

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4852042号
(P4852042)

(45) 発行日 平成24年1月11日 (2012. 1. 11)

(24) 登録日 平成23年10月28日 (2011. 10. 28)

(51) Int. Cl.	F I
BO1F 3/08 (2006.01)	BO1F 3/08 A
BO1F 5/06 (2006.01)	BO1F 5/06
BO1F 7/02 (2006.01)	BO1F 7/02 Z
BO1J 13/00 (2006.01)	BO1J 13/00 A
A61K 8/06 (2006.01)	A61K 8/06

請求項の数 5 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願2007-528699 (P2007-528699)	(73) 特許権者	500466913
(86) (22) 出願日	平成17年8月19日 (2005. 8. 19)		アイトゲネシッシェ テヒニッシェ ホー
(65) 公表番号	特表2008-510607 (P2008-510607A)		ホシューレ チューリッヒ
(43) 公表日	平成20年4月10日 (2008. 4. 10)		Eidgenössische Tec
(86) 国際出願番号	PCT/EP2005/008980		hnische Hochschule
(87) 国際公開番号	W02006/021375		Zuerich
(87) 国際公開日	平成18年3月2日 (2006. 3. 2)		スイス国 チューリッヒ レーミシュトラ
審査請求日	平成19年5月31日 (2007. 5. 31)		ーセ 101
(31) 優先権主張番号	102004040735.5		Raemistrasse 101, C
(32) 優先日	平成16年8月23日 (2004. 8. 23)		H-8092 Zuerich, Swi
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)		tzerland
		(73) 特許権者	591002577
			キネマティカ アクチエンゲゼルシャフト
			スイス国リッタウ, ルツェルネルシュトラ
			ーセ 147エー

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 所定の滴径分布を有する微細な分散マイクロナノエマルジョンを形成する装置および所定の滴径分布を有する微細な分散マイクロナノエマルジョンを形成する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ケーシング (18) と、

孔を備えた膜体またはろ過組織体 (5) を表面に有しかつ内室 (10) を備えた膜円筒体であって、前記ケーシングの内壁とのあいだに空隙 (3) が形成されるように前記ケーシング内に配置された膜円筒体 (6) と、

前記空隙 (3) を画定する前記ケーシングの前記内壁 (18) に対して前記膜体またはろ過組織体が偏心して配置されているか、あるいは、前記空隙 (3) に1つまたは複数のスタブ (15) が配置されていることによって、連続液相 (1) を前記空隙へ通流させる際に、前記空隙内の前記連続液相にせん断流成分および拡大流成分を形成する手段と、

前記連続液相とは混合しない分散液相 (13) を、中空軸 (7) を介して前記膜円筒体の前記内室へ供給し、さらに回転する前記膜円筒体の表面に設けられた膜を通過させ、該膜の外側で液滴 (4) を形成させる手段と

を備える

ことを特徴とする所定の滴径分布を有する微細な分散マイクロナノエマルジョンを形成する装置。

【請求項 2】

前記スタブ (15) は、前記ケーシング (18) および前記膜体またはろ過組織体 (5) の長手軸線方向に延在している、請求項1記載の装置。

【請求項 3】

10

20

前記スタブ（１５）は、直線状またはらせん状またはねじ線状に構成されている、請求項１または２記載の装置。

【請求項４】

前記スタブ（１５）は、前記ケーシング（１８）の内壁に配置されている、請求項１から３までのいずれか１項記載の装置。

【請求項５】

孔を備えた膜体またはろ過組織体（５）を表面に有しかつ内室（１０）を備えた膜円筒体を、前記ケーシングの内壁とのあいだに空隙（３）が形成されるように前記ケーシング内に配置し、

前記空隙（３）を画定する前記ケーシングの前記内壁（１８）に対して前記膜体またはろ過組織体を偏心させるか、あるいは、前記空隙（３）に１つまたは複数のスタブ（１５）を配置することによって、連続液相（１）を前記空隙へ通流させる際に、前記空隙内の前記連続液相にせん断流成分および拡大流成分を形成し、

前記連続液相とは混合しない分散液相（１３）を、中空軸（７）を介して前記膜円筒体の前記内室へ供給し、さらに回転する前記膜円筒体の表面に設けられた膜を通過させ、該膜の外側で液滴（４）を形成させる

ことを特徴とする所定の滴径分布を有する微細な分散マイクロナノエマルジョンを形成する方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

本発明は狭い滴径分布を有する微細な分散マイクロナノエマルジョンを機械的に保護しつつ形成する方法に関する。

【０００２】

また本発明は前述の方法を実行する装置に関する。

【０００３】

従来技術

微細な分散エマルジョンの製造は食品産業、医薬産業、化粧品産業および化学産業における最も重要な目標の１つである。その理由は、この種のエマルジョンは、分散滴が十分に小さければこれを凝離に対して安定に（entmischungsstabil）維持でき、きわめて大きな内部界面を機能性添加物、例えば作用物質、香料、色素などの吸収に利用できるからである。また分散滴は、エマルジョンの流動学特性に対して所望の作用を与える粒子の網状構造をとることができる。

【０００４】

機械・装置のメーカーにとって膜乳化プロセスは新たな領域である。従来、微細乳化の際にはロータ／ステータ分散装置および高圧ホモジナイザが使用されてきた。この装置では、滴の分散は分散相および連続相にきわめて高い機械的負荷をかけることによって行われる。これに対して５年ほど前から利用されるようになった膜乳化プロセスは機械的な観点から見ると前述の従来プロセスに比べてきわめて保護されている。なぜなら微細なエマルジョンの分散滴はより大きな滴の分解によって製造されるのではなく、膜孔の出口に最終的な大きさで形成および分離されるからである。

【０００５】

既存の連続的な膜プロセスでは、専らせん断流の形態のエマルジョンの連続液相が膜を流れる。滴を膜から分離すべくこれに作用する押圧力は、特に滴の粘性が高い場合、小さな滴の分離またはさらなる分散ないしは分解に関してきわめて効率が悪い。このことは、処理能力が制限されていることの多い乳化装置の生産において、寸法が小さく滴径分布の狭い最適な滴を形成するという目的に対する重大な欠点となる。

【０００６】

課題

本発明の基礎とする課題は、狭い滴径分布を有する微細な分散マイクロナノエマルジョ

10

20

30

40

50

ンを機械的に保護しつつ形成する方法を提供することである。

【0007】

また本発明の基礎とする課題は前述の方法を実行する装置を提供することである。

【0008】

課題を解決するための本発明の方法

前述の課題は請求項1の特徴部分に記載の構成を有する方法により解決される。

【0009】

本発明の方法の利点

本発明の方法では、せん断流およびこれに重畳された拡大流成分により回転する膜表面に小滴が保護されつつ分離され、分離が成功した後のさらなる分散も、せん断流のみの場合よりも効率的に行われる。

10

【0010】

エマルジョン滴は、本発明の方法では、孔の設けられた膜またはろ過組織体の表面で形成される。これは孔を通して第1の液相を圧縮し、回転運動によってこれを第1の液相と混合不能な第2の液相として膜表面から分離させることによって行われる。膜表面からの液滴の分離は流れから生じる接線力、法線力および付加的な遠心力によって生じる。さらに、狭い寸法分布でエマルジョンを形成するには、孔径 x に比べて大きな定義された孔間隔 $\geq 2x$ を有する膜を使用する必要がある。固定の膜または回転する膜にせん断流のみをオーバーフローさせる従来の膜乳化プロセスに比べて、付加のかつ効率的な拡大流成分をオーバーフローさせる本発明の膜乳化プロセスによれば、同程度の孔径であっても格段に小さい滴径を達成できる。従来の高圧ホモジナイザまたは回転するロータ/ステータ分散装置を用いた乳化プロセスに比べて、本発明のエマルジョン滴形成装置は、同適度の滴径をいちじるしく低減された機械的負荷で達成できるという利点を有する。このことは適の内部または界面の機能性添加物成分、例えばプロテインの天然特性を維持するのに特に有利である。

20

【0011】

他の実施形態

本発明の方法の他の実施形態は請求項2～10に記載されている。

【0012】

課題を解決するための本発明の装置

前述の課題は請求項11の特徴部分に記載の構成を有する装置により解決される。

30

【0013】

本発明の装置の利点

本発明の装置によれば、回転する膜円筒体の偏心度を変化させることにより、および/または、簡単に交換できる流れ調整部材を設けることにより、全体流と拡大流成分との比に関して、拡大流オーバーフロー特性を簡単に修正および適合化することができる。

【0014】

本発明の装置は、ケーシング内の膜体からケーシング内壁までの空隙間隔が小さいので、きわめてコンパクトである。

【0015】

他の実施形態

本発明の装置の他の実施形態は請求項12～26に記載されている。

40

【0016】

本発明のその他の特徴および利点を図示の実施例に則して詳細に説明する。図1には本発明の装置の軸方向の断面図が示されている。ただし切断された壁面は簡単化のためにハッチングされていない。図2には図1の装置の横断方向の断面図が示されている。図3には流れ調整部材の設けられた本発明の別の実施例の装置の横断方向の断面図が示されている。図4には1000rpm～8000rpmのろ過組織体または膜体で水およびひまわり油から得られた滴数密度分布（いわゆる q_0 分布）のグラフが示されている。図5には、特徴的な滴径 $x_{90.0}$ 、 $x_{10.0}$ を導入し、その比 $x_{90.0}/x_{10.0}$ を滴径

50

分布幅 (Tropfchengroessebreite) の適切な尺度とし、 $1000\text{ rpm} \sim 8000\text{ rpm}$ のろ過組織体または膜体で水およびひまわり油から得られた滴数密度分布 (いわゆる Q_0 分布) について、心合わせされた装置 Z と偏心された装置 E Z とを比較したグラフが示されている。

【0017】

連続液相 1 は図示されていない貯蔵容器からポンプ力によって端部 2 を介して空隙 3 へ供給される。

【0018】

分散滴 4 が図示されており、膜体またはろ過組織体 5 と膜円筒体として構成された円筒体 6 とが設けられている。

10

【0019】

中空軸として構成された回転軸 7 は中央に内部孔 8 を有する。回転軸 7 は力学的なスライドラリングパッキン 9 によって封止されている。

【0020】

内部孔 8 は膜体またはろ過組織体 5 の内室 10 へ通じている。

【0021】

錐台状部材 11 は流出口ソケット 12 に通じている。錐台状部材 11 および流出口ソケット 12 はケーシング 18 の一部を形成している。

【0022】

分散液相 13 は図示されていない貯蔵容器から図示されていないモータ駆動されるポンプにより供給される。

20

【0023】

エマルジョン 14 は流出口ソケット 12 を介してケーシング 18 から流出する。

【0024】

図 1, 図 2 の実施例では、膜体またはろ過組織体 5 は定義された偏心度でケーシング 18 に対して偏心されて配置されている。

【0025】

図 3 の実施例では、空隙 3 に、ケーシング 18 の長手軸線 16 の方向に延在する流れ調整部材、例えばスタブ 15 が配置されている。スタブ 15 はねじ線状または螺旋状に延在してもよい。また空隙 3 内に、種々の断面ジオメトリを有し、螺旋状またはねじ線状に延在する複数のスタブ 15 を設けることもできる。

30

【0026】

図 1 の 2 つの矢印 17 は、膜体またはろ過組織体 5 に対してほぼ径方向に沿った分散液相 13 の流れ方向を示している。

【0027】

図 5 には、特徴的な滴径 $x_{90.0}$, $x_{10.0}$ を導入し、その比 $x_{90.0} / x_{10.0}$ を滴径分布幅の適切な尺度とし、滴数密度分布 $Q_0(x)$ について、心合わせされた装置 Z と偏心された装置 (拡大流成分を用いた装置) E Z とが比較されている。

【0028】

図示の実施例の動作は次のようになる。まず、分散液相 13 が図示されていないモータ駆動されるポンプによって回転軸 7 に設けられた内部孔 8 を介して回転する膜円筒体 6 の内室 10 へ圧送される。回転軸 7 はケーシング 18 に対してスライドラリングパッキン 9 により力学的に封止されている。そこから分散液相 13 は円筒体の表面に被着された膜体 5 を通過し、膜体の外側に分散滴 4 を形成する。

40

【0029】

連続液相 1 は端部 2 を介して円筒状のケーシング 18 へ案内され、回転する膜体またはろ過組織体 5 とケーシング 18 とのあいだの空隙 3 を軸方向に通流する。このとき膜表面に形成された分散滴 4 がともに流れる。流れの強さは膜体またはろ過組織体 5 ないしは円筒体 6 の周速度、空隙幅 3、円筒体とケーシングとの偏心度、または、ケーシング壁に固定された流れ調整部材 (例えばスタブ、ピン状部材、ナイフ/スクレイパ状部材) によ

50

て定められる。

【0030】

膜円筒体6が円筒状のケーシング18に対して図2に示されているように偏心されて配置されている場合、せん断流および拡大流の混合流が生じる。この混合流は良好な分散特性を有する。膜表面からの滴の良好な分離を達成するために、さらに、回転流を少なくとも部分的に定義された方式で阻止する流れ調整部材、例えばスタブ15が、有利にはケーシング内壁に取り付けられる。この種の流れ調整部材、例えばスタブ15は直線状かつ軸方向にはめ込まれてもよいし、螺旋状にはめ込まれてもよい。

【0031】

分散滴4および連続液相1の混合物すなわちエマルジョン14は空隙3から流出口部へ流出する。この流出口部は錐台状部材11および流出口ソケット12から成る。

10

【0032】

図4では、回転する膜すなわちCPDM膜(Controlled Pore Distance Membrane)によって形成されたエマルジョンの滴径分布関数または滴数密度分布 $q_0(x)$ について、共心円筒体でのせん断流のみの場合と、偏心円筒体での拡大流を用いる場合とが比較されている。

【0033】

上述の説明、特許請求の範囲、図および要約に示されているそれぞれの特徴は本発明の実現にとって重要であり、単独でも任意に組み合わせても本発明の対象となりうる。

【0034】

20

参考文献

独国出願第10127075号明細書、国際公開第2004/030799号明細書、国際公開第01/45830号明細書、米国特許第5326484号明細書

【図面の簡単な説明】

【0035】

【図1】本発明の装置の長手方向断面図である。

【図2】偏心された装置の横断方向断面図である。

【図3】流れ調整部材を設けた装置の横断方向断面図である。

【図4】滴数密度分布のグラフである。

【図5】特徴的な滴径の比を考慮した滴数密度分布のグラフである。

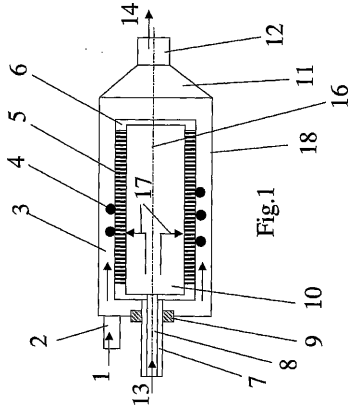
30

【符号の説明】

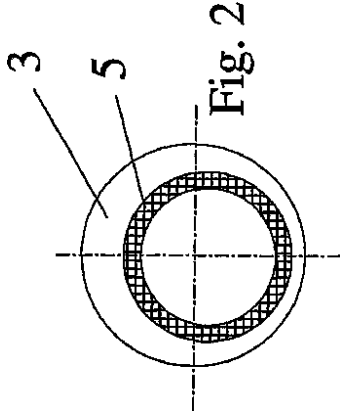
【0036】

1 連続液相、 2 端部／端部ソケット、 3 空隙、 4 分散滴、 5 膜体またはろ過組織体、 6 円筒体、 7 回転軸、 8 内部孔、 9 スライドリングパッキン、 10 内室、 11 錐台状部材、 12 流出口ソケット、 13 分散液相、 14 エマルジョン、 15 スタブ、 16 長手軸線、 17 矢印、 18 ケーシング

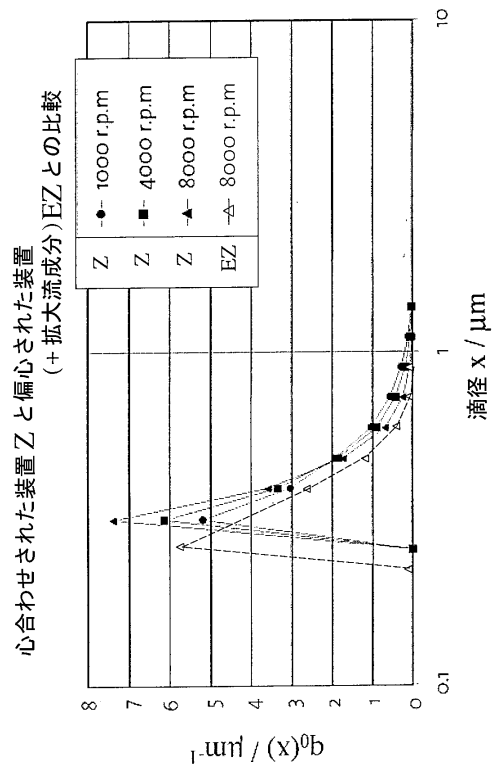
【図 1】



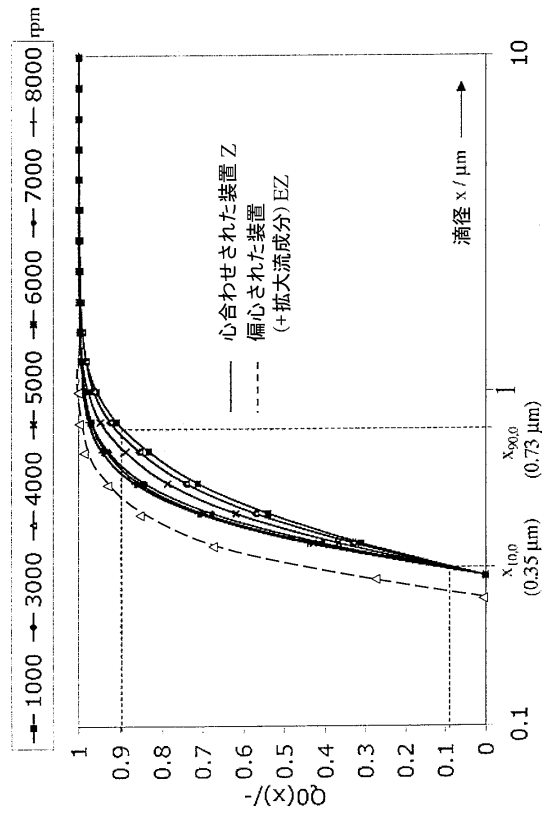
【図 2】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

(73)特許権者 507055811

イオン ボンド アクチエンゲゼルシャフト

Ion Bond AG

スイス国 オルテン インドゥストリーシュトラッセ 211

Industriestrasse 211, CH-4601 Olten, Switzerland

(73)特許権者 507055844

プロセステヒ ゲゼルシャフト ミット ベシュレンクテル ハフツング

Processtech GmbH

スイス国 ヒンデルバンク クレーホルツヴェーク 3

Kraehholzweg 3, CH-3324 Hindelbank, Switzerland

(74)代理人 100061815

弁理士 矢野 敏雄

(74)代理人 100099483

弁理士 久野 琢也

(74)代理人 100114890

弁理士 アインゼル・フェリックス＝ラインハルト

(72)発明者 エーリヒ ヨット ヴィントハーブ

スイス国 ヘミスホーフェン イム シャンツグラーベン 142

(72)発明者 ヴェレーナ シャートラー

スイス国 チューリッヒ イン デア アイ 43

(72)発明者 ベアト トロクスラー

スイス国 ライン ゲーリマット 41

(72)発明者 アンドレアス クルト デューリヒ

アメリカ合衆国 カリフォルニア ヴィザリア ウェスト ハムロック アヴェニュー 933

(72)発明者 フレート＝ライナー グローマン

スイス国 ウアドルフ ベルクシュトラッセ 29アー

審査官 北村 英隆

(56)参考文献 国際公開第01/045830 (WO, A1)

特開平02-095433 (JP, A)

特開2004-154057 (JP, A)

特開昭53-072015 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B01F 3/08,5/06,7/02

B01J 13/00

A61K 8/06