

平成 26 年度 TSUBAME 産業利用トライアルユース 成果報告書

利用課題名 ホモジナイザーを用いた攪拌混合による乳液製造のスケールアップに関する解析
CFD for an establishment of scale-up procedure in manufacturing of emulsion by using of
homogenizer

利用課題責任者 横川 佳浩
Yoshihiro Yokokawa

所属 株式会社資生堂 生産技術開発センター
Technology & Engineering Center
Shiseido Co., Ltd.
<http://www.shiseido.co.jp>

乳液の製造においては、攪拌混合の強さによって、得られる乳化粒子の大きさが異なり、その結果、粘度等の物性が変化し、使用感の全く異なるものが出来上がる。機械力による乳化の場合、設備のせん断力が乳化の進行に寄与していると考えられる。乳液の調製に広く使われる設備として、ホモジナイザーがある。粒子法に基づく流体解析により、非ニュートン高粘度流体が、ホモジナイザーを通過する際に受ける最大せん断力を算出した。その結果、流体の受けるせん断力は分布を持ち、回転数が大きいほど分布幅は大きいことが判った。回転数の違いによるせん断力の強さおよび分布の差は、サイズ違いのホモジナイザーでも生じる。少量スケール用ホモジナイザーで調製される乳液を大容量用ホモジナイザーを用いて再現するためには、今回、得られた最大せん断力分布が有効な指標になると考えられた。

In manufacturing milky lotion, that is emulsion, the size of emulsion particle is determined by the strength of mixing equipment. For details, the shear force of the mixer is thought to contribute the progress of emulsification. The homogenizer is widely used to produce emulsion. We found out the strength and distribution of the shear force of liquid treated by the homogenizer in various rotating speed. As a result, the acquired data of the shear force led us the understanding the ability of emulsification in the different size of homogenizers. The analysis of the shear force data could be useful indicator in the scale-up process.

Keywords: 流体解析、粒子法、乳化、ホモジナイザー、せん断

背景と目的

化粧品、食品を初め、広く製造業では、液体の攪拌混合により目的物を調製することが多い。化粧品の製造においては、本来、混合されにくい複数の原料を均一に混合し、目的とする混合物(化粧品中味)を得るが、全く同一の原料を同じ比率で使用しても、混合の仕方によって得られる混合物の物性(使用性)は大きく異なる。特に乳液・クリームの調製においては、強いせん断力をかけて乳化【注釈 1】することが多いが、得られた乳化粒子の大きさによって粘度等の物性が異なり、製品特性に大きな影響を与える。そのため、せん断力の制御は極めて重要となるが、実際の製造設備が液体に与えるせん断力を測定することができないため、理論ではなく実験結果から製造工程を設定することとなる。我々は、流体解析を用いて、乳化工程によく用いられ

るホモジナイザー【注釈 2】が生み出すせん断力を明らかにすることを目的とした。新規処方 of 化粧品中味の製造においては、まず少量スケール(1 L 程度)で確立された調製方法を参考に大容量(50~1000 L)の製造釜を用いた製造工程にスケールアップすることとなるが、少量用および大容量用の異なるサイズのホモジナイザーのせん断力を明らかにすることで、スケールアップ時の理論的な指標が設定可能になると考えられる。ホモジナイザーは、0.5 mm の狭い空間に強いせん断力をかけて乳化を引き起こす設備である。解析においては、この微小空間を通過する流体を解析可能な精度で設備全体の解析を行う必要があるため、TSUBAME による大規模計算を行うこととした。本研究では、液体流れの数値解析に有効な粒子法に基づく商用プログラム「Particleworks」を用いて解析

を行なった。さらに、非定常計算において、粒子が過去に受けたせん断力を保持し、最大値を表示するモジュールも開発した。その結果、ホモジナイザーを通過した流体が受けたせん断力の最大値の分布を明らかにすることができ、装置のせん断力を把握することができた。今後、得られたデータをもとにスケールアップの指標を設定することが可能と考えられる。

【注釈 1】

乳化：水と油のように混ざり合わない2つの液体に界面活性剤を加え、一方の液体(連続相)中に他方が微粒子(分散相)として分散して存在させること。化粧品の乳液、クリームには、W/O 乳化(連続相：水、分散相：油)か O/W 乳化(連続相：油、分散相：水)があり、これに粉末が加えられるものもある。

【注釈 2】

ホモジナイザー：本研究では、プライミクス社製 ホモミクサーMARKII をモデルとして解析を行った。

概要

乳液やクリーム等の製品の製造においては、乳化工程が存在する。乳化方法の中でも、設備の機械力による強いせん断力で乳化を行う場合、設備のせん断力を把握することで、乳化粒子の制御が可能と考えられる。我々は、粒子法に基づく流体解析ソフト「Particleworks」を用いて、乳化物の調製のために広く用いられるホモジナイザーのせん断力の解明を試みた。乳化に用いられるホモジナイザーは、攪拌翼が周囲の壁から 0.5 mm 内側を毎分、数千回転で回転する設備で、この高速回転により強いせん断力を生み出すとともに流体を吸引・吐出し、

製造釜内の流体の混合も促進する装置である。(図1)解析の対象とする流体は、ニュートン流体である水および乳液の代表として B 型粘度計で

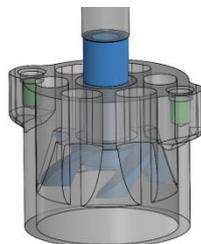


図 1

およそ 10 Pa・s の粘度特性を有する高粘度の非ニュートン流体(図2)とした。ホモジナイザーの吐出量および通過した中味のせん断速度分布を粒子法解析により求めようとすると計算負荷が極めて高くなるため、吐出量については、格子法による解析および実測により求めた。(図3)せん断力解明のための解析では、ホモジ

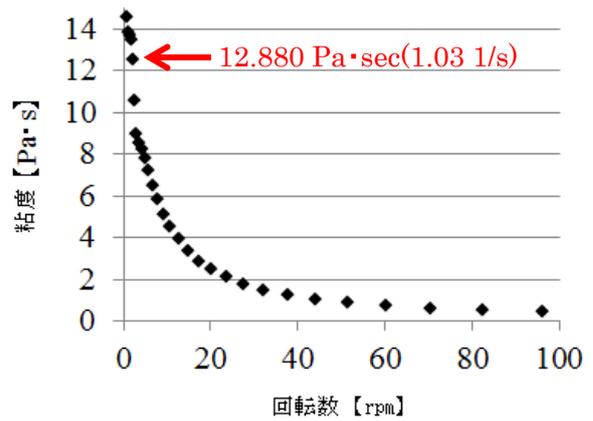


図 2. 高粘度流体のせん断速度・粘度データ

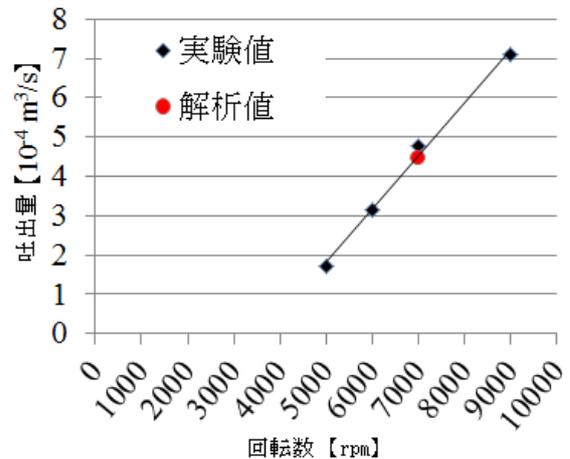


図 3-1. 回転数・吐出量データ (水)

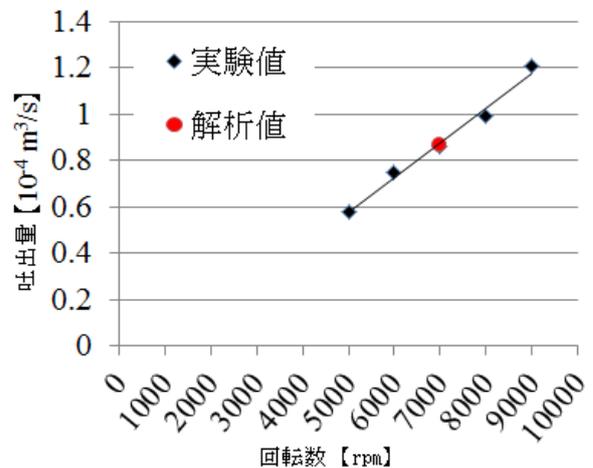


図 3-2. 回転数・吐出量データ (高粘度流体)

ナイザー下部の吸引部分に流入入口を設定し、得られた吐出量を与えて計算した。(図4)乳化の進行とともに生成する乳化粒子は小さくなるが、乳化粒子の大きさは、流体が受けた最大のせん断力に

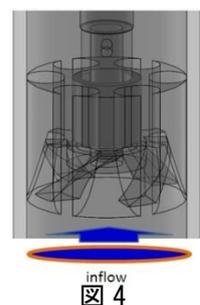


図 4

よって決定されると考えられる。定常状態での瞬間のせん断速度分布は通常の解析で得ることができるが、ホモジナイザーを通過する流体が受けた最大のせん断力を知る必要がある。そこで、粒子法解析において、各粒子が受けたせん断力の履歴を保持し、その最大値を示すモジュールも合わせて作成した。(図 5)

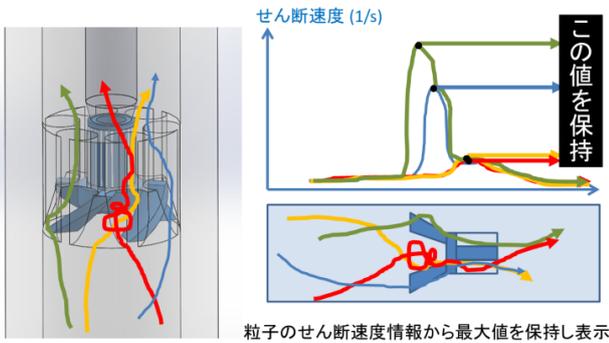
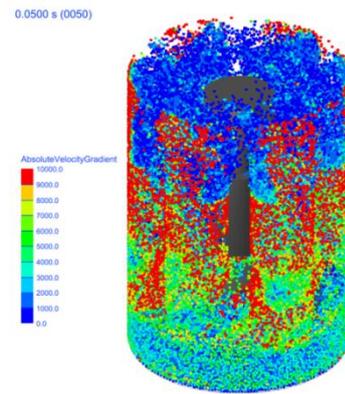


図 5. 最大せん断速度表示モジュール・イメージ図

結果および考察

ホモジナイザー処理された流体が受けるせん断力を知るため、最大せん断力分布表示モジュールを用い、簡素化したモデルで解析を行った。水および高粘度流体の流入量をそれぞれ $8.65 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$ 、 $4.92 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$ とし、7000 rpm で回転させたホモジナイザー通過後の流体が受けた最大せん断力はそれぞれ(図6)に示す分布を持つことが明らかになった。いずれも正規分布に近い分布を示し、水と比較して高粘度流体の方が受けるせん断力は小さいことが確認された。次にホモジナイザーの回転数を変えて解析を行った。その結果、水および高粘度流体の最大せん断速度分布はそれぞれ(図7)に示す分布となった。いずれの流体も回転数が高いほど強いせん断力分布となり、分布の幅は広がることが判った。実際の乳化工程においては、処理時間が長くなるにつれて、流体は何度もホモジナイザーを通過することになる。そこで、繰り返しホモジナイザーを通過した高粘度流体が受ける最大せん断速度分布と回転数の関係を調べた。理論上は低い回転数によって生まれる弱いせん断力でも時間をかけて繰り返しホモジナイザーを通過させることで高回転数で処理した場合と同程度のせん断力を与えることができることとなる。しかし、解析から得られた最大せん断速度分布からは、化粧品製造の現実的な時間範囲では、回転



瞬間せん断速度コンター図

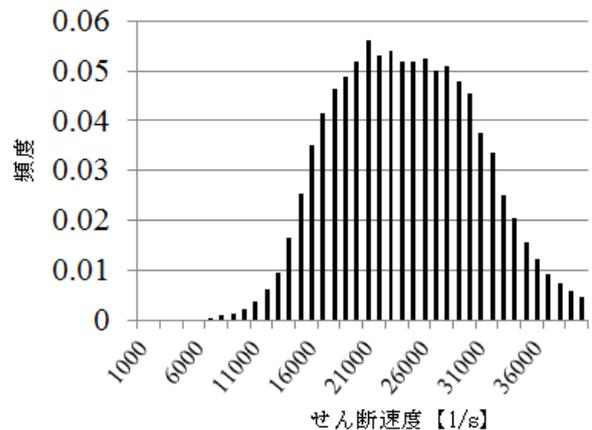
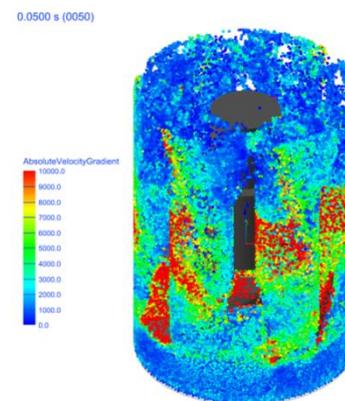


図 6-1. 最大せん断速度分布 (水)



瞬間せん断速度コンター図

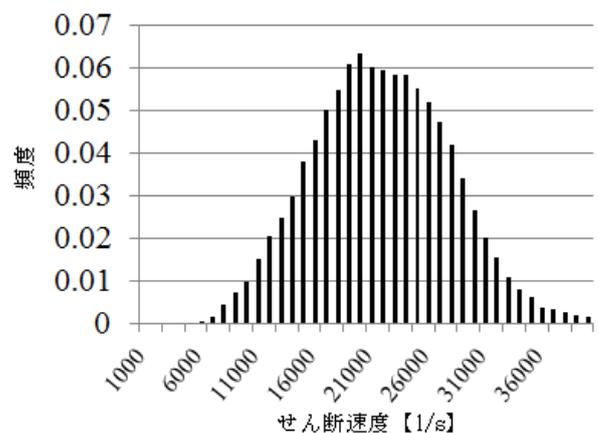
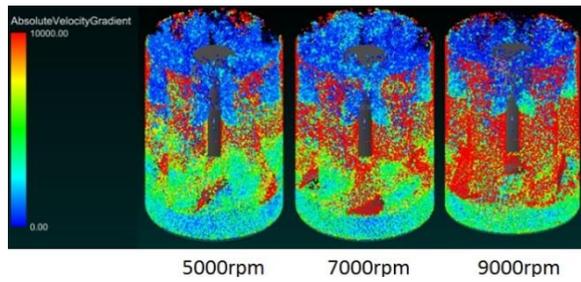


図 6-2. 最大せん断速度分布 (高粘度流体)



瞬間せん断速度コンター図

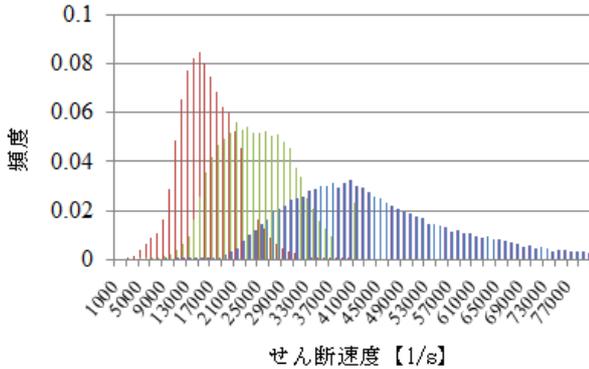
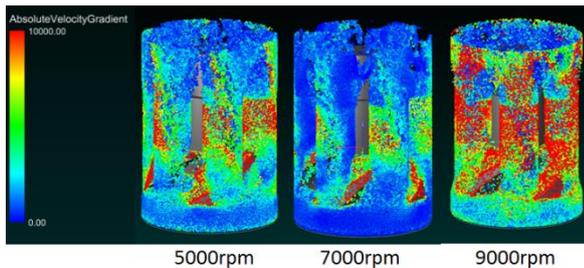


図 7-1. 回転数・最大せん断速度分布データ (水)



瞬間せん断速度コンター図

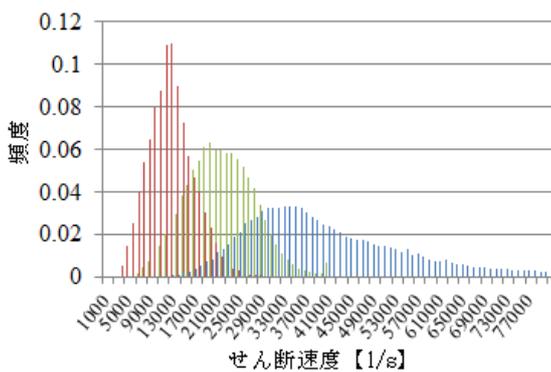


図 7-2. 回転数・最大せん断速度分布データ
(高粘度流体)

数の違いによるせん断力の差を補うことができないと考えられた。(図8)例えば、9000 rpmで10回ホモジナイザーを通過した高粘度流体の90%以上が受けるせん断力を、7000 rpmによる繰り返し処理で達成することは困難である。(図9)乳液の製造においては、これまで解析してきた少量用ホモジナイザーよりおよそ5倍の

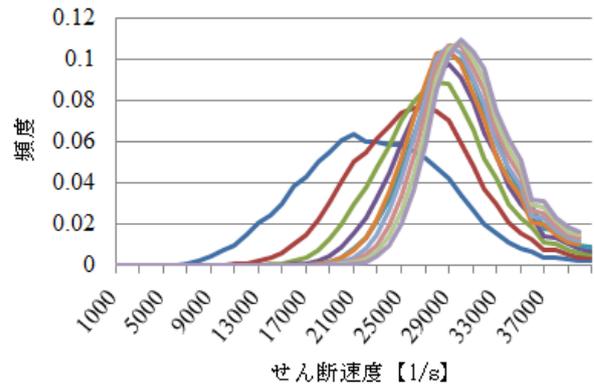


図 8. パス回数による最大せん断速度分布の推移
(7000rpm)

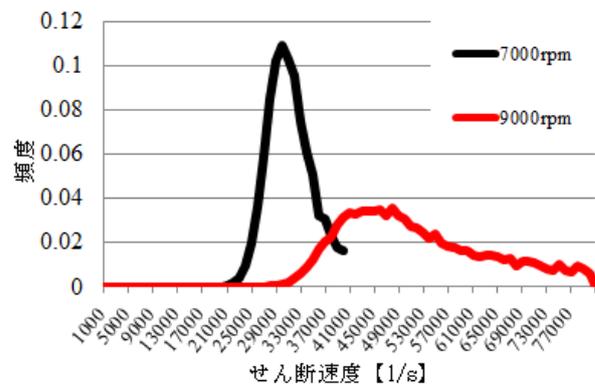


図 9. 10 パス時の最大せん断速度分布の比較

大きさのホモジナイザーを用いることが多い。大容量用ホモジナイザーは、少量用とほぼ同じ機構であるが、サイズが違うため、回転によって流体に与えるせん断力およびその分布は異なる。乳液の処方ごとに、目的とする乳化物を得るために必要なせん断力を最大せん断力分布から求めることで、スケールアップの指標を設定できると考えられた。

まとめ、今後の課題

我々は、粒子法解析により、ホモジナイザーが流体に与えるせん断力および本設備を通過した流体が、その過程で受ける最大せん断力の分布を把握することに成功した。この結果から、目的とする乳液の製造のために必要なせん断力を算出することができるようになった。この必要せん断力がスケールアップの指標として有効と考えられた。今後、実際の乳液製造に使用する大容量用ホモジナイザーのせん断力について解析を行うとともに、そこから算出したスケールアップ指標の設定および有用性の検証を行う。