

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2012-504680

(P2012-504680A)

(43) 公表日 平成24年2月23日 (2012. 2. 23)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 1 1 B 3/10 (2006. 01)	C 1 1 B 3/10	4 B O 2 6
A 2 3 D 9/02 (2006. 01)	A 2 3 D 9/02	4 H O 5 9

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 20 頁)

(21) 出願番号	特願2011-530061 (P2011-530061)	(71) 出願人	511082366
(86) (22) 出願日	平成21年10月2日 (2009. 10. 2)		ザ ダラス グループ オブ アメリカ
(85) 翻訳文提出日	平成23年5月30日 (2011. 5. 30)		アメリカ合衆国, ニュー ジャージー州
(86) 国際出願番号	PCT/US2009/005450		08888, ホワイトハウス, ビー.
(87) 国際公開番号	W02010/039267		オー. ボックス489, ルート22 37
(87) 国際公開日	平成22年4月8日 (2010. 4. 8)		4
(31) 優先権主張番号	12/587, 084	(74) 代理人	100112689
(32) 優先日	平成21年10月1日 (2009. 10. 1)		弁理士 佐原 雅史
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100128934
(31) 優先権主張番号	61/102, 038		弁理士 横田 一樹
(32) 優先日	平成20年10月2日 (2008. 10. 2)	(72) 発明者	マンソン, ジェームス, アール.
(33) 優先権主張国	米国 (US)		アメリカ合衆国, ニュー ジャージー州
			08853, ニュニク ステーシ
			ョン, バミューダー ドライブ 621
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 連続再生可能吸着剤プロセスによるトリアシルグリセロールの精製

(57) 【要約】

トリアシルグリセロール (TAG) を連続精製するための経済的で環境に優しい「グリーン」プロセスが、粉末状、粒状または押出成形された吸着剤を用いて記載されている。この吸着剤は、TAGを精製するために従来から使用されている、食用油脂の化学的または物理的精製のどちらでも使用することができる。吸着剤はカラムシステムに含まれ、再利用のために複数回再生される。プロセスでは、粗トリアシルグリセロールに混入した石鹸および他の不純物を除去するために、化学的精製の後または物理的精製の前の処理として水またはろ過の代わりに吸着剤カラムシステムをそれぞれ利用する。化学的精製プロセスでは、脱ガム化粗トリアシルグリセロール (CDTAG) がまずFFAを除去するために精製され、一度精製されたトリアシルグリセロール (ORTAG) を形成させ、次に脱臭する前にカラム (複数可) に充填された吸着剤と接触させる。物理的精製プロセスでは、脱ガム化粗トリアシルグリセロール (CDTAG) が、FFAの除去および後の脱臭の前にカラムに充填された吸着剤と接触させる。CDTAGまたはORTAGは、これらに限定されないが、TAGの安定性を低下させる石鹸、金属、クロロフィル及び多くの他の化合物等の不純物を除去するために十分な時間、1つのカラムまたは直列の複数のカラムに充填された吸着剤と接触させる。カラムを出る得られたTAGは脱臭プロセスへの準備ができています。吸着剤は所望量の不純物をもはや除去しなくなると、再利用のために再生される。このような連続再生可能吸着剤精製プロセスは、TAGを精製するのに必要な淡水の量および生じる廃水の量を実質的に低減し、生成される固形廃棄物の量を減少させる。つまり、費用効率がよく、環境に優しい食用油精製プロセスである。

10

20

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

粗トリアシルグリセロール（TAG）から 1 以上の不純物を除去するための吸着剤物質を含む 1 以上の吸着剤カラムを利用して前記粗 TAG を処理する工程を含む、動物油および植物油を精製するためのプロセス。

【請求項 2】

前記 TAG が前記 1 以上のカラムを連続的に流れる、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 3】

前記粗トリアシルグリセロールが脱ガム化されている（CDTAG）、請求項 1 に記載のプロセス。

10

【請求項 4】

前記不純物が、リン、石鹼、金属、遊離脂肪酸（FFA）、風味化合物、臭気化合物、カラーボディー、およびクロロフィルのうちの 1 以上を含んでなる、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 5】

前記吸着剤物質が、前記 1 以上のカラムを容易に流れるように、粉末、粒状、押出成形されている、または別の方法で加工されている、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 6】

前記吸着剤物質が、炭素、シリカ、ゼオライト、金属ケイ酸塩、金属酸化物、漂白土、および酸活性漂白土から選択される、請求項 1 に記載のプロセス。

20

【請求項 7】

前記吸着剤物質がケイ酸マグネシウムである、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 8】

前記吸着剤が合成ケイ酸マグネシウムである、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 9】

前記吸着剤がシリカゲルである、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 10】

前記吸着剤が活性アルミナである、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 11】

前記吸着剤が漂白土である、請求項 1 に記載のプロセス。

30

【請求項 12】

前記吸着剤が酸活性漂白土である、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 13】

前記吸着剤物質から吸着不純物を除去することにより前記吸着剤物質を再生し、前記吸着剤物質を再利用に供する工程をさらに含む、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 14】

前記吸着剤物質の再生が、第 1 の溶媒を用いる第 1 の工程と、第 2 の溶媒を用いる第 2 の工程とで行われる、請求項 13 に記載のプロセス。

【請求項 15】

前記吸着剤物質に吸収された前記 TAG が、前記第 1 の溶媒を用いて前記第 1 の工程で前記吸着剤物質から除去される、請求項 14 に記載のプロセス。

40

【請求項 16】

前記第 1 の溶媒が非極性溶媒である、請求項 15 に記載のプロセス。

【請求項 17】

前記第 1 の溶媒がヘキサンである、請求項 16 に記載のプロセス。

【請求項 18】

前記吸着剤物質内および前記吸着剤物質上に吸着された前記不純物が、前記第 2 の溶媒を用いて前記第 2 の工程で前記吸着剤物質から除去される、請求項 14 に記載のプロセス。

【請求項 19】

前記第 2 の溶媒が極性溶媒である、請求項 18 に記載のプロセス。

50

【請求項 20】

前記第 2 の溶媒が酸を含む、請求項 19 に記載のプロセス。

【請求項 21】

前記酸が硫酸である、請求項 20 に記載のプロセス。

【請求項 22】

前記第 2 の溶媒がエタノールである、請求項 18 に記載のプロセス。

【請求項 23】

前記第 2 の溶媒がメタノールである、請求項 18 に記載のプロセス。

【請求項 24】

前記第 1 の溶媒と、再生中に前記吸着剤物質から除去された T A G との混合物から前記第 1 の溶媒が分離され、前記第 1 の溶媒が再利用のために回収され、前記第 1 の溶媒と前記 T A G との前記混合物から分離された前記 T A G がさらに加工される、請求項 15 に記載のプロセス。

10

【請求項 25】

前記第 1 の溶媒が、蒸留を用いて前記混合物から分離される、請求項 24 に記載のプロセス。

【請求項 26】

前記第 1 の溶媒と、再生中に前記吸着剤から除去された前記 T A G との前記混合物が、上流に戻って再利用され、油糧種子工程による油抽出からの溶媒と T A G との混合物と混合される、請求項 15 に記載のプロセス。

20

【請求項 27】

前記第 1 の溶媒が前記第 1 の溶媒と T A G とのろ液から分離され、前記第 1 の溶媒が再利用のために回収される、請求項 15 に記載のプロセス。

【請求項 28】

前記第 1 の溶媒が、蒸留を用いて前記第 1 の溶媒と T A G との前記ろ液から分離される、請求項 27 に記載のプロセス。

【請求項 29】

前記第 1 の溶媒と T A G との前記ろ液から前記第 1 の溶媒を分離した後に残る前記 T A G がさらに加工される、請求項 28 に記載のプロセス。

【請求項 30】

前記第 2 の溶媒が再生により前記第 2 の溶媒と不純物とのろ液から分離され、前記第 2 の溶媒が再利用のために回収される、請求項 18 に記載のプロセス。

30

【請求項 31】

前記第 2 の溶媒が、蒸留を用いて前記第 2 の溶媒と不純物との前記ろ液の前記不純物から分離される、請求項 30 に記載のプロセス。

【請求項 32】

前記第 2 の溶媒と不純物との前記ろ液から前記第 2 の溶媒を分離した後に残る不純物がさらに加工されるか処分される、請求項 30 に記載のプロセス。

【請求項 33】

前記吸着剤物質の再生が溶媒を用いて 1 つの工程で行われる、請求項 13 に記載のプロセス。

40

【請求項 34】

前記吸着剤物質に吸収された T A G と前記吸着剤物質内および前記吸着剤物質上に吸着された不純物とが溶媒によって前記吸着剤物質から除去される、請求項 33 に記載のプロセス。

【請求項 35】

前記溶媒が極性溶媒である、請求項 34 に記載のプロセス。

【請求項 36】

前記溶媒が酸を含む、請求項 35 に記載のプロセス。

【請求項 37】

50

前記酸が硫酸である、請求項 36 に記載のプロセス。

【請求項 38】

前記溶媒がエタノールである、請求項 35 に記載のプロセス。

【請求項 39】

前記溶媒がメタノールである、請求項 35 に記載のプロセス。

【請求項 40】

前記溶媒が、前記溶媒、前記 T A G および前記不純物のろ液から分離され、前記溶媒が再利用のために回収される、請求項 34 に記載のプロセス。

【請求項 41】

前記溶媒が、蒸留を用いて前記溶媒、前記 T A G および前記不純物の前記ろ液から分離される、請求項 40 に記載のプロセス。

10

【請求項 42】

前記ろ液から前記溶媒を分離した後の残留ろ液が上流に戻って再利用され、前記粗 T A G と混ぜられ、さらに前記粗 T A G のアルカリ中和工程を含む、請求項 40 に記載のプロセス。

【請求項 43】

前記粗 T A G が遠心分離によって不純物から分離される、請求項 42 に記載のプロセス。

【請求項 44】

残留不純物が遠心分離によりソーブストックに移動する、請求項 43 に記載のプロセス。

【請求項 45】

溶媒が前記吸着剤物質を再生する工程で使用され、前記吸着剤物質を再生する工程の後に、再生吸着剤に吸収されていた前記溶媒が再生吸着剤カラムを流れる粗 T A G に混入される、請求項 13 に記載のプロセス。

20

【請求項 46】

前記再生カラムから流れる T A G に混入した溶媒が、前記 T A G から分離され、再利用のために回収される、請求項 45 に記載のプロセス。

【請求項 47】

前記 T A G からの前記溶媒の分離が脱臭工程で行われる、請求項 46 に記載のプロセス。

【請求項 48】

前記 T A G からの前記溶媒の分離が脱臭工程の前に前記 T A G から前記溶媒を蒸発する工程で行われる、請求項 46 に記載のプロセス。

30

【請求項 49】

前記 T A G が、動物油および植物油を精製するためのプロセスの脱臭工程に送られる、請求項 48 に記載のプロセス。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

(関連出願の相互参照)

【0002】

本願は、2008年10月2日出願の米国仮出願第61/102,038号の利益を主張し、その全体が参照により本明細書に援用される。

40

【背景技術】

【0003】

(発明の背景)

1. 発明の分野

【0004】

本発明は、食用油、特にトリアシルグリセロールの精製に関し、より詳細には1以上のカラムに含まれる吸着剤物質を使用した食用油の連続精製プロセスおよび再利用のための吸着剤物質の再生に関する。

2. 関連技術の説明

50

【0005】

動物性および植物性の油脂は、保健食において必須であり一般的な成分である。これらの油脂は、必須の栄養素およびエネルギーを提供するとともに、保健食の多くの他の必須成分をより美味にする。2008年だけで植物性油のみの世界消費量はおよそ1億4千万トン弱であった。これらの油脂は、腐敗を加速させ、風味や安定性を低下させる望ましくない不純物を除去するために精製される必要がある。除去される不純物として、遊離脂肪酸（FFA）、金属、クロロフィル、およびリン脂質ならびにガムだけでなく、脂肪の完成油において保存期間、性能および風味を低下させる他の微量化合物も挙げられる。

【0006】

従来の食用油精製所は、製品を精製するために大量の淡水を使用し、廃水処理、または川、湖もしくは他の水域への処分を必要とする相応量の流出液を生じる。さらに、精製所は、一度使用すると埋め立てによる処分を必要とする相当量のろ過助剤または処理媒体を使用する。加工コスト、流出液および固形廃棄物を低減させるために、淡水および処理媒体の使用を最小限にするプロセスを利用することが望ましい。

【0007】

トリアシルグリセロール（TAG）から構成される油脂は、望ましくない不純物を除去するために精製される必要がある。植物性TAGの加工中、油糧種子からの粗TAGの抽出には通常、非極性溶媒を使用する。このプロセスに最も広く使用されている従来の溶媒はヘキサンである。粗TAGはヘキサンへの溶解性が高いため、油糧種子からの粗TAGの抽出を非常に効率的に行うことができる。粗TAGとヘキサンの得られた混合物は通常蒸留によって分離することができる。次いで、ヘキサンは溶媒抽出プロセスにおいて再利用するためにリサイクルされ、一方で粗TAGはさらに加工され、下記の「化学的精製プロセス」または「物理的精製プロセス」のいずれかによって精製される。

【0008】

精製方法の選択に関わらず、プロセスを進める前にTAGは「脱ガム」されるべきである。脱ガムプロセスでは、TAGから水溶性のリン脂質（ガム）を除去するために水が使用される。水の部分は遠心分離によってTAGから除去される。各精製方法に関する一般的な工程を以下に記載する。

化学的精製プロセス：

【0009】

化学的精製の従来のプロセスは脱ガム化粗トリアシルグリセロール（TAG）から始まる。脱ガム化粗TAGはアルカリ溶液（通常、水酸化ナトリウム）にさらすことで、遊離脂肪酸（FFA）を中和し、それに伴う石鹸分子（例えば、オレイン酸ナトリウム）を形成する。これらの石鹸はTAGから除去される。遠心分離は一部の石鹸を除去するために使用される。しかし、中和中に形成された石鹸の一部はこの工程によって容易に除去されず、残留石鹸はさらなる加工によって除去しうる。

【0010】

残留石鹸は別の方法によって除去される。第一の従来の方法では、水洗によって残留石鹸が除去される。残留石鹸は水溶性であるため、一連の水洗工程がTAGから残留石鹸を除去するために利用し得る。この工程では、TAGと石鹸との混合物に水を加え、その後遠心分離を行い、ソーパストック（soap-stock）を分離し除去する。このプロセスはTAGから大部分の石鹸を除去するのに効果的であるが、TAGには除去される残留石鹸分子がまだ残っている。さらに、水溶性でないため水洗法を用いても除去されない他の不純物が存在する。したがって、TAGをさらに加工する必要がある。

【0011】

第二の従来の方法では、TAGから石鹸を除去するためにろ過によるシリカゲル処理が使用される。シリカゲル処理法は、プロセスからの流出廃液の流れを最小限にすることを目的として開発されてきた。シリカゲルは、石鹸を除去するためにTAGに添加され、存在し得る金属をも除去する。このプロセスは非常に効果的であるが、バッチで行われ、ろ過を必要とし、処分する必要がある大量の廃ろ過ケーキを生成し得る。

【0012】

従来の化学的精製法のいずれを選択しても、プロセスにおける次の工程は漂白工程である。漂白工程の間、TAGは漂白土と接触し、完成TAGに安定性の問題を引き起こすクロフィルおよび他の不純物を除去する。漂白土は、TAGに存在するクロフィル色素および他の微量不純物を除去する効果があることから、従来からこのプロセスに使用されている。漂白土はまた、前の加工工程の間に除去されなかった可能性のある残留石鹼を除去することもできる。漂白土の使用は通常バッチで行われ、ろ過を必要とし、処分する必要がある大量の廃ろ過ケーキを生じる。

【0013】

従来の化学的精製プロセスの最終工程では、精製および漂白されたTAGを脱臭プロセスに供する。脱臭プロセスでは、蒸気および真空を使用して、完成TAGに臭気および色の問題を引き起こすあらゆる残留FFAおよび他の揮発性不純物を除去する。プロセスから得られた完成油は、精製漂白脱臭(RBD)TAGと称される。

【0014】

従来の化学的精製プロセスは、1回のろ過サイクルにおいてシリカゲルと漂白土処理とを組み合わせる方法等の上記方法の多くの変形を含む。このことによってより迅速なTAGの加工が可能となる。別の従来のプロセスでは、1回以上の水洗工程の代わりに、水洗とシリカ処理との組み合わせを利用する。TAGの従来の化学的精製には、使用するプロセスによっては大量の水を使用し、大量の流出廃液および／または固形ろ過ケーキ廃棄物が生成されるといった難点がある。

物理的精製プロセス：

【0015】

物理的精製の従来のプロセスは脱ガム化粗トリアシルグリセロール(TAG)から始まる。脱ガム化粗TAGをまず漂白土および／またはシリカゲルに供し、リン化合物およびTAGに安定性の問題を引き起こす他の金属、クロフィルおよび他の汚染物質を除去する。物理的精製プロセスでは、処分を必要とする固形ろ過ケーキ廃棄物が大量に生成される。

【0016】

漂白工程の後に、TAGは、蒸気を使用してTAG中に存在する大部分のFFAが除去される。TAGの状態により、この工程は化学的精製プロセスでの上記脱臭工程と同様に行ってもよい。TAGのFFA含有量が高い場合、大部分のFFAを取り除くための蒸気の使用は、最終脱臭工程の前に行ってもよい。最終TAGは精製漂白脱臭(RBD)TAGと称される。

【0017】

従来の物理的精製プロセスは上記プロセスの多くの変形を含む。TAGの従来の物理的精製には、固形ろ過媒体を大量に使用し、処分を必要とする固形廃棄物を大量に生成するといった難点がある。

【0018】

通常、化学的精製プロセスと物理的精製プロセスのどちらを選択するかは脱ガム化粗トリアシルグリセロール(CDTAG)の状態による。FFAの含有量が高い(>1.5%) CDTAGは通常物理的精製によって加工される。これは主に、石鹼エマルジョンが形成される可能性がCDTAGのFFA含有量が増加するにつれて高くなるからである。精製工程で形成される石鹼が多いほど乳化の機会が多くなり、その結果、加工がより困難となり、収率の損失が高まる。

【0019】

下記の特許にはトリアシルグリセロール化合物から不純物を除去するための吸着剤の使用が記載されている。米国特許第1,745,952号明細書では吸着剤による脂肪性物質の脱色方法が開示されている。米国特許第3,955,004号明細書ではシリカおよびアルミナを用いた色および保存特性を改善するための食用グリセリド油の処理プロセスが提唱されている。米国特許第2,401,339号明細書では固体吸着および蒸留を使

10

20

30

40

50

用して不純物を除去するための油およびワックスの処理プロセスが記載されている。米国特許第4,781,864号明細書では酸処理シリカ型吸着剤を用いたクロロフィル、色化合物およびリン脂質の除去プロセスが開示されている。

【0020】

米国特許第5,231,201号明細書、米国特許第5,248,799号明細書、米国特許第5,264,597号明細書、米国特許第5,928,639号明細書、米国特許第6,248,911号明細書、欧州特許第0295418B1号明細書、欧州特許出願公開第0566224A2号明細書、および英国特許出願公開第GB2058121A号明細書は全て、精製グリセリド油が化学的および／または物理的精製中に不純物を除去するために非結晶シリカで処理されるプロセスについて述べている。

10

【0021】

英国特許出願公開第GB2122588A号明細書には、脂肪物質を精製するために使用される使用済み吸着剤の再生プロセスが記載されており、このプロセスは、使用済み吸着剤をまず極性有機溶媒に接触させて吸着不純物を除去し、次に非極性有機置換剤に接触させて吸着した溶媒を除去し吸着剤を再活性化させる事を含む。

【0022】

上記特許はいずれも吸着剤の再生と組み合わせたカラムを用いた連続精製プロセスを利用した完全なシステムについて記載していない。出願人が知る先行技術はいずれも化学的または物理的精製方法を使用した場合に効率的および経済的に不純物を除去するために使用できる連続再生可能吸着剤システムの特徴を提供していない。この特徴を利用した精製システムは希少資源を保存し効果的に使用するために望ましい。このようなシステムは淡水の必要性、および処理もしくは処分または流出液および／または固形廃棄物を著しく低減または排除する。

20

【0023】

食用油を精製するために、バッチ加工を排除して連続プロセスを提供することが望ましい。また、食用油脂を精製するために従来から必要とされる大量の淡水ならびに生成される廃水、さらに固形廃棄物を生成、輸送および埋め立てるために必要なエネルギーおよび場所を著しく低減または排除する環境に優しい「グリーン」プロセスを提供することも望ましい。さらに、一度吸着剤を詰めると、処理または処分を必要とする流出液または固形廃棄物を生成せず、作動させるための淡水または新しい吸着剤を必要としないクローズドシステムを含むプロセスを提供することが望ましい。

30

【発明の概要】

【0024】

本発明の連続再生可能吸着プロセスは、化学的または物理的精製プロセスのいずれかと組み合わせて使用することができる粉末状、粒状、または押出成形された吸着剤を用いてTAGを連続精製するための環境に優しい「グリーン」精製プロセスである。吸着剤は、カラムまたは適切な過システムに含まれ、再利用のために再生される。プロセスは、淡水、流出廃液の処理、および固形廃棄物の処分の必要性を実質的に低減させる。

【0025】

プロセスは、化学的および／または物理的精製プロセスにおいて脱ガム化粗トリアシルグリセロール(CDTAG)に混入した石鹼および他の不純物を除去するために、従来の水洗工程および／またはバッチろ過工程の代わりに吸着剤カラムシステムを使用する。化学的精製プロセスでは、CDTAGは、まずFFAを除去するために精製され、一度精製されたトリアシルグリセロール(ORTAG)を形成させ、次に脱臭する前にカラムに充填された吸着剤と接触させる。物理的精製プロセスでは、CDTAGは、FFAの除去および脱臭工程の前に、カラムに充填された吸着剤と接触させる。

40

【0026】

CDTAGまたはORTAGは、完成TAGの安定性を低下させる、石鹼、金属、クロロフィルおよび多くの他の不純物等の不純物を除去するために十分な量の吸着剤と十分な時間接触させる。カラムの吸着剤のライフサイクルは、流入するCDTAGまたはORT

50

A G中の不純物のレベル、カラム中の吸着剤の量および吸着能、ならびにカラムシステムを通るC D T A GまたはO R T A Gの流量に依存する。このように処理されたT A Gは、水洗またはろ過によるバッチ吸着処理を必要とせずに脱臭工程へ進むことができる生成物となる。

【0027】

カラムを出るT A Gがプロセスにおける次の工程の必要パラメーターを満たさなくなると、システムの吸着剤カラムは再利用のために再生される。吸着剤のこの再生によって、本発明のシステムが経済的で環境に優しいものとなる。吸着剤を再生および再利用することで、従来の化学的および物理的精製プロセスで生成される大量の廃水および／または固形ろ過ケーキ廃棄物が排除される。吸着剤の再生は、吸着剤の処分とは対照的に固形廃棄物の生成を減少させる。本発明の再生プロセスで使用される溶媒の蒸留による再生活用はプロセスの経済性およびその環境的利益をさらに高める。

【0028】

T A Gを精製および加工するために利用されているプロセスによって、吸着剤を再生させるために使用し得る様々な異なる実施形態がある。化学的または物理的精製プロセスのいずれかの食用油精製で使用し得る第1の実施形態において、吸着剤再生の第1の工程は、粗T A Gの溶媒抽出プロセスで通常使用されるヘキサン等の非極性溶媒(N P S)を用いて、吸着剤によって吸収された残留T A Gを回収することを含む。N P Sは吸着剤カラムを通過して、吸収されたT A G(N P Sに可溶性)を吸着剤から取り除く。

【0029】

本発明のシステムを油糧種子加工施設で使用する場合、特に油の抽出プロセスにおいて、吸着剤カラムを出て得られたN P SとT A Gとの混合物が、油の抽出プロセスにおけるT A G抽出工程からのN P SおよびT A Gに直接添加し得る。吸着剤再生の第1の工程からのN P Sは、油糧種子からの粗T A Gの溶媒抽出からのN P Sと共に再利用のために通常蒸留によって回収される。あるいは、上流のT A G抽出工程がない場合、N P SとT A Gとの混合物は蒸留によって分離され、残留T A Gはさらなる加工プロセスの下流の次の工程(通常、脱臭またはF F A水蒸気ストリップング)へ送られ、N P Sは再生プロセスで回収され再利用し得る。分離プロセスから得られたT A Gが必要なパラメーターまたは仕様を満たさない場合、再加工のために上流の吸着剤カラムに戻され得る。

【0030】

吸着剤再生の第2の工程中、メタノールまたはエタノール等の極性溶媒(P S)は硫酸等の酸と混合され、吸着剤カラムを通過させて、吸着剤中および吸着剤上に含まれる吸着不純物を除去する。P Sと酸との溶液は、得られるP Sと酸との溶液のろ液に有意量の不純物が含まれないようになるまでカラムを通過させる。従って、再生された吸着剤は精製プロセスですぐに再利用することができる。吸着剤は吸着能を失うまであるいはそれ以上使用できないほど物理的に分解されるまで複数回再利用することができる。

【0031】

再生プロセスの第2の工程から得られた混合物は、P S、酸、アルカリ石鹼、金属、クロロフィルおよび他の不純物を含む。P Sおよび酸ならびに不純物の混合物からのP Sは、再利用のために蒸留を用いて回収することができる。蒸留プロセスでは、P Sおよび酸ならびに不純物の混合物を熱および／または真空にさらしてP Sのみを蒸発させ、次いで吸着剤再生プロセスにおいて再利用のために収集および回収する。蒸留プロセスにより蒸発されずに残った残渣は処分されるか、好ましくはさらに付加価値のある生成物に加工し得る。

【0032】

化学的精製プロセスにおいて使用し得る第2の実施形態において、単一の溶媒を用いて再生を行うことができる。メタノールまたはエタノール等の極性溶媒(P S)は硫酸等の酸と混合され、吸着剤カラムを通過させて、吸着剤中および吸着剤上に含まれる吸着不純物を除去する。P Sと酸との溶液は、得られるP Sと酸との溶液のろ液に有意量の不純物が含まれないようになるまで吸着剤カラムを通過させる。

10

20

30

40

50

【0033】

従って、再生された吸着剤は精製プロセスですぐに再利用することができる。吸着剤は吸着能を失うまであるいはそれ以上使用できないほど物理的に分解されるまで複数回再利用することができる

【0034】

再生プロセスから得られた混合物は、P S、酸、アルカリ石鹼、金属、クロロフィル、T A G、および他の不純物を含み、さらに加工して、残留T A GおよびP Sを回収することができる。P Sは再利用のために蒸留によって回収することができる。

【0035】

蒸留プロセスでは、P S、酸およびT A G、不純物の混合物を熱および／または真空にさらしてP Sのみを蒸発させ、次いで吸着剤再生プロセスにおいて再利用のために収集および回収する。蒸留プロセスにより蒸発されずに残った残渣は処分されるか、好ましくはさらに加工されて残留T A Gを回収する。

10

【0036】

残留T A Gを回収するために、蒸留プロセスによって蒸発されず、アルカリ石鹼、金属、クロロフィル、残留T A Gおよび他の不純物を含む残渣が、C D T A Gにアルカリ溶液が添加される時点のプロセスにまで上流に戻って添加し得る。次いで、このC D T A Gが遠心分離され、再生プロセスからの不純物が残留T A Gから分離される。この回収されたT A Gは遠心分離の後O R T A Gと混合される。次に、回収されたT A GはO R T A Gの一部となり、次いで上記の吸着剤カラム（複数もあり得る）を通過させることによってさらに加工される。

20

【0037】

物理的精製プロセスにおいて使用し得る第3の実施形態において、単一の溶媒を用いて再生を行うことができる。メタノールまたはエタノール等の極性溶媒（P S）をカラムに通過させ、吸着剤中および吸着剤上に含まれる不純物を除去する。P Sは、得られるP Sろ液に有意量の不純物が含まれないようになるまで吸着剤カラムを通過させる。

【0038】

従って、再生された吸着剤は精製プロセスですぐに再利用することができる。吸着剤は吸着能を失うまであるいはそれ以上使用できないほど物理的に分解されるまで複数回再利用することができる。

30

【0039】

再生プロセスから得られた混合物は、P S、アルカリ石鹼、金属、クロロフィル、および残留T A Gを含み、さらに加工して、P Sおよびおそらく他の構成物質も回収することができる。P Sは再利用のために蒸留によって回収することができる。

【0040】

蒸留プロセスでは、P S、T A Gおよび不純物の混合物を熱および／または真空にさらしてP Sのみを蒸発させ、次いで吸着剤再生プロセスにおいて再利用のために収集および回収する。蒸留プロセスにより蒸発されずに残った残渣はさらに加工されて付加価値のある生成物を生じるか、または処分し得る。

【0041】

再生プロセスにどの方法を選択しても、再生プロセスの後、吸着剤には吸収されたままの残留溶媒がまだいくらか残っている。カラムに残っている溶媒の量は、再生プロセスの後のカラムの乾燥状態に依存する。再生された吸着剤カラムに粗T A Gを再び流すと、カラムをまず初めに通過するT A Gに吸着剤からの残留溶媒が混入ようになる。混入溶媒と共にカラムを出たT A Gは、T A Gから溶媒を取り除く工程である精製プロセスの脱臭工程に直接送られてもよい。あるいは、混入溶媒と共にカラムを出たT A Gは、精製プロセスの脱臭工程に送られる前に分離蒸発工程へ送られT A Gから溶媒を取り除いてもよい。

40

【0042】

以下の図を参照することによって本発明をより完全に説明する。

50

【図面の簡単な説明】

【0043】

【図1】本発明の教示による化学的精製の適用において吸着剤カラム精製法を用いた動物油および植物油を精製するためのシステムの概略図である。

【図2】本発明の教示による吸着剤カラムを複数用いた化学的精製の適用において動物油および植物油を精製するためのシステムの別の実施形態の概略図である。

【図3】本発明の教示による物理的精製の適用において吸着剤カラム精製法を用いた動物油および植物油を精製するためのシステムの概略図である。

【図4】本発明の教示による吸着剤カラムを複数用いた物理的精製プロセスにおいて動物油および植物油を精製するためのシステムの別の実施形態の概略図である。

【図5】非極性溶媒、および酸と共に極性溶媒を用いた化学的および物理的精製プロセスの両方における吸着剤の二重溶媒再生の概略図である。

【図6】酸と共に極性溶媒を用いた化学的精製プロセスにおける吸着剤の単一溶媒再生の概略図である。

【図7】極性溶媒を用いた物理的精製プロセスにおける吸着剤の単一溶媒再生の概略図である。

【発明を実施するための形態】

【0044】

ここで、本発明の好ましい実施形態がより詳細に参照され、その実施例は添付の図面に例証される。可能な限り、同じ参照番号が同じまたは類似の部分参照するために図面および説明の全体にわたって使用される。

【0045】

図1は、本発明の教示による吸着剤システム10による連続食用油精製の概略図である。第1の実施形態では、吸着剤物質14が充填された単一の吸着剤カラム12が、化学的精製プロセスからの一度精製されたトリアシルグリセロール（ORTAG）16を精製するために使用される。ORTAG16は、石鹼、クロロフィル、金属、リン、リン脂質、ガム、遊離脂肪酸（FFA）、風味化合物、臭気化合物、および色化合物等の不純物、ならびに完成TAGの安定性を低下させる他の不純物を除去するために十分な量の吸着剤物質14と十分な時間接触させる。好適な吸着剤物質14として、炭素、シリカ、ゼオライト、金属ケイ酸塩、金属酸化物、シリカゲル、活性アルミナ、漂白土および活性漂白土が挙げられる。吸着剤物質14は粉末、粒状または押出成形されているか、そうでなければ吸着剤カラム12を通過する流れを促進するように加工されていてもよい。好ましい実施形態において、吸着剤物質14はケイ酸マグネシウム、合成ケイ酸マグネシウム、シリカゲル、活性アルミナ、漂白土または活性漂白土である。

【0046】

吸着剤カラム12を出る精製TAG17は、水洗またはバッチ吸着ろ過処理を必要とせず脱臭プロセス18に進むことが好適である。脱臭プロセス18では、あらゆる残留FFAおよび他の揮発性不純物を除去するために蒸気および真空を使用することができる。精製漂白脱臭（RBD）TAG19が脱臭プロセス18から得られる。

【0047】

化学的精製プロセスのこの実施形態では、脱ガム化粗TAG（CDTAG）20は苛性精製工程22を用いて精製される。苛性精製工程22では、CDTAG20は、遊離脂肪酸を中和させてそれに伴う石鹼分子を形成させるために例えば水酸化ナトリウム溶液等のアルカリ溶液にさらす。ソーブストック分離工程26では、ソーブストック28が除去されてORTAG16が得られる。ソーブストック分離工程26はソーブストック28を除去するために遠心分離によって行い得る。

【0048】

カラム吸着精製工程の間、吸着剤物質14がORTAG16から十分な不純物を除去しなくなるまでORTAG16が吸着剤カラム12を通過する。これは、吸着剤カラム12に入るORTAG16中の不純物のレベルと吸着剤カラム12を出る精製TAG17中の

不純物のレベルとを比較することによって決定される。吸着剤カラム 1 2 を出る精製 T A G 1 7 がもはや必要な仕様または所望のパラメーターを満たさなくなる時点で、吸着剤物質 1 4 の再生が下記のように行われる。

【0049】

吸着剤システム 1 0 0 による連続食用油精製の第 2 の実施形態において、図 2 に示すように、吸着剤物質 1 4 が充填された複数の吸着剤カラム 1 2 a ~ 1 2 b が直列に使用され、化学的精製プロセス 1 6 から O R T A G を精製する。複数の吸着剤カラムを使用することによって連続プロセスが可能となる。化学的精製プロセスおよびソープストック分離工程 2 6 の後、O R T A G 1 6 をリード（前方）吸着剤カラム 1 2 a 中の吸着剤物質 1 4 と接触させる。吸着剤カラム 1 2 a を出る精製 T A G 1 7 a は、吸着剤物質 1 4 が充填されたラグ（後方）吸着剤カラム 1 2 b 中の吸着剤物質 1 4 と接触させ、精製 T A G 1 7 a に残っている不純物を除去する。

10

【0050】

O R T A G 1 6 および精製 T A G 1 7 a は、完成 T A G の安定性を低下させる石鹼、クロロフィル、金属および多くの不純物等の不純物を除去するために十分な量の吸着剤物質 1 4 と十分な時間接触させる。このように処理された O R T A G は、脱臭プロセス 1 8 の前に水洗いまたはバッチ吸着ろ過処理を必要としない精製され純化された T A G となる。

【0051】

カラム吸着精製工程の間、吸着剤物質 1 4 が十分な不純物を除去しなくなるまで O R T A G 1 6 および精製 T A G 1 7 a がカラムを通過する。これは、リード吸着剤カラム 1 2 a およびラグ吸着剤カラム 1 2 b の両方に入る O R T A G 1 6 および／または精製 T A G 1 7 a 中の不純物のレベルと、リード吸着剤カラム 1 2 a およびラグ吸着剤カラム 1 2 b をそれぞれ出る精製 T A G 1 7 a および精製 T A G 1 7 b 中の不純物のレベルとを比較することによって決定される。吸着剤カラム 1 2 を出る精製 T A G 1 7 が、各カラムに適切に決定されたプロセスの次の工程に必要な仕様または所望のパラメーターを満たさなくなる時点で、リードカラムの再生が下記のように行われる。

20

【0052】

吸着剤システム 2 0 0 による物理的精製プロセスにおける連続食用油精製の第 3 の実施形態では、図 3 に示すように、吸着剤物質 1 4 が充填された単一の吸着剤カラム 1 2 が脱ガム化粗トリアシルグリセロール（C D T A G）2 0 を精製するために使用される。粗 T A G は、脱ガム化され、遠心分離によりリン脂質等の水溶性ガムを分離した後、C D T A G 2 0 は、精製 T A G の安定性を低下させる石鹼、クロロフィル、金属および多くの他の不純物等の不純物を除去するために十分な量の吸着剤物質 1 4 と十分な時間接触させる。このように処理された C D T A G は、ろ過による追加のバッチ吸着処理を必要性としない加工 T A G となる。この時点で、精製 T A G 1 7 は、大部分の F F A を除去する蒸気除去プロセス 5 0 への準備ができており、その後脱臭プロセス 1 8 によってさらに加工され精製漂白脱臭（R B D）T A G 1 9 が得られる。

30

【0053】

カラム吸着精製工程の間、吸着剤物質 1 4 が C D T A G 2 0 から十分な不純物を除去しなくなるまで C D T A G 2 0 が吸着剤カラム 1 2 を通過する。これは、吸着剤カラム 1 2 に入る C D T A G 2 0 中の不純物のレベルと吸着剤カラム 1 2 を出る精製 T A G 1 7 中の不純物のレベルとを比較することによって決定される。吸着剤カラム 1 2 を出る精製 T A G 1 7 がプロセスにおける次の工程に必要な仕様または所望のパラメーターをもはや満たさなくなる時点で、吸着剤物質 1 4 の再生が行われる。再生を行う際、精製プロセスに第 2 のカラムを使用してもよく、一方で第 1 のカラムは上記のように再生される。このことによって連続プロセスが可能となる。

40

【0054】

第 4 の実施形態では、図 4 に示すように、吸着剤物質 1 4 が充填された複数の吸着剤カラム 1 2 a ~ 1 2 b が、物理的精製プロセスにおいて脱ガム化粗トリアシルグリセロール（C D T A G）2 0 を精製するために直列に使用される。複数のカラムを使用することに

50

よって連続プロセスが可能となる。粗TAGは、脱ガム化され、遠心分離によりリン脂質等の水溶性ガムを分離した後、CDTAG20は、吸着剤物質14が充填されたリード吸着剤カラム12aおよびラグ吸着剤カラム14bの吸着剤物質14と接触させ、CDTAG20から不純物を取り除く。

【0055】

CDTAG20は、完成TAGの安定性を低下させる石鹼、クロロフィル、金属および不純物等の不純物を除去するために十分な量の吸着剤と十分な時間接触させる。このように処理されたCDTAGは、ろ過による追加のバッチ吸着処理を必要としない加工TAGとなる。この時点で、精製TAG17bは、大部分のFFAを除去する蒸気除去プロセス50への準備ができており、その後脱臭プロセス18によってさらに加工される。

10

【0056】

カラム吸着精製工程の間、吸着剤がCDTAG20から十分な不純物を除去しなくなるまでCDTAG20はカラム12aおよびカラム12bを通過する。これは、リード吸着剤カラム12aおよびラグ吸着剤カラム12bの両方に入るCDTAG20および／または精製TAG17a中の不純物のレベルと、カラムを出る精製TAG17aおよび精製TAG17b中の不純物のレベルとを比較することによって決定される。カラム12を出る精製TAG17が、各カラムに適切に決定されたプロセスの次の工程に必要な仕様または所望のパラメーターを満たさなくなる時点で、リードカラムの再生が下記のように行われる。

【0057】

20

図1～図4に示す化学的精製プロセスまたは物理的精製プロセスにおける再生の間、再生される吸着剤カラム12への供給は吸着剤カラム12から止められ、吸着剤カラム12内の吸着剤物質14が再生される。図5に示すように、非極性溶媒タンク33からの非極性溶媒(NPS)34を再生される吸着剤カラム12に通過させる。1つの好適なNPS34はヘキサンである。NPS34は吸着剤カラム12を通過させて、NPS34に可溶性であって、吸収されているTAGを吸着剤物質14から取り除く。吸着剤カラム12を出るNPSとTAGとの混合物35は、任意に、NPSおよびTAGの抽出工程36に送り得る。決定モジュール401はプロセスが溶媒抽出工程を含むか否かを決定する。プロセスが溶媒抽出工程を含む場合、NPSとTAGとの混合物35は上流の溶媒抽出工程(図1～図4に示す工程20の前)に添加される。プロセスが抽出工程を含まない場合、NPSとTAGとの混合物35は、回収TAG38および回収NPS39を再生活用するためにNPS蒸留37に進められる。決定モジュール402は回収TAG38が必要なパラメーターまたは仕様を満たしているか否かを決定する。回収TAG38が必要なパラメーターまたは仕様を満たす場合、回収TAG38は脱臭プロセス18へ進むことができる。回収TAG38が必要なパラメーターまたは仕様を満たさない場合、回収TAG38は再加工のために吸着剤カラム12に送り得る。回収NPS39は、回収NPS39を非極性溶媒タンク33に添加することによって再利用し得る。

30

【0058】

吸着剤物質14を再生する第2の工程の間、極性溶媒40は、極性溶媒および酸のタンク42内で酸41と混合される。好適な極性溶媒はメタノールまたはエタノール等のアルコールである。好適な酸は硫酸である。極性溶媒と酸との混合物43を吸着剤カラム12に通過させて、吸着剤物質14内または吸着剤物質14上に含まれる吸着不純物を除去する。極性溶媒と酸との混合物43は、吸着剤カラム12を出る混合物45の不純物レベルがゼロになり、全てとはいえないがほとんどの不純物が極性溶媒溶液によって吸着剤14から取り除かれたことを示すまで吸着剤カラム12を通過させる。混合物45は、極性溶媒、酸、アルカリ石鹼、金属、クロロフィルおよび他の不純物を含む。極性溶媒蒸留46は、石鹼および他の不純物48から回収極性溶媒47を回収するために使用し得る。極性溶媒蒸留46によって混合物45が熱および／または真空にさらされ、回収極性溶媒47が得られる。回収極性溶媒47は、回収極性溶媒47を極性溶媒および酸のタンク42に添加することによって再利用し得る。

40

50

【0059】

図2および図4に示す多重カラムシステムの再生の間、直列の第1のラグカラム12bが新たなリードカラムとなり、任意の後続のラグカラムがカラム処理プロセスにおいて接触する順の上位に移動する。元のリードカラム中の吸着剤物質14は再利用のために再生され、システムの新たな最後のラグカラムとなる。

【0060】

別の実施形態では、図1～2に示すように、単一溶媒再生が化学的精製プロセスで使用し得る。図6に示すように、再生される吸着剤カラム12への供給は吸着剤カラム12から止められ、吸着剤カラム12内の吸着剤物質14が再生される。極性溶媒40は、極性溶媒および酸のタンク42内で酸41と混合される。好適な極性溶媒はメタノールまたはエタノール等のアルコールである。好適な酸は硫酸である。極性溶媒と酸との混合物43を吸着剤カラム12に通過させて、吸着剤物質14内または吸着剤物質14上に含まれる吸着不純物を除去する。極性溶媒と酸との混合物43は、吸着剤カラム12を出る混合物45の不純物レベルがゼロになり、全てとはいえないがほとんどの不純物が極性溶媒溶液によって吸着剤から取り除かれたことを示すまで吸着剤カラム12を通過させる。混合物60は、極性溶媒、酸、アルカリ石鹼、残留TAGおよび他の不純物を含む。極性溶媒蒸留62は、回収極性溶媒67を回収するために使用し得る。極性溶媒蒸留62によって混合物60が熱および／または真空にさらされ、回収極性溶媒67が得られる。回収極性溶媒67は、回収極性溶媒67を極性溶媒および酸のタンク42に添加することによって再利用し得る。残留TAGおよび他の不純物64は、図1および図2に示すように、工程22においてアルカリ溶液がCDTAGに添加される地点のプロセスにまで上流に戻って添加し得る。

【0061】

別の実施形態では、図3～4に示すように、吸着剤の単一溶媒再生が物理的精製プロセスで使用し得る。図7に示すように、極性溶媒40を吸着剤カラム12に通過させ、吸着剤物質14内および吸着剤物質14上に含まれる吸着不純物を除去する。極性溶媒40は、吸着剤カラム12を出る混合物70の不純物レベルがゼロになり、全てとはいえないがほとんどの不純物が極性溶媒溶液のろ液によって吸着剤物質14から取り除かれたことを示すまで吸着剤カラム12を通過させる。混合物70は、極性溶媒、石鹼、残留TAGおよび他の不純物を含む。極性溶媒蒸留72は、回収極性溶媒77を回収するために使用し得る。極性溶媒蒸留72によって混合物70が熱および／または真空にさらされ、回収極性溶媒77が得られる。回収極性溶媒77は、回収極性溶媒77を極性溶媒40に添加することによって再利用し得る。工程74において、蒸留プロセス72によって蒸発されずに残った残渣73はさらに加工されるか処分し得る。残った残渣73は残留TAG、石鹼または他の不純物を含み得る。

【0062】

本発明はさらに以下の実施例によりさらに例示し得るが、これらの実施例は単に例示の目的で含まれ、特に示さない限り本発明の範囲を限定するものではないことが理解されるであろう。本明細書、実施例、および特許請求の範囲中のパーセント、比率、および部は全て、特に記載しない限り重量に基づくものであり、近似値である。

【実施例1】

【0063】

合成ケイ酸マグネシウムを用いた二重カラム精製

【0064】

図2に示すように、2gの合成ケイ酸マグネシウム(D-SOL D60、The Dallas Group of America社製、ホワイトハウス、ニュージャージー州)を含む直列の2つのカラムシステムにORTAGを通過させた。同じORTAG供給原料で同じ吸着剤を用いて2つの異なる流量を試験した。この試験から得られた結果の概要を表1に示す。カラムを出るORTAGの石鹼含有量が5ppm超になるまでORTAGをカラムに通過させた。ORTAGの初期の石鹼濃度は80ppmから130ppm

であった。

【0065】

さらに、クロロフィルaについて様々な試料を分析した。これらの結果を表2に示す。初期のORTAGは約1.8ppmのクロロフィルaを含んでいた。

【0066】

カラムを出るTAGが5ppm超の石鹼を含んでいた時点で、図5に示すように、カラム処理を止め、リードカラム中の合成ケイ酸マグネシウムを再生した。ヘキサンの溶液をまずカラムに通過させ、カラム内およびカラム上に残っている残留TAGを除去した。これが完了すると、カラムを出るエタノール／硫酸混合物の石鹼値がゼロになるまで、0.10%硫酸（93%）を含むエタノール溶液をカラムに通過させた。

【0067】

製品の再生後、ラグカラムが新たなリードカラムとなり、再生したリードカラムを新たなラグカラムとして戻し直列に配置した。その後、カラムシステムにORTAGを通過させた。

【表1】

合成ケイ酸マグネシウムを用いたカラム精製の概要

合成ケイ酸マグネシウム						
直列の2つのカラム	流量=0.35mL/分			流量=0.70mL/分		
合計カラム充填量	カラム処理量(mL)		処理%	カラム処理量(mL)		処理%
4g	1サイクル当たり	累積	累積	1サイクル当たり	累積	累積
初期	4101	4101	0.108%	7402	7402	0.060%
1回目の再生後	5513	9614	0.046%	4803	12205	0.036%
2回目の再生後	6733	16347	0.027%	1265	13470	0.033%
3回目の再生後	3590	19937	0.022%	1600	15070	0.029%
平均mL	4984			3768		
合計mL	19937			15070		
合計g	17943			13563		
処理%	0.022%			0.029%		

【表 2】

合成ケイ酸マグネシウムを用いたクロロフィル除去の結果

初期サイクル		
試料番号	カラムを通過した量(ml)	クロロフィルa(ppm)
1	100	0.534
11	1171	1.480
21	2221	1.560
31	3191	1.463
41	4196	1.518

1回目の再生後		
試料番号	カラムを通過した量(ml)	クロロフィルa(ppm)
1	110	0.372
12	1260	1.535
22	2270	1.547
32	3315	1.555
42	4340	1.582
52	5418	1.545

2回目の再生後		
試料番号	カラムを通過した量(ml)	クロロフィルa(ppm)
1	110	0.763
51	5268	0.579
61	6333	0.604
70	7273	0.570

3回目の再生後		
試料番号	カラムを通過した量(ml)	クロロフィルa(ppm)
1	95	0.266
10	1040	0.613
20	2045	0.594
30	3070	0.587
40	4090	0.578

【実施例 2】

【0068】

シリカゲルを用いた単一カラム精製

【0069】

図1に示すように、2gのシリカゲル60（EMD Chemicals社）を含む単一カラムにORTAGを0.35mL／分の流量で通過させた。この製品から得られた結果の概要を表3に示す。カラムを出るORTAGの石鹼含有量が5ppm超になるまでORTAGをカラムに通過させた。ORTAGの初期の石鹼濃度は80ppmから130ppmであった。

【 0 0 7 0 】

さらに、クロロフィル a について様々な試料を分析した。これらの結果を表 4 に示す。
初期の O R T A G は約 1 . 8 p p m のクロロフィル a を含んでいた。

【表 3】

シリカゲル60を用いた単一カラム精製の概要

単一カラム	シリカゲル60
カラム充填量	カラム処理量(mL)
2g	<u>1サイクル当たり</u>
合計mL	1151
合計g	1036
処理%	0.193%

10

【表 4】

シリカゲル60を用いたカラム精製の概要

初期サイクル		
試料番号	カラムを通過した量(ml)	クロロフィルa(ppm)
1	120	0.230
11	1276	0.535

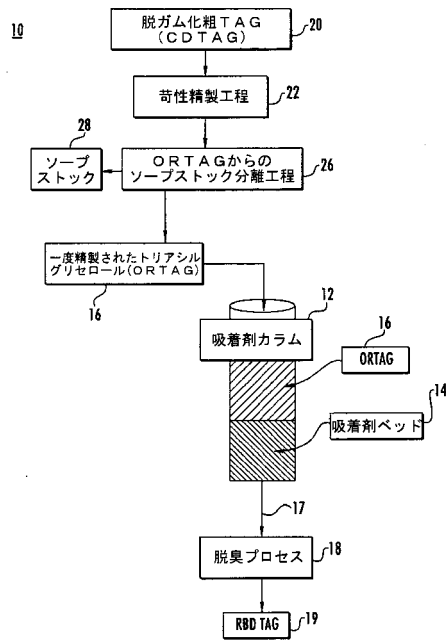
20

【 0 0 7 1 】

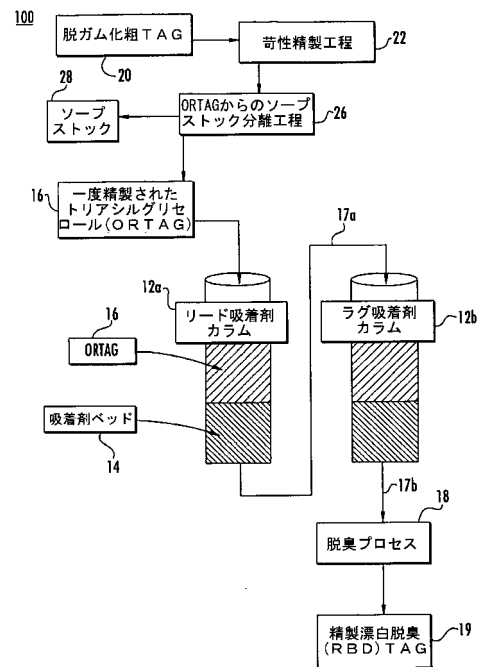
上記の実施形態は、本発明の原理の適用を表わす再生に関する多くの可能な選択肢のほんの一部を例示するものであることが理解されるべきである。当業者はこれらの原理に従って、本発明の精神および範囲を逸脱せずに、多数の様々な別の構成を容易に考案することができる。

30

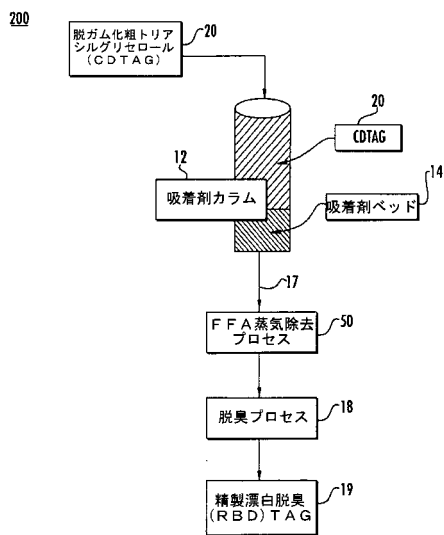
【図 1】



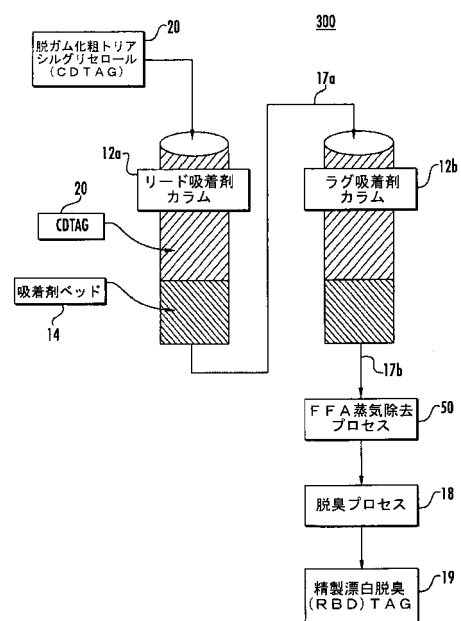
【図 2】



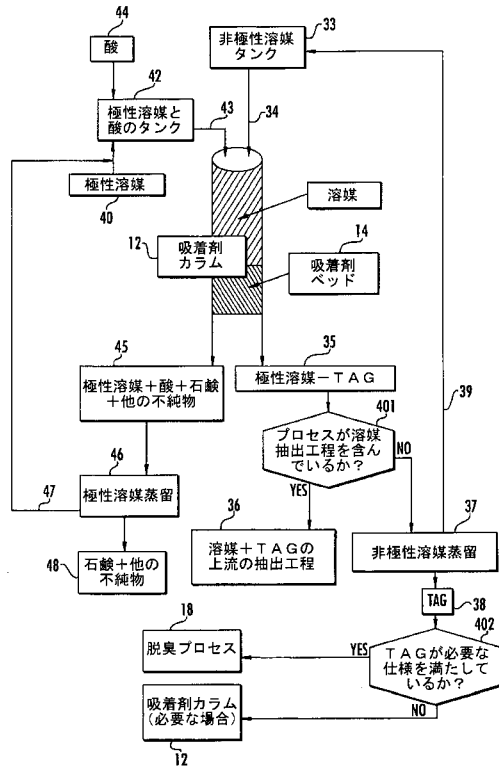
【図 3】



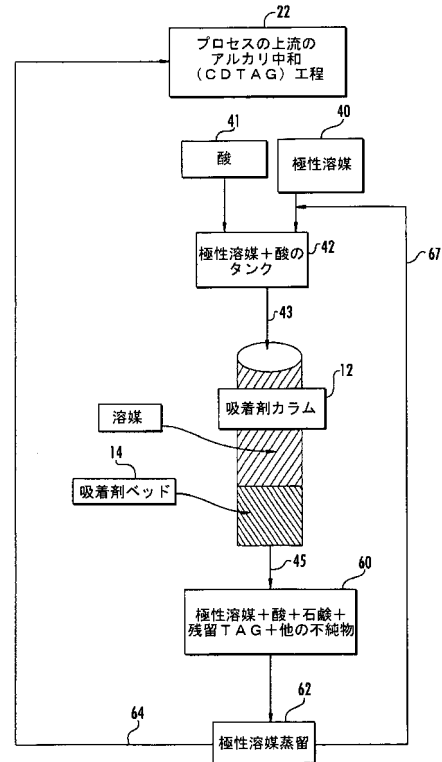
【図 4】



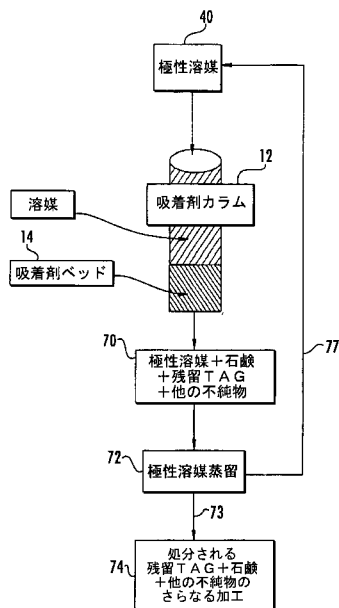
【図 5】



【図 6】



【図 7】



【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/US 09/05450

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC(8) - C07J 9/00 (2009.01) USPC - 552/544, 552/547 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) USPC: 552/544, 552/547 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched USPC: 552/544, 552/547 (text search) Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) PubWEST (PGPB,USPT,EPAB,JPAB), Google Scholar, DialogWEB Search terms used: triacylglycerol, TAG, triglyceride, vegetable oil, purification, adsorbent, column, "magnesium silicate", regeneration		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 2007/0141222 A1 (BINDER et al.) 21 June 2007 (21.06.2007), para [0020]-[0021], [0024], [0026], [0064]	1-49
Y	US 5,225,580 A (ZINNEN) 06 July 1993 (06.07.1993), col 2, ln 40-43; col 3, ln 8-31; col 4, ln 9-16	1-49
Y	US 2,639,289 A (VOGEL) 19 May 1953 (19.05.1953), col 2, ln 55 to col 3, ln 13; col 3, ln 25-34	7, 8
Y	US 2003/0176609 A1 (OISHI et al.) 18 September 2003 (18.09.2003), para [0136]-[0138], [0152]-[0153]	14-49
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐		
* 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 "I" 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 19 November 2009 (19.11.2009)		Date of mailing of the international search report 03 DEC 2009
Name and mailing address of the ISA/US Mail Stop PCT, Attn: ISA/US, Commissioner for Patents P.O. Box 1450, Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. 571-273-3201		Authorized officer: Lee W. Young PCT Helpdesk: 571-272-4300 PCT OSP: 571-272-7774

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 2009)

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(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, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, 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, JP, KE, KG, KM, 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, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(72)発明者 クック, ブライアン, エス.

アメリカ合衆国, インディアナ州 47111, クラークヴィル, スパイスウッド ドライブ
600

(72)発明者 クック, ブライアン, エル.

アメリカ合衆国, インディアナ州 47119, フロイズ ノブ, ドゥ リッジ ドライブ
4105

Fターム(参考) 4B026 DG01 DG11 DL01 DL02 DP10

4H059 AA02 AA06 AA11 AA13 AA14 BC03 BC13 CA18 CA21 CA24

CA64 EA22 EA23 EA24 EA25

【要約の続き】

【選択図】図1