

(19)日本国特許庁 ( J P )

(12)特許公報 ( B 1 )

(11)特許番号

第2981547号

(45)発行日 平成11年(1999)11月22日

(24)登録日 平成11年(1999)9月24日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

B01F 3/08

B01F 3/08

A

5/06

5/06

請求項の数12 (全7頁)

(21)出願番号 特願平10 - 187345

(22)出願日 平成10年(1998)7月2日

審査請求日 平成10年(1998)7月3日

(73)特許権者 591031360

農林水産省食品総合研究所長  
茨城県つくば市観音台2丁目1-2

(73)特許権者 000195568

生物系特定産業技術研究推進機構  
埼玉県大宮市日進町1丁目40番地2

(72)発明者 中嶋 光敏

茨城県つくば市並木4丁目10番1-907  
棟-102号

(72)発明者 菊池 祐二

茨城県つくば市並木4丁目10番1-907  
棟-102号

(74)代理人 弁理士 小山 有

審査官 深澤 幹朗

最終頁に続く

(54)【発明の名称】クロスフロー型マイクロチャネル装置及び同装置を用いたエマルションの生成または分離方法

1

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】 ケースと、このケース内に収納される基板と、この基板の一面側に取付けられて基板との間に流路を形成するプレートからなり、前記ケースには連続相の供給孔、分散相の供給孔及びエマルションの回収孔が形成され、前記基板には前記連続相の供給孔に対応する連続相の供給口、前記エマルションの回収孔に対応するエマルションの回収口及び流路の側面に開口するマイクロチャネル部が形成され、このマイクロチャネル部を介して基板外側の分散相領域と基板内側の連続相の流路とが連通していることを特徴とするクロスフロー型マイクロチャネル装置。

【請求項2】 ケースと、このケース内に収納される基板と、この基板の一面側に取付けられて基板との間に流路を形成するプレートからなり、前記ケースにはエマル

2

ションの供給孔、連続相の回収孔及び分散相若しくはエマルションの回収孔が形成され、前記基板には前記エマルションの供給孔に対応するエマルションの供給口、前記分散相若しくはエマルションの回収孔に対応する分散相若しくはエマルションの回収口及び流路の側面に開口するマイクロチャネル部が形成され、このマイクロチャネル部を介して基板外側の連続相領域と基板内側のエマルションの流路とが連通していることを特徴とするクロスフロー型マイクロチャネル装置。

10 【請求項3】 請求項1または請求項2に記載のクロスフロー型マイクロチャネル装置において、前記マイクロチャネル部から基板内側の流路に向かって水平なテラス部が形成されていることを特徴とするクロスフロー型マイクロチャネル装置。

【請求項4】 請求項1乃至請求項3のいずれか一項に

3

記載のクロスフロー型マイクロチャネル装置において、前記基板にはマイクロチャネル部に致るテーパ状に絞られた切欠が設けられていることを特徴とするクロスフロー型マイクロチャネル装置。

【請求項 5】 請求項 1 乃至請求項 4 のいずれか一項に記載のクロスフロー型マイクロチャネル装置において、前記プレートは基板を収納するケースの凹部を塞ぐ蓋体を兼ねることを特徴とするクロスフロー型マイクロチャネル装置。

【請求項 6】 請求項 1 至請求項 5 のいずれか一項に記載のクロスフロー型マイクロチャネル装置において、前記プレートを透明プレートとしたことを特徴とするクロスフロー型マイクロチャネル装置。

【請求項 7】 請求項 1 乃至請求項 6 のいずれか一項に記載のクロスフロー型マイクロチャネル装置において、前記ケースの内面と基板との間にはシリコンゴムからなるシートを介在させたことを特徴とするクロスフロー型マイクロチャネル装置。

【請求項 8】 請求項 1 乃至請求項 7 のいずれか一項に記載のエマルションの製造装置において、前記マイクロチャネル部は基板に精密加工手法としてエッチング処理、電子線照射または C V D 法を施すことで形成されることを特徴とするクロスフロー型マイクロチャネル装置。

【請求項 9】 請求項 1 に記載したクロスフロー型マイクロチャネル装置を用いたエマルションの生成方法であって、ケースに形成した連続相の供給孔及び基板に形成した連続相の供給口を介して基板内側の流路に連続相を供給し、またケースに形成した分散相の供給孔を介して基板外側の分散相領域に加圧された分散相を供給し、マイクロチャネル部を通して連続相中に分散相を進入せしめるようにしたことを特徴とするエマルションの生成方法。

【請求項 10】 請求項 9 に記載したクロスフロー型マイクロチャネル装置を用いたエマルションの生成方法において、前記基板内側の流路内の連続相の流速を制御することでエマルションの生成量を制御するようにしたことを特徴とするエマルションの生成方法。

【請求項 11】 請求項 2 に記載したクロスフロー型マイクロチャネル装置を用いたエマルションの分離方法であって、ケースに形成したエマルションの供給孔及び基板に形成したエマルションの供給口を介して基板内側の流路に加圧されたエマルションを供給し、マイクロチャネル部を通してエマルションを構成する連続相を流路外に取り出すようにしたことを特徴とするエマルションの分離方法。

【請求項 12】 請求項 11 に記載したクロスフロー型マイクロチャネル装置を用いたエマルションの分離方法において、前記基板内側の流路内のエマルションの流速を制御することで流路外に取り出す連続相の量を制御す

4

るようにしたことを特徴とするエマルションの分離方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】本発明は食品工業、医薬或いは化粧品製造等に利用されるエマルションの生成と分離を行うクロスフロー型マイクロチャネル装置と、このクロスフロー型マイクロチャネル装置を用いたエマルションの生成方法と分離方法に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】水相と有機相のように熱力学的には分離している状態が安定状態である二相系を乳化によって準安定なエマルションとする技術が従来から知られている。一般的な乳化方法としては、エマルションの科学（朝倉書店：1971）に記載されるように、ミキサー、コロイドミル、ホモジナイザー等を用いる方法や音波で分散させる方法等が知られている。

【 0 0 0 3 】前記した一般的な方法にあっては、連続相中の分散相粒子の粒径分布の幅が大きいという欠点がある。そこで、ポリカーボネイトからなる膜を用いて濾過を行う方法（Biochimica et Biophysica Acta, 557 (1979) North-Holland Biochemical Press）、P T F E（ポリテトラフルオロエチレン）膜を用いて繰り返し濾過を行う方法（化学工学会第 26 回秋期大会 講演要旨集：1993）、更には均一な細孔を持つ多孔質ガラス膜を通して連続相に送り込み均質なエマルションを製造する方法（特開平 2 - 9 5 4 3 3 号公報）も提案されている。また、ノズルや多孔板を用いるエマルションの製造方法として、層流滴下法（化学工学第 21 巻第 4 号：1957）も知られている。

【 0 0 0 3 】ポリカーボネイトからなる膜を用いて濾過を行う方法と P T F E 膜を用いて繰り返し濾過を行う方法にあっては、原理的に膜の細孔より大きいものは製造できず、膜の細孔より小さいものは分別できないという問題点がある。従って、特にサイズの大きいエマルションを製造する場合には適さない。また、均一な細孔を持つ多孔質ガラス膜を用いる方法にあっては、膜の平均細孔径が小さい場合には粒径分布が広がらず、均質なエマルションを得ることができず、膜の平均細孔径を大きくすると粒径分布が広がり、均質なエマルションを得ることができない。更に、層流滴下法では 1000 μm 以上の粒径となり、分布も広く、均質なエマルションが得られない。

【 0 0 0 4 】そこで、本発明者らは先に特開平 9 - 2 2 5 2 9 1 号に上記の不具合を解消し得るエマルションの製造装置を提案している。この装置は、図 10 に示すように、基板 100 の中央に分散相の供給口 101 を形成し、この基板 100 と対向して配置されるプレート 102 との間に前記供給口 101 から分散相が供給される隙間 103 を形成し、また分散相と連続相との境界部に一

10

20

30

40

50

定幅のマイクロチャンネル 1 0 4 を多数形成し、このマイクロチャンネル 1 0 4 を介して分散相と連続相とを接触せしめ、分散相に所定圧以上の圧をかけることで、分散相を連続相中にマイクロソフィアとして進入せしめてエマルションとし、これを取り出し口 1 0 5 から回収する構成になっている。

【 0 0 0 5 】

【 発明が解決しようとする課題 】 特開平 9 - 2 2 5 2 9 1 号に開示される装置は、基板の中央部に形成した分散相の供給口 1 0 1 から、この供給口を囲むように設けられたマイクロチャンネル 1 0 4 に向けて分散相を押し広げるようにしているため、マイクロチャンネルの部分で必要なブレイクスルー圧力を得るには、かなりの高圧を分散相の供給口 1 0 1 にかねなければならぬ。

【 0 0 0 6 】 これを改良するため、本発明者らは、連続相とエマルション粒子との比重差（密度差）を利用し、エマルションを浮上させることで回収する装置を試みた。この装置は比重差がある程度大きい場合には有効であるが、比重差が小さい場合には効率よくエマルションを回収することができない。

【 0 0 0 7 】 一方、特開平 9 - 2 2 5 2 9 1 号に開示される装置を用いてエマルションの分離を行う場合、仮りに基板の中央部に形成した供給口 1 0 1 からエマルションを供給し、マイクロチャンネル 1 0 4 を介して連続相を外側に取り出そうとすると、マイクロチャンネルの内側部分が分散相で短時間のうちに目詰りを起こす。逆にマイクロチャンネルの外側領域にエマルションを供給した場合には、マイクロチャンネルの外側部分が分散相で短時間のうちに目詰りを起こしてしまう。

【 0 0 0 8 】

【 課題を解決するための手段 】 上記課題を解決するため本発明に係るクロスフロー型マイクロチャンネル装置のうちエマルションの生成に用いる装置は、ケースと、このケース内に収納される基板と、この基板の一面側に取付けられて基板との間に流路を形成するプレートにて装置を構成し、前記ケースには連続相の供給孔、分散相の供給孔及びエマルションの回収孔を形成し、前記基板には前記連続相の供給孔に対応する連続相の供給口、前記エマルションの回収孔に対応するエマルションの回収口及び流路の側面に開口するマイクロチャンネル部を形成し、このマイクロチャンネル部を介して基板外側の分散相領域と基板内側の連続相の流路とを連通せしめるようにした。

【 0 0 0 9 】 また本発明に係るクロスフロー型マイクロチャンネル装置のうちエマルションの分離に用いる装置は、ケースと、このケース内に収納される基板と、この基板の一面側に取付けられて基板との間に流路を形成するプレートにて装置を構成し、前記ケースにはエマルションの供給孔、連続相の回収孔及び分散相若しくはエマルションの回収孔を形成し、前記基板には前記エマルシ

ョンの供給孔に対応するエマルションの供給口、前記分散相若しくはエマルションの回収孔に対応する分散相若しくはエマルションの回収口及び流路の側面に開口するマイクロチャンネル部を形成し、このマイクロチャンネル部を介して基板外側の連続相領域と基板内側のエマルションの流路とを連通せしめた。

【 0 0 1 0 】 尚、エマルションの分離には、エマルションから所定径以下の粒子を除く分級も含まれる。

【 0 0 1 1 】 また、上記の装置にあつては、マイクロチャンネル部の形状として、マイクロチャンネル部から基板内側の流路に向かって水平なテラス部を形成してもよい。テラス部を形成することで、連続相に進入する分散相の径が大きくなることが判明した。

【 0 0 1 2 】 また、マイクロチャンネル部に致る基板の一部をテーパ状に絞られた切欠にすることが好ましい。このような形状とすることで、マイクロチャンネル部に圧が集中しエマルションの生成が小さな圧力で可能になる。

【 0 0 1 3 】 また、基板との間で流路を形成するプレートに基板を収納するケースの凹部を塞ぐ蓋体を兼ねさせることで、構造がよりシンプルになり、更にプレートをガラス板等の透明プレートにすることで外部からエマルションの生成・分離を確認することができ、これらを観察しながら生成・分離の条件を変更することが可能になる。

【 0 0 1 4 】 また、ケースの内面と基板との間にシリコンゴムからなるシートを介在させることで、シール性を高めることができ、更に、集積回路等の製作において利用しているエッチング処理、電子線照射、CVD法等の精密加工手法を採用することで、任意の形状のマイクロチャンネルを一定幅で正確に形成することができる。

【 0 0 1 5 】 一方、上記の装置（請求項 1）を用いた本発明に係るエマルションの生成方法は、ケースに形成した連続相の供給孔及び基板に形成した連続相の供給口を介して基板内側の流路に連続相を供給し、またケースに形成した分散相の供給孔を介して基板外側の分散相領域に加圧された分散相を供給し、マイクロチャンネル部を通して連続相中に分散相を進入せしめるようにしたことを特徴とする。

【 0 0 1 6 】 ここで、基板内側の流路を流れる連続相の流速を大きくすれば、マイクロチャンネル部で生成されたエマルション粒子をマイクロチャンネル部から速やかに遠ざけることができる。即ち、連続相の流速を制御することで生成されるエマルションの量を簡単に制御することができる。そこで、エマルション生成効率の最も良い連続相の流速を検出し、この速度で運転することが好ましい。

【 0 0 1 7 】 また、上記の装置（請求項 2）を用いた本発明に係るエマルションの分離方法は、ケースに形成したエマルションの供給孔及び基板に形成したエマルションの供給口を介して基板内側の流路に加圧されたエマル

ションを供給し、マイクロチャネル部を通してエマルションを構成する連続相を流路外に取り出すようにした。尚、エマルションの分離についても前記と同様に、基板内側の流路を流れるエマルションの速度を制御することで簡単に分離（分級）量を制御することができる。

【 0 0 1 8 】

【発明の実施の形態】以下に本発明の実施の形態を添付図面に基づいて説明する。図 1 は本発明に係るクロスフロー型マイクロチャネル装置の平面図、図 2 は同クロスフロー型マイクロチャネル装置の側面図、図 3 は図 1 の

【 0 0 1 9 】クロスフロー型マイクロチャネル装置はケース 1 の一面側に凹部 2 を形成し、この凹部 2 内に基板 3 を配置し、前記凹部 2 及び基板 3 に形成された凹部 4 が開口する面をガラス板等のプレート 5 にて液体が漏れないように閉じている。

【 0 0 2 0 】前記ケース 1 の上面には連続相の供給孔 6、分散相の供給孔 7 及びエマルションの回収孔 8 が形成され、連続相の供給孔 6 にはポンプ 9 を備えた連続相（水）供給配管 1 0 が接続され、分散相の供給孔 7 にはポンプ 1 1 を備えた分散相（油）供給配管 1 2 が接続され、エマルションの回収孔 8 にはエマルション回収管 1 3 が接続されている。尚、連続相の供給経路にはリザーバ 1 4 を設け、一定圧で連続相を供給できるようにしており、分散相の供給経路にはマイクロフィーダ 1 5 を設け、分散相の供給量を調整できる構造になっている

【 0 0 2 1 】また、前記基板 3 は凹部 4 がプレート 5 に対向するように配置され、凹部 4 がプレート 5 によって液密に閉塞されるべく、基板 3 とケース 1 内面との間にシリコンラバーからなるシート 1 6 を介在させ、基板 3

【 0 0 2 2 】また、基板 3 を上下反転した図 5 に示すように、基板 3 に形成された前記凹部 4 の一端側には前記連続相の供給孔 6 に対応する連続相の供給口 1 8 が、凹部 4 の他端側には前記エマルションの回収孔 8 に対応するエマルションの回収口 1 9 が形成され、連続相の供給口 1 8 にはシート 1 6 に形成した開口を介して前記連続相の供給孔 6 が接続し、エマルションの回収口 1 9 にはシート 1 6 に形成した開口を介して前記エマルションの回収孔 8 が接続している。

【 0 0 2 3 】而して、基板 3 の凹部 4 は連続相の流路となり、基板 3 外側とケースの凹部 2 内側との間は分散相が満たされた部分となる。

【 0 0 2 4 】また、基板 3 の側面には内側に向かって徐々に狭くなるテーパ状の切欠 2 0 が形成され、この切欠 2 0 が最も狭くなった部分にマイクロチャネル部 2 1 を形成している。

【 0 0 2 5 】マイクロチャネル部 2 1 は図 6 に示すように、集積回路形成技術を応用して作成された多数の凸部 2 2 の間に微細な隙間（マイクロチャネル）2 3 を形成

している。具体的な寸法としてはマイクロチャネル 2 3 の幅は 2 ~ 1 5  $\mu\text{m}$ 、高さは 4 ~ 1 2  $\mu\text{m}$  程度にする。而して、分散相に圧力をかけることで分散相はマイクロチャネル 2 3 を小さな粒子となって通過し、連続相中に分散されエマルションが形成される。

【 0 0 2 6 】また、マイクロチャネル部 2 1 は図 6 に示すように、凹部（流路）4 寄りの部分にテラス 2 4 を形成している。このテラス 2 4 を形成することで、分散相の粒子の成長を助長し、分散相の粒子径が大きくなる。したがって、マイクロチャネル部 2 1 の形状としては、図 7 に示すようにテラスに相当する部分を設けないことも可能である。

【 0 0 2 7 】図 8 ( a ) 及び ( b ) はマイクロチャネル部の入口部の別実施例を示す斜視図、図 9 ( a ) 及び ( b ) はマイクロチャネル部の出口部の別実施例を示す斜視図であり、マイクロチャネル部の入口部の形状としては、図 8 ( a ) に示すように、入口部を逆台形をなす幅広部 2 5 とし、この幅広部 2 5 に断面形状が逆台形をなすマイクロチャネル 2 3 の一端を開口せしめたもの、或いは図 8 ( b ) に示すように断面形状が三角形をなすマイクロチャネル 2 3 の一端を幅広部 2 5 に開口せしめたもの等が考えられ、マイクロチャネル部の出口部の形状としては、図 9 ( a ) 及び ( b ) に示すように逆台形或いは三角形をなすマイクロチャネルを雌テーパ部 2 6 に開口せしめている。

【 0 0 2 8 】以上の装置を用いて、エマルションを生成するには、ポンプ 9 , 1 1 を駆動し、連続相供給管 1 0、連続相の供給孔 6 及び連続相の供給口 1 8 を介して凹部 4（流路）に連続相を供給し、分散相供給管 1 2 及び分散相の供給孔 7 を介して基板 3 外側とケースの凹部 2 内側との間の空間に分散相を供給する。すると、分散相には所定の圧力が作用しているため、マイクロチャネル 2 3 を介して分散相が微細な粒子となって連続相に混合されエマルションが形成され、このエマルションはエマルションの回収口 1 9、エマルションの回収孔 8 及びエマルション回収管 1 3 を介してタンク等に回収される。

【 0 0 2 9 】一方、以上の装置を用いてエマルションの分離を行うには、前記した装置の連続相の供給孔 6 にエマルションの供給管を接続し、分散相の供給孔 7 に連続相の回収管を接続し、エマルションの回収孔 8 に分散相若しくはエマルションの回収管を接続し、ポンプで加圧されたエマルションを基板 3 の流路に送り込む。すると、マイクロチャネル部 2 1 において連続相のみ、或いはマイクロチャネル 2 3 の幅よりも小さな分散相粒子と連続相がマイクロチャネル 2 3 を透過し回収され、また流路内に残った粒径の大きな分散相或いは粒径の大きな分散相を含んだエマルションは分散相若しくはエマルションの回収管から回収される。

【 0 0 3 0 】尚、上記のエマルションの分離において、

エマルションが流れる方向と分離される方向とは直交しているため、マイクロチャンネルを透過できない分散相粒子はエマルションの流れによって掻き落とされ、目詰りを起こす虞はない。

【 0 0 3 1 】

【発明の効果】以上に説明したように、本発明に係るクロスフロー型マイクロチャンネル装置は、ケース内に基板を配置し、この基板とプレートとの間に連続相の流路を形成し、この流路に対し交差する方向に開口するマイクロチャンネルを基板に形成したので、効率よく分散相を連続相中に分散せしめてエマルションとすることができる。

【 0 0 3 2 】また、本発明に係る他のクロスフロー型マイクロチャンネル装置は、ケース内に基板を配置し、このこの基板とプレートとの間にエマルションの流路を形成し、この流路に対し交差する方向に開口するマイクロチャンネルを基板に形成したので、効率よくエマルションから連続相及び分散相を分離（分級）せしめることができる。

【 0 0 3 3 】更に、基板とプレートとの間に形成される流路を流れる連続相またはエマルションの流速を制御することで、簡単にエマルションの生成量或いは分離量を制御することができ、極めて操作性に優れる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明に係るクロスフロー型マイクロチャンネル装置の平面図

【図 2】同クロスフロー型マイクロチャンネル装置の側面図

【図 3】図 1 の A - A 線断面図

【図 4】図 1 の B - B 線断面図

【図 5】基板の斜視図

【図 6】マイクロチャンネル部の拡大斜視図

【図 7】マイクロチャンネル部の別実施例を示す拡大斜視図

【図 8】( a ) 及び ( b ) はマイクロチャンネル部の入口部の別実施例を示す斜視図

【図 9】( a ) 及び ( b ) はマイクロチャンネル部の出口部の別実施例を示す斜視図

【図 1 0】従来のマイクロチャンネル装置の縦断面図

【符号の説明】

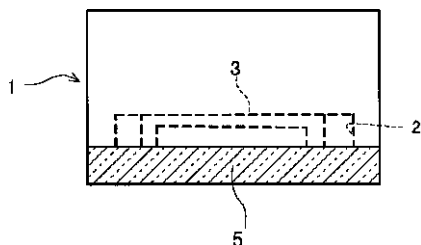
1...ケース、2...凹部、3...基板、4...基板に形成された凹部、5...プレート、6...連続相の供給孔、7...分散相の供給孔、8...エマルションの回収孔、9, 11...ポンプ、10...連続相（水）供給配管、12...分散相（油）供給配管、13...エマルション回収管、14...リザーバ、15...マイクロフィーダ、16...シリコンラバーシート16、18...連続相の供給口、19...エマルションの回収口、20...切欠、21...マイクロチャンネル部、22...凸部、23...マイクロチャンネル、24...テラス、25...幅広部、26...雌テーパ部。

【要約】

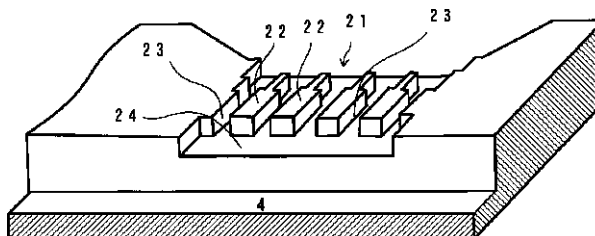
20 【課題】 効率よく分散相を連続相中に分散せしめてエマルションを生成する。

【解決手段】 ポンプ9, 11を駆動し、連続相供給管10、連続相の供給孔6及び連続相の供給口18を介して凹部4（流路）に連続相を供給し、分散相供給管12及び分散相の供給孔7を介して基板3外側とケースの凹部2内側との間の空間に分散相を供給すると、分散相には所定の圧力が作用しているため、マイクロチャンネル23を介して分散相が微細な粒子となって連続相に混合されエマルションが形成され、このエマルションはエマルションの回収口19、エマルションの回収孔8及びエマルション回収管13を介してタンク等に回収される。

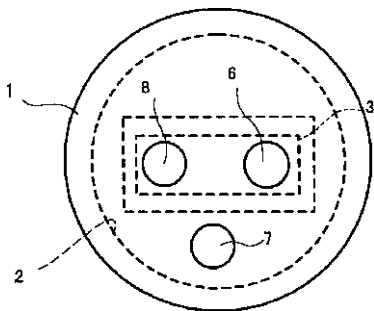
【図 2】



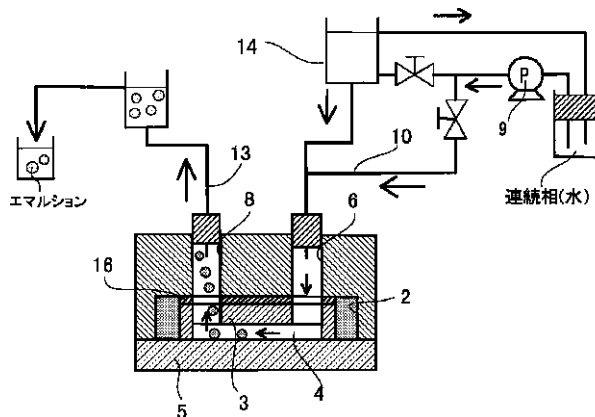
【図 6】



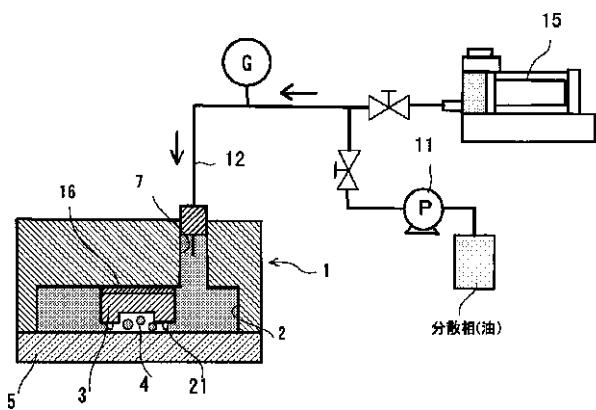
【図 1】



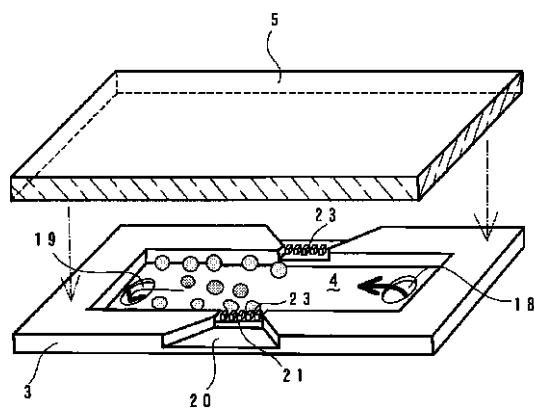
【図 3】



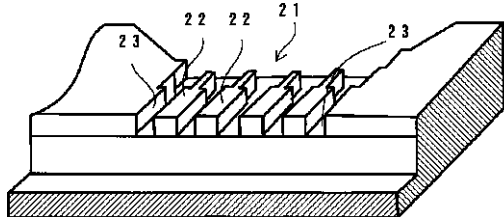
【図 4】



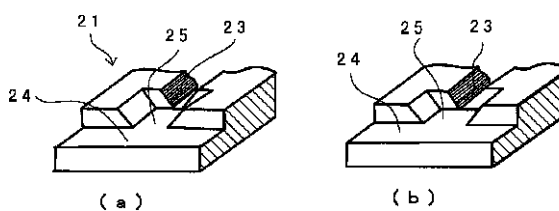
【図 5】



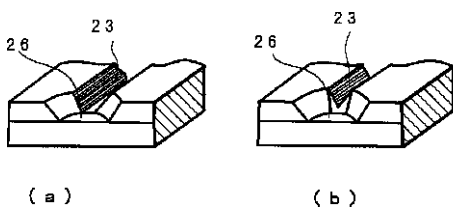
【図 7】



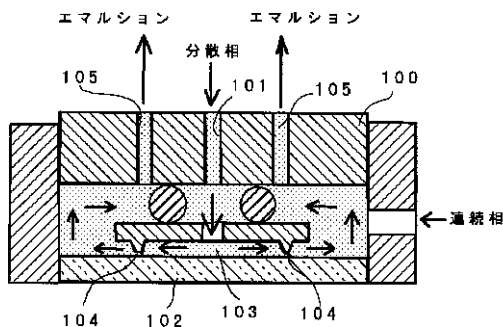
【図 8】



【図 9】



【図 10】



## フロントページの続き

- (72)発明者 川勝 孝博  
宮城県仙台市太白区金剛沢 1 丁目 7 番10  
号 メゾンド・ビュー203号
- (72)発明者 小森 秀晃  
栃木県塩谷郡塩谷町風見山田424 - 3
- (72)発明者 米本 年邦  
宮城県仙台市青葉区国見 6 丁目25 - 16
- (56)参考文献 特開 平 9 - 225291 ( J P , A )
- (58)調査した分野(Int.Cl.<sup>6</sup>, D B 名)  
B01F 1/00 - 5/26  
B01D 17/04