

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2017-18877
(P2017-18877A)

(43) 公開日 平成29年1月26日(2017.1.26)

(51) Int.Cl.			F I			テーマコード (参考)		
C02F	1/52	(2006.01)	C02F	1/52		F	4B026	
A23D	9/02	(2006.01)	A23D	9/02			4D015	
C11B	3/14	(2006.01)	C11B	3/14			4G035	
C11B	7/00	(2006.01)	C11B	7/00			4H059	
B01D	21/01	(2006.01)	B01D	21/01	102			
			審査請求 未請求 請求項の数 7			OL (全9頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2015-137755 (P2015-137755)
(22) 出願日 平成27年7月9日 (2015.7.9)

(71) 出願人 505127721
公立大学法人大阪府立大学
大阪府堺市中央区学園町1番1号
(74) 代理人 100065248
弁理士 野河 信太郎
(74) 代理人 100159385
弁理士 甲斐 伸二
(74) 代理人 100163407
弁理士 金子 裕輔
(74) 代理人 100166936
弁理士 稲本 潔
(72) 発明者 武藤 明德
大阪府堺市中央区学園町1番1号 公立大学
法人大阪府立大学内
Fターム(参考) 4B026 DL01 DP10

最終頁に続く

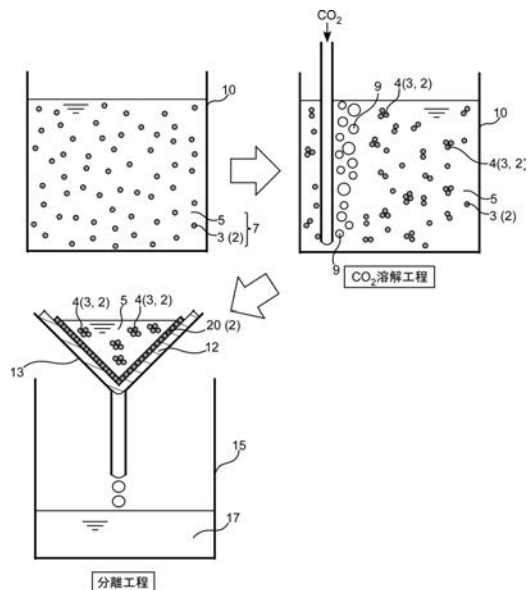
(54) 【発明の名称】 懸濁液から粉末油脂を分離する方法

(57) 【要約】

【課題】本発明は、低コストで懸濁液から粉末油脂を分離する方法を提供する。

【解決手段】本発明の分離方法は、固体状態の粉末油脂が水に分散した懸濁液に二酸化炭素を溶解させ前記粉末油脂を凝集させる工程と、凝集した前記粉末油脂と水とを分離する工程とを含むことを特徴とする。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

固体状態の粉末油脂が水に分散した懸濁液に二酸化炭素を溶解させ前記粉末油脂を凝集させる工程と、凝集した前記粉末油脂と水とを分離する工程とを含む分離方法。

【請求項 2】

前記懸濁液は、前記粉末油脂の製造装置を洗浄することにより生じる洗浄廃水である請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記懸濁液に二酸化炭素を溶解させる工程は、前記懸濁液に二酸化炭素ガスを加圧溶解させる工程、前記懸濁液中に二酸化炭素ガスを吹き込みバブリング処理する工程、または前記懸濁液と二酸化炭素ガスとの気液スラグ流を形成する工程である請求項 1 又は 2 に記載の方法。

10

【請求項 4】

前記懸濁液に二酸化炭素を溶解させる工程では、前記懸濁液に二酸化炭素ガスを強制的に混合して、前記懸濁液中に二酸化炭素ガスの気泡が分散した状態を形成する請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 5】

前記懸濁液に二酸化炭素を溶解させる工程は、二酸化炭素ガスを圧力 1 . 5 気圧以下で前記懸濁液に接触させることによって行われる請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 つに記載の方法。

20

【請求項 6】

前記分離する工程は、凝集した前記粉末油脂を含む水をろ過する工程である請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 7】

前記懸濁液の粉末油脂濃度は、3000ppm以下である請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 つに記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、希薄な粉末油脂が懸濁した懸濁液を二酸化炭素で処理することによる粉末油脂を分離する方法に関する。

30

【背景技術】

【0002】

粉末油脂は食品工業において重要な製品でありかつ重要な添加物である。最近では、消費者の健康志向、風味などの趣向希望の高さに合わせて、粉末油脂の開発が盛んである（例えば、特許文献 1、2 参照）。特に、粉末油脂を様々な食品に使用できるように、水への分散性の高い粉末油脂が開発されている。

粉末油脂の製造方法は、小規模多品種のバッチ製造が主流となっている。このため、製造装置の配管ラインの洗浄の頻度が多くなり、かつ、徹底した洗浄が求められる。この結果、配管ラインに残存する粉末油脂を低濃度で含む洗浄廃水が大量に排出される。この洗浄廃水は、遠心分離や凝集剤の添加により水と粉末油脂とを分離して廃水処理される。

40

一方、粉末油脂の懸濁液を対象とするのではなく油中水型エマルジョンを処理する技術においては、高圧二酸化炭素ガスを用いて油中水型エマルジョンを解乳化する方法が知られている（例えば、特許文献 3 参照）。この方法では、2MPa ~ 8MPa 程度の高圧力で二酸化炭素加圧してエマルジョン中に含まれる非水系溶剤に二酸化炭素を溶解させ非水系溶剤を膨張させることによりエマルジョンを破壊して、水相と油相に分離している。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

50

【特許文献1】特開2013-143943号公報

【特許文献2】特開2013-209493号公報

【特許文献3】特開2013-180244号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

遠心分離法で処理するには遠心分離機が必要となり装置的にコストがかかる。

また、粉末油脂の懸濁液は、分散性が良好なため、遠心分離などの方法では分離するのが難しく、例えば、粉末油脂を低濃度で含む洗浄廃水を遠心分離法により処理しても、水と粉末油脂とを分離できないことが多い。また、粉末油脂を低濃度で含む洗浄廃水に凝集剤を添加して廃水処理する場合、大量の凝集剤を使用する必要があり、また、分離処理後に水に含まれる凝集剤を処理する必要がある。このため、廃水処理コストが増加するという問題がある。

本発明は、このような事情に鑑みてなされたものであり、低コストで懸濁液から粉末油脂を分離する方法を提供する。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明は、固体状態の粉末油脂が水に分散した懸濁液に二酸化炭素を溶解させ前記粉末油脂を凝集させる工程と、凝集した前記粉末油脂と水とを分離する工程とを含む分離方法を提供する。

【発明の効果】

【0006】

懸濁液に二酸化炭素を溶解させることにより、懸濁液に分散した粉末油脂を凝集させることができる。このことは、本発明者が行った実験により明らかになった。また、粉末油脂が凝集し凝集体が形成されると、ろ過などにより水と粉末油脂とを容易に分離することができる。

二酸化炭素は、常圧でもバブリングなどにより容易に懸濁液に溶解させることができる。従って本発明において、懸濁液に二酸化炭素を溶解させる工程では、二酸化炭素を懸濁液に高圧で加える装置は必要なく、二酸化炭素を常圧付近（1気圧～1.5気圧程度）で懸濁液に加える装置があればよいので装置コストも低く抑えることができる。

また、水に溶解した二酸化炭素は容易に空気中に放出されるため、分離した水も低コストで処理することができる。

従って、本発明の分離方法によれば、短時間低コストで懸濁液を粉末油脂と水とに分離することができる。

【図面の簡単な説明】

【0007】

【図1】本発明の一実施形態の分離方法の工程の説明図である。

【図2】本発明の一実施形態の分離方法に含まれるCO₂加圧溶解工程の説明図である。

【図3】本発明の一実施形態の分離方法に含まれる気液スラグ流によるCO₂溶解工程の説明図である。

【図4】分離実験1において粉末油脂を凝集させた試料の写真である。

【図5】分離実験1において粉末油脂を凝集させた試料の写真である。

【図6】分離試験1において粉末油脂を凝集させた試料のろ液の写真である。

【図7】分離実験2において粉末油脂を凝集させた試料の写真である。

【発明を実施するための形態】

【0008】

本発明の分離方法は、固体状態の粉末油脂が水に分散した懸濁液に二酸化炭素を溶解させ前記粉末油脂を凝集させる工程と、凝集した前記粉末油脂と水とを分離する工程とを含むことを特徴とする。

本発明の分離方法において、粉末油脂とは、固体状の脂肪微粒子の粉である。粉末油脂

10

20

30

40

50

は、乳化剤、タンパク質、糖ポリマー、乳化性糖質、二酸化ケイ素微粒子などを含んでもよい。また、粉末油脂は、50以上の融点を有してもよい。

本発明の分離方法において、懸濁液とは分散媒である水に固体状態の粉末油脂が分散した系をいう。

【0009】

本発明の分離方法において、懸濁液は、粉末油脂の製造装置を洗浄することにより生じる洗浄廃水であることが好ましい。

このことにより、洗浄廃水に含まれる水と粉末油脂とを分離することができ、大量の洗浄廃水を低コストで廃水処理することが可能になる。また、分離した水を製造装置の洗浄に再利用することが可能になる。

本発明の分離方法において、懸濁液に二酸化炭素を溶解させる工程は、懸濁液に二酸化炭素ガスを加圧溶解させる工程、懸濁液中に二酸化炭素ガスを吹き込みバブリング処理する工程、または懸濁液と二酸化炭素ガスとの気液スラグ流（管内を気体と液体が交互に流れる流動状態）を形成する工程であることが好ましい。

また、本発明の分離方法において、懸濁液に二酸化炭素を溶解させる工程では、懸濁液に二酸化炭素ガスを強制的に混合して、懸濁液中に二酸化炭素ガスの気泡が分散した状態を形成することが好ましい。

このことにより、懸濁液に二酸化炭素を溶解させることができ、懸濁液に分散した粉末油脂を凝集させることができる。

本発明の分離方法において、懸濁液に二酸化炭素を溶解させる工程は、二酸化炭素ガスを圧力1.5気圧以下で懸濁液に接触させることによって行うことが好ましい。

このことにより、簡単な装置で懸濁液を処理することができ、処理コストを低減することができる。

【0010】

本発明の分離方法において、前記分離する工程は、凝集した前記粉末油脂を含む水をろ過する工程であることが好ましい。

このことにより、凝集した粉末油脂と水とを容易に分離することができる。

本発明の分離方法において、前記懸濁液の粉末油脂濃度は、3000ppm以下であることが好ましい。

このことにより、大量の洗浄廃水を低コストで廃水処理することが可能になる。

【0011】

以下、図面を用いて本発明の一実施形態を説明する。図面や以下の記述中で示す構成は、例示であって、本発明の範囲は、図面や以下の記述中で示すものに限定されない。

【0012】

図1は本実施形態の分離方法の工程の説明図である。

本実施形態の分離方法は、固体状態の粉末油脂2が水に分散した懸濁液7に二酸化炭素を溶解させ粉末油脂2を凝集させるCO₂溶解工程と、凝集した粉末油脂2と水とを分離する分離工程とを含むことを特徴とする。

【0013】

1. 粉末油脂、懸濁液

本実施形態の分離方法において、粉末油脂2とは、固体状態の脂肪微粒子3の粉である。粉末油脂2は、乳化剤、タンパク質、糖ポリマー、乳化性糖質、二酸化ケイ素微粒子などを含んでもよい。また、粉末油脂2は、50以上の融点を有してもよい。

本実施形態の分離方法において、懸濁液7とは、分散媒である水に固体状態の粉末油脂2（脂肪微粒子3）が分散した系をいう。例えば、懸濁液7は、図1の左上図のように分散媒である水5に、脂肪微粒子3が分散した懸濁液である。

懸濁液7は粉末油脂以外の不純物などを含んでもよい。また、懸濁液7は、水道水、井戸水、蒸留水、再生水、純水などの不純物の少ない水に粉末油脂2が分散した懸濁液であってもよい。

また、粉末油脂2の大きさについては、懸濁液7をJIS P 3801に規定される2種に相当

10

20

30

40

50

するろ紙でろ過したとき、粉末油脂 2 がろ紙を通過する懸濁液であってもよい。このような微細な粉末油脂 2 が水中に分散した懸濁液 7 は、特に分散性が良好であって、粉末油脂 2 と水とに分離するのが一般的に難しいが、本実施形態の分離方法によって容易に分離することができる。

また、懸濁液 7 は、粉末油脂 2 の製造装置を洗浄することにより生じる洗浄廃水であってもよい。この洗浄廃水は、粉末油脂 2 の製造装置の容器や配管に付着した粉末油脂 2 が洗浄水に分散した懸濁液となる。また、懸濁液 7 に含まれる粉末油脂 2 の濃度は低くなる。また、製造装置の洗浄により大量の洗浄廃水が排出される。また、懸濁液 7 は、洗浄水に水道水、井戸水、蒸留水、再生水、純水などの不純物の少ない水を使用することにより排出される洗浄廃水であってもよい。

10

また、懸濁液 7 の粉末油脂濃度は、3000ppm以下であってもよく、2000ppm以下であってもよく、1000ppm以下であってもよい。このような希薄な懸濁液 7 であっても、本実施形態の分離方法によれば、粉末油脂 2 と水とを低コストで分離することができる。

【0014】

2. CO₂溶解工程

CO₂溶解工程は、固体状態の粉末油脂 2 が水に分散した懸濁液 7 にCO₂を溶解させ粉末油脂 2 を凝集させる工程である。懸濁液 7 にCO₂を溶解させることにより粉末油脂 2 が凝集することは本発明者が行った実験により明らかになった。CO₂溶解工程により、懸濁液 7 は粉末油脂 2 の凝集体 4 を含む水へと変化する。

20

【0015】

CO₂溶解工程では、CO₂ガスを水に溶解させるために、CO₂ガスと水との気液接触面積が大きくなるように処理することが好ましい。そのために、懸濁液 7 とCO₂ガスとを振盪やパブリングなどの方法で強制的に混合して、懸濁液 7 中にCO₂ガスの気泡が分散した状態を形成することが望ましい。また、懸濁液 7 にCO₂ガスを接触させる際に加圧した状態で処理することによって、CO₂を効率よく懸濁液 7 に溶解させることができる。

図 2 は、本実施形態の分離方法に含まれるCO₂加圧溶解工程の説明図である。

このCO₂溶解工程の例では、密閉容器に懸濁液 7 及びCO₂ガスを入れて、密閉容器を振盪する。

30

例えば、図 2 (a) のように、シリンジ 22 で懸濁液 7 とCO₂ガスと吸引し、シリンジ 22 を密閉する。その後、図 2 (b) のように、シリンジ 22 の内部体積を圧縮させシリンジ 22 の内部を加圧状態にした状態でシリンジ 22 を振盪する。

このように加圧状態でシリンジ 22 を振盪することにより、CO₂ガスを懸濁液 7 に溶解させることができ、粉末油脂 2 を凝集させることができる。また、CO₂加圧溶解工程は、加圧状態のシリンジ 22 の振盪と、図 2 (c) のように内部を減圧状態としたシリンジ 22 の振盪とを交互に繰り返してもよい。このことにより、CO₂ガスの溶解を促進することができる。

また、CO₂溶解工程において、懸濁液 7 を入れた容器にドライアイスを入れることによって、容器の内部を加圧状態にした状態でCO₂を溶解させもよい。

40

【0016】

CO₂溶解工程は、懸濁液 7 中にCO₂ガスを吹き込んでパブリングする工程であってもよい。この懸濁液 7 中へのCO₂ガスパブリングは、密閉容器内において加圧状態で行ってもよい。また、CO₂溶解工程は、密閉されていない容器に懸濁液 7 を入れて、常温、常圧でパブリングしてもよく、これによってもCO₂ガスを懸濁液 7 中に容易に溶解させることができる。

このパブリング処理は、例えば、図 1 の右上図のように懸濁液 7 にCO₂ガスを吹き込み気泡 9 を発生させることにより行うことができる。

パブリング処理において、懸濁液 7 中に配置した多孔質体にCO₂ガスを供給して気泡 9 を発生させてもよく、このことにより、気液界面の面積をさらに広げることができ、

50

CO₂ガスを効率よく懸濁液7に溶解させることができる。

CO₂溶解工程は、懸濁液7とCO₂ガスとの気液スラグ流（管内を気体と液体が交互に流れる流動状態）を形成する工程であってもよい。このことにより連続的に懸濁液7にCO₂ガスを溶解させることができる。例えば、管8を流通する懸濁液7にCO₂ガスを吹き込むことにより、図3のように懸濁液7とCO₂ガスとが交互に管8に流れる気液スラグ流を形成して、懸濁液7に連続的にCO₂ガスを溶解させることができる。

【0017】

3. 分離工程

分離工程は、CO₂溶解工程により凝集した粉末油脂2（凝集体4）と水とを分離する工程である。この工程により、粉末油脂2と水とを分離することができ、粉末油脂2と水とを別々に処理することが可能になる。このため、粉末油脂2を再利用することや焼却処理することが可能になる。また、水を再利用することや排水することが可能になる。

分離工程は、凝集した粉末油脂2（凝集体4）を含む水を、多孔質（ろ材）を使ってろ過する工程であってもよい。CO₂溶解工程により形成した凝集体4は、脂肪微粒子3に比べ十分に大きいため、ろ材を通過することない。また、ろ材の目詰まりも生じにくく、水だけがろ材をスムーズに通過する。従って、ろ過により凝集体4と水とに容易に短時間で分離することができる。

このことにより、粉末油脂2と水とを容易に分離することができる。例えば図1の左下図のように、分離工程では、凝集体4を含む水をろ過することにより、ろ紙12上に残る残渣20とろ液17とに分離することができる。残渣20は、凝集体4であった粉末油脂2がろ紙12上に残ることにより形成され、ろ液17は澄んだ水となる。

また、分離工程は、遠心分離により凝集体4と水とを分離する工程であってもよい。また、分離工程は、凝集体4を含む水を静置し凝集体4を浮上又は沈降させ分離する工程であってもよい。

なお、分離工程により分離した水（ろ液17）はCO₂が溶解しているため弱酸性となっているが、CO₂を含む水を開放状態で放置することによりCO₂は大気中に放出される。また、CO₂を含む水を加熱処理することによりCO₂は大気中に放出される。従って、分離工程により分離した水のpHは容易に上昇させることができる。また、CO₂を含む水を加熱処理することにより放出させたCO₂を回収しCO₂を再利用することもできる。

【0018】

分離実験1

水に粉末油脂が分散した懸濁液にCO₂加圧溶解処理を施し、水と粉末油脂を分離する実験を行った。

懸濁液は、純水に市販の粉末油脂を添加することにより、1000ppmの粉末油脂を含む懸濁液を調製した。調製した懸濁液は、白濁した状態であり、時間が経過してもこの状態が続いた。また、粉末油脂が容器の底に溜まることはなかった。さらに、液体状の油が懸濁液に浮くことはなかった。このことから、懸濁液では、固体状態の脂肪微粒子が水に分散した状態となっていると考えられる。なお、他の実験でも同じように懸濁液を調製した。

【0019】

次に、調製した懸濁液（試料1～4）にCO₂ガスを加圧溶解させる加圧溶解処理を行った。具体的には、図2（a）のように、調製した懸濁液をシリンジで2ml吸引し、その後、このシリンジでCO₂ガスを8ml吸引し、シリンジの内部体積を10mlとし、シリンジを密封した。そして、図2（b）のように、シリンジの内部体積を8mlすることによりシリンジ内部を若干の加圧状態とした。試料1では、次の振盪処理を行わず、この加圧状態を維持し加圧溶解処理を行った。また、試料2～4の加圧状態にしたシリンジを水平動振盪方式のシェーカーに固定し、試料2では10秒間シリンジを振盪し、試料3では20秒間シリンジを振盪し、試料4では30秒間シリンジを振盪した。次に図2（c）のように、シリンジ内の体積を12mlとすることによりシリンジ内部を減圧状態としシェーカーで10秒間シリンジを振盪した。このような加圧状態と減圧状態でのシリンジ

の振盪を交互に10回ずつ行い振盪・加圧溶解処理を行った。また、加圧溶解処理を行った試料1及び振盪・加圧溶解処理を行った試料2～4のシリンジ内の液を回収し15時間静置し静置処理を行った。

【0020】

図4は加圧溶解処理後の試料1又は振盪・加圧溶解処理後の試料2～4の写真であり、図5は静置処理後の試料1～4の写真である。また、図4、5には、比較のために調製した懸濁液の写真も示している。

図4に示した写真のように、調製した懸濁液が白濁した状態であるのに対し、CO₂の加圧溶解処理を施した試料1～4では、粉末油脂の凝集が確認された。また、図5に示した写真のように、静置処理を施した試料1～4では、凝集した粉末油脂（凝集体）が液面付近に集まり、液面付近以外の水が澄むことが確認された。

加圧溶解処理後の試料1～4を定性ろ紙（アドバンテック東洋株式会社製ADVANTEC No. 2、他のろ過でもこのろ紙を用いた）を用いてろ過したところ、凝集した粉末油脂は、残渣としてろ紙上に残り、ろ液が澄んでいることが確認された。なお、調製した懸濁液をろ過したところ、ろ液は白濁していた。従って、調製した懸濁液にCO₂加圧溶解処理を施すことにより、懸濁液に分散した粉末油脂を、ろ過により除去可能な凝集体に変化させることができた。

【0021】

図6は、上述の方法で調製した懸濁液にCO₂ガスを加圧溶解させる加圧溶解処理を行った試料をろ過して得られたろ液の写真である。図6には、比較のために、調製した懸濁液の写真および調製した懸濁液（CO₂溶解処理なし）をろ過して得られたろ液の写真も示している。CO₂溶解処理なしの懸濁液のろ過では、ろ液が白濁し粉末油脂と水とを分離できなかったのに対し、CO₂加圧溶解処理を行った試料のろ過では、ろ液は澄んでおり、凝集した粉末油脂と水とを分離することができた。

【0022】

分離実験2

図1の右上図のように、調製した1000ppmの粉末油脂が分散した懸濁液20g（試料5）にCO₂ガスを吹き込み、懸濁液にバブリング処理を施した。CO₂ガスは、0.3L/minで5分間懸濁液に吹き込んだ。なお、バブリング処理後の試料5のpHは、4.2であった。

図7はバブリング処理後の試料5の写真である。また、図7には、比較のために調製した懸濁液の写真も示している。バブリング処理を施した試料5でも粉末油脂が凝集することが確認された。また、試料5をろ過したところ、凝集した粉末油脂は、残渣としてろ紙上に残り、ろ液が澄んでいることが確認された。

【符号の説明】

【0023】

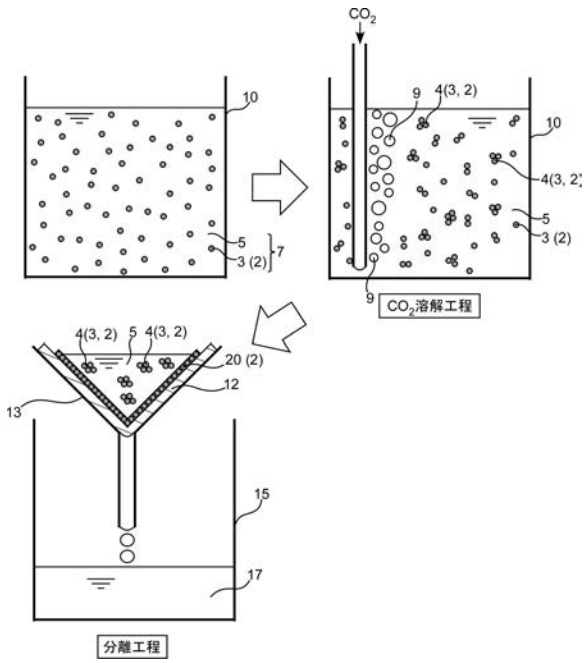
2：粉末油脂 3：脂肪微粒子 4：凝集体 5：水 7：懸濁液 8：管
 9：二酸化炭素の気泡 10：懸濁液容器 12：ろ紙 13：ろ過器
 15：ろ液容器 17：ろ液 20：残渣 22：シリンジ 23：栓

10

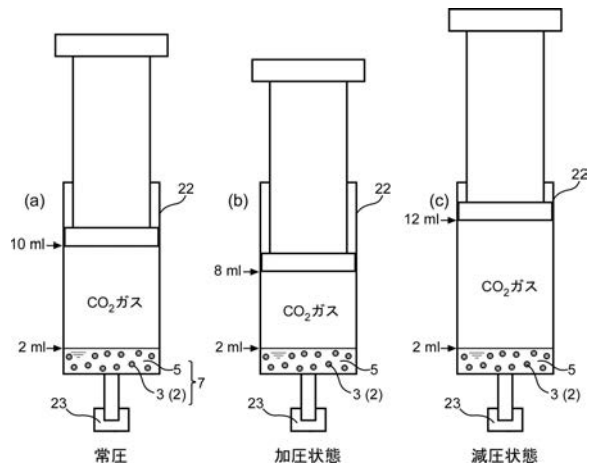
20

30

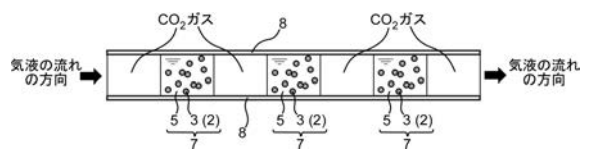
【 図 1 】



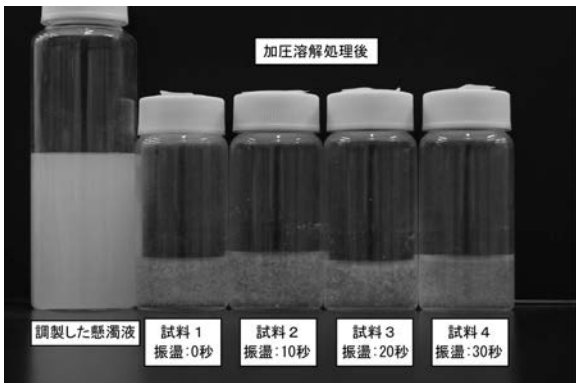
【 図 2 】



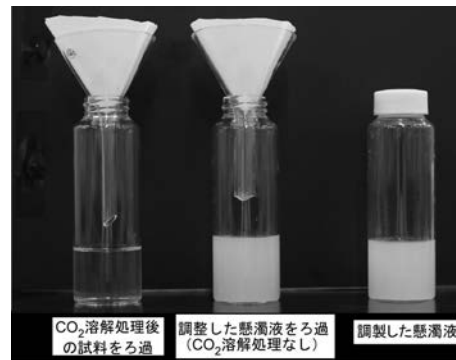
【 図 3 】



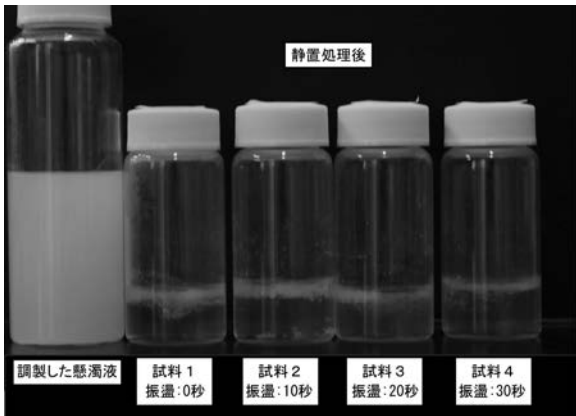
【 図 4 】



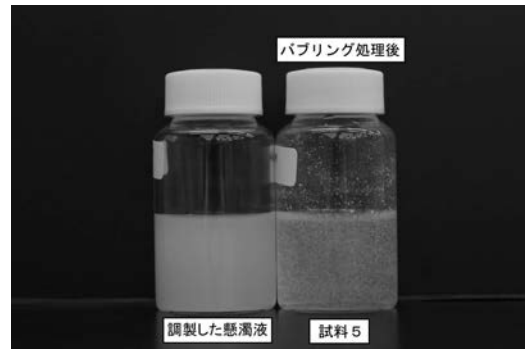
【 図 6 】



【 図 5 】



【 図 7 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I テーマコード(参考)
B 0 1 F 3/04 (2006.01) B 0 1 F 3/04 A

Fターム(参考) 4D015 BA19 BB05 CA06 DA40 EA32 EA33 EA35 EA39
4G035 AB05 AB06
4H059 AA06 BC03 BC13 CA73