

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2005 年 12 月 15 日 (15.12.2005)

PCT

(10) 国際公開番号  
**WO 2005/117606 A1**

- (51) 国際特許分類: **A23L 1/035**, A23C 9/152, A23F 5/24, A23L 2/38, B01F 17/34, 17/42, 17/56
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/007432
- (22) 国際出願日: 2005 年 4 月 19 日 (19.04.2005)
- (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2004-165855 2004 年 6 月 3 日 (03.06.2004) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 三菱化学株式会社 (MITSUBISHI CHEMICAL CORPORATION) [JP/JP]; 〒1080014 東京都港区芝五丁目 3 番 8 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 小川 晃弘 (OGAWA, Akihiro) [JP/JP]; 〒2278502 神奈川県横浜市青葉区鴨志田町 1 0 0 0 番地 三菱化学株式会社内 Kanagawa (JP).
- (74) 代理人: 岡田 数彦 (OKADA, Kazuhiko); 〒1020073 東京都千代田区九段北一丁目 1 0 番 1 号 九段勤業ビル 6 階 岡田国際特許事務所 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, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, 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, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ユーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:  
— 国際調査報告書
- 2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: EMULSION STABILIZER AND MILK BEVERAGE

(54) 発明の名称: 乳化安定剤および乳飲料

(57) Abstract: A coffee beverage that even when the amount of roasted coffee beans is large or when use is made of deeply roasted coffee beans, inhibits the floating of milk components and is free from any aggregation despite long-term storage. Use is made of an emulsion stabilizer composed of a sucrose fatty acid ester of < 10 HLB, a polyglycerol fatty acid ester and a diglycerol fatty acid ester wherein the content of monoesters is  $\geq 50$  wt.%. As the polyglycerol fatty acid ester, preferred use is made of one of  $\geq 80^\circ\text{C}$  cloud point, the cloud point measured at 1 wt.% in a 20 wt.% aqueous sodium chloride solution.

(57) 要約: 焙煎コーヒー豆量が多い場合や、焙煎が深いコーヒー豆を使用した場合でも、乳成分の浮上が抑制され、長期間保存しても凝集が起こらないコーヒー飲料を提供する。乳化安定剤として、モノエステル含有量が 50 重量%以上であるジグリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル及び HLB 10 未満のショ糖脂肪酸エステルから成る乳化安定剤を使用する。ポリグリセリン脂肪酸エステルは、20 重量%塩化ナトリウム水溶液中 1 重量%で測定した曇点範囲が  $80^\circ\text{C}$  以上であるものが好まし。



WO 2005/117606 A1

## 明 細 書

### 乳化安定剤および乳飲料

### 技術分野

[0001] 本発明は乳化安定剤および乳飲料に関する。

### 背景技術

[0002] 近年、消費者の嗜好を反映してコーヒー豆本来の味を強調したコーヒー飲料が数多く製造、販売されているが、乳成分含有コーヒー飲料においては、保存時における乳成分の分離が従来より問題となっている。すなわち、乳成分含有コーヒーにおいては、長時間の保存と共に上部に乳成分が浮上する。この現象はミルクコーヒー等ではよく知られているが、時間の経過と共に浮上した乳成分は、凝集、合一して、所謂ネックリングの状態へと至る。この場合、再分散性は悪くなり、再分散後も乳成分の塊が上部に浮遊した状態となる。

[0003] 特に最近では、缶入り飲料に代わり、PETボトル入り飲料が普及してきているため、乳成分の乳化安定性がより重要視されている。これは、PETボトルは透明容器なので消費者はコーヒーの外観を見ることが出来、PETボトル飲料において乳成分の分離が起こった場合には、消費者に不快な印象を与え、商品価値が低下したり、クレームの原因につながる可能性があるためである。

[0004] 更に、最近では、焙煎コーヒー豆量が多く、様々な焙煎度の豆を使用したPETボトル入り飲料が増えつつあるが、焙煎が深いコーヒー豆の抽出液と乳成分とを含むコーヒー飲料では、乳成分の浮上が速くなることが知られている。

[0005] 自動販売機で加温下に長時間保存した場合でも、良好な乳化安定性と風味を維持するミルクコーヒーを製造するために、構成脂肪酸がパルミチン酸を主体とし且つモノエステル含有量が高いHLB10以上のショ糖脂肪酸エステルと構成脂肪酸がステアリン酸を主体とするHLB10未満のショ糖脂肪酸エステルとを組み合わせる添加する方法が知られている(特許文献1)。

[0006] また、PETボトル入りの乳飲料における長期間の乳化安定性を維持するために、構成脂肪酸がパルミチン酸を主体とし且つモノエステル含有量が高いHLB10以上

のショ糖脂肪酸エステルと20重量%塩化ナトリウム水溶液中1重量%濃度で測定した曇点が90℃以上であるポリグリセリン脂肪酸エステルとを組み合わせで添加する方法が知られている(特許文献2)。

[0007] また、乳成分含有飲料をレトルト殺菌した後に高温条件下で長期間保存した場合の耐熱性芽胞菌の発芽や増殖を抑制するため、更には、内容物の乳化安定性を維持するために、ジグリセリン脂肪酸モノエステル、HLB3～16のポリグリセリン脂肪酸エステル及びHLB3～16のショ糖脂肪酸エステルを添加する方法が知られている(特許文献3)。

[0008] 特許文献1:特開平7-289164号公報

特許文献2:特開2000-333599号公報

特許文献3:特開平10-165151号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0009] 従来の技術では、焙煎コーヒー豆量が多く焙煎が深いミルクコーヒーにおいて、乳化安定性が充分満足のいくものは得られていない。そこで、焙煎コーヒー豆量が多い場合や、焙煎が深いコーヒー豆を使用した場合でも、乳成分の浮上が抑制され、長期間保存しても凝集が起こらないコーヒー飲料の開発が望まれている。

課題を解決するための手段

[0010] そこで、本発明者は、鋭意検討した結果、乳飲料に特定の乳化安定剤を配合した場合に、乳成分の浮上が抑制され、乳化安定性が良好になることを見出し、本発明に到達した。

すなわち、本発明の第1の要旨は、モノエステル含有量が50重量%以上であるジグリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル及びHLB10未満のショ糖脂肪酸エステルから成ることを特徴とする乳化安定剤に存する。そして、本発明の第2の要旨は、上記の乳化安定剤を含有することを特徴とする乳飲料に存する。

発明の効果

[0011] 本発明の乳飲料は、特定の乳化安定剤を添加することにより、加熱殺菌後の乳成

分の浮上を抑制することが出来、更に、長期保存後の乳化安定性も良好である。

発明を実施するための最良の形態

[0012] 以下、本発明を詳細に説明する。本発明の乳化安定剤は、モノエステル含有量が50重量%以上のジグリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル及びHLB10未満のショ糖脂肪酸エステルから成る。

[0013] 本発明で使用するジグリセリン脂肪酸エステルは、モノエステル含有量が50重量%以上であるが、70重量%以上であることが好ましい。ジグリセリン脂肪酸エステルの構成脂肪酸の炭素数は、通常8～22、好ましくは10～22、更に好ましくは14～18である。構成脂肪酸は、飽和または不飽和の何れでもよいが、好ましくは飽和脂肪酸である。具体的には、カプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、オレイン酸などが例示されるが、中でもパルミチン酸が好ましい。構成脂肪酸は2種以上組み合わせて使用してもよい。モノエステル含有量が70重量%以上であり且つパルミチン酸を主成分(好ましくは80重量%以上)とするものは、高温芽胞菌の増殖を抑制する効果が高く好ましい。

[0014] 本発明で使用するポリグリセリン脂肪酸エステルを構成する脂肪酸の具体例としては、ミスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、オレイン酸などの炭素数14～22の飽和または不飽和の脂肪酸が挙げられる。その中でも、炭素数14～18の脂肪酸が好ましく、飽和脂肪酸が好ましい。特にミスチン酸を主成分とするものが好ましい。ポリグリセリン脂肪酸エステルを構成するポリグリセリンの平均重合度は、通常3～20、好ましくは4～12である。

[0015] ポリグリセリン脂肪酸エステルとしては、20重量%塩化ナトリウム水溶液中1重量%で測定した曇点範囲が80℃以上であるものが好ましく、特に、同条件で測定した曇点範囲が90℃以上である高親水性のポリグリセリン脂肪酸エステルが好ましい。

[0016] 上記の様な曇点範囲を有するポリグリセリン脂肪酸エステルは、通常、ポリグリセリンに対する脂肪酸の使用比率を小さくし、アルカリ触媒存在下に、180～260℃の温度で反応させることにより得られる。ポリグリセリン脂肪酸エステルに対する脂肪酸の使用比率は、通常2モル倍以下である。アルカリ金属触媒としては、 $K_2CO_3$ 、 $KOH$ 、 $Na_2CO_3$ 、 $NaOH$ 等が使用され、その使用割合はポリグリセリンに対して $5 \times 10^{-7}$

～1モル倍である。

- [0017] 上記の曇点範囲が90℃以上のポリグリセリン脂肪酸エステルは、通常、アルカリ触媒の量を減じ(ポリグリセリンに対して $5 \times 10^{-7}$ ～0.1モル倍)、2段階反応で後半の温度を高める方法、例えば、反応温度180～260℃でのエステル化反応後に、更に反応温度を10～50℃上昇させて1～4時間反応させる方法で得ることが出来る(特開平7-145104号公報参照)。
- [0018] ポリグリセリン脂肪酸エステル(以下、「PoGE」と略することがある)の分析には、これまで種々の化学的分析方法が使用されてきた。例えば、エステル化度や残存脂肪酸量を把握するため、酸価、ケン化価、水酸基価がしばしば使用されてきた。また、石鹼や残存触媒量を知るための灰分の分析などによる評価方法も使用されてきた。
- [0019] しかし、PoGEの原料のポリグリセリン(以下、「PoG」と略することがある)は、グリセリンの重縮合物であり、精製が困難であるため、重合度分布を有し、直鎖状重合体ばかりでなく分岐重合体や環状重合体などを含む。従って、そのエステル体であるPoGEは、PoG骨格が異なる種々のエステル化度のPoGEと未反応PoGとを含む組成物となる。更に、PoGEには、エステル化反応に使用されるアルカリ触媒と原料の脂肪酸との反応で生ずる副生成物の石鹼が含まれることがある。更に、エステル化反応が不十分な場合、化学量論量を超えた脂肪酸が過剰に使われた場合などには、未反応の脂肪酸が含まれることもある。
- [0020] この様に、PoGEは複雑な混合物であるために、従来の化学分析では、PoGEの総合的特性を特定することが困難である。例えば、PoGEの平均エステル化度が近似または同じであっても、乳化安定性などの物性が格段に異なることもあり、平均エステル化度、未反応PoG量などの様に、従来の化学的分析手法による物性値のみでは物性を十分に把握できず、物性評価方法において不都合が生じている。そこで、近年、ポリグリセリン脂肪酸エステル組成物の総合的特性を規定するため、「曇点」が採用されている。
- [0021] 一般に、曇点は、エチレンオキシドより誘導された非イオン界面活性剤水溶液が温度の上昇により2相に分離し不均質となる現象の起こる温度として定義され、ポリオキシエチレン系界面活性剤の物性評価方法として良く知られている(油脂用語辞典：日

本油化学協会編(幸書房))。曇点は、ポリグリセリン脂肪酸エステル構造・組成に敏感であり、脂肪酸石鹼を反映するため、親水性の程度や組成の違いをより正確に識別することが出来、しかも、簡便に測定できる。従って、曇天は、ポリグリセリン脂肪酸エステル組成物の特徴を代表する物性として最も優れており、ポリグリセリン脂肪酸エステル組成物においては、曇点はHLB(親水性と疎水性のバランス)等よりも有用な指標になる。

[0022] ポリグリセリンは、多数の水酸基を持つために、ポリオキシエチレン系の界面活性剤と比較すると、全般的に曇点が高く、水の沸点を超えることもある。その様な場合、適当な塩水溶液を使用することにより、測定を容易化することが出来る(特開平9-157386号公報)。通常、親水性が高いほど曇点は高くなり、エステル化率が同じであってもモノエステル含有量が多いほど曇点は高くなる。

[0023] 曇点の測定は、通常、1～30重量%の塩化ナトリウム又は硫酸ナトリウム水溶液にポリグリセリン脂肪酸エステルを溶解した後に行う。その際の条件は、対象となる試料の溶解性により異なるが、本発明の場合、ポリグリセリン脂肪酸エステルを1重量%となる様に20重量%塩化ナトリウム水溶液に分散し、加熱しながら攪拌し、均一な水溶液とする。そして、得られたポリグリセリン脂肪酸エステル均一水溶液を、0℃以上100℃以下の任意の温度で2～5℃刻みに振とう攪拌・静置し、ポリグリセリン脂肪酸エステルが油状またはゲル状の様に分離し、不均一水溶液となった状態を測定する。この不均一状態を「曇点」と呼び、本発明ではその温度を求める。上記の測定温度範囲は定めた理由は次の通りである。すなわち、0℃未満では氷の融点以下、100℃を超える場合は水の沸点以上になるため、正確な曇点測定が困難となる。

[0024] 本発明で使用するHLB10未満のショ糖脂肪酸エステルのモノエステル含有量は、通常0～50重量%、好ましくは30～50重量%あり、ジエステル以上のエステル含有量は、通常50～100重量%、好ましくは50～70重量%である。構成脂肪酸としては、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、オレイン酸などの炭素数14～22の飽和または不飽和の脂肪酸が挙げられる。これらの中では、炭素数14～18の脂肪酸が好ましく、飽和脂肪酸が更に好ましく、構成脂肪酸の70重量%以上がステアリン酸であることが特に好ましい。乳飲料の沈殿防止の観点から、モノエステル含

有量が30重量%、ジエステル以上のエステル含有量が70重量%であり、構成脂肪酸の70重量%以上がステアリン酸であるショ糖脂肪酸エステルが最も好ましい。水への分散性を考慮した場合、HLBは、通常5～9である。

[0025] 本発明の乳化安定剤における各成分の使用割合は次の通りである。すなわち、ポリグリセリン脂肪酸エステル／HLB10未満のショ糖脂肪酸エステルの重量比は、通常99／1～1／99、好ましくは5／1～1／5、更に好ましくは2／1～1／2、特に好ましくは1／1である。そして、ポリグリセリン脂肪酸エステル／モノエステル含有量が50重量%以上のジグリセリン脂肪酸エステルの重量比は、通常0.5～1／1、好ましくは0.6～0.7／1である。

[0026] 本発明で使用する乳飲料としては、ミルクコーヒー、ミルクティー等が挙げられるが、特にミルクコーヒーが好ましい。本発明の乳飲料で使用するコーヒー豆は、特に限定されず、2種類以上のコーヒー豆を混合して使用してもよい。通常、焙煎されたコーヒー豆が使用される。焙煎の方法としては、直火式焙煎機、熱風式焙煎機などの装置を使用し、200～300℃の温度で目標のL値になるまで加熱を行う。

[0027] L値はコーヒー豆の焙煎の程度を表すために使用される指標である。L値はコーヒー焙煎豆の明度を色差計で測定した値であり、黒をL値0で、白をL値100で表す。従って、コーヒー焙煎豆の焙煎が深いほど焙煎豆の色は黒っぽくなるため、L値は低い値となり、コーヒー飲料の苦みが強くなる。逆に、焙煎が浅いほどL値は高い値となり、酸味が強くなる。通常、コーヒー飲料の製造には、L値が15～35の焙煎度のコーヒー豆が使用される。L値が15未満の場合はコーヒー飲料の苦みが強くなり過ぎ、L値が35を超える場合は酸味が強くなり過ぎる。

[0028] コーヒー抽出液は次の様にして得られる。まず、コーヒーミル等を使用し、焙煎されたコーヒー豆を所定の粒度となる様に粉碎する。次いで、熱水で抽出する。具体的には、通常、90～98℃の熱水中に粉碎したコーヒー豆を投入し、10分間ほど攪拌後、濾過により不溶分を取り除く。

[0029] 本発明の乳飲料において、乳飲料に含まれるコーヒー抽出液の含有量は、生豆換算の値として、通常5～10重量%、好ましくは5～7重量%である。コーヒー抽出液の含有量が生豆換算で5重量%未満の場合には、本発明の乳化安定剤を使用しても

乳成分の浮上の抑制が不十分となる場合がある。また、コーヒー抽出液の含有量が生豆換算で10重量%を超える場合には、コーヒーの苦みが強すぎてミルクコーヒーとして好ましくない。

[0030] 本発明の乳飲料に使用する乳成分としては、牛乳、全脂粉乳、スキนมilkパウダー、フレッシュクリーム等が挙げられる。また、乳成分は、脱脂粉乳などの蛋白質とバターやミルクオイル等の乳脂とを個別に加えて調製してもよい。中でも、牛乳は、粉乳よりも口当たりの滑らかさを損なわないために好適である。乳飲料中の乳成分の含有量は、牛乳換算値として、通常4～60重量%、好ましくは8～25重量%である。

[0031] 本発明の乳飲料には、その他の乳化安定剤、砂糖、香料、ビタミン等の公知の配合剤を加えてもよい。その他の乳化安定剤として、レシチン、リゾレシチン、グリセリン脂肪酸エステル、HLB10以上のショ糖脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、有機酸モノグリセリド等を例示できる。

[0032] 本発明の乳飲料は次の様にして調製することが出来る。すなわち、コーヒーや紅茶抽出液と砂糖および牛乳などの乳成分を混合した後、予め調製した乳化安定剤の水溶液を混合し、更に、pH調整剤(重曹など)を加えてpHを調整した後にホモジナイザーを使用して均質化処理を行なう。

[0033] 乳飲料の調製の際、乳飲料に加えるその他の成分を乳化安定剤に含有させてもよく、また、HLB10未満のショ糖脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル及びモノエステル含有量が50重量%以上のジグリセリン脂肪酸エステルは、それぞれ、個別に他の成分と混合してもよい。

[0034] 本発明の乳飲料に対する乳化安定剤の含有量は通常0.05～0.3重量%である。また、乳化安定剤を構成する成分の乳飲料中の濃度は次の通りである。すなわち、モノエステル含有量が50重量%以上のジグリセリン脂肪酸エステルの含有量は通常0.03～0.1重量%、ポリグリセリン脂肪酸エステルの含有量は通常0.01～0.1重量%、HLB10未満のショ糖脂肪酸エステルの含有量は通常0.01～0.1重量%である。

[0035] pH調整の際、炭酸水素ナトリウムの添加量が多すぎると、炭酸水素ナトリウムの加熱臭が生じ、コーヒー本来の香りが変化する。従って、ミルクコーヒーのpHは、通常5

. 0～7. 0、好ましくは6. 0～6. 7である。

- [0036] 上述の様に調製された乳飲料には加熱殺菌が施される。殺菌方法は、レトルト殺菌、UHT殺菌の何れでもよいが、UHT殺菌が好ましい。本発明で使用するUHT殺菌は、殺菌温度130～150℃で、121℃の殺菌価(F0)が10～50に相当する様な超高温殺菌である。UHT殺菌は、飲料に直接蒸気を吹き込むスチームインジェクション式、飲料を水蒸気中に噴射して加熱するスチームインフュージョン式などの直接加熱方式、プレートやチューブ等の表面熱交換器を使用する間接加熱方式など公知の方法で行うことが出来る。好ましい装置はプレート式殺菌装置である。

### 実施例

- [0037] 以下、本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明は、その要旨を超えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。また、以下の諸例で使用した評価方法は次の通りである。

- [0038] (1)メジアン粒径( $\mu\text{m}$ ):

ミルクコーヒーを40℃で2週間保存し、HORIBA社製「LA-920」によりメジアン粒径(粒径の出現頻度の合計が50%となる粒径)を測定する。

- [0039] (2)ミルクリングの再分散性:

乳成分の浮上により液面に形成したミルクリングの再分散性を次の表1に示す基準により評価した。

- [0040] [表1]

|   |                  |
|---|------------------|
| ◎ | 軽く揺らしただけで分散する    |
| ○ | 暫く揺らすと分散する       |
| △ | クリームが壁面に付着し分散し難い |
| × | クリームの塊が浮遊し分散しない  |

- [0041] (3)FormulAction社製「TurbiscanLab」によるクリームオフ量の測定:

光源を一定時間間隔でサンプル管の上下方向にスキャンすることにより、サンプルからの後方散乱光を検出し、測定時間に対して後方散乱光強度の変化率を観測す

ることにより、クリームオフの状態を把握することが出来る。サンプル管上部の測定により、クリームオフ量の情報が得られる。時間と共に後方散乱光強度の変化率が正に大きくなるほどクリームオフ量が多く、乳化安定性は劣る。そこで、乳成分浮上速度（測定時間と後方散乱光強度の変化率をプロットして得られる直線の傾き）を算出し、次の表2に示す基準でクリームオフ量を評価した。なお、dB(%)は後方散乱光強度の変化率であるdeltaBackscatteringの略である。

[0042] [表2]

|   | 乳成分浮上速度                               |
|---|---------------------------------------|
| ◎ | 20 dB (%) / day 未満                    |
| ○ | 20 dB (%) / day 以上 40 dB (%) / day 未満 |
| △ | 40 dB (%) / day 以上 60 dB (%) / day 未満 |
| × | 60 dB (%) / day 以上 80 dB (%) / day 未満 |
| × | 80 dB (%) / day 以上                    |

## [0043] (3) 静菌試験:

ミルクコーヒーをTDTチューブに2mlずつ分注し、これらに耐熱芽胞菌である *Moorella thermoacetica* を  $10^3$  cfu/ml 接種後、チューブを溶封した。TDTチューブは、各試験区につき5本ずつ調製し、菌無接種区をブランクとして各試験区につき3本ずつ準備した。これらを55℃の恒温器にて6週間保存し、変敗の有無を検査した。変敗の有無は保存後のミルクコーヒー液のpH低下および目視により確認した。

## [0044] 実施例1及び2:

乳化安定剤として、表3に記載の各成分から成る乳化安定剤を使用し、以下の処方でミルクコーヒーを調製した。なお、表3において、乳化安定剤の各成分の比率は、乳飲料中の濃度(重量ppm)として示されている。

[0045] 先ず、L値20の焙煎コーヒー豆(コロンビアEX)0.6kgを95℃の脱塩水7.8kgで抽出し、コーヒー抽出液を得た。そして、コーヒー抽出液5.25kgに、牛乳0.8kg、グラニュー糖0.5kg、以下の要領で調製した乳化安定剤水溶液1.0kgを加え、更に

脱塩水2.45kgを加え、全量を10kgとした。この溶液に重曹を加えて殺菌後のpHが6.6となる様に調整した。

[0046] 上記の乳化安定剤水溶液は、表3に記載の各成分を使用し、50℃の脱塩水に表3に記載された濃度となる様に計算された量の各成分を溶解して調製した。

[0047] 次いで、高圧ホモジナイザーを使用し、60～70℃の温度で150kg／50kgの圧力で均質化後、プレート式UHT殺菌装置（日阪製作所製「STS-100」）により、殺菌温度137℃、殺菌時間（ホールド時間）60秒の条件で殺菌（F0=40）、無菌状態で350mlのPETボトルに充填し、冷却することにより、ミルクコーヒーを得た。評価結果を表4に示す。

[0048] 比較例1及び2:

実施例1において、表3に記載の乳化安定剤を使用した以外は、実施例1と同様に行った。評価結果を表4に示す。

[0049] 実施例3及び比較例3並びに4:

実施例1において、牛乳の使用量を2.0kgに増加し、表3に記載の乳化安定剤を使用した以外は、実施例1と同様に行った。評価結果を表4に示す。

[0050] [表3]

| 乳飲料中の乳化安定剤 |                  |                    |              |               |       |              |                   |            |              |
|------------|------------------|--------------------|--------------|---------------|-------|--------------|-------------------|------------|--------------|
|            | ジグリセリン脂肪酸エステル    |                    |              | ショ糖脂肪酸エステル    |       |              | ポリグリセリン脂肪酸エステル    |            |              |
|            | 種類               | モノエステル<br>含量 (wt%) | 添加量<br>(ppm) | 種類            | H L B | 添加量<br>(ppm) | 種類                | 曇点<br>(°C) | 添加量<br>(ppm) |
| 実施例 1      | ジグリセリンパルミチン酸エステル | ≥80                | 300          | ショ糖ステアリン酸エステル | 5     | 200          | デカグリセリンミリスチン酸エステル | ≥100       | 200          |
| 実施例 2      | ジグリセリンパルミチン酸エステル | ≥80                | 300          | ショ糖ステアリン酸エステル | 5     | 300          | デカグリセリンミリスチン酸エステル | ≥100       | 100          |
| 比較例 1      | ジグリセリンパルミチン酸エステル | ≥80                | 300          | ショ糖ステアリン酸エステル | 5     | 0            | デカグリセリンミリスチン酸エステル | ≥100       | 400          |
| 比較例 2      | ジグリセリンパルミチン酸エステル | ≥80                | 300          | ショ糖ステアリン酸エステル | 15    | 200          | デカグリセリンミリスチン酸エステル | ≥100       | 200          |
| 実施例 3      | ジグリセリンパルミチン酸エステル | ≥80                | 300          | ショ糖ステアリン酸エステル | 5     | 100          | デカグリセリンミリスチン酸エステル | ≥100       | 300          |
| 比較例 3      | ジグリセリンパルミチン酸エステル | ≥80                | 300          | ショ糖ステアリン酸エステル | 5     | 400          | デカグリセリンミリスチン酸エステル | ≥100       | 0            |
| 比較例 4      | ジグリセリンパルミチン酸エステル | ≥80                | 300          | ショ糖ステアリン酸エステル | 5     | 0            | デカグリセリンミリスチン酸エステル | ≥100       | 0            |

- 注 1) ジグリセリンパルミチン酸エステル：理研ビタミン (株) 商品名「ホィDP-95RF」  
 注 2) ショ糖ステアリン酸エステル(HLB5)：三菱化学フーズ (株) 商品名「リョートーシュガ-エステル S-570」  
 注 3) ショ糖ステアリン酸エステル(HLB15)：三菱化学フーズ (株) 商品名「リョートーシュガ-エステル S-1570」  
 注 4) デカグリセリンミリスチン酸エステル：三菱化学フーズ (株) 商品名「リョートーホィリグエステル M-10D」

[0051] [表4]

|       | 乳飲料中の<br>牛乳濃度<br>(重量%) | 乳化安定性               |                |             | 静菌効果           | 総合評価 |
|-------|------------------------|---------------------|----------------|-------------|----------------|------|
|       |                        | 2 週間後               |                |             | 6 週間後          |      |
|       |                        | メジアン径<br>( $\mu$ m) | ミルクリン<br>グ再分散性 | クリーム<br>オフ量 | 変敗本数<br>(5 本中) |      |
| 実施例 1 | 8                      | 0.452               | ○              | ◎           | 0/5            | ○    |
| 実施例 2 | 8                      | 0.436               | ○              | ◎           | 0/5            | ○    |
| 比較例 1 | 8                      | 1.537*              | △              | ×           | 0/5            | ×    |
| 比較例 2 | 8                      | 2.103*              | △              | ××          | 0/5            | ×    |
| 実施例 3 | 20                     | 0.431               | ○              | △           | 0/5            | ○    |
| 比較例 3 | 20                     | 0.417               | ○              | △           | 3/5            | ×    |
| 比較例 4 | 20                     | 0.410               | ○              | △           | 4/5            | ×    |

\*粒子径の大きなエマルションが存在し、分布が幅広い。

## 請求の範囲

- [1]     モノエステル含有量が50重量%以上であるジグリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル及びHLB10未満のショ糖脂肪酸エステルから成ることを特徴とする乳化安定剤。
- [2]     ポリグリセリン脂肪酸エステルが20重量%塩化ナトリウム水溶液中1重量%濃度で測定した際に80℃以上の曇点を有する請求項1に記載の乳化安定剤。
- [3]     ポリグリセリン脂肪酸エステル／ショ糖脂肪酸エステルの重量比が99／1～1／99であり、ポリグリセリン脂肪酸エステル／ジグリセリン脂肪酸エステルの重量比が0.5～1／1である請求項1又は2に記載の乳化安定剤。
- [4]     請求項1～3の何れかに記載の乳化安定剤を含有することを特徴とする乳飲料。
- [5]     乳飲料に対する乳化安定剤の含有量が0.05～0.3重量%である請求項4に記載の乳飲料。
- [6]     モノエステル含有量が50重量%以上のジグリセリン脂肪酸エステルの含有量が0.03～0.1重量%、ポリグリセリン脂肪酸エステルの含有量が0.01～0.1重量%、HLB10未満のショ糖脂肪酸エステルの含有量が0.01～0.1重量%である請求項4又は5に記載の乳飲料。
- [7]     乳飲料がUHT殺菌された乳飲料である請求項4～6の何れかに記載の乳飲料。
- [8]     乳飲料がミルクコーヒーである請求項4～7の何れかに記載の乳飲料。
- [9]     乳飲料に含有されるコーヒー抽出液がL値15～35の焙煎度のコーヒー豆より抽出されたものである請求項8に記載の乳飲料。
- [10]     乳飲料に含有されるコーヒー抽出液の含有量が生豆換算で5～10重量%である請求項8又は9に記載の乳飲料。

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/007432

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.<sup>7</sup> A23L1/035, A23C9/152, A23F5/24, A23L2/38, B01F17/34,  
17/42, 17/56

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.<sup>7</sup> A23L1/035, A23C9/152, A23F5/24, A23L2/38, B01F17/34,  
17/42, 17/56

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

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

CA/WPIDS (STN), FOODLINE/FOODS ADLIBRA/FOOD SCIENCE AND TECHNOLOGY  
ABSTRACTS (DIALOG), SHOKUHIN KANREN BUNKEN JOHO (in Japanese)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages                      | Relevant to claim No. |
|-----------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| Y         | JP 2002-262773 A (Mitsubishi Chemical Corp.),<br>17 September, 2002 (17.09.02),<br>(Family: none)       | 1-10                  |
| Y         | JP 11-9200 A (Mitsubishi-kagaku Foods Corp.),<br>19 January, 1999 (19.01.99),<br>(Family: none)         | 1-10                  |
| Y         | EP 847696 A2 (RIKEN VITAMIN CO., LTD.),<br>17 June, 1998 (17.06.98),<br>& US 5882708 A & JP 10-165151 A | 1-10                  |

☒ 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  
19 July, 2005 (19.07.05)

Date of mailing of the international search report  
02 August, 2005 (02.08.05)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/007432

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages                 | Relevant to claim No. |
|-----------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| Y         | JP 11-75683 A (Mitsubishi Chemical Corp.),<br>23 March, 1999 (23.03.99),<br>(Family: none)         | 1-10                  |
| Y         | JP 2000-333599 A (Mitsubishi Chemical Corp.),<br>05 December, 2000 (05.12.00),<br>& KR 2001-6841 A | 2                     |

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.<sup>7</sup> A23L1/035, A23C9/152, A23F5/24, A23L2/38, B01F17/34, 17/42, 17/56

## 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.<sup>7</sup> A23L1/035, A23C9/152, A23F5/24, A23L2/38, B01F17/34, 17/42, 17/56

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

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)

CA/WPIDS(STN), FOODLINE/FOODS ADLIBRA/FOOD SCIENCE AND TECHNOLOGY ABSTRACTS (DIALOG), 食品関連文献情報

## C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の<br>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<br>請求の範囲の番号 |
|-----------------|------------------------------------------------------------------------------------|------------------|
| Y               | JP 2002-262773 A (三菱化学株式会社) 2002.09.17<br>(ファミリーなし)                                | 1-10             |
| Y               | JP 11-9200 A (三菱化学フーズ株式会社) 1999.01.19<br>(ファミリーなし)                                 | 1-10             |
| Y               | EP 847696 A2 (RIKEN VITAMIN CO., LTD.) 1998.06.17<br>US 5882708 A & JP 10-165151 A | 1-10             |

☒ 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

19.07.2005

国際調査報告の発送日

02.8.2005

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)

坂崎 恵美子

電話番号 03-3581-1101 内線 3488

4 N

9 4 5 1

| C (続き) . 関連すると認められる文献 |                                                              |                  |
|-----------------------|--------------------------------------------------------------|------------------|
| 引用文献の<br>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<br>請求の範囲の番号 |
| Y                     | JP 11-75683 A (三菱化学株式会社) 1999. 03. 23<br>(ファミリーなし)           | 1-10             |
| Y                     | JP 2000-333599 A (三菱化学株式会社) 2000. 12. 05<br>& KR 2001-6841 A | 2                |