

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5341299号  
(P5341299)

(45) 発行日 平成25年11月13日(2013.11.13)

(24) 登録日 平成25年8月16日(2013.8.16)

(51) Int.Cl.		F I
<b>C 0 7 K</b> 14/78	<b>(2006.01)</b>	C 0 7 K 14/78
<b>C 1 2 P</b> 21/06	<b>(2006.01)</b>	C 1 2 P 21/06
<b>C 0 7 K</b> 1/12	<b>(2006.01)</b>	C 0 7 K 1/12
<b>C 0 7 K</b> 1/34	<b>(2006.01)</b>	C 0 7 K 1/34

請求項の数 5 (全 12 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2005-380361 (P2005-380361)</p> <p>(22) 出願日 平成17年12月28日(2005.12.28)</p> <p>(65) 公開番号 特開2007-176909 (P2007-176909A)</p> <p>(43) 公開日 平成19年7月12日(2007.7.12)</p> <p>審査請求日 平成20年12月24日(2008.12.24)</p> <p>前置審査</p>	<p>(73) 特許権者 508137888 株式会社アールビーエス 島根県松江市古志原2-2-41</p> <p>(74) 代理人 100076831 弁理士 伊藤 捷雄</p> <p>(72) 発明者 岡田 芳明 東京都練馬区桜台2-47-11-206</p> <p>審査官 池上 文緒</p>
---	---

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 コラーゲンの製造方法及び低分子コラーゲン

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

乾燥魚鱗から無味、無臭の粉末状のコラーゲンを得るコラーゲンの製造方法であって、  
 ネットに入れて水戻しした乾燥魚鱗を15～25の塩酸水溶液中に10～30分間浸漬  
 させて酸処理を行う酸処理工程と、この酸処理工程で塩酸処理した魚鱗を洗浄して当該魚  
 鱗に対して1.0～1.5倍の水を添加し90以上で2～4時間加熱しつつ、この液の  
 ブリックスが8～14になるように加熱処理して魚鱗に含まれるコラーゲンを溶出させる  
 1次加熱処理工程と、この1次加熱処理工程からの固形物が含まれる加熱処理液を固液分  
 離する1回目の固液分離工程と、この1回目の固液分離工程によって分離された魚鱗に対  
 し水を加えてこれを再度前記1次加熱処理工程と同じ条件で加熱処理して魚鱗に含まれる  
 コラーゲンを溶出させる2次加熱処理工程と、この2次加熱処理工程からの固形物が含ま  
 れる加熱処理液を固液分離する2回目の固液分離工程と、前記1回目と2回目の固液分離  
 工程で分離された加熱処理液を加熱殺菌する1回目の殺菌工程と、この1回目の殺菌工程  
 を経た処理液をアルカリでpH調整した後に酵素を加えて30～70で3～10時間攪  
 拌して酵素的分解処理を行う酵素的分解処理工程と、この酵素的分解処理工程を経た酵素  
 処理液から酵素を失活させる酵素失活工程と、この酵素失活工程を経た処理液を清澄ろ過  
 するろ過工程と、このろ過工程を経たろ過液に対し脱塩処理を行なう脱塩工程と、この脱  
 塩工程を経た処理液を加熱処理して殺菌を行なう2回目の殺菌工程と、この2回目の殺菌  
 工程を経た処理液を冷却した後再度濃縮タンク内で加熱して濃縮処理する濃縮工程と、こ  
 の濃縮工程で濃縮された水分を含むコラーゲンを乾燥処理する乾燥工程とを含むことを特

10

20

徴とする、コラーゲンの製造方法。

【請求項 2】

前記酵素が、*Bacillus licheniformis*由来の酵素であることを特徴とする、請求項 1 に記載のコラーゲンの製造方法。

【請求項 3】

前記酸処理を行う魚鱗が、乾燥魚鱗を当該乾燥魚鱗に対して 2.5 ~ 4.0 倍の水に 10 ~ 14 時間浸漬したものであることを特徴とする、請求項 1 に記載のコラーゲンの製造方法。

【請求項 4】

前記乾燥魚鱗が、鯉、テラピア、すずきから選ばれた 1 種又は 2 種以上の魚鱗であることを特徴とする、請求項 1 に記載のコラーゲンの製造方法。

10

【請求項 5】

前記請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載のコラーゲンの製造方法により製造されたことを特徴とする低分子コラーゲン。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、高品質で無臭の低分子コラーゲンが得られると共に工業的生産に最適なコラーゲンの製造方法及びそのコラーゲンの製造方法により製造された低分子コラーゲンに関するものである。

20

【背景技術】

【0002】

コラーゲンは、人間の皮膚・軟骨・臓器・血管などにおける重要な構成成分である。ところが、加齢に伴い、このコラーゲンが体内で減少することから、皮膚のはりが低下したり、骨粗しょう症の発症や代謝機能低下などが起きだして俗に言うところの老化現象として顕在化する。

【0003】

このコラーゲンは、牛や豚等の哺乳動物のコラーゲン組織から抽出されることが多いが、魚からコラーゲンを製造することが提案されている。この魚からのコラーゲンの製造は、魚の皮を原料とするものであったが、このような魚の皮を原料としたコラーゲンは、魚臭さを有し、しかも白濁を生じ透過率が低いといった問題があった。このため、特有の魚臭さを解決する手段として、魚鱗からコラーゲンを製造する方法がいくつか提案されている（例えば、特許文献 1、2、3 参照。）。魚鱗は、通常、リン酸カルシウムを主とする灰分を約 50% 強、蛋白質を約 40% 程含有していることが知られている。

30

【特許文献 1】特開平 05 - 155900 号公報

【特許文献 2】特開 2003 - 327599 号公報

【特許文献 3】特開 2003 - 238598 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

40

特許文献 1 に記載されている方法は、魚鱗を脱灰する工程、酸性水溶液やペプシンにより処理する工程、およびコラーゲンを回収する工程を 15 以下で行うものである。特許文献 2 に記載されている方法は、魚鱗を脱灰する工程、脱脂処理する工程、魚鱗を機械的に破碎する工程、魚鱗から酵素処理によってコラーゲンを抽出する工程を有するものであり、各工程を可能な限り 15 以下で行うことが記載されている。特許文献 3 に記載されている方法は、魚鱗を弱アルカリ性水溶液で加水分解する工程、加水分解液を酵素で処理する工程を有するものである。これらの方法で得られたコラーゲンは、いずれも品質が悪いものであった。また、これらの方法で得られたコラーゲンは、それでもまだ魚臭さが抜けないという問題があった。

【0005】

50

本発明は、前記課題を解決するためになされたものであって、その目的は、高品質で無臭のコラーゲンが得られるコラーゲンの製造方法及びそのコラーゲンの製造方法により製造された低分子コラーゲンを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0006】

前記の目的を達成するための本発明に係るコラーゲンの製造方法は、乾燥魚鱗から無味、無臭の粉末状のコラーゲンを得るコラーゲンの製造方法であって、ネットに入れて水戻しした乾燥魚鱗を15～25の塩酸水溶液中に10～30分間浸漬させて酸処理を行う酸処理工程と、この酸処理工程で塩酸処理した魚鱗を洗浄して当該魚鱗に対して1.0～1.5倍の水を添加し90以上で2～4時間加熱しつつ、この液のブリックスが8～14になるように加熱処理して魚鱗に含まれるコラーゲンを溶出させる1次加熱処理工程と、この1次加熱処理工程からの固形物が含まれる加熱処理液を固液分離する1回目の固液分離工程と、この1回目の固液分離工程によって分離された魚鱗に対し水を加えてこれを再度前記1次加熱処理工程と同じ条件で加熱処理して魚鱗に含まれるコラーゲンを溶出させる2次加熱処理工程と、この2次加熱処理工程からの固形物が含まれる加熱処理液を固液分離する2回目の固液分離工程と、前記1回目と2回目の固液分離工程で分離された加熱処理液を加熱殺菌する1回目の殺菌工程と、この1回目の殺菌工程を経た処理液をアルカリでpH調整した後に酵素を加えて30～70で3～10時間攪拌して酵素的分解処理を行う酵素的分解処理工程と、この酵素的分解処理工程を経た酵素処理液から酵素を失活させる酵素失活工程と、この酵素失活工程を経た処理液を清澄ろ過するろ過工程と、このろ過工程を経たる過液に対し脱塩処理を行なう脱塩工程と、この脱塩工程を経た処理液を加熱処理して殺菌を行なう2回目の殺菌工程と、この2回目の殺菌工程を経た処理液を冷却した後再度濃縮タンク内で加熱して濃縮処理する濃縮工程と、この濃縮工程で濃縮された水分を含むコラーゲンを乾燥処理する乾燥工程とを含むことを特徴とする。

【0007】

この発明によれば、魚鱗を酸性水溶液で酸処理を行う酸処理工程を含むことで、魚鱗に含まれる灰分が除去される。この酸処理した魚鱗に水を加えてこれを加熱処理して魚鱗に含まれるコラーゲンを液中に溶出させる加熱処理工程と加熱処理液をアルカリでpH調整した後に酵素を加えて酵素的分解処理を行う酵素的分解処理工程とを含むことで、コラーゲンの溶出と低分子化を図れる。従って、高品質で無臭の低分子コラーゲンが得られることになる。

【0009】

また、本発明に係るコラーゲンの製造方法において、前記酵素が、Bacillus licheniformis由来の酵素であることが好ましい。また、本発明に係るコラーゲンの製造方法において、前記酸処理を行う前記魚鱗が、乾燥魚鱗を当該乾燥魚鱗に対して2.5～4.0倍の水に10～14時間浸漬したものであることが好ましい。さらに、本発明に係るコラーゲンの製造方法において、前記乾燥魚鱗が、鯉、テラピア、すずきから選ばれた1種又は2種以上の魚鱗であることが好ましい。

【0010】

また、本発明に係る低分子コラーゲンは、前記の本発明に係るコラーゲンの製造方法により製造されたことを特徴とする。この発明によれば、前述と同様に、魚鱗を酸性水溶液で酸処理を行う酸処理工程を含むことで、魚鱗に含まれる灰分が除去される。この酸処理した魚鱗に水を加えてこれを加熱処理して魚鱗に含まれるコラーゲンを液中に溶出させる加熱処理工程と加熱処理液をアルカリでpH調整した後に酵素を加えて酵素的分解処理を行う酵素的分解処理工程とを含むことで、コラーゲンの溶出と低分子化を図れる。従って、高品質で無臭の低分子コラーゲンが得られることになる。

【発明の効果】

【0011】

以上説明したように本発明に係るコラーゲンの製造方法によれば、魚鱗を酸性水溶液で

10

20

30

40

50

酸処理を行う酸処理工程と、酸処理した魚鱗に水を加えてこれを加熱処理して魚鱗に含まれるコラーゲンを液中に溶出させる加熱処理工程と加熱処理液をアルカリでpH調整した後に酵素を加えて酵素的分解処理を行う酵素的分解処理工程とを含むので、コラーゲンの溶出と低分子化を図れることから、高品質で無臭の低分子コラーゲンが得られることになる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

以下、本発明に係るコラーゲンの製造方法及び低分子コラーゲンの一例を添付図面に基づいて詳述する。

【0013】

図1は本発明に係るコラーゲンの製造方法の一例を示すフローチャート図である。本発明に係るコラーゲンの製造方法は、図1に示すように、魚鱗を酸性水溶液で酸処理を行う酸処理工程2と、この酸処理工程2で酸処理した魚鱗に水を加えてこれを加熱処理して魚鱗に含まれるコラーゲンを溶出させる加熱処理工程3と、この加熱処理工程3からの固形物に含まれる加熱処理液を固液分離する固液分離工程4と、この固液分離工程4で分離された加熱処理液5をアルカリでpH調整した後に酵素を加えて酵素的分解処理を行う酵素的分解処理工程6とを含むことを特徴とする。

【0014】

魚鱗としては、特に限定されず、海水魚、淡水魚などの魚種を問わず、例えば、鯉、テラピア、すずき、鰯、鯛、鮭、鱒等が挙げられ、鱗のたんぱく質含有率及び入手のし易さ等の点から鯉、テラピア、すずき等が好ましい。また、魚鱗は、乾燥魚鱗1でも未乾燥魚鱗でもよく、取り扱いの点から乾燥魚鱗1であることが好ましい。乾燥魚鱗1を用いる場合には、酸処理を行う前に乾燥魚鱗1を水に浸漬させて水戻しを行う浸漬（水戻し）工程7を含むことが好ましい。

【0015】

浸漬工程7は、乾燥魚鱗1を水に浸漬させて水戻しを行えば得に限定されない。この浸漬工程7は、魚鱗の種類に応じて好ましい条件が変わるが、例えば、通液性のナイロンネットに乾燥魚鱗をいれ、このナイロンネットを乾燥魚鱗に対して2.5～4.0倍の水に10～14時間浸漬することが好ましい。通液性のナイロンネットとしては、特に限定されず、例えば、網目サイズが1mm以下のもの、例えば、ナイロンネット等が挙げられる。

【0016】

酸処理工程2は、酸性水溶液を用いてカルシウムを主とする灰分を魚鱗から除去するものである。酸性水溶液としては、特に限定されず、有機酸の水溶液でも鉱酸の水溶液でもよく、例えば、塩酸水溶液等が好ましい。この塩酸水溶液は、魚鱗の種類に応じて好ましい条件が変わるが、例えば、魚鱗に対して2.5～4.0倍の水に純度35%の塩酸（魚鱗に対して0.4～1.5倍、好ましくは0.6倍の量の塩酸）を投入したものであることが好ましい。塩酸水溶液の塩酸濃度としては、4～10%であることが好ましく、特に5.5%であることが好ましい。塩酸濃度が4%未満であると、脱灰に要する時間が長くなり、工業的生産に不向きであり、また、低分子化を図る上で好ましくない。また、塩酸濃度が10%を超えると、強酸水となるため後の処理が難しく手間がかかると共に収率が低くなる。

【0017】

魚鱗を酸性水溶液に浸漬させて酸処理する際の浸漬時間は、魚鱗の種類に応じて異なるが、例えば、前記の塩酸水溶液の塩酸濃度の条件では、例えば、10～30分であることが好ましく、特に好ましくは15分である。この浸漬時間が10分未満であると、十分に魚鱗が脱灰されず、かつ、コラーゲンの収率が低くなり、浸漬時間が30分を超えると、後の洗浄工程8でのpH調整に必要な以上の時間を要し、かつ、コラーゲンの収率が低くなる。また、酸性水溶液の温度は、特に限定されず、例えば、15～25であることが好ましく、特に好ましくは、20（±2）である。前記の塩酸水溶液の塩酸濃度及び浸

10

20

30

40

50

漬時間の条件では、この酸性溶液の温度が15 未満であると、十分に魚鱗が脱灰されず、かつ、コラーゲンの収率が低くなり、温度が25 を超えると、後の洗浄工程8でのpH調整に必要以上の時間を要し、かつ、コラーゲンの収率が低くなる。この酸処理を行う場合、魚鱗を酸性水溶液に浸漬させつつ攪拌することが好ましい。攪拌手段としては特に限定されず、例えば、攪拌機、ヘラ等を用いて行なってもよい。

**【0018】**

酸処理後の魚鱗は、酸性が強いために洗浄を行ってpHの調整を行うことが好ましい。この洗浄(pH調整)工程8は、例えば、水を用いて複数回、例えば、5・6回連続洗浄を行い、魚鱗のpHが好ましくは3.0~6.0、特に好ましくは、4.0(±0.2)となるように行うことが好ましい。洗浄を行う水は、例えば、魚鱗に対して2~6倍の水であることが好ましく、特に好ましくは4倍の水である。この水洗浄によりpHが調整された魚鱗が加熱処理される。

10

**【0019】**

加熱処理工程3(1次加熱処理工程ということがある。)は、酸処理した魚鱗に水を加えてこれを加熱処理して魚鱗に含まれるコラーゲンを溶出させるためのものである。水は、特に限定されず、例えば、魚鱗に対して1.0~1.5倍、特に1.3倍の量の水であることが好ましい。この水の量が1.0倍の量未満であると、コラーゲン抽出が円滑にいかず、収率が低くなり、水の量が1.5倍の量を超えると、ブリックスの調整に必要な以上の時間がかかる。

**【0020】**

20

加熱処理温度は、例えば、90 以上が好ましく、特に好ましくは、98 以上である。この加熱処理温度が90 未満であると、コラーゲンの低分子化に影響がある。加熱処理時間は、例えば、2~4時間であることが好ましく、特に好ましくは3時間である。この加熱処理時間が2時間未満であると、コラーゲンの抽出が不足し、収率が低くなり、加熱時間が4時間を超えると、抽出に変化がない。加熱処理は、液のブリックスが8~14になるように行うことが好ましく、特にブリックスが10~12となるように行うことが好ましい。ブリックスが8未満であると、水分が多く無駄であり、ブリックスが14を超えると、コラーゲンが機械に付着し収率に影響がある。なお、加熱処理時に水分が蒸発するために、水分量を一定にするために加熱処理中に水を加えるようにすることが好ましい。

30

**【0021】**

1次加熱処理工程3からの固形物が含まれる加熱処理液は冷却工程9を経て固液分離工程4で固液分離される。固液分離は、加熱処理後の液と固形物とを分離するものであり、固液分離できれば特に限定されない。固液分離は、例えば、振動篩機等を用いて行ってもよい。この振動篩機で固液分離を行う場合には、加熱処理後の液の温度を75 以下に冷却してから行うことが好ましい。振動篩機は、例えば、2段の振動篩を有するものが好ましく、振動篩用の金網のメッシュは、特に限定されず、20・200のものを用いてもよい。

**【0022】**

固液分離した固形物10は、再度加熱処理を行うことが好ましい。すなわち、2次加熱処理工程11を含むことが好ましい。2次加熱処理工程11は、加熱処理時間を除いた条件が1次加熱処理工程3と同じであることが好ましい。この加熱処理時間は1~3時間であることが好ましく、特に好ましくは2時間である。2次加熱処理工程11からの固形物が含まれる加熱処理液は冷却工程12を経て固液分離工程13で固液分離される。この固液分離は、1次加熱処理後の固液分離と同じ固液分離で行うことが好ましい。固液分離した固形物14は、ペットフード、入浴剤、食品添加物等に有効利用される。なお、加熱処理は、1次と2次との2回行う場合に限定されず、1回だけ行ってもよいし3回以上行ってもよい。

40

**【0023】**

1次加熱処理後の固液分離された液(1次加熱処理液5ということがある。)と2次加

50

熱処理後の固液分離された液（２次加熱処理液１５ということがある。）とは、一緒にして加熱処理液として殺菌処理工程１６で殺菌処理される。殺菌処理は、特に限定されず、例えば、加熱処理液を７０～８０℃、特に７５℃まで加温して行ってもよい。殺菌処理後の加熱処理液が後述する酵素を活性させ得る温度、例えば、６０℃まで冷却工程１７を経て冷却されてから、pH調整工程１８を経て加熱処理液のpHが５～８、特に６．５（±０．２）となるように調整される。このpHの調整は、特に限定されず、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリを添加して行うようにしてもよい。

#### 【００２４】

酵素的分解処理工程６は、加熱処理液に酵素を加えてコラーゲンの低分子化を図るものである。この酵素的分解処理は、例えば、平均分子量が好ましくは５００～３０００、特に好ましくは５００～２０００、最も好ましくは５００～１０００のコラーゲンを得るために行うものである。酵素としては、加熱処理液を酵素的分解処理できれば特に限定されないが、例えば、Bacillus licheniformis由来の酵素、例えば、細菌性アルカリプロテアーゼ（ジェネンコア社製、商品名：Protex 6L）等が挙げられる。酵素の添加量は、特に限定されないが、例えば、基質の０．０１～０．１％であることが好ましく、特に０．０８％であることが好ましい。

10

#### 【００２５】

酵素的分解処理の温度は、酵素に応じて異なるが、例えば、３０～７０℃であることが好ましく、特に６０℃であることが好ましい。酵素的分解処理時間は、酵素に応じて異なるが、例えば、３～１０時間であることが好ましく、６～８時間が特に好ましく、最も好ましくは８時間である。この分解処理時間が６時間未満であると、コラーゲンの所望の低分子化を十分に行えず、分解処理時間が１０時間を超えても分子量は変わらない。また、酵素的分解処理は攪拌して行うことが好ましい。この攪拌手段は、特に限定されず、例えば、攪拌機等を用いて行なってもよい。

20

#### 【００２６】

酵素的分解処理後の液（酵素処理液ということがある）は、酵素失活工程１９で例えば８０～８５℃、特に８５℃で１５分間保持して酵素が失活される。この酵素が失活された液は、冷却工程２０を経て、例えば、６０℃まで冷却される。冷却後、酵素処理液中の固形物の除去がろ過工程２１で行われる。ろ過工程２１は、固形物の除去を行うものであれば特に限定されず、例えば、清澄ろ過等で行うことが好ましい。清澄ろ過としては、例えば、酵素処理液中に珪藻土をいれ、この液を攪拌しながら珪藻土をコーティングしたろ布を通過させるろ過装置等を用いてもよい。

30

#### 【００２７】

清澄ろ過されたろ液（処理液ということがある。）は、脱塩工程２２を経て液中に含まれる塩が除去される。この脱塩処理は、特に限定されず、例えば、イオン交換装置等を用いて液中に含まれるナトリウムイオンを除去するものである。これにより、無味・無臭のコラーゲンが得られる。脱塩処理された処理液は、殺菌工程２３で例えば、１２０℃、３秒、加熱して殺菌処理した後に冷却工程２４で例えば７５℃以下に冷却される。冷却後の処理液が濃縮工程２５で、例えば、蒸発温度６０～６５℃でブリックスが４０（±１．０）となるように濃縮処理される。これにより、コラーゲン２６が得られる。このコラーゲン２６を、例えば、凍結乾燥したり、スプレイドライ等の噴霧乾燥したりすることにより、粉体化したコラーゲン粉末が得られる。

40

#### 【００２８】

このようにして得られたコラーゲン２６は、無味・無臭で高品質の低分子コラーゲンであった。すなわち、コラーゲンは、多くのアミノ酸を含み、このアミノ酸の組成によって性質が異なるものであり、人間のコラーゲンは、ヒドロキシプロリンが多く含まれている。このヒドロキシプロリンの含有量がコラーゲンの質を判断する１つの目安となっている。つまり、ヒドロキシプロリンの含有量が多いと質がよいものといえる。このため、本発明に係るコラーゲンの製造方法によって得られたコラーゲンは、ヒドロキシプロリンの含有量が多いので、高品質なものといえる。また、このコラーゲンは、酵素的分解処理によ

50

り低分子化が図られているので、吸収率が高いものである。このため、吸収率が高いと共に人間のコラーゲンと性質が似ているので、体内で素早く働き、若返り効果が期待されるものである。また、無味・無臭であるために、飲み難いことがない。

#### 【0029】

したがって、本発明に係るコラーゲンの製造方法及び低分子コラーゲンは、魚鱗を酸性水溶液で酸処理し、この酸処理した魚鱗に水を加えて加熱処理を行った後に、この加熱処理後の加熱処理液をアルカリでpH調整してから酵素を加えて酵素的分解処理を行うので、高品質で無臭の低分子コラーゲンが得られる。

#### 【0030】

また、加熱処理を1次加熱処理と2次加熱処理との2回行うことにより、魚鱗に含まれるコラーゲンの多くを溶出させることができるので、コラーゲン26の収率を高くすることができる。例えば、魚鱗中にコラーゲンが約43%含有されている場合、1次加熱処理によってそのコラーゲンの約59%が抽出されると共に、2次加熱処理によってそのコラーゲンの約23%が抽出されて、コラーゲンの収率が約82%となり、収率が高い。また、2次加熱処理後の固形物14は、ペットフード、入浴剤、食品添加物等に有効利用されるために、残りはほとんど水だけであるので、非常に地球にやさしいものである。

#### 【0031】

また、浸漬工程7、酸処理工程2及び洗浄工程8は、次のように行ってもよい。例えば、浸漬タンク内の側壁及び底部に沿ってネットを設置し、このネット内に例えば乾燥魚鱗を入れる。この浸漬タンク内に乾燥魚鱗が完全に浸かるまで水をいれ、乾燥魚鱗を12時間浸漬させる。浸漬後、ネットをクレーン等の移動手段で浸漬タンクから持ち上げて酸処理タンク上に移動させる。この酸処理タンクには、水をいれ、この水に塩酸を入れて塩酸水溶液を予め作っておく。この塩酸水溶液にネットごと魚鱗を入れて攪拌機等で攪拌して酸処理を行う。酸処理後、ネットをクレーン等の移動手段で酸処理タンクから持ち上げて洗浄タンク上に移動させる。この洗浄タンクに予め水を入れておき、この水にネットごと魚鱗を浸漬させて攪拌機等で攪拌して洗浄を行う。また、内部にネットが設置されていると共にネット内に攪拌機が設けられた1つのタンクで浸漬工程7、酸処理工程2及び洗浄工程8を行うようにしてもよい。これらのように、浸漬工程7、酸処理工程2及び洗浄工程8を行うことにより、工業的に魚鱗を処理することができるので、工業的な生産に適したものとなる。

#### 【実施例】

#### 【0032】

次に、本発明に係るコラーゲンの製造方法を実施例を挙げて具体的に説明するが、本発明に係るコラーゲンの製造方法は実施例に限定されるものではない。

#### 【0033】

まず、テラピアの乾燥魚鱗150kgを網目サイズが1mm以下のナイロンネットに入れる。PE（ポリエチレン）タンクに乾燥魚鱗の3.3倍の水495キロリットルを入れる。このタンク内の水に乾燥魚鱗を入れたナイロンネットを12時間完全に浸漬させて水戻しを行う。

#### 【0034】

PE（ポリエチレン）タンクに乾燥魚鱗の3.3倍の水495キロリットルを入れ、この水温を20（±2）に保持しながら、純度35%の塩酸93キロリットルを投入して塩酸水溶液をつくる。この塩酸水溶液に、水戻した魚鱗ナイロンネットごと15分間浸漬させつつ攪拌して、酸処理を行う。酸処理後の魚鱗が入ったナイロンネットを洗浄タンク内に広げ、魚鱗が流出しないように600キロリットルの水で5分間洗浄を5回行い、魚鱗のpHを4.0（±0.2）に調整した。

#### 【0035】

洗浄後の魚鱗に、魚鱗に対する1.3倍の水を入れて、これを98以上で3時間1次加熱処理する。この1次加熱処理は、液の最終濃度がブ릭クス10～12となるように行う。加熱処理中に水分が蒸発して水分が少なくなった場合には、水を補給する。この場

10

20

30

40

50

合、タンクに目盛り等などの印を設けて、基準の印の箇所に水面がくるように水を補給する。

【0036】

1次加熱処理後、75 以下に冷却してから20・200メッシュの振動篩2段の振動篩機で液である1次加熱処理液と固形物との固液分離を行う。この固液分離で分離された固形物を、固形物すなわち魚鱗に対する1.3倍の水を入れて、これを98 以上で2時間、2次加熱処理する。この2次加熱処理は、液の最終濃度がブリックス10~12となるように行う。加熱処理中に水分が蒸発して水分が少なくなった場合には、水を補給する。

【0037】

2次加熱処理後、75 以下に冷却してから20・200メッシュの振動篩2段の振動篩機で液である2次加熱処理液と固形物との固液分離を行う。この固液分離で分離された液である2次加熱処理液は、1次加熱処理液と共に75 で15分間殺菌処理する。殺菌処理後、60 まで冷却してから酵素的分解処理を行う。

【0038】

この酵素的分解処理は、加熱処理液のpHを水酸化ナトリウムによって6.5(±0.2)に調整してから細菌性アルカリプロテアーゼ(ジェネンコア社製、商品名:Protex 6L)を基質の0.08%加熱処理液に入れて、これを60 (±1) で8時間攪拌機を用いて攪拌する。

【0039】

酵素分解処理後、酵素分解処理した液(処理液)を85 で10分間保持して酵素を失活させた後、60 まで冷却する。冷却後、フィルタープレスを用いて清澄ろ過して、処理液中の固形物の除去を行う。固形物を除去した後、処理液をイオン交換装置を用いて脱塩処理する。脱塩処理後、処理液を120 、3秒、加熱して殺菌処理した後に75 以下に冷却する。冷却後の処理液を、濃縮タンクで蒸発温度60~65 にしてブリックスが40(±1.0)となるように濃縮処理してコラーゲン溶液とした。

【0040】

このようにして得られたコラーゲン溶液を乾燥して低分子コラーゲンを得た。この低分子コラーゲンに関して、たんぱく質は97.4g/100g含まれ(ケルダール法により測定。)、水分は4.5g/100g含まれ(常圧加熱乾燥法により測定。)、脂質は0.2g/100g含まれ(ソックスレー抽出法により測定。)、灰分は0.2g/100g含まれ(直接灰化法により測定。)、ナトリウムは52.6mg/100g含まれ(原子吸光度法により測定。)、pHは7.4(ガラス電極法(10%水溶液で測定)により測定。)、重金属(pbとして)は検出されず(硫化ナトリウム比色法により測定。)、総水銀は検出されず(還元気化原子吸光度法により測定。)、PCBは検出されなかった(ガスクロマトグラフ法により測定。)。また、このコラーゲンに含まれるアミノ酸をアミノ酸自動分析法により分析した結果を表1に示した。なお、豚皮由来のコラーゲン、A社のコラーゲン及びB社のコラーゲンについても同様にアミノ酸自動分析法によりアミノ酸の分析を行い、その結果を表1に示した。

【0041】

【表 1】

	実施例	豚皮 コラーゲン	A社	B社
Glycine	24.1	33.34	36.4	33.48
Alanine	10.5	11.28	11.1	12.36
Serine	3.43	3.33	5	3.84
Threonine	2.54	1.83	2.3	2.83
1/2Cystine	0.09	0		
Methinine	1.32	0.47	1.5	1.52
Valine	2	2.18	1.7	2.06
Leucine	2.64	2.49	2	2.14
Isoleucine	1.07	1.08	1.1	0.92
Phenylalanine	1.93	1.26	1.2	1.32
Tyrosine	0.52	0.35		0.29
Proline	12.3	12.18	11	11.59
* Hydroxyproline	10	10	6	8
Lysine	3.19	2.59	2.6	2.57
Hydroxylysine		0.65		0.61
Histidine	0.85	0.5		0.5
Arginine	8.76	4.7	5.1	5.16
Aspartic acid	5.37	4.32	5.5	4.14
Glutamic acid	9.46	4.57	7.8	6.97
Tryptophan	0			

## 【 0 0 4 2 】

表 1 に示した結果からも明らかな通り、本発明に係るコラーゲン（実施例）は、豚皮由来のコラーゲン、A社のコラーゲン及びB社のコラーゲンに比してヒドロキシプロリンの含有量が多く、かつ、たんぱく質の含有量が多いので、高品質の無味・無臭の低分子コラーゲンが得られた。

## 【 0 0 4 3 】

前記のセラピアの鱗のコラーゲンの割合は、ケルダール法により窒素量を測定し、この窒素量から42.7%（窒素量（7.7）×100 / 18）であった。また、前記と同じ条件でコラーゲンを製造した場合、1次加熱処理では、コラーゲンが約37.7kg得られた。また、2次加熱処理では、コラーゲンが約15kg得られた。魚鱗に含まれるコラーゲンの量は、 $150 \times 0.427 = 64.05$ （kg）であるので、1次加熱処理によるコラーゲンの収率は、 $37.7 \times 100 / 64.05 = 58.5$ （%）であった。また、2次加熱処理によるコラーゲンの収率は、 $15 \times 100 / 64.05 = 23.4$ （%）であった。従って、コラーゲンの収率は81.9%と高かった。

## 【産業上の利用可能性】

## 【 0 0 4 4 】

以上説明したように本発明に係るコラーゲンの製造方法及び低分子コラーゲンは、魚鱗を酸性水溶液で酸処理を行う酸処理工程と、酸処理した魚鱗に水を加えてこれを加熱処理して魚鱗に含まれるコラーゲンを液中に溶出させる加熱処理工程と加熱処理液をアルカリでpH調整した後に酵素を加えて酵素的分解処理を行う酵素的分解処理工程とを含むので、高品質で無臭の低分子コラーゲンが得られると共に工業的生産に適していることから、工業的価値が高いものである。

## 【 図面の簡単な説明 】

## 【 0 0 4 5 】

【 図 1 】 本発明に係るコラーゲンの製造方法の一例を示すフローチャート図である。

10

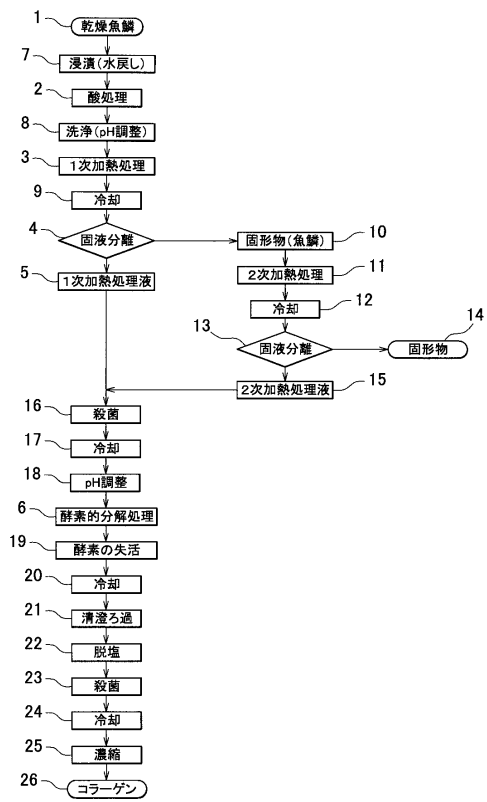
## 【 符号の説明 】

## 【 0 0 4 6 】

- 1 乾燥魚鱗
- 2 酸処理工程
- 3 1次加熱処理工程
- 4 1次固液分離工程
- 5 1次加熱処理液
- 6 酵素的分解処理工程
- 7 浸漬工程
- 8 洗浄工程
- 10 固形物（魚鱗）
- 11 2次加熱処理工程
- 13 2次固液分離工程
- 15 2次加熱処理液
- 22 脱塩工程
- 26 コラーゲン

20

【図1】



---

フロントページの続き

(56)参考文献 特開平02 - 312574 (JP, A)  
特開2004 - 057196 (JP, A)  
特開2001 - 211895 (JP, A)  
特開2004 - 059568 (JP, A)  
特開2004 - 059437 (JP, A)  
特開2004 - 091418 (JP, A)  
特開2003 - 238598 (JP, A)  
特開2002 - 371011 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C07K 1/00 - 19/00

PubMed

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamIII)

Thomson Innovation