

(19) 日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02011/138957

発行日 平成25年7月22日(2013.7.22)

(43) 国際公開日 平成23年11月10日(2011.11.10)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
A 2 3 D 9/04 (2006.01)	A 2 3 D 9/04	4 B 0 2 6
C 1 1 B 3/00 (2006.01)	C 1 1 B 3/00	4 H 0 5 9

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 14 頁)

出願番号	特願2012-513829 (P2012-513829)	(71) 出願人	000000387 株式会社 A D E K A 東京都荒川区東尾久7丁目2番35号
(21) 国際出願番号	PCT/JP2011/060580	(74) 代理人	100076532 弁理士 羽鳥 修
(22) 国際出願日	平成23年5月6日(2011.5.6)	(74) 代理人	100143856 弁理士 中野 廣己
(31) 優先権主張番号	特願2010-107499 (P2010-107499)	(72) 発明者	山下 敦史 東京都荒川区東尾久7丁目2番35号 株式会社 A D E K A 内
(32) 優先日	平成22年5月7日(2010.5.7)	(72) 発明者	根津 亨 東京都荒川区東尾久7丁目2番35号 株式会社 A D E K A 内
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 食用油脂の精製方法

(57) 【要約】

【課題】油脂中の比較的分子量の塩素化合物、例えば、3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物を低減することができる食用油脂の精製方法を提供すること。

【解決手段】油脂を水存在下で加圧しながら加熱する工程を含むことを特徴とする食用油脂の精製方法であり、加熱時の水が亜臨界状態であること、水の存在量が油脂100質量部に対し25~400質量部であること、加熱する前記工程を密閉容器中又は流通式反応容器で行うことが好ましい。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

油脂を水存在下で加圧しながら加熱する工程を含むことを特徴とする食用油脂の精製方法。

【請求項 2】

加熱時の前記水が亜臨界状態であることを特徴とする請求項 1 記載の食用油脂の精製方法。

【請求項 3】

前記水の存在量が前記油脂 100 質量部に対し 25 ~ 400 質量部であることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の食用油脂の精製方法。

10

【請求項 4】

加熱する前記工程を密閉容器中で行うことを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の食用油脂の精製方法。

【請求項 5】

加熱する前記工程を流通式反応容器中で行うことを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の食用油脂の精製方法。

【請求項 6】

予備加熱した油脂を使用することを特徴とする請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の食用油脂の精製方法。

20

【請求項 7】

請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の食用油脂の精製方法によって得られた食用油脂。

【請求項 8】

請求項 7 記載の食用油脂を使用して得られた飲食品。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、食用油脂の精製方法に関する。

【背景技術】**【0002】**

食用油脂の精製は、その起源に関係なく、通常は、脱ガム工程、脱酸工程、脱色工程、脱臭工程の順に行なわれる。これらの油脂の精製工程により、不純物が少なく、酸価が低く、着色がなく、臭いのない食用油脂が得られる。なお、サラダ油など、低温下でも油脂結晶を生成させないことが必要である食用油脂の製造の場合や、原料油脂としてロウ分の多い油脂を使用した場合には、上記精製工程に脱ロウ工程が付加されることがある。

30

【0003】

脱ガム工程とは、油脂に溶存するリン脂質などのガム質をリン酸処理等により沈殿・分離し、除去する工程である。

脱酸工程とは、油脂に含まれる遊離脂肪酸をアルカリで中和処理して、生じたセッケンを除去する工程である。

脱色工程とは、色素成分や他の微量成分を、活性白土等の吸着剤で除去する工程である。

40

脱臭工程とは、減圧下で加熱した油脂に水蒸気を吹き込み、揮発性成分を蒸留し、除去する工程である。

【0004】

しかし、上述の精製工程を経て得られた食用油脂中にも、不純物が一部存在することが知られている。例えば、酸やアルカリに反応せず、吸着剤にも吸着されない、揮発性の低い成分は、上記精製工程では十分には除去できないし、また、最終の脱臭工程で副生する物質も除去することができない。

【0005】

このような除去することができない物質の例として塩素化合物がある。

50

塩素化合物としては、例えば農薬の一部やダイオキシン等が有名であるが、これらは油脂原料となる植物体や動物体において規制がなされているため、通常は食用油脂に含まれるものではない。

また、存在する場合であっても、食用油脂の製造において、農薬やダイオキシンの除去には超臨界状態の二酸化炭素による抽出除去が有効であることが知られている。(特許文献1)

【0006】

しかし、最近の知見では、これらの塩素化合物に比べて比較的分子量の塩素化合物、例えば、3-モノクロロ-プロパンジオールやそのエステル化合物が、精製された食用油脂中に微量含まれていること、その除去には有効な方法がないことがわかってきた。(非特許文献1参照)

10

【0007】

食用油脂に含まれるこの比較的分子量の塩素化合物は、例えば、蛋白質の酸加水分解で得られる蛋白質加水分解物に含まれる量に比べれば極めて微量であるが、除去することが好ましい。

【0008】

上述の蛋白質加水分解物や、アミノ酸の製造においては、比較的分子量の塩素化合物の除去方法についての研究が活発であり、該比較的分子量の塩素化合物の除去方法として、超臨界状態の二酸化炭素による抽出除去(例えば、特許文献2参照)、アルカリと加熱による分解(例えば特許文献3、4参照)が提案されている。

20

【0009】

しかし、特許文献1に記載の方法は、比較的分子量の塩素化合物に対する効果の記載がないことに加え、超臨界状態の二酸化炭素により油脂も溶解してしまうため、得られる精製食用油脂の量が極めて少なくなってしまう、すなわち食用油脂の収率が極めて悪いという問題があった。

【0010】

また、特許文献2に記載の方法は、超臨界状態の二酸化炭素によりアミノ酸水溶液又は粉末状のアミノ酸から油性成分を抽出除去するものであり、油脂を抽出することでそれに溶解している塩素化合物も除去されるものであるため、油脂中に溶解している塩素化合物を除去する方法に応用することはできない。

30

【0011】

さらに、特許文献3、4に記載の方法は、油脂に応用する場合は、精製された油脂に再びアルカリ溶液を添加する必要があり、その場合、アルカリによる油脂の着色や分解がおきるため、再び、脱色・脱臭を行わねばならないという問題がある。

【0012】

このように、食用油脂中の比較的分子量の塩素化合物、例えば、3-モノクロロ-プロパンジオールやそのエステル化合物を除去する方法は現在開発されておらず、また、一般の飲食品に適用される方法を応用することも不可能であるため、新しい食用油脂の精製方法が求められている。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0013】

【特許文献1】特開2003-009777号公報

【特許文献2】特開平02-244361号公報

【特許文献3】特開平07-330793号公報

【特許文献4】特開平02-135056号公報

【非特許文献】

【0014】

【非特許文献1】WATKINS Catherine Inform Vol.20 No.4 Page.200-202Vol.20 2009

【発明の概要】

50

【発明が解決しようとする課題】**【0015】**

したがって、本発明の目的は、食用油脂中の比較的分子量の塩素化合物、例えば、3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物を低減することができる食用油脂の精製方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】**【0016】**

本発明者等は、上記目的を達成すべく種々検討していたところ、食用油脂の精製の脱臭工程で行われる減圧蒸留に代えて、まったく逆に、食用油脂を加圧しながら水蒸気と接触させると、得られる食用油脂中の比較的分子量の塩素化合物、例えば、3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物含量を有意に低減させることができることを見出した。

10

すなわち、本発明は、上記知見に基づいてなされたもので、油脂を水存在下で加圧しながら加熱する工程を含むことを特徴とする食用油脂の精製方法を提供するものである。

【発明の効果】**【0017】**

本発明の食用油脂の精製方法によると、油脂の収率を下げることなく、食用油脂中の比較的分子量の塩素化合物、例えば、3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物含量を有意に低減させることができ、従来より有意に、3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物含量が低減された食用油脂を得ることができる。

20

【発明を実施するための形態】**【0018】**

以下に、本発明の食用油脂の精製方法について、その好ましい実施形態に基づき、詳細に説明する。

本発明に使用する食用油脂としては、特に限定されず、例えば、パーム油、パーム核油、ヤシ油、コーン油、オリーブ油、綿実油、大豆油、菜種油、米油、ヒマワリ油、サフラワー油、牛脂、乳脂、豚脂、カカオ脂、シア脂、マンゴー核油、サル脂、イリッペ脂、魚油、鯨油等の各種植物油脂、動物油脂並びにこれらを水素添加、分別及びエステル交換から選択される一又は二以上の処理を施した加工油脂を使用することができる。本発明においては、これらの食用油脂を単独で用いることもでき、又は2種以上を組み合わせ用いることもできる。

30

【0019】

本発明に使用する水としては、特に限定されず、例えば、水道水、ミネラルウォーター、イオン交換処理水、蒸留水を使用することができる。本発明においては、これらの水を、単独で用いることもでき、又は二種以上を組み合わせ用いることもできる。

【0020】

本発明の食用油脂の精製方法は、上記油脂を上記水存在下で加圧しながら加熱する工程を含むものである。

そこで、以下に、上記油脂を水存在下で加圧しながら加熱する工程について述べる。

【0021】

40

本発明では、上記油脂を加圧しながら加熱する場合、加熱温度は高温であるほど、また加圧条件は高圧であるほど、3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物の除去率は高まる。そのため、水の超臨界点(374、及び、22MPa)以上の条件、すなわち、水が超臨界状態となる条件であってもよいが、超臨界状態となる条件においては、3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物の除去率は高いものの、トリグリセリドが分解されてしまったり、油脂にもともと含まれる抗酸化成分や抗酸化剤が分解されてしまうという問題、さらには、超臨界状態の水に油脂が溶解することにより、食用油脂の収率が低下してしまうという問題が生じるため、できるだけ高温高圧であって、且つ水の超臨界点未満である条件、すなわち、加熱時の水が亜臨界状態である条件が好ましい。

50

【0022】

ここで、本発明の食用油脂の精製方法において、亜臨界状態とは、上記水の超臨界点未満の温度であって、その温度における飽和蒸気圧以上の高温高圧状態をいう。この場合の好ましい加熱温度と加圧条件について述べると、加熱温度は好ましくは150～370、より好ましくは200～350、さらに好ましくは200～300であり、且つ、加圧条件は好ましくは0.3～2.1MPa、より好ましくは1～2.0MPa、さらに好ましくは1～1.7MPaである。加熱温度が150未満又は加圧条件が0.3MPa未満であると、比較的分子量の塩素化合物、例えば、3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物の除去率が低下し、加熱温度が370超又は加圧条件が2.1MPa超であると、油脂の収率が低下するおそれがある。

10

【0023】

本発明の食用油脂の精製方法における水の添加量（存在量）は、油脂100質量部に対し、好ましくは25～400質量部、より好ましくは、65～150質量部である。25質量部未満であると、比較的分子量の塩素化合物、例えば、3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物の除去率が低下し、400質量部を超えると油脂の収率が低下するおそれがある。

【0024】

なお、本発明の加熱及び加圧は密閉容器中でも流通式反応容器中でも可能である。

【0025】

密閉容器で行う場合の具体的な方法としては以下のような例を挙げることができる。油脂と水をポンプ等で加熱機付きの密閉可能な反応容器に移送し、容器を密閉し、加熱機で所定温度まで昇温し、設定温度下で、所定圧力条件であることを確認しながら所定時間保持する。

20

本発明の食用油脂の精製方法において、上記加熱温度及び上記加圧条件における反応時間は、密閉容器で行う場合、好ましくは2～40分、より好ましくは2～25分、さらに好ましくは2～12分である。

【0026】

そして、上記加熱及び加圧後、好ましくは水を除去する。水の除去方法としては例えば、冷却して水を液状にもどしてから静置して自然分離させる方法、遠心分離する方法や、ヘキサンやジエチルエーテル等の溶剤で油脂を抽出する方法を挙げることができる。

30

【0027】

流通式反応容器で行う場合の具体的な方法としては以下のような例を挙げることができる。

流通式反応を行うための装置の例としては、高圧ポンプ、加熱機付き反応容器、冷却機、背圧弁装置からなる連続処理装置が挙げられる。まず、油脂と水を高圧ポンプにより加熱機付き反応容器に移送する。なお、加熱機付き反応容器に移送する前にあらかじめ予備加熱装置により、油脂と水は別個に又は混合してから予備加熱されることが昇温時間を短縮することができるため好ましく、その場合、油脂と水は別個に予備加熱されることが、ジグリセリドの副生を抑制することが可能な点で好ましい。なお、予備加熱における加熱温度は好ましくは60～350、より好ましくは100～300、最も好ましくは反応の設定温度の上下10以内である。

40

そして、反応容器内で設定温度・圧力下で所定の時間滞留させる。

本発明の食用油脂の精製方法において、上記加熱温度及び上記加圧条件における反応時間は、流通式反応容器で行う場合、好ましくは1～30分、より好ましくは1～20分、さらに好ましくは1～15分である。なお、連続式反応の場合は滞留時間を反応時間とするのが一般的である。

次いで冷却機により、安全な温度・圧力まで冷却し、水と油脂の混合物である反応液を回収する。なお、反応容器内の圧力の制御は、冷却機の前または後、好ましくは冷却機の後に設置する背圧弁装置により調整する。そして、上記反応液から、好ましくは水を除去する。水の除去方法としては例えば、静置して自然分離させる方法、遠心分離する方法や、

50

ヘキサンやジエチルエーテル等の溶剤で油脂を抽出する方法を挙げることができる。

【0028】

なお、本発明の加熱及び加圧は上述のように、密閉容器中でも流通式反応容器中でも可能であるが、予備加熱装置や背圧弁装置が必要なく、設備が簡便である点では密閉容器で行うことが好ましいが、反応開始前に予備加熱装置を挿入することが容易であり、そのため、トータルの反応時間を短縮することができ、さらにジグリセリド含量の低い精製油脂を短時間の反応時間で得ることが可能な点で、流通式反応容器で行うことが好ましい。

【0029】

従来の油脂の精製工程は前述のとおり、脱ガム工程、脱酸工程、脱色工程、脱臭工程からなるが、本発明の食用油脂の精製方法では、上記水存在下で加圧しながら加熱する工程を、上述の精製工程のどの部分に挿入してもよく、脱ガム工程の前や、あるいは、脱臭工程の後に行ってもよいが、塩素化合物が脱臭工程で生成する可能性を考慮すると、最後の脱臭工程の後に行なうことが好ましい。

10

【0030】

なお、脱臭工程の後に、上記水存在下で加圧しながら加熱する工程を行う場合には、加熱する工程の後に、さらに脱臭工程を行なうことが好ましい。この場合は、上記水存在下で加圧しながら加熱する工程により、比較的分子量の塩素化合物、例えば、3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物、さらには、それらの前駆体が除去されているため、この脱臭工程により塩素化合物が増加することがない。

20

【0031】

得られた食用油脂は、比較的分子量の塩素化合物含量、特に3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物の含量が極めて低いという特徴を有する。なお、一般的な食用油脂中の3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物含量は食用油脂の種類によって異なるが、精製処理された油脂であれば通常は油種によっては0.5~5 ppm程度であるのに対し、本発明の精製方法で精製された食用油脂中の3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物含量は0~3 ppmとなる。

【0032】

本発明の精製方法で得られた食用油脂は、一般の食用油脂同様に、飲食品の製造に使用することができる。その場合、得られる飲食品は、従来の精製方法で得られた食用油脂を使用した飲食品に比べ、食用油脂中の比較的分子量の塩素化合物の含有量、特に3-モノクロロ-プロパンジオール含量及びそのエステル化合物の含量が低下しているという特徴を有する。

30

【0033】

上記飲食品の例としては、例えば、マーガリン、ショートニング、ファットスプレッド、風味ファットスプレッド、ドレッシング、マヨネーズ、冷菓、スプレー用油脂、フライ用油脂、チョコレート用油脂、バター用油脂等の油脂加工食品をはじめ、フラワーペースト、餡等の製菓製パン用素材、洋菓子、和菓子、パン、スナック、カレー、シチュー、グラタン、調味料、即席調理食品、畜産加工品、水産加工品、野菜加工品の油脂を使用する飲食品を挙げることができる。

40

【実施例】

【0034】

以下、実施例をもって本発明をさらに詳細に説明する。しかしながら、本発明は以下の実施例によって何ら制限を受けるものではない。

【0035】

〔実施例1~3・比較例1〕

油脂として、パーム油を用い、該パーム油を、常法により脱ガム、脱酸、漂白、及び脱臭し、精製パーム油を得た(比較例1)。この精製パーム油1.0gを、長さ5cm、内径1cm、厚さ1.8mmのSUS316製管に水1.0gと共に入れ、気相を窒素置換してから両端をスクリュウキャップで密閉した試料を7個用意した。これらを、オイルバ

50

ス中で、それぞれ、150 で180分間加熱（実施例1）、200 で10分、20分及び40分加熱（実施例2）、250 で10分、20分及び40分加熱（実施例3）した。なお、この加熱の際の圧力は、実施例1では0.5MPa、実施例2では1.5MPa、実施例3では4MPaとし、水を亜臨界状態とした。続いて、これらの加熱後の試料を、60 まで冷却し、水と油脂との混合物を、3000回転、15分の遠心分離によって油相と水相に分離し、油相を回収した。

得られた各試料における油相中の3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物について、それぞれDGF（ドイツ油化学会）のStandard Methods C-III 18 (09)法に従い定量を行った。この定量方法は、エステルの加水分解、フェニルボロン酸による誘導体化の前処理を経て、3-モノクロロ-プロパンジオールをフェニルボロン酸誘導体とし、GC/MSにより定量を行うものである。表1に結果を示す。

また、併せて、反応後の油相中のジグリセリド含量を測定した。この定量にはAOC S「Ce 5c-93」に従い、HPLCを用いて行った。表2に結果を示す。

【0036】

【表1】

油相中の3-モノクロロ-プロパンジオール濃度[ppm]

	反応温度	反応時間				
		0分	10分	20分	40分	180分
比較例1	-	3.54	-	-	-	-
実施例1	150°C	3.54	-	-	-	2.37
実施例2	200°C	3.54	1.95	0.98	0	-
実施例3	250°C	3.54	0.74	0.44	0	-

【0037】

【表2】

油相中のジグリセリド含量[%]

	反応温度	反応時間				
		0分	10分	20分	40分	180分
比較例1	-	7.5	-	-	-	-
実施例1	150°C	7.5	-	-	-	8.4
実施例2	200°C	7.5	8.8	9.8	11.3	-
実施例3	250°C	7.5	8.8	13.8	-	-

【0038】

上記表1の結果より、150 180分の反応である実施例1では、3-モノクロロ-プロパンジオールは3.54ppmから2.37ppmまで減少したのに対し、温度を200 に上げた実施例2では、20分で0.98ppmまで減少し、さらに40分後には検出限界以下となった。また、反応温度を250 に上げた実施例3では、20分で0.44ppmまで減少し、40分で検出限界以下であった。このように、反応温度が高く圧力が高いほど短い反応時間で3-モノクロロ-プロパンジオール量が減少していることがわかる。

また、上記表2の結果より、反応時間の延長、反応温度の上昇に伴いジグリセリド含量が増加していることがわかる。

【0039】

〔実施例4～11〕

油脂として、実施例1と同様、精製パーム（比較例1）を用い、反応器として流通式反応容器（長さ16cm、内径4cm、厚2.0mmのSUS316製管）を使用して加熱

加圧処理を行った。なお、油脂及び水は流通式反応容器に移送する前に予備加熱装置により、それぞれ反応の設定温度に加熱した。そして該加熱した油脂と水を1：1の質量比で混合した後に、150 で滞留時間5分（実施例4）、200 で滞留時間5分（実施例5）、250 で滞留時間5分（実施例6）、270 で滞留時間5分（実施例7）、150 で滞留時間10分（実施例8）、200 で滞留時間10分（実施例9）、250 で滞留時間10分（実施例10）、270 で滞留時間10分（実施例11）の処理を行った。なお、この際の圧力は高圧ポンプと冷却機の後に設置した背圧弁装置の圧力差により、実施例4では0.4 MPa、実施例5では2.0 MPa、実施例6では4.5 MPa、実施例7では6.0 MPa、実施例8では0.4 MPa、実施例9では2.0 MPa、実施例10では4.5 MPa、実施例11では6.0 MPaとし、水を亜臨界状態とした。加熱後の試料は冷却機で60 まで冷却し、得られた水と油脂の混合物である反応液を、3000回転、15分の遠心分離によって油相と水相に分離し、油相を回収した。回収した油相は、3～7 Torr、230 で1時間の脱臭処理を行った。この間の水蒸気吹き込み量は対油2%（w/w）であった。

得られた各試料における油相中の3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物の定量、ジグリセリド含量の測定については、実施例1同様に行った。結果を表3に示す。

【0040】

【表3】

	反応温度	3-モノクロロ-プロ パンジオール含量 [ppm]	ジグリセリド含量 [%]
比較例1	-	3.54	7.5
実施例4	150°C	2.88	7.5
実施例5	200°C	2.05	7.7
実施例6	250°C	0.95	7.8
実施例7	270°C	0.52	8
実施例8	150°C	2.68	7.6
実施例9	200°C	1.15	7.8
実施例10	250°C	0.49	8.3
実施例11	270°C	0.3	9

【0041】

上記表3の結果より、滞留時間5分の条件下では、3-モノクロロ-プロパンジオールは、150（実施例4）で3.54 ppmから2.88 ppmまで減少したのに対し、温度を200 に上げた実施例5では、2.05 ppmまで減少し、さらに250 に上げた実施例6では0.95 ppm、270 に上げた実施例7では0.52 ppmとなった。このように、反応温度が高く圧力が高いほど3-モノクロロ-プロパンジオール量が減少していることがわかる。

なお、滞留時間5分を10分に延長した場合、3-モノクロロ-プロパンジオールは、150（実施例4）（実施例8）で2.88 ppmから2.68 ppmまで減少したのに対し、200（実施例5）（実施例9）で2.05 ppmが1.15 ppmに、さらに250（実施例6）（実施例10）で0.95 ppmが0.49 ppmに、270 に上げた実施例7では0.52 ppmが0.3 ppmとなった。このように、反応温度が200 以上であると、3-モノクロロ-プロパンジオールの減少量が大きいことがわかる。

また、ジグリセリド含量については、滞留時間5分の条件下では150～270 の全ての温度で含有量の増加はほとんど見られなかったが、滞留時間10分の条件下では、1

50～200 では滞留時間5分と10分では含有量はほぼ同一であるが、250～270 では滞留時間5分と10分では若干の増加が見られた。

【0042】

ここで、実施例2の3-モノクロロ-プロパンジオール含量(表1)及びジグリセリド含量(表2)と、実施例5の3-モノクロロ-プロパンジオール含量及びジグリセリド含量(表3)を比較するとわかるように、密閉式容器を使用した場合、200 10分で3-モノクロロ-プロパンジオール含量が1.95 ppm、ジグリセリド含量が8.8%であるのに対し、予備加熱を行い、流通式反応容器を使用した場合、200 10分で3-モノクロロ-プロパンジオール含量が1.15 ppm、その条件のジグリセリド含量が7.8%と、密閉式容器を使用した場合に比べ、圧力がやや高いものの、3-モノクロロ-プロパンジオール含量とジグリセリドの含量が共に低く、ジグリセリドの副生を抑制しながら3-モノクロロ-プロパンジオール含量の低減が可能であることがわかる。

10

また、実施例3の3-モノクロロ-プロパンジオール含量(表1)及びジグリセリド含量(表2)と、実施例6の3-モノクロロ-プロパンジオール含量及びジグリセリド含量(表3)を比較するとわかるように、密閉式容器を使用した場合、250 10分で3-モノクロロ-プロパンジオール含量が0.74 ppm、20分で0.44 ppmであり、その条件のジグリセリド含量が8.8%、13.8%であるのに対し、予備加熱を行い、流通式反応容器を使用した場合、250 10分で3-モノクロロ-プロパンジオール含量が0.69 ppm、その条件のジグリセリド含量が8.3%と、密閉式容器を使用した場合に比べ、圧力がやや高いものの、3-モノクロロ-プロパンジオール含量とジグリセリドの含量が共に低く、ジグリセリドの副生を抑制しながら3-モノクロロ-プロパンジオール含量の低減が可能であることがわかる。

20

【0043】

〔比較例2〕

油脂として、実施例1と同様、精製パーム(比較例1)を用い、反応器として実施例4～11で使用したものと同一の流通式反応容器(長さ16cm、内径4cm、厚2.0mmのSUS316製管)を使用し、水を混合することなく油脂のみを加圧しながら加熱した。なお、油脂は流通式反応容器に移送する前に予備加熱装置により、250 に加熱した。そして250 で滞留時間5分の処理を行った。なお、この際の圧力は高圧ポンプと冷却機の後に設置した背圧弁装置の圧力差により、4.5MPaとした。加熱後の試料は冷却機で60 まで冷却した。

30

得られた試料における油相中の3-モノクロロ-プロパンジオールとそのエステル化合物の定量、ジグリセリド含量の測定については、実施例1同様に行なった。結果を表4に示す。

【0044】

【表4】

	反応温度	3-モノクロロ-プロ パンジオール含量 [ppm]	ジグリセリド含量 [%]
比較例2	250°C	3.58	7.7

40

【0045】

上記表4の結果より、無水状態で油脂を加圧しながら加熱処理した場合には、3-モノクロロ-プロパンジオールの含量は上述の比較例1の3.54 ppmと同一であり、3-モノクロロ-プロパンジオールの低減効果がないことがわかる。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/060580

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER A23D9/04(2006.01)i, C11B3/14(2006.01)i		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) A23D9/04, C11B3/14		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2011 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2011 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2011		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) CAplus/REGISTRY (STN), JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamII)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X/Y/A	JP 2007-325522 A (Ariake Japan Co., Ltd.), 20 December 2007 (20.12.2007), claims; paragraphs [0017] to [0044] (Family: none)	1, 3, 5-8/4/2
Y	JP 2009-81 A (Dainippon Printing Co., Ltd.), 08 January 2009 (08.01.2009), claims; paragraphs [0030] to [0057] (Family: none)	4
P, X/P, A	JP 2011-74358 A (The Nisshin Oillio Group, Ltd.), 14 April 2011 (14.04.2011), entire text (Family: none)	7, 8/1-6
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents:		"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		"&" document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search 06 July, 2011 (06.07.11)	Date of mailing of the international search report 19 July, 2011 (19.07.11)	
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Authorized officer	
Facsimile No.	Telephone No.	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/060580

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P,X/P,A	WO 2010/126136 A1 (Fuji Oil Co., Ltd.), 04 November 2010 (04.11.2010), entire text (Family: none)	7, 8/1-6
A	JP 2005-245271 A (Miura Co., Ltd.), 15 September 2005 (15.09.2005), entire text (Family: none)	1-8
A	JP 2002-263403 A (Kaneka Corp.), 17 September 2002 (17.09.2002), entire text & US 2003/0029815 A1	1-8

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP2011/060580									
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. A23D9/04(2006.01)i, C11B3/14(2006.01)i											
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. A23D9/04, C11B3/14											
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2011年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2011年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2011年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2011年	日本国実用新案登録公報	1996-2011年	日本国登録実用新案公報	1994-2011年
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2011年										
日本国実用新案登録公報	1996-2011年										
日本国登録実用新案公報	1994-2011年										
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語) CAplus/REGISTRY (STN), JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamII)											
C. 関連すると認められる文献											
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号									
X/Y/A	JP 2007-325522 A (アリアケジャパン株式会社) 2007.12.20, 特許請求の範囲、【0017】～【0044】 (ファミリーなし)	1, 3, 5-8/4/2									
Y	JP 2009-81 A (大日本印刷株式会社) 2009.01.08, 特許請求の範囲、【0030】～【0057】 (ファミリーなし)	4									
P, X/P, A	JP 2011-74358 A (日清オイリオグループ株式会社) 2011.04.14, 全文 (ファミリーなし)	7, 8/1-6									
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。											
* 引用文献のカテゴリー		の日の後に公表された文献									
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの		「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの									
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの		「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの									
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)		「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの									
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献		「&」同一パテントファミリー文献									
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願											
国際調査を完了した日 06.07.2011		国際調査報告の発送日 19.07.2011									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 滝口 尚良	4N 8927								
		電話番号 03-3581-1101	内線 3488								

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP2011/060580
C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
P, X/P, A	WO 2010/126136 A1 (不二製油株式会社) 2010.11.04, 全文 (ファミリーなし)	7, 8/1-6
A	JP 2005-245271 A (三浦工業株式会社) 2005.09.15, 全文 (ファミリーなし)	1-8
A	JP 2002-263403 A (鐘淵化学工業株式会社) 2002.09.17, 全文 & US 2003/0029815 A1	1-8

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(72)発明者 近藤 和也

東京都荒川区東尾久7丁目2番35号

株式会社A D E K A内

Fターム(参考) 4B026 DC05 DP10

4H059 BC03 BC13 CA02 CA13 CA64 CA72 CA73 CA96

(注)この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。