



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 202027620 A

(43)公開日：中華民國 109 (2020) 年 08 月 01 日

(21)申請案號：108142880

(22)申請日：中華民國 108 (2019) 年 11 月 26 日

(51)Int. Cl. : A23L33/105 (2016.01)

A23L2/04 (2006.01)

A61K36/535 (2006.01)

A61K36/53 (2006.01)

(30)優先權：2018/11/27 日本

2018-221098

(71)申請人：日商花王股份有限公司 (日本) KAO CORPORATION (JP)

日本

(72)發明人：高村亮宏 TAKAMURA, AKIHIRO (JP)；岩下真純 IWASHITA, MASAZUMI

(JP)；山本裕太 YAMAMOTO, YUTA (JP)；山脇健司 YAMAWAKI, KENJI (JP)；

橋爪浩二郎 HASHIZUME, KOHJIRO (JP)

(74)代理人：陳長文

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：7 項 圖式數：0 共 33 頁

(54)名稱

紅紫蘇葉萃取物之製造方法

(57)摘要

本發明提供一種紅紫蘇葉萃取物之製造方法，其可自添加有酸之紅紫蘇葉，以較高之產率回收其中所含有之迷迭香酸。

本發明之紅紫蘇葉萃取物之製造方法包括下述步驟(1)：

(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於 pH 值 4.0 ~ 8.0 之條件下利用水進行萃取之步驟。



202027620

【發明摘要】

【中文發明名稱】

紅紫蘇葉萃取物之製造方法

【中文】

本發明提供一種紅紫蘇葉萃取物之製造方法，其可自添加有酸之紅紫蘇葉，以較高之產率回收其中所含有之迷迭香酸。

本發明之紅紫蘇葉萃取物之製造方法包括下述步驟(1)：

(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值4.0～8.0之條件下利用水進行萃取之步驟。

【指定代表圖】

無

【代表圖之符號簡單說明】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】

紅紫蘇葉萃取物之製造方法

【技術領域】

【0001】

本發明係關於一種紅紫蘇葉萃取物之製造方法、以及精製紅紫蘇葉萃取物之製造方法。

【先前技術】

【0002】

紅紫蘇 (**Perilla frutescens var. crispa f. purpurea**) 係紫蘇科 (**Lamiaceae**) 一年生草本植物，自古以來用於食用、藥用。作為紅紫蘇之藥效成分，已知有主要包含於葉中之迷迭香酸，報告有迷迭香酸具有抗過敏作用或抗炎症作用等(非專利文獻1)。

【0003】

先前提出有各種各樣之由紅紫蘇葉製造含有迷迭香酸之萃取物之方法。例如，報告有以下方法：含有迷迭香酸之紫蘇科植物萃取物之製造法，其將紅紫蘇之新鮮全葉於pH值0.5～4.0之酸性條件下，利用水於50～93℃下進行萃取(專利文獻1)；含有酚類之萃取物之製造法，其將經鹽醃保存之紅紫蘇葉於pH值0.5～2.3之條件下、且於80～93℃之加熱條件下，利用水進行萃取，對所獲得之萃取液實施使用吸附性樹脂之層析處理(專利文獻2)；紫蘇萃取液之製造方法，其將新鮮採摘或於日光下曝曬乾燥之紫蘇科植物利用低級醇進行萃取，加入水去除所產生之沈澱，將所獲得之萃取液濃縮後，加入低級醇使醇濃度成為90體積%以上，去除所產生

之沈澱，獲得液狀成分(專利文獻3)。

【0004】

(專利文獻1)國際公開第2002/62365號

(專利文獻2)日本專利特開2003-180286號公報

(專利文獻3)日本專利特開平7-187989號公報

【0005】

(非專利文獻1)城戶浩胤，Oleosience，2004年，4(10)，p.409-415

【發明內容】

【0006】

本發明係關於以下1)～2)者。

1)一種紅紫蘇葉萃取物之製造方法，其包括下述步驟(1)：

(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值4.0～8.0之條件下利用水進行萃取之步驟。

2)一種精製紅紫蘇葉萃取物之製造方法，其包括下述步驟(1)～(3)：

(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值4.0～8.0之條件下利用水進行萃取之步驟；

(2)對步驟(1)中所獲得之萃取液進行濃縮之步驟；

(3)向步驟(2)中所獲得之濃縮萃取液中添加乙醇或乙醇水溶液，繼而將沈澱物去除之步驟。

【實施方式】

【0007】

然而，上述技術存在無法充分地自紅紫蘇葉萃取迷迭香酸，回收率較低之情況。

又，紅紫蘇係僅能夠於夏季收割之植物，市場上廣泛流通的是考慮到提高紅紫蘇葉之保存性而經梅子醋等酸與食鹽浸漬而成之鹽醃保存品。進而，考慮到使紅紫蘇葉中所含有之色素顯色為紅色而添加酸進行保存之情況亦較多。正因如此，若能夠利用添加有酸之紅紫蘇葉而非未經處理之新鮮葉片作為迷迭香酸之萃取原料，則就工業性觀點及經濟性觀點而言有利。

因此，本發明係關於提供一種紅紫蘇葉萃取物之製造方法，該方法可自添加有酸之紅紫蘇葉，以較高之產率回收其中所含有之迷迭香酸。

【0008】

本發明人發現，藉由將添加有酸之紅紫蘇葉於特定之pH值範圍內利用水進行萃取，能夠以較高之產率回收迷迭香酸。又，本發明人進而發現，藉由在對該水萃取物進行濃縮後，添加乙醇水溶液，去除所析出之沈澱物，從而不僅使迷迭香酸殘存，且迷迭香酸之純度得到提高。

【0009】

根據本發明，可自添加有酸之紅紫蘇葉以較高之產率回收迷迭香酸。藉此，能夠獲得含有高含量迷迭香酸之紅紫蘇葉萃取物。又，若進而於萃取後藉由乙醇沈澱進行精製，則不僅使迷迭香酸殘存，且迷迭香酸之純度得到提高，而獲得精製紅紫蘇葉萃取物。

【0010】

本發明之紅紫蘇葉萃取物之製造方法具有以下步驟：(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值4.0～8.0之條件下利用水進行萃取。

又，本發明之精製紅紫蘇葉萃取物之製造方法具有以下步驟：(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值4.0～8.0之條件下利用水進行萃取；(2)對步

驟(1)中所獲得之萃取液進行濃縮；及(3)向步驟(2)中所獲得之濃縮萃取液中添加乙醇或乙醇水溶液，繼而將沈澱物去除。

【0011】

於本發明中，紅紫蘇葉係指紫蘇科紫蘇屬之紅紫蘇(***Perilla frutescens* var. *crispa* f. *purpurea***)之葉。添加有酸之紅紫蘇葉係對新鮮之紅紫蘇葉片添加酸而成者，可使用新鮮狀態者，亦可使用乾燥物、鹽醃保存物。

作為酸，可列舉使用於食品用或醫藥品用之可食用性酸，例如：檸檬酸、蘋果酸、葡萄糖酸、酒石酸、抗壞血酸、琥珀酸、乳酸、醋酸、富馬酸、己二酸、富馬酸等有機酸；磷酸等無機酸。亦可混合該等之2種以上使用。其中，較佳為用於鹽醃保存紅紫蘇葉之梅子醋中大量含有之檸檬酸及/或蘋果酸。

添加有酸之紅紫蘇葉之酸之添加量只要為無損本發明之效果之範圍，則無特別限制，相對於紅紫蘇葉之乾燥質量，較佳為1質量%以上，更佳為10質量%以上，又，較佳為60質量%以下，更佳為40質量%以下。又，較佳為1~60質量%，更佳為10~40質量%。

【0012】

[步驟(1)]

步驟(1)係將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值4.0~8.0之條件下利用水進行萃取之步驟。

進行萃取時之pH值為pH值4.0~8.0，就迷迭香酸之回收率之觀點而言，較佳為pH值4.5以上，更佳為pH值5.0以上，又，較佳為pH值7.0以下，更佳為pH值6.0以下。又，較佳為pH值4.5~7.0，更佳為pH值5.0~

6.0。

作為用以調整pH值之pH值調整劑，可列舉：氫氧化鉀、氫氧化鈉、碳酸鈉、碳酸鉀、氨等，亦可混合該等之2種以上使用。其中，較佳為氫氧化鈉。

【0013】

水可為蒸餾水、離子交換水、脫氣水、自來水、井水等任一種。

作為進行萃取時之水之使用量，相對於添加有酸之紅紫蘇葉(乾燥質量換算)，以浴比計，較佳為4以上，更佳為6以上，又，較佳為35以下，進而較佳為20以下。又，較佳為4～35，更佳為6～20。此處，於本說明書中，乾燥質量係指對紅紫蘇葉進行冷凍乾燥而獲得之固形殘渣之質量。又，所謂浴比係指以水之體積與添加有酸之紅紫蘇葉(乾燥質量換算)之質量之比[水之體積/添加有酸之紅紫蘇葉(乾燥質量換算)之質量]所表示之值。再者，本發明中，體積係指於25℃下之體積。

萃取條件只要為能夠進行充分之萃取之條件，則無特別限制，例如，萃取時間較佳為30分鐘以上，更佳為1小時以上，又，較佳為10小時以下，更佳為2小時以下。又，較佳為30分鐘～10小時，更佳為1～2小時。

又，萃取可於室溫或加熱條件下進行，於加熱條件下之萃取溫度較佳為20℃以上，較佳為50℃以上，更佳為80℃以上，又，較佳為100℃以下，更佳為90℃以下。又，較佳為20～100℃，更佳為50～100℃，進而較佳為80～100℃。通常，若為低溫則進行長時間之萃取，若為高溫則進行短時間之萃取。

萃取方法無特別限制，例如，可採用固液萃取、液液萃取、浸漬、

煎出、浸出、回流萃取、索氏萃取、超音波萃取、微波萃取、攪拌等通常之方法。

萃取步驟可進行1次或複數次。

藉由本步驟而獲得之萃取液可直接使用，或可利用適宜溶劑稀釋製成稀釋液，亦可製備成濃縮液或乾燥粉末、糊狀。

如後所述，就提高迷迭香酸之純度之觀點而言，較佳為將藉由本步驟而獲得之萃取液供於對萃取液進行濃縮之步驟、及向濃縮萃取液中添加乙醇或乙醇水溶液後繼而將沈澱物去除之步驟。

【0014】

就製造效率之觀點而言，萃取步驟中之自添加有酸之紅紫蘇葉回收迷迭香酸之回收率較佳為80質量%以上，更佳為90質量%以上，進而較佳為95質量%以上。

【0015】

[步驟(2)]

步驟(2)係對步驟(1)中所獲得之萃取液進行濃縮之步驟。

萃取液之濃縮可採用常壓濃縮、減壓濃縮、膜濃縮等通常之方法，直接、或者視需要藉由利用水進行稀釋等還原操作獲得濃縮萃取液。

就精製步驟中之迷迭香酸之回收率及精製紅紫蘇葉萃取物之迷迭香酸純度之觀點而言，供於其次之步驟(3)之濃縮萃取液之固形物成分濃度較佳為10質量%以上，更佳為15質量%以上，進而較佳為20質量%以上，又，較佳為60質量%以下，更佳為50質量%以下，進而較佳為45質量%以下。又，較佳為10～60質量%，更佳為15～50質量%，進而較佳為20～45質量%。此處，本說明書中之所謂固形物成分濃度係指以溶質之質量與溶

液之質量之比[溶質質量/濃縮萃取液質量]所表示之值。再者，溶質質量係指對該濃縮萃取液進行冷凍乾燥而獲得之固形殘渣之質量。又，就於其次之步驟(3)中使迷迭香酸殘存且提高迷迭香酸之純度之觀點而言，供於其次之步驟(3)之濃縮萃取液之pH值為pH值4.0以上，較佳為pH值4.5以上，更佳為pH值5.0以上，進而較佳為pH值5.5以上，又，較佳為pH值7.5以下，更佳為pH值7.0以下。又，較佳為pH值4.0～7.5，更佳為pH值4.5～7.5，進而較佳為pH值5.0～7.0，進而較佳為pH值5.5～7.0。濃縮萃取液之pH值調整視需要可藉由在進行濃縮前調整萃取液之pH值而進行，亦可藉由在進行濃縮後調整濃縮萃取液之pH值而進行。作為用以調整pH值之pH值調整劑，可列舉氫氧化鉀、氫氧化鈉、碳酸鈉、碳酸鉀、氨等1種或2種以上。其中，較佳為氫氧化鈉。

【0016】

[步驟(3)]

步驟(3)係向步驟(2)中所獲得之濃縮萃取液中添加乙醇或乙醇水溶液，繼而將沈澱物去除之步驟。

乙醇水溶液中之乙醇之濃度較佳為50體積%以上，更佳為70體積%以上，進而較佳為90體積%以上，又，較佳為99.5體積%以下，更佳為98體積%以下，進而較佳為95體積%以下。又，較佳為50～99.5體積%，更佳為70～98體積%，進而較佳為90～95體積%。

【0017】

於本步驟中，只要為藉由向濃縮萃取液中添加乙醇或乙醇水溶液使沈澱物析出而提高液中之迷迭香酸之純度之條件，則無特別限制，就使迷迭香酸殘存且提高迷迭香酸之純度之觀點而言，較佳為以相對於濃縮萃取

液，乙醇之濃度成為40體積%以上，較佳為55體積%以上，更佳為65體積%以上，進而較佳為70體積%以上，又，95體積%以下，較佳為90體積%以下，更佳為85體積%以下，進而較佳為80體積%以下，又，40～95體積%，較佳為55～90體積%，更佳為65～85體積%，進而較佳為70～80體積%之範圍之方式添加乙醇或乙醇水溶液。

【0018】

步驟(2)及(3)之較佳例如下所述。

- 以相對於固形物成分濃度為10～60質量%之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為40～95體積%之方式，添加50～99.5體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為15～50質量%之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為55～90體積%之方式，添加70～98體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為27.5質量%～48.7質量%之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為70體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為27.5質量%～37.5質量%、且pH值4.5～6.7之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為70體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為24.1質量%～44.2質量%之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為65體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為24.1質量%～38.8質量%、且pH值4.5～6.7之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為65體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為21.3質量%～40.4質量%之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為60體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為21.3質量%～40.4質量%、且pH值4.5～6.7之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為60體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為19.2質量%～37.3質量%之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為55體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為27.7質量%～32.2質量%、且pH值4.5～6.7之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為55體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

【0019】

本步驟中之溫度較佳為10℃以上，更佳為20℃以上，又，較佳為40℃以下，更佳為30℃以下。又，較佳為10～40℃，更佳為20～30℃。

【0020】

作為去除所析出之沈澱物之方法，無特別限制，例如，可藉由離心分離或傾析、過濾而進行。

將藉由本步驟析出之沈澱物去除後獲得之含有迷迭香酸之萃取液可直接使用，或者製成濃縮液或乾燥粉末，或製備為糊狀等。

【0021】

如此，能夠以較高之產率獲得迷迭香酸純度較高之精製紅紫蘇葉萃取物。

經過步驟(1)～(3)之本發明之精製紅紫蘇葉萃取物中，迷迭香酸之純度可設為8質量%以上，較佳為11質量%以上，更佳為14質量%以上。又，自濃縮萃取液回收迷迭香酸之精製回收率可設為較佳為80質量%以上，更佳為90質量%以上，進而較佳為95質量%以上之較高之產率。

【0022】

就迷迭香酸之回收率之觀點而言，本發明之紅紫蘇葉萃取物之製造方法較佳為包含下述步驟(1)：

(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值5.0～8.0之條件下利用水，於萃取溫度20～90℃、水之浴比為4～35(L/kg)下進行萃取之步驟。

【0023】

就迷迭香酸之回收率之觀點、就使迷迭香酸殘存且提高迷迭香酸之純度之觀點而言，本發明之精製紅紫蘇葉萃取物之製造方法較佳為包括下述步驟(1)～(3)：

(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值4.0～8.0之條件下利用水進行萃取之步驟；

(2)對步驟(1)中所獲得之萃取液進行濃縮，且視需要於進行濃縮前將步驟(1)中所獲得之萃取液之pH值調整為4.5～7.0，或於進行濃縮後將濃縮萃取液之pH值調整為4.5～7.0之步驟；

(3)以乙醇之濃度成為40～95體積%之方式，向步驟(2)中所獲得之pH值4.5～7.0之濃縮萃取液中添加乙醇或乙醇水溶液，繼而將沈澱物去除之步驟。

【0024】

就迷迭香酸之回收率之觀點、就使迷迭香酸殘存且提高迷迭香酸之純度之觀點而言，本發明之精製紅紫蘇葉萃取物之製造方法較佳為包括下述步驟(1)～(3)：

(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值4.0～8.0之條件下利用水進行萃取之步驟；

(2)對步驟(1)中所獲得之萃取液進行濃縮，獲得固形物成分濃度15～50質量%之濃縮萃取液，且視需要於進行濃縮前將步驟(1)中所獲得之萃取液之pH值調整為4.5～7.0，或於進行濃縮後將濃縮萃取液之pH值調整為4.5～7.0之步驟；

(3)以乙醇之濃度變為40～95體積%之方式，向步驟(2)中所獲得之固形物成分濃度15～50質量%、pH值4.5～7.0之濃縮萃取液中添加乙醇或乙醇水溶液，繼而將沈澱物去除之步驟。

【0025】

就迷迭香酸之回收率之觀點、就使迷迭香酸殘存且提高迷迭香酸之純度之觀點而言，本發明之精製紅紫蘇葉萃取物之製造方法較佳為包括下述步驟(1)～(3)：

(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值4.0～8.0之條件下利用水，於萃取溫度20～90℃、水之浴比為4～35(L/kg)下進行萃取之步驟；

(2)對步驟(1)中所獲得之萃取液進行濃縮，獲得固形物成分濃度15～50質量%之濃縮萃取液，且視需要於進行濃縮前將步驟(1)中所獲得之萃取液之pH值調整為4.5～7.0，或於進行濃縮後將濃縮萃取液之pH值調整為4.5～7.0之步驟；

(3)以乙醇之濃度變為40～95體積%之方式，向步驟(2)中所獲得之固形物成分濃度15～50質量%、pH值4.5～7.0之濃縮萃取液中添加乙醇或乙醇水溶液，繼而將沈澱物去除之步驟。

【0026】

就迷迭香酸之回收率之觀點、就使迷迭香酸殘存且提高迷迭香酸之純度之觀點而言，本發明之精製紅紫蘇葉萃取物之製造方法較佳為包括下

述步驟(1)~(3)：

(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值4.0~8.0之條件下利用水，於萃取溫度50~100℃、水之浴比為6~20(L/kg)下進行萃取之步驟；

(2)對步驟(1)中所獲得之萃取液進行濃縮，獲得固形物成分濃度15~50質量%之濃縮萃取液，且視需要於進行濃縮前將步驟(1)中所獲得之萃取液之pH值調整為4.5~7.5，或於進行濃縮後將濃縮萃取液之pH值調整為4.5~7.5之步驟；

(3)以乙醇之濃度變為55~90體積%之方式，向步驟(2)中所獲得之固形物成分濃度15~50質量%、pH值4.5~7.5之濃縮萃取液中添加乙醇或乙醇水溶液，繼而將沈澱物去除之步驟。

【0027】

就迷迭香酸之回收率之觀點、就使迷迭香酸殘存且提高迷迭香酸之純度之觀點而言，本發明之精製紅紫蘇葉萃取物之製造方法較佳為包括下述步驟(1)~(3)：

(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值4.0~8.0之條件下利用水，於萃取溫度80~100℃、水之浴比為6~20(L/kg)下進行萃取之步驟；

(2)對步驟(1)中所獲得之萃取液進行濃縮，獲得固形物成分濃度15~50質量%之濃縮萃取液，且視需要於進行濃縮前將步驟(1)中所獲得之萃取液之pH值調整為5.0~7.0，或於進行濃縮後將濃縮萃取液之pH值調整為5.0~7.0之步驟；

(3)以乙醇之濃度變為65~85體積%之方式，向步驟(2)中所獲得之固形物成分濃度15~50質量%、pH值5.0~7.0之濃縮萃取液中添加乙醇或乙醇水溶液，繼而將沈澱物去除之步驟。

【0028】

關於上述實施形態，本發明中進而揭示有以下態樣。

【0029】

<1>一種紅紫蘇葉萃取物之製造方法，其包括下述步驟(1)：

(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值4.0～8.0之條件下利用水進行萃取之步驟。

【0030】

<2>一種精製紅紫蘇葉萃取物之製造方法，其包括下述步驟(1)～(3)：

(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值4.0～8.0之條件下利用水進行萃取之步驟；

(2)對步驟(1)中所獲得之萃取液進行濃縮之步驟；

(3)向步驟(2)中所獲得之濃縮萃取液中添加乙醇或乙醇水溶液，繼而將沈澱物去除之步驟。

<3>如<1>或<2>所記載之製造方法，其中添加有酸之紅紫蘇葉之酸之添加量較佳為1質量%以上，更佳為10質量%以上，又，較佳為60質量%以下，更佳為40質量%以下，又，較佳為1～60質量%，更佳為10～40質量%。

<4>如<1>至<3>中任一項所記載之製造方法，其中步驟(1)中之進行萃取時之pH值較佳為pH值4.5以上，更佳為pH值5.0以上，又，較佳為pH值7.0以下，更佳為pH值6.0以下，又，較佳為pH值4.5～7.0，更佳為pH值5.0～6.0。

<5>如<1>至<4>中任一項所記載之製造方法，其中步驟(1)中之水之

浴比較佳為4以上，更佳為6以上，又，較佳為35以下，進而較佳為20以下，又，較佳為4～35，更佳為6～20。

<6>如<1>至<5>中任一項所記載之製造方法，其中步驟(1)中之萃取時間較佳為30分鐘以上，更佳為1小時以上，又，較佳為10小時以下，更佳為2小時以下，又，較佳為30分鐘～10小時，更佳為1～2小時。

<7>如<1>至<6>中任一項所記載之製造方法，其中步驟(1)中之萃取溫度較佳為20℃以上，更佳為50℃以上，更佳為80℃以上，又，較佳為100℃以下，又，較佳為20～100℃，更佳為50～100℃，進而較佳為80～100℃。

<8>如<2>至<7>中任一項所記載之製造方法，其中於步驟(2)中，進而視需要於進行濃縮前將步驟(1)中所獲得之萃取液之pH值調整為較佳為pH值4.0以上，更佳為pH值4.5以上，更佳為pH值5.0以上，進而較佳為pH值5.5以上，又，較佳為pH值7.5以下，更佳為pH值7.0以下，又，較佳為pH值4.0～7.5，更佳為pH值4.5～7.5，進而較佳為pH值5.0～7.0，進而較佳為pH值5.5～7.0，或於進行濃縮後將濃縮萃取液之pH值調整為較佳為pH值4.0以上，更佳為pH值4.5以上，更佳為pH值5.0以上，進而較佳為pH值5.5以上，又，較佳為pH值7.5以下，更佳為pH值7.0以下，又，較佳為pH值4.0～7.5，更佳為pH值4.5～7.5，進而較佳為pH值5.0～7.0，進而較佳為pH值5.5～7.0。

<9>如<2>至<8>中任一項所記載之製造方法，其中於步驟(3)中，濃縮萃取液之pH值較佳為pH值4.0以上，更佳為pH值4.5以上，更佳為pH值5.0以上，進而較佳為pH值5.5以上，又，較佳為pH值7.5以下，更佳為pH值7.0以下，又，較佳為pH值4.0～7.5，更佳為pH值4.5～7.5，進而較佳

為pH值5.0～7.0，進而較佳為pH值5.5～7.0。

<10>如<2>至<9>中任一項所記載之製造方法，其中於步驟(3)中，濃縮萃取液之固形物成分濃度較佳為10質量%以上，更佳為15質量%以上，進而較佳為20質量%以上，又，較佳為60質量%以下，更佳為50質量%以下，進而較佳為45質量%以下，又，較佳為10～60質量%，更佳為15～50質量%，進而較佳為20～45質量%。

<11>如<2>至<10>中任一項所記載之製造方法，其中步驟(3)中之乙醇水溶液之乙醇之濃度較佳為50體積%以上，更佳為70體積%以上，進而較佳為90體積%以上，又，較佳為99.5體積%以下，更佳為98體積%以下，進而較佳為95體積%以下，又，較佳為50～99.5體積%，更佳為70～98體積%，進而較佳為90～95體積%。

<12>如<2>至<11>中任一項所記載之製造方法，其中於步驟(3)中，以乙醇之濃度成為較佳為40體積%以上，更佳為55體積%以上，更佳為65體積%以上，進而較佳為70體積%以上，又，較佳為95體積%以下，更佳為90體積%以下，更佳為85體積%以下，進而較佳為80體積%以下，又，較佳為40～95體積%，更佳為55～90體積%，更佳為65～85體積%，進而較佳為70～80體積%之範圍之方式，向濃縮萃取液中添加乙醇或乙醇水溶液。

<13>如<2>至<12>中任一項所記載之製造方法，其中步驟(3)中之向濃縮萃取液中之乙醇或乙醇水溶液之添加係下述任一種。

- 以相對於固形物成分濃度為10～60質量%之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為40～95體積%之方式，添加50～99.5體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為15～50質量%之濃縮萃取液，乙醇之濃

度成為55～90體積%之方式，添加70～98體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為27.5質量%～48.7質量%之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為70體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為27.5質量%～37.5質量%、且pH值4.5～6.7之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為70體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為24.1質量%～44.2質量%之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為65體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為24.1質量%～38.8質量%、且pH值4.5～6.7之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為65體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為21.3質量%～40.4質量%之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為60體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為21.3質量%～40.4質量%、且pH值4.5～6.7之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為60體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為19.2質量%～37.3質量%之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為55體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

- 以相對於固形物成分濃度為27.7質量%～32.2質量%、且pH值4.5～6.7之濃縮萃取液，乙醇之濃度成為55體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液

<14>如<2>至<13>中任一項所記載之製造方法，其中步驟(3)中之溫度較佳為10℃以上，更佳為20℃以上，又，較佳為40℃以下，更佳為30

℃以下，又，較佳為10～40℃，更佳為20～30℃。

<15>如<2>至<14>中任一項所記載之製造方法，其中精製紅紫蘇葉萃取物中之迷迭香酸之純度較佳為8質量%以上，更佳為11質量%以上，進而較佳為14質量%以上。

[實施例]

【0031】

(i)迷迭香酸(RA)分析

試樣中之RA量係利用HPLC(高效液相層析法)進行測定。首先，量取試樣置於試管，調整固形物成分濃度1體積%之水溶液。使用50體積%甲醇水溶液將該水溶液適當稀釋後，使用0.45 μm過濾器(PES，Agilent Technologies股份有限公司製造)進行過濾，供於分析。

濃度檢驗用之標準品使用試劑RA(Carbosynth股份有限公司製造)。分析管柱使用Capcell Core C18(2.1 mm×100 mm，2.7 μm，大阪SODA股份有限公司製造)，將流速設為0.7 mL/分鐘、管柱溫度設為40℃、試樣注入量設為10 μL、UV檢測波長設為320 nm進行分析。關於溶離液，A液使用0.1體積%甲酸水溶液，B液使用乙腈，利用兩液之梯度系統實施分析。梯度條件如下所述。

時間(分鐘)	A液(體積%)	B液(體積%)
0-0.3	94	6
0.3-1.2	82	18
1.2-2.2	82	18
2.2-2.7	75	25
2.7-4.5	75	25

4.5-5.5	3	97
5.5-8.0	94	6

【0032】

(ii)pH值之測定

使用LAQUA pH/ION METER(堀場製作所股份有限公司製造)及GRT複合電極(堀場製作所股份有限公司製造)，於室溫下測定pH值。

【0033】

(iii)RA回收率

紅紫蘇葉萃取物中之RA回收率係將添加有酸之紅紫蘇葉中之RA質量設為100質量%，根據下述計算式求出。

RA回收率[質量%]=(紅紫蘇葉萃取物中之RA質量)/(添加有酸之紅紫蘇葉中之RA質量)×100

(添加有酸之紅紫蘇葉中之RA質量)=(添加有酸之紅紫蘇葉中之RA含有率)×(添加有酸之紅紫蘇葉加入質量)

再者，添加有酸之紅紫蘇葉中之RA含有率[質量%]係利用以下方法算出。

向100 mL三角燒瓶中加入添加有酸之紅紫蘇葉5 g與甲醇50 mL(浴比10)，於室溫下靜置，進行8天萃取。其後，使用GFP濾紙(桐山製作所股份有限公司製造)對萃取液進行過濾，進而利用甲醇50 mL(浴比10)對過濾殘渣進行洗淨。將洗淨液與萃取液合併，定容為100 mL，與上述方法同樣地利用HPLC測定RA含量。

添加有酸之紅紫蘇葉中之RA含有率[質量%]=(甲醇萃取物中之RA質量)/(添加有酸之紅紫蘇葉加入質量)×100

【0034】**(iv)RA之精製回收率**

精製紅紫蘇葉萃取物中回收RA之精製回收率係根據下述計算式求出。

RA之精製回收率[質量%]=(精製紅紫蘇葉萃取物中之RA質量)/(添加乙醇水溶液之前之紅紫蘇葉萃取物中之RA質量)×100

【0035】**(v)RA純度**

RA純度係將試樣之固形物成分質量設為100質量%，根據下述計算式求出。

RA純度[質量%]=(試樣中之RA質量)/(試樣之固形物成分質量)×100

【0036】**實施例1**

使用添加有檸檬酸之乾燥紅紫蘇葉粉末(紅紫蘇粉KU，KODAMA食品股份有限公司製造)作為萃取原料之添加有酸之紅紫蘇葉。萃取原料中之RA含有率為2.50質量%。

向萃取原料2 g中加入水40 mL(浴比20)，滴加8 N NaOH水溶液將pH值調整為4.0。繼而，於80℃之加熱條件下進行1小時攪拌萃取，藉由過濾而回收萃取液。進而，向過濾殘渣中加入室溫之水30 mL(浴比15)進行過濾，回收殘存於殘渣內之RA。合併所回收之萃取液，繼而進行冷凍乾燥，獲得乾燥粉末狀之紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之萃取物中之RA含量，求出RA回收率。

【0037】

實施例2～7

於表1所示之pH值與溫度條件下，與實施例1同樣地進行萃取，由萃取原料獲得乾燥粉末狀之紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之萃取物中之RA含量，求出RA回收率。

【0038】

實施例8

向與實施例1同樣之萃取原料20 g中加入水200 mL(浴比10)，滴加8 N NaOH水溶液將pH值調整為6.0。繼而，於90℃之加熱條件下進行1小時攪拌萃取，藉由過濾而回收萃取液。進而，向過濾殘渣中加入室溫之水200 mL(浴比10)進行過濾，回收殘存於殘渣內之RA。合併所回收之萃取液，繼而進行冷凍乾燥，獲得乾燥粉末狀之紅紫蘇葉萃取物。所使用之萃取溶劑之總浴比為20。

測定所獲得之萃取物中之RA含量，求出RA回收率。

【0039】

實施例9

向與實施例1同樣之萃取原料20 g中加入水160 mL(浴比8)，滴加8 N NaOH水溶液將pH值調整為6.0。繼而，於90℃之加熱條件下進行1小時攪拌萃取，藉由過濾而回收萃取液。進而，向過濾殘渣中加入室溫之水160 mL(浴比8)進行過濾，回收殘存於殘渣內之RA。合併所回收之萃取液，繼而進行冷凍乾燥，獲得乾燥粉末狀之紅紫蘇葉萃取物。所使用之萃取溶劑之總浴比為16。

測定所獲得之萃取物中之RA含量，求出RA回收率。

【0040】

實施例10

向與實施例1同樣之萃取原料20 g中加入水120 mL(浴比6)，滴加8 N NaOH水溶液將pH值調整為6.0。繼而，於90℃之加熱條件下進行1小時攪拌萃取，藉由過濾而回收萃取液。進而，向過濾殘渣中加入室溫之水120 mL(浴比6)進行過濾，回收殘存於殘渣內之RA。合併所回收之萃取液，繼而進行冷凍乾燥，獲得乾燥粉末狀之紅紫蘇葉萃取物。所使用之萃取溶劑之總浴比為12。

測定所獲得之萃取物中之RA含量，求出RA回收率。

【0041】

比較例1

向與實施例1同樣之萃取原料2 g中加入水40 mL(浴比20)，繼而，於80℃之加熱條件下進行1小時攪拌萃取，藉由過濾而回收萃取液。進行萃取時之pH值為2.9。進而，向過濾殘渣中加入室溫之水30 mL(浴比15)進行過濾，回收殘存於殘渣內之RA。合併所回收之萃取液，繼而進行冷凍乾燥，獲得乾燥粉末狀之紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之萃取物中之RA含量，求出RA回收率。

將各實施例及比較例之處理條件及分析結果示於表1。

【0042】

[表1]

	萃取時 pH值	萃取時溫度 [°C]	水之總浴比	RA回收率 [W/W]
實施例1	4.0	80	35	68%
實施例2	5.0			91%
實施例3	6.0			88%
實施例4	7.0			81%
實施例5	8.0			78%
實施例6	5.0	20	35	72%
實施例7		50		82%
實施例8	6.0	90	20	88%
實施例9			16	75%
實施例10			12	86%
比較例1	2.9	80	35	56%

【0043】

根據表1確認，於萃取溫度20～90℃下，若進行萃取時之pH值為4.0～8.0，則與比較例1相比RA回收率得到提高。其中，pH值之範圍較佳為5.0～7.0。進而，萃取溫度較佳為50℃以上。

【0044】

實施例11

向離心管中加入與實施例1同樣之萃取原料20 g與水200 mL(浴比10)，滴加8 N NaOH水溶液將pH值調整為6.0。繼而，於50℃之加熱條件下，進行1小時攪拌萃取。其後，使離心管於3000 r/min、20℃下進行5分鐘離心分離，回收上清液。進而，向殘渣中加入室溫之水200 mL(浴比10)，於同樣之條件下進行攪拌萃取與離心分離，回收上清液。再次重複一次該操作，合併共計3次量之上清液。對該萃取液進行冷凍乾燥，獲得乾燥粉末狀之紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之萃取物中之RA含量，結果RA回收率為97質量%。又，RA純度為4.02質量%。

【0045】

繼而，自紅紫蘇葉萃取物之乾燥粉末之中稱取200 mg置於試管，加入水500 μ L，進行攪拌，製備固形物成分濃度28.6質量%之濃縮萃取液。

於室溫下，以乙醇最終濃度成為70體積%之方式，向該濃縮萃取液中添加95體積%乙醇水溶液1.4 mL，形成不溶性之沈澱。繼而，於3000 r/min、20℃下進行10分鐘離心分離後，回收上清液。進而，將形成沈澱時之一半量之乙醇水溶液添加至殘留之沈澱，使用刮勺使沈澱分散。再者，此時之乙醇水溶液之乙醇濃度與沈澱形成時之乙醇最終濃度一致。於同樣之條件下進行離心分離後，回收上清液。與之前回收之上清液合併，進行濃縮，繼而加以乾燥，獲得精製紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之精製紅紫蘇葉萃取物中之RA含量，求出RA精製回收率及RA純度。

【0046】

實施例12及13

以濃縮萃取液之固形物成分濃度變為表2所示之值之方式，調整水及乙醇水溶液之添加量，除此以外，與實施例11同樣地進行處理，由萃取原料獲得精製紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之精製紅紫蘇葉萃取物中之RA含量，求出RA精製回收率及RA純度。

【0047】

實施例14

向與實施例1同樣之萃取原料4 g中加入室溫之水20 mL(浴比5)，滴加8 N NaOH水溶液將pH值調整為4.5。繼而，於50℃之加熱條件下，進行1小時攪拌萃取。其後，使離心管於3000 r/min、20℃下進行5分鐘離心分離，回收上清液。進而，向殘渣中加入室溫之水20 mL(浴比5)，於同樣之條件下進行攪拌萃取與離心分離，回收上清液。再次重複一次該操作，合併共計3次量之上清液。對該萃取液進行冷凍乾燥，獲得乾燥粉末狀之紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之萃取物中之RA含量，結果RA回收率為83質量%。又，RA純度為4.04質量%。

【0048】

繼而，自紅紫蘇葉萃取物之乾燥粉末之中稱取200 mg置於試管，加入水500 μ L，進行攪拌，製備固形物成分濃度28.6質量%之濃縮萃取液。

對於該濃縮萃取液，與實施例11同樣地進行處理，由萃取原料獲得精製紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之精製紅紫蘇葉萃取物中之RA含量，求出RA精製回收率及RA純度。

【0049】

實施例15及16

以使濃縮萃取液之固形物成分濃度變為表2所示之值之方式進行調整，除此以外，與實施例14同樣地進行處理，由萃取原料獲得精製紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之精製紅紫蘇葉萃取物中之RA含量，求出RA精製回收率及RA純度。

【0050】

實施例17～20

向與實施例1同樣之萃取原料200 g中加入水2 L(浴比10)，滴加6 N NaOH水溶液將pH值調整為4.5。繼而，於90℃之加熱條件下進行1小時攪拌萃取。其後，使用篩網(網眼：106 μm ，線徑：71 μm)對萃取液進行過濾，使用濾紙(2號，Agilent Technologies股份有限公司製造)對所獲得之濾液進行過濾。將所獲得之萃取液於40℃下進行減壓濃縮，藉此以濃縮萃取液之形式獲得紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之萃取物中之RA含量與固形物分量，結果求出RA純度為4.33質量%，固形物成分濃度為28.5質量%。

【0051】

繼而，自濃縮萃取液之中稱取800 mg置於試管，且以濃縮萃取液之pH值變為表2所示之值之方式添加8 N NaOH水溶液進行調整。以於室溫下乙醇最終濃度變為70體積%之方式，向該濃縮萃取液中添加95體積%乙醇水溶液。其後之處理與實施例11同樣地進行，由萃取原料獲得精製紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之精製紅紫蘇葉萃取物中之RA含量，求出RA精製回收率及RA純度。

【0052】

實施例21

向與實施例1同樣之萃取原料30 g中加入水150 mL(浴比5)，滴加8 N NaOH水溶液將pH值調整為4.5。繼而，於90℃之加熱條件下，進行1小時攪拌萃取。其後，使離心管於3000 r/min、20℃下進行5分鐘離心分離，

回收上清液。進而，向殘渣中加入水150 mL(浴比5)，於同樣之條件下進行攪拌萃取與離心分離，回收上清液。再次重複一次該操作，合併共計3次量之上清液。向該萃取液中滴加8 N NaOH水溶液將pH值調整為6.0後，進行冷凍乾燥，獲得乾燥粉末狀之紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之萃取物中之RA含量，結果RA回收率為94質量%。又，RA純度為4.12質量%。

【0053】

繼而，自紅紫蘇葉萃取物之乾燥粉末之中稱取200 mg置於試管，加入水526 μ L進行攪拌，製備固形物成分濃度27.5質量%之濃縮萃取液。

對於該濃縮萃取液，與實施例11同樣地進行處理，由萃取原料獲得精製紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之精製紅紫蘇葉萃取物中之RA含量，求出RA精製回收率及RA純度。

【0054】

實施例22～25

以濃縮萃取液之固形物成分濃度變為表3所示之值之方式，調整水之添加量，除此以外，與實施例21同樣地進行處理，由萃取原料獲得精製紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之精製紅紫蘇葉萃取物中之RA含量，求出RA精製回收率及RA純度。

【0055】

實施例26～30

以濃縮萃取液之固形物成分濃度變為表3所示之值之方式，調整水之

添加量，且以乙醇最終濃度變為65體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液，除此以外，與實施例21同樣地進行處理，由萃取原料獲得精製紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之精製紅紫蘇葉萃取物中之RA含量，求出RA精製回收率及RA純度。

【0056】

實施例31～35

以濃縮萃取液之固形物成分濃度變為表3所示之值之方式，調整水之添加量，且以乙醇最終濃度變為60體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液，除此以外，與實施例21同樣地進行處理，由萃取原料獲得精製紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之精製紅紫蘇葉萃取物中之RA含量，求出RA精製回收率及RA純度。

【0057】

實施例36～40

以濃縮萃取液之固形物成分濃度變為表3所示之值之方式，調整水之添加量，且以乙醇最終濃度變為55體積%之方式，添加95體積%乙醇水溶液，除此以外，與實施例21同樣地進行處理，由萃取原料獲得精製紅紫蘇葉萃取物。

測定所獲得之精製紅紫蘇葉萃取物中之RA含量，求出RA精製回收率及RA純度。

將各實施例之處理條件及分析結果示於表2及表3。

【0058】

[表2]

	濃縮萃取液 固形物成分 濃度 [W/W]	濃縮萃取液 pH值	乙醇最終濃度 [V/V]	RA精製回 收率 [W/W]	RA純度 [W/W]
實施例11	28.6%	6.0	70%	>98%	16.0%
實施例12	37.5%			>98%	19.1%
實施例13	44.4%			98%	19.4%
實施例14	28.6%	4.5	70%	94%	9.2%
實施例15	37.5%			>98%	12.2%
實施例16	44.4%			83%	12.5%
實施例17	28.5%	4.9	70%	98%	11.5%
實施例18		5.5		>98%	15.9%
實施例19		6.1		97%	17.6%
實施例20		6.7		91%	17.1%

【0059】

[表3]

	濃縮萃取液 固形物成分 濃度 [W/W]	濃縮萃取液 pH值	乙醇最終濃度 [V/V]	RA精製回收率 [W/W]	RA純度 [W/W]
實施例21	27.5%	6.0	70%	>98%	16.6%
實施例22	33.6%			95%	15.5%
實施例23	38.0%			88%	14.4%
實施例24	43.2%			90%	17.1%
實施例25	48.7%			79%	18.0%
實施例26	24.1%		65%	>98%	14.3%
實施例27	29.7%			>98%	14.6%
實施例28	33.8%			96%	15.9%
實施例29	38.8%			97%	13.9%
實施例30	44.2%			88%	18.0%
實施例31	21.3%		60%	>98%	9.4%
實施例32	26.6%			>98%	11.2%
實施例33	30.4%			>98%	13.7%
實施例34	35.2%			96%	14.1%
實施例35	40.4%			94%	16.3%
實施例36	19.2%		55%	>98%	6.3%
實施例37	24.1%			>98%	7.8%
實施例38	27.7%			96%	9.3%
實施例39	32.2%			97%	11.2%
實施例40	37.3%			87%	12.1%

【0060】

根據表2及表3確認，藉由在對萃取液進行濃縮後，將其供於乙醇沈澱法，不僅抑制於精製步驟中之損耗而產率良好地回收RA，且可使RA高純度化。其中，供於乙醇沈澱之濃縮萃取液之固形物成分濃度與pH值，

及乙醇最終濃度較佳為以下範圍。

- 固形物成分濃度27.5質量%～37.5質量%、pH值4.5～6.7、乙醇最終濃度70體積%

- 固形物成分濃度24.1質量%～38.8質量%、pH值4.5～6.7、乙醇最終濃度65體積%

- 固形物成分濃度21.3質量%～40.4質量%、pH值4.5～6.7、乙醇最終濃度60體積%

- 固形物成分濃度27.7質量%～32.2質量%、pH值4.5～6.7、乙醇最終濃度55體積%

【發明申請專利範圍】

【第1項】

一種紅紫蘇葉萃取物之製造方法，其包括下述步驟(1)：

(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值4.0～8.0之條件下利用水進行萃取之步驟。

【第2項】

一種精製紅紫蘇葉萃取物之製造方法，其包括下述步驟(1)～(3)：

(1)將添加有酸之紅紫蘇葉於pH值4.0～8.0之條件下利用水進行萃取之步驟；

(2)對步驟(1)中所獲得之萃取液進行濃縮之步驟；

(3)向步驟(2)中所獲得之濃縮萃取液中添加乙醇或乙醇水溶液，繼而將沈澱物去除之步驟。

【第3項】

如請求項1或2之製造方法，其中步驟(1)中之萃取溫度為50℃以上。

【第4項】

如請求項1或2之製造方法，其中步驟(1)中之水之浴比為4～35(L/kg)。

【第5項】

如請求項2之製造方法，其中於步驟(3)中，以乙醇之濃度成為40～95體積%之方式，向濃縮萃取液中添加乙醇或乙醇水溶液。

【第6項】

如請求項2或5中任一者之製造方法，其中於步驟(2)中，進而視需要於進行濃縮前將步驟(1)中所獲得之萃取液之pH值調整為4.0～7.5，或於

進行濃縮後將濃縮萃取液之pH值調整為4.0～7.5。

【第7項】

如請求項2或5之製造方法，其中於步驟(3)中，濃縮萃取液之pH值為4.0～7.5。