

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5228083号
(P5228083)

(45) 発行日 平成25年7月3日(2013.7.3)

(24) 登録日 平成25年3月22日(2013.3.22)

(51) Int.Cl.

F 1

A61K 31/7048 (2006.01)

A61K 31/7048

A61P 3/02 (2006.01)

A61P 3/02 107

C07H 17/07 (2006.01)

C07H 17/07

請求項の数 8 (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2011-127371 (P2011-127371)
 (22) 出願日 平成23年6月7日 (2011.6.7)
 (65) 公開番号 特開2012-17322 (P2012-17322A)
 (43) 公開日 平成24年1月26日 (2012.1.26)
 審査請求日 平成24年10月31日 (2012.10.31)
 (31) 優先権主張番号 特願2010-131816 (P2010-131816)
 (32) 優先日 平成22年6月9日 (2010.6.9)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

早期審査対象出願

(73) 特許権者 000000918
 花王株式会社
 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1
 O号
 (74) 代理人 110000084
 特許業務法人アルガ特許事務所
 (74) 代理人 100077562
 弁理士 高野 登志雄
 (74) 代理人 100096736
 弁理士 中嶋 俊夫
 (74) 代理人 100117156
 弁理士 村田 正樹
 (74) 代理人 100111028
 弁理士 山本 博人

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】ヘスペリジン組成物の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

水性媒体の存在下、ヘスペリジン及びヘスペリジン糖付加物を110～180で加熱処理する工程を含むヘスペリジン組成物の製造方法。

【請求項2】

ヘスペリジン糖付加物がグルコシルヘスペリジンである、請求項1記載のヘスペリジン組成物の製造方法。

【請求項3】

ヘスペリジン糖付加物がモノグルコシルヘスペリジンである、請求項1記載のヘスペリジン組成物の製造方法。

10

【請求項4】

加熱処理する工程において、ヘスペリジン糖付加物に対するヘスペリジンの質量比を0.1～2.0とする、請求項1～3のいずれか1項記載のヘスペリジン組成物の製造方法。

【請求項5】

水性媒体が水又は炭素数4以下のアルコールを含有する水溶液である、請求項1～4のいずれか1項記載のヘスペリジン組成物の製造方法。

【請求項6】

更に、加熱処理して得られた反応液を冷却する工程、及び冷却された反応液から固体部を除去する工程を含む、請求項1～5のいずれか1項記載のヘスペリジン組成物の製造方法。

20

【請求項 7】

反応液を冷却する工程において、加熱処理温度から 90 ℃までの冷却速度が 0.1 ℃ / s 以上である、請求項 6 記載のスペリジン組成物の製造方法。

【請求項 8】

ヘスペリジン組成物の形態が水溶液状又は粉末状である、請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項記載のスペリジン組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、ヘスペリジン組成物の製造方法に関する。

10

【背景技術】**【0002】**

フラボノイドの一類であるヘスペリジンは、ビタミン P とも呼ばれ、柑橘類の皮などに多く含まれることが知られている物質である。ヘスペリジンは、毛細血管の強化、出血予防、血圧調整など様々な生理作用を有し、食品、医薬品などに広く利用されている。ところが、ヘスペリジンはアルカリ性水溶液には溶解するものの、中性～酸性水溶液には殆ど溶解せず、例えば 25 ℃における水への溶解度は僅かに 0.02 mg / g である。

そこで、これを改善する技術が検討され、例えば、ヘスペリジンにグルコースを結合させた - グルコシルヘスペリジンが提案されている（特許文献 1）。 - グルコシルヘスペリジンは、25 ℃の水への溶解度が 200 mg / g 以上と高く、且つヘスペリジンと同等の機能を発揮するなどの利点がある。

20

【0003】

一方、ヘスペリジンを可溶化させる検討も行われている。例えば、ヘスペリジン配糖体を柑橘果汁ならびに果汁飲料に添加ののち加熱し、含まれているヘスペリジンなどのフラボノイド化合物を溶解する方法（特許文献 2）；ヘスペリジンなどの難水溶性フラボノイドと - サイクロデキストリンを加熱処理して難水溶性フラボノイドを - サイクロデキストリンに包接させた後、 - グルコシルヘスペリジンを共存させる方法（特許文献 3）；水性媒体中にヘスペリジンなどのフラボノイドと大豆サポニン及び / 又はマロニルイソフラボン配糖体を共存させ、加熱処理してフラボノイドを可溶化させる方法（特許文献 4）などが提案されている。これらのことについて、ヘスペリジンの加熱処理は、70 ~ 90 ℃ 前後で行われている。

30

【先行技術文献】**【特許文献】****【0004】**

【特許文献 1】特許第 3549436 号公報

【特許文献 2】特開 2000-236856 号公報

【特許文献 3】特開 2008-271839 号公報

【特許文献 4】国際公開第 2005/003112 号

【発明の概要】**【発明が解決しようとする課題】**

40

【0005】

- グルコシルヘスペリジンなどのヘスペリジン配糖体は水への溶解性が高いものの、製造工程が複雑であるためコストが高い。このため、ヘスペリジンに替えてヘスペリジン配糖体を使用することは経済的に好ましくない。一方、上述の特定の配糖体を用いてヘスペリジンの溶解度を高める方法は知られているものの、ヘスペリジン含有量が低いヘスペリジン組成物しか得られておらず、ヘスペリジンを十分に溶解させることができる方法は知られていなかった。

従って、本発明の課題は、ヘスペリジンの含有量が高く、かつ溶解性に優れるヘスペリジン組成物、並びに該ヘスペリジン組成物の製造方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

50

【0006】

本発明者らは、ヘスペリジンの可溶化技術について種々検討したところ、水性媒体の存在下、ヘスペリジンとヘスペリジン糖付加物を100以上で加熱処理することで飛躍的にヘスペリジンの溶解濃度が増加すること、更に斯かる処理を経た組成物では室温下においてもヘスペリジンの析出が抑えられ高いヘスペリジンの溶解性が維持されることを見出した。

【0007】

すなわち、本発明は、水性媒体の存在下、ヘスペリジン及びヘスペリジン糖付加物を100～180で加熱処理する工程を含むヘスペリジン組成物の製造方法を提供するものである。 10

【0008】

- グルコシルヘスペリジンをヘスペリジンの可溶化剤に用いることは従来知られていることであるが、特許文献3に記載されているように、- グルコシルヘスペリジンによる可溶化作用は限定的なものであった。従って、100以上で加熱処理することによる上記効果は先行技術からは予想できない意外な効果といえる。

ヘスペリジンとヘスペリジン糖付加物を100以上で加熱処理することにより上記課題を解決できる理由は明らかではないが、UVスペクトル解析より、以下のように推測される。ヘスペリジンとヘスペリジン糖付加物は、溶解度の差はあるもののそれぞれの分子が自己会合し、疎水部を積層させて、親水部を外にむけた構造を取ることにより水に溶解していると考えられる。ここで、両成分が水性媒体中に共存し、100以上の熱が加えられると、積層構造が崩れてバラバラになり、且つヘスペリジンとヘスペリジン糖付加物の間で相互作用が生じ、ヘスペリジンとヘスペリジン糖付加物が混在する新たな積層構造が作られ、冷却後もこの積層構造が維持されることでヘスペリジンの溶解性が飛躍的に向上すると考えられる。 20

【発明の効果】**【0009】**

本発明によれば、水などに対するヘスペリジンの溶解濃度を増加させることができ、ヘスペリジン含有率が高いにもかかわらず溶解性に優れるヘスペリジン組成物を提供することができる。

【発明を実施するための形態】**【0010】**

本発明の製造方法では、水性媒体の存在下、ヘスペリジン及びヘスペリジン糖付加物を100～180で加熱処理する工程を行う。 30

【0011】

ヘスペリジンは、ヘスペレチン(5,7,3'-トリヒドロキシ-4'-メトキシフラバノン)の7位の水酸基にルチノース(L-ラムノシリ-(1→6)-D-グルコース)が結合した化合物である。

【0012】

また、ヘスペリジン糖付加物は、ヘスペリジンに更に1個～10個の糖が結合した化合物である。糖としては、グルコース、マルトース、フルクトース、ラムノース、ラクトース等が挙げられる。なかでも、溶解性及び可溶化力の点から、ヘスペリジンに1個～10個のグルコースが結合したグルコシルヘスペリジンが好ましく、更にグルコース1個が結合したモノグルコシルヘスペリジンが好ましい。また、グルコースの付加数は分布を持っているてもよく、ヘスペリジン1モルに対するグルコースの平均付加モル数は1～10が好ましい。なお、ヘスペリジン自身も、上記のとおり、ヘスペレチンをアグリコンとし、これに糖が結合した配糖体である。本発明においてはこれと区別するため、ヘスペリジンに更に糖が結合したものをヘスペリジン糖付加物と表記する。 40

【0013】

これらのヘスペリジン及びヘスペリジン糖付加物は、化学合成や酵素反応を利用して公知の方法により工業的に製造することができる。また、ヘスペリジンについては、これを 50

含有する天然物、好ましくは植物から抽出することによって得ることもできる。これらの物質はまた、試薬等として製造販売されている。市販されているヘスペリジンの例としては、浜理薬品工業（株）のヘスペリジン「ハマリ」が挙げられる。市販されているヘスペリジン糖付加物の例としては、（株）林原生物科学研究所の「林原ヘスペリジンS」が挙げられる。

【0014】

本発明で用いる水性媒体とは、水、及び有機溶媒の水溶液をいう。水としては、水道水、蒸留水、イオン交換水、精製水が例示される。有機溶媒としては、水と均一に混合するものであれば特に限定されない。有機溶媒としては炭素数4以下のアルコールが好ましく、メタノール及びエタノールがより好ましく、食品に適用可能であるという観点よりエタノールが更に好ましい。10

水性媒体として有機溶媒の水溶液を使用することにより、得られるヘスペリジン組成物中のヘスペリジンの含有率を高めることができるために好ましい。水溶液中の有機溶媒の濃度は、0.1～80質量%が好ましく、1～70質量%がより好ましく、5～60質量%が更に好ましい。

また、本発明で用いる水性媒体は、溶質を含むものであってもよい。溶質は特に限定されず、アミノ酸等の酸、無機塩、有機塩、糖等が例示される。醤油、ポン酢、たれ、果汁、野菜汁、コーヒー、茶等を用いてもよい。

【0015】

ヘスペリジンは水への溶解度が低いため、水性媒体へ分散させ、スラリーの状態で存在させるのが好ましい。水性媒体中のヘスペリジンの含有量は、流動性の点から、0.1～100g/Lが好ましく、0.5～50g/Lがより好ましく、1～20g/Lが更に好ましい。20

また、ヘスペリジン糖付加物は水性媒体に溶解して用いるのが好ましい。水性媒体中のヘスペリジン糖付加物の含有量は、流動性の点から、0.1～200g/Lが好ましく、0.5～100g/Lがより好ましく、1～50g/Lが更に好ましい。

【0016】

水性媒体中、ヘスペリジン糖付加物に対するヘスペリジンの質量比は、加熱処理、冷却後に得られるヘスペリジン組成物の溶解性の点から、0.1～20が好ましく、更に0.2～10、更に0.3～5が好ましい。30

【0017】

水性媒体の存在下、ヘスペリジンとヘスペリジン糖付加物を加熱処理する方法は、特に制限されず、公知の方法を適用できる。

加熱処理の温度は、ヘスペリジンの溶解性向上と熱安定性の点から、100～180が好ましく、更に110～170が好ましく、更に120～160が好ましく、更に120～150が好ましい。加熱の手段は、例えば、水蒸気、電気が挙げられる。

【0018】

加熱処理時の圧力は、ゲージ圧で0～10MPaが好ましく、0.1～8MPaがより好ましく、0.1～6MPaが更に好ましく、0.2～6MPaが更に好ましく、0.2～4MPaが更に好ましく、0.25～2MPaが更に好ましく、0.3～1.5MPaが更に好ましく、0.3～0.6MPaが更に好ましい。また、水の飽和蒸気圧以上に設定するのが好ましい。加圧には、ガスを用いてもよく、用いられるガスとしては、例えば、不活性ガス、水蒸気、窒素ガス、ヘリウムガス等が挙げられる。加圧には、ガスを用いず、背圧弁により調整しても良い。40

【0019】

加熱処理は、例えば、回分法、半回分法、流通式反応方法などいずれの方法によっても実施できる。なかでも、流通式反応方法は、反応時間の制御が容易である点で好ましい。

【0020】

加熱処理の時間は、ヘスペリジンの溶解性向上と熱安定性の点から、水性媒体が設定温度に達してから0.1～30分が好ましく、更に0.2～15分、更に0.5～8分が好50

ましい。

流通式反応方式で行う場合、加熱処理の時間は、反応器の高温高圧部の体積を水性媒体の供給速度で割ることにより算出される平均滞留時間を用いる。

【0021】

流通式反応方式で行う場合の水性媒体の流速は、反応器の体積によって異なるが、例えば、反応器体積が100mLの場合、3.3～200mL/分が好ましく、更に6.7～150mL/分が好ましい。

【0022】

加熱処理後、加熱処理して得られた反応液を90以下、好ましくは50以下、更に好ましくは30以下に冷却する工程を行うのが好ましい。冷却の下限は凍結しなければよいが、0以上が好ましく、10以上が好ましい。冷却時に、反応液を0.5～5日間、好ましくは1～3日間混合攪拌してもよい。10

加熱処理温度から90まで低下するのに要した時間から算出される反応液の冷却速度は0.1/s以上、更に0.2/s以上、更に0.5/s以上、1/s以上、更に3/s以上、更に5/s以上が好ましい。冷却速度が大きいほど溶解度を改善することができる。このため、冷却速度の上限は特に定めないが、例えば100/s以下、更に50/s以下が好ましい。

【0023】

更に、反応液から固体部を除去する工程を行うのが、得られるヘスペリジン組成物の溶解性を高める点から好ましい。固体部を除去する方法としては、特に制限されず、例えば遠心分離やデカンテーションにより行うことができる。20

【0024】

かくして得られるヘスペリジン組成物は、ヘスペリジン含有量が高いにもかかわらず、室温下においてもヘスペリジンの析出が抑えられ、溶解性に優れている。

ヘスペリジン組成物のヘスペリジン溶解量は、好ましくは1.3g/L以上であり、より好ましくは2g/L以上、更に好ましくは3g/L以上、更に好ましくは5g/L以上である。本明細書における溶解量は、水に対する25での溶解量である。

本発明のヘスペリジン組成物は、水溶液の状態でもよく、水分量を調整してペースト状とすることもできる。また、水分を除去して粉末状、顆粒状、固形状などの固体物の形態とすることもできる。水分を除去する手段としては、凍結乾燥、蒸発乾固、噴霧乾燥などが挙げられる。30

【0025】

本発明のヘスペリジン組成物におけるヘスペリジン糖付加物に対するヘスペリジンの質量比は0.3～1.0であるが、より好ましくは0.4～8、更に好ましくは0.5～8、更に好ましくは1～5である。

【実施例】

【0026】

<ヘスペリジン及びヘスペリジン糖付加物の定量>

ヘスペリジン及びヘスペリジン糖付加物の定量は、日立製作所製高速液体クロマトグラフを用い、インタクト社製カラムCadenza CD-C18(4.6mm×150mm、3μm)を装着し、カラム温度40でグラジエント法により行った。移動相A液は0.05mol/L酢酸水溶液、B液はアセトニトリルとし、1.0mL/分で送液した。グラジエント条件は以下のとおりである。40

時間(分)	A液(%)	B液(%)
0	8.5	1.5
2.0	8.0	2.0
3.5	1.0	9.0
5.0	1.0	9.0
40.1	8.5	1.5
6.0	8.5	1.5

試料注入量は 10 μ L、検出は波長 283 nm の吸光度により定量した。

【0027】

実施例 1

ヘスペリジン製剤（ヘスペリジン「ハマリ」（商品名）、浜理薬品工業（株）製、ヘスペリジン含有量 90 質量%、以下同じ）とモノグルコシルヘスペリジン製剤（林原ヘスペリジン S（商品名）、（株）林原生物化学研究所製、ヘスペリジン含有量 17 質量%、モノグルコシルヘスペリジン含有量 74 質量%、以下同じ）を蒸留水にそれぞれ 10.0 g / L で分散、4.3 g / L で溶解し、スラリー供給タンク内で均一攪拌した。内容積 100 mL のステンレス製流通式反応器（日東高圧（株）製）に、スラリー供給タンク内の液を 100 mL / 分で供給し、120 で反応を行った（平均滞留時間 1 分）。圧力は出口バルブにより 1.5 MPa に調整した。反応器出口から反応液を抜き出し、室温（25）まで冷却して反応液回収タンクに回収した。冷却は、流通式反応器出口から抜出された反応液を 2 重管式冷却器を用いて冷却水で連続的に熱交換することにより行った。
10

回収した反応液を室温で 3 日間攪拌後、固体部を濾別し、ヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。反応条件と組成物中のヘスペリジン（HES）及びモノグルコシルヘスペリジン（mGHEs）濃度を測定した結果を表 1 に示した（以下、同じ）。

【0028】

実施例 2

反応温度を 150 にした以外は実施例 1 と同様にしてヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。更に凍結乾燥により水分を除去して粉末状のヘスペリジン組成物を得た。粉末状のヘスペリジン組成物を水（25）に再溶解したところ、10 g / L においても溶解することを確認した。
20

【0029】

実施例 3

反応温度を 180 にした以外は実施例 1 と同様にしてヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。

【0030】

実施例 4

モノグルコシルヘスペリジン製剤の蒸留水中の濃度を 1.1 g / L とした以外は実施例 2 と同様にしてヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。
30

【0031】

実施例 5

ヘスペリジン製剤の蒸留水中の濃度を 20 g / L とした以外は実施例 2 と同様にしてヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。

【0032】

比較例 1

反応温度を 25 にした以外は実施例 1 と同様にしてヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。

【0033】

比較例 2

反応温度を 90 にした以外は実施例 1 と同様にしてヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。
40

【0034】

実施例 6

モノグルコシルヘスペリジン製剤の蒸留水中の濃度を 10 g / L とした以外は実施例 1 と同様にしてヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。

【0035】

実施例 7

反応温度を 150 にした以外は実施例 6 と同様にしてヘスペリジン含有水溶液として
50

ヘスペリジン組成物を得た。

【0036】

実施例8

反応温度を180℃にした以外は実施例6と同様にしてヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。

【0037】

比較例3

反応温度を90℃にした以外は実施例6と同様にしてヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。

【0038】

実施例1～8及び比較例1～3で得られたヘスペリジン組成物のM.G.H.E.Sに対するH.E.Sの質量比は表1のとおりである。

【0039】

10

【表1】

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	比較例1	比較例2	比較例3	
仕込	ヘスペリジン製剤*	[g/L]	10.0	10.0	10.0	20.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	
	モノグルコシルヘスペリジン製剤**	[g/L]	4.3	4.3	1.1	4.3	10.0	10.0	10.0	4.3	4.3	10.0	
処理条件	水性媒体	水	水	水	水	水	水	水	水	水	水	水	
	温度	[°C]	120	150	180	150	150	120	150	180	25	90	90
	圧力	[MPa]	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
分析値	HES	[g/L]	2.29	2.11	2.08	1.31	3.07	3.06	3.04	2.86	0.46	0.65	1.28
	mGHEs	[g/L]	3.04	2.18	2.14	0.41	1.85	7.37	5.80	5.54	3.25	3.09	7.31
	HES/mGHEs	[g/g]	0.75	0.97	0.97	3.21	1.67	0.42	0.52	0.52	0.19	0.21	0.17

*)ヘスペリジン「ハマリ」(商品名)、浜理薬品工業

**)林原ヘスペリジンS(商品名)、林原生物化学研究所

表1から明らかなように、ヘスペリジンとヘスペリジン糖付加物を100～180にて加熱処理することにより、ヘスペリジン含有率の高いヘスペリジン組成物を得ることができ、ヘスペリジンの溶解度を顕著に増大させることができた。

【0041】

実施例9

ヘスペリジン製剤を分散、モノグルコシルヘスペリジン製剤を溶解させる水性媒体を蒸留水から50vol%エタノール水溶液にした以外は実施例2と同様にしてヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。組成物中のHES及びmGHEsを測定した結果を表2に示す(以下、同じ)。

【0042】

比較例4

反応温度を25にした以外は実施例9と同様にしてヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。

【0043】

実施例9及び比較例4で得られたヘスペリジン組成物のmGHEsに対するHESの質量比は表2のとおりである。

【0044】

【表2】

			実施例9	比較例4
仕込	ヘスペリジン製剤*	[g/L]	10.0	10.0
	モノグルコシル ヘスペリジン製剤**	[g/L]	4.3	4.3
処理条件	水性媒体		50vol% エタノール	50vol% エタノール
	温度	[°C]	150	25
	圧力	[MPa]	1.5	1.5
分析値	HES	[g/L]	5.13	0.48
	mGHEs	[g/L]	3.01	3.01
	HES/mGHEs	[g/g]	1.71	0.16

*)ヘスペリジン「ハマリ」(商品名)、浜理薬品工業

**)林原ヘスペリジンS(商品名)、林原生物化学研究所

【0045】

表2から明らかなように、反応の際の水性媒体を有機溶媒含有水溶液とすることで、ヘスペリジン含有率の高いヘスペリジン組成物を得ることができた。

【0046】

実施例10

蒸留水の代わりに醤油(ヤマサしょうゆ、pH4.9、ヤマサ醤油(株)製)を用いた以外は実施例1と同様にしてヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。組成物中のHES及びmGHEsを測定した結果を表3に示す(以下、同じ)。

【0047】

実施例11

蒸留水の代わりに減塩醤油(ヤマサ減塩しょうゆ、pH4.7、ヤマサ醤油(株)製)を用い、圧力を0.3MPaとした以外は実施例1と同様にしてヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。

【0048】

実施例12

蒸留水の代わりに味付けぽん酢(味ぽん、pH2.0、(株)ミツカングループ本社製)を用い、圧力を0.3MPaとした以外は実施例1と同様にしてヘスペリジン含有水溶

10

20

30

40

50

液としてヘスペリジン組成物を得た。

【0049】

【表3】

			実施例10	実施例11	実施例12
仕込	ヘスペリジン製剤*	[g/L]	10.0	10.0	10.0
	モノグリコシル ヘスペリジン製剤**	[g/L]	4.3	4.3	4.3
処理条件	水性媒体		醤油	減塩醤油	ぽん酢
	温度	[°C]	120	120	120
	圧力	[MPa]	1.5	0.3	0.3
分析値	HES	[g/L]	1.97	2.87	2.06
	mGHES	[g/L]	3.02	3.04	3.07
	HES/mGHES	[g/g]	0.65	0.94	0.67

*)ヘスペリジン「ハマリ」(商品名)、浜理薬品工業

**)林原ヘスペリジンS(商品名)、林原生物化学研究所

【0050】

表3から明らかなように、アミノ酸や塩等を含む水性媒体を用いても、ヘスペリジン含有率の高いヘスペリジン組成物を得ることができた。

【0051】

実施例13

圧力を0.3 MPaとした以外は実施例1と同様にしてヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。120から90までの冷却時間から求めた冷却速度は7.06/sであった。

【0052】

実施例14

冷却水の温度と流量を変化させ、120から90までの冷却時間から求めた冷却速度を0.52/sとした以外は実施例13と同様にしてヘスペリジン含有水溶液としてヘスペリジン組成物を得た。

【0053】

【表4】

			実施例13	実施例14
仕込	ヘスペリジン製剤*	[g/L]	10.0	10.0
	モノグリコシル ヘスペリジン製剤**	[g/L]	4.3	4.3
処理条件	水性媒体		水	水
	温度	[°C]	120	120
	圧力	[MPa]	0.3	0.3
分析値	冷却速度	[°C/s]	7.06	0.52
	HES	[g/L]	2.82	1.11
	mGHES	[g/L]	3.04	2.73
	HES/mGHES	[g/g]	0.93	0.41

*)ヘスペリジン「ハマリ」(商品名)、浜理薬品工業

**)林原ヘスペリジンS(商品名)、林原生物化学研究所

フロントページの続き

(72)発明者 花木 恵悟
茨城県神栖市東深芝20 花王株式会社研究所内

(72)発明者 山田 泰司
茨城県神栖市東深芝20 花王株式会社研究所内

(72)発明者 小松 利照
茨城県神栖市東深芝20 花王株式会社研究所内

審査官 瀬下 浩一

(56)参考文献 特開2007-308414 (JP, A)
国際公開第2005/003112 (WO, A1)
日本食品工業学会誌, 1985年, Vol.32, No.5, p.344-348

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
A 61 K 31 / 7048
A 61 P 3 / 02
C 07 H 17 / 07
CA / MEDLINE / EMBASE / BIOSIS (STN)
JST Plus / JMEDPlus / JST7580 (JDreamII)