

非対称フローFFFとDLSによる マウスウォッシュ内ナノ粒子の評価

Petra Krystek,

Institute for Environmental Studies (IVM), VU University Amsterdam, The Netherlands

一般情報

ID0032

アプリケーション：ナノ粒子、パーソナルケア

テクノロジー：AF4-UV-DLS

機器構成：AF2000、PN3211 UV、Malvern Zetasizer Nano S

キーワード：非対称フローFFF、DLS、ナノ粒子、パーソナルケア

はじめに

ナノ粒子(NP)はさまざまな日常的なパーソナルケア製品に使用され、効果を得るために特性を改善します。例えば歯磨き粉に使用する場合、歯の洗浄サポートだけでなく、再石灰化を促進することを目的としています。

ハイドロキシアパタイト、酸化チタン、Na-Ca-Si-Pバイオガラスまたはアモルファスシリカ等の多くのNP種がパーソナルケア製品に使用されています。このアプリケーションノートでは市販のマウスウォッシュの特性を評価します。

マウスウォッシュ内のナノ粒子

市販のマウスウォッシュは複雑で、水、アルコール、染料、香料、およびNPを含みます。バイオミメティックアプローチは、歯の表面保護用ナノアパタイトや、エナメル質の再石灰化用NPなど、さまざまなヘルスケア製品に使用するためのNPの開発に採用されています。

マウスウォッシュ内の、Zn-ハイドロキシアパタイトとアモルファスシリカ NP は再石灰化プロセスの強化と、歯のサブミクロン亀裂の閉塞を促進します。

実験項

DLS検出器とUV検出器に接続された非対称フローFFF(AF4)を使用し、使用前と後のマウスウォッシュ内のNPの存在量を調査します。

4種のサンプルを分析しました：

- 1) 未使用のマウスウォッシュ液
- 2) 1分間口内洗浄したマウスウォッシュ
- 3) 3分間口内洗浄したマウスウォッシュ
- 4) マウスウォッシュ使用前の唾液サンプル

マウスウォッシュ使用、抽出とAF4-UV-DLS分析

サンプル前処理のため、マウスウォッシュ5 mLを0.2% NovaChem(v/v)で1:10(v/v)に希釈し、ガラスウールでろ過しました。唾液も同様に調製しました。時間依存の測定では、5 mLのマウスウォッシュを1~3分間口内ですすぎ、回収し上記のように希釈、およびろ過しました。すべてのサンプルは、UVおよびDLS検出器を備えたAF2000を使用して

分析しました。DLSを使用したオンライン検出は、特殊な石英フローセルを使用しました。サンプル条件と同様の0.2% NovaChem水溶液を移動相として使用し、0.5 mL / minで流速を設定しました。

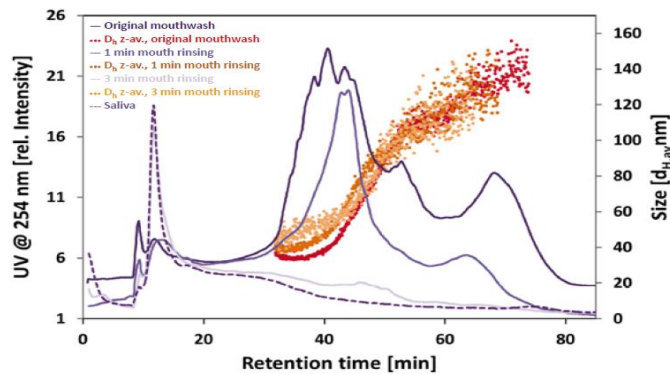


図 1: 4つのサンプルのAF4-UV-DLSのフラクトグラム
UVシグナル(左y軸)、溶出時間(x軸)、分子サイズ (右y軸)

DLSとUV検出器を組み合わせると、粒子のサイズを検出し、唾液を含むサンプルのタンパク質成分を検出するのに適していることがわかります。フラクトグラム(図1)は、使用前後のマウスウォッシュ内NPの分布を示しています。マウスウォッシュ内NPは33～109 nmのサイズ範囲です(Z平均流体力学的直径、 $D_h z-av$)。フラクトグラムから1回の口内洗浄後のサンプルの平均粒子サイズは未使用マウスウォッシュと同等ですが(32～57分)、小さいNPの量は減少していることが確認できます(32～48分)。また、下記の表1より $D_h z-av$ に関しては口内洗浄後のマウスウォッシュに直径約10 nmの粒子サイズの増加が観察されます。UV信号強度に基づく、未使用マウスウォッシュと比較して、1分間の口内洗浄後のサンプルは粒子の量が約40%まで低下し、3分間の口内洗浄後は約3%まで低下しました。したがって、唾液と凝集(タンパク質)し、その後のサンプルろ過(ガラスウール)によってNPが失われたか、または口内に残ったと考えられます。純粋な唾液サンプルではNPは検出されませんでした。測定した粒子サイズと詳細情報を表1に示します。

Sample	Retention time [min]	$D_h z-av$ [nm]	Size range [nm]
original	32 – 57	61 ± 25 nm	33 – 109
1 min rinsing	32 – 57	66 ± 21 nm	38 – 106
3 min rinsing	32 – 57	71 ± 21 nm	38 – 118
saliva blank	32 – 57	n.d.	n.d.

表1：使用前後のマウスウォッシュの比較

まとめ

AF4とUVおよびDLSを組み合わせると、マウスウォッシュのNP含有量を分析するのに適していることが判明しました。 UVフラクトグラムを比較すると、マウスウォッシュ液を1分間口内洗浄後、粒子の濃度が60%減少しているのに対し、3分間では97%の粒子が消失したことがわかります。 粒子サイズの微量の増加は、唾液中での凝集が原因である可能性があります。純粋な唾液サンプルではNPは検出されませんでしたが、分離の初期(10～35分)にタンパク質性化合物が溶出していることが確認できます。

参考文献

- [1] Peetsch, A., Epple M., Characterization of the solid components of three desensitizing toothpastes and a mouth wash. Mat.-wiss. u.Werkstofftech. 2011, 42, 131-135.
- [2] Hannig M., Hannig C., Nanomaterials in preventive dentistry, Nature Nanotechnology, 2010, 5, 565-569.