



(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl.

A23F 3/16 (2006.01)  
A23F 3/18 (2006.01)  
A23F 3/20 (2006.01)  
A23F 3/30 (2006.01)

(11) 공개번호 10-2007-0026005  
(43) 공개일자 2007년03월08일

(21) 출원번호 10-2006-0074510  
(22) 출원일자 2006년08월08일  
심사청구일자 없음

(30) 우선권주장 JP-P-2005-00253328 2005년09월01일 일본(JP)  
JP-P-2005-00305246 2005년10월20일 일본(JP)  
JP-P-2006-00021438 2006년01월30일 일본(JP)

(71) 출원인 카오카부시키가이샤  
일본국도쿄도주오쿠니혼바시가야바쵸1쵸메14반10고

(72) 발명자 이와사키 마사키  
일본 도쿄도 스미다쿠 분카 2쵸메 1방 3고카오카부시키가이샤갱큐쇼 나  
이  
사타케 노리히코  
일본 도쿄도 스미다쿠 분카 2쵸메 1방 3고카오카부시키가이샤갱큐쇼 나  
이  
야마모토 신지  
일본 도쿄도 스미다쿠 분카 2쵸메 1방 3고카오카부시키가이샤갱큐쇼 나  
이  
호소야 나오키  
일본 도쿄도 스미다쿠 분카 2쵸메 1방 3고카오카부시키가이샤갱큐쇼 나  
이  
호시노 에이이치  
일본 도쿄도 스미다쿠 분카 2쵸메 1방 3고카오카부시키가이샤갱큐쇼 나  
이  
아베 데즈야  
일본 이바라키켄 가미스시 히가시 후카시바 20카오카부시키가이샤갱큐  
쇼 나이  
우에오카 히데아키  
일본 이바라키켄 가미스시 히가시 후카시바 20카오카부시키가이샤갱큐  
쇼 나이  
마루야마 에이조  
일본 이바라키켄 가미스시 히가시 후카시바 20카오카부시키가이샤갱큐  
쇼 나이

(74) 대리인 특허법인코리아나

전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 정제 녹차 추출물의 제조 방법

---

(57) 요약

녹차 추출물에 함유되는 탁한 성분을 효율적으로 간단하게 제거할 수 있는 정제 녹차 추출물의 제조 방법, 이 제조 방법에 의해 제조된 정제 녹차 추출물 및 그것을 함유하는 용기에 담은 음료의 제공.

녹차 추출물을 유기 용매와 물의 질량비가 65/35 ~ 97/3 의 혼합 용액 그리고 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토와 접촉 처리한 녹차 추출물을 얻고, 다음으로 이 용액의 유기 용매와 물의 질량비를 0/100 ~ 85/15 로 조정 한 후에 석출된 탁함을 분리하는 고형분 중에 비중합체 카테킨류를 36 ~ 99 질량% 함유하는 정제 녹차 추출물의 제조 방법.

**특허청구의 범위**

**청구항 1.**

녹차 추출물을, 유기 용매와 물의 질량비가 65/35 ~ 97/3 의 혼합 용액 그리고 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토와 접촉 처리하고, 얻어진 녹차 추출물 용액의 유기 용매와 물의 질량비를 0/100 ~ 85/15 로 조정하고, 이어서 이 용액 중에 석출된 탁함을 분리하는 것을 특징으로 하는, 고형분 중에 비중합체 카테킨류를 36 ~ 99 질량% 함유하는 정제 녹차 추출물의 제조 방법.

**청구항 2.**

제 1 항에 있어서,

녹차 추출물을 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토와 접촉 처리한 후, 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토를 제거하는 제조 방법.

**청구항 3.**

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

얻어진 녹차 추출물 용액의 유기 용매와 물의 질량비를 0/100 ~ 85/15 로 조정하는 경우에, 가수 및/또는 이 용액으로부터 탈유기용매하는 제조 방법.

**청구항 4.**

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

석출된 탁함의 분리 수단이 원심 분리 및/또는 여과인 정제 녹차 추출물의 제조 방법.

**청구항 5.**

제 4 항에 있어서,

여과가 용액에 여과 보조제를 첨가하고, 여과 보조제로 프리코팅된 여과기로 여과하는 제조 방법.

### 청구항 6.

비중합체 카테킨류를 고형분당 25 ~ 90 질량% 함유하는 용액을 원심 분리 및/또는 용액에 여과 보조제를 첨가하고, 여과 보조제로 프리코팅된 여과기로 여과하여 분리하는 정제 녹차 추출물의 제조 방법.

### 청구항 7.

녹차 추출물을 유기 용매와 물의 질량비가 91/9 ~ 97/3 의 혼합 용액에 분산시키고, 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토와 접촉시켜 얻어진 용액에 가수 및/또는 탈유기용매하여, 이 용액 중의 유기 용매와 물의 질량비를 70/30 ~ 40/60 의 범위로 하고, 또한 원심 분리 및/또는 용액에 여과 보조제를 첨가하고, 여과 보조제로 프리코팅된 여과기로 여과하는 정제 녹차 추출물의 제조 방법.

### 청구항 8.

제 5 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 있어서,

여과 보조제가 셀룰로오스, 규조토 또는 이들의 조합인 제조 방법.

### 청구항 9.

제 1 항 내지 제 8 항 중 어느 한 항에 있어서,

탁함을 -15 ~ 78℃ 에서 분리하는 제조 방법.

### 청구항 10.

제 1 항 내지 제 9 항 중 어느 한 항에 있어서,

유기 용매가 에탄올인 제조 방법.

### 청구항 11.

제 1 항 내지 제 10 항 중 어느 한 항에 있어서,

얻어지는 정제 녹차 추출물을 비중합체 카테킨류 (A) 당 10 질량% 의 수용액으로 했을 때의 헤이즈값이 0 ~ 70 인 제조 방법.

### 청구항 12.

제 1 항 내지 제 11 항 중 어느 한 항에 있어서,

녹차 추출물이 녹차 추출액을 탄나아제 처리하여 얻어지는 것인 제조 방법.

**청구항 13.**

제 1 항 내지 제 12 항 중 어느 한 항에 기재된 제조 방법으로 제조되고, 고형분 중에 36 ~ 99 질량%의 비중합체 카테킨류를 함유하며, 정제 녹차 추출물을 비중합체 카테킨류 (A) 당 10 질량%의 수용액으로 했을 때의 헤이즈값이 0 ~ 70 인 정제 녹차 추출물.

**청구항 14.**

제 1 항 내지 제 12 항 중 어느 한 항에 기재된 제조 방법으로 제조된 정제 녹차 추출물을 함유하는 용기에 담은 음료.

**명세서****발명의 상세한 설명****발명의 목적****발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술**

본 발명은 탁한 성분이 저감된 정제 녹차 추출물의 제조 방법, 이 제조 방법으로 제조된 정제 녹차 추출물 및 그것을 함유하는 용기에 담은 음료에 관한 것이다.

카테킨류는 콜레스테롤의 상승 억제 작용이나  $\alpha$ -아밀라아제의 활성 저해 작용 등을 갖는다는 것이 알려져 있다 (특허 문헌 1 ~ 2). 카테킨류의 이러한 생리 효과를 발현시키려면, 성인 1 일당 4 ~ 5 잔의 차를 마시는 것이 필요하다. 이 때문에, 보다 간편하게 대량의 카테킨류를 섭취할 수 있도록, 음료에 카테킨류를 고농도로 배합하는 기술이 요망되고 있다. 이 방법의 하나로서, 녹차 추출물의 농축물 (특허 문헌 3) 등을 이용하여, 카테킨류를 음료에 용해 상태로 첨가하는 방법이 있다.

녹차, 반(半)발효 또는 발효차이으로부터 안정된 풍미를 갖는 카테킨류를 추출하는 방법으로서, 저온수에서 추출하고, 승온시켜 다시 추출하는 2 단 추출법이나, 강산성 하에서 추출하는 방법이 알려져 있다 (특허 문헌 4 ~ 6). 그러나, 이들 추출 방법은 차이로부터 카테킨을 추출하는 것에 한정된 것으로서, 정제물의 풍미의 안정화, 양호한 풍미의 유지만을 목적으로 한 것이었다.

또, 카테킨류는 일반적으로 유기 용매에 난용성이고, 약산성 영역에서 추출을 촉진시킬 수 있다는 것이 알려져 있다. 그러나, 유기 용매의 비율이 높아지면 카테킨류의 추출 효율이 현저히 저하되는 (특허 문헌 7) 등의 문제가 있었다.

한편, 차이 중에는 카테킨류가 약 15 질량% 함유되어 있는데, 카페인도 통상적으로 2 ~ 4 질량% 함유되어 있다. 카페인은 중추 신경 흥분 작용을 나타내기 때문에 졸음 억제에 사용되고 있는 반면, 과잉 섭취에 따른 신경 과민, 구역질, 불면 등의 유해 작용을 일으키는 원인이 된다고 한다. 이 때문에, 카페인 함유 조성물로부터 카페인만을 선택적으로 제거하는 방법이 검토되었다. 예를 들어, 120 ~ 250 기압 하에서, 커피를 활성탄 등의 카페인 흡착제와 접촉시키는 커피의 탈카페인 방법 (특허 문헌 8), 카페인을 함유하는 수용액을 활성 백토 또는 산성 백토와 접촉시키는 선택적인 카페인 제거 방법 (특허 문헌 9) 이 제안되고 있다. 그러나, 전자는 초임계 추출 기술에 관한 것으로서, 프로세스 상의 설비 부하가 과대하고, 공업 레벨에서의 실시에 있어서 간이성이 부족하며, 또 카페인만을 선택적으로 제거하는 것이 아니라, 유효 성분인 카테킨류 조성도 변화해 버린다는 문제가 있다. 한편, 후자는 활성 백토 또는 산성 백토를 사용하는 것만으로 선택적으로 카페인을 제거할 수 있지만, 색상이 악화되는 경우가 있다는 등의 문제도 있었다.

**발명이 이루고자 하는 기술적 과제**

본 발명은 녹차 추출물을 유기 용매와 물의 질량비가 65/35 ~ 97/3 의 혼합 용액 그리고 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토와 접촉 처리하고, 얻어진 녹차 추출물 용액의 유기 용매와 물의 질량비를 0/100 ~ 85/15 로 조정하고, 이어서 이 용액 중에 석출된 탁함을 분리하는 것을 특징으로 하는, 고형분 중에 비중합체 카테킨류를 36 ~ 99 질량% 함유하는 정제 녹차 추출물의 제조 방법을 제공하는 것이다.

또, 본 발명자들은 녹차 추출물을 배합한 음료에 함유되는 각 성분을 제거하고, 음료 중에서 발생하는 침전과의 인과 관계를 조사하여, 비중함체 카테킨류를 고형분당 25 ~ 90 질량% 함유하는 용액 안에서 석출되는 탁한 성분, 또는, 녹차 추출물을 특정 비율의 유기 용매와 물의 혼합 용액 중에 분산시킨 상태에서, 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토와 처리하고, 게다가 특정 유기 용매와 물의 질량비로 했을 때에 석출되는 탁한 성분이, 음료 보존 중에 발생하는 침전의 주원인으로서, 그것을 원심 분리 및/또는 용액에 여과 보조제를 첨가하고, 여과 보조제로 프리코팅된 여과기로 여과함으로써 효율적으로 제거할 수 있다는 것을 발견하였다.

### 발명의 구성

본 발명의 정제 녹차 추출물은 간단한 제조 공정에 의해 제조되고, 얻어진 정제 녹차 추출물은 카페인 농도가 낮고, 탁한 성분이 저감되어 있음에도 불구하고, 높은 비중함체 카테킨류 농도를 유지하고 있으며, 또한 색상이 양호하고, 게다가 녹차의 풍미가 거의 없다.

그것을 함유하는 비차계(非茶系)를 용기에 담은 음료에 있어서는, 장시간 보존해도 녹차 추출물에 함유된 탁한 성분에서 유래하는 침전이 발생하지 않아, 맑고 안정된 외관을 나타내는 음료가 된다. 또한, 색상이 양호하고, 게다가 녹차의 풍미가 거의 없으며, 탁함에서 유래하는 잡맛에 대한 느낌이 적고, 음료를 장기 보존했을 때, 그 느낌에 변화가 보이지 않는다.

또, 본 발명은 비중함체 카테킨류를 고형분당 25 ~ 90 질량% 함유하는 용액을 원심 분리 및/또는 용액에 여과 보조제를 첨가하고, 여과 보조제로 프리코팅된 여과기로 여과하여 분리하는 정제 녹차 추출물의 제조 방법을 제공하는 것이다.

또한, 본 발명은 녹차 추출물을 유기 용매와 물의 질량비가 91/9 ~ 97/3 의 혼합 용액에 분산시키고, 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토와 접촉시켜 얻어진 용액에 가수 및/또는 탈유기용매하여, 이 용액 중의 유기 용매와 물의 질량비를 70/30 ~ 40/60 의 범위로 하고, 또한 원심 분리 및/또는 용액에 여과 보조제를 첨가하고, 여과 보조제로 프리코팅된 여과기로 여과하는 정제 녹차 추출물의 제조 방법을 제공하는 것이다.

또, 본 발명은 상기 제조 방법으로 제조한 정제 녹차 추출물 및 그것을 함유하는 용기에 담은 음료를 제공하는 것이다.

저카페인 녹차 추출물을 배합한 음료를 장기간 보존하면, 침전이 서서히 발생하는 현상이 관찰되는 것이 판명되었다. 이들 음료 중에서 발생하는 침전은 시각적으로 매력적이지 않아, 상품을 출시하는 데에 있어서 큰 과제가 된다. 그래서, 카테킨류의 함유량이 많은 음료에 있어서도, 장시간 보존해도 침전이 생기지 않는 안정된 외관을 나타내는 것이 요구되고 있다.

본 발명의 목적은, 녹차 추출물에 함유되는 탁한 성분을 효율적으로 간단하게 제거할 수 있는 정제 녹차 추출물의 제조 방법, 이 제조 방법에 의해 제조된 정제 녹차 추출물 및 그것을 함유하는 용기에 담은 음료를 제공하는 데 있다.

본 발명자들은 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토와 처리한 녹차 추출물을 배합한 음료 중에서 발생하는 침전과 녹차 추출물 정제 조건의 관계를 조사하여, 특정 유기 용매와 물의 질량비로 했을 때에 석출되는 탁한 성분이, 음료 보존 중에 발생하는 침전의 주원인인 것을 발견했다. 그리고, 이들 탁한 성분은, 유기 용매와 물의 질량비를, 활성탄 등에 접촉했을 때와 그 후에 변화시키면 용이하게 제거할 수 있다는 것을 발견했다.

또, 차계(茶系)를 용기에 담은 음료에 있어서는, 장시간 보존해도 녹차 추출물에 함유되는 탁함에서 유래하는 침전이 발생하지 않아, 안정된 외관을 나타내는 음료가 된다. 또한, 색상이 양호하고, 게다가 녹차의 독특한 향이 신선하고 좋으며, 음료를 장기 보존했을 때, 그 느낌에 변화가 보이지 않는다.

본 발명에서 사용하는 녹차 추출물은, 비중함체 카테킨류를 1 종 이상 함유하는 것이다. 본 발명에서 비중함체 카테킨류란, 카테킨, 갈로카테킨, 카테킨갈레이트, 갈로카테킨갈레이트 등의 비(非)에피체 카테킨류 및 에피카테킨, 에피갈로카테킨, 에피카테킨갈레이트, 에피갈로카테킨갈레이트 등의 에피체 카테킨류를 합친 총칭이다.

본 발명에 있어서의 갈레이트체 비율이란, 카테킨갈레이트와 갈로카테킨갈레이트와 에피카테킨갈레이트 및 에피갈로카테킨갈레이트 4 종류의 질량 합계가 8 종류로 이루어지는 비중함체 카테킨류의 질량 합계에 대한 100 분율의 값이다.

본 발명에서 사용하는 녹차 추출물로는 녹차, 홍차, 우롱차 등의 차잎에서 얻어진 추출액을 들 수 있다. 그 밖의 카페인 함유 식물 유래, 예를 들어 커피 등의 카페인과 차 추출액의 혼합물 등도 사용할 수 있다. 사용하는 차잎으로는, 보다 구체적으로는, Camellia 속, 예를 들어 C. sinensis, C. assamica 및 야부키타종(藪北種) 또는 이들의 잡종 등으로부터 얻어지는

차잎으로부터 제조된 차잎을 들 수 있다. 제조된 차잎에는 전차(煎茶), 번차(番茶), 옥로(玉露), 첩차(晧茶), 가마이리차(가마솥에서 덫은 차) 등의 녹차류가 있다. 이러한 비중합체 카테킨류를 함유하는 녹차 추출물로는, 녹차의 차잎으로부터 얻어진 추출액을 건조 또는 농축시킨 것 등이 바람직하다.

차잎으로부터의 추출은 추출 용매로서 물을 사용하고, 교반 추출 등에 의해 이루어진다. 추출시, 물에 미리 아스코르브산 나트륨 등의 유기산염류 또는 유기산을 첨가해도 된다. 또, 자비(煮沸) 탈기나 질소 가스 등의 불활성 가스를 통기시켜 용존 산소를 제거하면서, 이른바 비산화적 분위기 하에서 추출하는 방법을 병용해도 된다. 이와 같이 하여 얻어진 추출액은 건조, 농축시켜 본 발명에 사용하는 녹차 추출물을 얻는다. 녹차 추출물의 형태로는 액체, 슬러리, 반고체, 고체의 상태를 들 수 있다. 에탄올 등의 유기 용매 중에서의 분산성의 관점에서, 슬러리, 반고체, 고체의 상태가 바람직하다.

본 발명에서 사용하는 녹차 추출물에는 차잎으로부터 추출한 추출액을 건조, 농축시켜 사용하는 대신에, 녹차 추출물의 농축물을 물에 용해 또는 희석하여 사용해도 되고, 차잎으로부터의 추출액과 녹차 추출물의 농축물을 병용해도 된다.

여기에서, 녹차 추출물의 농축물이란, 차잎으로부터 열수 또는 수용성 유기 용매에 의해 추출된 추출물을 농축시킨 것으로서, 예를 들어, 일본 공개특허공보 소59-219384호, 일본 공개특허공보 평4-20589호, 일본 공개특허공보 평5-260907호, 일본 공개특허공보 평5-306279호 등에 기재되어 있는 방법에 의해 조제한 것을 말한다. 구체적으로는, 녹차 추출물로서, 시판되는 도쿄 푸드 테크노사 제조의 「폴리페논」, 이토엔사 제조의 「테아프란」, 타이요 화학사 제조의 「산페논」 등의 비정제 카테킨 제제를, 고체의 비정제 카테킨 제제로서 사용할 수도 있다.

녹차 추출물로는, 초임계 상태의 이산화탄소 접촉 처리를 실시한 차잎을 사용하여 추출한 추출물을 사용해도 된다. 임계 추출에 사용하는 차잎은 Camellia 속에 속해 있으면 되고, 생차(生茶)라 하더라도 제조된 차잎이어도 된다. 당해 제조된 차잎으로는 불발효차가 특히 바람직하다. 예를 들어, 증제(蒸製)차잎으로는 보통 전차, 오랜시간 쥘 전차, 옥로, 가부세차, 옥녹차(玉綠茶), 번차 등이 바람직하다. 또, 가마이리제(製)로는 옥녹차나 중국 녹차가 있다. 제조된 차잎은 증제차잎 또는 미지근한 물에 담그는(디핑) 것이 가마에서 볶아 발생하는 차잎 유래의 새로운 향미가 발생하는 것을 억제한다는 의미에서 바람직하다. 이 방법에서는, 초임계 추출을 한 잔사인 차잎으로부터 비중합체 카테킨류를 함유하는 추출물을 얻는 것이다.

녹차 추출물로서, 녹차 추출물을 탄나아제 처리한 추출물을 사용하면 쓴맛이나 떼은맛이 현저히 저감된 정제 녹차 추출물이 얻어진다는 점에서 특히 바람직하다. 여기에서 사용되는 탄나아제는, 비중합체 카테킨류를 분해하는 활성을 갖는 것이면 된다. 구체적으로는, 아스페르길루스속, 페니실륨속, 라이조푸스속 등의 탄나아제 생성균을 배양하여 얻어지는 탄나아제를 사용할 수 있다. 이 중, 아스페르길루스 오리제 유래의 것이 특히 바람직하다. 녹차 추출액에 분말상 또는 용액상의 탄나아제를, 25Unit/L ~ 500Unit/L, 바람직하게는 50Unit/L ~ 150Unit/L 의 농도가 되도록 첨가한다. 이러한 탄나아제의 첨가량은 고형분 1mg 으로 환산하면, 0.1Unit 이상, 바람직하게는 0.2Unit 이상이다. 여기에서 1Unit 은 30℃ 의 수중에서 탄닌산에 함유되는 에스테르 결합을 1 마이크로몰 가수분해하는 효소량으로 정의된다. 그 후, 5℃ ~ 50℃, 바람직하게는 10℃ ~ 40℃ 에서 10 ~ 70 질량% 의 갈레이트체 비율에 도달할 때까지 동안 유지한다.

그 후, 가능한 한 빠르게 45℃ ~ 95℃, 바람직하게는 75℃ ~ 95℃ 까지 승온시키고, 탄나아제를 실활(失活)시킴으로써 반응을 정지시킨다. 당해 탄나아제의 실활 처리에 의해, 그 후의 갈레이트체 비율의 저하를 방지할 수 있어, 목적으로 하는 갈레이트체 비율의 녹차 추출물이 얻어진다.

본 발명의 탄나아제 처리에 있어서는, 얻어지는 녹차 추출물의 비중합체 카테킨류 중의 갈레이트체 비율은 쓴맛의 저감 및 외관의 면에서 10 ~ 70 질량%, 바람직하게는 30 ~ 60 질량% 의 범위로 제어된다. 즉, 본 발명에서 실시되는 탄나아제 처리는, 종래의 중합체 카테킨류에 함유되는 모든 갈레이트체를 가수분해하는 처리 방법과는 달리, 탄나아제 처리시의 갈레이트체 비율을 제어한다. 탄나아제 처리에 의한 갈레이트체 비율의 제어는 처리시의 녹차 추출액의 pH 거동에 따라 반응의 중점을 결정하는 것이 바람직하다. 당해 pH 는 3 ~ 6, 특히 3.5 ~ 5.5 가 바람직하다. 이로 인하여 녹차 추출액 중의 갈레이트체의 양을 임의의 범위에서 유지하는 탄나아제 처리한 녹차 추출물을 얻을 수 있다. 또, 탄나아제 처리 후의 탄나아제 실활 처리에 의해, 그 후의 갈레이트체 비율의 저하를 방지할 수 있다.

본 발명의 정제 녹차 추출물의 제조에 사용하는 녹차 추출물은, 건조 질량으로, 비중합체 카테킨류를 25 ~ 90 질량%, 게다가 30 ~ 90 질량% 함유하는 녹차 추출물의 농축물을 사용하는 것이 바람직하다.

본 발명에 있어서는, 우선 녹차 추출물을, 유기 용매와 물의 질량비가 97/3 ~ 65/35 의 혼합 용액 및 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토와 접촉 처리한다.

본 발명의 정제 녹차 추출물의 제조에 사용하는 유기 용매로는, 에탄올, 메탄올, 아세톤, 아세트산에틸 등을 들 수 있다. 이들 중, 메탄올, 에탄올, 아세톤의 친수성 유기 용매가 바람직하고, 특히 식품에 대한 사용을 고려하면, 에탄올이 바람직하다. 물로서 이온 교환수, 수돗물, 천연수 등을 들 수 있다. 이 유기 용매와 물은 혼합하거나 또는 각각 별도로 녹차 추출물과 혼합해도 되는데, 혼합 용액으로 하고 나서 녹차 추출물과 혼합 처리하는 것이 바람직하다.

사용하는 유기 용매와 물은 질량비가 65/35 ~ 97/3 인데, 보다 70/30 ~ 97/3, 보다 75/25 ~ 97/3, 보다 80/20 ~ 96.5/3.5 의 범위로 조정하는 것이 바람직하다. 카테킨류의 추출 효율, 녹차 추출물의 정제, 장기간의 음용성 및 회수 유기 용매의 정류 조건 등의 점에서 이 범위에 있는 것이 바람직하다.

본 발명의 정제 녹차 추출물의 제조에 있어서는, 유기 용매와 물의 혼합 용액 100 질량부에 대해, 녹차 추출물 (건조 질량 환산) 을 10 ~ 40 질량부, 더욱이 10 ~ 30 질량부, 특히 15 ~ 30 질량부 첨가하여 처리하는 것이, 녹차 추출물을 효율적으로 처리할 수 있기 때문에 바람직하다.

물과 유기 용매의 혼합 용액 또는 각각의 첨가 시간은 10 ~ 30 분 정도의 시간 동안 천천히 적하하는 것이 바람직하다. 또, 카테킨류의 추출 효율을 높이기 위해 교반 상태에서 적하하는 것이 바람직하다. 물의 적하 종료 후에는 10 ~ 120 분 정도의 숙성 시간을 설정하면 더욱 바람직하다.

이들 처리는 10 ~ 60°C 에서 실시할 수 있으며, 특히 10 ~ 50°C, 더구나 10 ~ 40°C 에서 실시하는 것이 바람직하다.

본 발명의 정제 녹차 추출물의 제조에 사용하는 활성탄으로는, 일반적으로 공업 레벨로 사용되고 있는 것이라면 특별히 제한되지 않고, 예를 들어, ZN-50 (호쿠에쓰 탄소사 제조), 쿠라레코올 GLC, 쿠라레코올 PK-D, 쿠라레코올 PW-D (쿠라레 케미컬사 제조), 시라사기 AW50, 시라사기 A, 시라사기 M, 시라사기 C (다케다 약품 공업사 제조) 등의 시판품을 사용할 수 있다.

활성탄의 세공 용적은 0.01 ~ 0.8mL/g, 특히 0.1 ~ 0.7mL/g 이 바람직하다. 또, 비표면적은 800 ~ 1300m<sup>2</sup>/g, 특히 900 ~ 1200m<sup>2</sup>/g 의 범위인 것이 바람직하다. 또한, 이들 물성값은 질소 흡착법에 기초하는 값이다.

활성탄은 유기 용매와 물의 혼합 용액 100 질량부에 대해 0.5 ~ 5 질량부, 특히 0.5 ~ 3 질량부 첨가하는 것이 카페인의 제거 효율, 여과 공정에서의 케이크 저항이 작다는 점에서 바람직하다.

본 발명의 정제 녹차 추출물의 제조에 사용하는 산성 백토 또는 활성 백토는 모두 일반적인 화학 성분으로서, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, MgO 등을 함유하는 것인데, SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 의 비가 3 ~ 12, 특히 4 ~ 9 인 것이 바람직하다. 또, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 를 2 ~ 5 질량%, CaO 를 0 ~ 1.5 질량%, MgO 를 1 ~ 7 질량% 함유하는 조성인 것이 바람직하다.

활성 백토는 천연에서 산출되는 산성 백토 (몬모릴로나이트계 점토) 를 황산 등의 광산으로 처리한 것으로서, 큰 비표면적과 흡착능을 갖는 다공질 구조를 갖는 화합물이다. 산성 백토를 추가로 산 처리함으로써 비표면적이 변화하고, 탈색능의 개량 및 물성이 변화하는 것이 알려져 있다.

산성 백토 또는 활성 백토의 비표면적은 산 처리의 정도 등에 따라 다르지만, 50 ~ 350m<sup>2</sup>/g 인 것이 바람직하다. 예를 들어, 산성 백토로는, 미즈카 에이스 #600 (미즈사와 화학사 제조) 등의 시판품을 사용할 수 있다.

또, 활성탄과 산성 백토 또는 활성 백토를 병용하는 경우의 비율은, 질량비로 활성탄:산성 백토 또는 활성 백토=1:1 ~ 1:10, 보다 1:1 ~ 1:6 인 것이 바람직하다.

산성 백토 또는 활성 백토는 유기 용매와 물의 혼합 용액 100 질량부에 대해 2.5 ~ 25 질량부, 특히 2.5 ~ 15 질량부 첨가하는 것이 바람직하다. 산성 백토 또는 활성 백토의 첨가량이 지나치게 적으면 카페인의 제거 효율이 나빠지고, 또 지나치게 많으면 여과 공정에서의 케이크 저항이 커져 바람직하지 않다.

본 발명의 정제 녹차 추출물의 제조에 있어서는, 녹차 추출물과, 유기 용매 및 물의 혼합 용액 그리고 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토의 접촉 순서는 특별히 한정되지 않는다. (가) 녹차 추출물을, 유기 용매와 물의 혼합 용액에 용해 또는 분산시키고, 이어서 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토와 접촉시키는 방법, (나) 유기 용매와 물의 혼합 용액에, 활

성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토를 분산시킨 분산액과 녹차 추출물을 접촉 처리하는 방법, (다) 녹차 추출물, 유기 용매와 물의 혼합 용액 및 산성 백토 또는 활성 백토를 접촉시키고, 이어서 활성탄과 접촉시키는 방법이 바람직하다. 이들 공정의 사이에는 계 중에 발생한 생성물을 함유시킨 여과 공정을 넣어 여과 분리한 후 다음 공정으로 이행해도 된다.

또, 활성탄과 접촉시키는 공정은, 다음 공정의 가수 및/또는 탈유기용매 공정에서 석출된 탁한 성분을 활성탄과 접촉시키면서 분리해도 되고, 석출된 탁한 성분을 분리한 후에 활성탄과 접촉시켜도 된다.

녹차 추출물을, 유기 용매와 물의 혼합 용액에 분산시키고, 이어서 활성탄 및 산성 백토 또는 활성 백토로 접촉 처리하는 경우, 녹차 추출물을 유기 용매와 물의 혼합 용액에 용해시키는 방법은 특별히 제한되지 않고, 녹차 추출물을 최종적으로 처리할 때의 유기 용매와 물의 질량비가 65/35 ~ 97/3 의 범위로 되어 있으면 된다. 예를 들어, 녹차 추출물을 물에 용해시킨 후에 유기 용매를 첨가해 감으로써 유기 용매와 물의 질량비를 65/35 ~ 97/3 의 범위로 해도 되고, 녹차 추출물을 유기 용매에 현탁시킨 후, 서서히 물을 첨가하여 동일한 비율로 해도 된다.

또한, 본 발명에 있어서, 녹차 추출물을 산성 백토 또는 활성 백토와 유기 용매와 물의 혼합 용액의 분산액과 접촉 혼합시키는 경우, 산성 백토 또는 활성 백토와 녹차 추출물의 혼합 질량 비율은, 산성 백토 또는 활성 백토/비중합체 카테킨류의 값이 0.9 ~ 5.0 이 바람직하고, 보다 바람직하게는 1.0 ~ 4.0, 1.5 ~ 3.0 인 것이 더욱 바람직하다. 산성 백토 또는 활성 백토의 첨가량이 지나치게 적으면 카페인의 제거 효율이 나빠지고, 또 지나치게 많으면 여과 공정에서의 케이크 저항이 커져 바람직하지 않다.

녹차 추출물과 산성 백토 또는 활성 백토가 접촉할 때, 시트르산, 락트산, 타르타르산, 숙신산, 말산 등의 유기산을, 유기산과 비중합체 카테킨류의 질량 비율 (유기산/비중합체 카테킨류) 이 0.01 ~ 0.20 의 범위에서 첨가해도 된다.

활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토의 물과 유기 용매의 혼합 용액의 분산액에 녹차 추출물을 접촉시키는 액의 온도는 10 ~ 60°C 가 바람직하다. 예를 들어, 일정 온도에서 실시해도 되고, 처음에 10 ~ 30°C 로 하고, 그 다음에 20 ~ 60°C 로 승온시키는 방법으로도 가능하다.

녹차 추출물과 활성탄 및 산성 백토 또는 활성 백토의 접촉 처리는 배치식, 칼럼에 의한 연속 처리 등 중 어느 방법으로 실시해도 된다. 또, 녹차 추출물과 활성탄의 접촉 방법은 활성탄 칼럼에 의한 연속 처리 등의 방법으로 실시하는 것이 좋다. 일반적으로는, 분말상의 활성탄 등을 첨가, 교반하고, 카페인을 선택적으로 흡착한 후, 여과 조작에 의해 카페인을 제거한 여과액을 얻는 방법 또는 과립 형상의 활성탄 등을 충전한 칼럼을 사용하여 연속 처리에 의해 카페인을 선택적으로 흡착하는 방법 등이 채용된다.

녹차 추출물을 유기 용매와 물의 질량비가 65/35 ~ 97/3 의 혼합 용액 그리고 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토와 접촉 처리하고, 필요에 따라 활성탄, 산성 백토, 활성 백토를 제거한 후, 상기 유기 용매와 물의 질량비보다도 낮은 유기 용매의 비율 범위가 되도록, 얻어진 녹차 추출물의 용액에 가수 및/또는 이 용액을 탈유기용매하여 유기 용매와 물의 질량비를 0/100 ~ 85/15 로 조정한다. 활성탄 등의 제거는 여과, 원심 분리 등의 공지된 방법으로 실시해도 된다. 혼합 용액으로부터 유기 용매를 제거 또는 그 함유량을 줄이려면, 감압 증류 등의 방법으로 유기 용매를 증류 제거함으로써 이루어진다. 또, 접촉 처리 후의 혼합 용액에 가수하는 경우에는, 이온 교환수, 수돗물, 천연수 등의 물이나, 유기 용매를 혼합한 수용액을 첨가함으로써 이루어진다. 본 발명에 있어서, 혼합 용액 중의 유기 용매와 물의 질량비는 0/100 ~ 85/15 인데, 바람직하게는 0/100 ~ 80/20, 보다 바람직하게는 0/100 ~ 75/25 이고, 더욱 바람직하게는 0/100 ~ 70/30 이다. 더욱 바람직하게는 0.3/99.7 ~ 70/30 이다. 더욱 바람직하게는 0.5/99.5 ~ 70/30 이다. 특히 바람직하게는 0.5/99.5 ~ 65/35 이다. 여기에서, 유기 용매와 물의 질량비가 40/60 이하가 되면, 석출된 탁한 성분의 양이 많아지는데, 탁한 성분의 분산성도 양호해지기 때문에, 부하가 큰 분리를 사용하면 된다.

가수 및/또는 탈유기용매을 한 후, 탁한 성분을 석출시키는 숙성 시간은 특별히 한정되지 않는다. 예를 들어, 2 분 ~ 50 시간, 더구나 2 분 ~ 24 시간, 특히 5 분 ~ 6 시간인 것이 바람직하다. 또, 탁한 성분의 석출 온도는 -15 ~ 78°C, 더욱이 -5 ~ 40°C, 특히 5 ~ 25°C 인 것이 바람직하다.

탁한 성분을 석출시킨 후, 혼합 용액으로부터 탁한 성분을 분리할 때의 온도는 -15 ~ 78°C, 더욱이 -5 ~ 40°C, 특히 5 ~ 25°C 인 것이 바람직하다. 이 온도의 범위 밖이면, 분리성이 떨어지고, 또 용액의 성상에 변화가 보이는 경우가 있다.

석출된 탁한 성분의 분리 방법은 공지된 기술을 응용할 수 있다. 침강, 원심력, 여과, 흡착제 등에 의한 분리를 들 수 있다. 이른바, 여과(필터 분리)나 원심 분리 등의 수법 외에, 활성탄 등의 입상 물질이 가득 찬 칼럼을 통과시키는 것에 의한 분리 등이어도 된다. 제조 중에 혼입된 이물을 제거하기 위한 분리가 아니라, 용액의 극성을 정제 중에 높임으로써, 석출된 탁한 성분을 분리할 목적이다. 이 중, 여과, 원심 분리 또는 이들의 병용이 바람직하다.

본 발명에 있어서, 석출된 탁한 성분은 원심 분리 또는/및 혼합 용액에 여과 보조제를 첨가하고, 여과 보조제로 프리코팅된 여과기로 여과하여 분리하는 것이 특히 바람직하다.

석출된 탁한 성분을 원심 분리하는 경우의 원심 분리기로는, 데칸터형 또는 분리판형 등의 연속형 원심 분리기를 들 수 있다. 원심 분리기로는 회전체 내에 분리판을 적층시킨 분리판관을 장착하고, 큰 침강 면적을 이용하여 분리하는 분리판형 원심 분리기가 바람직하다. 분리판형 원심 분리기를 사용하는 경우, 침강 면적( $\Sigma m^2$ )과 처리 유량( $Q m^3/h$ )의 비( $Q/\Sigma$ )가  $2.5 \times 10^{-6} \sim 5.0 \times 10^{-5} m/h$ , 더구나  $7.5 \times 10^{-6} \sim 4.0 \times 10^{-5} m/h$ , 특히  $1.0 \times 10^{-5} \sim 3.0 \times 10^{-5} m/h$  인 것이 바람직하다.

석출된 탁한 성분을 여과 보조제로 프리코팅된 여과기로 여과하는 경우에는, 혼합 용액에 여과 보조제를 첨가하여 실시하는 것이 바람직하다. 프리코팅 및 첨가를 위해 사용되는 여과 보조제로는 규조토, 셀룰로오스 및 이들을 조합한 것을 들 수 있다. 여과기로는 여과포, 여과지 등을 들 수 있다. 프리코팅층의 두께는 3 ~ 50mm, 더욱 10 ~ 40mm, 특히 15 ~ 30mm 인 것이 바람직하다. 첨가하는 여과 보조제의 양은 혼합 용액 100 질량부에 대해 1 ~ 30 질량부, 더욱 2 ~ 15 질량부, 특히 2 ~ 5 질량부인 것이 바람직하다. 여과 속도는  $500 \sim 7,000 L/m^2 \cdot h$ , 더욱  $1,000 \sim 4,500 L/m^2 \cdot h$  인 것이 바람직하다. 여과 방법은 가압 여과법, 흡인 여과법, 원심 여과법 등을 들 수 있다.

다음으로, 본 발명의 방법 중, 비중합체 카테킨류를 고형분당 25 ~ 90 질량% 함유하는 용액을 원심 분리 및/또는 용액에 여과 보조제를 첨가하고, 여과 보조제로 프리코팅된 여과기로 여과하여 분리하는 정제 녹차 추출물의 제조 방법에 대하여 설명한다.

사용하는 원료 녹차 추출물은 상기와 동일하다.

본 발명의 정제 녹차 추출물은, 비중합체 카테킨류를 고형분당 25 ~ 90 질량% 함유하는 용액을 원심 분리 및/또는 용액에 여과 보조제를 첨가하고, 여과 보조제로 프리코팅된 여과기로 여과하여 분리함으로써 제조된다.

또, 본 발명의 정제 녹차 추출물은, 상기의 녹차 추출물을 유기 용매와 물의 질량비가 91/9 ~ 97/3의 혼합 용액에 분산시키고, 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토와 접촉 처리한 용액에 가수 및/또는 탈유기용매하여, 이 용액 중의 유기 용매와 물의 질량비를 70/30 ~ 40/60의 범위로 하고, 이어서 석출된 탁한 성분을 원심 분리 및/또는 용액에 여과 보조제를 첨가하고, 여과 보조제로 프리코팅된 여과기로 여과하여 제조된다. 녹차 추출물은 건조 중량으로 비중합체 카테킨류를 25 ~ 90 질량%, 더욱 30 ~ 90 질량% 함유하는 녹차 추출물의 농축물을 사용하는 것이 바람직하다.

본 발명의 정제 녹차 추출물의 제조에 사용하는 유기 용매로는, 에탄올, 메탄올, 아세톤, 아세트산에틸 등을 들 수 있다. 이들 중, 메탄올, 에탄올, 아세톤의 친수성 유기 용매가 바람직하고, 특히 식품에 대한 사용을 고려하면 에탄올이 바람직하다. 물로는 이온 교환수, 수돗물, 천연수 등을 들 수 있다. 이 유기 용매와 물은 혼합하거나 또는 각각 별도로 녹차 추출물과 혼합해도 되지만, 혼합 용액으로 하고 나서 녹차 추출물과 혼합하는 것이 바람직하다.

본 발명에 있어서는, 녹차 추출물을 유기 용매와 물의 혼합 용액에 분산시킬 때의 유기 용매와 물의 질량비를 91/9 ~ 97/3, 바람직하게는 91/9 ~ 95/5, 보다 바람직하게는 92/8 ~ 95/5의 범위로 조정한다. 유기 용매의 비율이 97/3을 초과하면 카테킨류의 추출 효율이 떨어지며, 또 91/9 미만에서는 녹차 추출물의 정제 정도가 떨어져 바람직하지 않다.

본 발명에 있어서는, 녹차 추출물을 유기 용매와 물의 혼합 용액에 분산시키는 방법은 특별히 제한되지 않고, 카페인 함유 카테킨류 조성물을 최종적으로 처리할 때의 유기 용매와 물의 질량비가 91/9 ~ 97/3의 범위로 되어 있으면 된다. 예를 들어, 녹차 추출물을 물에 용해시킨 후에 유기 용매를 첨가해 감으로써 유기 용매와 물의 질량비를 91/9 ~ 97/3의 범위로 해도 되고, 녹차 추출물을 유기 용매에 현탁시킨 후, 서서히 물을 첨가하여 동일한 비율로 해도 된다. 추출 효율면에서, 물에 용해시킨 후에 유기 용매를 첨가해 가는 방법이 바람직하다. 또, 녹차 추출물은 1 회로 전체량 첨가해도 되지만, 2 회 이상, 예를 들어, 2 ~ 4 회로 분할하여 첨가해도 된다.

본 발명에 있어서는, 유기 용매와 물의 혼합 용액 100 질량부에 대해, 건조 질량 환산의 녹차 추출물을 10 ~ 40 질량부, 특히 10 ~ 30 질량부 첨가하여 처리하는 것이 녹차 추출물을 효율적으로 처리할 수 있기 때문에 바람직하다.

물과 유기 용매의 혼합 용액 또는 각각의 첨가 시간은 10 ~ 30 분 정도의 시간 동안 천천히 적하하는 것이 바람직하다. 또, 카테킨류의 추출 효율을 높이기 위해 교반 상태에서 적하하는 것이 바람직하다. 물의 적하 종료 후에는 10 ~ 120 분 정도의 숙성 시간을 설정하면 더욱 바람직하다.

이들 처리는 10 ~ 60°C 에서 실시할 수 있으며, 특히 10 ~ 50°C, 보다 10 ~ 40°C 에서 실시하는 것이 바람직하다.

본 발명의 정제 녹차 추출물의 제조에 사용하는 활성탄으로는, 일반적으로 공업 레벨로 사용되고 있는 것이라면 특별히 제한되지 않고, 예를 들어, ZN-50 (호쿠에츠 탄소사 제조), 쿠라레코올 GLC, 쿠라레코올 PK-D, 쿠라레코올 PW-D (쿠라레 케미칼사 제조), 시라사기 AW50, 시라사기 A, 시라사기 M, 시라사기 C (다케다 약품 공업사 제조) 등의 시판품을 사용할 수 있다.

활성탄의 세공 용적은 0.01 ~ 0.8mL/g, 특히 0.1 ~ 0.7mL/g 이 바람직하다. 또, 비표면적은 800 ~ 1300m<sup>2</sup>/g, 특히 900 ~ 1200m<sup>2</sup>/g 의 범위인 것이 바람직하다. 또한, 이들 물성값은 질소 흡착법에 기초하는 값이다.

활성탄은 유기 용매와 물의 혼합 용액 100 질량부에 대해 0.5 ~ 5 질량부, 특히 0.5 ~ 3 질량부 첨가하는 것이 바람직하다. 활성탄의 첨가량이 지나치게 적으면, 카페인의 제거 효율이 나빠지고, 또 지나치게 많으면 여과 공정에서의 케이크 저항이 커져 바람직하지 않다.

본 발명의 정제 녹차 추출물의 제조에 사용하는 산성 백토 또는 활성 백토는 모두 일반적인 화학 성분으로서, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, MgO 등을 함유하는 것인데, SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 의 비가 3 ~ 12, 특히 4 ~ 9 인 것이 바람직하다. 또, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 를 2 ~ 5 질량%, CaO 를 0 ~ 1.5 질량%, MgO 를 1 ~ 7 질량% 함유하는 조성인 것이 바람직하다.

활성 백토는 천연에서 산출되는 산성 백토 (몬모릴로나이트계 점토) 를 황산 등의 광산으로 처리한 것으로서, 큰 비표면적과 흡착능을 갖는 다공질 구조를 가진 화합물이다. 산성 백토를 추가로 산 처리함으로써 비표면적이 변화하여, 탈색능의 개량 및 물성이 변화하는 것이 알려져 있다.

산성 백토 또는 활성 백토의 비표면적은 산 처리의 정도 등에 따라 다르지만, 50 ~ 350m<sup>2</sup>/g 인 것이 바람직하고, pH (5 질량% 서스펜션) 는 2.5 ~ 8, 특히 3.6 ~ 7 인 것이 바람직하다. 예를 들어, 산성 백토로는, 미즈카 에이스 #600 (미즈사와 화학사 제조) 등의 시판품을 사용할 수 있다.

산성 백토 또는 활성 백토는 유기 용매와 물의 혼합 용액 100 질량부에 대해 2.5 ~ 25 질량부, 특히 2.5 ~ 15 질량부 첨가하는 것이 바람직하다. 산성 백토 또는 활성 백토의 첨가량이 지나치게 적으면 카페인의 제거 효율이 나빠지고, 또 지나치게 많으면 여과 공정에서의 케이크 저항이 커져 바람직하지 않다.

또, 활성탄과 산성 백토 또는 활성 백토를 병용하는 경우의 비율은, 질량비로 활성탄 1 에 대해 1 ~ 10 이 좋고, 특히 활성탄:산성 백토 또는 활성 백토=1:1 ~ 1:6 인 것이 바람직하다.

본 발명의 정제 녹차 추출물의 제조에 있어서의, 녹차 추출물, 유기 용매와 물의 혼합 용액 그리고 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토의 접촉 순서는 특별히 한정되지 않는다. 예를 들어, (1) 유기 용매와 물의 혼합 용액에 녹차 추출물을 첨가하고, 활성탄 접촉, 이어서 산성 백토 또는 활성 백토와 접촉시키는 방법, (2) 유기 용매와 물의 혼합 용액에 녹차 추출물을 첨가하고, 활성 백토 또는 활성 백토와 접촉시키고, 이어서 활성탄과 접촉시키는 방법, (3) 유기 용매와 물의 혼합 용액에 활성탄을 첨가하고, 여기에 녹차 추출물을 첨가하고, 이어서 산성 백토 또는 활성 백토를 첨가하는 방법 등을 들 수 있는데, (4) 유기 용매와 물의 혼합 용액에 산성 백토 또는 활성 백토를 첨가하고, 여기에 녹차 추출물을 첨가하고, 이어서 활성탄을 첨가하는 방법이 바람직하다.

이들 각 성분의 첨가와 다음 성분 첨가 사이에는 여과를 실시하는 것이 바람직하다. 또, 녹차 추출물을 2 회 이상으로 분할하여 첨가한 경우, 그 사이에 여과를 실시해도 된다.

게다가, 본 발명에 있어서, 녹차 추출물을 산성 백토 또는 활성 백토와 유기 용매와 물의 혼합 용액의 분산액과 접촉 혼합시키는 경우, 접촉시킬 때의 pH 를 4 ~ 6 의 범위로 조정하여 실시하는 것이, 비중합체 카테킨류를 효율적으로 추출한 정제 녹차 추출물을 얻기 위해 바람직하다. 접촉시에, 시트르산, 락트산, 타르타르산, 숙신산, 말산 등의 유기산을, 유기산과 비중합체 카테킨류의 질량 비율 (유기산/비중합체 카테킨류) 이 0.02 ~ 0.20 인 범위에서 첨가하는 것이 바람직하다.

또, 본 발명에 있어서, 녹차 추출물을 산성 백토 또는 활성 백토와 유기 용매와 물의 혼합 용액의 분산액과 접촉 혼합시키는 경우, 접촉시킬 때의 액의 온도는 처음에 10 ~ 30℃ 로 하고, 그 다음에 20 ~ 60℃ 로 승온시키면, 녹차 추출물의 용해가 촉진된다는 점 및 분산액에 대한 카테킨 추출 효율이 촉진된다는 점에서 바람직하다.

본 발명에 있어서, 우선 녹차 추출물을 유기 용매와 물의 질량비가 91/9 ~ 97/3 의 혼합 용액에 분산시키고, 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토와 접촉 처리하고, 이어서 여과하고, 여과액 부분에 가수 및/또는 탈유기용매를 실시하는 것이 바람직하다.

또, 활성탄과의 접촉은 다음 공정의 가수 및/또는 탈유기용매를 실시하기 전에 실시해도 되고, 가수 및/또는 탈유기용매를 실시하고, 석출된 탁한 성분을 분리한 후에 활성탄과 접촉시켜도 된다.

녹차 추출물과 활성탄 및 산성 백토 또는 활성 백토의 접촉 처리는 배치식, 칼럼에 의한 연속 처리 등 중 어느 방법으로 실시해도 된다. 또, 녹차 추출물과 활성탄의 접촉 방법은 활성탄 칼럼에 의한 연속 처리 등의 방법으로 실시하는 것이 좋다. 일반적으로는, 분말상의 활성탄 등을 첨가, 교반하고, 카페인을 선택적으로 흡착한 후, 여과 조작에 의해 카페인을 제거한 여과액을 얻는 방법 또는 과립 형상의 활성탄 등을 충전한 칼럼을 사용하여 연속 처리에 의해 카페인을 선택적으로 흡착하는 방법 등이 채용된다.

녹차 추출물을, 유기 용매와 물의 혼합액 그리고 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성 백토와 접촉 처리하고, 필요에 따라 활성탄, 산성 백토, 활성 백토를 여과 등의 공지된 방법으로 제거한 후, 이어서 이들 혼합 용액 중의 유기 용매와 물의 질량비가 70/30 ~ 40/60, 바람직하게는 60/40 ~ 45/55 가 되도록, 혼합 용액에 가수 및/또는 혼합 용액으로부터 탈유기용매한다. 혼합 용액으로부터 유기 용매의 함유량을 줄이려면, 감압 증류 등의 방법으로 유기 용매를 증류 제거함으로써 행해진다. 또, 접촉 처리 후의 혼합 용액에 가수하는 경우에는, 이온 교환수, 수돗물, 천연수 등의 물을 첨가함으로써 이루어진다.

가수 및/또는 탈유기용매를 한 후, 탁한 성분을 석출시키는 숙성 시간은 특별히 한정되지 않는다. 예를 들어, 2 분 ~ 50 시간, 더욱 2 분 ~ 24 시간, 특히 5 분 ~ 6 시간인 것이 바람직하다. 또, 탁한 성분의 석출 온도는 -15 ~ 78℃, 더욱 -5 ~ 40℃, 특히 5 ~ 25℃ 인 것이 바람직하다.

탁한 성분을 석출시킨 후, 혼합 용액으로부터 탁한 성분을 분리시킬 때의 온도는, -15 ~ 78℃, 보다 -5 ~ 40℃, 특히 5 ~ 25℃ 인 것이 바람직하다. 이 온도의 범위 밖이면 분리성이 떨어지고, 또 용액의 성상에 변화가 관찰되는 경우가 있다.

본 발명에 있어서, 석출된 탁한 성분은, 원심 분리 또는/및 혼합 용액에 여과 보조제를 첨가하고, 여과 보조제로 프리코팅된 여과기로 여과하여 분리된다.

석출된 탁한 성분을 원심 분리하는 경우의 원심 분리기로는, 데칸터형 또는 분리관형 등의 연속형 원심 분리기를 들 수 있다. 원심 분리기로는 회전체 내에 분리관을 적층시킨 분리관군을 장착하고, 큰 침강 면적을 이용하여 분리하는 분리관형 원심 분리기가 바람직하다. 분리관형 원심 분리기를 사용하는 경우, 침강 면적 ( $\Sigma m^2$ ) 과 처리 유량 ( $Qm^3/h$ ) 의 비 ( $Q/\Sigma$ ) 가  $2.5 \times 10^{-6} \sim 5.0 \times 10^{-5} m/h$ , 더욱  $7.5 \times 10^{-6} \sim 4.0 \times 10^{-5} m/h$ , 특히  $1.0 \times 10^{-5} \sim 3.0 \times 10^{-5} m/h$  인 것이 바람직하다.

석출된 탁한 성분을 여과 보조제로 프리코팅된 여과기로 여과하는 경우에는, 혼합 용액에 여과 보조제를 첨가하여 실시한다. 프리코팅 및 첨가를 위해 사용되는 여과 보조제로는 규조토, 셀룰로오스 및 이들을 조합한 것을 들 수 있다. 여과기로는 여과포, 여과지 등을 들 수 있다. 프리코팅층의 두께는 3 ~ 50mm, 게다가 10 ~ 40mm, 특히 15 ~ 30mm 인 것이 바람직하다. 첨가하는 여과 보조제의 양은 혼합 용액 100 질량부에 대해 1 ~ 30 질량부, 더욱 2 ~ 15 질량부, 특히 2 ~ 5 질량부인 것이 바람직하다. 여과 속도는  $500 \sim 7,000 L/m^2 \cdot h$ , 더욱  $1,000 \sim 4,500 L/m^2 \cdot h$  인 것이 바람직하다. 여과 방법은 가압 여과법, 흡인 여과법, 원심 여과법 등을 들 수 있다.

녹차 추출물을, 유기 용매와 물의 혼합액 그리고 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성탄과 접촉 처리 용액시키는 방법에 의해 얻어진 용액에, 가수 및/또는 혼합 용액으로부터 탈유기용매하고, 석출된 탁한 성분을 분리하고, 필요에 따라 추가로 활성탄과 접촉시킨 후의 녹차 추출물의 용액은, 계 중으로부터 유기 용매를 제거하기 위해 감압 증류 등의 방법을 사용하여 증류 제거된다. 또, 처리 후의 녹차 추출물은 액상이거나 고체상이어도 되지만, 고체 상태를 조절하는 경우에는 동결 건조나 스프레이 드라이 등의 방법에 의해 분말화하여도 된다.

이러한 제조 공정에서 제조된 정제 녹차 추출물은, 그 고형분 중에 비중합체 카테킨류를 36 ~ 99 질량% 함유한다. 바람직하게는 39 ~ 99 질량%, 보다 바람직하게는 40 ~ 90 질량% 이고, 더욱 바람직하게는 45 ~ 90 질량% 이다. 더욱 바람직하게는 50 ~ 90 질량% 이다. 더욱 바람직하게는 55 ~ 90 질량% 이다. 특히 바람직하게는 55 ~ 88 질량% 이다. 게다가, 정제 녹차 추출물의 고형분 중에서, 유리 아미노산과 단백질을 합계량으로 0 ~ 5.0 질량% 함유하는 것이 바람직하고, 비중합체 카테킨류와 유리 아미노산 및 단백질의 합계량의 질량 비율 (비중합체 카테킨류/(유리 아미노산+ 단백질)) 이 15 ~ 25 인 것이 바람직하다.

본 발명에 의해 제조된 정제 녹차 추출물은 함유하는 비중합체 카테킨류의 조성이 처리 전과 본질적으로 변화되어 있지 않은 것이 바람직하다. 처리 전후의 유기 용매와 물의 혼합 용액 중의 비중합체 카테킨류의 수율은 60 질량% 이상, 더욱 65 질량% 이상, 더욱 더 70 질량% 이상, 특히 80 질량% 이상이 바람직하다.

또, 정제 녹차 추출물 중의 카테킨갈레이트, 에피카테킨갈레이트, 갈로카테킨갈레이트 및 에피갈로카테킨갈레이트로 이루어지는 갈레이트체의 전체 비중합체 카테킨류 중에서의 비율은 35 ~ 100 질량%, 더욱 35 ~ 98 질량% 인 것이, 비중합체 카테킨류의 생리 효과의 유효성상 바람직하다.

정제 녹차 추출물 중의 카페인과 비중합체 카테킨류의 함유 질량비는 바람직하게는 0 ~ 0.2 인데, 보다 바람직하게는 0 ~ 0.14, 더욱 바람직하게는 0 ~ 0.1, 더욱 바람직하게는 0 ~ 0.09, 특히 바람직하게는 0 ~ 0.07, 특히 바람직하게는 0 ~ 0.06 이다.

본 발명에 있어서의 정제 녹차 추출물을 비중합체 카테킨류 (A) 당 10 질량% 의 수용액으로 했을 때의 헤이즈값은 0 ~ 70 이고, 바람직하게는 0 ~ 65, 보다 바람직하게는 0 ~ 60, 더욱 바람직하게는 0 ~ 55, 더욱 바람직하게는 0 ~ 50, 더욱 바람직하게는 0 ~ 45, 특히 바람직하게는 0 ~ 40 의 범위이다.

헤이즈값이 상기 범위에 있는 정제 녹차 추출물을 사용한 비차계를 용기에 담은 음료에 있어서는, 장시간 보존해도 녹차 추출물에 함유되는 탁함에서 유래하는 침전이 발생하지 않아, 맑고 안정된 외관을 나타내는 음료가 된다. 또한, 색상이 양호하고, 게다가 녹차의 풍미가 거의 없다.

또, 차계를 용기에 담은 음료에 있어서는, 장시간 보존해도 녹차 추출물에 함유되는 탁함에서 유래하는 침전이 발생하지 않아 안정된 외관을 나타내는 음료가 된다. 또한, 색상이 양호하고, 게다가 녹차의 독특한 신선한 향이 양호해진다.

헤이즈값이 상기 범위에서 벗어난 비차계를 용기에 담은 음료의 경우, 장시간 보존하면 탁함에서 유래하는 침전이 발생하여 맑고 안정된 외관을 나타내지 않게 될 뿐만 아니라, 탁한 성분에서 유래하는 잡맛이 음료의 장기 보존 중에 점점 심해져 기호성이 크게 저하된다. 또, 차계를 용기에 담은 음료에 있어서는, 음료의 장기 보존 중에 점점 심해져, 녹차로서의 신선한 향이 소실되어 기호성이 크게 저하된다.

얻어진 정제 녹차 추출물은 카페인 농도가 낮고, 탁한 성분이 저감되어 있음에도 불구하고, 높은 비중합체 카테킨류 농도를 유지하고 있으며, 또한 색상이 양호하고, 게다가 녹차의 풍미가 거의 없다. 따라서, 얻어진 탁한 성분이 저감된 정제 녹차 추출물은 용기에 담은 음료로서 유용하고, 특히 녹차, 우롱차, 블렌드차, 홍차, 보리차 등의 차계 음료, 스포츠 음료, 아이소토닉 음료, 니어워터, 탄산 음료, 야채즙 음료, 과즙 음료, 커피 등의 비차계 음료로서 유용하다.

본 발명의 용기에 담은 음료 안에는, 물에 용해 상태에 있는 비중합체 카테킨류를 0.03 ~ 1.0 질량% 함유하는데, 바람직하게는 0.04 ~ 0.5 질량%, 보다 바람직하게는 0.06 ~ 0.4 질량%, 더욱 바람직하게는 0.07 ~ 0.4 질량%, 특히 바람직하게는 0.08 ~ 0.3 질량%, 특히 더 바람직하게는 0.09 ~ 0.3 질량%, 가장 바람직하게는 0.1 ~ 0.3 질량% 함유한다. 비중합체 카테킨류의 함량이 이 범위에 있으면, 다량의 비중합 카테킨류를 용이하게 얻기 쉽고, 음료 조제 직후의 색조(色調)면에서도 바람직하다. 당해 비중합체 카테킨류의 농도는, 탁한 성분이 저감된 상기 정제 녹차 추출물의 배합량에 의해 조정할 수 있다.

또, 축적 체지방 연소의 촉진, 식사성 지방 연소의 촉진 및 간장  $\beta$  산화 유전자 발현 촉진의 효과를 내기 위한 성인 1 일당 섭취량으로는, 비중합체 카테킨류로서 300mg 이상, 더욱 450mg 이상, 더욱 500mg 이상이 바람직하다. 또, 구체적으로는 1 개 (500mL) 당 비중합체 카테킨류를 483mg, 555mg 및 900mg 을 함유하는 음료의 섭취에 의해 항비만 효과나 내장 지방 저감 효과가 확인되었다 (일본 공개특허공보 2002-326932호).

따라서, 본 발명의 용기에 담은 음료에 있어서도 성인 1 일당 섭취량으로는, 비중합체 카테킨류로서 300mg 이상, 더욱 450mg 이상, 특히 500mg 이상이 바람직하고, 1 일당 필요 섭취량을 확보하는 의미에서도, 본 발명의 용기에 담은 음료 1 개 (500mL) 당 300mg 이상, 더욱 450mg 이상, 더욱 500mg 이상의 배합량이 있는 것이 바람직하다.

본 발명의 용기에 담은 음료에 있어서의 카페인과 비중합체 카테킨류의 함유 질량비는 0 ~ 0.2 인데, 바람직하게는 0 ~ 0.14, 보다 바람직하게는 0 ~ 0.1, 더욱 바람직하게는 0 ~ 0.09, 특히 바람직하게는 0 ~ 0.07, 가장 바람직하게는 0 ~ 0.06 이다.

본 발명의 용기에 담은 음료에는, 나트륨 이온 및/또는 칼륨 이온을 함유시켜도 된다. 이들 이온을 함유시킨 본 발명의 음료는, 스포츠 드링크, 아이소토닉 음료 등의 음료 형태로서 유용하다. 스포츠 드링크란, 신체 운동 후에 땀으로서 잃어버리는 수분, 미네랄을 빠르게 보급할 수 있는 음료라고 일반적으로 규정된다.

주요 생리 전해질 중에는 나트륨 및 칼륨이 있다. 이들 이온 성분은 이들에 대응하는 수용성 성분 내지 무기염을 첨가함으로써 함유시킬 수 있다. 이들은 과즙 및 녹차 추출물 중에도 존재한다. 본 발명의 음료 중의 전해질 또는 이온 성분의 양은 최종적으로 음용할 수 있는 용기에 담은 음료 중의 함유량이다. 전해질 농도는 이온 농도로 표시된다. 칼륨 이온 성분은 칼륨 염화물, 탄산칼륨, 황산칼륨, 아세트산칼륨, 탄산수소칼륨, 시트르산칼륨, 인산칼륨, 인산수소칼륨, 타르타르산칼륨, 소르브산칼륨 등 또는 이들의 혼합물과 같은 염으로서, 또는 첨가된 과즙 또는 차의 성분으로서 본 발명의 음료에 배합할 수 있다. 칼륨 이온은 0.001 ~ 0.2 질량%, 더욱 0.002 ~ 0.15 질량%, 특히 0.003 ~ 0.12 질량% 로 본 발명의 용기에 담은 음료 중에 함유되는 것이 바람직하다. 동일하게, 나트륨 이온 성분은, 나트륨 염화물, 탄산나트륨, 탄산수소나트륨, 시트르산나트륨, 인산나트륨, 인산수소나트륨, 타르타르산나트륨, 벤조산나트륨 등 및 이들의 혼합물과 같이 용이하게 입수할 수 있는 나트륨염으로서, 또는 첨가된 과즙 또는 차의 성분으로서 배합할 수 있다. 나트륨의 농도는 삼투압에 의한 물의 흡수를 용이하게 시키는 데에 있어서 낮은 것이 바람직하지만, 몸에서 장으로 물을 삼투압 흡인시키지 않는 정도인 것이 바람직하다. 이것을 실시하기 위해 필요한 나트륨의 농도는 혈장 나트륨의 경우보다도 낮은 것이 바람직하다. 나트륨 이온은 0.001 ~ 0.5 질량%, 더욱 0.002 ~ 0.4 질량%, 더욱 0.003 ~ 0.2 질량% 로 본 발명의 용기에 담은 음료 중에 함유되는 것이 바람직하다. 칼륨 및 나트륨 이온에 추가하여, 본 발명의 용기에 담은 음료에는 0.001 ~ 0.5 질량%, 바람직하게는 0.002 ~ 0.4 질량%, 가장 바람직하게는 0.003 ~ 0.3 질량% 의 염화물 이온을 더욱 함유시킬 수 있다. 염화물 이온 성분은 염화나트륨 또는 염화칼륨과 같은 염의 형태로 배합할 수 있다. 칼슘 및 마그네슘, 아연, 철과 같은 다른 미량 이온도 배합해도 된다. 이들 이온도 염으로서 배합해도 된다. 음료 중에 존재하는 이온의 합계량에는, 첨가된 이온량과 함께, 음료 중에 천연으로 존재하는 이온량을 포함한다. 예를 들어, 염화나트륨이 첨가된 경우, 그 양의 나트륨 이온 및 그 양의 염화물 이온도, 그에 따라 각 이온의 합계량에 포함된다.

여기에서, 나트륨 이온이나 칼륨 이온의 농도가 지나치게 낮으면, 마시는 장소에 따라서는 맛에서 어딘가 부족하게 느끼고, 효과적인 미네랄 보급을 할 수 없어 바람직하지 않다. 한편, 지나치게 많으면, 염류 자체의 맛이 강해져 장기간의 음용에 바람직하지 않다.

본 발명의 용기에 담은 음료에는 맛을 개선할 목적으로 감미료가 사용된다. 감미료로는 인공 감미료류, 탄수화물류, 글리세롤류 (예를 들어, 글리세린) 가 사용된다. 이들 감미료는, 본 발명의 용기에 담은 음료 중에 0.0001 ~ 20 질량%, 더욱 0.001 ~ 15 질량%, 더욱 0.001 ~ 10 질량% 함유하는 것이 단맛과 신맛, 짠맛의 밸런스, 지나치게 달지 않으며 목구멍에 걸리는 감각이 약하여 목구멍으로 넘어가는 점에서 바람직하다.

본 발명의 용기에 담은 음료에 있어서의 감미료로는, 인공 감미료를 사용하는 것이 바람직하다.

본 발명에서 사용할 수 있는 인공 감미료의 예에는 사카린 및 사카린나트륨, 아스파탐, 아세설팜 K, 수크랄로오스, 네오탄 등의 고감도 감미료, 소르비톨, 에리트리톨, 자일리톨 등의 당알코올을 사용할 수 있다. 상품으로는, 아스파탐으로 이루어진 슬림업 슈거, 에리트리톨을 함유한 라칸트 S, 에리트리톨과 아스파탐으로 이루어진 펄스 스위트 등을 사용할 수 있다.

목적으로 하는 용기에 담은 음료가 에너지 보급을 겸비하는 경우에는, 탄수화물류의 감미료를 사용하는 것이 바람직하다.

본 발명에서 사용할 수 있는 탄수화물류 감미료로는 가용성 탄수화물이 사용된다. 가용성 탄수화물에는 감미료와 에너지원의 역할이 있다. 본 발명의 음료에 사용하는 탄수화물을 선택할 때에는 충분한 위 배출 및 장 흡수 속도를 고려하는 것이 바람직하다.

탄수화물은 글루코오스 및 프룩토오스의 혼합물이어도 되고, 또는 소화관에서 가수분해하거나 또는 글루코오스 및 프룩토오스를 형성하는 탄수화물이어도 된다. 본 명세서에서 사용되는 「탄수화물」라는 용어는 단당, 2 당, 올리고당, 복합 단당 및 이들의 혼합물을 포함한다.

여기에서 사용할 수 있는 단당에는 테트로오스, 펜토오스, 헥소오스 및 케토헥소오스가 있다. 헥소오스의 예는, 포도당으로서 알려진 글루코오스와 같은 알도헥소오스이다. 본 발명의 용기에 담은 음료 중의 글루코오스의 양은 0.0001 ~ 20 질량%, 더욱 0.001 ~ 15 질량%, 더욱 0.001 ~ 10 질량% 인 것이 바람직하다. 과당으로서 알려진 프룩토오스는 케토헥소오스이다. 본 발명의 용기에 담은 음료 중의 프룩토오스의 양은 0.0001 ~ 20 질량%, 더욱 0.001 ~ 15 질량%, 특히 0.001 ~ 10 질량% 인 것이 바람직하다.

본 발명의 음료 중에 있어서는, 인공 감미료 단독계, 인공 감미료와 글루코오스계 화합물, 또는 인공 감미료와 프룩토오스계 화합물의 조합이 바람직하다.

본 발명에서 사용할 수 있는 탄수화물류 감미료로는 가용성 탄수화물이 사용되는데, 올리고당으로는 이들 2 종의 단당을 체내에서 생성하는 탄수화물 (즉, 수크로오스, 말토덱스트린, 콘시럽, 고프룩토오스 콘시럽) 을 들 수 있다. 이 당의 중요한 타입은 2 당이다. 2 당의 예는, 자당 또는 침채당으로서 알려진 수크로오스이다. 본 발명의 용기에 담은 음료 중의 수크로오스의 양은 0.001 ~ 20 질량%, 더욱 0.001 ~ 15 질량%, 특히 0.001 ~ 10 질량% 인 것이 바람직하다.

본 발명의 용기에 담은 음료의 pH는 2 ~ 7, 더욱 2 ~ 6.7, 더욱 2.5 ~ 6.5 가 카테킨의 안정성상 바람직하다. pH가 지나치게 낮으면, 음료의 신맛, 자극적인 냄새가 강해진다. 또, pH가 지나치게 높으면, 풍미의 조화를 취할 수 없게 되어, 기호성이 저하되기 때문에 바람직하지 않다.

본 발명의 용기에 담은 음료는, 쓰고 떫은 맛 억제제를 배합하면 음용하기 쉬워져 바람직하다. 사용하는 쓰고 떫은맛 억제제는 특별히 한정은 없지만, 사이클로덱스트린이 바람직하다. 사이클로덱스트린으로는,  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ -사이클로덱스트린 및 분지  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ -사이클로덱스트린을 사용할 수 있다. 사이클로덱스트린은 음료 중에 0.005 ~ 0.5 질량%, 더욱 0.01 ~ 0.3 질량% 함유하는 것이 바람직하다. 본 발명의 용기에 담은 음료에는 산화 방지제, 향료, 각종 에스테르류, 유기산류, 유기산염류, 무기산류, 무기산염류, 무기염류, 색소류, 유화제, 보존료, 조미료, 감미료, 산미료(酸味料), 검, 유화제, 오일, 비타민, 아미노산, 과즙 액기스류, 야채 액기스류, 화밀(花蜜) 액기스류, pH 조정제, 품질 안정제 등의 첨가제를 단독으로 또는 병용하여 배합할 수 있다.

향료나 과즙은 기호성을 높이기 위해 본 발명의 음료에 배합되는 것이 바람직하다. 일반적으로 과즙인 것을 후르츠 주스, 향료인 것을 플레이버라고 부르고 있다. 천연 또는 합성 향료나 과즙을 본 발명에서 사용할 수 있다. 이들은 후르츠 주스, 후르츠 플레이버, 식물 플레이버 또는 이들의 혼합물에서 선택할 수 있다. 특히, 후르츠 주스와 함께 차 플레이버, 바람직하게는 녹차 또는 흑차 플레이버의 조합이 매력적인 맛을 갖고 있다. 바람직한 과즙은 사과, 배, 레몬, 라임, 만다린, 그레이프후르츠, 크랜베리, 오렌지, 스트로베리, 포도, 키위, 파인애플, 패션후르츠, 망고, 구아바, 라즈베리 및 체리이다. 시트러스 주스, 바람직하게는 그레이프후르츠, 오렌지, 레몬, 라임, 만다린과, 망고, 패션후르츠 및 구아바의 주스, 또는 이들의 혼합물이 가장 바람직하다. 바람직한 천연 플레이버는 재스민, 카밀레, 장미, 페퍼민트, 산사나무, 국화, 마름, 사탕수수, 여지, 죽순 등이다. 과즙은 본 발명의 음료 중에 0.001 ~ 20 질량%, 더욱이 0.002 ~ 10 질량% 함유하는 것이 바람직하다. 후르츠 플레이버, 식물 플레이버, 차 플레이버 및 이들의 혼합물도 과즙으로서 사용할 수 있다. 특히 바람직한 향료는 오렌지 플레이버, 레몬 플레이버, 라임 플레이버 및 그레이프후르츠 플레이버를 함유시킨 시트러스 플레이버이다. 시트러스 플레이버 이외에도, 사과 플레이버, 포도 플레이버, 라즈베리 플레이버, 크랜베리 플레이버, 체리 플레이버, 파인애플 플레이버 등과 같은 여러 가지 다른 후르츠 플레이버를 사용할 수 있다. 이들 플레이버는 후르츠 주스 및 향유와 같은 천연원에서 유도하거나, 또는 합성해도 된다. 향미료에는 여러 가지 플레이버의 블렌드, 예를 들어 레몬 및 라임 플레이버, 시트러스 플레이버로 선택된 스파이스 등을 함유시킬 수 있다. 이러한 향미료는 본 발명의 음료에 0.0001 ~ 5 질량%, 더욱 0.001 ~ 3 질량% 배합되는 것이 바람직하다.

과실 이외의 식물 일부에서 얻어지는 추출액으로는, 예를 들어 너트, 나무 껍질, 뿌리 및 잎에서 얻어지는 식물의 추출액이 있다. 예를 들어, 커피콩 추출액, 발효차 추출액, 반발효차 추출액, 불발효차 추출액 등을 들 수 있다. 이들은 천연원에서 얻어진 것 외에, 합성한 것이어도 된다. 또, 불발효차 추출액을 첨가하는 경우에는, 용기에 담은 음료 중의 카테킨류의 전체

합계 질량에 대해 70 질량% 이하, 특히 60 질량% 이하인 것이 바람직하다. 반발효차 추출액을 첨가하는 경우에는, 용기에 담은 음료 중의 카테킨류의 전체 합계 질량에 대해 50 질량% 이하, 더욱 더 바람직하게는 30 질량% 이하, 특히 20 질량% 이하가 바람직하다. 발효차 추출액을 첨가하는 경우에는, 용기에 담은 음료 중의 카테킨류의 전체 합계 질량에 대해 25 질량% 이하, 더욱이 20 질량% 이하, 특히 15 질량% 이하가 바람직하다. 또한, 맛 부여의 목적으로 배합되는 이들 차 추출액에도 비중합체 카테킨류가 함유되기 때문에, 당해 비중합체 카테킨류의 양은 성분 (A) 으로서 환산된다. 야채 추출액으로는, 야채 일부에서 얻어지는 추출액이면 되고, 예를 들어 양배추, 양상추, 토마토, 무, 브로콜리, 당근, 호박, 시금치 등에서 얻어지는 추출액을 들 수 있다. 이들은 천연원에서 얻어진 것 외에, 합성한 것이어도 된다.

게다가 필요에 따라, 본 발명의 음료는 산미료를 함유하고 있어도 된다. 산미료로는, 말산, 시트르산, 타르타르산, 푸마르산 등과 같은 식용산을 들 수 있다. 산미료는 본 발명 음료의 pH를 조정하기 위해 사용해도 된다. 본 발명 음료의 pH는 2 ~ 7 인 것이 바람직하다. pH 조정제로는, 유기 및 무기의 식용산을 사용할 수 있다. 산은 이들의 비(非)해리형이거나, 또는 이들의 각 염, 예를 들어, 인산수소칼륨 또는 나트륨, 인산2수소칼륨 또는 나트륨염과 같은 형태로 사용해도 된다. 바람직한 산은 시트르산, 말산, 푸마르산, 아디프산, 인산, 글루콘산, 타르타르산, 아스코르브산, 아세트산, 인산 또는 이들의 혼합물을 함유시킨 식용 유기산이다. 가장 바람직한 산은 시트르산 및 말산이다. 산미료는 음료 성분을 안정화시키는 산화 방지제로서도 도움이 된다. 또, 상용되는 산화 방지제의 예에는, 아스코르브산, EDTA (에틸렌디아민4아세트산) 및 이들의 염, 식물 추출 액기스 등을 배합할 수 있다.

본 발명의 음료에는 비타민을 추가로 함유시킬 수 있다. 바람직하게는, 비타민 A, 비타민 C 및 비타민 E 가 첨가된다. 비타민 D 및 비타민 B 와 같은 다른 비타민을 첨가해도 된다. 미네랄도 본 발명의 음료에 사용할 수 있다. 바람직한 미네랄은 칼슘, 크롬, 구리, 불소, 요오드, 철, 마그네슘, 망간, 인, 셀렌, 규소, 몰리브덴 및 아연이다. 특히 바람직한 미네랄은 마그네슘, 인 및 철이다.

본 발명의 용기에 담은 음료에 사용되는 용기는, 일반 음료와 동일하게 폴리에틸렌테레프탈레이트를 주성분으로 하는 성형 용기 (이른바, PET 병), 금속캔, 금속박이나 플라스틱 필름과 복합된 종이 용기, 병 등의 통상적인 형태로 제공할 수 있다. 여기에서 말하는 용기에 담은 음료란 희석시키지 않고 음용할 수 있는 것을 말한다.

본 발명의 용기에 담은 음료는 예를 들어, 금속캔과 같이 용기에 충전한 후, 가열 살균할 수 있는 경우에 있어서는 식품 위생법에서 정해진 살균 조건에서 제조되지만, PET 병, 종이 용기와 같이 레토르트 살균할 수 없는 것에 대해서는, 미리 상기와 동등한 살균 조건, 예를 들어 플레이트식 열교환기 등에서 고온 단시간 살균 후, 일정한 온도까지 냉각시켜 용기에 충전하는 등의 방법이 채용된다. 또, 무균 하에서, 충전된 용기에 다른 성분을 배합하여 충전해도 된다. 게다가, 산성 하에서 가열 살균 후, 무균 하에서 pH를 중성으로 되돌리거나, 중성 하에서 가열 살균 후, 무균 하에서 pH를 산성으로 되돌리는 등의 조작도 가능하다.

## 실시예

### 비중합체 카테킨류의 측정

비중합체 카테킨류 조성물을 증류수로 희석하고, 필터 (0.8 $\mu$ m) 로 여과 후, 시마즈 제작소사 제조, 고속 액체 크로마토그래프 (형식 SCL-10AVP) 를 사용하여, 옥타데실기 도입 액체 크로마토그래프용 팩트 칼럼 L-칼럼 TM ODS (4.6mm $\phi$ ×250mm : 재단법인 화학물질 평가연구기구 제조) 를 장착하고, 칼럼 온도 35 $^{\circ}$ C 에서, A 액 및 B 액을 사용한 그라디언트법에 의해 실시하였다. 이동상(相) A 액은 아세트산을 0.1mol/L 함유하는 증류수 용액, B 액은 아세트산을 0.1mol/L 함유하는 아세토니트릴 용액으로 하고, 시료 주입량은 20 $\mu$ L, UV 검출기 파장은 280nm 의 조건에서 실시하였다.

### 카페인 측정

(분석 기기)

HPLC (히타치 제작소사 제조) 장치를 사용

플로터 : D-2500, 디텍터 : L-4200

펌프 : L-7100, 오토샘플러 : L-7200

칼럼 : Inertsil ODS-2, 내경 2.1mm×길이 250mm

(분석 조건)

샘플 주입량 : 10 $\mu$ L, 유량 : 1.0mL/min

자외선 흡광 광도계 검출 파장 : 280nm

용리액 A : 0.1mol/L 아세트산 수용액, 용리액 B : 0.1mol/L 아세트산아세토니트릴 용액

농도 구배 조건 (체적%)

시간 (분) 용리액 A 용리액 B

0 97 3

5 97 3

37 80 20

43 80 20

43.5 0 100

48.5 0 100

49 97 3

62 97 3

(카페인의 리텐션 타임)

카페인 : 27.2 분

여기에서 구한 에어리어%로부터 표준 물질에 의해 질량%를 구하였다.

헤이즈값의 측정

정제 녹차 추출물을, 비중합체 카테킨류 (A)로서, 10 질량%의 수용액으로 했을 때의 용액을 측정 시료로 한다. 주식회사 무라카미 색채 기술 연구소 제조의 헤이즈·투과율계 (형식 HR-100)를 사용하고, 유리셀 (광로 길이 10mm, 가로 35mm, 세로 40mm)에 용기에 담은 음료를 넣어 헤이즈값 (H)을 측정하였다. 측정 온도는 25 $^{\circ}$ C이다. 헤이즈값은 0 ~ 100의 범위이고, 물은 0으로 하였다.

색상 평가

(분석 기기)

정제 녹차 추출물을 카테킨 농도 180mg/100mL가 되도록 이온 교환수로 희석하고, 그 샘플을 사용하여 외관의 평가를 육안으로 실시하였다.

안정성의 육안 평가

정제 녹차 추출물을 비중합체 카테킨 농도 100mg/100mL가 되도록 이온 교환수로 희석하고, 50mL 바이알병에 들어 있는 평가 샘플을 일루미네이터 상에서 내용물의 상태를 관찰하여, 육안으로 판정하였다.

단백질 및 유리 아미노산의 측정

(단백질+ 유리 아미노산량) 의 계산식 :

(정제 녹차 추출물 중의 전체 질소-카페인 태질소)×환산 계수

전체 질소의 정량법 :

영양 표시 기준 (1996년 5월 후생성 고시 제 146 호) 에 있어서의 영양 성분 등의 분석 방법 등 (영양 표시 기준 별표 제 1 의 제 3 란에 기재된 방법) 에 준하는 질소 정량 환산법 (매크로 개량 켈달법) 에 의해 구한다.

카페인 태질소 :

상기 카페인량의 측정으로 구한 카페인량을, 카페인 분자량 (Mw=194) 중의 질소 분자량 (Mw=54) 으로 환산함으로써 구한다.

환산 계수 :

영양 표시 기준 (1996년 5월 후생성 고시 제 146 호) 에 있어서의 영양 성분 등의 분석 방법 등 (영양 표시 기준 별표 제 1 의 제 3 란에 기재된 방법) 에 준하는 환산 계수 (6.25) 를 사용한다.

탁도 측정

(분석 기기)

탁도계 (Turbidimeter/TN-100 EUTECH INSTRUMENTS 사 제조)

과장 범위 : 850nm

방식 : 90°투과 산란 비교 방식

녹차 추출물을, 유기 용매와 물의 혼합액 그리고 활성탄 및/또는 산성 백토 또는 활성탄과 접촉 처리 용액시키는 방법에 의해 얻어진 용액에, 가수 및/또는 혼합 용액으로부터 탈유기용매하고, 석출된 탁한 성분을 분리한 용액은 비중합체 카테킨 농도 4 질량% 가 되도록 이온 교환수로 희석하고, 그 샘플을 사용하여 측정을 실시하였다.

정제 녹차 추출물은 비중합체 카테킨 농도 15 질량% 가 되도록 이온 교환수로 희석하고, 그 샘플을 사용하여 측정을 실시하였다.

실시에 1 정제 녹차 추출물 A

녹차 추출물 (폴리페논 HG, 도쿄 푸드 테크노사 제조) 200g 을 상온, 250r/min 교반 조건 하의 95 질량% 에탄올 수용액 800g 중에 분산시키고, 산성 백토 미즈카 에이스 #600 (미즈사와 화학사 제조) 100g 을 투입한 후, 약 10 분간 교반을 계속하였다. 그 후, 2 호 여과지로 여과하였다. 그 용액에 이온 교환수를 433g 첨가하고, 실온에서 약 5 분간 교반을 계속하였다. 석출된 탁한 성분을 멤브레인 필터로 분리하였다. 분리된 용액에, 활성탄 20g 을 첨가하고 다시 2 호 여과지로 여과하였다. 다음으로, 0.2µm 멤브레인 필터에 의해 재여과를 실시하였다. 40℃, 0.0272kg/cm<sup>2</sup> 로 에탄올을 증류 제거하고, 이온 교환수로 카테킨류의 농도를 조정하여 정제 녹차 추출물 A 를 얻었다.

처리 후의 비중합체 카테킨류의 함유량은 22 질량% 이었다.

처리 후의 정제 녹차 추출물을 비중합체 카테킨류 (A) 의 10 질량% 의 수용액으로 했을 때의 헤이즈값은 10 이었다.

처리 후의 카페인/비중합체 카테킨류의 질량비는 0.03 이었다.

처리 후의 갈레이트체 비율은 51 질량% 이었다.

실시에 2 정제 녹차 추출물 B

녹차 추출물 (폴리페논 HG, 도쿄 푸드 테크노사 제조) 200g 을 상온, 250r/min 교반 조건 하의 95 질량% 에탄올 수용액 800g 중에 분산시키고, 활성탄 쿠라레코올 GLC (쿠라레 케미컬사 제조) 16g 과 산성 백토 미즈카 에이스 #600 (미즈사와 화학사 제조) 30g 을 투입한 후, 약 10 분간 교반을 계속하였다. 그 다음에, 다시 2 호 여과지로 여과하고, 계속해서 0.2 $\mu$ m 멤브레인 필터에 의해 활성탄, 산성 백토 등의 재여과를 실시하였다. 40 $^{\circ}$ C, 0.0272kg/cm $^2$  로 에탄올을 증류 제거하고, 그 다음에 필터에 의해 석출된 탁한 성분을 분리하고, 이온 교환수로 카테킨류의 농도를 조정하여 정제 녹차 생성물 B 를 얻었다.

처리 후의 비중합체 카테킨류의 함유량은 22 질량% 이었다.

처리 후의 정제 녹차 추출물을 비중합체 카테킨류 (A) 의 10 질량% 의 수용액으로 했을 때의 헤이즈값은 1 이었다.

처리 후의 카페인/비중합체 카테킨류의 질량비는 0.05 이었다.

처리 후의 갈레이트체 비율은 51.2 질량% 이었다.

비교예 1 녹차 추출물 C

녹차 추출물 (폴리페논 HG, 도쿄 푸드 테크노사 제조) 200g 을 상온, 250r/min 교반 조건 하의 95 질량% 에탄올 수용액 800g 중에 분산시키고, 산성 백토 미즈카 에이스 #600 (미즈사와 화학사 제조) 100g 을 투입한 후, 약 10 분간 교반을 계속하였다. 그 다음, 2 호 여과지로 여과하였다. 그 후, 활성탄 16g 을 첨가하고 다시 2 호 여과지로 여과하였다. 다음으로, 0.2 $\mu$ m 멤브레인 필터에 의해 재여과하여 탁함을 제거하였다. 40 $^{\circ}$ C, 0.0272kg/cm $^2$  에서 에탄올을 증류 제거하고, 이온 교환수로 카테킨류의 농도를 조정하여 녹차 추출물 C를 얻었다.

처리 후의 비중합체 카테킨류의 함유량은 22 질량% 이었다.

처리 후의 정제 녹차 추출물을 비중합체 카테킨류 (A) 의 10 질량% 의 수용액으로 했을 때의 헤이즈값은 75 이었다.

처리 후의 카페인/비중합체 카테킨류의 질량비는 0.05 이었다.

처리 후의 갈레이트체 비율은 51 질량% 이었다.

비교예 2 녹차 추출물 D

녹차 추출물 (폴리페논 HG, 도쿄 푸드 테크노사 제조) 200g 을 상온, 250r/min 교반 조건 하의 95 질량% 에탄올 수용액 800g 중에 분산시키고, 산성 백토 미즈카 에이스 #600 (미즈사와 화학사 제조) 100g 을 투입한 후, 약 10 분간 교반을 계속하였다. 그 다음, 2 호 여과지로 여과하였다. 그 다음, 활성탄 16g 을 첨가하고 다시 2 호 여과지로 여과하였다. 다음으로, 0.2 $\mu$ m 멤브레인 필터에 의해 재여과를 실시하였다. 그 용액에 이온 교환수를 433g 첨가하고 실온에서 약 5 분간 교반을 계속하였다. 석출된 탁한 성분을 전혀 분리 조작을 거치지 않고, 40 $^{\circ}$ C, 0.0272kg/cm $^2$  에서 에탄올을 증류 제거하고, 이온 교환수로 카테킨류의 농도를 조정하여 녹차 추출물 D 를 얻었다.

처리 후의 비중합체 카테킨류의 함유량은 22 질량% 이었다.

처리 후의 정제 녹차 추출물을 비중합체 카테킨류 (A) 의 10 질량% 의 수용액으로 했을 때의 헤이즈값은 72 이었다.

처리 후의 카페인/비중합체 카테킨류의 질량비는 0.05 이었다.

처리 후의 갈레이트체 비율은 51 질량% 이었다.

표 1 에 실시예 1, 2 및 비교예 1, 2 에서 제조한 정제 녹차 추출물의 측정결과를 나타낸다.

[표 1]

	본 발명		비교예	
	실시예 1	실시예 2	비교예 1	비교예 2
녹차 추출물 (고체) (g) <sup>1)</sup>	200	200	200	200
에탄올 (g)	760	760	760	760
물 (g)	40	40	40	40
활성탄 (g) <sup>2)</sup>	20	16	16	16
산성 백토 (g) <sup>3)</sup>	100	100	100	100
탁한 성분을 석출시킬 목적에서의 가수 (g)	433	0	0	433
탈에탄올량 (g)	760	759.5	760	760
백토 처리 후의 에탄올/물 (질량비)	95/5	95/5	95/5	95/5
분리시의 에탄올/물 (질량비)	62/38	1/99	95/5	60/40
석출 탁함의 분리 방법	필터	필터	필터	-
처리 후의 비중합체 카테킨류 (질량%) <sup>4)</sup>				
GC	6.3	6.5	6.8	6.0
EGC	29.7	29.4	29.4	29.9
C	2.0	2.1	2.2	2.1
EC	9.9	9.9	9.9	9.9
EGCg	37.7	37.5	37.3	38.1
GCg	1.3	1.4	1.4	1.1
ECg	12.1	12.1	11.9	11.9
Cg	1.1	1.2	1.0	1.0
처리 후의 고형분 중의 비중합체 카테킨류 농도 (질량%)	65	65	64	63
처리 후의 비중합체 카테킨류 10 질량% 수용액의 헤이즈값	10	1	75	72
처리 후의 비중합체 카페인류/카테킨 (질량비)	0.03	0.05	0.05	0.05
처리 후의 비중합체 카테킨류 중에서의 갈레이트체 비율 (질량%)	51	51	51	51
처리 후의 비중합체 카테킨류 중에서의 갈로체 비율 (질량%)	75	75	75	75
정제품의 평가	탁함이 전혀 관찰되지 않고, 색상도 양호함.	탁함이 전혀 관찰되지 않고, 색상도 양호함.	탁함이 관찰되고, 색상이 나쁨.	탁함이 관찰되고, 색상이 나쁨.
(주)				
1) 폴리페논 HG, 도쿄 푸드 테크노사 제조				
2) 쿠라레코올 GLC, 쿠라레 케미컬사 제조				
3) 미즈카 에이스 #600, 미즈사와 화학사 제조				
4) 폴리페논 HG 제제의 비중합체 카테킨류 조성 : GC (갈로카테킨) 6.39 질량%, EGC (에피갈로카테킨) 29.42 질량%, C (카테킨) 2.16 질량%, EC (에피카테킨) 10.3 질량%, EGCg (에피갈로카테킨갈레이트) 37.13 질량%, GCg (갈로카테킨갈레이트) 1.93 질량%, ECg (에피카테킨갈레이트) 11.89 질량%, Cg (카테킨갈레이트) 0.79 질량%, 갈레이트체 비율 51.73 질량%				

본 발명의 제조 방법에 의하면, 비중합체 카테킨류의 갈레이트체 비율을 변화시키지 않고, 카페인을 저감시키고, 탁한 성분이 저감된 정제 녹차 추출물을 제조할 수 있다.

실시예 3 비차계를 용기에 담은 음료

표 1에 나타난 정제 녹차 추출물 및 표 2에 기재된 용기에 담은 음료 성분을 첨가한 후, 이온 교환수를 밸런스량 첨가하여 음료를 조제하였다. 식품 위생법에 기초하는 살균 처리 및 핫팩 충전을 실시하여 비차계를 용기에 담은 음료로 하였다.

30 명의 남성 모니터가, 제조한 비차계를 용기에 담은 음료를 37℃ 에서 30 일간 보존한 후에, 제조 직후의 비차계를 용기에 담은 음료와 함께, 각각 500mL 를 단회 섭취하고, 제조 직후를 기준으로 하여, 잡맛 (장기 보존시의 탁함에서 유래하는 잡맛) 의 변화를, 이하의 기준으로 평점을 부여하여 평가하였다. 음용시의 품은은 모두 실은 부근으로 맞추었다. 보존 음료의 외관도 육안에 의해 평가하였다. 결과를 표 2 에 나타낸다.

외관에 있어서의 변화 :

- A 침전을 포함하여 외관에 변화가 없다.
- B 침전을 포함하여 외관에 약간 변화가 있다.
- C 침전을 포함하여 외관에 변화가 있다.
- D 침전을 포함하여 외관에 크게 변화가 있다.

잡맛에 있어서의 변화 :

- A 느끼기 어렵다.
- B 약간 느끼기 어렵다.
- C 약간 느낀다.
- D 느낀다.

**[표 2]**

	본 발명품		비교품	
	3	4	3	4
정제 녹차 추출물 A 본 발명 1	1.00	-	-	-
정제 녹차 추출물 B 본 발명 2	-	1.00	-	-
녹차 추출물 비교예 1			1.0	
녹차 추출물 비교예 2			-	1.0
아스코르브산	0.03	0.03	0.03	0.03
시트르산	0.2	0.2	0.2	0.2
시트르산3나트륨	0.1	0.1	0.1	0.1
포도당	-	2.00	-	2.00
인공 감미료	5.00	3.00	5.00	3.00
염화나트륨	0.05	0.05	0.05	0.05
염화칼륨	0.02	0.02	0.02	0.02
플레이버 성분	0.10	0.10	0.10	0.10
이온 교환수	밸런스	밸런스	밸런스	밸런스
총량	100	100	100	100
음료의 pH	3.5	3.5	3.5	3.5
비중합체 카테킨류 (질량%)	0.22	0.22	0.22	0.22
음료 보존시의 외관에 있어서의 변화	A	A	D	D
음료 보존시의 잡맛의 변화	A	A	D	D

본 발명의 용기에 담은 음료는 모두 외관의 변화가 없고 맑으며, 용기에 담은 음료를 장기간 보존해도 잡맛의 변화도 관찰되지 않았다.

실시에 4 차계를 용기에 담은 음료

표 1 에 나타낸 정제 녹차 추출물 및 표 3 에 기재된 용기에 담은 음료 성분을 첨가한 후, 이온 교환수를 밸런스량 첨가하여 음료를 조제하였다. 식품 위생법에 기초하는 살균 처리를 실시하여 차계를 용기에 담은 음료로 하였다.

30 명의 남성 모니터가, 제조된 차계를 용기에 담은 음료를 37℃ 에서 30 일간 보존한 후에, 제조 직후의 차계를 용기에 담은 음료와 함께, 각각 500mL 를 단회 섭취하고, 제조 직후를 기준으로 하여, 녹차의 독특한 향의 신선함의 변화를 이하의 기준으로 평점을 부여하여 평가하였다. 음용시의 품은은 모두 실은 부근으로 맞추었다. 보존 음료의 외관도 육안에 의해 평가하였다. 결과를 표 3 에 나타낸다.

외관에 있어서의 변화 :

- A 침전을 포함하여 외관에 변화가 없다.
- B 침전을 포함하여 외관에 약간 변화가 있다.
- C 침전을 포함하여 외관에 변화가 있다.
- D 침전을 포함하여 외관에 크게 변화가 있다.

녹차의 독특한 향의 신선함에 있어서의 변화 :

- A 느끼기 어렵다.
- B 약간 느끼기 어렵다.
- C 약간 느낀다.
- D 느낀다.

**[표 3]**

	본 발명품		비교품	
	5	5	5	6
정제 녹차 추출물 실시예 1	0.48	-	-	-
녹차 추출물 비교예 1		0.48		
녹차 추출물 비교예 2		-		0.48
녹차 추출액*	20	20		20
pH 조정제	밸런스	밸런스		밸런스
플레이버 성분	0.10	0.10		0.10
이온 교환수	밸런스	밸런스		밸런스
총량	100	100		100
음료의 pH	6.1	6.2		6.2
비중합체 카테킨류 (질량%)	0.20	0.22		0.22
음료 보존시의 외관에 있어서의 변화	A	C		C
음료 보존시의 향의 변화	A	D		D
*녹차잎 50g 을 90℃ 로 가열 유지한 이온 교환수 1kg 에 첨가하여 8 분간 추출하고, 이어서 열교환기로 냉각시키면서 플란넬 여과포로 여과한 것.				

실시에 5 정제 녹차 추출물 E

산성 백토 (미즈카 에이스 #600, 미즈사와 화학사 제조) 1,000g 을 상온, 250r/min 교반 조건 하의 92.4 질량% 에탄올 수용액 8,000g 중에 분산시키고, 약 10 분간 교반을 실시한 후, 녹차 추출물 (폴리페논 HG, 도쿄 푸드 테크노 제조) 2,000g 을 투입하고, 실온 그대로 약 3 시간의 교반을 계속하였다 (pH 4.0). 그 다음, 2 호 여과지로 여과하였다. 그 용액에 이온 교환수를 4,170g 첨가하고, 실온, 100r/min 교반 조건 하에서 약 5 분간 교반을 실시하였다. 그 혼합 용액을 분리관형 원심 분리기 (ADS250AS, 사이토 원심기 공업사 제조, 침강 면적 1,440m<sup>2</sup>) 에, 15℃, Q/Σ=2.1×10<sup>-5</sup>m/h 의 조건 하에서 통액하고, 석출된 탁한 성분을 분리하였다. 분리한 용액을 활성탄 (쿠라레코올 GLC, 쿠라레 케미컬사 제조) 300g 과 접촉시키고, 계속해서 0.2μm 멤브레인 필터에 의해 여과를 실시하였다. 마지막으로, 이온 교환수 2,000g 을 첨가하여, 40℃, 0.0272kg/cm<sup>2</sup> 에서 에탄올을 증류 제거하고, 그 다음, 수분량을 조정하여 제품을 얻었다.

처리 후의 비중합체 카테킨류의 함유량은 15 질량% 이었다.

처리 후의 탁도=21

처리 후의 비중합체 카테킨류/카페인 질량비=50.0

처리 후의 갈레이트체 비율=53.0 질량%

실시에 6 정제 녹차 추출물 F

산성 백토 (미즈카 에이스 #600, 미즈사와 화학사 제조) 100g 을 상온, 250r/min 교반 조건 하의 92.4 질량% 에탄올 수용액 800g 중에 분산시키고, 약 10 분간 교반을 실시한 후, 녹차 추출물 (폴리페논 HG, 도쿄 푸드 테크노 제조) 200g 을 투입하고, 실온 그대로 약 3 시간의 교반을 계속하였다 (pH 4.1). 그 다음, 2 호 여과지로 여과하였다. 그 용액에 이온 교환수를 417g 첨가하고, 실온, 100r/min 교반 조건 하에서 약 5 분간 교반을 실시하였다. 그 혼합 용액에 규조토 (라지오라이트 800S, 쇼와 화학 공업사 제조) 를 25.6g 첨가하고, 실온 그대로 약 5 분간 교반을 계속하였다. 그 혼합액을 2 호 여과지 상에 20mm 의 두께로 규조토 (라지오라이트 800S, 쇼와 화학 공업사 제조) 로 프리코팅을 형성한 여과기 (0.00385m<sup>2</sup>) 에 통액하고, 0.18Mpa 가압, 통액 속도 3,000L/m<sup>2</sup> · hr 로 여과를 실시하고, 석출된 탁한 성분을 분리하였다 (분리 온도 25℃). 분리된 용액을 활성탄 (쿠라레코올 GLC, 쿠라레 케미컬사 제조) 30g 과 접촉시키고, 계속해서 0.2μm 멤브레인 필터에 의해 여과를 실시하였다. 마지막으로, 이온 교환수 200g 을 첨가하고, 40℃, 0.0272kg/cm<sup>2</sup> 에서 에탄올을 증류 제거하고, 그 다음, 수분량을 조정하여 제품을 얻었다.

처리 후의 비중합체 카테킨류의 함유량은 15 질량% 이었다.

처리 후의 탁도=7

처리 후의 비중합체 카테킨류/카페인 질량비=52.6

처리 후의 갈레이트체 비율=53.2 질량%

실시에 7 정제 녹차 추출물 G

산성 백토 (미즈카 에이스 #600, 미즈사와 화학사 제조) 1,000g 을 상온, 250r/min 교반 조건 하의 92.4 질량% 에탄올 수용액 8,000g 중에 분산시키고, 약 10 분간 교반을 실시한 후, 녹차 추출물 (폴리페논 HG, 도쿄 푸드 테크노 제조) 2,000g 을 투입하고, 실온 그대로 약 3 시간의 교반을 계속하였다 (pH 4.0). 그 다음, 2 호 여과지로 여과하였다. 그 용액으로부터 40℃, 0.0272kg/cm<sup>2</sup> 에서 에탄올을 3,255 g 증류 제거한 후, 이온 교환수를 2,000g 첨가하고, 실온, 100r/min 교반 조건 하에서 약 5 분간 교반을 실시하였다. 그 혼합 용액을 분리관형 원심 분리기 (ADS250AS, 사이토 원심기 공업사 제조, 침강 면적 1,440m<sup>2</sup>) 에, 실온, Q/Σ=2.1×10<sup>-5</sup>m/h 의 조건 하에서 통액하고, 석출된 탁한 성분을 분리하였다. 분리된 용액을 활성탄 (쿠라레코올 GLC, 쿠라레 케미컬사 제조) 300g 과 접촉시키고, 계속해서 0.2μm 멤브레인 필터에 의해 여과를 실시하였다. 마지막으로, 이온 교환수 2,000g 을 첨가하고, 40℃, 0.0272kg/cm<sup>2</sup> 에서 에탄올을 증류 제거하고, 그 다음, 수분량을 조정하여 제품을 얻었다.

처리 후의 비중합체 카테킨류의 함유량은 15 질량% 이었다.

처리 후의 탁도=32

처리 후의 비중합체 카테킨류/카페인 질량비=47.6

처리 후의 갈레이트체 비율=52.6 질량%

비교예 3

산성 백토 (미즈카 에이스 #600, 미즈사와 화학사 제조) 100g 을 상온, 250r/min 교반 조건 하의 92.4 질량% 에탄올 수용액 800g 중에 분산시키고, 약 10 분간 교반을 실시한 후, 녹차 추출물 (폴리페논 HG, 도쿄 푸드 테크노 제조) 200g 을 투입하고, 실온 그대로 약 3 시간의 교반을 계속하였다 (pH 4.3). 그 다음, 2 호 여과지로 여과하였다. 그 용액을 활성탄 (쿠라레코올 GLC, 쿠라레 케미컬사 제조) 30g 과 접촉시키고, 계속해서 0.2 $\mu$ m 멤브레인 필터에 의해 여과를 실시하였다. 마지막으로, 이온 교환수 200g 을 첨가하고, 40 $^{\circ}$ C, 0.0272kg/cm $^2$  에서 에탄올을 증류 제거하고, 그 다음, 수분량을 조정하여 제품을 얻었다.

처리 후의 비중합체 카테킨류의 함유량은 15 질량% 이었다.

처리 후의 탁도=314

처리 후의 비중합체 카테킨류/카페인 질량비=52.2

처리 후의 갈레이트체 비율=52.6 질량%

비교예 4

산성 백토 (미즈카 에이스 #600, 미즈사와 화학사 제조) 100g 을 상온, 250r/min 교반 조건 하의 92.4 질량% 에탄올 수용액 800g 중에 분산시키고, 약 10 분간 교반을 실시한 후, 녹차 추출물 (폴리페논 HG, 도쿄 푸드 테크노 제조) 200g 을 투입하고, 실온 그대로 약 3 시간의 교반을 계속하였다 (pH 4.1). 그 다음, 2 호 여과지로 여과하였다. 그 용액에 이온 교환수를 417g 첨가하고, 실온, 100r/min 교반 조건 하에서 약 5 분간 교반을 실시하였다. 그 용액을 활성탄 (쿠라레코올 GLC, 쿠라레 케미컬사 제조) 30g 과 접촉시키고, 계속해서 0.2 $\mu$ m 멤브레인 필터에 의해 여과를 실시하였다. 마지막으로, 이온 교환수 200g 을 첨가하고, 40 $^{\circ}$ C, 0.0272kg/cm $^2$  에서 에탄올을 증류 제거하고, 그 다음, 수분량을 조정하여 제품을 얻었다.

처리 후의 비중합체 카테킨류의 함유량은 15 질량% 이었다.

처리 후의 탁도=178

처리 후의 비중합체 카테킨류/카페인 질량비=49.8

처리 후의 갈레이트체 비율=52.9 질량%

실시에 5 ~ 7 의 제조 조건 및 얻어진 녹차 추출물의 분석 결과를 표 4 에, 비교예 3 ~ 4 의 제조 조건 및 얻어진 녹차 추출물의 분석 결과를 표 5 에 나타낸다.

[표 4]

	실시에 5	실시에 6	실시에 7
고체의 녹차 추출물 (g) <sup>1)</sup>	2,000	200	2,000
에탄올 (g)	7,392	739.2	7,392
물 (g)	608	60.8	608
활성탄 (g) <sup>2)</sup>	300	30	300
산성 백토 (g) <sup>3)</sup>	1,000	100	1,000

백토 처리 후의 유기 용매/물 (질량비)	92/8	92/8	92/8
탁함 석출 목적에서의 가수량 (g)	4,170	417	2,000
탁함 석출 목적에서의 탈유기용매량 (g)	0	0	3,255
탁한 성분 석출시의 유기 용매/물 (질량비)	60/40	60/40	60/40
석출 탁한 성분의 분리 방법	원심 분리	프리코팅 여과	원심 분리
분리시의 여과 보조제 첨가량 (g) <sup>4)</sup>	0	25.6	0
석출 탁한 성분 분리 후의 청징액 탁도 (NTU)	15	1	45
처리 후의 비중합체 카테킨류 (질량%) <sup>5)</sup>			
GC	7.00	7.20	7.05
EGC	29.65	29.30	30.05
C	2.93	2.94	2.94
EC	7.43	7.39	7.34
EGCg	39.78	39.93	39.59
GCg	2.21	2.25	2.23
ECg	10.08	10.09	9.95
Cg	0.92	0.90	0.85
처리 후의 비중합체 카테킨류/카페인 (질량비)	50.0	52.6	47.6
처리 후의 비중합체 카테킨류 중에서의 갈레이트체 비율 (질량%)	53.0	53.2	52.6
처리 후의 비중합체 카테킨류 중에서의 갈로체 비율 (질량%)	78.6	78.7	78.9
처리 후의 고형분 중에서의 비중합체 카테킨류 농도 (질량%)	65	65	65
정제품의 탁도 (NTU)	21	7	32
정제품의 평가	탁함이 전혀 관찰되지 않고, 색상도 양호하며, 안정성 양호	탁함이 전혀 관찰되지 않고, 색상도 양호하며, 안정성 양호	탁함이 전혀 관찰되지 않고, 색상도 양호하며, 안정성 양호
<p>(주) 1) 폴리페논 HG, 도쿄 푸드 테크노 제조                  2) 쿠라레코올 GLC, 쿠라레 케미컬 제조                  3) 미즈카 에이스 #600, 미즈사와 화학 제조                  4) 라지오라이트 #800S, 쇼와 화학 공업 제조                  5) 폴리페논 HG 제제의 비중합체 카테킨류 조성                  GC (갈로카테킨) 6.39 질량%, EGC (에피갈로카테킨) 29.42 질량%, C (카테킨) 2.16 질량%, EC (에피카테킨) 10.3 질량%, EGCg (에피갈로카테킨갈레이트) 37.13 질량%, GCg (갈로카테킨갈레이트) 1.93 질량%, ECg (에피카테킨갈레이트) 11.89 질량%, Cg (카테킨갈레이트) 0.79 질량%, 갈레이트체 비율 51.73 질량%, 갈로체 비율 74.88 질량%.</p>			

[표 5]

	비교예 3	비교예 4
고체의 녹차 추출물 (g) <sup>1)</sup>	200	200
에탄올 (g)	739.2	739.2
물 (g)	60.8	60.8
활성탄 (g) <sup>2)</sup>	30	30
산성 백토 (g) <sup>3)</sup>	100	100
백토 처리 후의 유기 용매/물 (질량비)	92/8	92/8
탁함 석출 목적에서의 가수량 (g)	0	417
탁함 석출 목적에서의 탈유기용매량 (g)	0	0
탁한 성분 석출시의 유기 용매/물 (질량비)	92/8	60/40
석출 탁한 성분의 분리 방법	-	-
분리시의 여과 보조제 첨가량 (g) <sup>4)</sup>	0	0
석출 탁한 성분 분리 후의 청징액 탁도 (NTU)	-	587

처리 후의 비중합체 카테킨류 (질량%) <sup>5)</sup>		
GC	7.06	7.04
EGC	30.07	29.77
C	2.95	2.95
EC	7.37	7.38
EGCg	39.54	39.80
GCg	2.22	2.23
ECg	9.94	9.98
Cg	0.85	0.85
처리 후의 비중합체 카테킨류/카페인 (질량비)	52.2	49.8
처리 후의 비중합체 카테킨류 중에서의 갈레이트체 비율 (질량%)	52.6	52.9
처리 후의 비중합체 카테킨류 중에서의 갈로체 비율 (질량%)	78.9	78.8
처리 후의 고형분 중에서의 비중합체 카테킨류 농도 (질량%)	65	65
정제품의 탁도(NTU)	314	178
정제품의 평가	탁함이 관찰되고, 색상이 나뻘	탁함이 관찰되고, 색상이 나뻘
(주) 1) 폴리페논 HG, 도쿄 푸드 테크노 제조 2) 쿠라레코올 GLC, 쿠라레 케미컬 제조 3) 미즈카 에이스 #600, 미즈사와 화학 제조 4) 라지오라이트 #800S, 쇼와 화학 공업 제조 5) 폴리페논 HG 제제의 비중합체 카테킨류 조성 GC (갈로카테킨) 6.39 질량%, EGC (에피갈로카테킨) 29.42 질량%, C (카테킨) 2.16 질량%, EC (에피카테킨) 10.3 질량%, EGCg (에피갈로카테킨갈레이트) 37.13 질량%, GCg (갈로카테킨갈레이트) 1.93 질량%, ECg (에피카테킨갈레이트) 11.89 질량%, Cg (카테킨갈레이트) 0.79 질량%, 갈레이트체 비율 51.73 질량%, 갈로체 비율 74.88 질량%.		

표 4 및 표 5 에 나타내는 바와 같이, 본 발명의 제조 방법은, 비중합체 카테킨류의 갈레이트체 비율이나 갈로체 비율을 변화시키지 않고, 카페인을 저감시키며 탁한 성분이 저감된 정제 녹차 추출물을 제조할 수 있다.

실시에 8 용기에 담은 음료

표 4 및 표 5 에 나타낸 정제 녹차 추출물 및 표 6 에 기재된 용기에 담은 음료 성분을 첨가한 후, 이온 교환수를 밸런스량 첨가하여 음료를 조제하였다. 식품 위생법에 기초하는 살균 처리 및 핫팩 충전을 실시하여 용기에 담은 음료로 하였다.

5 명의 남성 모니터가, 제조된 용기에 담은 음료를 37℃ 에서 30 일간 보존한 후에, 제조 직후의 비차계를 용기에 담은 음료와 함께, 각각 500mL 를 단회 섭취하고, 제조 직후를 기준으로 하여 잡맛 (장기 보존시의 탁함에서 유래하는 잡맛) 의 변화를, 이하의 기준으로 평점을 부여하여 평가하였다. 음용시의 품온은 모두 실온 부근으로 맞추었다. 보존 음료의 외관도 육안에 의해 평가하였다. 결과를 표 6 에 나타낸다.

외관에 있어서의 변화 :

- A 침전을 포함하여 외관에 변화가 없다.
- B 침전을 포함하여 외관에 약간 변화가 있다.
- C 침전을 포함하여 외관에 변화가 있다.
- D 침전을 포함하여 외관에 크게 변화가 있다.

잡맛에 있어서의 변화 :

- A 느끼기 어렵다.
- B 약간 느끼기 어렵다.

C 약간 느낀다.

D 느낀다.

[표 6]

	본 발명품		비교품	
	6	7	7	8
정제 녹차 추출물 E 본 발명 5	1.00	-	-	-
정제 녹차 추출물 F 본 발명 6	-	1.00	-	-
녹차 추출물 비교예 3			1.00	
녹차 추출물 비교예 4			-	1.00
아스코르브산	0.03	0.03	0.03	0.03
시트르산	0.2	0.2	0.2	0.2
시트르산3나트륨	0.1	0.1	0.1	0.1
포도당	-	2.00	-	2.00
인공 감미료	5.00	5.00	5.00	5.00
염화나트륨	0.05	0.05	0.05	0.05
염화칼륨	0.02	0.02	0.02	0.02
플레이버 성분	0.10	0.10	0.10	0.10
이온 교환수	밸런스	밸런스	밸런스	밸런스
총량	100	100	100	100
음료의 pH	3.5	3.5	3.5	3.5
비중합체 카테킨류 (질량%)	0.22	0.22	0.22	0.22
음료 보존시의 외관에 있어서의 변화	A	A	D	D
음료 보존시의 잡맛의 변화	A	A	D	D

표 6의 결과로부터 명백한 바와 같이, 본 발명에 의해 녹차 추출물을 처리한 정제 녹차 추출물을 사용한 용기에 담은 음료는, 장기간 보존해도 모두 외관의 변화가 없고 맑으며, 잡맛의 변화도 관찰되지 않았다.

실시에 9

(1) 녹차잎 6000g 에 84℃ 의 열수 90kg 를 첨가하여 60 분간 추출한 후, 2 호 여과지에 의한 여과를 실시하여 「녹차 추출액」 66kg (pH 5.4) 을 얻었다 (녹차 추출액의 비중합체 카테킨류 농도=0.9 질량%, 녹차 추출액의 갈레이트체 비율 =52.2 질량%).

이 녹차 추출액을 온도 25℃ 로 설정하고, 탄나아제 (키코만사 제조, 탄나아제 KTFH) 를 녹차 추출액에 대해 200ppm 이 되는 농도로 첨가하여 130 분간 유지하고, 갈레이트체 비율 40.2 질량% 이 되었을 때, 90℃ 로 용액을 가열하여 효소를 실효시키고, 반응을 정지시켰다 (pH 4.9). 이 반응액을 역침투막 (닛토덴코 제조, NTR-759HR) 을 사용하여 Brix 농도 25 까지 농축 처리를 실시하고, 액체의 「탄나아제 처리한 녹차 추출물의 농축물」 8kg 을 얻었다. 얻어진 녹차 추출물은 비중합체 카테킨류 함유량 6.9 질량%, 갈레이트체 비율 40.1 질량%, 고형분 농도 2 질량% 에 용해시킨 수용액의 pH=5.0 이었다.

(2) 또, 얻어진 농축액 4.5kg 을 분무 건조시켜 분말 형상의 「탄나아제 처리한 녹차 추출물」 400g 을 얻었다. 얻어진 녹차 추출물은 비중합체 카테킨류함유량 33.2 질량%, 갈레이트체 비율 40.1 질량%, 고형분 농도 2 질량% 에 용해시켰을 때의 수용액의 pH=5.0 이었다.

(3) 얻어진 녹차 추출물을 사용하여, 실시예 2 와 동일한 정제 처리를 실시하여, 탁함이 전혀 관찰되지 않고, 색상도 양호하며, 또한 쓴맛이 저감된 정제 녹차 추출물을 얻었다.

처리 후의 비중합체 카테킨류의 함유량=15 질량%

처리 후의 고품분 중에서의 비중합체 카테킨류 농도=65 질량%

처리 후의 탁도=9

처리 후의 비중합체 카테킨류/카페인 질량비=37.1

처리 후의 갈레이트체 비율=40.4 질량%

(4) 얻어진 정제 녹차 추출물을 사용하여, 실시예 8, 본 발명품 6 과 동일하게 하여 용기에 담은 음료를 얻었다. 이 음료는 장기간 보존해도 외관의 변화가 없고, 또한 쓴맛이 저감되었다.

#### **발명의 효과**

본 발명의 정제 녹차 추출물은 간단한 제조 공정에 의해 제조되고, 얻어진 정제 녹차 추출물은 카페인 농도가 낮고, 탁한 성분이 저감되어 있음에도 불구하고, 높은 비중합체 카테킨류 농도를 유지하고 있으며, 또한 색상이 양호하고, 게다가 녹차의 풍미가 거의 없다.