

(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
2018年9月13日(13.09.2018)



(10) 国際公開番号

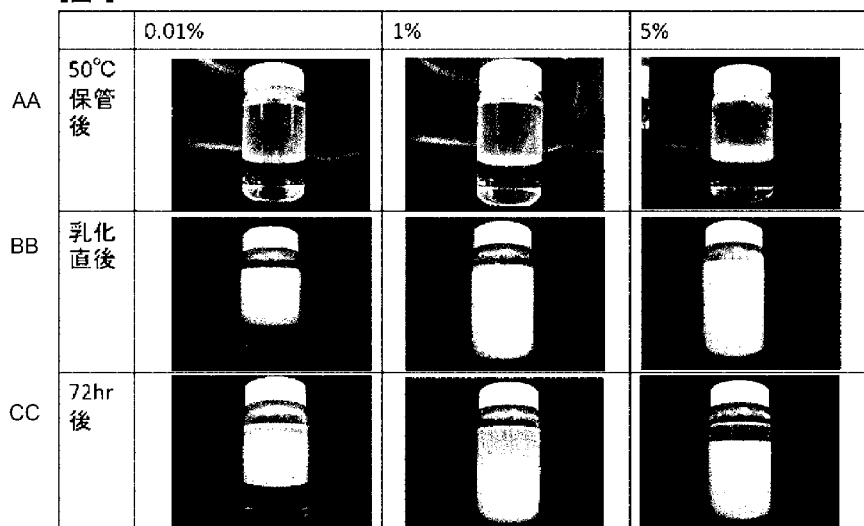
WO 2018/164202 A1

- (51) 国際特許分類:
A23D 9/00 (2006.01) A23D 7/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2018/008857
- (22) 国際出願日: 2018年3月7日(07.03.2018)
- (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 2017-043433 2017年3月8日(08.03.2017) 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番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 片岡 裕太郎 (KATAOKA Yutaro); 〒2358558 神奈川県横浜市磯子区新森町1番地 日清オイリオグループ株式会社 横浜磯子事業場内 Kanagawa (JP). 有本 真 (ARIMOTO Shin); 〒2358558 神奈川県横浜市磯子区新森町1番地 日清オイリオグループ株式会社 横浜磯子事業場内 Kanagawa (JP). 上原 秀隆 (UEHARA Hidetaka); 〒2358558 神奈川県横浜市磯子区新森町1番地 日清オイリオグループ株式会社 横浜磯子事業場内 Kanagawa (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, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,

(54) Title: EMULSIFYING POWDERED OIL OR FAT COMPOSITION, AND EMULSIFIED COMPOSITION

(54) 発明の名称: 乳化用粉末油脂組成物および乳化組成物

[図1]



AA After storage at 50°C
BB Directly after emulsification
CC After 72 hrs

(57) Abstract: An objective of the present invention is to provide an emulsifying powdered oil or fat composition with which an emulsified composition can be produced, not only if an emulsifying agent is used, but also without using an emulsifying agent. The present invention is an emulsifying powdered oil or fat composition that contains a powder-form oil or fat composition that satisfies the following condition (a). (a) A powder-form oil or fat composition containing an oil or fat component including at least one type of XXX triglyceride having a fatty

[続葉有]

HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH,
KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, 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, SA, 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, ST, 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))

acid residue X having a carbon number x at the 1-3 positions of the glycerol, wherein the carbon number x is an integer selected from 10-22, the oil or fat component contains a β -type oil or fat, the particles of the powder-form oil or fat composition are plate-shaped, and the loose bulk density of the powder-form oil or fat composition is 0.05-0.6g/cm³.

(57) 要約: 本発明の課題は、乳化剤を用いた場合のみならず、乳化剤を用いなくても乳化組成物を製造することができる、乳化用粉末油脂組成物を提供することである。本発明は、次の(a)の条件を満たす粉末状の油脂組成物を含有する、乳化用粉末油脂組成物である。(a)グリセリンの1位～3位に炭素数xの脂肪酸残基Xを有する1種以上のXXX型トリグリセリドを含む油脂成分を含有する粉末状の油脂組成物であって、前記炭素数xは10～22から選択される整数であり、前記油脂成分が β 型油脂を含み、前記粉末状の油脂組成物の粒子は板状形状を有し、前記粉末状の油脂組成物のゆるめ嵩密度が0.05～0.6g/cm³である。

明 細 書

発明の名称：乳化用粉末油脂組成物および乳化組成物

技術分野

[0001] 本発明は、乳化剤を用いた場合のみならず、乳化剤を用いなくても乳化組成物を製造することができる、乳化用粉末油脂組成物、前記粉末油脂組成物を用いて製造した乳化組成物及び前記乳化組成物の製造方法、並びに前記粉末油脂組成物を含有する乳化補助剤に関する。

本願は、2017年3月8日に、日本に出願された特願2017-43433号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002] 従来から、製菓製パン分野においては、ボリュームの増大、食感の改良および老化防止などを目的として、乳化剤が広く利用されている。しかしながら、乳化剤を使用した場合、乳化剤自体に由来する独特の風味や匂いが菓子・パン類に残ってしまい、食品としての風味が損なわれるという問題があった。そして、乳化剤は、口溶けを悪くするなどの食感にも好ましくない影響を及ぼすおそれがあった。さらに、最近の健康志向の高まりから、食品によっては、乳化剤の使用量をできるだけ減らしたいという社会的要請があり、乳化剤をできるだけ使用せずに乳化組成物を製造できる素材が求められていた。

[0003] 従来技術では、乳化剤の代わりに蛋白質（酵素）や澱粉を用いた技術がいくつか散見される。例えば、アルファ化架橋澱粉（含水分量が15重量%を超える場合を除く）、糖質分解酵素および食用油脂からなる可塑化されたショートニング状態の製パン用油脂組成物であって、該アルファ化架橋澱粉を該食用油脂100重量部に対して1～20重量部含む製パン用油脂組成物が知られている（特許文献1）。この技術は、アルファ化架橋澱粉と糖質分解酵素を必須成分とするものであり、誰でも簡便に利用できる技術ではない。また、レシチンや蛋白質のような天然の乳化補助剤を使用して乳化組成物を

製造するものであり、本発明のように粉末油脂のみで乳化組成物を製造できるものではない。

また、油脂分70～99重量%を含む油脂組成物であって、95℃以上で実質的に活性がないデンプン分解酵素を含み且つ合成乳化剤を含まないパン用油脂組成物も知られている（特許文献2）。この技術は、95℃以上で実質的に活性がないデンプン分解酵素を必須成分とするものであり、本発明のような粉末油脂によって乳化組成物を製造するものではない。

さらに、油脂、水、並びに卵黄をホスホリパーゼA及びプロテアーゼで処理することにより得られた酵素処理卵黄を含有する可塑性油中水型乳化物が知られている（特許文献3）。この技術は、酵素処理卵黄を必須成分とするものであり、本発明のように粉末油脂によって乳化組成物とするものではない。

このように、これまで粉末油脂によって乳化組成物を製造する技術は知られていない。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特許第3632280号公報

特許文献2：特開平10-248480号公報

特許文献3：特許第4093689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、乳化剤を用いた場合のみならず、乳化剤を用いなくても乳化組成物を製造することができる、乳化用粉末油脂組成物を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明者らは、上記課題について鋭意研究を行った結果、意外にも、特定の条件を満たす粉末油脂組成物であれば、乳化剤を用いた場合のみならず、

乳化剤を用いなくとも乳化組成物を製造できることを見出し、本発明を完成させた。即ち、本発明は、以下の態様を含み得る。

[0007] [1] 以下の(a)の条件を満たす粉末状の油脂組成物を含有する、乳化用粉末油脂組成物。

(a) グリセリンの1位～3位に炭素数 x の脂肪酸残基 X を有する1種以上の XXX 型トリグリセリドを含む油脂成分を含有する粉末状の油脂組成物であって、前記炭素数 x は10～22から選択される整数であり、前記油脂成分が β 型油脂を含み、前記粉末状の油脂組成物の粒子は板状形状を有し、前記粉末状の油脂組成物のゆるめ嵩密度が $0.05 \sim 0.6 \text{ g/cm}^3$ である。

[2] 前記油脂成分が β 型油脂からなる、[1]に記載の乳化用粉末油脂組成物。

[3] 前記 XXX 型トリグリセリドが、前記油脂成分の全質量を100質量%とした場合、50質量%以上含有する、[1]又は[2]に記載の乳化用粉末油脂組成物。

[4] 前記炭素数 x が16～18から選択される整数である、[1]～[3]のいずれか1つに記載の乳化用粉末油脂組成物。

[5] 前記粉末状の油脂組成物が、 XXX 型トリグリセリドを含む油脂組成物原料を、下記式から得られる冷却温度以上に保ち、冷却固化して得た β 型油脂を含有する、[1]～[4]のいずれか1つに記載の乳化用粉末油脂組成物。

$$\text{冷却温度 (}^\circ\text{C)} = \text{炭素数 } x \times 6.6 - 68$$

[6] 前記粉末状の粉末油脂組成物が、 XXX 型トリグリセリドを含む油脂組成物原料を、前記 β 型油脂に対応する α 型油脂の融点以上の温度に保ち、冷却固化して得た β 型油脂を含有する、[1]～[5]のいずれか1つに記載の乳化用粉末油脂組成物。

[7] 前記粉末状の油脂組成物の平均粒径が $20 \mu\text{m}$ 以下である、[1]～[6]のいずれか1つに記載の乳化用粉末油脂組成物。

〔８〕〔１〕～〔７〕のいずれか１つに記載の乳化用粉末油脂組成物を含有してなる、乳化組成物。

〔９〕前記乳化組成物の油相１００質量部に対して、前記乳化用粉末油脂組成物を０．５～２０質量部含有してなる、〔８〕に記載の乳化組成物。

〔１０〕前記乳化組成物が油中水型乳化組成物である、〔８〕又は〔９〕に記載の乳化組成物。

〔１１〕前記乳化組成物が乳化剤を含まない、〔８〕～〔１０〕のいずれか１つに記載の乳化組成物。

〔１２〕水相と油相を混合して乳化組成物を製造する際、前記油相に〔１〕～〔７〕のいずれか１つに記載の乳化用粉末油脂組成物を配合する、乳化組成物の製造方法。

〔１３〕前記乳化組成物の油相１００質量部に対して、前記乳化用粉末油脂組成物を０．５～２０質量部配合する、〔１２〕に記載の乳化組成物の製造方法。

〔１４〕前記乳化組成物が油中水型乳化組成物である、〔１２〕又は〔１３〕に記載の乳化組成物の製造方法。

〔１５〕乳化剤を使用しないで製造する、〔１２〕～〔１４〕のいずれか１つに記載の乳化組成物の製造方法。

〔１６〕〔１〕～〔７〕のいずれか１つに記載の乳化用粉末油脂組成物を有効成分とする、乳化剤の代替剤又は乳化補助剤。

発明の効果

[0008] 本発明によれば、特定の条件を満たす乳化用粉末油脂組成物を配合することにより、乳化剤を用いた場合のみならず、乳化剤を用いなくても乳化組成物を誰でも簡便に製造することができる。さらに、上記乳化用粉末油脂組成物は乳化剤ではないので、乳化剤を使用する場合と比べて安全性が高く、添加量も制限なく使用することができる。また、上記乳化用粉末油脂組成物は独特の風味や匂いがないため、出来上がった乳化組成物に対して悪影響を及ぼすことがほとんどない。そのため、様々な食品に対して広く使用すること

ができる。

また一方、乳化剤（界面活性剤）は手荒れ、肌荒れ、アレルギー等の原因にもなり得るので、食品以外の化粧品や医薬品等においても、乳化剤の使用量をできるだけ制限したいという課題がある。したがって、本発明の乳化用粉末油脂組成物は乳化剤の使用量をできるだけ制限したい、化粧品や医薬品等に対しても好適に使用することができる。

さらに、上記粉末油脂組成物は独自に乳化力を有しているため、既存の様々な乳化剤に対して乳化剤の代替剤若しくは乳化補助剤としても使用することができる。例えば、油水分離が起こりやすい条件下において、本発明の乳化用粉末油脂組成物を添加すれば、その乳化力によって当該油水分離の発生を抑制することができる。このような乳化補助力を利用すれば、様々な食品、化粧品、医薬品等における乳化安定性をさらに向上させることができる。

図面の簡単な説明

[0009] [図1]本発明の乳化用粉末油脂組成物を対油0.01質量%、1.0質量%、5.0質量%添加して、50℃で一晩保管した後、これらを混合乳化したときの乳化直後と72時間後の状態を示した図（写真）である。

[図2]本発明の乳化用粉末油脂組成物を対油5.0質量%で添加して混合乳化したときの乳化直後と5時間後と24時間後の状態を示した図（写真）である。

[図3]本発明の乳化用粉末油脂組成物を添加せずに混合乳化したときの乳化直後と5時間後と24時間後の状態を示した図（写真）である。

[図4]本発明の乳化用粉末油脂組成物を添加せずに、市販の粉末油脂を加えて混合乳化したときの5時間後と24時間後の状態を示した図（写真）である。

[図5]本発明の乳化用粉末油脂組成物を加えたマヨネーズ様食品を-20℃で保存した際に生じる油水分離度を測定した図である。

[図6]本発明の製造実施例7の粉末油脂組成物（ β 型油脂）の外観写真である。

[図7]本発明の製造実施例7の粉末油脂組成物（ β 型油脂）の外観写真である。

[図8]本発明の製造比較例3の油脂組成物（ α 型油脂）の外観写真である。

[図9]本発明の製造実施例7の粉末油脂組成物（ β 型油脂）の顕微鏡写真である。

[図10]本発明の製造比較例3の油脂組成物（ α 型油脂）の顕微鏡写真である。

[図11]本発明の製造実施例7の粉末油脂組成物（ β 型油脂）のX線回折図である。

[図12]本発明の製造比較例3の油脂組成物（ α 型油脂）のX線回折図である。

[図13]本発明の実施例18及び比較例5の乳化組成物の20℃保存及び80℃加熱の開始から10分後の写真で、左から順に、（1）実施例18、20℃、10分後、（2）実施例18、80℃、10分後、（3）比較例5、20℃、10分後、（4）比較例5、80℃、10分後である。

[図14]実施例18及び比較例5の乳化組成物の20℃保存及び80℃加熱の開始から14時間後の写真で、左から順に、（1）実施例18、20℃、14時間後、（2）実施例18、80℃、14時間後、（3）比較例5、20℃、14時間後、（4）比較例5、80℃、14時間後である。

[図15]実施例19及び比較例6の乳化組成物の20℃保存及び80℃加熱の開始から10分後の写真で、左から順に、（1）実施例19、20℃、10分後、（2）実施例19、80℃、10分後、（3）比較例6、20℃、10分後、（4）比較例6、80℃、10分後である。

[図16]実施例19及び比較例6の乳化組成物の20℃保存及び80℃加熱の開始から14時間後の写真で、左から順に、（1）実施例19、20℃、14時間後、（2）実施例19、80℃、14時間後、（3）比較例6、20℃、14時間後、（4）比較例6、80℃、14時間後である。

[図17]実施例20及び比較例7の乳化組成物の20℃保存及び80℃加熱の開始から10分後の写真で、左から順に、（1）実施例20、20℃、10

分後、(2) 実施例 20、80℃、10分後、(3) 比較例 7、20℃、10分後、(4) 比較例 7、80℃、10分後である。

[図18]実施例 20 及び比較例 7 の乳化組成物の 20℃保存及び 80℃加熱の開始から 14 時間後の写真で、左から順に、(1) 実施例 20、20℃、14 時間後、(2) 実施例 20、80℃、14 時間後、(3) 比較例 7、20℃、14 時間後、(4) 比較例 7、80℃、14 時間後である。

[図19]試験 1～3 に使用した粉末油脂組成物 A の顕微鏡写真 (100 倍) である。

[図20]試験 1～3 に使用した粉末油脂組成物 A の顕微鏡写真 (300 倍) である。

[図21]試験 1～3 に使用した粉末油脂 B の顕微鏡写真 (100 倍) である。

[図22]試験 1～3 に使用した粉末油脂 B の顕微鏡写真 (300 倍) である。

発明を実施するための形態

[0010] 以下、本発明の乳化組成物について順を追って記述する。

<乳化組成物>

本発明の乳化組成物とは、油相、水相及び乳化用粉末油脂組成物を含むエマルジョンを指す。本発明の乳化組成物は、油中水型乳化組成物（連続相である油相の中に水相が分散している、いわゆる W/O 型エマルジョン）である場合もあるし、水中油型乳化組成物（連続相である水相の中に油相が分散している、いわゆる O/W 型エマルジョン）である場合もある。後述するように、本発明の乳化用粉末油脂組成物は、油相との相性が良いので、本発明の乳化組成物は、油中水型乳化組成物を形成しやすい傾向があり、油中水型乳化組成物であることが好ましい。さらに、本発明の乳化用粉末油脂組成物は、それ自体に乳化力があるので、本発明の乳化組成物は、乳化剤を含まないことが好ましい。また、本発明の乳化用粉末油脂組成物は、既存の乳化剤の乳化力を補助することもできるので、できる限り乳化剤を含まない乳化組成物とすることも好ましい。

本発明の乳化組成物は、食品のみならず、化粧品や医薬品も含み得るが、

食品の具体例としては、マーガリン、ファットスプレッド、ホイップクリーム、バタークリーム及びガナッシュ等に加え、牛乳、生クリーム、アイスクリーム、マヨネーズ、コーヒーホワイトナー、ホワイトソース、ドレッシング、クリームシチュー、カスタードクリーム、スープ等が挙げられる。また、化粧品や医薬品の具体例としては、スキนครリーム、サンクリーム、ハンドクリーム、ヘアクリーム、ヘアトリートメント、マッサージクリーム、軟膏基材等に加え、化粧水、乳液、美容液、マッサージ化粧料、ボディローション、ボディクリーム、メーキャップ化粧料、外用液剤、外用ゲル剤、クリーム剤、軟膏剤、リニメント剤、ローション剤、ハップ剤、硬膏剤、噴霧剤、エアゾール剤等が挙げられる。

本発明の乳化用粉末油脂組成物を除いた乳化組成物（油相＋水相）の質量を100質量%とした場合、油相の含量は、好ましくは48～98質量%であり、より好ましくは60～98質量%であり、更に好ましくは75～98質量%である。また、水相の含量は、好ましくは2～52質量%であり、より好ましくは2～40質量%であり、更に好ましくは2～25質量%である。

[0011] <油相>

本発明の乳化組成物の油相には、該乳化組成物が食品である場合、例えば、通常の食用油脂が含まれる。食用油脂の具体例としては、大豆油、菜種油、綿実油、サフラワー油、ひまわり油、米油、コーン油、ゴマ油、オリーブ油、パーム油、パーム分別油（パーム分別軟質油（パームオレイン、パームスーパーオレイン等）、パーム中融点部、パーム分別硬質油（パームステアリン等）等）、シア脂、シア分別油、サル脂、サル分別油、イリッペ脂、ココアバター、ヤシ油、パーム核油、乳脂、バター等やこれらの混合油、加工油脂（水素添加油、エステル交換油、分別油等）等が挙げられる。これらの食用油脂の1種又は2種以上を組み合わせ使用することができる。また、本発明の乳化組成物の油相は、上記の食用油脂を、好ましくは80質量%以上で含有し、より好ましくは90質量%以上で含有し、さらに好ましくは1

00質量%で含有する（すなわち、油相の全てが食用油脂であることが好ましい）。

[0012] また、本発明の乳化組成物の油相には、本発明の乳化組成物が化粧品もしくは医薬品である場合、例えば、通常、化粧品もしくは医薬品に用いられている油分が含まれる。例えば、流動パラフィン、スクワラン、イソステアリルアルコール等の炭化水素類、オリーブスクワラン、ホホバ油、マカデミアナッツ油、綿実油などの植物油、イソステアリン酸イソステアリル、イソステアリン酸セチルなどのエステル油、イソステアリン酸などの高級脂肪酸、2-エチルヘキサン酸トリグリセライドなどのトリグリセライド、ジオクチルエーテルなどのエーテル油、メチルポリシロキサン、環状シリコンなどのシリコン油などを用いることができ、これらの1種または2種以上を組み合わせ用いることができる。また、本発明の乳化組成物の油相は、上記の油分を、好ましくは80質量%以上で含有し、より好ましくは90質量%以上で含有し、さらに好ましくは100質量%で含有する（すなわち、油相の全てが油分であることが好ましい）。

[0013] <水相>

本発明の乳化組成物の水相には、本発明の乳化組成物が食品、化粧品、医薬品のいずれであっても、通常の水を使用することができる。当該水相は水のみを含んでもよく、さらに水以外の水に溶解する他の物質を含んでもよい。水はイオン交換水、蒸留水、水道水、滅菌水などであることが好ましい。また、前述した水に溶解する他の物質は、食品、化粧品、医薬品として使用される乳化組成物の水相に通常含まれる物質であれば、特に制限されない。例えば、食品である場合は、食塩、塩化カリウム等の塩味剤、酢酸、乳酸、グルコン酸等の酸味料、糖類や糖アルコール類、ステビア、アスパルテーム等の甘味料等を配合することができる。また、化粧品や医薬品である場合は、ビタミンC・E・A及びその誘導体などの薬剤、クエン酸及びクエン酸塩、乳酸及び乳酸塩、アミノ酸及びアミノ酸塩、キレート剤等を配合することができる。本発明の乳化組成物の水相は、上記の水を、好ましくは80質量%

以上で含有し、より好ましくは90質量%以上で含有し、さらに好ましくは100質量%で含有する（すなわち、水相の全てが水であることが好ましい）。

[0014] <乳化組成物に含まれるその他成分>

本発明の乳化組成物は、油相又は水相において、上述した諸成分の他に、任意に「その他の成分」を含むことができる。食品である場合、必要に応じて食品において用いられている成分を、本発明の効果を極端に損なわない範囲内で配合することができる。例えば、該「その他の成分」としては、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリソルベート、ポリグリセリン縮合リシノレイン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、大豆レシチン、卵黄レシチン、大豆リゾレシチン、卵黄リゾレシチン、酵素処理卵黄、サポニン、植物ステロール類、乳脂肪球皮膜等の乳化剤、香料、 β -カロテン、カラメル、紅麴色素等の着色料、呈味成分、増粘安定剤、トコフェロール、ルチン等の酸化防止剤、小麦蛋白や大豆蛋白といった植物蛋白、卵及び各種卵加工品、脱脂粉乳、全脂粉乳、乳清蛋白等の乳製品、風味材、調味料、風味補強材、pH調整剤、食品保存料、果実、果汁、コーヒー、ナッツペースト、香辛料、カカオマス、ココアパウダー、穀類、豆類、野菜類、肉類、魚介類等の食品素材や食品添加物が挙げられる。

また、化粧品や医薬品である場合にも、必要に応じて化粧品や医薬品において用いられている成分を、本発明の効果を極端に損なわない範囲内で配合することができる。該「その他の成分」としては、例えば、界面活性剤、増粘剤、防腐剤、酸化防止剤、各種粉体、pH調整剤、紫外線吸収剤、褪色防止剤、消泡剤、無機顔料や有機顔料等の色材等が挙げられる。

なお、上述した「その他の成分」は油溶性であれば油相に、水溶性であれば水相にそれぞれ配合されることになる。

[0015] <乳化用粉末油脂組成物>

本発明は、以下の（a）の条件を満たす粉末状の油脂組成物（以下、単に

「粉末油脂組成物」ともいう。)を含有する、乳化用粉末油脂組成物に関する。

(a) グリセリンの1位～3位に炭素数 x の脂肪酸残基 X を有する1種以上の XXX 型トリグリセリドを含む油脂成分を含有する粉末油脂組成物であって、前記炭素数 x は10～22から選択される整数であり、前記油脂成分が β 型油脂を含み、前記粉末油脂組成物の粒子は板状形状を有し、前記粉末油脂組成物のゆるめ嵩密度が $0.05 \sim 0.6 \text{ g/cm}^3$ である。

本発明の乳化用粉末油脂組成物は、上記の粉末油脂組成物の他、任意に乳化剤、香料、着色料、脱脂粉乳、全脂粉乳、ココアパウダー、砂糖、デキストリン等を含んでいてもよい。

乳化用粉末油脂組成物中の上記(a)の条件を満たす粉末油脂組成物の含有量は、乳化用粉末油脂組成物の全質量を100質量%とした場合、例えば、50質量%以上、好ましくは60質量%以上、より好ましくは、70質量%以上、さらに好ましくは、80質量%以上を下限とし、例えば、100質量%以下、好ましくは、99質量%以下、より好ましくは、95質量%以下を上限とする範囲である。乳化用粉末油脂組成物の100質量%が、上記(a)の条件を満たす粉末油脂組成物であってよい。当該粉末油脂組成物は1種類又は2種類以上用いることができ、好ましくは1種類又は2種類であり、より好ましくは1種類が用いられる。

[0016] <油脂成分>

本発明の粉末油脂組成物は、油脂成分を含有する。当該油脂成分は、少なくとも XXX 型トリグリセリドを含み、任意にその他のトリグリセリドを含む。

上記油脂成分は β 型油脂を含む。ここで、 β 型油脂とは、油脂の結晶多形の一つである β 型の結晶のみからなる油脂である。その他の結晶多形の油脂としては、 β' 型油脂及び α 型油脂があり、 β' 型油脂とは、油脂の結晶多形の一つである β' 型の結晶のみからなる油脂である。 α 型油脂とは、油脂の結晶多形の一つである α 型の結晶のみからなる油脂である。油脂の結晶に

は、同一組成でありながら、異なる副格子構造（結晶構造）を持つものがあり、結晶多形と呼ばれている。代表的には、六方晶型、斜方晶垂直型及び三斜晶平行型があり、それぞれ α 型、 β' 型及び β 型と呼ばれている。また、各多形の融点は α 、 β' 、 β の順に融点が高くなり、各多形の融点は、炭素数 $\times$ の脂肪酸残基 X の種類により異なるので、以下、表1にそれぞれ、トリカプリン、トリラウリン、トリミリスチン、トリパルミチン、トリステアリン、トリアラキジン、トリベヘニンである場合の各多形の融点（℃）を示す。なお、表1は、Nissim Garti et al., "Crystallization and Polymorphism of Fats and Fatty Acids", Marcel Dekker Inc., 1988, pp.32-33に基づいて作成した。そして、表1の作成にあたり、融点の温度（℃）は小数点第1位を四捨五入した。また、油脂の組成とその各多形の融点があれば、少なくとも当該油脂中に β 型油脂が存在するか否かを検出することができる。

[0017] [表1]

	α 型油脂（℃）	β' 型油脂（℃）	β 型油脂（℃）
トリカプリン	-9	16	32
トリラウリン	15	34	47
トリミリスチン	33	45	59
トリパルミチン	45	57	66
トリステアリン	54	63	73
トリアラキジン	62	69	78
トリベヘニン	68	74	83

[0018] これらの多形を同定する一般的な手法は、X線回折法があり、回折条件は下記のブラッグの式によって与えられる。

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (n=1, 2, 3 \dots)$$

この式を満たす位置に回折ピークが現れる。ここで d は格子定数、 θ は回折（入射）角、 λ はX線の波長、 n は自然数である。短面間隔に対応する回折ピークの $2\theta = 16 \sim 27^\circ$ からは、結晶中の側面のパッキング（副格子）に関する情報が得られ、多形の同定を行なうことができる。特にトリアシルグリセロールの場合、 $2\theta = 19, 23, 24^\circ$ （ $4.6 \text{ \AA}$ 付近、 3.9

Å付近、3.8 Å付近)にβ型の特徴的ピークが、21° (4.2 Å)付近にα型の特徴的なピークが出現する。なお、X線回折測定は、例えば、20℃に維持したX線回折装置((株)リガク、試料水平型X線回折装置Ultima V)を用いて測定される。X線の光源としてはCuKα線(1.54 Å)が最もよく利用される。

[0019] さらに、上記油脂の結晶多形は、示差走査熱量測定法(DSC法)によっても予測することができる。例えば、β型油脂の予測は、示差走査熱量計(エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社製、品番BSC6220)によって10℃/分の昇温速度で100℃まで昇温することにより得られるDSC曲線に基づいて油脂の結晶構造を予測することにより行われる。

[0020] ここで、油脂成分はβ型油脂を含むもの、又は、β型油脂を主成分(50質量%超)として含むものあればよく、好ましい態様としては、上記油脂成分がβ型油脂から実質的になるものであり、より好ましい態様は上記油脂成分がβ型油脂からなるものであり、特に好ましい態様は、上記油脂成分がβ型油脂のみからなるものである。上記油脂成分のすべてがβ型油脂である場合とは、示差走査熱量測定法によってα型油脂及び/又はβ'型油脂が検出されない場合である。別の好ましい態様としては、上記油脂成分(又は油脂成分を含む粉末油脂組成物)が、X線回折測定において、4.5~4.7 Å付近、好ましくは4.6 Å付近に回折ピークを有し、表1のα型油脂及び/又はβ'型油脂の短面間隔のX線回折ピークがない、特に、4.2 Å付近に回折ピークを有さない場合であり、かかる場合も上記油脂成分のすべてがβ型油脂であると判断できる。本発明の更なる態様として、上記油脂成分が全てβ型油脂であることが好ましいが、その他のα型油脂やβ'型油脂が含まれていてもよい。ここで、本発明における油脂成分が「β型油脂を含む」こと及びα型油脂+β型油脂に対するβ型油脂の相対的な量の指標は、X線回折ピークのうち、β型の特徴的ピークとα型の特徴的ピークとの強度比率：
$$\left[\frac{\beta \text{型の特徴的ピークの強度}}{\alpha \text{型の特徴的ピークの強度} + \beta \text{型の特徴的ピークの強度}} \right]$$
(以下、ピーク強度比ともいう。)から想定できる。具体

的には、上述のX線回折測定に関する知見をもとに、 β 型の特徴的ピークである $2\theta = 19^\circ$ ($4.6 \text{ \AA}$)のピーク強度と α 型の特徴的ピークである $2\theta = 21^\circ$ ($4.2 \text{ \AA}$)のピーク強度の比率： $19^\circ / (19^\circ + 21^\circ)$ [$4.6 \text{ \AA} / (4.6 \text{ \AA} + 4.2 \text{ \AA})$]を算出することで上記油脂成分の β 型油脂の存在量を表す指標とし、「 β 型油脂を含む」ことが理解できる。本発明は、上記油脂成分が全て β 型油脂である（即ち、ピーク強度比＝1）ことが好ましいが、例えば、該ピーク強度比の下限値が、例えば0.4以上、好ましくは、0.5以上、より好ましくは、0.6以上、さらに好ましくは、0.7以上、特に好ましくは、0.75以上、殊更好ましくは0.8以上であることが適当である。ピーク強度が0.4以上であれば、 β 型油脂を主成分が50質量%超であるとみなすことができる。該ピーク強度比の上限値は1であることが好ましいが、0.99以下、0.98以下、0.95以下、0.93以下、0.90以下、0.85以下、0.80以下等であってもかまわない。ピーク強度比は、上記下限値及び上限値のいずれか若しくは任意の組み合わせであり得る。

[0021] <XXX型トリグリセリド>

本発明の油脂成分は、グリセリンの1位～3位に炭素数 x の脂肪酸残基 X を有する1種以上のXXX型トリグリセリドを含む。当該XXX型トリグリセリドは、グリセリンの1位～3位に炭素数 x の脂肪酸残基 X を有するトリグリセリドであり、各脂肪酸残基 X は互いに同一である。ここで、当該炭素数 x は10～22から選択される整数であり、好ましくは12～22から選択される整数、より好ましくは14～20から選択される整数、更に好ましくは16～18から選択される整数である。

脂肪酸残基 X は、飽和あるいは不飽和の脂肪酸残基であってもよい。具体的な脂肪酸残基 X としては、例えば、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、アラキジン酸、ベヘン酸等の残基が挙げられるがこれに限定するものではない。脂肪酸としてより好ましくは、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、アラキジン酸及びベ

ヘン酸であり、さらに好ましくは、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、及びアラキジン酸であり、殊更好ましくは、パルミチン酸及びステアリン酸である。

当該XXX型トリグリセリドの含有量は、油脂成分の全質量を100質量%とした場合、例えば、50質量%以上、好ましくは60質量%以上、より好ましくは、70質量%以上、さらに好ましくは、80質量%以上を下限とし、例えば、100質量%以下、好ましくは、99質量%以下、より好ましくは、95質量%以下を上限とする範囲である。XXX型トリグリセリドは1種類又は2種類以上用いることができ、好ましくは1種類又は2種類であり、より好ましくは1種類が用いられる。XXX型トリグリセリドが2種類以上の場合は、その合計値がXXX型トリグリセリドの含有量となる。

[0022] <その他のトリグリセリド>

本発明の油脂成分は、本発明の効果を損なわない限り、上記XXX型トリグリセリド以外の、その他のトリグリセリドを含んでいてもよい。その他のトリグリセリドは、複数の種類のトリグリセリドであってもよく、合成油脂であっても天然油脂であってもよい。合成油脂としては、トリカプリル酸グリセリル等が挙げられる。天然油脂としては、例えば、ココアバター、ヒマワリ油、菜種油、大豆油、綿実油等が挙げられる。本発明の油脂成分中の全トリグリセリドを100質量%とした場合、その他のトリグリセリドは、1質量%以上、例えば、5～50質量%程度含まれていても問題はない。その他のトリグリセリドの含有量は、例えば、0～30質量%、好ましくは0～18質量%、より好ましくは0～15質量%、更に好ましくは0～8質量%である。

[0023] <その他の成分>

本発明の粉末油脂組成物は、上記トリグリセリド等の油脂成分の他、任意に乳化剤、香料、着色料、脱脂粉乳、全脂粉乳、ココアパウダー、砂糖、デキストリン等のその他の成分を含んでいてもよい。これらその他の成分の量は、本発明の効果を損なわない限り任意の量とすることができるが、例えば

、粉末油脂組成物の全質量を100質量%とした場合、0～70質量%、好ましくは0～65質量%、より好ましくは0～30質量%である。その他の成分は、その90質量%以上が、平均粒径が1000 μ m以下である粉体であることが好ましく、平均粒径が500 μ m以下の粉体であることがより好ましい。なお、ここでいう平均粒径は、レーザー回折散乱法（ISO133201及びISO9276-1）によって測定した値（d50）である。

但し、本発明の好ましい粉末油脂組成物は、実質的に上記油脂成分のみからなることが好ましく、かつ、油脂成分は、実質的にトリグリセリドのみからなることが好ましい。また、「実質的に」とは、油脂組成物中に含まれる油脂成分以外の成分または油脂成分中に含まれるトリグリセリド以外の成分が、粉末油脂組成物または油脂成分を100質量%とした場合、例えば、0～15質量%、好ましくは0～10質量%、より好ましくは0～5質量%であることを意味する。

[0024] <粉末油脂組成物の特性>

本発明の粉末油脂組成物は、常温（20℃）で粉末状の固体である。

本発明の粉末油脂組成物のゆるめ嵩密度は、例えば実質的に油脂成分のみからなる場合、0.05～0.6 g/cm³、好ましくは0.1～0.5 g/cm³であり、より好ましくは0.1～0.4 g/cm³又は0.15～0.4 g/cm³であり、さらに好ましくは0.2～0.3 g/cm³である。ここで「ゆるめ嵩密度」とは、粉体を自然落下させた状態の充填密度である。ゆるめ嵩密度（g/cm³）の測定は、例えば、内径15 mm×25 mLのメスシリンダーに、当該メスシリンダーの上部開口端から2 cm程度上方から粉末油脂組成物の適量を落下させて疎充填し、充填された質量（g）の測定と容量（mL）の読み取りを行い、mL当たりの当該粉末油脂組成物の質量（g）を算出することで求めることができる。また、ゆるめ嵩密度は、（株）蔵持科学器械製作所のカサ比重測定器を使用し、JIS K-6720（又はISO 1060-1及び2）に基づいて測定したカサ比重から算出することもできる。具体的には、試料120 mLを、受器（内径40 mm×高さ85 mmの100 mL円柱

形容器)の上部開口部から38mmの高さの位置から、該受器に落とす。受器から盛り上がった試料はすり落とし、受器の内容積(100mL)分の試料の質量(Ag)を秤量し、以下の式からゆるめ嵩密度を求めることができる。

$$\text{ゆるめ嵩密度 (g/mL)} = A \text{ (g)} / 100 \text{ (mL)}$$

測定は3回行ってその平均値を取ることが好ましい。

[0025] また、本発明の粉末油脂組成物は、通常、その粒子が板状形状の形態を有し、例えば、0.5~200 μ m、好ましくは1~100 μ m、より好ましくは1~60 μ m、殊更好ましくは、1~30 μ m、殊更より好ましくは、1~20 μ mの平均粒径(有効径)を有する。ここで、当該平均粒径(有効径)は、粒度分布測定装置(例えば、日機装株式会社製 Microtrac MT3300ExII)でレーザー回折散乱法(ISO133201、ISO9276-1)によって測定した値(d50)である。

有効径とは、測定対象となる結晶の実測回折パターンが、球形と仮定して得られる理論的回折パターンに適合する場合の、当該球形の粒径を意味する。このように、レーザー回折散乱法の場合、球形と仮定して得られる理論的回折パターンと、実測回折パターンを適合させて有効径を算出しているので、測定対象が板状形状であっても球状形状であっても同じ原理で測定することができる。ここで、板状形状は、アスペクト比が1.1以上であることが好ましく、より好ましくは、1.2以上のアスペクト比であり、さらに好ましくは1.2~3.0、特に好ましくは、1.3~2.5、殊更好ましくは1.4~2.0のアスペクト比である。なお、ここでいうアスペクト比とは、粒子図形に対して、面積が最小となるように外接する長方形で囲み、その長方形の長辺の長さ(長)と短辺の長さ(短)の比と定義される。また、粒子が球状形状の場合は、アスペクト比は1.1より小さくなる。従来技術である、極度硬化油等の常温で固体脂含量の高い油脂を溶解し直接噴霧する方法では、粉末油脂組成物の粒子が表面張力によって、球状形状となり、アスペクト比は1.1未満となる。そして、前記アスペクト比は、例えば、光学顕微鏡や走査

型電子顕微鏡などによる直接観察により、任意に選択した粒子について、その長軸方向の長さおよび短軸方向の長さを計測することによって、計測した個数の平均値として求めることができる。

[0026] <粉末油脂組成物の製造方法>

本発明の粉末油脂組成物は、グリセリンの1位～3位に炭素数 x の脂肪酸残基 X を有する1種以上の XXX 型トリグリセリドを含む油脂組成物原料を溶融状態とし、特定の冷却温度に保ち、冷却固化することにより、噴霧やミル等の粉砕機による機械粉砕等特別の加工手段を採らなくても、粉末状の油脂組成物（粉末油脂組成物）を得ることができる。より具体的には、（a）上記 XXX 型トリグリセリドを含む油脂組成物原料を準備し、任意に工程（b）として、工程（a）で得られた油脂組成物原料を加熱し、前記油脂組成物原料中に含まれるトリグリセリドを溶解して溶融状態の前記油脂組成物原料を得、さらに（d）前記油脂組成物原料を冷却固化して、 β 型油脂を含有し、その粒子形状が板状である粉末油脂組成物を得る。なお、冷却後に得られる固形物に対して、ハンマーミル、カッターミル等、公知の粉砕加工手段を適用して、該粉末油脂組成物を生産することもできる。

[0027] 上記工程（d）の冷却は、例えば、溶融状態の油脂組成物原料を、当該油脂組成物原料に含まれる油脂成分の β 型油脂の融点より低い温度であって、かつ、次式：

$$\text{冷却温度 (}^{\circ}\text{C)} = \text{炭素数 } x \times 6.6 - 68$$

から求められる冷却温度以上の温度で行われる。このような温度範囲で冷却すれば、 β 型油脂を効率よく生成でき、細かい結晶ができるので、粉末油脂組成物を容易に得ることができる。なお、前記「細かい」とは、一次粒子（一番小さい大きさの結晶）が、例えば $20\mu\text{m}$ 以下、好ましくは、 $15\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $10\mu\text{m}$ の場合をいう。また、このような温度範囲で冷却しないと、 β 型油脂が生成せず、油脂組成物原料よりも体積が増加した空隙を有する固形物ができない場合がある。さらに、本発明では、このような温度範囲で冷却することによって、静置した状態で β 型油脂を生成させ、

粉末油脂組成物の粒子を板状形状とさせたものであり、冷却方法は、本発明の粉末油脂組成物を特定するために有益なものである。本発明の乳化用粉末油脂組成物の好ましい平均粒径として、例えば、 $20\mu\text{m}$ 以下の平均粒径を挙げることができる。平均粒径の測定方法は上述したとおりである。さらに、 $20\mu\text{m}$ 以下の細かい粒子は人間の感覚では感じとることが困難であるため、 $20\mu\text{m}$ 以下の粒子を用いることで、ざらついた食感や触感を与えることなく、融点の高い粉末油脂組成物を添加することができる。

[0028] 本発明の粉末油脂組成物が乳化力を有する理由は定かでないが、平均粒径が小さくかつ板状である粒子は油相と水相の界面に集まる傾向があるため、界面エネルギーを小さくし、また、系内に分散することで、粘度を上昇させて、それにより、乳化状態が安定化されている可能性がある。また、本発明の粉末油脂組成物は油脂であるため、油相と親和性が高いと思われ、そのために、油中水型乳化組成物が形成させやすい傾向にあるが、例えば、他の乳化剤との併用により、水中油型乳化組成物も形成されられると思われる。なお、これは本発明の原理をわかりやすくすることを目的に説明したものであり、本発明はこの原理によって拘束されない。

[0029] さらに詳細に、粉末油脂組成物の製造方法について説明をする。

本発明の粉末油脂組成物は、以下の工程、

(a) XXX型トリグリセリドを含む油脂組成物原料を準備する工程、
(b) 工程(a)で得られた油脂組成物原料を任意に加熱等し、前記油脂組成物原料中に含まれるトリグリセリドを溶解して熔融状態の前記油脂組成物原料を得る任意の工程、(d) 前記油脂組成物原料を冷却固化して、 β 型油脂を含有し、その粒子形状が板状である粉末油脂組成物を得る工程、
を含む方法によって製造することができる。

また、上記工程(b)と(d)の間に、工程(c)として粉末生成を促進するための任意工程、例えば(c1)シーディング工程、(c2)テンパリング工程、及び／又は(c3)予備冷却工程を含んでいてもよい。さらに上記工程(d)で得られる粉末油脂組成物は、工程(d)の冷却後に得られる

固形物を粉砕して粉末状の油脂組成物を得る工程（e）によって得られるものであってもよい。以下、上記工程（a）～（e）について説明する。

[0030] （a）原料準備工程

工程（a）で準備されるXXX型トリグリセリドを含む油脂組成物原料は、グリセリンの1位～3位に炭素数xの脂肪酸残基Xを有する1種以上のXXX型トリグリセリドを含む通常のXXX型トリグリセリド等の油脂の製造方法に基づいて製造され、もしくは容易に市場から入手され得る。ここで、上記炭素数x及び脂肪酸残基Xで特定されるXXX型トリグリセリドは、最終的に得られる目的の油脂成分のものと結晶多形以外の点で同じである。当該原料には β 型油脂が含まれていてもよく、例えば、 β 型油脂の含有量が0.1質量%以下、0.05質量%以下、又は0.01質量%以下含んでいてもよい。但し、 β 型油脂は、当該原料を加熱等により溶融状態にすることにより消失するので、当該原料は溶融状態の原料であってもよい。当該原料が、例えば溶融状態である場合に、 β 型油脂を実質的に含まないことは、XXX型トリグリセリドに限らず、実質的に全ての油脂成分が β 型油脂ではない場合も意味し、 β 型油脂の存在は、上述したX線回折測定により β 型油脂に起因する回折ピーク、示差走査熱量測定法による β 型油脂の確認等によって確認することができる。「 β 型油脂を実質的に含まない」場合の β 型油脂の存在量は、X線回折ピークのうち、 β 型の特徴的ピークと α 型の特徴的ピークとの強度比率〔 β 型の特徴的ピークの強度／（ α 型の特徴的ピークの強度＋ β 型の特徴的ピークの強度）〕（ピーク強度比）から想定できる。上記油脂組成物原料の当該ピーク強度比は、例えば0.2以下であり、好ましくは、0.15以下であり、より好ましくは、0.10以下である。油脂組成物原料には、上述したとおりのXXX型トリグリセリドを1種類又は2種以上含んでいてもよく、好ましくは1種類又は2種類であり、より好ましくは1種類である。

具体的には、例えば、上記XXX型トリグリセリドは、脂肪酸または脂肪酸誘導体とグリセリンを用いた直接合成によって製造することができる。X

XX型トリグリセリドを直接合成する方法としては、(i)炭素数Xの脂肪酸とグリセリンとを直接エステル化する方法（直接エステル合成）、(ii)炭素数xである脂肪酸Xのカルボキシル基がアルコキシル基と結合した脂肪酸アルキル（例えば、脂肪酸メチル及び脂肪酸エチル）とグリセリンとを塩基性または酸性触媒条件下にて反応させる方法（脂肪酸アルキルを用いたエステル交換合成）、(iii)炭素数xである脂肪酸Xのカルボキシル基の水酸基がハロゲンに置換された脂肪酸ハロゲン化物（例えば、脂肪酸クロリド及び脂肪酸ブロミド）とグリセリンとを塩基性触媒下にて反応させる方法（酸ハライド合成）が挙げられる。

XXX型トリグリセリドは前述の(i)～(iii)のいずれの方法によっても製造できるが、製造の容易さの観点から、(i)直接エステル合成又は(ii)脂肪酸アルキルを用いたエステル交換合成が好ましく、(i)直接エステル合成がより好ましい。

[0031] XXX型トリグリセリドを(i)直接エステル合成によって製造するには、製造効率の観点から、グリセリン1モルに対して脂肪酸Xまたは脂肪酸Yを3～5モルを用いることが好ましく、3～4モルを用いることがより好ましい。

XXX型トリグリセリドの(i)直接エステル合成における反応温度は、エステル化反応によって生ずる生成水が系外に除去できる温度であればよく、例えば、120℃～300℃が好ましく、150℃～270℃がより好ましく、180℃～250℃がさらに好ましい。反応を180～250℃で行うことで、特に効率的にXXX型トリグリセリドを製造することができる。

[0032] XXX型トリグリセリドの(i)直接エステル合成においては、エステル化反応を促進する触媒を用いても良い。触媒としては酸触媒、及びアルカリ土類金属のアルコキシド等が挙げられる。触媒の使用量は、反応原料の総質量に対して0.001～1質量%程度であることが好ましい。

XXX型トリグリセリドの(i)直接エステル合成においては、反応後、水洗、アルカリ脱酸及び／又は減圧脱酸、及び吸着処理等の公知の精製処理

を行うことで、触媒や原料未反応物を除去することができる。更に、脱色・脱臭処理を施すことで、得られた反応物をさらに精製することができる。

[0033] 上記油脂組成物原料中に含まれるXXX型トリグリセリドの量は、例えば、当該原料中に含まれる全トリグリセリドの全質量を100質量%とした場合、100～50質量%、好ましくは95～55質量%、より好ましくは90～60質量%である。さらに殊更好ましくは85～65質量%である。

[0034] <その他のトリグリセリド>

XXX型トリグリセリドを含む油脂組成物原料となるその他のトリグリセリドとしては、上記XXX型トリグリセリドの他、本発明の効果を損なわない限り、各種トリグリセリドを含めてもよい。その他のトリグリセリドとしては、例えば、上記XXX型トリグリセリドの脂肪酸残基Xの1つが脂肪酸残基Yに置換したX₂Y型トリグリセリド、上記XXX型トリグリセリドの脂肪酸残基Xの2つが脂肪酸残基Yに置換したXY₂型トリグリセリド等を挙げることができる。

上記その他のトリグリセリドの量は、例えば、XXX型トリグリセリドの全質量を100質量%とした場合、0～100質量%、好ましくは0～70質量%、より好ましくは1～40質量%である。

[0035] また、本発明の油脂組成物原料としては、上記XXX型トリグリセリドを直接合成する代わりに、天然由来のトリグリセリド組成物に対し水素添加、エステル交換又は分別を行ったものを使用してもよい。天然由来のトリグリセリド組成物としては、例えば、ナタネ油、大豆油、ヒマワリ油、ハイオレイックヒマワリ油、サフラワー油、パームステアリン及びこれらの混合物等を挙げることができる。特に、これらの天然由来のトリグリセリド組成物の硬化油、部分硬化油、極度硬化油が好ましいものとして挙げられる。さらに好ましくは、ハードパームステアリン、ハイオレイックヒマワリ油極度硬化油、菜種極度硬化油、大豆極度硬化油が挙げられる。

[0036] さらに、本発明の油脂組成物原料としては、市販されている、トリグリセリド組成物又は合成油脂を挙げることができる。例えば、トリグリセリド組

成物としては、ハードパームステアリン（日清オイリオグループ株式会社製）、菜種極度硬化油（横関油脂工業株式会社製）、大豆極度硬化油（横関油脂工業株式会社製）を挙げることができる。また、合成油脂としては、トリパルミチン（東京化成工業株式会社製）、トリステアリン（シグマアルドリッチ製）、トリステアリン（東京化成工業株式会社製）、トリアラキジン（東京化成工業株式会社製）トリベヘニン（東京化成工業株式会社製）を挙げることができる。

その他、パーム極度硬化油は、XXX型トリグリセリドの含量が少ないので、トリグリセリドの希釈成分として使用できる。

[0037] <その他の成分>

上記油脂組成物原料としては、上記トリグリセリドの他、任意に部分グリセリド、脂肪酸、抗酸化剤、乳化剤、水などの溶媒等のその他の成分を含んでいてもよい。これらその他の成分の量は、本発明の効果を損なわない限り任意の量とすることができるが、例えば、XXX型トリグリセリドの全質量を100質量%とした場合、0～5質量%、好ましくは0～2質量%、より好ましくは0～1質量%である。

[0038] 上記油脂組成物原料は、成分が複数含まれる場合、任意に混合してもよい。混合は、均質な反応基質が得られる限り公知のいかなる混合方法を用いてもよいが、例えば、パドルミキサー、アジホモミキサー、ディスパーミキサー等で行うことができる。

当該混合は、必要に応じて加熱下で混合してもよい。加熱は、後述の工程（b）における加熱温度と同程度であることが好ましく、例えば、50～120℃、好ましくは60～100℃、より好ましくは70～90℃、さらに好ましくは80℃で行われる。

[0039] （b）熔融状態の前記油脂組成物を得る工程

上記（d）工程の前に、上記工程（a）で準備された油脂組成物原料は、準備された時点で熔融状態にある場合、加熱せずにそのまま冷却されるが、準備された時点で熔融状態にない場合は、任意に加熱され、該油脂組成物原

料中に含まれるトリグリセリドを融解して溶融状態の油脂組成物原料を得る。

ここで、油脂組成物原料の加熱は、上記油脂組成物原料中に含まれるトリグリセリドの融点以上の温度、特にXXX型トリグリセリドを融解できる温度、例えば、70～200℃、好ましくは、75～150℃、より好ましくは80～100℃であることが適当である。また、加熱は、例えば、0.1～3時間、好ましくは、0.3～2時間、より好ましくは0.5～1時間継続することが適当である。

[0040] (d) 溶融状態の油脂組成物を冷却して粉末油脂組成物を得る工程

上記工程(a)又は(b)で準備された溶融状態の油脂組成物原料は、さらに冷却固化されて、β型油脂を含有し、その粒子形状が板状である粉末油脂組成物を形成する。

ここで、「溶融状態の油脂組成物原料を冷却固化」するためには、冷却温度の上限値として、溶融状態の油脂組成物原料を、当該油脂組成物原料に含まれる油脂成分のβ型油脂の融点より低い温度に保つことが必要である。「油脂組成物原料に含まれる油脂成分のβ型油脂の融点より低い温度」とは、例えば、炭素数が18のステアリン酸残基を3つ有するXXX型トリグリセリドの場合、β型油脂の融点は74℃であるので(表1)、当該融点より1～30℃低い温度(即ち44～73℃)、好ましくは当該融点より1～20℃低い温度(即ち54～73℃)、より好ましくは当該融点より1～15℃低い温度(即ち59～73℃)、特に好ましくは、1℃、2℃、3℃、4℃、5℃、6℃、7℃、8℃、9℃または10℃低い温度である。

より好ましくは、β型油脂を得るためには、冷却温度の下限值として、以下の式から求められる冷却温度以上に保つことが適当である。

$$\text{冷却温度 (℃)} = \text{炭素数} \times \times 6.6 - 68$$

(式中、炭素数×は、油脂組成物原料中に含まれるXXX型トリグリセリドの炭素数×)

このような冷却温度以上とするのは、XXX型トリグリセリドを含有する

β 型油脂を得るために、当該油脂の結晶化の際、冷却温度を β 型油脂以外の α 型油脂や β' 型油脂が結晶化しない温度に設定する必要があるためである。冷却温度は、主にXXX型トリグリセリドの分子の大きさに依存するので、炭素数 x と最適な冷却温度の下限値との間には一定の相関関係があることが理解できる。

例えば、油脂組成物原料に含まれるXXX型トリグリセリドが、炭素数が18のステアリン酸残基を3つ有するXXX型トリグリセリドである場合、冷却温度の下限値は50.8℃以上となる。従って、炭素数が18のステアリン酸残基を3つ有するXXX型トリグリセリドの場合、「溶融状態の油脂組成物原料を冷却固化」する温度は、50.8℃以上72℃以下がより好ましいこととなる。

また、XXX型トリグリセリドが2種以上の混合物である場合は、炭素数 x が小さい方の冷却温度に合わせてその下限値を決定することができる。例えば、油脂組成物原料に含まれるXXX型トリグリセリドが、炭素数が16のパルミチン酸残基を3つ有するXXX型トリグリセリドと炭素数が18のステアリン酸残基を3つ有するXXX型トリグリセリドとの混合物である場合、冷却温度の下限値は小さい方の炭素数16に合わせて37.6℃以上となる。

[0041] 別の態様として、上記冷却温度の下限値は、XXX型トリグリセリドを含む油脂組成物原料の、当該 β 型油脂に対応する α 型油脂の融点以上の温度であることが適当である。例えば、油脂組成物原料に含まれるXXX型トリグリセリドが、炭素数が18のステアリン酸残基を3つ有するXXX型トリグリセリドである場合、当該ステアリン酸残基を3つ有するXXX型トリグリセリドの α 型油脂の融点は55℃であるから(表1)、かかる場合の「溶融状態の油脂組成物原料を冷却固化」する温度は、55℃以上72℃以下が好ましいこととなる。

[0042] さらに別の態様として、溶融状態にある油脂組成物原料の冷却は、例えば x が10～12のときは最終温度が、好ましくは-2～46℃、より好まし

くは12～44℃、更に好ましくは14～42℃の温度になるように冷却することによって行われる。冷却における最終温度は、例えばxが13又は14のときは、好ましくは24～56℃、より好ましくは32～54℃、更に好ましくは40～52℃であり、xが15又は16のときは、好ましくは36～66℃、より好ましくは44～64℃、更に好ましくは52～62℃であり、xが17又は18のときは、好ましくは50～72℃、より好ましくは54～70℃、更に好ましくは58～68℃であり、xが19又は20のときは、好ましくは62～80℃、より好ましくは66～78℃、更に好ましくは70～77℃であり、xが21又は22のときは、好ましくは66～84℃、より好ましくは70～82℃、更に好ましくは74～80℃である。上記最終温度において、例えば、好ましくは2時間以上、より好ましくは4時間以上、更に好ましくは6時間以上であって、好ましくは2日間以下、より好ましくは24時間以下、更に好ましくは12時間以下、静置することが適当である。

[0043] (c) 粉末生成促進工程

さらに、工程(d)の前、上記工程(a)又は(b)と(d)との間に、(c)粉末生成を促進するための任意工程として、工程(d)で使用する溶融状態の油脂組成物原料に対し、シーディング法(c1)、テンパリング法(c2)及び／又は(c3)予備冷却法による処理を行ってもよい。これらの任意工程(c1)～(c3)は、いずれか単独で行ってもよいし、複数の工程を組み合わせで行ってもよい。ここで、工程(a)又は(b)と工程(d)との間とは、工程(a)又は(b)中、工程(a)又は(b)の後であって工程(d)の前、工程(d)中を含む意味である。

シーディング法(c1)及びテンパリング法(c2)は、本発明の粉末油脂組成物の製造において、溶融状態にある油脂組成物原料をより確実に粉末状とするために、最終温度まで冷却する前に、溶融状態にある油脂組成物原料を処置する粉末生成促進方法である。ここで、シーディング法(c1)とは、粉末の核(種)となる成分を溶融状態にある油脂組成物原料の冷却時

に少量添加して、粉末化を促進する方法である。具体的には、例えば、工程（b）で得られた溶融状態にある油脂組成物原料に、当該油脂組成物原料中のXXX型トリグリセリドと炭素数が同じXXX型トリグリセリドを好ましくは80質量%以上、より好ましくは90質量%以上含む油脂粉末を核（種）となる成分として準備する。この核となる油脂粉末を、溶融状態にある油脂組成物原料の冷却時、当該油脂組成物原料の温度が、例えば、最終冷却温度 $\pm 0 \sim +10^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $+5 \sim +10^{\circ}\text{C}$ の温度に到達した時点で、当該溶融状態にある油脂組成物原料100質量部に対して0.1～1質量部、好ましくは0.2～0.8質量部添加することにより、油脂組成物の粉末化を促進する方法である。

また、テンパリング法（c2）とは、溶融状態にある油脂組成物原料の冷却において、最終冷却温度で静置する前に一度、工程（d）の冷却温度よりも低い温度、例えば $5 \sim 20^{\circ}\text{C}$ 低い温度、好ましくは $7 \sim 15^{\circ}\text{C}$ 低い温度、より好ましくは 10°C 程度低い温度に、好ましくは10～120分間、より好ましくは30～90分間程度冷却することにより、油脂組成物の粉末化を促進する方法である。

さらに、予備冷却法（c3）とは、前記工程（a）又は（b）で得られた溶融状態の油脂組成物原料を、工程（d）にて冷却する前に、前記XXX型トリグリセリドを含む油脂組成物原料を準備した時の温度と前記油脂組成物原料の冷却時の冷却温度との間の温度で一旦冷却する方法、言い換えれば、工程（a）又は（b）の溶融状態の温度よりも低く、工程（d）の冷却温度よりも高い温度で一旦予備冷却する方法である。（c3）予備冷却法に続いて、工程（d）の油脂組成物原料の冷却時の冷却温度で冷却することが行われる。工程（d）の冷却温度より高い温度とは、例えば、工程（d）の冷却温度よりも $2 \sim 40^{\circ}\text{C}$ 高い温度、好ましくは $3 \sim 30^{\circ}\text{C}$ 高い温度、より好ましくは $4 \sim 30^{\circ}\text{C}$ 高い温度、さらに好ましくは $5 \sim 10^{\circ}\text{C}$ 程度高い温度であり得る。前記予備冷却する温度を低く設定すればするほど、工程（d）の冷却温度における本冷却時間を短くすることができる。すなわち、予備冷却法

とは、シーディング法やテンパリング法と異なり、冷却温度を段階的に下げるだけで油脂組成物の粉末化を促進できる方法であり、工業的に製造する場合に利点が多い。

[0044] (e) 固形物を粉砕して粉末油脂組成物を得る工程

上記工程 (d) の冷却によって粉末油脂組成物を得る工程は、より具体的には、工程 (d) の冷却によって得られる固形物を粉砕して粉末油脂組成物を得る工程 (e) によって行われてもよい。

詳細に説明すると、まず、上記油脂組成物原料を融解して熔融状態の油脂組成物を得、その後冷却して熔融状態の油脂組成物原料よりも体積が増加した空隙を有する固形物を形成する。空隙を有する固形物となった油脂組成物は、軽い衝撃を加えることで粉砕でき、固形物が容易に崩壊して粉末状となる。

ここで、軽い衝撃を加える手段は特に特定されないが、振る、篩に掛ける等により、軽く振動（衝撃）を与えて粉砕する（ほぐす）方法が、簡便で好ましい。

なお、該固形物を公知の粉砕加工手段により粉砕してもよい。このような粉砕加工手段の一例としては、ハンマーミル、カッターミル等が挙げられる。

[0045] <乳化組成物中の乳化用粉末油脂組成物の含有量>

本発明の乳化用粉末油脂組成物は、上述した乳化組成物中の「油相」の量を基準として含有される。すなわち、乳化組成物中の油相 100 質量部に対して、0.5～20 質量部で含有される。より好ましくは、1～18 質量部であり、さらに好ましくは、3～15 質量部、殊更好ましくは、5～10 質量部である。

本発明の乳化組成物中の油相 100 質量部に対して、本発明の乳化用粉末油脂組成物を少なくとも 0.5 質量部以上含有させれば、本発明の所望の乳化効果が得られる。また、本発明の乳化組成物に対して、20 質量部以下の乳化用粉末油脂組成物を含有させると、物性等への影響が少ないので好まし

い。

[0046] <乳化組成物の製造方法>

本発明の乳化組成物の製造方法は、特に制限されず、物理的方法、反転乳化法、液晶乳化法、D相乳化法、三相乳化法等の一般的な方法で製造することができる。すなわち、水相と油相を混合して乳化組成物を製造する際、前記油相に上記乳化用粉末油脂組成物を配合すればよい。例えば、油脂と必要に応じてその他成分の油溶性成分とを含む油相に対し、本発明の乳化用粉末油脂組成物を加え、水にその他成分の水溶性成分を溶解乃至分散させた水相を加え、両者を混合乳化することにより製造される。前述のとおり、本発明の乳化組成物は、油中水型乳化組成物を形成しやすい傾向があるので、油中水型乳化組成物（いわゆる、W/O型エマルジョン）の製造方法であることが好ましい。さらに、本発明の乳化用粉末油脂組成物は、それ自体に乳化力があるので、本発明の乳化組成物は、乳化剤を使用しないで製造することが好ましい。混合乳化する際の温度は常温（20℃）であることが好ましく、また、常温よりも温度を高くして混合乳化する場合は、本発明の乳化用粉末油脂組成物の全てが溶解しない温度（例えば、上述した粉末油脂組成物を得る工程の冷却温度以下）で行うことが好ましい。混合乳化するための機器としては、ホモジナイザー等の乳化機、コロイドミル等の分散機、ホモミキサー、ナウミキサー等の攪拌装置が挙げられる。次に、本発明の乳化組成物を殺菌処理することが望ましい。殺菌方法は、タンクでのバッチ式であってもよく、プレート型熱交換機や掻き取り式熱交換機を用いた連続式であってもよい。さらに、本発明の乳化組成物を冷却し、結晶化させることが好ましい。より好ましくは冷却し、可塑化させる。冷却条件は、好ましくは−0.5℃/分以上、更に好ましくは−5℃/分以上とする。この際、徐冷却より急冷却の方が好ましい。冷却するための機器としては、密閉型連続式チューブ冷却機、例えば、ボテーター、コンピネーター及びパーフェクターなどの急冷混捏機が挙げられる。また、開放型のダイアクーラーとコンプレクターとの組合せが挙げられる。

[0047] <乳化剤の代替剤又は乳化補助剤>

ところで、これまで述べたように、本発明に用いる乳化用粉末油脂組成物は、乳化剤を用いなくても乳化組成物を製造することができるので、それ自体、乳化力があり、乳化剤の代替剤（乳化剤の代わりとなる剤）又は乳化補助剤（乳化剤の乳化作用を補うための剤）として使用することができる。すなわち、本発明は、上記乳化用粉末油脂組成物を有効成分とする、乳化剤の代替剤又は乳化補助剤にも関する。

本発明の乳化剤の代替剤又は乳化補助剤は、上述の乳化用粉末油脂組成物を有効成分として含有する。本発明の乳化剤の代替剤又は乳化補助剤は、上記の乳化用粉末油脂組成物を、好ましくは60質量%以上含有し、より好ましくは80質量%以上含有し、さらに好ましくは100質量%以上含有する。

また、本発明の乳化剤の代替剤又は乳化補助剤は、有効成分であると上述した乳化用粉末油脂組成物を含有したものであればよく、この他に本発明の効果を損なわない範囲で、大豆油、菜種油などの油脂、デキストリン、澱粉等の賦形剤等を含有させたものであってもよい。

但し、本発明の好ましい乳化剤の代替剤又は乳化補助剤は、実質的に、当該乳化用粉末油脂組成物のみからなることが好ましい。ここで「実質的に」とは、乳化剤の代替剤又は乳化補助剤中に含まれる乳化用粉末油脂組成物以外の成分が、乳化剤の代替剤又は乳化補助剤を100質量%とした場合、例えば、0～15質量%、好ましくは0～10質量%、より好ましくは0～5質量%であることを意味する。

実施例

[0048] 次に、実施例および比較例を挙げ、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。また、以下において「%」とは、特別な記載がない場合、質量%を示し、「部」とは質量部を示す。

[分析方法]

・トリグリセリド組成

ガスクロマトグラフィー分析条件

DB1-ht (0.32mm×0.1 μm×5m) Agilent Technologies社 (123-1131)

注入量 : 1.0 μL

注入口 : 370°C

検出器 : 370°C

スプリット比 : 50/1 35.1kPa コンスタントプレッシャー

カラムCT : 200°C (0min hold) ~ (15°C/min) ~ 370°C (4min hold)

・ X線回折測定

X線回折装置Ultima IV (株式会社リガク社製) を用いて、Cu K α ($\lambda = 1.542 \text{ \AA}$) を線源とし、Cu用フィルタ使用、出力1.6 kW、操作角0.96~30.0°、測定速度2°/分の条件で測定した。この測定により、XXX型トリグリセリドを含む油脂成分における α 型油脂、 β' 型油脂、及び β 型油脂の存在を確認した。4.6 Å付近のピークのみを有し、4.1~4.2 Å付近のピークを有しない場合は、油脂成分のすべてが β 型油脂であると判断した。

なお、上記X線回折測定の結果から、ピーク強度比 = [β 型の特徴的ピークの強度 ($2\theta = 19^\circ$ (4.6 Å)) / (α 型の特徴的ピークの強度 ($2\theta = 21^\circ$ (4.2 Å)) + β 型の特徴的ピークの強度 ($2\theta = 19^\circ$ (4.6 Å)))] を β 型油脂の存在量を表す指標として測定した。

[0049] ・ ゆるめ嵩密度

実施例等で得られた粉末油脂組成物のゆるめ嵩密度 (g/cm^3) は、内径15 mm×25 mLのメスシリンダーに、当該メスシリンダーの上部開口端から2 cm程度上方から粉末油脂組成物を落下させて疎充填し、充填された質量 (g) の測定と容量 (mL) の読み取りを行い、mL当たりの当該粉末油脂組成物の質量 (g) を算出することで求めた。

・ 結晶 (顕微鏡写真)

3Dリアルサーフェスビュー顕微鏡VE-8800 (株式会社キーエンス製) にて得られた粉末油脂組成物の結晶の撮影を行った。得られた顕微鏡写真を図4

(製造実施例 7) 及び図 5 (製造比較例 3) に示す。

・アスペクト比

走査型電子顕微鏡 S-3400N (株式会社日立ハイテクノロジーズ製) により直接観察し、画像解析式粒度分布測定ソフトウェア (株式会社マウンテック製 *Mac-View*) を用いて、任意に選択した粒子について、その長軸方向の長さおよび短軸方向の長さを計測し、計測した個数の平均値として測定した。

・平均粒径 (d 5 0)

粒度分布測定装置 (日機装株式会社製 *Microtrac MT3300EXII*) でレーザー回折散乱法 (ISO133201, ISO9276-1) に基づいて測定した。なお、測定した平均粒径は、d 5 0 の値である。

[0050] <原料>

(1) 粉末油脂組成物 A (乳化用粉末油脂組成物)

1 位～3 位にステアリン酸残基 (炭素数 18) を有するトリグリセリド (XXX 型: 79.1 質量%、菜種極度硬化油、横関油脂工業株式会社製) 25 g を 80℃ にて 0.5 時間維持して完全に融解し、60℃ 恒温槽にて 12 時間冷却し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温 (25℃) 状態まで冷却した。得られた固形物を機械粉砕することで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物 (ゆるめ嵩密度: 0.2 g/cm³、アスペクト比 1.6、平均粒径 8.0 μm、X 線回折測定回折ピーク: 4.6 Å、ピーク強度比: 0.89) を得た。以下の試験例 1～3 では、この粉末油脂組成物 A を用いた。

また、粉末油脂組成物 A の顕微鏡写真を、図 19 (100 倍)、図 20 (300 倍) に示す。

(2) 粉末油脂 B

粉末油脂 B として、市販の粉末油脂 (理研ビタミン株式会社製: スプレーファット NR100) を用いた。

この粉末油脂 B は、ビーズ状の球形粉末であり、油脂をカプセルに閉じ込

めた水に容易に分散し、平均粒径は $86\mu\text{m}$ で、X線回折分析の結果、回折ピークが4.6で、強度比が0.91であった。

また、粉末油脂Bの顕微鏡写真を、図21（100倍）、図22（300倍）に示す。

(3) 油相

キャノーラ油（日清オイリオグループ株式会社製）

(4) 水相

イオン交換水（オルガノ株式会社製ボンベタイプカートリッジ式純水装置で製造したイオン交換水）

[0051] [試験例1] 本発明の粉末油脂組成物の乳化効果

<乳化組成物の製造>

下記表2の配合に従って、実施例1～2の乳化組成物及び比較例1の組成物を製造した。より詳細には、100mlのサンプル瓶の中に、上記粉末油脂組成物Aを、油相100質量部に対して0.01質量部（比較例1）、1.0質量部（実施例1）、5.0質量部（実施例2）となるようにキャノーラ油に加え、これに対しさらに水相（イオン交換水）を加えて、50℃で一晩保管した（溶解度の確認）。次に、20℃でホモミキサー（プライミクス株式会社製）を用いて10000rpmで2分間乳化混合し、前記油相と水相を乳化させた。そして、乳化直後の乳化状態と、それから72時間後の乳化状態をそれぞれ観察した（乳化安定性の確認）。以上、50℃で一晩保管したときの状態、乳化直後の状態、72時間後の状態を図1に示した。

[0052] [表2]

〔表2〕乳化組成物の配合（質量％）			
原材料	比較例1	実施例1	実施例2
キャノーラ油	70	70	70
イオン交換水	30	30	30
粉末油脂組成物A	0.007	0.7	3.5
対油相（質量部）	0.01	1.0	5.0

[0053] <粉末油脂組成物の乳化効果>

図1から明らかであるように、粉末油脂組成物Aは、油相と水相の界面に集まる傾向を示した（油相中に存在）。特に、実施例2においては、界面が白く見えており、粉末油脂組成物Aの油相に対する溶解度は低いと思われた。次に、油相と水相をホモミキサーで乳化すると、乳化直後の比較例1では油相が濁るだけで水相とは乳化は起こらなかった。一方、乳化直後の実施例1～2では油相と水相の界面は見えなくなり、水中に滴下すると連続相が油であるため、水と混じり合わず、水面に分離した状態で浮遊することから、油中水型乳化組成物（いわゆるW/O型エマルジョン）になっていることが確認できた。次に、それから72時間後の状態をみると、比較例1は乳化直後の状態と変わらず、油相と水相の界面があり、乳化はされていなかった。一方、実施例1～2においても同様に、油相と水相の界面が発生し、解乳化が起こっていることが確認できた。

[0054] [試験例2] 粉末油脂組成物の乳化安定性

粉末油脂組成物Aによる乳化安定性をより詳細に検討するため、油割合（油相の割合）を様々な値（50、60、70、80、90質量%）に変更し、試験例1と同様の実験を行った。なお、油割合の残り（100質量%－油割合）が水相の割合になる。その結果を表3～4にまとめた。より具体的には、表3～4に示した配合割合で100mlのサンプル瓶の中にキャノーラ油（油相）とイオン交換水（水相）とを混合した。それぞれの油相には予め油相100質量部に対し5.0質量部の粉末油脂組成物Aを添加したもの（実施例3～7）と、比較例として、前記粉末油脂組成物Aを添加しないもの（比較例2～6）とを用意した。また、油割合50質量%として、油相100質量部に対し5質量部の粉末油脂Bを添加したもの（比較例7）とを用意した。これらを20℃でホモミキサー（プライミクス株式会社製）を用いて10000rpmで2分間混合し、乳化させた。乳化直後の状態、5時間後の状態及び／又は24時間後の状態を図2～4に示した。なお、図2は、実施例3～7の粉末油脂組成物Aを添加した場合であり、図3は、比較例2～6の粉末油脂組成物Aを添加しなかった場合を示す。また、図4は、比較

例 7 の粉末油脂 B を添加した場合を示す。

[0055] [表3]

[表3] 乳化安定性試験結果(粉末油脂組成物Aあり)					
	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7
油割合(%)	90	80	70	60	50
全体高さ(mm)	67	65	65	63	60
5時間後の界面の位置(mm)	分離なし	分離なし	分離なし	分離なし	分離なし
24時間後の界面の位置(mm)	62	62	60	58	53

[0056] [表4]

[表4] 乳化安定性の試験結果(粉末油脂組成物Aなし)						
	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6	比較例7
油割合(%)	90	80	70	60	50	50
全体高さ(mm)	64	62	63	62	60	60
5時間後の界面の位置(mm)	4	10	17	21	27	40
24時間後の界面の位置(mm)	60/6	60/12	60/17	58/21	57/27	30

[0057] 表 3 及び図 2 から明らかであるように、実施例 3～7 においては、全ての油割合で粉末油脂組成物 A を添加した場合、乳化してから 5 時間後であっても、乳化分離が起こらず、乳化状態を維持していることがわかった。このように油割合を変えても乳化状態に影響を与えないことから、油割合が少なくとも 50 質量%から 90 質量%であれば、安定した乳化組成物を製造できることがわかった。しかしながら、実施例 3～7 においては、24 時間後には、界面の発生が確認できるから（例えば、表中「62」とは、サンプル瓶の底面から 62 mm のところに界面が発生したことを示す。）、解乳化が起こることがわかった。

また、表 4 及び図 3 から明らかであるように、比較例 2～6 においては、全ての油割合で粉末油脂組成物 A を添加しない場合、乳化してから 5 時間後には、既に分離が起こっており、安定した乳化状態を維持できないことが確認できた。さらに 24 時間後には 2 つの界面が発生しているから（例えば、

表中「60/6」とは、サンプル瓶の底面から60mmと6mmの両方に界面が発生したことを示す。）、解乳化がより進んでいることが確認できた。

さらに、表4及び図4から明らかであるように、比較例7においては、市販の粉末油脂Bを添加した場合、乳化してから5時間後には、界面が見えてきており（表中「40」とは、サンプル瓶の底面から40mmに界面が発生したことを示す。）、安定した乳化状態を維持できないことがわかった。また、24時間後にはさらに分離が進み、界面がよりはっきりしてきており（表中「30」とは、サンプル瓶の底面から30mmに界面が発生したことを示す。）、解乳化がさらに進んでいることが確認できた。

[0058] [試験例3] マヨネーズ様食品の油水分離試験

上記のように粉末油脂組成物A自体の乳化能力が確認できたので、既存の乳化組成物に対して乳化補助剤としての効果（乳化安定性を高める効果）があるかどうかを確認するための試験を行った。

まず、市販の卵黄、食酢、食塩、マスタード及びサラダ油（日清オイリオグループ社製：日清サラダ油）を使用し、表5に示した配合で、マヨネーズ様食品を製造した。より具体的には、マヨネーズ様食品は、以下の製造手順に従って製造した。表5に示された配合の卵黄、食酢、食塩、マスタード及び粉末油脂組成物A（油相に相当するサラダ油100質量部に対して1質量部）を容器に入れて（ただし、比較例8では、粉末油脂組成物Aを入れない代わりにサラダ油を入れる）、市販のブレンダーで10秒間攪拌した。攪拌しながら1分30秒間かけて、表5に示された量のサラダ油を徐々に投入した。そのまま1分間攪拌することで乳化させてマヨネーズ様食品（水中油型乳化組成物）を製造した。

[0059]

[表5]

〔表5〕マヨネーズ様食品		実施例 8	比較例 8
マヨネーズ様食品の配合 (%)	卵黄	1 0	1 0
	食酢	1 5	1 5
	食塩	1 . 5	1 . 5
	マスタード	1 . 5	1 . 5
	粉末油脂組成物A	0 . 7 2	—
	サラダ油	7 1 . 2 8	7 2
マヨネーズ様食品中の油脂含有量 (%)		7 2	7 2

[0060] 下記評価基準に従って、得られたマヨネーズ様食品の冷凍耐性を評価した。冷凍耐性の評価は次のように行った。まず、得られたマヨネーズ様食品を100mLのガラス製のバイアルビン瓶に入れて、粉末油脂組成物Aを配合したものと配合していないものとをそれぞれ7本用意した。計14本のマヨネーズ様食品が入ったガラス製のバイアルビン瓶を−20℃の冷凍庫に入れて、最長1週間保存した。一日毎にそれぞれ1本ずつマヨネーズ様食品が入ったガラスバイアルビン瓶を20℃の恒温槽へ移し、解凍した後、目視により油水分離の有無を確認した。その結果を表6及び図5にまとめた。なお、図5中「−20℃ Control」とは、粉末油脂組成物Aを配合しないものであり、「−20℃ Powder」とは、粉末油脂組成物Aを配合したものである。

＜冷凍耐性の評価基準＞

○：油水分離が見られない

×：油水分離が見られる

なお、表中の「数字」は分離度（単位：mm）、すなわち、分離がどれだけ起こっているかの程度を示す（数値が大きいほど、分離が進んでいることを示す）。

乳化組成物

[0061] [表6]

〔表6〕マヨネーズ様食品の油水分離試験結果(乳化補助剤)							
	DAY1	DAY2	DAY3	DAY4	DAY5	DAY6	DAY7
実施例8	○	○	○	○	○	○	○
比較例8	○	○	○	×(1.0)	×(1.5)	×(5.0)	×(9.4)

[0062] 表6及び図5から明らかであるように、粉末油脂組成物Aには、 -20°C で保管した際のマヨネーズ様食品（水中油型乳化組成物）の油水分離の発生を抑制する効果があることがわかった。したがって、本発明の乳化用粉末油脂組成物は、既存の乳化剤（試験例3では卵黄中のレシチンが乳化剤に相当）の乳化力を補助する効果があることが確認できた。このような乳化用粉末油脂組成物の乳化補助力は、様々な食品、化粧品、医薬品の乳化安定性に寄与できることが予想される。

[0063] さらに、本発明の粉末油脂組成物の製造実施例を以下に示す。これらの製造実施例により得られた粉末状の組成物も、前記実施例同様に、乳化用粉末油脂組成物として使用することができる。

（製造実施例1）： $x = 16$

1位～3位にパルミチン酸残基（炭素数16）を有するトリグリセリド（XXX型：89.7質量%、トリパルミチン、東京化成工業株式会社製）25gを 80°C にて0.5時間維持して完全に融解し、 50°C 恒温槽にて12時間冷却し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温（ 25°C ）状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物（ゆるめ嵩密度： 0.2 g/cm^3 、アスペクト比：2.0、平均粒径： $119\text{ }\mu\text{m}$ 、X線回折測定回折ピーク： $4.6\text{ }\text{\AA}$ 、ピーク強度比：0.90）を得た。

[0064] （製造実施例2）： $x = 16$

1位～3位にパルミチン酸残基（炭素数16）を有するトリグリセリド（XXX型：69.9質量%、ハードパームステアリン、日清オイリオグループ株式会社製）25gを 80°C にて0.5時間維持して完全に融解し、 50°C 恒温槽にて12時間冷却し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温（ 25°C ）状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物（ゆるめ嵩密度： 0.3 g/cm^3 、アスペクト比：1.4、平均粒径 $99\text{ }\mu\text{m}$ 、X線回折測定回折ピーク： $4.6\text{ }\text{\AA}$ 、ピーク強度比：0.88）を得た。

[0065] (製造実施例3) : $x = 16$ 、(c2) テンパリング法

1位～3位にパルミチン酸残基(炭素数16)を有するトリグリセリド(XXX型: 89.7質量%、トリパルミチン、東京化成工業株式会社製) 15gを、80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、30℃恒温槽にて0.01時間冷却した後、60℃恒温槽にて2時間静置し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温(25℃)状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物(ゆるめ嵩密度: 0.2 g/cm³、アスペクト比: 2.0、平均粒径 87 μm、X線回折測定回折ピーク: 4.6 Å、ピーク強度比: 0.89)を得た。

[0066] (製造実施例4) : $x = 16$ 、(c1) シーディング法

1位～3位にパルミチン酸残基(炭素数16)を有するトリグリセリド(XXX型: 89.7質量%、トリパルミチン、東京化成工業株式会社製) 15gを80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、60℃恒温槽にて品温が60℃になるまで冷却した後、トリパルミチン油脂粉末を原料油脂に対して、0.1質量%添加し、60℃恒温槽にて2時間静置し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温(25℃)状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物(ゆるめ嵩密度: 0.2 g/cm³、アスペクト比: 2.0、平均粒径 92 μm、X線回折測定回折ピーク: 4.6 Å、ピーク強度比: 0.89)を得た。

[0067] (製造実施例5) : $x = 18$

1位～3位にステアリン酸残基(炭素数18)を有するトリグリセリド(XXX型: 99.6質量%、トリステアリン、シグマアルドリッチ製) 3gを80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、60℃恒温槽にて12時間冷却し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温(25℃)状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物(ゆるめ嵩密度: 0.2 g/cm³、ア

スペクトル比：2.0、平均粒径 $30\mu\text{m}$ 、X線回折測定回折ピーク：4.6 Å、ピーク強度比：0.93)を得た。

[0068] (製造実施例6) : $x = 18$

1位～3位にステアリン酸残基(炭素数18)を有するトリグリセリド(XXX型：96.0質量%、トリステアリン、東京化成工業株式会社製)25gを80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、55℃恒温槽にて12時間冷却し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温(25℃)状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物(ゆるめ嵩密度：0.2 g/cm³、アスペクト比：2.0、平均粒径 $31\mu\text{m}$ 、X線回折測定回折ピーク：4.6 Å、ピーク強度比：0.88)を得た。

[0069] (製造実施例7) : $x = 18$

1位～3位にステアリン酸残基(炭素数18)を有するトリグリセリド(XXX型：79.1質量%、菜種極度硬化油、横関油脂工業株式会社製)25gを80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、55℃恒温槽にて12時間冷却し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温(25℃)状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物(ゆるめ嵩密度：0.2 g/cm³、アスペクト比：1.6、平均粒径 $54\mu\text{m}$ 、X線回折測定回折ピーク：4.6 Å、ピーク強度比：0.89)を得た。

[0070] (製造実施例8) : $x = 18$

1位～3位にステアリン酸残基(炭素数18)を有するトリグリセリド(XXX型：66.7質量%、大豆極度硬化油、横関油脂工業株式会社製)25gを80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、55℃恒温槽にて12時間冷却し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ結晶化を完了させた後、室温(25℃)状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物(ゆるめ嵩密度：0.3 g/cm³、アスペクト比：1.4、平均粒径 $60\mu\text{m}$ 、X線回折測定回折ピーク：4.6

Å、ピーク強度比：0.91)を得た。

[0071] (製造実施例9) : $x = 18$

1位～3位にステアリン酸残基(炭素数18)を有するトリグリセリド(XXX型:84.1質量%、日清ひまわり油(S)(ハイオレイックヒマワリ油)、日清オイリオグループ株式会社製)を定法により完全水素添加処理を行い水素添加物(XXX型:83.9質量%)を得た。得られたハイオレイックヒマワリ油極度硬化油25gを80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、55℃恒温槽にて12時間冷却し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ結晶化を完了させた後、室温(25℃)状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物(ゆるめ嵩密度:0.2g/cm³、アスペクト比:1.6、平均粒径48μm、X線回折測定回折ピーク:4.6Å、ピーク強度比:0.89)を得た。

[0072] (製造実施例10) : $x = 18$

1位～3位にステアリン酸残基(炭素数18)を有するトリグリセリド(XXX型:66.7質量%、大豆極度硬化油、横関油脂工業株式会社製)18.75gと、別の1位～3位にステアリン酸残基(炭素数18)を有するトリグリセリド(XXX型:11.1質量%、パーム極度硬化油、横関油脂工業株式会社製)6.25gを混合し、原料油脂とした(XXX型:53.6質量%)。原料油脂を80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、55℃恒温槽にて12時間冷却し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温(25℃)状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物(ゆるめ嵩密度:0.3g/cm³、アスペクト比:1.4、平均粒径63μm、X線回折測定回折ピーク:4.6Å、ピーク強度比:0.78)を得た。なお、パーム極度硬化油は、XXX型トリグリセリドの含量が極めて少ないので、希釈成分として使用した(以下、同様)。

[0073] (製造実施例11) : $x = 18$ 、(c1)シーディング法

1位～3位にステアリン酸残基(炭素数18)を有するトリグリセリド(

XXX型：96.0質量%、トリステアリン、東京化成工業株式会社製）25gを80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、70℃恒温槽にて品温が70℃になるまで冷却した後、トリステアリン油脂粉末を原料油脂に対して、0.1質量%添加し、70℃恒温槽にて12時間静置し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温（25℃）状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物（ゆるめ嵩密度：0.2g/cm³、アスペクト比：2.0、平均粒径36μm、X線回折測定回折ピーク：4.6Å、ピーク強度比：0.88）を得た。

[0074]（製造実施例12）：x=18、（c2）テンパリング法

1位～3位にステアリン酸残基（炭素数18）を有するトリグリセリド（XXX型：79.1質量%、菜種極度硬化油、横関油脂工業株式会社製）15gを80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、50℃恒温槽にて0.1時間冷却した後、65℃恒温槽にて6時間静置し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温（25℃）状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物（ゆるめ嵩密度：0.2g/cm³、アスペクト比：1.6、平均粒径50μm、X線回折測定回折ピーク：4.6Å、ピーク強度比：0.90）を得た。

[0075]（製造実施例13）：x=18、（c2）テンパリング法

1位～3位にステアリン酸残基（炭素数18）を有するトリグリセリド（XXX型：79.1質量%、菜種極度硬化油、横関油脂工業株式会社製）15gを、80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、40℃恒温槽にて0.01時間冷却した後、65℃恒温槽にて2時間静置し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温（25℃）状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物（ゆるめ嵩密度：0.2g/cm³、アスペクト比：1.6、平均粒径52μm、X線回折測定回折ピーク：4.6Å、ピーク強度比：0.89）

を得た。

[0076] (製造実施例 1 4) : $x = 18$ 、(c 3) 予備冷却法

1 位～3 位にステアリン酸残基 (炭素数 18) を有するトリグリセリド (XXX 型 : 79.1 質量%、菜種極度硬化油、横関油脂工業株式会社製) 25 g を 80℃ にて 0.5 時間維持して完全に融解し、原料油脂を 70℃ になるまで 70℃ の恒温槽で保持し、65℃ 恒温槽にて 8 時間冷却し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温 (25℃) 状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物 (ゆるめ嵩密度 : 0.2 g/cm³、アスペクト比 : 1.6、平均粒径 60 μm、X 線回折測定回折ピーク : 4.6 Å、ピーク強度比 : 0.89) を得た。

[0077] (製造実施例 1 5) : $x = 20$

1 位～3 位にアラキジン酸残基 (炭素数 20) を有するトリグリセリド (XXX 型 : 99.5 質量%、トリアラキジン、東京化成工業株式会社製) 10 g を 90℃ にて 0.5 時間維持して完全に融解し、72℃ 恒温槽にて 12 時間冷却し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温 (25℃) 状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物 (ゆるめ嵩密度 : 0.2 g/cm³、アスペクト比 : 2.0、平均粒径 42 μm、X 線回折測定回折ピーク : 4.6 Å、ピーク強度比 : 0.92) を得た。

[0078] (製造実施例 1 6) : $x = 22$

1 位～3 位にベヘン酸残基 (炭素数 22) を有するトリグリセリド (XXX 型 : 97.4 質量%、トリベヘニン、東京化成工業株式会社製) 10 g を 90℃ にて 0.5 時間維持して完全に融解し、79℃ 恒温槽にて 12 時間冷却し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温 (25℃) 状態まで冷却した。得られた固形物をほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物 (ゆるめ嵩密度 : 0.2 g/cm³、アスペクト比 : 2.0、平均粒径 52 μm、X 線回折測定回折ピーク : 4.6 Å、

ピーク強度比：0.93)を得た。

[0079] (製造実施例17) : $x = 16, 18$

1位～3位にパルミチン酸残基(炭素数16)を有するトリグリセリド(XXX型:89.7質量%、トリパルミチン、東京化成工業株式会社製)12.5gと、1位～3位にステアリン酸残基(炭素数18)を有するトリグリセリド(XXX型:96.0質量%、トリステアリン、東京化成工業株式会社)12.5gを混合し、原料油脂とした(XXX型:93.8%)。原料油脂を80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、55℃恒温槽にて16時間冷却し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させた後、ほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物(ゆるめ嵩密度:0.2g/cm³、アスペクト比:1.6、平均粒径74μm、X線回折測定回折ピーク:4.6Å、ピーク強度比:0.90)を得た。

[0080] (製造実施例18) : $x = 16, 18$

1位～3位にパルミチン酸残基(炭素数16)を有するトリグリセリド(XXX型:69.9質量%、ハードパームステアリン、日清オイリオグループ株式会社製)12.5gと、1位～3位にステアリン酸残基(炭素数18)を有するトリグリセリド(XXX型:79.1質量%、菜種極度硬化油、横関油脂工業株式会社製)12.5gを混合し、原料油脂とした(XXX型:75.3%)。原料油脂を80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、55℃恒温槽にて16時間冷却し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させた後、ほぐすことで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物(ゆるめ嵩密度:0.3g/cm³、アスペクト比:1.4、平均粒径77μm、X線回折測定回折ピーク:4.6Å、ピーク強度比:0.88)を得た。

[0081] (製造比較例1) : $x = 16$

1位～3位にパルミチン酸残基(炭素数16)を有するトリグリセリド(XXX型:89.7質量%、トリパルミチン、東京化成工業株式会社製)25gを80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、25℃恒温槽にて4時間冷却したところ、完全に固化し(X線回折測定回折ピーク:4.1Å、ピーク

強度比：0.10）、粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物には至らなかった。

[0082]（製造比較例2）： $x = 16、18$

1位～3位にパルミチン酸残基（炭素数16）を有するトリグリセリド（XXX型：69.9質量%、ハードパームステアリン、日清オイリオグループ株式会社製）12.5gと、1位～3位にステアリン酸残基（炭素数18）を有するトリグリセリド（XXX型：11.1質量%、パーム極度硬化油、横関油脂工業株式会社製）12.5gを混合し、原料油脂とした（XXX型：39.6質量%）。原料油脂を80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、40℃恒温槽にて12時間冷却したところ、完全に固化し（X線回折測定回折ピーク：4.2Å、ピーク強度比：0.12）、粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物には至らなかった。

[0083]（製造比較例3）： $x = 18$

1位～3位にステアリン酸残基（炭素数18）を有するトリグリセリド（XXX型：79.1質量%、菜種極度硬化油、横関油脂工業株式会社製）25gを80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、40℃恒温槽にて3時間冷却したところ、完全に固化し（X線回折測定回折ピーク：4.1Å、ピーク強度比：0.11）、粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物には至らなかった。

[0084]（製造比較例4）： $x = 18$

1位～3位にステアリン酸残基（炭素数18）を有するトリグリセリド（XXX型：66.7質量%、大豆極度硬化油、横関油脂工業株式会社製）12.5gと、別の1位～3位にステアリン酸残基（炭素数18）を有するトリグリセリド（XXX型：11.1質量%、パーム極度硬化油、横関油脂工業株式会社製）12.5gを混合し、原料油脂とした（XXX型：39.7質量%）。原料油脂を80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、55℃恒温槽にて12時間冷却したところ、完全に固化し（X線回折測定回折ピーク：4.2Å、ピーク強度比：0.12）、粉末状の結晶組成物である粉末油

脂組成物には至らなかった。

[0085] 上記製造実施例及び製造比較例の結果を表 7 及び表 8 にまとめる。

[0086] [表7]

表7	油脂成分	炭素数x	XXX型トリグリセリド(質量%)	ゆるめ嵩密度(g/cm ³)	アスペクト比
実施例1	トリパルミチン	16	89.7	0.2	2.0
実施例2	ハードパームステアリン	16	69.9	0.3	1.4
実施例3	トリパルミチン	16	89.7	0.2	2.0
実施例4	トリパルミチン	16	89.7	0.2	2.0
実施例5	トリステアリン	18	99.6	0.2	2.0
実施例6	トリステアリン	18	96.0	0.2	2.0
実施例7	菜種極度硬化油	18	79.1	0.2	1.6
実施例8	大豆極度硬化油	18	66.7	0.3	1.4
実施例9	ハイオレイックヒマワリ油極度硬化油	18	83.9	0.2	1.6
実施例10	大豆極度硬化油、パーム極度硬化油	18	53.6	0.3	1.4
実施例11	トリステアリン	18	96.0	0.2	2.0
実施例12	菜種極度硬化油	18	79.1	0.2	1.6
実施例13	菜種極度硬化油	18	79.1	0.2	1.6
実施例14	菜種極度硬化油	18	79.1	0.2	1.6
実施例15	トリアラキジン	20	99.5	0.2	2.0
実施例16	トリベヘニン	22	97.4	0.2	2.0
実施例17	トリパルミチン、トリステアリン	16、18	93.8	0.2	1.6
実施例18	ハードパームステアリン、菜種極度硬化油	16、18	75.3	0.3	1.4
比較例1	トリパルミチン	16	89.7	—	—
比較例2	ハードパームステアリン、パーム極度硬化油	16、18	39.6	—	—
比較例3	菜種極度硬化油	18	79.1	—	—
比較例4	大豆極度硬化油、パーム極度硬化油	18	39.7	—	—

[0087]

[表8]

表8	平均粒径 (μm)	X線回折 測定回折 ピーク($\text{\AA}$)	ピーク強 度比	テンパリング温度/ 時間	冷却の最終温度 /時間
実施例1	119	4.6	0.90	—	50℃/12時間
実施例2	99	4.6	0.88	—	50℃/12時間
実施例3	87	4.6	0.89	30℃/0.01時間	60℃/2時間
実施例4	92	4.6	0.89	—	60℃/2時間
実施例5	30	4.6	0.93	—	60℃/12時間
実施例6	31	4.6	0.88	—	55℃/12時間
実施例7	54	4.6	0.89	—	55℃/12時間
実施例8	60	4.6	0.91	—	55℃/12時間
実施例9	48	4.6	0.89	—	55℃/12時間
実施例10	63	4.6	0.78	—	55℃/12時間
実施例11	36	4.6	0.88	—	70℃/12時間
実施例12	50	4.6	0.90	50℃/0.1時間	65℃/6時間
実施例13	52	4.6	0.89	40℃/0.01時間	65℃/2時間
実施例14	60	4.6	0.89	—	65℃/8時間
実施例15	42	4.6	0.92	—	72℃/12時間
実施例16	52	4.6	0.93	—	79℃/12時間
実施例17	74	4.6	0.90	—	55℃/16時間
実施例18	77	4.6	0.88	—	55℃/16時間
比較例1	—	4.1	0.10	—	25℃/4時間
比較例2	—	4.2	0.12	—	40℃/12時間
比較例3	—	4.1	0.11	—	40℃/3時間
比較例4	—	4.2	0.12	—	55℃/12時間

[0088] ・粉末油脂組成物C（乳化用粉末油脂組成物）

1位～3位にステアリン酸残基（炭素数18）を有するトリグリセリド（XXX型：79.1質量%、菜種極度硬化油、横関油脂工業株式会社製）25gを80℃にて0.5時間維持して完全に融解し、60℃恒温槽にて12時間冷却し、体積が増加した空隙を有する固形物を形成させ、結晶化を完了させた後、室温（25℃）状態まで冷却した。得られた固形物を機械粉碎することで粉末状の結晶組成物である粉末油脂組成物（ゆるめ嵩密度：0.2g/cm³、アスペクト比1.51、平均粒径7.4 μm 、X線回折測定回折ピーク：4.6 $\text{\AA}$ 、ピーク強度比：0.89）を得た。以下の試験例4では、この粉末油脂組成物Cを用いた。

[0089] [試験例4] 本発明の粉末油脂組成物の乳化特性

<W/O型乳化組成物（油相40質量%）の製造>

20℃の恒温室内で、以下の1～7の手順で、表9に示す配合の実施例18のW/O型乳化組成物を製造した。

1. 200mLガラスビーカーにキャノーラ油を計り取った。
2. 粉末油脂組成物Cを、キャノーラ油に添加した。
3. 粉末油脂組成物Cを添加したキャノーラ油を、ホモミキサーを用いて、回転数5000rpmで1分間攪拌した。
4. 粉末油脂組成物Cを添加したキャノーラ油を、回転数5000rpmで攪拌しながら、別容器に測っておいたイオン交換水を、スポイトで1滴ずつ添加した。
5. すべてのイオン交換水を添加した後、ホモミキサーの回転数を10000rpmに上げて1分間攪拌し、W/O型乳化組成物を調製した。
6. 得られたW/O型乳化組成物を2本の試験管に10gずつ分注し、1本の試験管は20℃の恒温槽に入れ、もう1本の試験管は80℃ヒートブロックで加熱した。
7. 20℃保存及び80℃加熱の開始から10分後、W/O型乳化組成物を入れた2本の試験管を取り出し、並べて写真撮影をした。
8. 引き続き、1本の試験管は20℃の恒温槽に入れ、もう1本の試験管は80℃ヒートブロックで加熱した。
9. 20℃保存及び80℃加熱の開始から14時間後、W/O型乳化組成物を入れた2本の試験管を取り出し、並べて写真撮影をした。

比較として、表8に示す配合の粉末油脂組成物Cを配合していない比較例5のW/O型乳化組成物を、上記の手順と同様の方法（ただし、手順2は不実施）で、製造した。

得られた乳化組成物の20℃保存及び80℃加熱開始から10分後、及び14時間後の外観の様子を、表11に示す。

また、図13が、実施例18及び比較例5の乳化組成物の20℃保存及び

80℃加熱の開始から10分後の写真で、左から順に、(1)実施例18、20℃、10分後、(2)実施例18、80℃、10分後、(3)比較例5、20℃、10分後、(4)比較例5、80℃、10分後である。

そして、図14が、実施例18及び比較例5の乳化組成物の20℃保存及び80℃加熱の開始から14時間後の写真で、左から順に、(1)実施例18、20℃、14時間後、(2)実施例18、80℃、14時間後、(3)比較例5、20℃、14時間後、(4)比較例5、80℃、14時間後である。

[0090] [表9]

表9 W/O乳化組成物の配合(質量%)			
原材料		実施例18	比較例5
油相	キャノーラ油	38	40
	粉末油脂組成物C	2	0
水相	イオン交換水	60	60
合計		100	100

[0091] <W/O型乳化組成物(油相60質量%、油相80質量%)の製造>

実施例18及び比較例5と同様の方法で、表10に示す配合の実施例19及び比較例6のW/O型乳化組成物、並びに実施例20及び比較例7のW/O型乳化組成物を調製し、それぞれ写真撮影を行った。

得られた乳化組成物の20℃保存及び80℃加熱開始から10分後、及び14時間後の外観の様子を、表12及び表13に示す。

また、図15が、実施例19及び比較例6の乳化組成物の20℃保存及び80℃加熱の開始から10分後の写真で、左から順に、(1)実施例19、20℃、10分後、(2)実施例19、80℃、10分後、(3)比較例6、20℃、10分後、(4)比較例6、80℃、10分後である。

そして、図16が、実施例19及び比較例6の乳化組成物の20℃保存及び80℃加熱の開始から14時間後の写真で、左から順に、(1)実施例19、20℃、14時間後、(2)実施例19、80℃、14時間後、(3)比較例6、20℃、14時間後、(4)比較例6、80℃、14時間後であ

る。

また、図 17 が、実施例 20 及び比較例 7 の乳化組成物の 20℃保存及び 80℃加熱の開始から 10 分後の写真で、左から順に、(1) 実施例 20、20℃、10 分後、(2) 実施例 20、80℃、10 分後、(3) 比較例 7、20℃、10 分後、(4) 比較例 7、80℃、10 分後である。

そして、図 18 が、実施例 20 及び比較例 7 の乳化組成物の 20℃保存及び 80℃加熱の開始から 14 時間後の写真で、左から順に、(1) 実施例 20、20℃、14 時間後、(2) 実施例 20、80℃、14 時間後、(3) 比較例 7、20℃、14 時間後、(4) 比較例 7、80℃、14 時間後である。

[0092] [表10]

表10 W/O乳化組成物の配合(質量%)					
原材料		実施例19	比較例6	実施例20	比較例7
油相	キャノーラ油	57	60	76	80
	粉末油脂組成物C	3	0	4	0
水相	イオン交換水	40	40	20	20
合計		100	100	100	100

[0093] [表11]

表 1 1 W/O型乳化組成物(油相 40 質量%) の保存試験結果			
		実施例 1 8	比較例 5
20℃	10分後	乳化分離は生じてなかった。	乳化分離は生じてなかった。
	14時間後	少し油相が分離していたが、大部分が乳化状態であった。	油相と水相が二相に分離していた。
80℃	10分後	多量の離水が生じていた。	多量の離水が生じていた。
	14時間後	油相と水相が二相に分離していた。	油相と水相が二相に分離していた。

[0094]

[表12]

表 1 2 W/O型乳化組成物（油相 6 0 質量%）の保存試験結果			
		実施例 1 9	比較例 6
2 0 ℃	1 0 分後	乳化分離は生じてなかった。	乳化分離は生じてなかった。
	1 4 時間後	少し油相が分離していたが、大部分が乳化状態であった。	油相と水相が二相に分離していた。
8 0 ℃	1 0 分後	多量の離水が生じていた。	多量の離水が生じていた。
	1 4 時間後	油相と水相が二相に分離していた。	油相と水相が二相に分離していた。

[0095] [表13]

表 1 3 W/O型乳化組成物（油相 8 0 質量%）の保存試験結果			
		実施例 2 0	比較例 7
2 0 ℃	1 0 分後	乳化分離は生じてなかった。	乳化分離は生じてなかった。
	1 4 時間後	乳化分離は生じてなかった。	油相と水相が二相に分離していた。
8 0 ℃	1 0 分後	少し離水が生じていた。	少し離水が生じていた。
	1 4 時間後	油相と水相が二相に分離していた。	油相と水相が二相に分離していた。

[0096] 表 1 1 ～表 1 3 の結果から、本発明の乳化用粉末油脂組成物を配合した乳化組成物は、乳化組成物を 8 0 ℃に加熱するという温度コントロールのみで、2 0 ℃では安定な乳化組成物を乳化破壊することがきるという特性があることがわかった。

この特性を利用することで、例えば、本発明の乳化用粉末油脂組成物を配合した乳化組成物を機械や装置の洗浄等に使用した後、回収した乳化組成物を 8 0 ℃以上に加熱して乳化破壊し、水相と油相に分離することにより、油相又は水相を回収・再利用したり、分離した油相を油の廃棄物、又は分離した水相を水の廃棄物として処理することが可能となる。

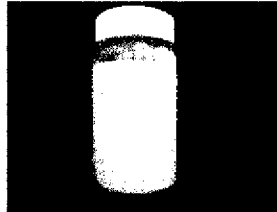
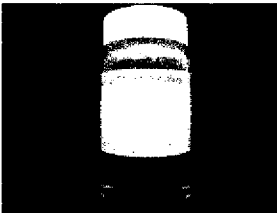
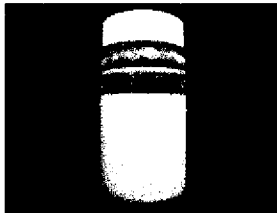
請求の範囲

- [請求項1] 以下の（a）の条件を満たす粉末状の油脂組成物を含有する、乳化用粉末油脂組成物。
- （a）グリセリンの1位～3位に炭素数 x の脂肪酸残基 X を有する1種以上の XXX 型トリグリセリドを含む油脂成分を含有する粉末状の油脂組成物であって、前記炭素数 x は10～22から選択される整数であり、前記油脂成分が β 型油脂を含み、前記粉末状の油脂組成物の粒子は板状形状を有し、前記粉末状の油脂組成物のゆるめ嵩密度が $0.05 \sim 0.6 \text{ g/cm}^3$ である。
- [請求項2] 前記油脂成分が β 型油脂からなる、請求項1に記載の乳化用粉末油脂組成物。
- [請求項3] 前記 XXX 型トリグリセリドが、前記油脂成分の全質量を100質量%とした場合、50質量%以上含有する、請求項1又は2に記載の乳化用粉末油脂組成物。
- [請求項4] 前記炭素数 x が16～18から選択される整数である、請求項1～3のいずれか1項に記載の乳化用粉末油脂組成物。
- [請求項5] 前記粉末状の油脂組成物が、 XXX 型トリグリセリドを含む油脂組成物原料を、下記式から得られる冷却温度以上に保ち、冷却固化して得た β 型油脂を含有する、請求項1～4のいずれか1項に記載の乳化用粉末油脂組成物。
- $$\text{冷却温度 (}^\circ\text{C)} = \text{炭素数 } x \times 6.6 - 68$$
- [請求項6] 前記粉末状の油脂組成物が、 XXX 型トリグリセリドを含む油脂組成物原料を、前記 β 型油脂に対応する α 型油脂の融点以上の温度に保ち、冷却固化して得た β 型油脂を含有する、請求項1～5のいずれか1項に記載の乳化用粉末油脂組成物。
- [請求項7] 前記粉末状の油脂組成物の平均粒径が $20 \mu\text{m}$ 以下である、請求項1～6のいずれか1項に記載の乳化用粉末油脂組成物。
- [請求項8] 請求項1～7のいずれか1項に記載の乳化用粉末油脂組成物を含有

してなる、乳化組成物。

- [請求項9] 前記乳化組成物の油相 100 質量部に対して、前記乳化用粉末油脂組成物を 0.5 ～ 20 質量部含有してなる、請求項 8 に記載の乳化組成物。
- [請求項10] 前記乳化組成物が油中水型乳化組成物である、請求項 8 又は 9 に記載の乳化組成物。
- [請求項11] 前記乳化組成物が乳化剤を含まない、請求項 8 ～ 10 のいずれか 1 項に記載の乳化組成物。
- [請求項12] 水相と油相を混合して乳化組成物を製造する際、前記油相に請求項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載の乳化用粉末油脂組成物を配合する、乳化組成物の製造方法。
- [請求項13] 前記乳化組成物の油相 100 質量部に対して、前記乳化用粉末油脂組成物を 0.5 ～ 20 質量部配合する、請求項 12 に記載の乳化組成物の製造方法。
- [請求項14] 前記乳化組成物が油中水型乳化組成物である、請求項 12 又は 13 に記載の乳化組成物の製造方法。
- [請求項15] 乳化剤を使用しないで製造する、請求項 12 ～ 14 のいずれか 1 項に記載の乳化組成物の製造方法。
- [請求項16] 請求項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載の乳化用粉末油脂組成物を有効成分とする、乳化剤の代替剤又は乳化補助剤。

[図1]

	0.01%	1%	5%
50°C 保管 後			
乳化 直後			
72hr 後			

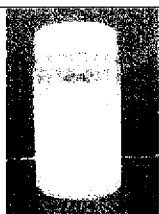
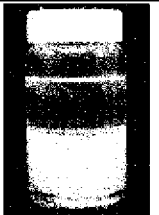
[図2]

油割 合(%)	90	80	70	60	50
乳化 直後					
5hr後					
24hr後					

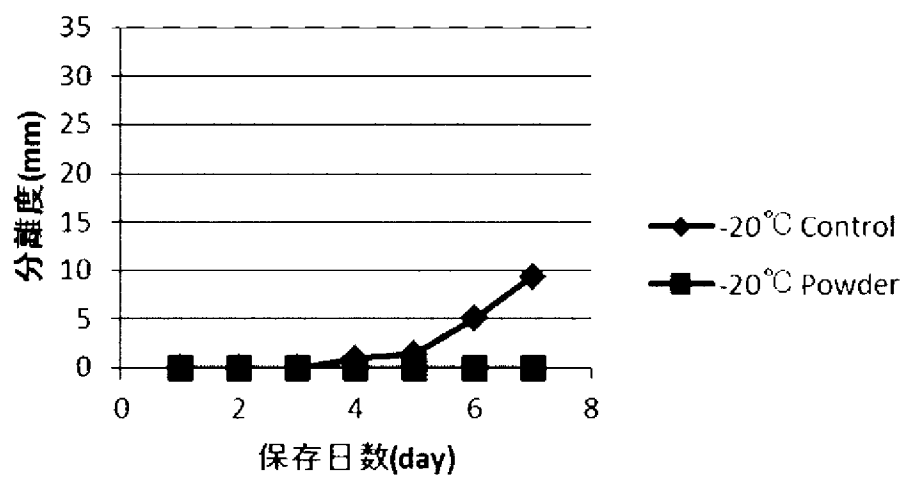
[図3]

油割合(%)	90	80	70	60	50
乳化直後					
5hr後					
24hr後					

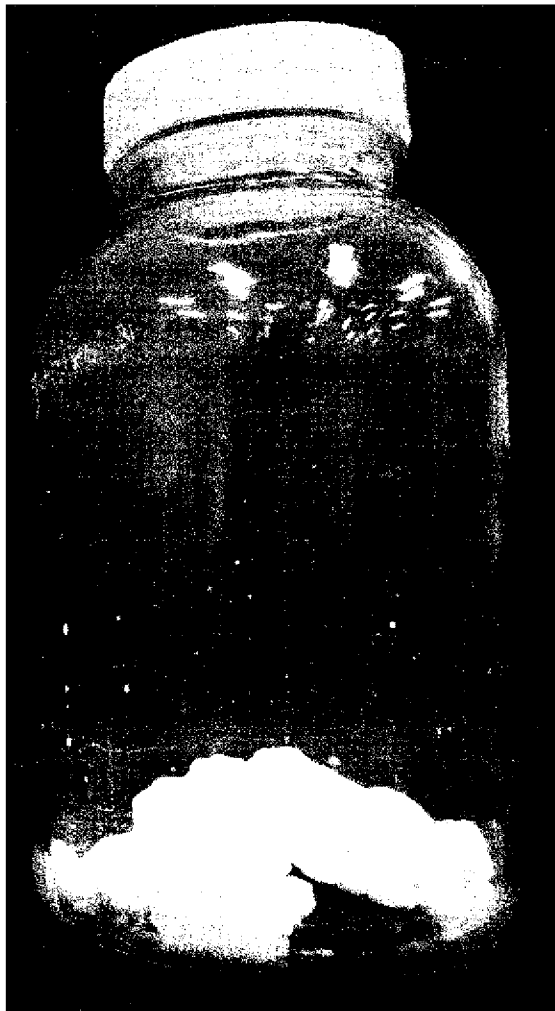
[図4]

油割合(%)	50
5hr後	
24hr後	

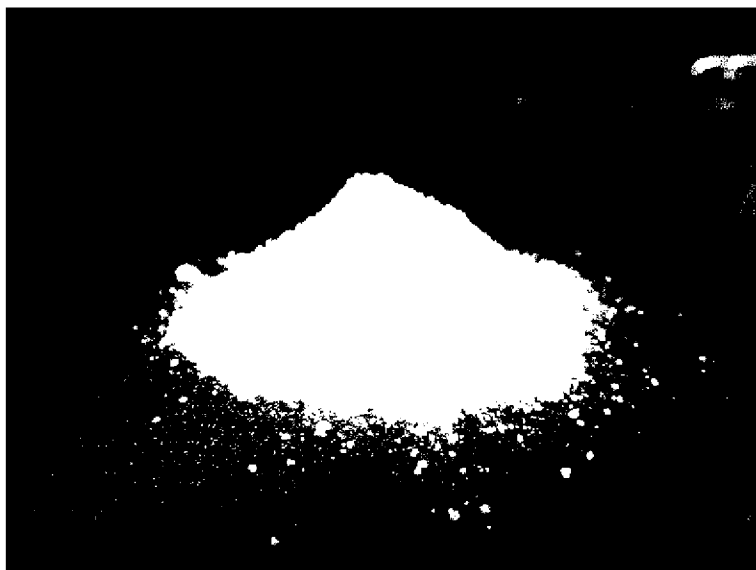
[図5]



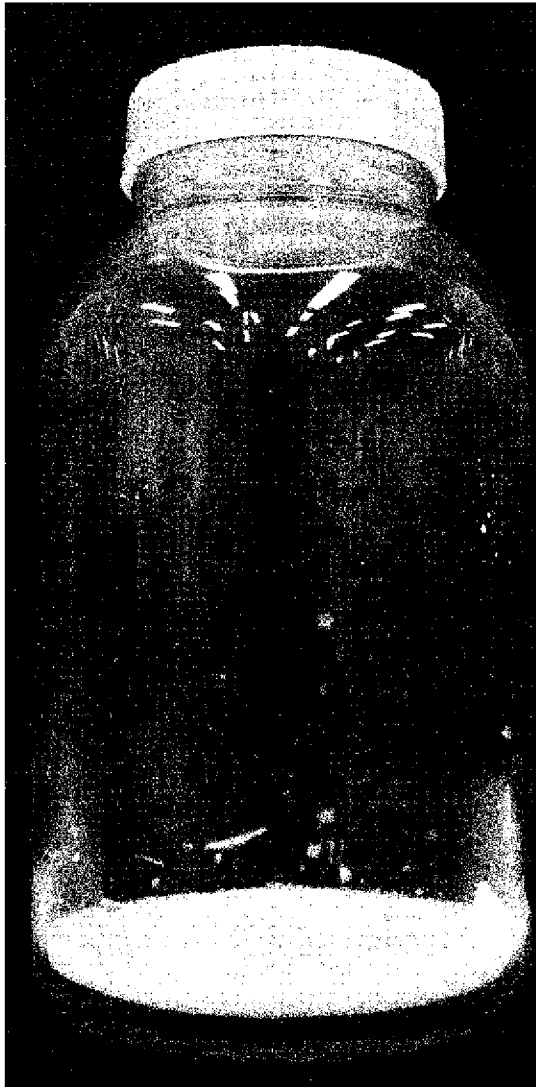
[図6]



[図7]



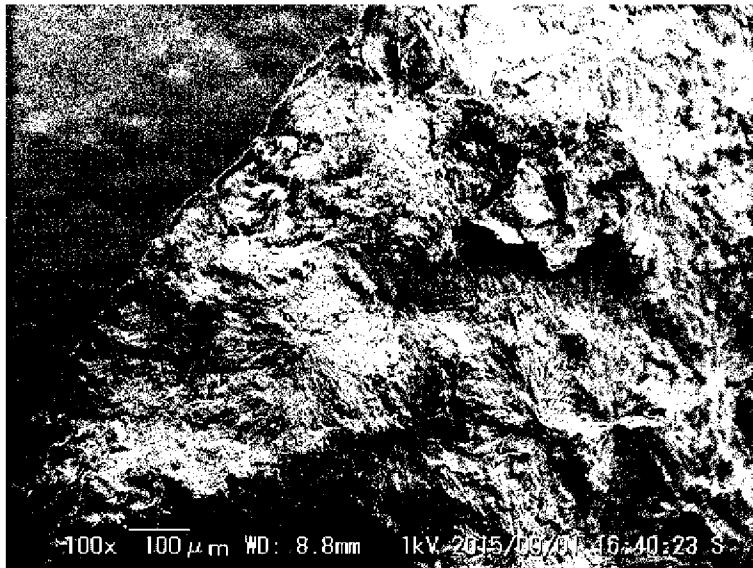
[図8]



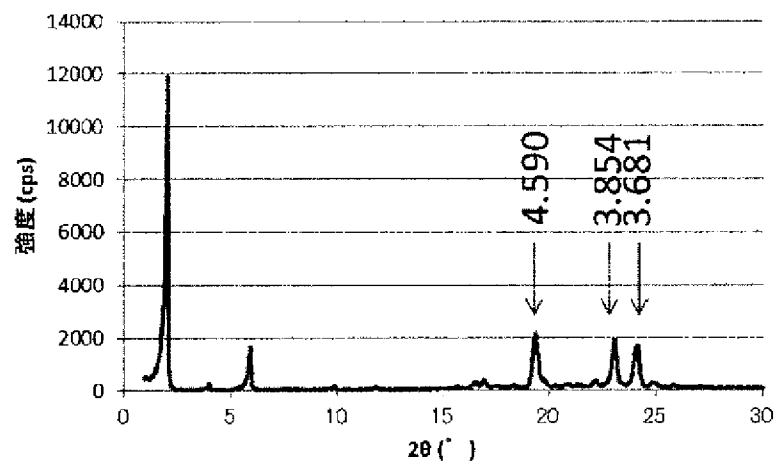
[図9]



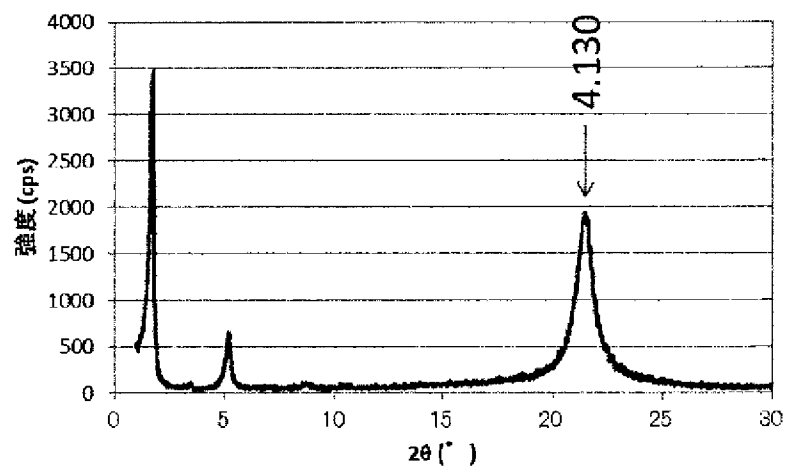
[図10]



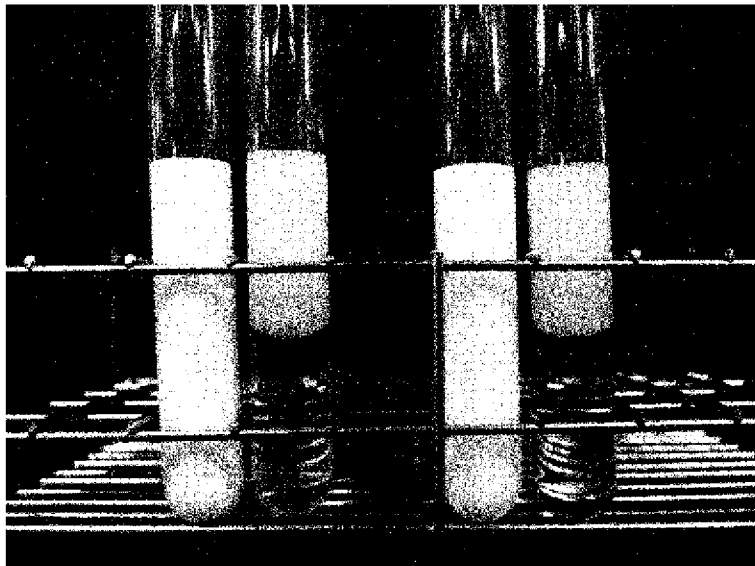
[図11]



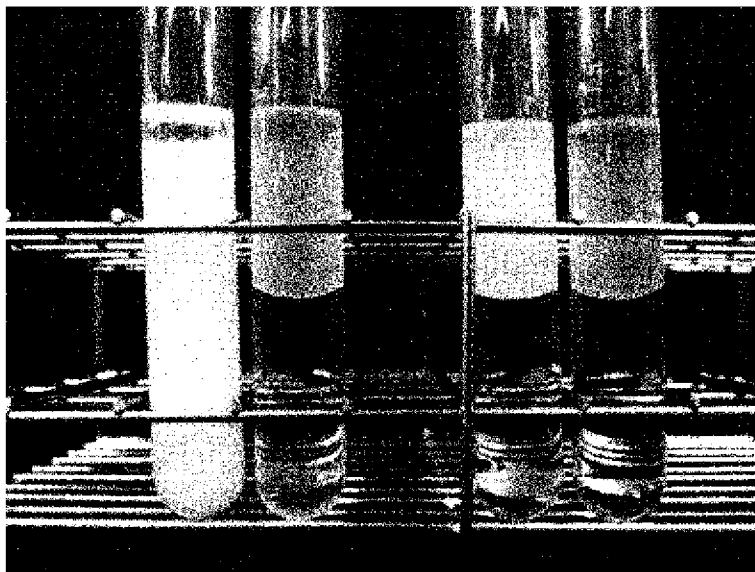
[図12]



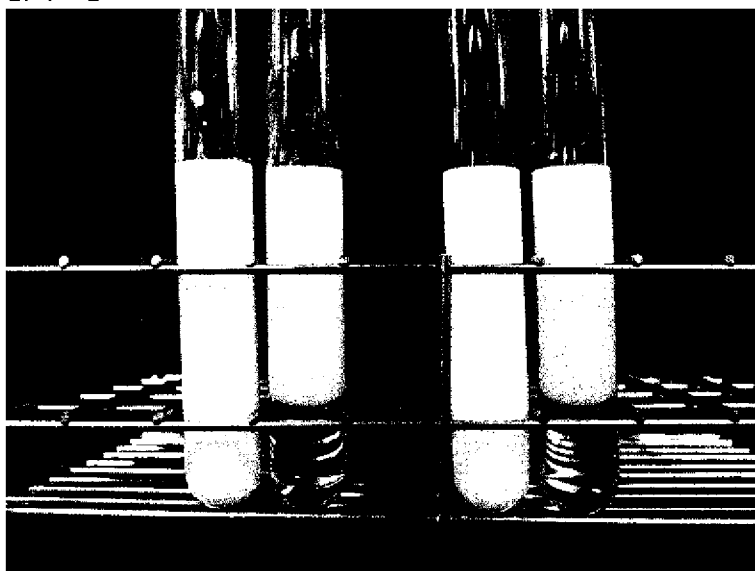
[図13]



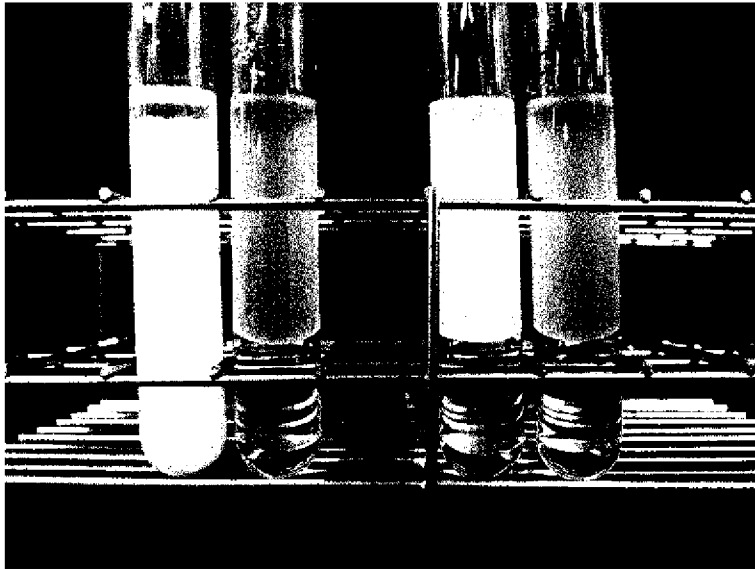
[図14]



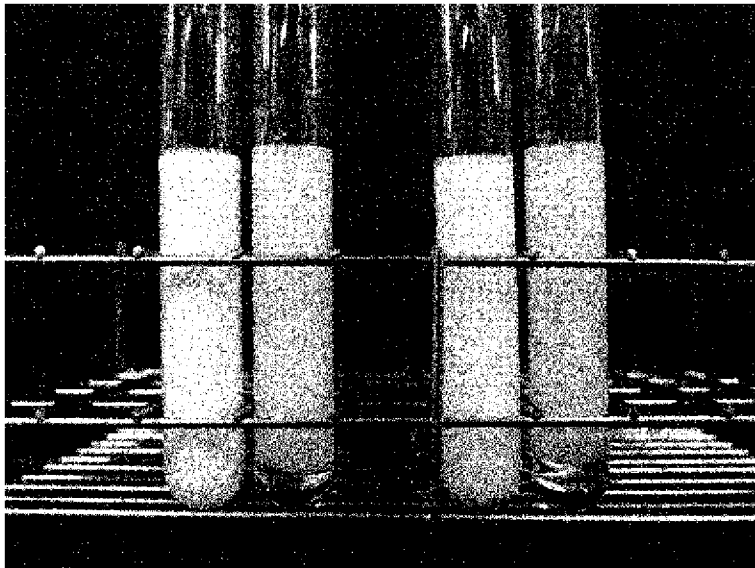
[図15]



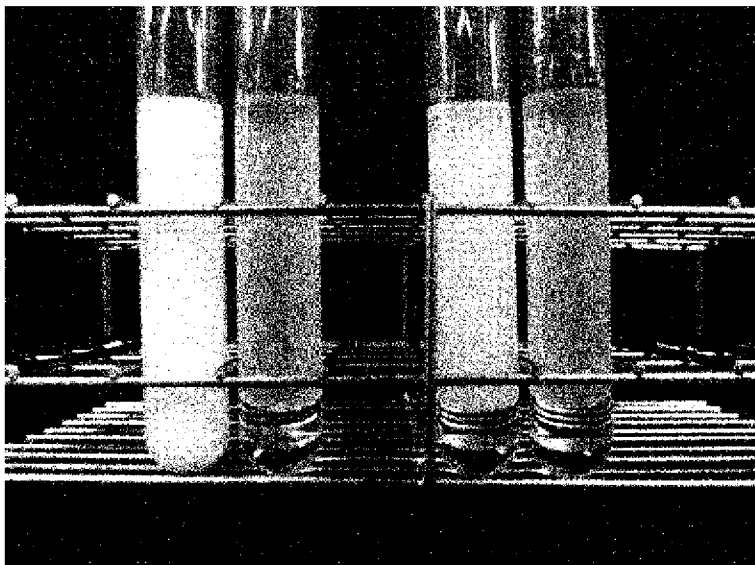
[図16]



[図17]



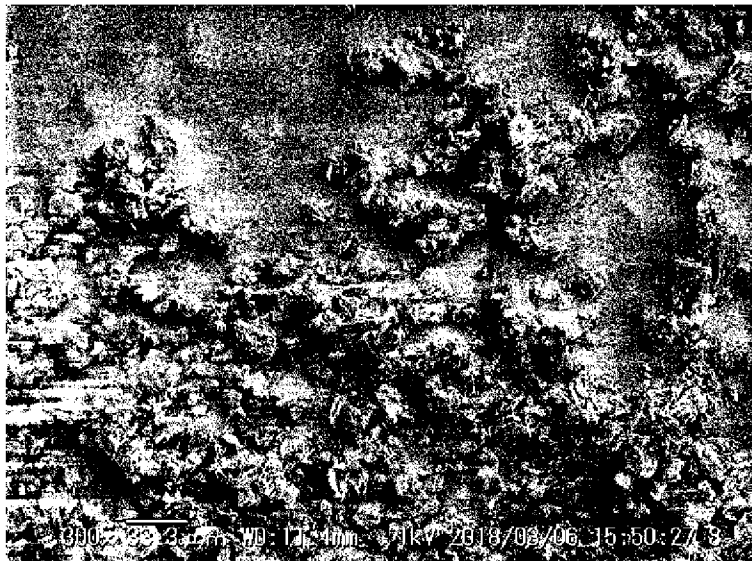
[図18]



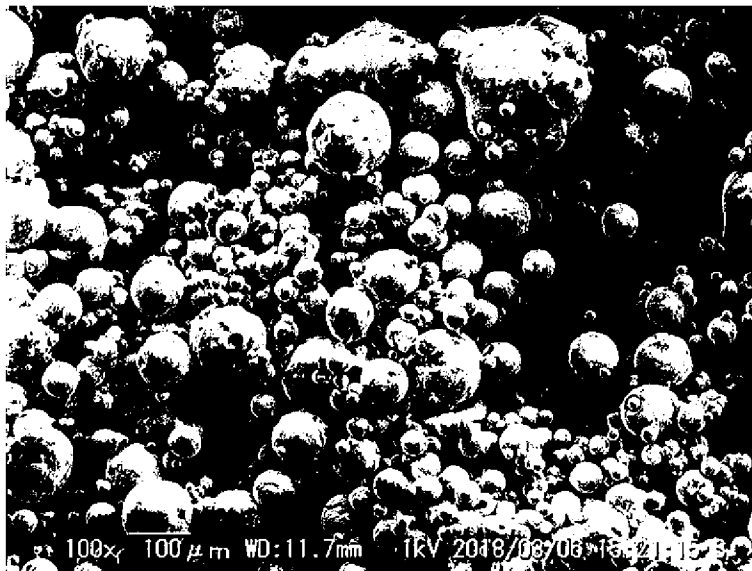
[図19]



[図20]



[図21]



[図22]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/008857

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. A23D9/00 (2006.01) i, A23D7/00 (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)

Int.Cl. A23D9/00, A23D7/00

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

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996

Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2018

Registered utility model specifications of Japan 1996-2018

Published registered utility model applications of Japan 1994-2018

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

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII), Cplus/MEDLINE/EMBASE/BIOSIS (STN), WPIDS (STN), FSTA (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2016/013582 A1 (THE NISSHIN OILIO GROUP, LTD.) 28 January 2016, entire description, claims, examples & JP 2016-187339 A & US 2017/0208829 A1, claims, examples & EP 3173464 A1 & CN 106536696 A	1-16
A	JP 3632280 B1 (NIPPON OIL & FATS CO., LTD.) 07 January 2005, entire description, paragraph [0005], examples & JP 9-233993 A	1-16
A	JP 2001-112413 A (ASAHI DENKA KOGYO KK) 24 April 2001, entire description, claims, examples (Family: none)	1-16
A	WO 2006/006521 A1 (FUJI OIL CO., LTD.) 19 January 2006, entire description, claims & US 2008/0009606 A1 & EP 1776873 A1, whole document, claims	1-16
A	JP 2003-9785 A (MORINAGA MILK INDUSTRY CO., LTD.) 14 January 2003, entire description, examples (Family: none)	1-16
P, A	WO 2017/051910 A1 (THE NISSHIN OILIO GROUP, LTD.) 30 March 2017, entire description (Family: none)	1-16

☐ 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

"I" 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
31 May 2018 (31.05.2018)

Date of mailing of the international search report
12 June 2018 (12.06.2018)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. A23D9/00(2006.01)i, A23D7/00(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 (IPC))

Int.Cl. A23D9/00, A23D7/00

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	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2018年
日本国実用新案登録公報	1996-2018年
日本国登録実用新案公報	1994-2018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), Cplus/MEDLINE/EMBASE/BIOSIS (STN), WPIDS (STN), FSTA (STN)

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
A	WO 2016/013582 A1 (日清オイリオグループ株式会社) 2016.01.28, 全体、特許請求の範囲、実施例 & JP 2016-187339 A & US 2017/0208829 A1 claims, Example & EP 3173464 A1 & CN 106536696 A	1-16
A	JP 3632280 B1 (日本油脂株式会社) 2005.01.07, 全体、[0005] 段落、実施例 & JP 9-233993 A	1-16
A	JP 2001-112413 A (旭電化工業株式会社) 2001.04.24, 全体、特許請求の範囲、実施例 (ファミリーなし)	1-16

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	「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
「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	「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
「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)	「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
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」 同一パテントファミリー文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日

31.05.2018

国際調査報告の発送日

12.06.2018

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

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)

濱田 光浩

4 N

3763

電話番号 03-3581-1101 内線 3488

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	WO 2006/006521 A1 (不二製油株式会社) 2006.01.19, 全体、特許請求の範囲 & US 2008/0009606 A1 & EP 1776873 A1 whole document, claims	1-16
A	JP 2003-9785 A (森永乳業株式会社) 2003.01.14, 全体、実施例 (ファミリーなし)	1-16
P, A	WO 2017/051910 A1 (日清オイリオグループ株式会社) 2017.03.30, 全体 (ファミリーなし)	1-16