある。

助成期間中の実施結果を、この目的に照らして整理すると、CHS-アルキルアミン系の水素結合性液晶の調製、ELIXIR 膜乳化法による二段乳化 (SPG 疎水膜 5 μm 、親水膜 50 μm 等)、および溶媒・外水相条件の記録という形で、作製プロトコルの具体化は進んだ。一方、申請時から指摘されていた親水性有機溶媒への低溶解性は、現段階でも、依然として主要なボトルネックである。したがって、本研究期間の成果としては、最終的に完成までは進んでおらず、作製条件の絞り込みの段階にある。

申請書では、シェルを構成する材料の分子構造が直接的に機能を決めるのではなく、状態としての液晶の配向場に由来する性質によって、シェルに必要な機能を実現するため、物質選択の制約を大幅に緩和できる、と述べていた。本研究が目指す環境適合性液晶 MC は、この設計思想を具現化するものである。本期間は、その前提となる「環境適合性材料をシェルとして、かつ 1 μm 級を目指して作製する」段階にあり、配向場に基づく機能設計の議論は、作製が安定して成立した後に、刺激応答性の付与 (光応答の既報、pH 応答の特許知見、防錆モデル等) と結びつけて展開する。

国内外の研究状況の観点から見ても、液晶 MC の作製はマイクロ流体デバイスを用いた手法が主流である。しかし、この手法では、小型の液晶 MC を得ることができない、という問題意識は申請時と変わらない。膜乳化法は二重エマルジョンの作製を可能にする手法として知られているが、液晶 MC の作製については適用例が乏しい。本研究は、この空白領域に ELIXIR 膜乳化法を適用する手法を確立するものである。近年、環境適合性の液晶であるセルロースナノ結晶の分散液をシェルとする報告など、競争は激化している。したがって、本助成研究で得られた作製条件の整理は、早い段階での論文化・特許化すべきだと考えられる。

特許出願について、申請書では、膜乳化法による液晶 MC の作製法と pH 応答性の液晶 MC については出願済みである一方、本研究が目指す環境適合性の小型液晶 MC については、できる限り早い段階で物質としても手法としても特許出願を行う。事業化についても、関心を持つ企業へのヒアリングにより、研究の方向性の示唆と、液晶 MC の具体的なニーズ (1 μm 級粒径、外観への影響等) を得ている。本研究期間中に環境適合性液晶 MC を完成させて事業化の端緒を掴みたい、という申請時の目標に対し、作製技術の基盤は整いつつあるが、定量データの蓄積と再現性の向上が、産学連携へ接続するための課題と言える。

今後の研究では、申請計画に沿って、液晶と溶媒の選定、SPG 膜細孔径、膜通過回数、外水相界面活性剤、押し出し速度の各因子について、系統的な最適化を継続する必要がある。とくに溶媒選定と脱溶媒条件は、他の因子より優先度が高い。現段階の実験条件をもとに、生成率・粒径分布・単分散性・作製再現性を定量評価し、論文化・特許化を行う。

総じて、本研究は、マイクロプラスチック問題の一因となるプラスチック MC を、環境適合性液晶 MC へ置換するという長期目標に対し、**機能性液晶マイクロカプセル用乳化技術の開発**という申請題目どおり、膜乳化による小型化の道筋を具体化した。申請時の目的・意義・特徴に照らせば、完全な達成とは言い切れないが、次に最適化すべき点が明確になったこと自体が、本助成研究の成果である。

④

(7) 共同研究者（所属機関名、役職、氏名）

大阪大学大学院基礎工学研究科、博士前期課程学生、寺田 彬人

(8) 本研究の成果の公表先

寺田 彬人, 泉 翔太, 岩倉 雅治, 碓井 聖也, 長久保 白, 小嶋 勝, 内田 幸明, 西山 憲和, “pH 応答性液晶マイクロカプセル”, 2025 年日本液晶学会討論会 (Kyoto, Sep. 10-12, 2025, Poster Presentation PC02) .

[注] この報告書を当財団のホームページ等に掲載します。予めご了承ください。