



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2008-0098586
 (43) 공개일자 2008년11월11일

- | | |
|---|---|
| <p>(51) Int. Cl.
 <i>A61K 9/14</i> (2006.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2008-7017777
 (22) 출원일자 2008년07월21일
 심사청구일자 없음
 번역문제출일자 2008년07월21일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/EP2006/069524
 국제출원일자 2006년12월11일</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2007/074043
 국제공개일자 2007년07월05일</p> <p>(30) 우선권주장
 10 2005 062 009.4 2005년12월22일 독일(DE)</p> | <p>(71) 출원인
 바스프 에스이
 독일 데-67056 루트비샤펜</p> <p>(72) 발명자
 뤼레, 로베르트
 독일 67316 칼스베르크 발트스트라쎄 30
 페우레르스타인, 디터
 독일 67373 두덴호펜 슈베르트스트라쎄 2아
 스트라우흐, 볼프람
 독일 22587 함부르크 아베나리우스스트라쎄 6</p> <p>(74) 대리인
 양영준, 위혜숙</p> |
|---|---|

전체 청구항 수 : 총 16 항

(54) 비타민 E-흡착물의 제조 방법

(57) 요약

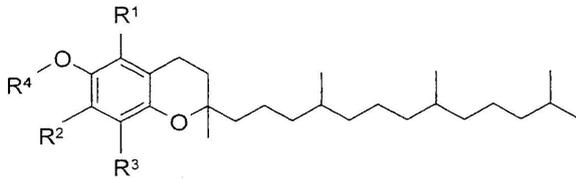
본 발명은, 규산 담체 상에 흡착된 형태의 1종 이상의 비타민 E-화합물의 흡착물의 제조 방법에 관한 것이다. 상기 방법은, 상응하는 비타민 E-화합물을 저압에서 규산 담체와 혼합하는 것을 필수적으로 포함한다. 본 발명은 또한, 상기 방법에 따라 제조할 수 있는 흡착물에 관한 것이다.

특허청구의 범위

청구항 1

1종 이상의 하기 화학식 I의 비타민 E 화합물을 감압 하에 실리카 지지체와 혼합하는 것을 포함하는, 실리카 지지체 상에 흡착된 형태의 1종 이상의 하기 화학식 I의 비타민 E 화합물의 흡착물의 제조 방법.

<화학식 I>



식 중,

R¹, R², R³은 각각 독립적으로 수소 또는 메틸이고,

R⁴는 수소 또는 C₂- 내지 C₁₂-아실이다.

청구항 2

제1항에 있어서, 실리카 지지체가 침전 실리카인 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 실리카 지지체가 실리카 겔인 방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 90 중량% 이상의 범위의 1종 이상의 화학식 I의 비타민 E 화합물 및 실리카 지지체를 포함하는 흡착물의 제조 방법.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 완성된 흡착물의 양을 기준으로, 30 내지 70 중량%의 범위의 화학식 I의 비타민 E 화합물을 포함하는 흡착물의 제조 방법.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 완성된 흡착물의 양을 기준으로, 50 내지 65 중량%의 범위의 화학식 I의 비타민 E 화합물을 포함하는 흡착물의 제조 방법.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 1종 이상의 비타민 E 화합물이 α-토코페롤 아세테이트인 방법.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 흡착물이 자유 유동 미세 분말의 형태로 얻어지는 것인 방법.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 제조된 흡착물의 분말 알갱이의 95 중량% 이상이 2000 μm 이하의 평균 직경을 갖는 것인 방법.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 1종 이상의 비타민 E 화합물과 실리카 지지체의 혼합을 진공 혼합기

에서 수행하는 것인 방법.

청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 1종 이상의 비타민 E 화합물과 실리카 지지체의 혼합을 0.15 내지 0.25 바의 압력에서 수행하는 것인 방법.

청구항 12

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서, 비타민 E 화합물을 50 내지 90℃의 온도로 가열하여 사용하고, 이를 실리카 지지체와 혼합하는 것인 방법.

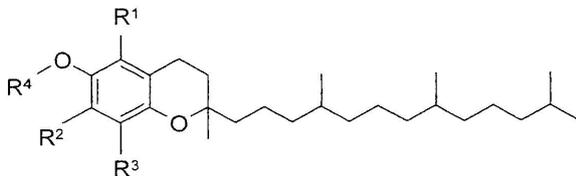
청구항 13

제10항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, 1종 이상의 화학식 I의 비타민 E 화합물과 실리카 지지체의 혼합 후, 전체적 압력이 평형이 될 때까지 1 내지 3분의 기간 동안 혼합기를 배기시키는 것인 방법.

청구항 14

제1항 내지 제13항 중 어느 한 항에 따른 방법에 의해 제조가능한, 실리카 지지체 상에 흡착된 형태의 1종 이상의 하기 화학식 I의 비타민 E 화합물의 흡착물.

<화학식 I>



식 중,

R¹, R², R³은 각각 독립적으로 수소 또는 메틸이고,

R⁴는 수소 또는 C₂- 내지 C₁₂-아실이다.

청구항 15

제14항에 있어서, 1종 이상의 비타민 E 화합물이 α-토코페롤 아세테이트인 흡착물.

청구항 16

제14항 또는 제15항에 있어서, 실리카 지지체가 침전 실리카인 흡착물.

명세서

기술분야

<1> 본 발명은, 실리카 지지체 상에 흡착된 형태의 1종 이상의 비타민 E 화합물의 흡착물의 제조 방법에 관한 것으로, 상기 방법은, 상응하는 비타민 E 화합물을 감압 하에 실리카 지지체와 혼합하는 단계를 필수 단계로서 포함한다. 본 발명은 또한, 상기한 방법에 의해 제조가능한 흡착물에 관한 것이다.

배경기술

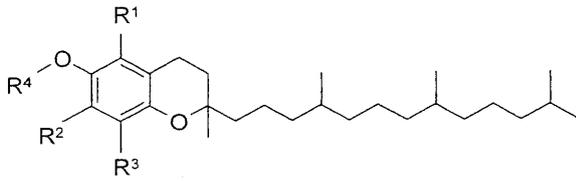
<2> 배합 사료의 영양가는 결정적으로 그의 필수 성분, 예를 들어 광물 물질, 미량 원소, 아미노산 또는 비타민의 함량에 의해 결정된다. 사료 중의 상기한 성분의 특정량은 보충물 또는 첨가제를 첨가함으로써 폭넓은 범위내에서 특정 요건에 따라 조정될 수 있다. 사용되는 보충물 또는 첨가제는 사료 제조에 적합한 형태의 요망되는 성분 또는 다수의 다른 상이한 성분을 포함한다. 이들의 일례는, 실리카 겔 상에 지지된 비타민 E 아세테이트이며, 이는 예를 들어 상표명 루타비트(Lutavit)[®] E 50 (바스프 악티엔게젤샤프트(BASF Aktiengesellschaft))

으로 입수가가능하다.

- <3> 동물 영양에서 배합 사료의 중요성이 증가하고 있기 때문에, 저렴하고 산업적으로 용이하게 입수가 가능한, 사료에 서의 가공 요건을 충족시키는 보충물 또는 첨가제에 대한 계속적인 필요성이 존재한다. 또한, 상기한 사료에 대한 첨가제의 경제적으로 실용적인 제조를 위한 개선된 방법에 대한 지속적인 필요성이 존재한다.
- <4> <당업계의 상태>
- <5> EP 1 018 303에는, 침전 실리카 및 활성 성분, 예를 들어 비타민 E 아세테이트를 1 내지 60 중량% 초과 의 양으 로 포함하는, 실리카 기체의 활성 성분 흡착물이 개시되어 있다. 또한, 유동층내의 적절한 활성 성분 및 침전 실리카의 수성 현탁액의 과립화를 포함하는, 상기한 흡착물의 제조 방법이 개시되어 있다. 그러나, 이 방법은 높은 수준의 에너지 수요, 또한 그에 따른 비용이 수반된다.
- <6> EP 0 984 772는, 구의 평균 크기가 150 μm 초과이고, 벌크 밀도가 0.29 미만이며, 메쉬 폭 75 μm 의 체내에 잔류 율이 88% 이상이고, 특정한 기공 부피를 갖는 대략 구형으로 존재하는 침전 실리카를 포함하는 지지체 상에 흡 수된 1종 이상의 액체, 예를 들어 콜린 히드로클로라이드 또는 비타민 E를 포함하는 조성물에 관한 것이다. 상 기한 조성물은 통상의 방식으로 적절한 액체와 지지체를 혼합함으로써 제조할 수 있다.
- <7> EP 0 966 207은, 구의 평균 크기가 150 μm 초과이고, 벌크 밀도가 0.29 미만이며, 메쉬 폭 75 μm 의 체내에 잔류 율이 92% 이상이고, DOP 오일 수가 250 ml/100 g 이상인 대략 구형으로 존재하는 침전 실리카를 포함하는 지지 체 상에 흡착된 1종 이상의 액체, 예를 들어 콜린 히드로클로라이드 또는 비타민 E를 포함하는 조성물에 관한 것이다. 상기한 조성물은 통상의 방식으로 적절한 액체와 지지체를 혼합함으로써 제조할 수 있다. 이들은 50 내지 65 중량%의 액체 함량을 가질 수 있다.
- <8> EP 0 345 109에는, 특정 BET 표면적, 특정 DOP 오일 흡수, 특정 최소 벌크 밀도, 80 내지 150 μm 의 평균 입경 및 특정 입도분석 분산 지수를 특징으로 하는 특정 침전 실리카가 개시되어 있다. 추가로, 지지체 이외에, 흡 수된 액체, 예를 들어 비타민 E를 포함하는 제조된 조성물 및 상기한 특정 침전 실리카의 제조 방법이 개시되어 있다. 흡착은 혼합기에서 통상의 방식으로 수행되어야 한다.
- <9> 문헌 [Muehle + Mischfutter 138 (8), 2001, p. 262 - 264, W. Strauch]에는, 진공 코팅에 의한 에너지-풍부 펠렛화된 가금류 사료의 제법이 기재되어 있다. 진공 혼합기를 사용하고, 혼합된 지방 상에 분무함으로써, 총 지방 함량이 10%인 펠렛화된 밀 기체의 브로일러 사료가 제조된다.
- <10> EP 0 556 883에는, 활성 성분이 적재된 압출 사료 펠렛의 제조 방법이 개시되어 있다. 압출 후, 사료 펠렛을 유체상에서 압출 공정에 의해 손상된 활성 성분과 혼합하고, 감압 하에 적재한다. 활성 성분은 효소, 단백질, 안료, 비타민, 산화방지제, 염료 또는 카로테노이드이다.
- <11> WO 00/27362는, 건조된 옥수수 전분, 실리카 및 1종 이상의 비타민을 혼합기에서 혼합함으로써 건조 상태의 자 유 유동 비타민 분말을 제조하는 방법에 관한 것이다. 먼저, 옥수수 전분 및 실리카를 혼합하고, 이어서 비타 민을 첨가한다. 혼합은 바람직하게는 3600 rpm 이상의 속도로 혼합기에서 수행한다. 상기한 바람직한 비타 민은 비타민 E를 포함하고, 이는 바람직하게는 50 내지 80 중량%의 양으로 사용된다.
- <12> 비타민 E 또는 비타민 E 아세테이트를 포함하는 건조 상태의 자유 유동 미세 분말을 제조하는 한가지 방법이 US 4,603,143에 개시되어 있다. 이 방법은, 최소 길이 및/또는 300 μm 의 폭을 갖는 실질적으로 분리된 비-무정형 응집물 형태의 실리콘 함유 흡착제를 용기내에 첨가하고, 이어서 약 40 내지 약 60 중량% 농도의 분말을 연기에 충분한 양의 액체 형태의 비타민 E 또는 비타민 E 아세테이트를 동시 혼합 하에 첨가하는 것을 포함한다.
- <13> <발명의 목적>
- <14> 본 발명의 목적은, 흡착된 비타민 E 화합물의 최대 함량을 특징으로 하고, 또한 공지된 방법에 의해 제조된 상 응하는 흡착물과 적어도 유사하게 우수한 물질 특성, 예를 들어 우수한 자유 유동 및 낮은 집착 경향성을 갖는, 적합한 지지체 상의 비타민 E 화합물의 흡착물을 제공할 수 있는 경제적으로 실용적인 방법을 제공하는 것이었 다.
- 발명의 상세한 설명**
- <15> <발명 및 바람직한 실시양태의 설명>
- <16> 상기 목적은, 1종 이상의 하기 화학식 I의 비타민 E 화합물을 감압 하에 실리카 지지체와 혼합하는 것을 포함하

는, 실리카 지지체 상에 흡착된 형태의 1종 이상의 하기 화학식 I의 비타민 E 화합물의 흡착물의 제조 방법을 제공하는 본 발명에 따라 달성된다.

화학식 I



<17>

<18> 식 중,

<19> R¹, R², R³은 각각 독립적으로 수소 또는 메틸이고,

<20> R⁴는 수소 또는 C₂- 내지 C₁₂-아실이다.

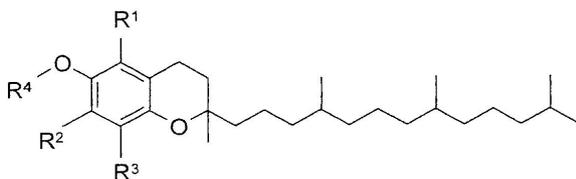
<21> 본 발명에 따른 방법은, 90 중량% 이상의 범위, 바람직하게는 95 중량% 이상의 범위, 보다 바람직하게는 98 중량% 이상의 범위의, 1종 이상의, 즉 바람직하게는 1종의 화학식 I의 비타민 E 화합물 또는 다수의, 일반적으로 2 내지 약 4종, 특히 2 또는 3종의 상이한 화학식 I의 비타민 E 화합물의 혼합물 및 실리카 지지체를 포함하는 흡착물의 제조에 특히 적합하다. 상기한 성분 이외에, 본 발명의 흡착물은 소량의 물 또는 다른 불순물, 예를 들어 본 발명에 따라 사용된 비타민 E 화합물(들)의 제조, 또는 단리 또는 정제로부터의 부산물 또는 불순물을 포함할 수도 있다.

<22> 본 발명에 따른 방법에 의해 제조가능한 흡착물은 바람직하게는, 이들이 완성된 흡착물의 양을 기준으로, 약 30 내지 약 70 중량%의 범위, 바람직하게는 약 40 이상 내지 약 65 중량%의 범위, 보다 바람직하게는 약 50 내지 약 65 중량%의 범위의 화학식 I의 비타민 E 화합물을 포함한다는 점에서 주목할 만하다.

<23> 본 발명의 문맥에서, 용어 "흡착물"은 광범위하게 해석되어야 하며, 이는 일반적으로 실리카 지지체와, 각 경우에 사용되는 투여 형태로 실리카 지지체의 표면에 도포된 특정 비타민 E 화합물(들)의 혼합물을 나타낸다. 따라서, 다공성 형태의 실리카 지지체의 경우, 상기 특정 비타민 E 화합물은 실리카 지지체 중에 존재하는 공동내에 도입될 수도 있다.

<24> 본 발명에 따른 방법에서 흡착되는 적합한 비타민 E 화합물은 하기 화학식 I의 것들이다.

<25> <화학식 I>



<26>

<27> 식 중, R¹, R² 및 R³ 라디칼은 각각 독립적으로 수소 또는 메틸일 수 있고, R⁴ 라디칼은 수소 또는 C₂- 내지 C₁₂-아실기이다.

<28> 본 발명에 따른 바람직한 화학식 I의 비타민 E 화합물은, R¹, R² 및 R³ 라디칼이 각각 메틸기인 것들이다.

<29> R⁴ 라디칼은 바람직하게는 2 내지 6개의 탄소 원자를 갖는 직쇄 또는 분지쇄 아실 라디칼, 특히 바람직하게는 아세틸이다. 따라서, 본 발명에 따른 방법에서 바람직하게 제조되는 흡착물은, 비타민 E 화합물이 아세테이트의 형태로 존재하는 것들이다. 본 발명에 따른 방법에서 특히 바람직한 비타민 E 화합물은 α-토코페롤 아세테이트이다.

<30> 본 발명에 따라 제조되는 흡착물 중에 존재하는 비타민 E 화합물은, 각각 천연 공급원으로부터 단리될 수 있거나, 또는 적합한 합성 방법에 의해 제조될 수 있다. 합성에 의해 제조된 비타민 E 화합물이 바람직하다. 거울

상이성질체 순수한 비타민 E 화합물 및 라세미 혼합물, 또는 특정 비타민 E 화합물(들)의 입체 중심에 대한 상이한 부분입체이성질체의 혼합물이 본 발명에 따른 방법에서 사료원료로서 동등하게 적합하다. 실온에서 액체 또는 오일 형태로 존재하는 비타민 E 화합물이 본 발명에 따라 바람직하다.

- <31> 바람직한 실시양태에서, 본 발명에 따른 방법에서 출발 물질로서 적합한 비타민 E 화합물은, 전형적으로 약 90 내지 약 95 중량%의 d1- α -토코페롤 아세테이트 (이하에서는, "비타민 E 오일"로서 언급됨) 함량을 갖는 오일 형태로 얻어지는 합성 d1- α -토코페롤 아세테이트이다. 본 발명에 따라 사용가능한 다른 비타민 E 화합물과 같이, 이는 예를 들어 각 경우에 사용되는 비타민 E 화합물의 제조 또는 단리로부터의 소량의 용매 잔류물을 또한 포함할 수 있다.
- <32> 본 발명에 따른 방법에서의 제2 출발 물질은, 선택된 비타민 E 화합물(들)이 본 발명의 방식으로 흡착되는 실리카 지지체이다. 용어 "실리카 지지체"는 광범위하게 해석되어야 하며, 이는 흡착제로서 사용하기에 적합한 실리카 기재의 미세 지지체 물질을 나타낸다. 실리카 지지체의 예로는, 실리카 겔, 침전 실리카 또는 화염 가수분해에 의해 얻어진 다른 실리카가 포함된다. 또한, 사료 첨가제로서 사용하기에 적합한 경우, 이산화규소를 주성분으로 하는 광물, 예를 들어 실리카 토 또는 구조토가 실리카 지지체로서 적합하다. 그러나, 본 발명의 문맥에서 용어 "실리카 지지체"는 실리케이트 질석을 포함하지 않는다. 본 발명에 따라 바람직한 실리카 지지체는 침전 실리카이다.
- <33> 본 발명에 따른 방법에서 출발 물질로서 바람직한 실리카 지지체는, 약 50 내지 약 600 μm , 바람직하게는 약 150 내지 약 400 μm 의 평균 입도, 및 약 50 내지 약 500 m^2/g , 바람직하게는 약 100 내지 약 300 m^2/g 의 비표면적을 갖는다.
- <34> 본 발명에 따른 방법에서 특히 바람직하게 사용되는 침전 실리카는, 예를 들어 상표명 시퍼넷(Sipernat)[®] 2200 (테구사 아게(Degussa AG))으로 상업적으로 입수가 가능한 것들이다. 또한, 마찬가지로 바람직한 실리카 지지체의 예로는, 시퍼넷[®] 2300 (테구사 아게), 틱소실(Tixosil)[®] (로디아(Rhodia))이 포함된다.
- <35> 본 발명에 따른 방법은, 1종 이상의 화학식 I의 비타민 E 화합물을 감압 하에 실리카 지지체와 혼합하는 단계를 필수 단계로서 포함한다.
- <36> 본 발명에 따른 방법을 수행하기 위해, 적합한 장치는, 진공 혼합기, 예를 들어 딘니센(Dinissen) (네덜란드 세베눔 소재)으로부터의 배치식 이축 패들 혼합기 VC-450 또는 포르베르그 인터내셔널 AS(Forberg International AS)로부터의 회전 진공 혼합기, 예를 들면 F-6-RVC 디자인의 모델 (이는 2000 내지 7000 L의 용적 까지 다양한 크기로 사용가능함) 또는 유사한 장치를 포함한다. 진공 혼합 방법은, 예를 들어 앞부분에서 언급된 참고 문헌 [Muehle + Mischfutter 138 (8), 2001, p. 262 - 264] 또는 스트라우치(W. Strauch)의 "Processing. High energy poultry feed"라는 표제의 2002년 3월의 매트릭스 포럼에서 설명된 바와 같은, 펠렛화된 사료의 진공 코팅에 대한 당업자에게 공지된 방법에 실질적으로 상응한다.
- <37> 유리하게 사용되는 진공 혼합기는, 전체 혼합기 길이 상에서 적절하게 개방되는 저부 플랩 및 수평 케이싱 및 하나 이상의 수평 혼합 회전자를 갖는다. 회전자는 바람직하게는 기울어진 패들을 갖고, 그 결과로 혼합 작업 동안 혼합물 입자의 수송 및 교환이 보장된다.
- <38> 예를 들어 약 450 L의, 사용가능한 부피의 진공 혼합기의 경우, 혼합 작업 당 최대 사용가능한 질량은 전형적으로 약 250 kg이다. 따라서, 혼합기의 구동력은 바람직하게는 혼합기의 디자인에 따라 약 5.5 kW 이하이다.
- <39> 선택된 진공 혼합기는 유리하게는, 일반적으로 선택된 혼합기의 크기에 따라 하나 이상의, 약 1 내지 10개의 노즐, 예를 들어 1-물질 평탄-젯(flat-jet) 노즐, 팍찬 원추형(full-cone) 노즐 또는 중공 원추형(hollow-cone) 노즐, 바람직하게는 전형적으로 혼합기의 뚜껑내에서 통합되어 있는 1-물질 평탄-젯 노즐을 갖는다.
- <40> 본 발명에 따른 제조 방법은 유리하게는, 선택된 실리카 지지체, 바람직하게는 선택된 침전 실리카를 혼합기내에 도입하고, 이를 밀봉하는 방식으로 수행한다. 이어서, 적절하게는 적합한 진공 펌프에 의해, 진공 혼합기내에 감압을 형성한다. 약 0.1 내지 약 0.5 바 (절대압), 바람직하게는 약 0.15 내지 약 0.3 바 (절대압), 보다 바람직하게는 약 0.15 내지 약 0.25 바 (절대압)의 감압을 진공 혼합기내에 형성하는 것이 바람직하다. 사용되는 진공 펌프의 동력은, 경제적 관점에서, 약 15분 이하, 바람직하게는 약 5분 이하, 보다 바람직하게는 약 1분 이하의 유리한 배기 시간이 달성되도록 유리하게 선택된다. 배치식 작업에서, 이는 만족스런 전환을 보장한다.
- <41> 진공 혼합기내에 요망되는 압력이 확립된 후에, 또는 요망되는 경우, 심지어는 압력 조정 동안 조기에, 교반기를 작업에 도입할 수 있다. 유리한 교반기 속도는, 선택된 혼합기 디자인에 따라 약 10 내지 100 회전/분

(rpm), 바람직하게는 약 10 내지 약 50 rpm, 보다 바람직하게는 약 15 내지 약 40 rpm의 범위인 것으로 나타났다.

<42> 그 후, 흡착시킬 비타민 E 화합물을 진공 혼합기내에 초기에 충전된 실리카 지지체에 감압 하에 첨가한다. 바람직하게는, α-토코페롤 아세테이트를 적절하게 상기한 노즐을 통해 교반 실리카 지지체 상에 분무한다. 분무 압력은 유리하게는 약 1 내지 약 15 바, 바람직하게는 약 2 내지 약 10 바이다. 또한, 분무되는 비타민 E 화합물을 지지체 상에 첨가하거나, 또는 이를 가열된 (유리하게는 비타민 E 오일의 경우), 예를 들어 약 40 내지 약 100℃, 바람직하게는 약 50 내지 약 90℃, 보다 바람직하게는 약 60 내지 약 90℃로 예비가열된 상태로 지지체 상에 분무하는 것이 유리한 것으로 나타났다.

<43> 분무 공정은 전형적으로, 약 1 내지 약 15분 후, 혼히는 약 10분 이하 후에 완료된다. 이어서, 진공 혼합기를 유리하게는, 전체적 압력이 평형이 될 때까지, 즉 약 0.5 내지 약 10분, 바람직하게는 1 내지 약 10분의 기간 동안, 보다 바람직하게는 약 1 내지 약 3분의 기간 동안 감소된 속도의 교반기에서 서서히 배기시킨다. 끝으로, 이렇게 얻어진 흡착물을, 예를 들어 저부 플랩을 개방함으로써 혼합기로부터 제거하고, 요망되는 경우 추가로 처리할 수 있다.

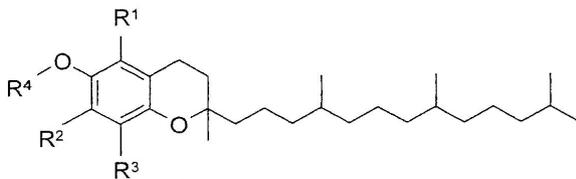
<44> 본 발명에 따른 제조 방법은 또한, 경제적으로 유리한 방식으로 배치식 방법으로 사용될 수 있음으로 인해, 간단한 산업적 실행가능성 및 짧은 사이클 시간에 있어 특히 주목할 만하다.

<45> 본 발명에 따른 제조 방법에 의해 제조된 흡착물은 전형적으로, 약 0.15 내지 약 0.6 mm, 바람직하게는 약 0.3 내지 약 0.6 mm의 평균 입경을 갖는 안정한 건조 상태의 미세 분말 형태로 얻어진다. 전형적으로, 사용된 실리카 지지체의 유형 및 특성에 따라, 얻어진 미분 흡착물은 바람직하게는, 입자의 5 중량%는 100 μm 이하의 평균 직경을 갖고, 입자의 약 40 중량%는 500 μm 이하의 평균 직경을 가지며, 입자의 약 95 중량%는 2000 μm 이하, 바람직하게는 1500 μm 이하, 보다 바람직하게는 1000 μm 이하의 평균 직경을 갖고, 입자의 1 중량% 미만은 2000 μm 이상의 평균 직경을 갖는 입도 분포를 갖는 것들이다.

<46> 본 발명에 따른 방법에 의해 제조가능한 흡착물, 특히 지지체로서 침전 실리카를 갖는 것들은, 유리한 물질 특성, 예를 들어 높은 기계적 안정성, 높은 저장 안정성 및 우수한 유동성, 즉 심지어 흡착된 비타민 E 화합물의 함량이 높은 경우에도 낮은 점착성, 또한 높은 벌크 밀도 또는 탭핑(tapped) 밀도에 있어 주목할 만하다.

<47> 따라서 본 발명은, 1종 이상의 하기 화학식 I의 비타민 E 화합물을 감압 하에 실리카 지지체와 혼합하는 것을 포함하는, 상기한 바와 같은 방법에 의해 제조가능한, 실리카 지지체 상에 흡착된 형태의 1종 이상의 하기 화학식 I의 비타민 E 화합물의 흡착물에 관한 것이다.

<48> <화학식 I>



<49> 식 중,
<50>

<51> R¹, R² 및 R³은 각각 독립적으로 수소 또는 메틸이고,

<52> R⁴는 수소 또는 C₂- 내지 C₁₂-알킬기이다.

<53> 바람직한 실시양태에서, 본 발명은, α-토코페롤 아세테이트를 감압 하에 침전 실리카와 혼합하는 것을 포함하는, 상기한 바와 같은 방법에 의해 제조가능한, 지지체로서의 침전 실리카 상에 흡착된 형태의 α-토코페롤 아세테이트의 흡착물에 관한 것이다.

<54> 이러한 흡착물은, 통상의 방법에 의해 제조된 흡착물에 비해, 각 경우에 사용된 실리카 지지체의 기공내의, 각 경우에 사용된 비타민 E 화합물의 함량이 보다 높다. 이는, 본 발명의 흡착물의 경우, 외부 표면 상에, 각 경우에 사용된 실리카 지지체의 양에 비해 기공내에 흡착된 비타민 E 화합물의 양이 보다 고비율로 존재함을 의미하며, 이는 우수한 자유 유동 및 낮은 점착성 등의 다른 유리한 물질 특성을 갖는 고밀도의 본 발명의 흡착물에

의해 나타난다.

- <55> 본 발명의 흡착물은 통상의 방식으로 이동 및 저장될 수 있으며, 우수한 저장 안정성에 있어 주목할 만하다. 일부 경우에, 예를 들어 봉지내로) 옮겨지기 전에 약 10분 내지 약 30분의 짧은 숙성 시간을 제공하는 것이 유리한 것으로 나타났다.
- <56> 본 발명에 따른 방법에서 사용될 수 있는 상기한 실리카 지지체, 특히 침전 실리카는 또한, 영양적인 관점에서 안전하고, 따라서 식품 또는 사료용 첨가제로서 사용하기에 적합하다.

실시예

- <57> 하기 실시예는 본 발명을 어떠한 방식으로든 제한하지 않으면서 예시하기 위해 제공된 것이다.
- <58> 벌크 밀도는 보엠프(Boehme)에 따른 유입 기기를 사용하여 DIN 1060에 따라 측정하였다. 탭핑 밀도는 벡커-로젠 뮐러(Becker-Rosenmüller)에 따라 탭 부피계를 사용하여 DIN 53 194에 따라 측정하였다.
- <59> 침강 각도(angle of repose)를 측정하기 위해, 벌크 물질을 체를 사용하여 깔대기를 통해 축적시켜 원추 형상을 형성하였다. 기록된 침강 각도는 벌크 물질 원추 형상의 높이 대 직경의 비율로부터 삼각법에 의해 계산하였다.
- <60> 유동 거동 (유출 거동)은, 각 경우에 고정된 높이로부터 일정한 질량의 테스트 물질로 충전시킨, 가변성 천공 개구를 갖는 원통형 모델 용기를 사용하여 측정하였다. 테스트 물질이 브릿지 형성 없이 유출되는 최소 개구를 측정하였다.
- <61> 실시예 1:
- <62> 딘니센 (네덜란드 세베눔 소재)으로부터의 배치식 이축 패들 혼합기 VC-450을 19°C의 온도에서 시퍼넷® 2200 (테구사 아계) 100 kg으로 충전시켰다. 이어서, 혼합기를 폐쇄하고, 0.2 바 (절대압)의 압력으로 배기시켰다.
- <63> 이 압력에서, 혼합기를 30 분⁻¹의 속도로 가동시키고, 비타민 E 오일 및 지지체의 총량의 62.5 중량%에 해당하는, 85.6°C로 예비가열된 비타민 E 오일 166.7 kg (92 중량%의 라세미 비타민 E 아세테이트)를 5.5분내에 8 바의 분무 압력으로 4개의 비젯(VeeJet)® 9570을 통해 1-물질 평탄-젯 노즐 (구멍 5.2 mm, 스프레이 시스템즈 컴퍼니(Spraying Systems Co.)) 상에 분무하였다.
- <64> 분무 도포 공정이 종료된 후에, 혼합기의 속도를 반감시키고, 혼합기를 배기시켰다. 0.607 g/cm³의 벌크 밀도, 0.676 g/cm³의 탭핑 밀도 및 25.0°의 침강 각도를 갖는, 시퍼넷 22 상의 비타민 E 아세테이트 흡착물 166.7 kg을 수득하였다. 생성된 흡착물은 미세하고, 건조하며, 자유 유동성이었다. 유동 거동은, 30 mm 개구 직경에 대해 4.4초의 유출 시간으로 특성화되었다.
- <65> 실시예 2:
- <66> 실시예 1에 따라 수득된 물질을 플라스틱 백내에 패키징하고, 실온에서 3주 동안 저장하고, 1주 간격으로 유동 거동을 조사하였다. 각 경우에 30 mm의 개구 직경에서, 1주 저장 후, 유출 시간은 4.4초였고, 2주 후에는 4.1초, 4주 후에는 4.2초였다.
- <67> 비교예 3:
- <68> 25 L의 사용가능 부피를 갖는 단일축 셔블 혼합기 (독일 만하임 소재의 드라이스(Drais))를 18.0°C의 온도에서 시퍼넷® 2200 (테구사 아계) 6.0 kg으로 초기에 충전시켰다. 190 분⁻¹의 혼합기 속도로, 비타민 E 오일 및 지지체의 총량의 57.5 중량%에 해당하는, 65.2°C로 예비가열된 비타민 E 오일 8.1 kg (92 중량%의 라세미 비타민 E 아세테이트)를 8분내에 2.9 바의 분무 압력으로 분무하였다. 덩어리를 형성하는 경향이 있는 점착성 생성물이 수득되었다.