

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2014 年 3 月 27 日(27.03.2014)



(10) 国際公開番号

WO 2014/045682 A1

- (51) 国際特許分類:
C11B 3/04 (2006.01) *A23D 9/02* (2006.01)
A23D 9/00 (2006.01) *C11B 3/10* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/068718
- (22) 国際出願日: 2013 年 7 月 9 日(09.07.2013)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2012-208149 2012 年 9 月 21 日(21.09.2012) JP
- (71) 出願人: 日清オイリオグループ株式会社 (THE NISSHIN OILIO GROUP, LTD.) [JP/JP]; 〒1048285 東京都中央区新川一丁目 2 3 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 岡田 孝宏 (OKADA, Takahiro); 〒2390832 神奈川県横須賀市神明町 1 番地 日清オイリオグループ株式会社 横須賀事業場内 Kanagawa (JP). 生稲 淳一 (IKUINA, Junichi); 〒2390832 神奈川県横須賀市神明町 1 番地 日清オイリオグループ株式会社 横須賀事業場内 Kanagawa (JP).
- (74) 代理人: 平田 忠雄, 外 (HIRATA, Tadao et al.); 〒1690074 東京都新宿区北新宿二丁目 2 1 番 1 号 新宿フロントタワー 2 9 階 平田国際特許事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: EMULSIFIER-CONTAINING FAT COMPOSITION AND METHOD FOR PRODUCING EMULSIFIER-CONTAINING FAT COMPOSITION

(54) 発明の名称: 乳化剤含有油脂組成物及び乳化剤含有油脂組成物の製造方法

(57) Abstract: Provided are an emulsifier-containing fat composition and method for producing the emulsifier-containing fat composition, with which blending (adding, mixing, and the like of an emulsifier and fat), storage of the emulsifier-containing fat composition, and sedimentation of the emulsifier component during transport and the like are improved. A method for producing an emulsifier-containing fat composition containing one or more types of emulsifier selected from sucrose fatty acid esters, polyglycerol fatty acid esters, and sorbitan fatty acid esters; wherein the emulsifier-containing fat composition is produced by performing an acid treatment step and lowering the soap content in the emulsifier-containing fat composition to 5 ppm or lower.

(57) 要約: 調査 (乳化剤と油脂の添加・混合等)、乳化剤含有油脂組成物の保存、輸送時等における乳化剤成分の沈殿が改善された乳化剤含有油脂組成物及び該乳化剤含有油脂組成物の製造方法を提供する。ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルから選ばれる 1 種以上の乳化剤を含有する乳化剤含有油脂組成物の製造方法において、酸処理工程を行い、乳化剤含有油脂組成物中の石鹸分を 5 ppm 以下に低下させることにより乳化剤含有油脂組成物を製造する。

WO 2014/045682 A1

明 細 書

発明の名称：

乳化剤含有油脂組成物及び乳化剤含有油脂組成物の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、乳化剤含有油脂組成物及び乳化剤含有油脂組成物の製造方法に関するものである。具体的には、本発明は、石鹼分を含む乳化剤を用いて乳化剤含有油脂組成物を製造するにあたり、石鹼分を低減することで調合（乳化剤と油脂の添加・混合等）、保存、輸送時等における一部の乳化剤成分の沈殿を改善できる乳化剤含有油脂組成物及び乳化剤含有油脂組成物の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 炒め油、フライ油、スプレー油など、水相を含まない油脂組成物において、耐冷性向上、調理適性改善、離型性向上、抗菌性などの用途で様々な乳化剤が用いられている。特にシヨ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルは、風味も良好で広く用いられている（特許文献1～3）。しかし、乳化剤を含む油脂は吸湿しやすく、油脂中の水分が増加し、水分とともに乳化剤が沈殿することがある。例えば、シヨ糖脂肪酸エステルは、油脂中において親水性のシヨ糖モノ脂肪酸エステル、シヨ糖ジ脂肪酸エステル等の親水性の高い成分が沈殿しやすい。さらに、水分が増加しない場合でも、製品を長期に保管する場合に、油脂の界面に一部の親水性成分が集まり、沈殿するなどの問題が発生することがあった。また、油脂と乳化剤を混合時に窒素等を長期に吹き込むなどの場合において、沈殿が発生することがあり、沈殿物を除去することで対応する必要があった。これらの現象は、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルでも同様に発生することがあった。

[0003] シヨ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルは、製造過程で、アルカリを触媒とし、エステルを合成する（特

許文献4参照)。これらのアルカリ触媒は、原料の脂肪酸もしくは脂肪酸アルキルエステルと反応し、脂肪酸石鹼となる。これら脂肪酸石鹼は、乳化剤ともなるため乳化作用に対しては影響を及ぼすことが予想されるが、乳化剤の沈殿現象に影響を及ぼすとの知見はなかった。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開2000-290683号公報

特許文献2：特開2000-290684号公報

特許文献3：特開2002-524027号公報

特許文献4：特開平10-17588号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 本発明は、調合（乳化剤と油脂の添加・混合等）、乳化剤含有油脂組成物の保存、輸送時等における一部の乳化剤成分の沈殿が改善された乳化剤含有油脂組成物の提供及び該乳化剤含有油脂組成物の製造方法を提供することである。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明者らは、上記課題を達成するため、乳化剤含有油脂組成物中の石鹼分を低減することにより上記課題が解決できることを見出し、本発明を完成するに至った。具体的には、以下のものを提供する。

[0007] (1) ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルから選ばれる1種以上の乳化剤を含有する乳化剤含有油脂組成物の製造方法において、酸処理工程を行い、乳化剤含有油脂組成物中の石鹼分を5ppm以下に低下させることを特徴とする乳化剤含有油脂組成物の製造方法。

(2) 前記乳化剤含有油脂組成物が、前記乳化剤を0.1～10.0質量%含有することを特徴とする(1)に記載の製造方法。

(3) 前記乳化剤のHLB値が0～9であることを特徴とする(1)又は(2)に記載の製造方法。

(4) 前記酸処理工程がクエン酸、リンゴ酸、酢酸、乳酸、アスコルビン酸、リン酸から選ばれる酸を用いることを特徴とする(1)～(3)のいずれかに記載の製造方法。

(5) 前記酸処理工程が陽イオン交換樹脂、活性白土、酸性白土から選ばれる吸着剤を用いることを特徴とする(1)～(3)のいずれかに記載の製造方法。

(6) 前記酸処理工程が、乳化剤と油脂の混合以後の工程であることを特徴とする(1)～(5)のいずれかに記載の製造方法。

(7) 前記酸処理工程が、乳化剤と油脂の混合前の工程であることを特徴とする(1)～(5)のいずれかに記載の製造方法。

(8) (1)～(7)のいずれかに記載の製造方法で得られ、石鹼分が5 ppm以下であることを特徴とする乳化剤含有油脂組成物。

発明の効果

[0008] 本発明によれば、ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルから選ばれる1種以上の乳化剤を含有する乳化剤含有油脂組成物の製造方法において、酸処理工程を行い、乳化剤含有油脂組成物中の石鹼分を5 ppm以下に低下させることで、親水性成分の沈殿を抑えることができる。さらに、乳化剤を油脂に添加・混合するときなどの調合時、乳化剤含有油脂組成物の保管時、輸送時等における乳化剤含有油脂組成物製品中の沈殿物の除去等が不要になる。

発明を実施するための形態

[0009] 以下、本発明を詳しく説明する。本発明の乳化剤含有油脂組成物は、ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルから選ばれる1種以上の乳化剤を含有する乳化剤含有油脂組成物の製造方法において、酸処理工程を行い、乳化剤含有油脂組成物中の石鹼分を5 ppm以下に低下させることを特徴とする。一般的に乳化剤を溶解させた油脂

において、保存、輸送時に析出する乳化剤成分は、乳化剤中の一部の親水性成分であり、少量である。この時、乳化剤含有油脂組成物中に存在する石鹼分が存在すると乳化剤の沈殿を促進するので、石鹼分を低下させる必要がある。

[0010] 本発明では、ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルから選ばれる１種以上の乳化剤を用いることができ、これらは、市販品を用いることができるが、市販品と同様にショ糖、ポリグリセリン、ソルビタンを脂肪酸あるいは脂肪酸アルキルエステルとアルカリ触媒で反応させたものを用いることができる。合成で用いたアルカリ触媒は、脂肪酸等と反応し、脂肪酸石鹼として約１０００～２００００ppm残存する。

[0011] なお、本発明における石鹼分は、「日本油化学会制定 基準油脂分析試験法（２．６．２－１９９６ セッケン）」で測定した値であり、乳化剤含有油脂組成物中に存在するナトリウム石鹼、カリウム石鹼等をオレイン酸ナトリウムとして表したものである。

[0012] なお、本発明で用いるショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルから選ばれる１種以上の乳化剤は合計０．１～１０質量％含有することが好ましい。一般的に乳化剤を溶解させた油脂において、調合、保存、輸送時に析出する乳化剤成分は、乳化剤に対して少量（例えば添加乳化剤量に対して０．１～７質量％以下）である。乳化剤量が乳化剤含有油脂に対して０．１質量％未満では、沈殿は発生しないか問題にならない量であり、１０質量％以上では、石鹼分低減の効果が劣る。好ましくは、乳化剤量は乳化剤含有油脂組成物中に０．１～５．０質量％であり、より好ましくは０．３～１．５質量％であり、最も好ましくは０．５～１．２質量％である。

[0013] 本発明では、ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルを用いるが、これ以外の乳化剤、例えばモノグリセリン脂肪酸エステル、有機酸モノグリセリド、ポリソルベート、プロピレン

グリコール脂肪酸エステル、レシチン等を配合することができる。その量は、ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルから選ばれる１種以上の乳化剤も含めて、乳化剤合計で０．１～１０質量％含有することが好ましい。

[0014] なお、本発明で用いる乳化剤は、HLB値が０～９であることが油脂への溶解性の点で好ましい。HLB値（本発明においてはGriffinの算出法を用いる。グリフィン式： $HLB = 20 \times \{ (\text{親水部分の分子量}) / (\text{全分子量}) \}$ ）は、小さい程、親油性が強いことを示す。本発明において、乳化剤のHLB値は、７以下であることが油脂への溶解性の点でより好ましい。最も好ましいHLB値は０～３である。なお、乳化剤のHLB値は加成性が成り立つため、HLB値が９以上のものを含んでもよいが、添加される乳化剤の平均HLB値は９以下であることが好ましい。HLB値が９以上の乳化剤を添加しないことが好ましい。

[0015] 本発明で用いる乳化剤は、その構成脂肪酸中に飽和脂肪酸が多いと結晶化しやすくなるため、不飽和脂肪酸が多いことが乳化剤の結晶化を防止するうえで好ましく、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、エルカ酸等の不飽和脂肪酸であることが好ましい。また、不飽和脂肪酸は、乳化剤の構成脂肪酸中５０質量％以上であることが好ましく、乳化剤の構成脂肪酸中７０質量％以上がより好ましい。

[0016] 本発明で用いる油脂は、特に限定するものではなく、動植物油脂および、その分別油、混合油、水素添加油等を用いることができる。動植物油脂としては、例えば、大豆油、なたね油、ハイオレイックなたね油、ひまわり油、ハイオレイックひまわり油、オリーブ油、サフラワー油、ハイオレイックサフラワー油、コーン油、綿実油、米油、牛脂、乳脂、魚油、ヤシ油、パーム油、パーム核油などが挙げられる。２０℃で固形化するものは、使用時に加熱により溶解させる必要があるので、２０℃で液状である液状油の使用が好ましい。また、乳化剤との混合は精製工程の後に行うことが好ましいので、精製油脂を用いることが好ましい。

- [0017] 本発明で用いる油脂は、乳化剤含有油脂組成物中に90質量%以上含むことが好ましく、より好ましくは95.0～99.9質量%である。98.5～99.7質量%がさらに好ましく、98.8～99.5質量%が最も好ましい。
- [0018] 乳化剤含有油脂組成物は、前述の乳化剤と油脂以外に必要な応じて、他の一般的な食用油脂に用いられる成分（食品添加物など）を含有させることができる。これらの成分としては、例えば、酸化・劣化防止剤、結晶調整剤等が挙げられる。酸化・劣化防止剤としては、例えば、トコフェロール類、フラボン誘導体、コウジ酸、没食子酸誘導体、カテキンおよびそのエステル、フキ酸、ゴシポール、セサモール、テルペン類、シリコーン等が挙げられる。また、香辛料や着色成分等も添加することができる。香辛料としては、例えば、カプサイシン、アネトール、オイゲノール、シネオール、ジゲロン等が挙げられる。着色成分としては、例えば、カロテン、アスタキサンチン等が挙げられる。
- [0019] 上記成分は、油脂に予め添加含有させておくのが好ましいが、乳化剤と同時に又はその前後に油脂に加えてもよい。
- [0020] 乳化剤と油脂を混合し、乳化剤含有油脂組成物を得るが、乳化剤が均一に溶解することが重要であり、混合方法は特に限定するものではない。例えば、混合方法として、乳化剤を油脂で希釈して希釈液を得た後、当該希釈液を油脂に添加する方法が好ましい。なお、一般に乳化剤はペースト状もしくは粘度が高いため、必要に応じて50～120℃に加温することが好ましい。油脂に乳化剤を添加する場合、プロペラを有するタンクにおいて油脂に乳化剤を添加しながら混合する方法、タンクの上下または左右等にポンプを有する配管で結合し、油脂を循環しながら乳化剤を添加・混合する方法などがある。混合は乳化剤の添加と同時に行ってもよく、添加後に混合してもよい。さらに、酸化防止もしくは、攪拌の効率化のために窒素を混合液中に吹き込んでもよい。なお、ここで気泡が多量に発生すると、沈殿を生じることがあるので、酸処理工程を事前に行わない場合は、窒素の吹き込み等を制限するこ

とが好ましい。

[0021] <酸処理工程>

本発明では、ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルの合成反応により残存する石鹼の量を酸処理工程で低下することができる。酸としては、クエン酸、リンゴ酸、酢酸、乳酸、アスコルビン酸、リン酸から選ばれる酸の他、表面が酸性である吸着剤を用いることができる。クエン酸、リンゴ酸、乳酸、アスコルビン酸等は、水和物や水溶液で添加してもよいが、油脂の水分量が著しく上昇する場合には、減圧で水分を除去しながら行うことが好ましい。また、固体のまま添加してもよい。添加後、必要に応じて、沈殿する酸および塩をろ過する。また、クエン酸、リンゴ酸、乳酸、アスコルビン酸等を水溶液にせず、直接用いる場合、酸をカラムに充填し、乳化剤あるいは乳化剤含有油脂組成物を通液させることができる。

[0022] なお、表面が酸性である吸着剤としては、例えば、陽イオン交換樹脂、活性白土、酸性白土等が好ましい。

[0023] 酸処理工程は、乳化剤に対して酸処理工程を行い、その後、乳化剤と油脂を混合して、乳化剤含有油脂組成物を得る。または、乳化剤と油脂を混合する際に同時に酸処理工程を行い、乳化剤含有油脂組成物を得る。または、乳化剤と油脂を混合した後に酸処理工程を行ってもよい。なお、乳化剤は粘度が高いため50～120℃で加温して酸処理を行うことが好ましい。

[0024] 本発明で得られた乳化剤含有油脂組成物は、乳化剤含有油脂組成物中の石鹼分が5 ppm以下に低下したものであることが乳化剤の沈殿を抑制する点で好ましい。酸処理工程で用いる酸の量は、適宜、乳化剤中の石鹼量に応じて調整すればよく、好ましくは、石鹼分のモル等量以上用いることが好ましい。ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルに抗酸化作用を高めるため、トコフェロール等と微量のリン酸を添加する場合があるが、抗酸化作用を高める目的で添加するリン酸の量では、乳化剤中の石鹼分低減にあまり寄与せず、乳化剤含有油脂組成物中の石

鹼分が5 ppm以上になることはない。また、同様に油脂の精製工程の最後にクエン酸を数十 ppm 添加することもあるが、クエン酸が油脂に溶解することなく除去されるものが多く、石鹼分を低下させる効果はほとんどない。乳化時含有油脂組成物中の石鹼分は、より好ましくは3 ppm以下であり、さらに好ましくは2 ppm以下である。最も好ましくは、「日本油化学会制定 基準油脂分析試験法（2. 6. 2－1996 セッケン）」で検出できないことである。

[0025] 本発明で得られた乳化剤含有油脂組成物は、広範な用途で利用される。例えば、炒め物（焼きそば、野菜炒め等）、揚げ物（天ぷら、コロッケ、トンカツ等）、生食（マヨネーズ、ドレッシング等）、スプレー用途（油を食材にスプレーしてオーブンや電子レンジで加熱する）、食用離型油等に用いることができる。

実施例

[0026] 次に、実施例及び比較例を挙げ、本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれらに何ら制限されるものではない。

[0027] <比較例1>

HLB値1のショ糖オレイン酸エステル（リョートーシュガーエステルO-170：オレイン酸純度約80% 三菱化学フーズ株式会社製）160gを60℃で加温し、窒素雰囲気下で密閉された40℃の精製菜種油（日清キャノーラ油：日清オイリオグループ株式会社製）19840gにプロペラで攪拌しながら添加した。添加時間は2分間であったが、さらに、プロペラで30分間攪拌を行い、乳化剤含有油脂組成物を得た。

[0028] <比較例2>

HLB値1のショ糖オレイン酸エステル（リョートーシュガーエステルO-170：オレイン酸純度約80% 三菱化学フーズ株式会社製）160gを60℃で加温し、窒素雰囲気下で密閉された40℃の精製菜種油（日清キャノーラ油：日清オイリオグループ株式会社製）19840gにプロペラで攪拌しながら添加した。添加時間は2分間であったが、さらに、プロペラで

30分間撹拌を行った。プロペラ撹拌時に窒素の吹込み（3 L / m i n）を行ったところ微量の沈殿物が浮遊していた（沈殿物は約3 g）。

[0029] <実施例1>

比較例1の乳化剤含有油脂組成物にクエン酸・一水和物を乳化剤含有油脂組成物に対して0.1質量%添加し、100℃、減圧（約3000Pa）で1時間処理を行い、ろ過した。

[0030] <実施例2>

H L B値1のショ糖オレイン酸エステル（リョートーシュガーエステルO-170：オレイン酸純度約80% 三菱化学フーズ株式会社製）200gにクエン酸・一水和物を16g添加し、100℃で減圧（約3000Pa）で1時間処理し、ろ過した。クエン酸処理したショ糖オレイン酸エステル160gを窒素雰囲気下で密閉された40℃の精製菜種油（日清キャノーラ油：日清オイリオグループ株式会社製）19840gにプロペラで撹拌しながら添加した。添加時間は2分間であったが、さらに、プロペラで30分間撹拌を行った。プロペラ撹拌時に窒素の吹込み（3 L / m i n）を行った。

[0031] <比較例3～4>

表2の配合になるように、H L B値2のショ糖エルカ酸エステル（リョートーシュガーエステルE R 290：エルカ酸純度約90% 三菱化学フーズ株式会社製）、又はH L B値1のショ糖オレイン酸エステル（リョートーシュガーエステルO-170：オレイン酸純度約80% 三菱化学フーズ株式会社製）を60℃で加温し、窒素雰囲気下で密閉された40℃の精製菜種油（日清キャノーラ油：日清オイリオグループ株式会社製）にプロペラで撹拌しながら添加した。添加時間は約5秒であったが、さらに、プロペラで24時間撹拌を行い、乳化剤含有油脂組成物を得た。

[0032] <実施例3>

比較例3の乳化剤含有油脂組成物にクエン酸・一水和物を乳化剤含有油脂組成物に対して0.1質量%添加し、ろ過し、乳化剤含有油脂組成物を得た。

[0033] <実施例 4>

比較例 4 の乳化剤含有油脂組成物にリン酸を乳化剤含有油脂組成物に対して 0.005 質量% 添加し、ろ過し、乳化剤含有油脂組成物を得た。

[0034] <比較例 5>

表 3 の配合になるように、HLB 値 5.1 のモノオレイン酸ソルビタン（サンソフト No. 81S：太陽化学株式会社製）、HLB 約 7 のデカグリセリンオレイン酸エステルを 60℃ で加温混合し、乳化剤混合液を得た。窒素雰囲気下で密閉された 40℃ の精製菜種油（日清キャノーラ油：日清オイリオグループ株式会社製）にプロペラで攪拌しながら乳化剤混合液を添加した。プロペラで 24 時間攪拌を行い、乳化剤含有油脂組成物を得た。

[0035] <実施例 5>

比較例 5 の乳化剤組成物に、活性白土（ガレオンアース：水澤化学工業株式会社製）を 0.5% 添加し、減圧しながら 100℃ で 15 分間攪拌した。その後、ろ過を行い、乳化剤含有油脂組成物を得た。

[0036] [石鹼分]

石鹼分は、「日本油化学会制定 基準油脂分析試験法（2.6.2-1996 セッケン）」で測定し、乳化剤含有油脂組成物中に存在するナトリウム石鹼、カリウム石鹼等をオレイン酸ナトリウムとして ppm（質量割合）で表した。

[0037] [保存試験]

比較例 1～5、及び実施例 1～5 の乳化剤含有組成物の状態を確認し（調合直後の状態）、1000g PET 容器に充填し、3 か月間保管した。なお、保存前の状態で沈殿物がある場合は、ろ過を行った。3 か月保存後の状態（沈殿物の有無）を確認した。結果を表 1～3 に示す。

[0038] [フライ適性]

乳化剤含有組成物 600g を用いて、トンカツ 5 枚を 3 回揚げて、泡立ちを日清キャノーラ油と比較した。なお、トンカツは、もも肉（約 35g/1 切）を小麦粉、卵、パン粉の順につけ、180℃ で 4 分揚げた。

[0039] [表1]

	比較例 1	比較例 2	実施例 1	実施例 2
乳化剤 (添加量)	ショ糖オレイン酸 エステル (0.8質量%)	ショ糖オレイン酸 エステル (0.8質量%)	ショ糖オレイン酸 エステル (0.8質量%)	ショ糖オレイン酸 エステル (0.8質量%)
酸	—	—	クエン酸 (一水和 物)	クエン酸 (一水和 物)
石鹸分	46ppm	47ppm	0ppm	1ppm
フライ適正	日清キャノーラ油 に比べて、泡立ち抑 制効果がみられた。	比較例 1 と同等の 泡立ち抑制効果が みられた。	比較例 1 と同等の 泡立ち抑制効果が みられた。	比較例 1 と同等の 泡立ち抑制効果が みられた。
調合直後の状 態	沈殿はない	沈殿がみられた	沈殿はない	沈殿はない
保存後の状態	PET容器の底部 に沈殿がみられる	沈殿はない	沈殿はない	沈殿はない

[0040] [表2]

	比較例 3	実施例 3	比較例 4	実施例 4
乳化剤 (添加量)	ショ糖エルカ酸エ ステル (0.3質量%)	ショ糖エルカ酸エ ステル (0.3質量%)	ショ糖オレイン酸 エステル (1.5質量%)	ショ糖オレイン酸 エステル (1.5質量%)
酸	—	クエン酸 (一水和 物)	—	リン酸
石鹸分	26ppm	3ppm	89ppm	0ppm
調合直後の状 態	沈殿はない	沈殿はない	沈殿はない	沈殿はない
保存後の状 態	PET容器の底部 に僅かに沈殿がみ られる	沈殿はない	PET容器の底部 に僅かに沈殿がみ られる	沈殿はない

[0041] [表3]

	比較例 5	実施例 5
乳化剤 (添加量)	モノオレイン酸ソルビタン (0.5質量%) デカグリセリンオレイン酸エステル (0.2質量%)	モノオレイン酸ソルビタン (0.5質量%) デカグリセリンオレイン酸エステル (0.2質量%)
酸	—	活性白土
石鹸分	10ppm	2ppm
調合直後の状 態	沈殿はない	沈殿はない
保存後の状 態	PET容器の底部に僅かに沈殿がみ られる	沈殿はない

[0042] 表1の結果によると実施例1～2の乳化剤含有油脂組成物は、比較例1～2と比べて、フライ適性を損なうこともなく、沈殿の発生が抑制されている

ことがわかった。また、表 2～3 から、実施例 3～5 も比較例 3～5 と比べて、沈殿の発生が抑制されていることがわかった。

請求の範囲

- [請求項1] ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルから選ばれる1種以上の乳化剤を含有する乳化剤含有油脂組成物の製造方法において、酸処理工程を行い、乳化剤含有油脂組成物中の石鹼分を5 ppm以下に低下させることを特徴とする乳化剤含有油脂組成物の製造方法。
- [請求項2] 前記乳化剤含有油脂組成物が、前記乳化剤を0.1～10.0質量%含有することを特徴とする請求項1に記載の製造方法。
- [請求項3] 前記乳化剤のHLB値が0～9であることを特徴とする請求項1又は2に記載の製造方法。
- [請求項4] 前記酸処理工程がクエン酸、リンゴ酸、酢酸、乳酸、アスコルビン酸、リン酸から選ばれる酸を用いることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の製造方法。
- [請求項5] 前記酸処理工程が陽イオン交換樹脂、活性白土、酸性白土から選ばれる吸着剤を用いることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の製造方法。
- [請求項6] 前記酸処理工程が、乳化剤と油脂の混合以後の工程であることを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載の製造方法。
- [請求項7] 前記酸処理工程が、乳化剤と油脂の混合前の工程であることを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載の製造方法。
- [請求項8] 請求項1～7のいずれか1項に記載の製造方法で得られ、石鹼分が5 ppm以下であることを特徴とする乳化剤含有油脂組成物。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/068718

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C11B3/04(2006.01)i, A23D9/00(2006.01)i, A23D9/02(2006.01)i, C11B3/10(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C11B3/04, A23D9/00, A23D9/02, C11B3/10

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2013
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2013	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2013

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP 2004-359784 A (Kao Corp.), 24 December 2004 (24.12.2004), claims; paragraphs [0033], [0035]; examples; table 3 & US 2005/0013848 A1 & EP 1483973 A1 & KR 10-2004-0104917 A & CN 1572147 A	1-4, 6-8 5
A	JP 2004-313176 A (J-Oil Mills, Inc.), 11 November 2004 (11.11.2004), claims; examples (Family: none)	1-8
A	JP 2010-227021 A (The Nisshin Oillio Group, Ltd.), 14 October 2010 (14.10.2010), claims; paragraph [0020]; examples & WO 2010/110008 A1 & CN 102365027 A	1-8

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
17 September, 2013 (17.09.13)

Date of mailing of the international search report
01 October, 2013 (01.10.13)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/068718

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2006-290887 A (Dongbu Hannong Chemical Co., Ltd.), 26 October 2006 (26.10.2006), claims; paragraph [0020]; examples & US 2006/0228322 A1 & EP 1712540 A1 & KR 10-0569573 B1 & CN 1939280 A & CN 101310708 A	1-8
A	WO 2010/093038 A1 (The Nisshin Oillio Group, Ltd.), 19 August 2010 (19.08.2010), claims; paragraph [0012]; examples & JP 4612119 B2	1-8

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C11B3/04(2006.01)i, A23D9/00(2006.01)i, A23D9/02(2006.01)i, C11B3/10(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C11B3/04, A23D9/00, A23D9/02, C11B3/10

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 3 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 3 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 3 年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamIII)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X A	JP 2004-359784 A（花王株式会社）2004. 12. 24, 特許請求の範囲、【0033】、【0035】、実施例、表3等 & US 2005/0013848 A1 & EP 1483973 A1 & KR 10-2004-0104917 A & CN 1572147 A	1-4, 6-8 5
A	JP 2004-313176 A（株式会社 J-オイルミルズ）2004. 11. 11, 特許請求の範囲、実施例等 （ファミリーなし）	1-8

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

1 7 . 0 9 . 2 0 1 3

国際調査報告の発送日

0 1 . 1 0 . 2 0 1 3

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）
郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

井上 恵理

4 V

4 7 6 7

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 8 3

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2010-227021 A (日清オイリオグループ株式会社) 2010. 10. 14, 特許請求の範囲、【0 0 2 0】、実施例等 & WO 2010/110008 A1 & CN 102365027 A	1-8
A	JP 2006-290887 A (ドンブ ハンノン ケミカル カンパニー リ ミテッド) 2006. 10. 26, 特許請求の範囲、【0 0 2 0】、実施例等 & US 2006/0228322 A1 & EP 1712540 A1 & KR 10-0569573 B1 & CN 1939280 A & CN 101310708 A	1-8
A	WO 2010/093038 A1 (日清オイリオグループ株式会社) 2010. 08. 19, 特許請求の範囲、[0 0 1 2]、実施例等 & JP 4612119 B2	1-8