

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4424939号
(P4424939)

(45) 発行日 平成22年3月3日(2010.3.3)

(24) 登録日 平成21年12月18日(2009.12.18)

(51) Int.Cl.		F I
C O 7 C	7/10	(2006.01)
C O 7 C	11/21	(2006.01)
C O 7 D	311/72	(2006.01)
C O 7 J	9/00	(2006.01)

C O 7 C	7/10
C O 7 C	11/21
C O 7 D	311/72
C O 7 J	9/00

請求項の数 11 外国語出願 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2003-295065 (P2003-295065)	(73) 特許権者	500511648
(22) 出願日	平成15年8月19日 (2003.8.19)		マレーシアン・パーム・オイル・ボード
(65) 公開番号	特開2004-143150 (P2004-143150A)		マレーシア国セランゴール, 43000
(43) 公開日	平成16年5月20日 (2004.5.20)		カジャン, バンダル・バル・バンギ, ペル
審査請求日	平成18年7月18日 (2006.7.18)		シアラン・インストウシ 6
(31) 優先権主張番号	P120023069	(74) 代理人	100077872
(32) 優先日	平成14年8月20日 (2002.8.20)		弁理士 平山 洲光
(33) 優先権主張国	マレーシア (MY)	(72) 発明者	チョー・ユエン・メイ
			マレーシア国 セランゴール, 43000
			カジャン, バンダル・バル・バンギ, ペル
			シアラン・インストウシ 6
		(72) 発明者	ハリソン・ロウ・リク・ナン
			マレーシア国 セランゴール, 43000
			カジャン, バンダル・バル・バンギ, ペル
			シアラン・インストウシ 6
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 パーム油からのビタミンE、フィトステロール及びスクアレンの抽出

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

未精製パーム油からフィトステロールとスクアレンとビタミンEとを抽出する方法であって：

- (a) 未精製パーム油をパーム油メチルエステルに変換する工程と；
- (b) 前記工程(a)で得られた未精製パーム油メチルエステルを3段階の短路蒸留することにより、植物栄養素を産出する工程と；
- (c) 前記工程(b)から得られた植物栄養素濃縮物を鹼化するステップと；
- (d) フィトステロールを結晶化する工程と；
- (e) ビタミンE及びスクアレンを溶剤分配する工程と

を含むことを特徴とする、未精製パーム油からフィトステロールとスクアレンとビタミンEとを抽出する方法。

【請求項2】

第1段階の短路蒸留が、70℃～120℃の温度及び10mTorr～50mTorrの圧力で実施される、請求項1に記載のフィトステロール、スクアレン及びビタミンEを抽出する方法。

【請求項3】

第2段階の短路蒸留が、請求項2で得られた蒸留物において130℃～200℃の温度及び1mTorr未満の圧力で実施される、請求項1に記載のフィトステロールとスクアレンとビタミンEとを抽出する方法。

【請求項 4】

第 3 段階の短路蒸留が、請求項 3 で得られた蒸留物において 120℃未満の温度と 1 m T o r r 未満の圧力で実施される、請求項 1 に記載のフィトステロールとスクアレンとビタミン E とを抽出する方法。

【請求項 5】

植物栄養素濃縮物の鹼化過程が、10%濃度の水酸化カリウム又は水酸化ナトリウムを使用して、不活性ガスシール下で 30 分～1 時間にわたってアルコール中で還流されることにより実施される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記不活性ガスが窒素である、請求項 5 に記載の方法。

10

【請求項 7】

不鹼化物が、炭化水素溶剤と該炭化水素溶剤に対して異なる比率の短鎖アルコール及び水と混合される、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 8】

不鹼化物が、25：1：1 の比率の炭化水素溶剤、短鎖アルコール及び水と混合され、65℃～85℃の温度まで加熱され、そして 10℃～30℃の温度までゆっくり冷却されることにより、フィトステロールが結晶化される、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 9】

結晶化されたフィトステロールを濾過したる液が 5：3 の比の炭化水素溶剤及び短鎖アルコールと混合されることにより、非極性スクアレンが炭化水素層内に、極性ビタミン E がアルコール層内に分配される、請求項 8 に記載の方法。

20

【請求項 10】

炭化水素溶剤がヘプタン、ヘキサン及びイソオクタンを含み、短鎖アルコールがメタノール、エタノール、ブタノール及びイソプロパノールを含む、請求項 7、8 及び 9 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】

未精製パーム油からフィトステロールとスクアレンとビタミン E とを抽出する方法であって：

(i) 未精製パーム油をパーム油メチルエステルに変換する工程と；

(ii) 前記工程(i)で得られたメチルエステルにおいて、70℃～120℃の温度及び 10 m T o r r ～50 m T o r r の圧力で第 1 段階の短路蒸留を実施する工程と；

30

(iii) 前記工程(ii)で得られた蒸留物において、130℃～200℃の温度及び 1 m T o r r 未満の圧力で、第 2 段階の短路蒸留を実施する工程と；

(iv) 前記工程(iii)で得られた蒸留物において、120℃未満の温度及び 1 m T o r r 未満の圧力で、第 3 段階の短路蒸留を実施する工程と；

(v) 10%濃度の水酸化カリウム又は水酸化ナトリウムを使用して、窒素シール下で 30 分間にわたってアルコール中で還流することにより、前記工程(iv)で得られた蒸留物の鹼化を実施する工程と；

(vi) 前記工程(v)における不鹼化物を、25：1：1 の比の炭化水素溶剤、短鎖アルコール及び水と混合し、該混合物を 65℃～85℃の温度まで加熱し、そして 25℃～30℃の温度までゆっくり冷却することにより、フィトステロールを結晶化する工程と；

40

(vii) 前記工程(vi)で得られたフィトステロールを濾過したる液を、ヘプタン、ヘキサン及びイソオクタンから成る群から選択された炭化水素溶剤、及び、メタノール、エタノール、ブタノール及びイソプロパノールから成る群から選択された短鎖アルコールと、炭化水素溶剤と短鎖アルコールとの比 5：3 で混合し、これにより、非極性スクアレンを炭化水素層内に、そして極性ビタミン E をアルコール層内に分配する工程と；

(viii) 前記 2 つの層を分離し、続いて、前記工程(vii)で選択された炭化水素溶剤を短鎖アルコール層内に添加し、そして前記工程(vii)で選択された短鎖アルコールを炭化水素層内に添加することにより、さらにビタミン E とスクアレンとを分配する工程と；

(ix) 前記炭化水素層からスクアレンを抽出し、そして前記アルコール層からビタミ

50

ンEを抽出する工程とを含むことを特徴とする、未精製パーム油からフィトステロールとスクアレンとビタミンEとを抽出する方法。

【発明の詳細な説明】

【発明の分野】

【0001】

本発明は、未精製パーム油からフィトステロール、スクアレン及びビタミンEを抽出することに関する。より具体的には、本発明は、未精製パーム油からフィトステロール、スクアレン及びビタミンEを抽出するための統合的方法に関する。

【発明の背景】

10

【0002】

パーム油は700～1000ppmのビタミンE、300～620ppmのフィトステロール、及び250～730ppmのスクアレンを含有する。本発明は、未精製パーム油から天然発生的なビタミンE、フィトステロール及びスクアレンを回収する方法に関する。

【0003】

ビタミンEは、天然発生的な脂溶性抗酸化物質、すなわち或る特定の植物性油に見出されるトコフェロール及びトコトリエノールから成る群である。トコトリエノールは、パーム油、小麦胚種油、ココナツ油及びトウモロコシ油に主に発生する。トコトリエノールは、トコフェロールよりも高い抗酸化活性を有する。このことは生化学研究において示されている(Serbinova他(1991年)、Pokomy,J (1987年)、Jacobsberg他(1978))。ヤシ油中に見出される総ビタミンEの80%を構成する支配的なビタミンE型として、トコトリエノールは、低コレステロール血効果を有することでも知られている(Tan他(1991)及びQureshi他(1991))。

20

【0004】

フィトステロールは、側鎖内の第24位置でアルキル化されていることを除けば、コレステロールと構造的に類似する。植物中に圧倒的に多く見出される最も豊富なフィトステロール型は、β-シトステロール、スチグマステロール及びカンペステロールである。これらの化合物は、食物の天然成分であり、米国消費量に関して、100～500mg/日の量で消費される(Weirauch, JL Gradner, JM 1978、「植物由来食品のステロール含量(Sterol content of foods of plant origin) J. Am. Diet. Assoc. 73:39-47))。β-シトステロールを採用して行われた研究では、β-シトステロールが血中コレステロール量を有意に低減することが判った(Farguhar, J W 他、1956年、Circulation ,1477-87)。パーム油はフィトステロールが豊富であり、このフィトステロールは60%がβ-シトステロールであり、残り38%はスチグマステロール及びカンペステロールである。したがってパーム油はフィトステロールの天然源の回収を可能にする。

30

【0005】

スクアレンは種々の深海サメ肝油の主要成分である。このスクアレンは、フリーラジカルが衰弱作用を発揮し始める前に、身体からフリーラジカルをスカベンジすることができる強力な抗酸化物質である。試験により示されたように、スクアレンはこれが栄養補助食品として摂取された場合、発癌に対する予防効果を有することが実証されている。

40

【0006】

スクアレンはパーム油中の副次的成分のうちの1つとして存在する。スクアレンは、高濃度で与えられた場合に価値のある抗酸化物質として回収することができる。

【0007】

出願された関連特許には、国際公開第00/09535号パンフレット、英国特許第531226号明細書、同第549931号明細書、同第531224号明細書及び欧州特許第0541999号明細書が含まれる。これらの特許明細書は、ビタミンEの回収、又はビタミンE及びフィトステロールの回収に重点を置いており、本発明において記載したような、ビタミンE、フィトステロール及びスクアレンを一緒に回収する統合的な方法には重点を置いていない。上記特許さ

50

れた発明は、1 段式の真空蒸留で行われるものにすぎず、このような真空蒸留は、本発明において記載したような高分子量成分の除去には役立たない。したがって本発明の目的は、これらの高価値の副次化合物、すなわちビタミン E、フィトステロール及びスクアレンを精製し回収して、高純度の結晶化フィトステロールと共にそれぞれの画分を形成する方法を提供することである。

【発明の概要】

【0008】

本発明は、高価値のパーム油植物栄養素、より具体的にはビタミン E、フィトステロール及びスクアレンを回収する統合的方法であって、パーム油を低級アルキルアルコールで、酸/アルカリによる触媒作用下でエステル化/エステル交換する工程と、アルキルエステルを多段真空蒸留する工程と、植物栄養素濃縮物を鹼化する工程と、フィトステロールを結晶化する工程と、最後にビタミン E とスクアレンとを有機溶剤で分配する工程とを含む。

10

【0009】

アルキルエステル及びグリセロールの生成の際にグリセリドのグリセロール部分をアルキル基と置換するための触媒として、水酸化ナトリウム及び水酸化カリウムを使用して、アルキルアルコール、好ましくはメタノール及びエタノール中で、未精製パーム油がエステル化された。使用されるアルキルアルコールのタイプは、生成されるアルキルエステルの揮発性に依存する。この場合好ましいのは、アルキル鎖長がより短い低沸点アルキルエステルである。

20

【0010】

低沸点アルキルエステルは、多段真空蒸留、好ましくは後述するような種々異なる作業条件で3 段短路蒸留 (S P D) された。第 1 の短路蒸留は、バルク状エステルの約 90 % を蒸留する目的で行われ、最少量のビタミン E、フィトステロール及びスクアレンが蒸留されて蒸留物となる。適用された短路蒸留条件は、70 °C ~ 120 °C の範囲の温度、及び 10 m T o r r ~ 50 m T o r r の範囲の圧力である。植物栄養素が濃縮された残留物は次いで第 2 短路蒸留され、カロチン、リン脂質、糖脂質、蠟、酸化生成物及びその他の長鎖炭化水素を含む不純物及び着色材料/顔料が除去された。作業条件は 130 °C ~ 200 °C の範囲の温度、及び 1 m T o r r 未満の範囲の圧力である。続いて、第 2 の短路蒸留から生じた蒸留物は第 3 短路蒸留され、これにより、ビタミン E、フィトステロール、スクアレン及びモノグリセリドの濃縮物が混合物の形で生成された。この場合作業温度は 130 °C 未満であり、作業圧力は 1 m T o r r 未満である。精製された濃縮物は、これに続く分離過程及び精製過程において臨界的な固有の重い分子を含有していない。

30

【0011】

精製された濃縮物に対して、水酸化物及びアルコールの存在において鹼化法が実施される。使用される水酸化物は、水酸化ナトリウム及び水酸化カリウムであり、これに対して使用されるアルコールはメタノール、エタノール及びイソプロパノールを含む。ヘプタン、ヘキサン、イソオクタン及び石油エーテルのような反応混合物の炭化水素溶剤抽出を用いて、不鹼化物が回収された。炭化水素層が、多量の水による洗浄によって中和され、ビタミン E、フィトステロール及びスクアレンだけを含有する不鹼化物が回収された。

40

【0012】

好ましくは 70 °C ~ 85 °C から 25 °C ~ 35 °C への加熱・冷却過程により、水/アルコール/炭化水素系を使用して、不鹼化混合物からフィトステロールが晶出された。結晶化されたフィトステロールがろ過され、混合物の残分に炭化水素溶剤及びアルキルアルコールを導入することにより、より低い極性のスクアレンが炭化水素層内に、また比較的高極性のビタミン E がアルキルアルコール層内に分配された。使用されるアルキルアルコールはメタノール及びエタノールを含み、使用される炭化水素溶剤はヘキサン、ヘプタン及びイソオクタンを含む。

【0013】

図 1 を参照しながら本発明を以下に説明する。下記の工程は、抽出法に關与する工程の

50

例である。使用した量及びパラメータは一例であり、特に断りのない限り本発明を制限するものではない。

【例 1】

【0014】

2. 5 kg のメタノールと 50 g の NaOH とを触媒として、5 kg の未精製パーム油をエステル化した。メチルエステルをグリセロールから分離して、水で洗浄することにより中和した。メチルエステルを 90℃ の温度及び 20 mTorr の圧力で、第 1 短路蒸留した。次いで残留物を、150℃ の作業温度及び 1 mTorr の圧力で第 2 短路蒸留することにより、全ての着色材料/顔料を除去した。続いて、90℃ の温度及び 1 mTorr の圧力で、僅かに黄味がかった蒸留物を第 3 短路蒸留して、ビタミン E、フィトステロール及びスクアレン（植物栄養素）の濃縮物を生成した。植物栄養素濃縮物の詳細な分析結果を表 1 に示す。

【0015】

【表 1】

試料コード	百分率 (%)									
	FFA	エステル	MG	DG	TG	スクアレン	ステロール	ビタミン E	カロチン	未確認生成物
未精製パーム油メチルエステル	0.00	98.13	1.11	0.22	0.06	0.07	0.06	0.05	0.06	ND
残留物（第 1 段 SPD）	0.00	84.09	9.99	2.87	0.78	0.64	0.67	0.47	0.64	ND
残留物（第 2 段 SPD）	0.00	2.40	0.00	43.57	7.82	0.00	1.11	0.71	4.99	39.40
残留物（第 3 段 SPD）	0.00	5.78	53.69	3.94	0.53	6.56	8.40	3.98	0.12	ND
蒸留物（第 1 段 SPD）	0.00	99.00	0.05	0.00	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00	ND
蒸留物（第 2 段 SPD）	0.00	89.40	8.96	0.07	0.00	0.59	0.62	0.41	0.02	ND
蒸留物（第 3 段 SPD）	0.00	98.33	0.25	0.00	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00	ND

【例 2】

【0016】

例 1 又はその他の源から得られた、精製植物栄養素濃縮物 3 g を、5 ml の 10% KOH 及び 2 ml のエタノールを使用して鹼化した。この混合物を 30 分間にわたって窒素シール下で還流した。反応混合物を、10 ml のエタノール、20 ml の蒸留温水及び 30 ml のヘキサンと一緒に分離用漏斗に移した。この混合物を震盪し、室温まで冷却し、頂部にヘキサン層を、底部に水性層を残した。ヘキサン可溶性の不鹼化物を頂部から捕集し、これに対して水性層をさらに、9:1 の比の 30 ml のヘキサン/水で 5 回抽出した。回収したヘキサン層を水で洗浄することにより中和し、そして溶剤全てを回転蒸発器及び真空ポンプ乾燥器により除去した。ビタミン E、フィトステロール及びスクアレンの回収率は 83%、93% 及び 86% である。詳細な分析結果を表 2 に示す。

【0017】

【表 2】

試料コード	百分率 (%)									重量 (g)
	FFA	エステル	MG	DG	TG	スクアレン	ステロール	ビタミンE	カロチン	
精製植物栄養素濃縮物	0	4.48	66.33	0	1.04	6.39	15.06	6.66	0.05	3.03
不鹸化物	3.8	0.0	0.0	0.0	2.5	20.5	52.4	20.7	0.2	0.81

【例 3】

【0018】

例 2 又はその他の源から得られた、精製植物濃縮物の鹸化から生じた不鹸化物 0.42 g に、5 ml のエタノール、5 ml のヘキサン及び 0.5 ml の蒸留水を添加した。この混合物を震盪して均質状態にし、沈降させて 2 つの層にした。頂部のヘキサン層を底部のエタノール/水層から分離した。回転蒸発器及び真空ポンプ乾燥器を用いて、溶剤を除去した。ヘキサン層中のスクアレン濃度は 41 % であり、その回収率は 97 % である。またエタノール層中のステロール濃度は 64.7 % であり、その回収率は 52.9 % である。ヘキサン層中のビタミン E 濃度は 12 % であり、エタノール層中のビタミン E 濃度は 20.4 % である。詳細な分析結果を表 3 に示す。

【0019】

【表 3】

試料コード	百分率 (%)									重量 (g)
	FFA	エステル	MG	DG	TG	スクアレン	ステロール	ビタミンE	カロチン	
不鹸化物 (出発材料)	3.6	0.0	0.0	0.0	2.9	25.5	49.5	18.2	0.1	0.42
ヘキサン層	2.3	0.0	0.0	0.0	4.9	41.0	39.7	12.0	0.1	0.26
EtOH層	5.3	0.0	0.0	0.0	0.3	9.3	64.7	20.4	0.1	0.17

【例 4】

【0020】

例 3 又はその他の源から得られた精製植物濃縮物の鹸化から生じたフィトステロール濃度 39.4 % の不鹸化物 0.8 g に、2.5 ml のヘキサン、0.1 ml のメタノール及び 0.1 ml の蒸留水を添加した。この混合物を 70 °C まで加熱して、28 °C までゆっくりと冷却した。形成された固体結晶を吸引によりろ過し、多量のヘキサンの洗浄した。ろ液中の溶剤を回転蒸発器により蒸発させ、真空ポンプで乾燥させた。フィトステロール濃度は 99 % であり、回収率は 63.5 % である。詳細な分析結果を表 4 に示す。

【0021】

【表 4】

試料コード	百分率 (%)									
	FFA	エステル	MG	DG	TG	スクアレン	ステロール	ビタミンE	カロチン	重量 (g)
不飽和物 (出発材料)	8.8	0.0	0.0	0.3	3.2	33.7	39.4	14.1	0.3	0.79
ろ液	11.3	0.0	0.0	0.5	3.9	46.9	18.4	17.2	0.5	0.61
固形物	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	100.0	0.0	0.0	0.19

10

【例 5】

【0022】

例 4 又はその他の源から得られた精製植物濃縮物の鹸化から生じたフィトステロール濃度 39.4 % の不飽和物 0.73 g に、3.5 ml のヘキサン、0.1 ml のメタノール及び 0.1 ml の蒸留水を添加した。この混合物を 70℃まで加熱して、28℃までゆっくりと冷却した。形成された固体結晶を吸引によりろ過し、多量のヘキサンで洗浄した。ろ液中の溶剤を回転蒸発器により蒸発させ、真空ポンプで乾燥させた。フィトステロール濃度は 99 % であり、回収率は 41.7 % である。詳細な分析結果を表 5 に示す。

20

【0023】

【表 5】

試料コード	百分率 (%)									
	FFA	エステル	MG	DG	TG	スクアレン	ステロール	ビタミンE	カロチン	重量 (g)
不飽和物 (出発材料)	8.8	0.0	0.0	0.3	3.2	33.7	39.4	14.1	0.3	0.73
ろ液	10.7	0.0	0.0	0.6	4.2	43.2	24.6	16.2	0.4	0.61
固形物	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	100.0	0.0	0.0	0.12

30

【例 6】

【0024】

例 5 又はその他の源から得られた精製植物濃縮物の鹸化から生じたフィトステロール濃度 39.4 % の不飽和物 0.69 g に、2.5 ml のヘキサン、0.05 ml のメタノール及び 0.1 ml の蒸留水を添加した。この混合物を 70℃まで加熱して、28℃までゆっくりと冷却した。形成された固体結晶を吸引によりろ過し、多量のヘキサンで洗浄した。ろ液中の溶剤を回転蒸発器により蒸発させ、真空ポンプで乾燥させた。フィトステロール濃度は 99 % であり、回収率は 36.8 % である。詳細な分析結果を表 6 に示す。

40

【0025】

【表 6】

試料コード	百分率 (%)									
	FFA	エステル	MG	DG	TG	スクアレン	ステロール	ビタミンE	カロチン	重量 (g)
不飽和物 (出発材料)	8.8	0.0	0.0	0.3	3.2	33.7	39.4	14.1	0.3	0.69
ろ液	10.0	0.0	0.0	0.4	3.5	41.0	28.9	15.7	0.3	0.59
固形物	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	100.0	0.0	0.0	0.10

10

【例 7】

【0026】

例 6 又はその他の源から得られた精製植物濃縮物の鹸化から生じたフィトステロール濃度 54.4 % の不飽和物 0.71 g に、2.5 ml のヘキサン、0.1 ml のメタノール及び 0.1 ml の蒸留水を添加した。この混合物を 70℃ まで加熱して、28℃ までゆっくりと冷却した。形成された固体結晶を吸引によりろ過し、多量のヘキサンで洗浄した。ろ液中の溶剤を回転蒸発器により蒸発させ、真空ポンプで乾燥させた。フィトステロール濃度は 99 % であり、回収率は 41 % である。詳細な分析結果を表 7 に示す。

20

【0027】

【表 7】

試料コード	百分率 (%)									
	FFA	エステル	MG	DG	TG	スクアレン	ステロール	ビタミンE	カロチン	重量 (g)
不飽和物 (出発材料)	1.8	0.0	0.0	0.0	2.5	18.5	54.4	22.7	0.2	0.71
結晶化フィトステロール	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	99.0	0.0	0.0	0.16
ろ液	3.0	0.0	0.0	0.0	4.8	30.0	35.9	26.2	0.2	0.55

30

【例 8】

【0028】

フィトステロールの結晶化後、例 5 又はその他の溶剤から得られたろ液 0.29 グラムに、5 ml のヘキサン及び 2 ml のメタノールを添加した。この混合物を震盪して均質状態にし、沈降させて 2 つの層にした。頂部のヘキサン層を底部のメタノール層から分離した。回転蒸発器及び真空ポンプ乾燥器を用いて、溶剤を除去した。メタノール層中のビタミン E 濃度は 31.3 % であり、その回収率は 52.6 % である。またヘキサン層中のスクアレン濃度は 51 % であり、その回収率は 87.5 % である。詳細な分析結果を表 8 に示す。

40

【0029】

【表 8】

試料コード	百分率 (%)									
	FFA	エステル	MG	DG	TG	スクアレン	ステロール	ビタミンE	カロチン	重量 (g)
ろ液 (出発材料)	11.7	0.0	0.0	0.0	3.7	42.2	21.4	16.4	0.5	0.29
ヘキサン層	11.3	0.0	0.0	0.4	4.6	51.0	17.4	10.3	0.5	0.21
MeOH層	10.2	0.0	0.0	0.0	1.7	23.6	33.0	31.3	0.3	0.08

10

【例 9】

【0030】

フィトステロールの結晶化後、例7又はその他の溶剤から得られたろ液0.34グラムに、5mlのヘキサン及び3mlのメタノールを添加した。この混合物を震盪して均質状態にし、沈降させて2つの層にした。頂部のヘキサン層を底部のメタノール層から分離した。回転蒸発器及び真空ポンプ乾燥器を用いて、溶剤を除去した。ヘキサン層中のビタミンE濃度は51.2%であり、その回収率は57.5%である。またヘキサン層中のスクアレン濃度は44.2%であり、その回収率は95.4%である。詳細な分析結果を表9

20

【0031】

【表 9】

試料コード	百分率 (%)									
	FFA	エステル	MG	DG	TG	スクアレン	ステロール	ビタミンE	カロチン	重量 (g)
ろ液 (出発材料)	3.0	0.0	0.0	0.0	4.8	30.0	35.9	26.2	0.2	0.34
ヘキサン層	1.2	0.0	0.0	0.0	9.3	44.2	27.1	17.1	0.2	0.22
MeOH層	4.3	0.0	0.0	0.0	0.8	5.4	38.1	51.2	0.1	0.10

30

【例 10】

【0032】

精製植物栄養素濃縮物から得られたフィトステロールを結晶化した後の不鹸化物のろ液を、連続的な有機溶剤分配により処理して、ビタミンE及びスクアレンの濃度を高めた。ろ液0.6gに5mlのヘキサン及び3mlのメタノールを添加した。混合物を15℃まで15分間にわたって冷却した。ヘキサン層をメタノール層から分離して分析した。続いて1mlのヘキサンをメタノール層に添加し、1mlのメタノールをヘキサン層に添加した。15℃までさらに15分間にわたって冷却した後、ヘキサン層及びメタノール層全てを分離した。全ての試料をビタミンE及びスクアレンの含量に関して分析した。メタノール層の第2の分配後のメタノール相中のビタミンE濃度は79.3%であり、回収率は34.9%である。ヘキサン層の第2の分配後のヘキサン相中のスクアレン濃度は77.2%であり、回収率は65.5%である。詳細な分析結果を表10に示す。この方法を図2

40

【0033】

【表 10】

試料コード	百分率 (%)									
	FFA	エステル	MG	DG	TG	ステロール	スクアレン	ビタミンE	カロチン	重量 (g)
ろ液	8.56	0.00	0.00	0.00	0.00	18.20	36.55	36.70	0.30	0.60
ヘキサン 1	3.12	0.00	0.00	0.00	0.00	8.78	69.10	19.00	0.20	0.25
ヘキサン 2	4.00	0.00	0.00	0.00	0.00	11.72	54.12	30.16	0.30	0.12
ヘキサン 3	1.57	0.00	0.00	0.00	0.00	8.70	77.21	12.52	0.30	0.19
メタノール 1	9.92	0.00	0.00	0.00	0.00	15.10	18.18	56.80	0.20	0.31
メタノール 2	1.69	0.00	0.00	0.00	0.00	13.85	5.12	79.33	0.20	0.10
メタノール 3	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	22.10	18.37	59.52	0.10	0.04

10

【図面の簡単な説明】

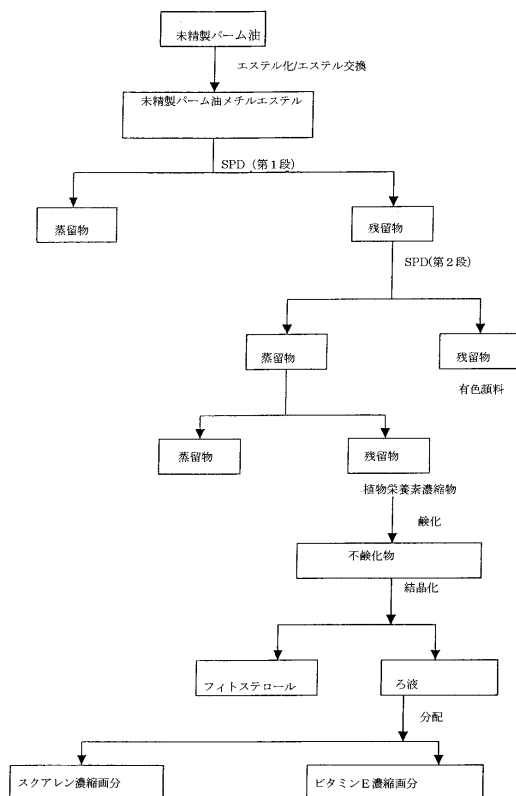
【0034】

20

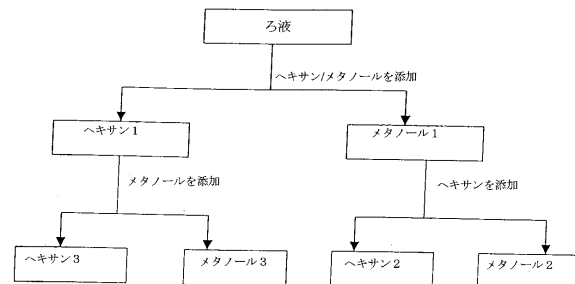
【図 1】 図 1 は、植物栄養素濃縮物の抽出法を示す概略図である。

【図 2】 図 2 は、連続的な有機溶剤分配による不鹸化物のろ液の処理を示す図である。

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(72)発明者 マ・アー・ンガン

マレーシア国 セランゴール, 43000 カジャン, バンダル・バル・バンギ, ペルシアラン・
インストウシ 6

(72)発明者 ユソフ・バシロン

マレーシア国 セランゴール, 43000 カジャン, バンダル・バル・バンギ, ペルシアラン・
インストウシ 6

審査官 藤森 知郎

(56)参考文献 特開2001-208735 (JP, A)

特開2001-131197 (JP, A)

特開2001-131199 (JP, A)

特表平09-502701 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C07C 7/10

C07C 11/21

C07D 311/72

C07J 9/00

CA/REGISTRY (STN)