



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2018년01월10일
(11) 등록번호 10-1807331
(24) 등록일자 2017년12월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C11C 3/00 (2014.01) A23D 9/02 (2006.01)
C07C 57/03 (2006.01) C11B 3/12 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2012-7025227
(22) 출원일자(국제) 2011년02월25일
심사청구일자 2015년11월25일
(85) 번역문제출일자 2012년09월26일
(65) 공개번호 10-2013-0018716
(43) 공개일자 2013년02월25일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2011/054304
(87) 국제공개번호 WO 2011/122188
국제공개일자 2011년10월06일
(30) 우선권주장
JP-P-2010-083158 2010년03월31일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
US20070021625 A1*
WT-Food Science and Technology, Vol.42,
pp.1751-1754 (2009)*
BioFactors, pp.105-111 (2009)*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
카오카부시키가이샤
일본국도쿄도주오구니혼바시가야바쵸1쵸메14반10
고
(72) 발명자
모리와키 준야
일본 도쿄도 스미다쿠 분카 2쵸메 1방 3고 카오카
부시키가이샤 갱큐쇼 나이
시미즈 마사오
일본 도쿄도 스미다쿠 분카 2쵸메 1방 3고 카오카
부시키가이샤 갱큐쇼 나이
홈마 리카
일본 도쿄도 스미다쿠 분카 2쵸메 1방 3고 카오카
부시키가이샤 갱큐쇼 나이
(74) 대리인
특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 19 항

심사관 : 이연주

(54) 발명의 명칭 유지 조성물

(57) 요약

독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는 MCPD-FS 의 함유량 X (ppm) 와, 수산기가 Y (mg-KOH/g) 가 다음 식 (1) 의 관계를 충족하고, 유지를 구성하는 지방산 중의 리놀산의 트랜스체 함유율 (%) 의 값이 2 이상인 유지 조성물.

[수학식 1]

$$Y \geq 1.25X + 4 \text{ (단, } Y \leq 88 \text{)} \quad (1)$$

명세서

청구범위

청구항 1

독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는, 유지 조성물 중 3-클로로프로판-1,2-디올, 3-클로로프로판-1,2-디올의 에스테르 (MCPD 에스테르), 글리시돌 및 글리시돌의 에스테르의 함유량 합계인 MCPD-FS 의 함유량 X (ppm) 와, 수산기가 Y (mg-KOH/g) 가 다음 식 (1) 의 관계를 충족하고, 또한 유지를 구성하는 지방산 중의 리놀산의 트랜스체 함유율 (%) 의 값이 2 이상인 유지 조성물.

$$Y \geq 1.25X + 4 \quad (\text{단, } Y \leq 88) \quad (1)$$

청구항 2

제 1 항에 있어서,

수산기가 Y 가 4.9 ~ 88 mg-KOH/g 인 유지 조성물.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

수산기가 Y 가 19 ~ 87 mg-KOH/g 인 유지 조성물.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는, 유지 조성물 중 3-클로로프로판-1,2-디올, 3-클로로프로판-1,2-디올의 에스테르 (MCPD 에스테르), 글리시돌 및 글리시돌의 에스테르의 함유량 합계인 MCPD-FS 의 함유량 X (ppm) 와 수산기가 Y (mg-KOH/g) 의 관계가 다음 식 (2) 의 관계를 충족하는 것인 유지 조성물.

$$Y \geq 2X + 4 \quad (\text{단, } Y \leq 70.5) \quad (2)$$

청구항 5

제 1 항에 있어서,

수산기가 Y 가 26 ~ 70 mg-KOH/g 인 유지 조성물.

청구항 6

제 4 항에 있어서,

수산기가 Y 가 26 ~ 70 mg-KOH/g 인 유지 조성물.

청구항 7

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는, 유지 조성물 중 3-클로로프로판-1,2-디올, 3-클로로프로판-1,2-디올의 에스테르 (MCPD 에스테르), 글리시돌 및 글리시돌의 에스테르의 함유량 합계인 MCPD-FS 의 함유량 (ppm) 이 10 ppm 이하인 유지 조성물.

청구항 8

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는, 유지 조성물 중 3-클로로프로판-1,2-디올, 3-클로로프로판-1,2-디올의 에스테르 (MCPD 에스테르), 글리시돌 및 글리시돌의 에스테르의 함유량 합계인 MCPD-FS 의 함유량 (ppm) 이 9 ppm 이하인 유지 조성물.

청구항 9

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는, 유지 조성물 중 3-클로로프로판-1,2-디올, 3-클로로프로판-1,2-디올의 에스테르 (MCPD 에스테르), 글리시돌 및 글리시돌의 에스테르의 함유량 합계인 MCPD-FS 의 함유량 (ppm) 이 5 ppm 이하인 유지 조성물.

청구항 10

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는, 유지 조성물 중 3-클로로프로판-1,2-디올, 3-클로로프로판-1,2-디올의 에스테르 (MCPD 에스테르), 글리시돌 및 글리시돌의 에스테르의 함유량 합계인 MCPD-FS 의 함유량 (ppm) 이 0.1 ~ 5 ppm 인 유지 조성물.

청구항 11

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는, 유지 조성물 중 3-클로로프로판-1,2-디올, 3-클로로프로판-1,2-디올의 에스테르 (MCPD 에스테르), 글리시돌 및 글리시돌의 에스테르의 함유량 합계인 MCPD-FS 의 함유량 (ppm) 이 0.4 ~ 4.7 ppm 인 유지 조성물.

청구항 12

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

유지를 구성하는 지방산 중의 리놀산의 트랜스체 함유율 (%) 의 값이 2 ~ 8 인 유지 조성물.

청구항 13

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

유지를 구성하는 지방산 중의 리놀산의 트랜스체 함유율 (%) 의 값이 2 ~ 5 인 유지 조성물.

청구항 14

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

유지를 구성하는 지방산 중의 리놀산의 트랜스체 함유율 (%) 의 값이 2.1 ~ 5 인 유지 조성물.

청구항 15

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

유지를 구성하는 지방산 중의 리놀산의 트랜스체 함유율 (%) 의 값이 2.1 ~ 2.6 인 유지 조성물.

청구항 16

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 유지 조성물은 트리아실글리세롤을 49.8 ~ 95.8 질량% 함유하는 것을 특징으로 하는, 유지 조성물.

청구항 17

제 16 항에 있어서,

상기 유지 조성물은 디아실글리세롤을 4 ~ 50 질량% 함유하는 것을 특징으로 하는, 유지 조성물.

청구항 18

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 유지 조성물은 트리아실글리세롤을 75 ~ 94.5 질량% 함유하는 것을 특징으로 하는, 유지 조성물.

청구항 19

제 18 항에 있어서,

상기 유지 조성물은 디아실글리세롤을 5 ~ 20 질량% 함유하는 것을 특징으로 하는, 유지 조성물.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 풍미가 개선된 유지 조성물에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 유지는 신체의 영양소나 에너지 공급원 (제 1 차 기능) 으로서 빠뜨릴 수 없는 것인데, 더하여, 맛이나 향기 등 기호성을 만족시키는, 이른바 감각 기능 (제 2 차 기능) 을 제공하는 것으로서 중요하다. 또한, 디아실글리세롤을 고농도로 함유하는 유지는 체지방 연소 작용 등의 생리 작용 (제 3 차 기능) 을 갖고 있는 것이 알려져 있다.

[0003] 식물의 종자, 배아, 과육 등으로부터 압착된 채로인 유지에는 지방산, 모노아실글리세롤, 유취 (有臭) 성분 등이 함유되어 있다. 또, 유지는 가공할 때 에스테르 교환 반응, 에스테르화 반응, 수소 첨가 처리 등으로 가열 공정을 거침으로써, 미량 성분이 발생하여 풍미가 저하된다. 이들 유지를 식용유로서 사용하기 위해서는, 이들 미량 성분을 제거하는 것에 의한 풍미 개선이 필요하다. 그 수단으로서, 고온 감압하에서 수증기와 접촉시키는, 이른바 탈취 처리가 일반적으로 행해지고 있다 (특허문헌 1).

선행기술문헌

특허문헌

[0004] (특허문헌 0001) 일본 공개특허공보 소59-68398호

발명의 내용

해결하려는 과제

과제의 해결 수단

[0005] 본 발명은 다음의 1) ~ 14) 에 관한 것이다.

[0006] 1) 독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는 MCPD-FS 의 함유량 X (ppm) 와, 수산기가 Y (mg-KOH/g) 가 다음 식 (1) 의 관계를 충족하고, 또한 유지를 구성하는 지방산 중의 리놀산의 트랜스체 함유율 (%) 의 값이 2 이상인 유지 조성물.

[0007] $Y \geq 1.25X + 4$ (단, $Y \leq 88$) (1)

[0008] 2) 수산기가 Y 가 4.9 ~ 88 mg-KOH/g 인, 상기 1) 의 유지 조성물.

[0009] 3) 수산기가 Y 가 19 ~ 87 mg-KOH/g 인, 상기 1) 의 유지 조성물.

[0010] 4) 독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는 MCPD-FS 의 함유량 X (ppm) 와 수산기가 Y (mg-KOH/g) 의 관계가 다음 식 (2) 의 관계를 충족하는 것인, 상기 1) 의 유지 조성물.

[0011] $Y \geq 2X + 4$ (단, $Y \leq 70.5$) (2)

[0012] 5) 수산기가 Y 가 26 ~ 70 mg-KOH/g 인, 상기 1) 또는 4) 의 유지 조성물.

- [0013] 6) 독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는 MCPD-FS 의 함유량 (ppm) 이 10 ppm 이하인 상기 1) ~ 5) 에 기재된 유지 조성물.
- [0014] 7) 독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는 MCPD-FS 의 함유량 (ppm) 이 9 ppm 이하인 상기 1) ~ 5) 의 유지 조성물.
- [0015] 8) 독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는 MCPD-FS 의 함유량 (ppm) 이 5 ppm 이하인 상기 1) ~ 5) 의 유지 조성물.
- [0016] 9) 독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는 MCPD-FS 의 함유량 (ppm) 이 0.1 ~ 5 ppm 인 상기 1) ~ 5) 의 유지 조성물.
- [0017] 10) 독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는 MCPD-FS 의 함유량 (ppm) 이 0.4 ~ 4.7 ppm 인 상기 1) ~ 5) 의 유지 조성물.
- [0018] 11) 유지를 구성하는 지방산 중의 리놀산의 트랜스체 함유율 (%) 의 값이 2 ~ 8 인 상기 1) ~ 10) 의 유지 조성물.
- [0019] 12) 유지를 구성하는 지방산 중의 리놀산의 트랜스체 함유율 (%) 의 값이 2 ~ 5 인 상기 1) ~ 10) 의 유지 조성물.
- [0020] 13) 유지를 구성하는 지방산 중의 리놀산의 트랜스체 함유율 (%) 의 값이 2.1 ~ 5 인 상기 1) ~ 10) 의 유지 조성물.
- [0021] 14) 유지를 구성하는 지방산 중의 리놀산의 트랜스체 함유율 (%) 의 값이 2.1 ~ 2.6 인 상기 1) ~ 10) 의 유지 조성물.

발명의 효과

도면의 간단한 설명

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0022] 상기 탈취 처리는 통상 고온에서 행해지며, 이로써 유취 성분이 증류 제거되고, 유지의 풍미가 양호해진다. 한편, 본 발명자들은 고온의 탈취 처리에 의해 얻어진 유지 조성물 중에, 탈취 처리에 의해 제거되는 유취 성분과는 별도로, 약간 무겁게 느끼는 풍미를 갖는 것이 발생하고 있다는 과제를 발견하였다. 이 현상은 열이력이 높은 유지 조성물일수록 현저하다. 그리고, 탈취 처리 조건을 변화시켜도, 일률적으로 풍미가 양호해지는 것은 아니라는 것도 판명되었다.
- [0023] 또한, 본 명세서에 있어서 유지 조성물의 「풍미의 무겁감」란, 「끈적끈적하게 달라붙는 입 안 감각」을 말하며, 「기름짐」으로도 표현되는 것이다.
- [0024] 본 발명자들은 상기 일정한 열이력을 받은 유지 조성물 중에, 약간 무겁게 느끼는 풍미를 갖는 것이 발생하고 있다는 과제에 대하여 검토를 실시한 결과, 이러한 유지 조성물에서는, 독일 지질 과학회 (이하, 「DGF」라고도 한다) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는 MCPD-FS 가 증가하고 있어, 이 MCPD-FS 의 유지 조성물 중의 함유량 (ppm) 이 상기 「약간 무겁게 느끼는 풍미」와 높은 상관성을 갖는 것을 알아내었다. 그리고, 유지 조성물 중의 MCPD-FS 함유량 (ppm) 으로부터 일정한 식에 의해 구해지는 값보다 유지 조성물의 수산기가의 값이 큰 경우에, 당해 유지 조성물이 우수한 풍미가 되는 것을 알아내었다. 또한, 유지는 가열에 의해 불포화 지방산 중의 이중 결합의 이성화가 발생하여, 트랜스체가 생성되어 증가하기 때문에, 본 발명자들은 열이력의 지표로서 트랜스체 함유율을 사용하였다.
- [0025] 본 발명에 의하면, 풍미가 우수한 유지 조성물이 얻어진다.
- [0026] 본 발명의 유지 조성물은 식물성 유지, 동물성 유지 중 어느 것을 원료로 하는 것이어도 된다. 구체적인 원료로는, 예를 들어, 대두유, 유채씨유, 새플라워유, 미강유, 콘유, 팜유, 해바라기유, 면실유, 올리브유, 참기름, 차조기유 등의 식물성 유지, 또한 어유, 라드, 우지, 버터 기름 등의 동물성 유지, 혹은 그들의 에스테르

교환유, 수소 첨가유, 분별유 등의 유지류를 들 수 있다.

- [0027] 본 발명의 유지 조성물은 모노아실글리세롤, 디아실글리세롤, 및 트리아실글리세롤 중 어느 1 종 이상을 함유하는 것이다. 유지 조성물 중, 모노아실글리세롤의 함유량은 풍미를 양호하게 하는 점에서 0 ~ 30 질량% (이하, 간단히 「%」 라고 한다) 가 바람직하고, 0.1 ~ 28 % 가 더욱 바람직하고, 0.2 ~ 25 % 가 특히 바람직하고, 0.5 ~ 20 % 가 특히 더 바람직하다. 디아실글리세롤의 함유량은 2 ~ 95 % 가 바람직하고, 3 ~ 90 % 가 더욱 바람직하고, 4 ~ 50 % 가 특히 바람직하고, 5 ~ 20 % 인 것이 생리 효과, 유지의 공업적 생산성 면에서 특히 더 바람직하다. 트리아실글리세롤의 함유량은 5 ~ 98 % 가 바람직하고, 9.9 ~ 96.9 % 가 더욱 바람직하고, 49.8 ~ 95.8 % 가 특히 바람직하고, 75 ~ 94.5 % 인 것이 유지의 공업적 생산성면에서 특히 더 바람직하다.
- [0028] 본 발명의 유지 조성물 중의 유지를 구성하는 지방산은 특별히 한정되지 않고, 포화 지방산 또는 불포화 지방산 중 어느 것이어도 되는데, 80 ~ 100 % 가 불포화 지방산인 것이 바람직하고, 90 ~ 100 % 가 보다 바람직하고, 93 ~ 100 % 가 더욱 바람직하고, 93 ~ 98 % 가 특히 바람직하고, 94 ~ 98 % 인 것이 외관, 유지의 공업적 생산성면에서 특히 더 바람직하다. 불포화 지방산의 탄소수는 14 ~ 24, 나아가 16 ~ 22 인 것이 생리 효과 면에서 바람직하다.
- [0029] 천연에 존재하는 이중 결합을 갖는 불포화 지방산은 일반적으로 시스형이지만, 열이력에 의해 트랜스형으로 이성화를 일으키는 경우가 있다. 본 발명의 유지 조성물 중의 유지를 구성하는 지방산 중, 올레산이 트랜스형이 된 것, 즉 엘라이딘산의 함유량은 생리 효과면에서 1 % 이하가 바람직하고, 0.5 % 이하가 보다 바람직하고, 0.3 % 이하가 더욱 바람직하다.
- [0030] 또, 유지 조성물 중의 유지를 구성하는 지방산 중, 포화 지방산의 함유량은 20 % 미만인 것이 바람직하고, 0 ~ 10 % 가 보다 바람직하고, 0 ~ 7 % 가 더욱 바람직하고, 2 ~ 7 % 가 특히 바람직하고, 2 ~ 6 % 인 것이 외관, 생리 효과, 유지의 공업적 생산성 면에서 특히 더 바람직하다. 포화 지방산으로는, 탄소수 14 ~ 24, 특히 16 ~ 22 인 것이 바람직하다.
- [0031] 본 발명의 유지 조성물은 독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 에 의해 측정되는 MCPD-FS 의 함유량 X (ppm) 와, 수산기가 Y (mg-KOH/g) 가 다음 식 (1) 의 관계를 충족하는 것이다.
- [0032]
$$Y \geq 1.25X + 4 \quad (\text{단}, Y \leq 88) \quad (1)$$
- [0033] 또, 바람직하게는 다음 식 (2) 의 관계를 충족하는 것이다.
- [0034]
$$Y \geq 2X + 4 \quad (\text{단}, Y \leq 70.5) \quad (2)$$
- [0035] 전술한 바와 같이, 일정한 열이력을 받은 유지 조성물은 MCPD-FS 함유량 (ppm) 이 증가하고 있어, 풍미의 무게가 있다. 또, 열이력의 높이는 유지 조성물 중의 트랜스형 불포화 지방산 함유량에 반영된다. 그래서, 본 발명은 이중 결합을 2 개 갖는 탄소수 18 의 지방산 (「전체 리놀산」이라고 부른다) 에 대한, 이중 결합을 2 개 갖고 또한 트랜스형 이중 결합을 포함하는 탄소수 18 의 지방산 (「트랜스형 리놀산」이라고 부른다) 의 비율을 백분율로 나타낸 것 (「트랜스체 함유율 (%)」 또는 「LTR」이라고 부른다) 이 일정 이상인 유지 조성물을 대상으로 한다. LTR 의 값은 2 이상인데, 2 ~ 8 이 보다 바람직하고, 2 ~ 5 가 더욱 바람직하고, 2.1 ~ 5 가 특히 바람직하고, 2.1 ~ 2.6 인 것이 본 발명의 효과가 유효하게 발휘되는 점에서 특히 더 바람직하다.
- [0036] 본 발명에 있어서, MCPD-FS 는 독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) (DGF Standard Methods 2009 (14, Supplement), C-III 18 (09), "Ester-bound 3-chloropropane-1,2-diol (3-MCPD esters) and glycidol (glycidyl esters)") 에 의해 측정할 수 있다.
- [0037] DGF 표준법 C-III 18 (09) 는 GC-MS (가스 크로마토그래프-질량 분석계) 에 의한 유지의 미량 분석법으로, 3-클로로프로판-1,2-디올 및 그 에스테르 (MCPD 에스테르) 그리고 글리시돌 및 그 에스테르의 측정 방법이다.
- [0038] 이들 4 성분의 함유량 합계가 MCPD-FS 의 분석값으로서 측정된다.
- [0039] 본 발명에 있어서는, 당해 표준법 7.1 에 기재된 옵션 A ("7.1 Option A : Determination of the sum of ester-bound 3-MCPD and glycidol") 의 방법을 사용한다. 측정 방법의 상세는 실시예에 기재하였다.
- [0040] 본 발명의 유지 조성물에 있어서의 MCPD-FS 의 함유량은 10 ppm 이하가 바람직하고, 9 ppm 이하가 보다 바람직하고, 5 ppm 이하가 더욱 바람직하고, 0.1 ~ 5 ppm 가 특히 바람직하고, 0.4 ~ 4.7 ppm 인 것이 풍미의 무게

를 개선하는 점에서 특히 더 바람직하다.

- [0041] 본 발명의 유지 조성물은 수산기가 Y 가 88 mg-KOH/g 이하인데, 수산기가는 4.9 ~ 88 mg-KOH/g 이 보다 바람직하고, 19 ~ 87 mg-KOH/g 이 더욱 바람직하고, 26 ~ 70 mg-KOH/g 인 것이 풍미의 무게를 개선하는 점에서 특히 바람직하다.
- [0042] 여기에서, 수산기가는 일본 유(油)화학회 편저 「기준 유지 분석 시험법 2003년판」 중의 「하이드록실가 (피리딘-무수 아세트산법 2.3.6.2-1996)」에 의해 측정된 값을 말한다.
- [0043] 수산기가의 측정 방법의 상세는 실시예에 기재하였다.
- [0044] 유지 조성물의 수산기가는 수산기가가 상기 범위가 되도록 각종 유지류, 모노아실글리세롤, 디아실글리세롤 이외에, 폴리글리세린 축합 리시놀레산에스테르, 폴리글리세린 지방산 에스테르, 자당 지방산 에스테르, 소르비탄 지방산 에스테르, 폴리옥시에틸렌소르비탄 지방산 에스테르, 프로필렌글리콜 지방산 에스테르 등의 폴리올 지방산 에스테르, 유기산 모노 글리세라이드를 적절히 조합하여 조정할 수도 있다.
- [0045] 본 발명의 유지 조성물의 정제 공정으로는, 통상 유지에 대해 사용되는 정제 공정을 사용할 수 있다. 구체적으로는 탑 컷 증류 공정, 산 처리 공정, 탈색 공정, 수세 공정, 탈취 공정, 박막 증발 처리 공정 등을 들 수 있다.
- [0046] 탑 컷 증류 공정은, 유지 조성물을 증류함으로써, 지방산 등의 경질의 부생물을 제거하는 공정을 말한다.
- [0047] 산 처리 공정은, 유지에 시트르산 등의 킬레이트제를 첨가, 혼합하고, 추가로 유수 분리나 감압 탈수함으로써 수분을 제거하고, 불순물을 제거하는 공정을 말한다. 킬레이트제의 양은 유지에 대해 0.001 ~ 5 % 가 바람직하고, 0.01 ~ 1 % 가 보다 바람직하다.
- [0048] 탈색 공정이란, 유지에 흡착제 등을 접촉시켜, 색상, 풍미를 더욱 양호하게 하는 공정이다. 흡착제로는, 다공질 흡착제가 바람직하고, 예를 들어, 활성탄, 이산화규소, 및 고체산 흡착제를 들 수 있다. 고체산 흡착제로는 산성 백토, 활성 백토, 활성 알루미늄, 실리카 겔, 실리카·알루미늄, 알루미늄 실리케이트 등을 들 수 있다. 이들은 단독으로 또는 2 종 이상을 사용할 수 있다. 그 중에서도, 부생성물의 함유량을 저감시키는 점, 풍미 및 색상을 양호하게 하는 점에서, 고체산 흡착제가 바람직하고, 산성 백토, 활성 백토가 특히 바람직하다. 흡착제의 사용량은, 색상, 풍미를 더욱 양호하게 하는 점, 생산성이 양호한 점에서, 유지에 대해 2 % 미만인 바람직하고, 0.1 % ~ 2 % 미만이 더욱 바람직하고, 0.2 ~ 1.5 % 가 특히 바람직하고, 0.3 ~ 1.3 % 가 특히 더 바람직하다.
- [0049] 수세 공정은 유지에 물을 접촉시켜, 유수 분리를 실시하는 공정을 말한다. 수세에 의해 수용성 불순물을 제거할 수 있다. 수세 공정은 복수 회 (예를 들어 3 회) 반복하는 것이 바람직하다.
- [0050] 탈취 공정은 유지를 감압 수증기 증류하는 공정으로, 온도 조건은 120 ~ 270 ℃, 나아가 175 ~ 250 ℃, 특히 220 ~ 230 ℃ 를 들 수 있다. 처리 시간으로는, 1 ~ 300 분, 나아가 3 ~ 180 분, 특히 5 ~ 110 분 등을 들 수 있다. 또, 본 발명의 양태에 있어서는, 정제 처리의 최종 공정에서, 통상의 탈취 처리보다 저열이력 (마일드) 의 조건에서 탈취 처리를 조합하는 것이, 풍미 면에서 바람직하다. 여기에서, 통상의 탈취 처리에 있어서는 온도와 처리 시간의 조건은 190 ~ 220 ℃ 에서 120 ~ 300 분, 220 ~ 250 ℃ 에서 30 ~ 180 분, 혹은 250 ~ 270 ℃ 에서 5 ~ 60 분 등이다.
- [0051] 한편, 저열이력인 경우의 탈취 처리 조건은 처리 온도는 120 ~ 230 ℃ 가 바람직하고, 하한값은 175 ℃ 로 하는 것이 더욱 바람직하다. 처리 시간은 1 ~ 110 분이 바람직하고, 하한값은 5 분으로 하는 것이 더욱 바람직하다. 압력은 0.02 ~ 2 kPa 가 바람직하고, 0.03 ~ 1 kPa 가 보다 바람직하다. 수증기 등의 양은 유지에 대해 0.1 ~ 10 % 가 바람직하고, 0.5 ~ 6 % 가 보다 바람직하다.
- [0052] 특히, 그 처리 시간은, 유지의 풍미를 양호하게 하는 점에서, (A) 처리 온도가 120 ℃ 이상 205 ℃ 이하인 경우에는, 5 ~ 110 분이 바람직하고, 15 ~ 70 분이 더욱 바람직하고, (B) 처리 온도가 205 ℃ 초과 215 ℃ 이하인 경우에는, 5 ~ 50 분이 바람직하고, 8 ~ 45 분이 더욱 바람직하고, 12 ~ 40 분이 특히 바람직하고, (C) 처리 온도가 215 ℃ 초과 230 ℃ 이하인 경우에는, 5 ~ 30 분이 바람직하고, 7 ~ 27 분이 더욱 바람직하고, 10 ~ 24 분이 특히 바람직하다.
- [0053] 박막 증발 처리 공정이란, 증류 원료를 박막상으로 하여 가열하고, 유지로부터 경질 유분 (留分) 을 증발시키고, 처리를 행한 유지를 잔류분으로서 얻는 처리이다. 당해 처리는 박막식 증발 장치를 이용하여

행해진다. 박막식 증발 장치로는, 박막을 형성하는 방법에 따라, 원심식 박막 증류 장치, 유하(流下) 막식 증류 장치, 와이프드 필름 증발 장치(Wiped film distillation) 등을 들 수 있다.

[0054] 본 발명의 유지 조성물에는, 또한 일반적인 식용 유지와 마찬가지로, 보존성 및 풍미 안정성의 향상을 목적으로 하여, 항산화제를 첨가할 수 있다. 항산화제로는, 천연 항산화제, 토코페롤, 아스코르브산팔미테이트, 아스코르브산스테아레이트, BHT, BHA, 인 지질 등을 들 수 있다.

[0055] 본 발명의 유지 조성물은 일반 식용 유지와 완전히 동일하게 사용할 수 있고, 유지를 사용한 각종 음식물에 광범위하게 적용할 수 있다. 예를 들어, 드링크, 디저트, 아이스크림, 드레싱, 토핑, 마요네즈, 불고기 양념 등의 수중 유형 유지 가공 식품 ; 마가린, 스프레드 등의 유중 수형 유지 가공 식품 ; 땅콩 버터, 플라인 쇼트닝, 베이킹 쇼트닝 등의 가공 유지 식품 ; 포테이토칩, 스낵 과자, 케이크, 쿠키, 파이, 빵, 초콜릿 등의 가공 식품 ; 베이커리 믹스 ; 가공육 제품 ; 냉동 앙트레 ; 냉동 식품 등에 이용할 수 있다.

[0056] 실시예

[0057] [분석 방법]

[0058] (i) MCPD-FS 의 측정 (독일 지질 과학회 (DGF) 표준법 C-III 18 (09) 옵션 A 준거)

[0059] 덮개가 부착된 시험관에 유지 샘플 약 100 mg 를 계량하여, 내표 (3-MCPD-d5/t-부틸메틸에테르) 50 μ l, t-부틸메틸에테르/아세트산에틸 혼합 용액 (체적비 8 : 2) 500 μ l, 및 0.5 N 나트륨메톡사이드 1 ml 를 첨가하여 교반한 후, 10 분간 가만히 정지시켰다. 헥산 3 ml, 3.3 % 아세트산/20 % 염화 나트륨 수용액 3 ml 를 첨가하여 교반한 후, 상층을 제거하였다. 다시 헥산 3 ml 를 첨가하여 교반한 후, 상층을 제거하였다. 페닐보론산 1 g/95 % 아세톤 4 ml 혼합액을 250 μ l 첨가하여 교반한 후, 마개로 꼭 막아 80 $^{\circ}$ C 에서 20 분간 가열하였다. 이것에 헥산 3 ml 를 첨가하여 교반한 후, 상층을 가스 크로마토그래프-질량 분석계 (GC-MS) 에 제공하여, MCPD-FS 의 정량을 실시하였다.

[0060] (ii) 글리세라이드 조성

[0061] 유리제 샘플병에, 유지 샘플 약 10 mg 과 트리메틸실릴화제 (「실릴화제 TH」, 칸토 화학 제조) 0.5 ml 를 첨가하고, 마개로 꼭 막아 70 $^{\circ}$ C 에서 15 분간 가열하였다. 이것에 물 1.0 ml 와 헥산 1.5 ml 를 첨가하고, 진탕하였다. 가만히 정지시킨 후, 상층을 가스 크로마토그래피 (GLC) 에 제공하여 분석하였다.

[0062] (iii) 구성 지방산 조성

[0063] 일본 유화학회 편저 「기준 유지 분석 시험법」 중의 「지방산 메틸에스테르의 조제법 (2.4.1.-1996)」 에 따라 지방산 메틸에스테르를 조제하고, 얻어진 샘플을 American Oil Chemists' Society, Official Method Ce 1f-96 (GLC 법)에 의해 측정하였다.

[0064] (iv) 트랜스체 함유율

[0065] 상기에서 얻어진 지방산 조성을 기초로, 이중 결합을 2 개 갖는 탄소수 18 의 지방산 (전체 리놀산) 에 대한, 이중 결합을 2 개 갖고 또한 트랜스형 이중 결합을 포함하는 탄소수 18 의 지방산 (트랜스형 리놀산) 의 비율을 백분율로 나타낸 것을 「트랜스체 함유율 (%)」 (LTR) 로 하였다.

[0066] (v) 수산기가 일본 유화학회 편저 「기준 유지 분석 시험법 2003 년판」 중의 「하이드록실가 (피리딘-무수 아세트산법 2.3.6.2-1996)」

[0067] 목이 길고 바닥이 둥근 플라스크에 유지 샘플 약 5 g 을 계량하여, 아세틸화 시약 5 ml 를 첨가하고, 플라스크의 목에 작은 깔때기를 올려놓고, 플라스크의 저부를 가열욕에 약 1 cm 깊이로 잠기게 하여 95 ~ 100 $^{\circ}$ C 로 가열하였다. 1 시간 후, 가열욕으로부터 플라스크를 꺼내 냉각시키고, 깔때기로부터 1 ml 의 증류수를 첨가하고, 다시 가열욕에 넣고 10 분간 가열하였다. 다시 상온까지 냉각시켜, 깔때기나 플라스크의 목에 응축된 액을 5 ml 의 중성 에탄올로 플라스크 내를 씻어내리고, 0.5 mol/l 수산화칼륨-에탄올 표준액으로 페놀프탈레인 지시약을 사용하여 적정하였다. 또한, 본시험과 병행하여 공시험을 실시하여, 적정 결과로부터 하기의 식을 기초로 산출한 값을 「수산기 (mg-KOH/g)」 (OHV) 로 하였다.

[0068] 수산기 = (A-B) \times 28.05 \times F/C + 산가

[0069] (A : 공시험의 0.5 mol/l 수산화칼륨-에탄올 표준액 사용량 (ml), B : 본 시험의 0.5 mol/l 수산화칼륨-에탄올 표준액 사용량 (ml), F : 0.5 mol/l 수산화 칼륨-에탄올 표준액의 팩터, C : 시료 채취량 (g))

- [0070] [풍미 평가]
- [0071] 풍미의 평가는, 5 명의 패널에게 각자 1 ~ 2 g 을 생식하게 하고, 하기에 나타내는 기준으로 관능 평가함으로써 실시하여, 그 평균값을 나타내었다. 또한, 4 이상이 소비자에 대한 수용성이 양호한 것으로 판단된다.
- [0072] 5 : 기름기가 없고, 가볍다
- [0073] 4 : 기름기가 적고, 가볍다
- [0074] 3 : 기름기가 적고, 약간 가볍다
- [0075] 2 : 기름기가 있지만, 약간 가볍다
- [0076] 1 : 기름기가 있고, 무겁다
- [0077] (원료 유지)
- [0078] 원료 유지 A ~ C 로서, 표 1 의 조성을 갖는 유지를 사용하였다.

표 1

원료 유지		A	B	C
유지의 유래		쌀 배아유	식물유	콩유
조성 [%]	클린세라이드			
	MAG	0.2	0.1	0.0
	DAG	7.8	7.7	2.5
	TAG	91.0	91.9	97.3
지방산 조성 [%]	지방산	1.0	0.3	0.2
	C14:0	0.3	0.2	0.0
	C16:0	16.8	11.6	10.7
	C16:1	0.2	0.0	0.1
	C18:0	1.8	1.8	2.0
	C18:1	42.5	51.1	28.8
	C18:2	35.3	28.9	56.1
	C18:3	1.3	4.3	1.1
	C20:0	0.7	0.7	0.5
	C20:1	0.5	0.8	0.3
	C22:0	0.2	0.3	0.2
	C24:0	0.4	0.3	0.2

- [0079]
- [0080] 실시예 1 및 2
- [0081] 원료 유지 A 또는 B 에 대해, 박막 증발 장치로서 스미스 증류기를 사용하여, 압력 4 Pa, 증류 온도 240 ℃ 에서, 유지 샘플을 매분 3 g 으로 공급하면서 증류를 실시하여 처리유를 얻었다. 이어서 이 처리유에 대해, 압력 400 Pa, 처리 온도 180 ℃ 에서, 수증기/처리유 질량비 = 0.1 의 조건으로 30 분간 수증기를 접촉시켜, 유지 조성물을 얻었다. 분석값을 표 2 에 나타낸다.
- [0082] 비교예 1, 3 및 5
- [0083] 원료 유지 A ~ C 에 상기 실시예 1 등의 처리를 행하지 않은 경우의 분석값을 표 2 에 나타낸다.
- [0084] 비교예 2 및 4
- [0085] 원료 유지 A 또는 B 에 대해, 압력 400 Pa, 처리 온도 180 ℃ 에서, 수증기/원료 유지 질량비 = 0.1 의 조건으로 30 분간 수증기를 접촉시킨 경우의 분석값을 표 2 에 나타낸다.

표 2

	실시예		비교예				
	1	2	1	2	3	4	5
원료 유지의 종류	A	B	A	A	B	B	C
MCPD-FS(ppm)	0.7	0.4	9.7	7.8	4.9	4.4	1.9
OHV(mg-KOH/g)	5.4	4.9	9.1	8.6	9.6	9.3	4
LTR	2.2	2.1	2.2	2.2	2.1	2.1	2.0
풍미	5	5	2	2	2	2	2

[0086]

[0087] 실시예 3 ~ 15, 비교예 6 및 7

[0088] 원료 유지 A 또는 B 에 대해, 자당 지방산 에스테르 (0-170, 미츠비시 화학 푸드 (주) 제조), 글리세린 지방산 모노에스테르 (0-95R, 카오 (주) 제조) 를 첨가하여 유지 조성물을 얻었다. 분석값을 표 3 및 4 에 나타낸다.

표 3

	실시예						비교예
	3	4	5	6	7	8	6
원료 유지 A (%)	97.5	95.0	90.0	85.0	80.0	75.0	70.0
자당 지방산 에스테르 (%)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
글리세린 지방산 모노에스테르 (%)	2.5	5.0	10.0	15.0	20.0	25.0	30.0
합계	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
MCPD-FS(ppm)	9.4	9.2	8.7	8.2	7.7	7.2	6.8
OHV(mg-KOH/g)	18.2	25.7	40.5	56.5	70.3	87.5	100.4
LTR	2.2	2.2	2.3	2.4	2.5	2.6	2.7
풍미	4	5	5	5	5	4	2

[0089]

표 4

	실시예							비교예
	9	10	11	12	13	14	15	7
원료 유지 B (%)	92.0	97.5	95.0	90.0	85.0	80.0	75.0	70.0
자당 지방산 에스테르 (%)	8.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
글리세린 지방산 모노에스테르 (%)	0.0	2.5	5.0	10.0	15.0	20.0	25.0	30.0
합계	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
MCPD-FS(ppm)	4.8	4.8	4.7	4.4	4.2	3.9	3.7	3.5
OHV(mg-KOH/g)	13.2	18.6	26.1	41.0	56.9	70.8	88.0	100.8
LTR	2.0	2.1	2.1	2.2	2.2	2.3	2.5	2.5
풍미	4	4	5	5	5	4	4	2

[0090]

[0091] 표 2 ~ 4 에 나타내는 바와 같이, 열이력을 거친 공지된 유지 (비교예 1, 3 및 5) 에는 풍미의 무게가 있고, 공지된 유지에 대해 증류는 실시하지 않고 처리 온도 180 °C 에서 탈취 처리만을 실시한 유지 (비교예 2 및 4) 에 있어서도 풍미의 무게의 개선을 달성할 수 없었다. 또, 수산기가 (OHV) 가 88 mg-KOH/g 을 초과하는 유지 (비교예 6 및 7) 에서는 풍미의 무게가 느껴졌다.

[0092] 한편, 유지 조성물의 수산기가 (OHV) 를 88 mg-KOH/g 이하, 또한 MCPD-FS 의 함유량으로부터 상기 식 (1) 에 의해 구해지는 값보다 큰 유지 조성물로 함으로써, 기름지지 않고 매우 우수한 풍미의 유지 조성물을 얻을 수 있었다.

【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 16

【변경전】

트리아실글리세롤을 49.8 ~ 95.8 질량% 함유하는 유지 조성물

【변경후】

상기 유지 조성물은 트리아실글리세롤을 49.8 ~ 95.8 질량% 함유하는 것을 특징으로 하는, 유지 조성물

【직권보정 2】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 19

【변경전】

디아실글리세롤을 5 ~ 20 질량% 함유하는 유지 조성물

【변경후】

상기 유지 조성물은 디아실글리세롤을 5 ~ 20 질량% 함유하는 것을 특징으로 하는, 유지 조성물

【직권보정 3】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 18

【변경전】

트리아실글리세롤을 75 ~ 94.5 질량% 함유하는 유지 조성물

【변경후】

상기 유지 조성물은 트리아실글리세롤을 75 ~ 94.5 질량% 함유하는 것을 특징으로 하는, 유지 조성물

【직권보정 4】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 17

【변경전】

디아실글리세롤을 4 ~ 50 질량% 함유하는 유지 조성물

【변경후】

상기 유지 조성물은 디아실글리세롤을 4 ~ 50 질량% 함유하는 것을 특징으로 하는, 유지 조성물