

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7535567号
(P7535567)

(45)発行日 令和6年8月16日(2024.8.16)

(24)登録日 令和6年8月7日(2024.8.7)

(51)国際特許分類

F I

C 1 1 B 1/10 (2006.01)

C 1 1 B 1/10

A 2 3 D 9/02 (2006.01)

A 2 3 D 9/02

B 0 1 D 11/00 (2006.01)

B 0 1 D 11/00

請求項の数 14 (全12頁)

(21)出願番号	特願2022-502909(P2022-502909)	(73)特許権者	522019591
(86)(22)出願日	令和2年7月17日(2020.7.17)		エールベ プロセス ソシエテ アノニム
(65)公表番号	特表2022-541516(P2022-541516 A)		スイス国, 1 2 2 2 ベズナ, シュマン
(43)公表日	令和4年9月26日(2022.9.26)	(74)代理人	100099759
(86)国際出願番号	PCT/EP2020/070245		弁理士 青木 篤
(87)国際公開番号	WO2021/009337	(74)代理人	100123582
(87)国際公開日	令和3年1月21日(2021.1.21)		弁理士 三橋 真二
審査請求日	令和5年6月26日(2023.6.26)	(74)代理人	100108903
(31)優先権主張番号	19187069.0		弁理士 中村 和広
(32)優先日	令和1年7月18日(2019.7.18)	(74)代理人	100123593
(33)優先権主張国・地域又は機関	欧州特許庁(EP)		弁理士 関根 宣夫
		(74)代理人	100208225
			弁理士 青木 修二郎
		(74)代理人	100217179

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 米ぬか油及び米ぬかワックスを別々に抽出する方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

以下の工程を含む、米ぬか油及び米ぬかワックスを別々に抽出する方法：

(a) 米ぬか(15)を含む抽出容器(13)を提供し、前記抽出容器(13)を通して、100～1000 barの範囲内の抽出圧力p1及び50～80の範囲内の抽出温度T1で、超臨界CO₂(12)を浸透させることを含む、抽出工程；

(b) 工程(a)からの前記超臨界CO₂と、油及びワックスを含む抽出物(17)とを第1の分離容器(21)に移し、圧力を前記抽出圧力p1より低い第1の分離圧力p2に低下させて、超臨界CO₂から米ぬか油を含む第1の生成物(23)を沈殿させ、抽出工程(a)の抽出温度T1よりも高い第1の分離温度T2まで温度を上昇させることを含む、第1の分離工程；並びに

(c) 工程(b)からの超臨界CO₂及び残りの抽出物(29)を第2の分離容器(33)に移し、圧力を前記第1の分離圧力p2より低い第2の分離圧力p3に低下させ、抽出工程(a)の抽出温度T1よりも低い第2の分離温度T3まで温度を低減させて、気体CO₂から米ぬかワックスを含む第2の生成物(35)を沈殿させることを含む、第2の分離工程。

【請求項 2】

前記抽出工程(a)の抽出圧力p1が、100～600 barの範囲内にある、請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

10

20

前記抽出工程 (a) の抽出圧力 p_1 が、 $200 \sim 600 \text{ bar}$ の範囲内にある、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記抽出工程 (a) の抽出圧力 p_1 が、 $300 \sim 600 \text{ bar}$ の範囲内にある、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記抽出工程 (a) の抽出圧力 p_1 が、 550 bar である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記抽出工程 (a) の抽出温度 T_1 が、 $55 \sim 65$ の範囲内にある、請求項 1 ～ 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 7】

前記第 1 の分離温度 T_2 が、少なくとも 65 である、請求項 1 ～ 6 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 8】

前記第 1 の分離工程 (b) のための前記第 1 の分離圧力 p_2 を、 230 bar 未満に設定する、請求項 1 ～ 7 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 9】

前記第 2 の分離工程 (c) のための前記第 2 の分離圧力 p_3 を、 73.8 bar 未満に設定する、請求項 1 ～ 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

前記第 2 の分離温度 T_3 を、 70 未満に設定する、請求項 1 ～ 9 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 11】

前記抽出工程 (a) を、 $25 \sim 45$ の溶剤 / 供給比で行う、請求項 1 ～ 10 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 12】

前記第 2 の分離工程 (c) の後の前記気体 CO_2 の温度を、前記気体 CO_2 が液状に変化する回収温度 T_4 まで低下させる回収工程 (d) を更に含む、請求項 1 ～ 11 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 13】

前記回収温度 T_4 が、最大 30 である、請求項 12 に記載の方法。

【請求項 14】

前記回収工程 (d) の後、液体 CO_2 の圧力及び温度を、前記抽出圧力 p_1 及び前記抽出温度 T_1 まで上昇させて、抽出工程 (a) における再使用のために CO_2 の状態を超臨界に変化させる、請求項 12 又は 13 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、請求項 1 に記載の米ぬか油及び米ぬかワックスを別々に抽出する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

米ぬかは、精白工業の副産物であり、品種、精白プロセス、その他の農業気候条件に応じて $10 \sim 26\%$ の油を含んでいる。米ぬかは、タンパク質、遊離脂肪酸、グリセリド、ステロール、及び多糖を含有している。最近、米ぬか中に存在しているトコフェロール、トコトリエノール、ステロール、特に特有の酸化防止剤であるオリザノールなどの栄養的に重要な化合物に起因し得るその特有の健康上の利点のために、米ぬかがある程度注目されている。

【0003】

食品、医薬品、化粧品及び化学工業での使用のための高い可能性にもかかわらず、米ぬ

10

20

30

40

50

か油の有効な大規模生産は、他の植物油と比較して油の抽出に伴うコストが高いために制限されている。

【 0 0 0 4 】

第 1 に、精白プロセスからの米ぬかは、安定化処理を施して、酵素を不活性化し、脂質酸化を阻害する必要がある。この安定化は、脂肪及びぬかの貴重な生物活性化合物の劣化を防ぐために必須である。米ぬか油の商業的抽出のために、ヘキサンを使用する溶剤抽出が、最近最も一般的に使用されている従来の方法である。米ぬか油からトリグリセリド及びステロールを回収することとは別に、抽出プロセスはまた、未精製の油中の遊離脂肪酸 (F F A : f r e e f a t t y a c i d) の回収を制限することを目的とする。精製した米ぬか油中の F F A 含有量を最小限にすることは、良好な安定性及び色の質を達成するために必須であるが、ヘキサンなどの液体抽出剤では、脂肪種子脂質の特定の基成分 (F F A など) に対する溶解性を制御することができないため、この課題を達成することは困難である。更に、ヘキサンの可燃性、毒性、及びプロセスに關与する高温により、酸化劣化の結果生じる油中のいくつかの望ましくない成分、腐敗及び異臭の発生がもたらされるため、ヘキサンの使用は更なる欠点を有する。

10

【 0 0 0 5 】

したがって、多くの研究者によって、油の抽出及び利用のための異なる他の従来にはない技術を探求する努力がなされてきた。これらの方法のいくつかは、例えば、超臨界二酸化炭素抽出、亜臨界水抽出、酵素補助プロセス、超音波補助プロセス及びマイクロ波補助プロセスである。

20

【 0 0 0 6 】

S p a r k s e t a l . 2 0 0 6 (J A O C S , V o l . 8 3 , N o . 1 0) は、2 0 ~ 3 0 M P a 及び 4 5 ~ 8 5 で、4 0 g の米ぬかのバッチ及び抽出媒体としての超臨界 C O ₂ を使用する小規模な米ぬか油抽出法を開示した。油は、サイクロンを通してることによって超臨界 C O ₂ から分離される。

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 7 】

しかしながら、低い収率及び高いコストは、米ぬか油の大規模生産におけるこれらの代替抽出方法の使用をこれまで制限してきた。

30

【 0 0 0 8 】

更なる障害は、全ての既知の抽出方法の一次生成物が米ぬか油及びワックスの混合物であることである。最終生成物の濁りを抑制するために、ワックスは、冷却及び濾過によって米ぬか油から分離されなければならない。冷却及び濾過によって「廃棄物」として得られる米ぬかワックスはそれ自体、例えば増粘剤、結合剤、可塑剤、化粧品、コーティング及びゲル化剤としての産業上の用途が増加していることが最近見出されているが、未精製の米ぬか油の脱ワックス処理は、米ぬか油の生産の複雑さ及び全体的なコストを増大させる。

【 0 0 0 9 】

したがって、本発明が解決しようとする課題は、米ぬか油及び米ぬかワックスを別々に製造することを可能にする方法を提供することである。この方法によれば、抽出された生成物は、毒性残渣を含まず、栄養的に価値のある成分の濃度が高く、従来技術に匹敵する収率で得ることができる。

40

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 1 0 】

この課題は、請求項 1 に記載の方法によって解決される。好ましい実施形態は、従属請求項の対象である。

【 0 0 1 1 】

具体的には、本発明は、米ぬか油及び米ぬかワックスを米ぬかから別々に抽出することを可能にする方法を提供する。この方法は、以下の工程を含む：

50

(a) 米ぬかを含む抽出容器を提供し、抽出容器を通して、 $100 \sim 1000 \text{ bar}$ の範囲内の抽出圧力 p_1 で、 $35 \sim 120$ の範囲内の抽出温度 T_1 及び超臨界 CO_2 を浸透させて、超臨界 CO_2 に溶解した米ぬか油及び米ぬかワックスを含む抽出物を得ること、並びに

(b) 工程 (a) からの超臨界 CO_2 及び抽出物を第 1 の分離容器に移し、抽出圧力 p_1 を第 1 の分離圧力 p_2 に低下させることによって、残りの抽出物から米ぬか油を含む第 1 の生成物を沈殿させること、並びに

(c) 工程 (b) からの超臨界 CO_2 及び残りの抽出物を第 2 の分離容器に移し、第 1 の分離圧力 p_2 を第 2 の分離圧力 p_3 に低下させて、気体 CO_2 から米ぬかワックスを含む第 2 の生成物を沈殿させること。

10

【0012】

本出願においては、以下の定義を適用する：

【0013】

本出願を通して使用するときは、「第 1 の生成物」という用語は、抽出圧力 p_1 及び抽出温度 T_1 での抽出物（とりわけ、超臨界 CO_2 中の米ぬか油及び米ぬかワックスを含む）からの沈殿物を指す。 p_1 及び T_1 の値に応じて、第 1 の生成物の組成は変化し得るが、好ましくは主成分として、米ぬか油を含有している。

【0014】

本出願を通して使用するときは、「超臨界 CO_2 」という用語は、 31 の臨界温度以上及び 74 bar の臨界圧力以上に保持されている二酸化炭素の流動状態を指す。

20

【0015】

本出願を通して使用するときは、「米ぬか」という用語は、米粒の硬い外層を指す。米ぬかは、糊粉及び果皮を組み合わせたものからなる。胚芽と一緒に、米ぬかは、全粒穀物の不可欠な部分であり、しばしば、精製された穀物の製造における精白の副産物として生じる。

【0016】

本出願を通して使用するときは、「抽出容器」という用語は、高圧耐性（ 1000 bar を超える）であり、超臨界 CO_2 を米ぬかと混合させることができる容器を指す。

【0017】

本発明者らは、驚くべきことに、抽出媒体としての超臨界 CO_2 中で、温度及び圧力を所定の範囲内に調整することによって、米ぬか油及び米ぬかワックスを、2 つの成分を含む抽出物から選択的に分離することができることを見出した。例えば、本発明の工程 (b) において、圧力を第 1 の分離圧力 p_2 まで低下させることによって、抽出物を含有している超臨界 CO_2 から米ぬか油を含有している第 1 の生成物を沈殿させることができ、一方、可溶性となっている米ぬかワックスの少なくとも大部分を超臨界 CO_2 中に保持することができる。その後、圧力を第 2 の分離圧力 p_3 に更に低減させると、超臨界 CO_2 が気体 CO_2 に変化し、その後、気体 CO_2 から米ぬかワックスを含む第 2 の生成物が分離される。これによれば、本発明の方法は、米ぬか油及び米ぬかワックスを別々に抽出するという利点を提供する。

30

【0018】

溶剤として二酸化炭素を使用することは、その適度な臨界圧力及び臨界温度のおかげで非常に便利である。更に、二酸化炭素は、非毒性の安価で環境に優しい溶剤である。

40

【0019】

本発明の好ましい実施形態では、抽出工程 (a) の抽出圧力 p_1 は、 $100 \sim 600 \text{ bar}$ の範囲内、好ましくは $150 \sim 600 \text{ bar}$ の範囲内、好ましくは $300 \sim 600 \text{ bar}$ の範囲内にあり、最も好ましくは約 550 bar である。

【0020】

好ましくは、抽出工程 (a) の抽出温度 T_1 は、 $50 \sim 80$ の範囲内、より好ましくは $55 \sim 65$ の範囲内にあり、最も好ましくは約 60 である。

【0021】

50

抽出圧力 p_1 及び抽出温度 T_1 の上記範囲内で、増加した量の米ぬか油及び米ぬかワックスを、超臨界 CO_2 により米ぬかから抽出することができる。

【0022】

本発明の好ましい実施形態では、第1の分離工程 (b) を、抽出工程 (a) の抽出温度 T_1 よりも高い第1の分離温度 T_2 で行う。

【0023】

好ましくは、前記第1の分離温度 T_2 は、少なくとも65 であり、より好ましくは70 ~ 80 の範囲内にあり、最も好ましくは約75 である。

【0024】

恒圧下で昇温すると、超臨界 CO_2 の濃度が低下するため、溶質 (米ぬか抽出物) の溶解度が低下することが見出された。そのため、抽出温度 T_1 から第1の分離温度 T_2 までの温度上昇は、米ぬか油を凝縮させ、抽出物から米ぬか油の沈殿を開始させ、その後、この沈殿物を第1の生成物として収集することができる。

10

【0025】

本発明の好ましい実施形態では、第1の分離工程 (b) のための第1の分離圧力 p_2 を、230 bar 未満、好ましくは200 bar 未満、より好ましくは170 ~ 190 bar の範囲内、最も好ましくは約180 bar の範囲内に設定する。

【0026】

本発明において、驚くべきことに、抽出圧力 p_1 を第1の分離圧力 p_2 に低下させることにより、米ぬか油を含有する第1の生成物を抽出物から効果的に分離することができる

20

【0027】

好ましくは、第2の分離工程 (c) のための第2の分離圧力 p_3 を、73.8 bar 未満、好ましくは65 bar 未満、最も好ましくは約60 bar に設定する。

【0028】

73.8 bar 未満の第2の分離圧力 p_3 の減少は、超臨界から気体への CO_2 の変化をもたらす、この変化が、第2の生成物の沈殿を促進することが見出された。

【0029】

本発明の好ましい実施形態において、第2の分離工程 (c) を、好ましくは抽出工程 (a) の抽出温度 T_1 よりも低い第2の分離温度 T_3 で行う。

30

【0030】

好ましくは、前記第2の分離温度 T_3 を、70 未満、好ましくは60 未満、より好ましくは45 ~ 55 の範囲内、最も好ましくは約50 に設定する。

【0031】

第2の分離工程のための上記の温度範囲は、米ぬかワックスの収率の増加をもたらす。好ましくは、圧力及び温度の低下は、外部エネルギーを使用せずに達せられ、例えば、単にバルブを開いて圧力を低下させ、次いで、この圧力の低下により温度の低下を生じさせることにより達せられる。これにより、本発明のプロセスのエネルギー消費を効果的に低減することができる。

【0032】

40

本発明の好ましい実施形態において、抽出工程 (a) を、25 ~ 45、好ましくは30 ~ 40、最も好ましくは約36の範囲内の溶剤 / 供給比で行い、米ぬか油及び米ぬかワックスの全体収量を最大にする。

【0033】

本出願を通して使用するときは、「溶剤 / 供給比」という用語は、超臨界 CO_2 と米ぬかとの比を指す。例えば、2の溶剤 / 供給比は、工程 (a) の培養容器中に米ぬかよりも2倍の超臨界 CO_2 が存在することを示す。

【0034】

好ましい実施形態では、本発明は、第2の分離工程 (c) の後に行う回収工程 (d) を更に含み、この回収工程 (d) では、気体 CO_2 の温度を回収温度 T_4 まで低下させ、こ

50

の温度で気体 CO_2 を液状に凝縮させる。回収温度 T_4 は、好ましくは最大 30°C であり、好ましくは $20^\circ\text{C} \sim 30^\circ\text{C}$ の範囲内にあり、最も好ましくは約 25°C である。

【0035】

好ましくは、回収工程 (d) の後、液体 CO_2 が超臨界状態とし、抽出工程 (a) で再使用できるように、液体 CO_2 の圧力及び温度を、抽出圧力 p_1 及び抽出温度 T_1 まで上昇させる。

【0036】

本発明の別の好ましい実施形態では、工程 (c) の気体 CO_2 を、温度 T_1 及び圧力 p_1 で直接的に超臨界状態にし、工程 (a) で再使用する。

【図面の簡単な説明】

10

【0037】

本発明は、添付の図面に基づいて更に説明される。これらの図は、本発明の例示的な実施形態を説明することを意図したものであり、本発明の範囲を限定することを意図したものではないことが理解される筈である。

【0038】

【図1】図1は、本発明のプロセスの概略図を示す。

【図2】図2は、抽出媒体 CO_2 の各状態の模式図を示す。

【発明を実施するための形態】

【0039】

図1は本発明のプロセス1の模式図を示している。このプロセスでは、気体 CO_2 3 をプロセス1に導入し、第1の熱交換器5で温度を回収温度 T_4 に低下させることによって、液体状態にし、液体 CO_2 貯蔵部7に貯蔵する。米ぬか15のストックを含む圧力調節された抽出容器13に、ポンプ9を用いて液体 CO_2 を移す。抽出容器13の前又は内部で、ポンプ9によって圧力を抽出圧力 p_1 に上昇させ、第2の熱交換器11によって温度は抽出温度 T_1 に調節する。したがって、「熱交換器」という用語は、広い用語で理解されるべきである。例えば、流体槽（図示せず）内に抽出容器13を配置することができ、 CO_2 装填中に、この流体槽を高温流体で満たし、抽出容器13、及びそれによりその中の CO_2 を昇温させる。温度及び圧力を調整することにより、液体 CO_2 は超臨界状態12になる。次に、米ぬか油及び米ぬかワックスを超臨界 CO_2 に含浸させるのを確実にするのに十分な時間、好ましくは1～4時間、超臨界 CO_2 に米ぬか15のストックを浸透させる。その結果、米ぬか油及び米ぬかワックスを含む米ぬか抽出物17が超臨界 CO_2 に対して可溶性となる。次に、米ぬか抽出物17が充填された超臨界 CO_2 を、第1の逆止弁19を通して第1の分離器21に移し、そこで、圧力 p_1 を、第1の分離圧力 p_2 に減少させ、例えば、第3の熱交換器（図示せず）を使用することによって、温度 T_1 を第1の分離温度 T_2 に上昇させる。圧力の低減及び温度の上昇により、第1の生成物23の沈殿がもたらされ、それにより、超臨界 CO_2 及び残りの米ぬか抽出物29の混合物から第1の生成物23が分離するようにされる。沈殿した第1の生成物23は、第1のバルブ25を通過し、第1の容器27に集められる。超臨界 CO_2 及び残りの抽出物29の混合物は、第2の逆止弁31を通して第2の分離器33に供給され、そこで圧力 p_2 を第2の分離圧力 p_3 に低下させ、温度 T_2 を第2の分離温度 T_3 に低下させる。温度を第2の分離温度 T_3 に調節するために、更なる熱交換器（図示せず）を使用することができる。第2の分離器33内の温度及び圧力の低下は、超臨界 CO_2 をその気体状態37に変化させ、気体 CO_2 37から第2の生成物35の沈殿をもたらす。第2の生成物35は、第2のバルブ39を通過し、第2の容器41に収集される。気体 CO_2 37を、第1の熱交換器5に戻し、そこで、気体 CO_2 を更に低温にして、貯蔵のために液状にすることができる。

20

30

40

【0040】

図2は、種々の圧力及び温度の条件における種々の CO_2 状態の模式図を示す。高圧かつ低温では、 CO_2 はドライアイスとして知られる固体状態101にある。これとは対照的に、低圧かつ高温では、 CO_2 は気体状態103である。 $-56.6^\circ\text{C} \sim 31.0^\circ\text{C}$ の

50

温度の範囲内で、かつ 5 . 2 b a r を超える圧力では、C O ₂ は、主として液体状態 1 0 5 である。C O ₂ をその超臨界状態 1 1 1 にするためには、少なくとも 7 3 . 8 b a r の圧力及び少なくとも 3 1 . 0 の温度が必要である。

【 0 0 4 1 】

C O ₂ の凝集状態の上記の変化は、本発明のプロセスにおいて利用される：本発明のプロセスの抽出工程 (a) のため、抽出圧力 p 1 1 1 2 及び抽出温度 T 1 1 1 3 で C O ₂ を超臨界状態 1 1 1 にする。第 1 の分離工程 (b) では、超臨界 C O ₂ 1 1 1 の圧力を第 1 の分離圧力 p 2 まで低下させ、温度を第 1 の分離温度 T 2 1 1 4 、 1 1 5 まで上昇させる。第 2 の分離工程 (c) の間、第 2 の分離圧力 p 3 及び第 2 の分離温度 T 3 1 1 6 、 1 1 7 まで、圧力及び温度をそれぞれ低下させ、そこで C O ₂ を気体状態 1 0 3 に変化させる。回収工程 (d) では、気体 C O ₂ の温度を回収温度 T 4 1 1 9 まで更に低下させ、そこで C O ₂ を液体状態 1 0 5 に変化させる。次いで、温度及び圧力をそれぞれ抽出圧力 p 1 及び抽出温度 T 1 1 1 2 、 1 1 3 まで上昇させて、C O ₂ を再度超臨界状態 1 1 1 にすることによって、抽出工程 (a) における抽出のために液体 C O ₂ を再使用することができる。

10

【実施例】

【 0 0 4 2 】

材料及び方法

実施例 1

抽出プロセス：

20

未加工の安定化米ぬか (F o r t i B r a n (登録商標) からの F O R T I V I A (登録商標) N ° 0 9 - 0 5 0 - 2 0 1 9 - 2 2 として 1 0 k g) を抽出バスケットに導入し、次いで抽出器に入れた。抽出器を、2 8 0 b a r の抽出圧力 p 1 に加圧した。超臨界 C O ₂ (2 6 7 k g) を、抽出圧力及び 6 0 の抽出温度 T 1 で抽出器中の未加工の米ぬかに浸透させた。溶剤 / 供給比は 3 6 であった。

【 0 0 4 3 】

実施例 1 において、米ぬかに含有されている初期の油 / ワックス含有率は、1 5 % の油及び 3 % のワックスであった。

【 0 0 4 4 】

分離プロセス：

30

超臨界 C O ₂ 及びその中に可溶性となっている抽出物を、第 1 の分離容器に移した。圧力を 1 8 0 b a r の第 1 の分離圧力 p 2 まで低下させ、温度を 7 5 の第 1 の分離温度 T 2 まで上昇させた。これにより、米ぬか油が超臨界 C O ₂ から沈殿し、分離容器の底部に集められた。

【 0 0 4 5 】

超臨界 C O ₂ 及び残りの抽出物を第 2 の分離容器に移し、圧力を 6 0 b a r の第 2 の分離圧力 p 3 まで低下させ、温度を 5 0 の第 2 の分離温度 T 3 まで低下させた。これらの条件下で、米ぬかワックスが気体 C O ₂ から沈殿し (大部分は液状) 、第 2 の分離容器の底部に集められた。

【 0 0 4 6 】

40

米ぬか油及び米ぬかワックスを含む第 1 及び第 2 の生成物を、即時に分離器に集めた。分離後、沈殿生成物から 7 0 でデカンテーションにより水を除去した。

【 0 0 4 7 】

米ぬか油の収率は、重量測定及び脂肪酸滴定を含む他の分析方法によって算出した。

【 0 0 4 8 】

デカンテーション及び水除去後の集めた米ぬか油及び米ぬかワックスの収率は、それぞれ 1 5 % 及び 3 % であった。したがって、米ぬか油及び米ぬかワックスの総収率は、1 8 % であった。

【 0 0 4 9 】

実施例 1 の条件及び収率を以下の表 1 に要約する：

50

【 0 0 5 0 】

【表 1】

抽出条件			分離条件		水除去(デカテーション)後の収率		
圧力 p1 (bar)	温度 T1 (°C)	溶剤/供給比	第1段階の p2/T2	第2段階の p3/T3	分離段階後の収率		総収率
280	60	36	180 bar 75°C	60 bar 50°C	第1段階	15%	18%
					第2段階	3%	

10

【 0 0 5 1 】

実施例 2 - 低圧及び低温条件

材料：

未加工の安定化米ぬか (Forti Bran (登録商標) - 長粒米タイプ A Romb o、30 秒間 8 bar の蒸気で安定化 (FORTIVIA (登録商標) による)) を出発材料として使用した。

【 0 0 5 2 】

予備的注意：米ぬか油及び米ぬかワックスの含有量は、非常に有意に変動し得る。実施例 2 に使用された米ぬかは、実施例 1 及び 3 に使用された米ぬかと同じ米ぬか油含有率、すなわち 15 % を有していたが、初期の米ぬかワックス含有率は有意に低く、すなわち 3 % ではなく単に 0.5 % であることが見出された。

20

【 0 0 5 3 】

実施例 2 では、抽出及び分離工程を、実施例 1 と同様にして実施したが、以下の表 2 に示す条件で行った。この実施例 2 の目的は、非常に低い圧力及び温度で、米ぬか油及び米ぬかワックスを別々に抽出させることが可能であることを検証することであった。このために、実際には、少量の米ぬか油のみが採取され、第 1 の分離段階で収集された。第 2 の分離段階では、米ぬかを可能な限り多く抽出及び分離しようとした。

【 0 0 5 4 】

実施例 2 の条件及び収率を以下の表 2 に要約する：

30

【 0 0 5 5 】

【表 2】

抽出条件			分離条件		水除去(デカテーション)後の収率		
p1 (bar)	T1 (°C)	溶剤/供給比	第1段階の p2/T2	第2段階の p3/T3	分離段階後の収率		総収率(**)
100	35	25	90 bar 60°C	60 bar 60°C	第1段階	0.55%(**)	1.1%(**)
					第2段階	0.45%	

40

【 0 0 5 6 】

低圧及び低温条件 (100 bar 及び 35) 下で、米ぬか油及び米ぬかワックスを別々に抽出させることが可能であることが見出された。

【 0 0 5 7 】

(**) 第 1 の分離段階の間に、実際には軽い米ぬか油の留分のみが分離され、収集されたが (全体 15 % のうちの 0.55 %)、原米ぬかに含まれる本質的に全ての米ぬかワックスの分離及び抽出が可能であった (全体 0.5 % のうちの 0.45 %) ことを検証することができた。

50

【 0 0 5 8 】

実施例 3 - 高圧及び高温条件

材料：

未加工の安定化米ぬか（F o r t i B r a n（登録商標）から F O R T I V I A（登録商標）N° 0 9 - 0 5 0 - 2 0 1 9 - 2 2 として）を出発材料として使用した（すなわち、実施例 1 と同じ）。米ぬかに含有されている初期の油 / ワックスの含有率は、1 5 % の油及び 3 % のワックスであった。

【 0 0 5 9 】

実施例 3 では抽出及び分離工程を、実施例 1 と同様にして実施したが、以下の表 3 に示す条件で行った。

【 0 0 6 0 】

実施例 3 の条件及び収率を以下の表 3 に要約する：

【 0 0 6 1 】

【表 3】

抽出条件			分離条件		水除去(デカテーション)後の収率		
p1 (bar)	T1 (°C)	溶剤/供給比	第1段階の p2/T2	第2段階の p3/T3	分離段階後の収率		総収率
550	80	12	250 bar 80°C	60 bar 50°C	第1段階	17%	20%
					第2段階	3%	

【 0 0 6 2 】

高圧かつより小さい溶剤 / 供給比では、より高い全抽出収率が得られた（合計 1 8 % ではなく合計 2 0 % ）ことが見出された。すべての米ぬか油及び米ぬかワックスは抽出されたが、より低い圧力では、共抽出されなかったいくつかの他の化合物と一緒に抽出されたと推定される。この想定は、いくつかの他の化合物、とりわけ色素粒子及び極性脂質と共に、第 1 の分離段階の間に米ぬか油が効果的に収集されたという観察に基づいている。第 2 の分離段階の間に、全てのワックスを収集した。

本発明の実施態様の一部を以下の項目 1 ~ 1 3 に記載する。

項目 1

以下の工程を含む、米ぬか油及び米ぬかワックスを別々に抽出する方法：

（ a ）米ぬか（ 1 5 ）を含む抽出容器（ 1 3 ）を提供し、前記抽出容器（ 1 3 ）を通して、1 0 0 ~ 1 0 0 0 b a r の範囲内の抽出圧力 p 1 及び 3 5 ~ 1 2 0 の範囲内の抽出温度 T 1 で、超臨界 C O ₂（ 1 2 ）を浸透させることを含む、抽出工程；

（ b ）工程（ a ）からの前記超臨界 C O ₂ と、油及びワックスを含む抽出物（ 1 7 ）とを第 1 の分離容器（ 2 1 ）に移し、圧力を前記抽出圧力 p 1 より低い第 1 の分離圧力 p 2 に低下させて、超臨界 C O ₂ から米ぬか油を含む第 1 の生成物（ 2 3 ）を沈殿させることを含む、第 1 の分離工程；並びに

（ c ）工程（ b ）からの超臨界 C O ₂ 及び残りの抽出物（ 2 9 ）を第 2 の分離容器（ 3 3 ）に移し、圧力を前記第 1 の分離圧力 p 2 より低い第 2 の分離圧力 p 3 に低下させて、気体 C O ₂ から米ぬかワックスを含む第 2 の生成物（ 3 5 ）を沈殿させることを含む、第 2 の分離工程。

項目 2

前記抽出工程（ a ）の抽出圧力 p 1 が、1 0 0 ~ 6 0 0 b a r の範囲内、好ましくは 1 5 0 ~ 6 0 0 b a r 、好ましくは 2 0 0 ~ 6 0 0 b a r の範囲内にあり、最も好ましくは約 5 5 0 b a r である、項目 1 に記載の方法。

項目 3

前記抽出工程（ a ）の抽出温度 T 1 が、5 0 ~ 8 0 の範囲内、好ましくは 5 5 ~

6 5 の範囲内にあり、最も好ましくは約 6 0 である、項目 1 又は 2 に記載の方法。

項目 4

前記第 1 の分離工程 (b) を、抽出工程 (a) の抽出温度 T_1 よりも高い第 1 の分離温度 T_2 で行う、項目 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の方法。

項目 5

前記第 1 の分離温度 T_2 が、少なくとも 6 5 であり、好ましくは 7 0 ~ 8 0 の範囲内にあり、最も好ましくは約 7 5 である、項目 4 に記載の方法。

項目 6

前記第 1 の分離工程 (b) のための前記第 1 の分離圧力 p_2 を、2 3 0 b a r 未満、好ましくは 2 0 0 b a r 未満、より好ましくは 1 7 0 ~ 1 9 0 b a r の範囲内、最も好ましくは約 1 8 0 b a r に設定する、項目 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の方法。

10

項目 7

前記第 2 の分離工程 (c) のための前記第 2 の分離圧力 p_3 を、7 3 . 8 b a r 未満、好ましくは 6 5 b a r 未満、最も好ましくは約 6 0 b a r に設定する、項目 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の方法。

項目 8

前記第 2 の分離工程 (c) を、抽出工程 (a) の抽出温度 T_1 よりも低い第 2 の分離温度 T_3 で行う、項目 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の方法。

項目 9

前記第 2 の分離温度 T_3 を、7 0 未満、好ましくは 6 0 未満、より好ましくは 4 5 ~ 5 5 の範囲内、最も好ましくは約 5 0 に設定する、項目 8 に記載の方法。

20

項目 1 0

前記抽出工程 (a) を、2 5 ~ 4 5、好ましくは 3 0 ~ 4 0 の範囲内、最も好ましくは約 3 6 の溶剤 / 供給比で行う、項目 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の方法。

項目 1 1

前記第 2 の分離工程 (c) の後の前記気体 CO_2 の温度を、前記気体 CO_2 が液状に変化する回収温度 T_4 まで低下させる回収工程 (d) を更に含む、項目 1 ~ 1 0 のいずれか一項に記載の方法。

項目 1 2

前記回収温度 T_4 が、最大 3 0、好ましくは 0 ~ 3 0 の範囲内、最も好ましくは約 5 ~ 1 5 の範囲内にある、項目 1 1 に記載の方法。

30

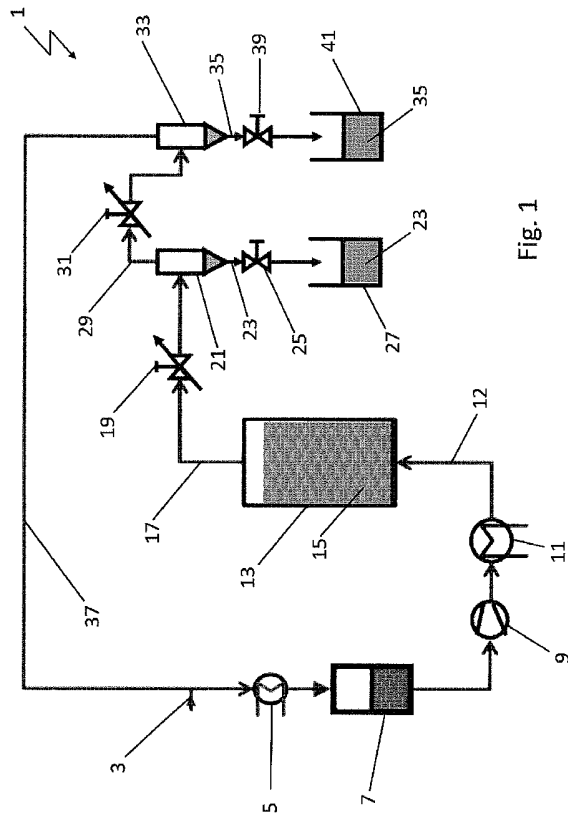
項目 1 3

前記回収工程 (d) の後、液体 CO_2 の圧力及び温度を、前記抽出圧力 p_1 及び前記抽出温度 T_1 まで上昇させて、抽出工程 (a) における再使用のために CO_2 の状態を超臨界に変化させる、項目 1 1 又は 1 2 に記載の方法。

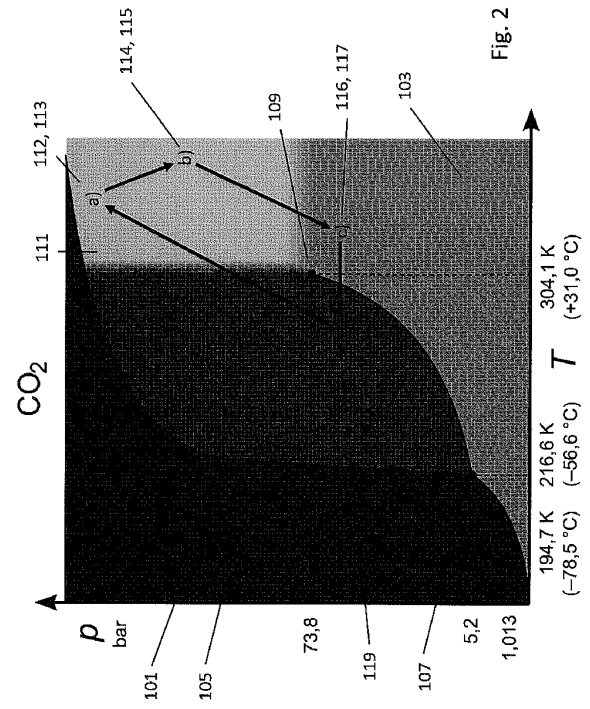
40

【 図面 】

【 図 1 】



【 図 2 】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

弁理士 村上 智史
(74)代理人 100193404
弁理士 倉田 佳貴
(72)発明者 ジェローム アブラーミ
スイス国, 6 3 0 0 ツーク, グラーベン 8
審査官 井上 恵理
(56)参考文献 特開 2 0 1 5 - 0 4 7 0 8 8 (J P , A)
特開 2 0 1 4 - 0 0 5 4 4 0 (J P , A)
特表平 0 8 - 5 0 9 7 0 4 (J P , A)
SHEN, Z. et al. , Pilot Scale Ectraction and Fractionation of Rice Bran Oil Using Supercritical Carbon Dioxide , J. Agric. Food Chem , (1997), vol.45, no.12 , pp.4540-4544
KUK, M. S. et al. , Supercritical CO2 Extraction of Rice Bran , JAOCS , (1998), vol.75, no.5 , pp.623-628
SPARKS, D. et al. , Extraction of Rice Bran lol Using Supercritical Carbon Dioxide and Propa ne , JAOCS , (2006), vol.83, no.10 , pp.885-891
TANIGUCHI, M. et al. , Treatment of Rice Bran with Supercritical Carbon Dioxide , 日本食品工業会誌 , (1987), vol.34, no.2 , pp.102-108
GARCIA, A. et al. , Supercritical Carbon Dioxide Extraction of Fatty and Waxy Material from Rice Bran , JAOCS , (1996), vol.73, no.9 , pp.1127-1131
(58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)
C 1 1 B 1 / 0 0 - 1 5 / 0 0
C 1 1 C 1 / 0 0 - 5 / 0 2
A 2 3 D 7 / 0 0 - 9 / 0 6
B 0 1 D 1 1 / 0 0 - 1 2 / 0 0
C A p l u s / R E G I S T R Y / M E D L I N E / E M B A S E / B I O S I S (S T N)
F S T A (S T N)
J S T P l u s / J M E D P l u s / J S T 7 5 8 0 (J D r e a m I I I)