

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-54

(P2010-54A)

(43) 公開日 平成22年1月7日(2010.1.7)

|                                       |                 |             |
|---------------------------------------|-----------------|-------------|
| (51) Int.Cl.                          | F 1             | テーマコード (参考) |
| <b>A 2 3 L 1/221 (2006.01)</b>        | A 2 3 L 1/221 C | 4 B 0 4 7   |
| <b>A 6 1 K 36/18 (2006.01)</b>        | A 6 1 K 35/78 C | 4 C 0 8 3   |
| <b>A 6 1 P 1/14 (2006.01)</b>         | A 6 1 P 1/14    | 4 C 0 8 8   |
| <b>A 6 1 P 1/10 (2006.01)</b>         | A 6 1 P 1/10    | 4 H 0 0 6   |
| <b>A 6 1 P 11/14 (2006.01)</b>        | A 6 1 P 11/14   |             |
| 審査請求 未請求 請求項の数 11 O L (全 12 頁) 最終頁に続く |                 |             |

|           |                              |          |                           |
|-----------|------------------------------|----------|---------------------------|
| (21) 出願番号 | 特願2008-163169 (P2008-163169) | (71) 出願人 | 000000918                 |
| (22) 出願日  | 平成20年6月23日 (2008.6.23)       |          | 花王株式会社                    |
|           |                              |          | 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1<br>〇号 |
|           |                              | (74) 代理人 | 110000084                 |
|           |                              |          | 特許業務法人アルガ特許事務所            |
|           |                              | (74) 代理人 | 100068700                 |
|           |                              |          | 弁理士 有賀 三幸                 |
|           |                              | (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                 |
|           |                              | 最終頁に続く   |                           |

(54) 【発明の名称】 ジンジャーオレオレジン精製物の製造方法

(57) 【要約】

【課題】粘性成分や着色成分が低減され、刺激性が改善されたジンジャーオレオレジン精製物の製造方法を提供すること。

【解決手段】ジンジャーオレオレジンを、60～100質量%の有機溶剤溶液に分散させ、15～40 Åの細孔径分布を有する活性炭と接触させることを特徴とする、ジンジャーオレオレジン精製物の製造方法。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

ジンジャーオレオレジン を 60～100 質量% の有機溶剤溶液に分散させ、15～40 Å の細孔径分布を有する活性炭と接触させることを特徴とする、ジンジャーオレオレジン精製物の製造方法。

## 【請求項 2】

有機溶剤溶液が 60～100 質量% エタノール溶液である請求項 1 記載の製造方法。

## 【請求項 3】

活性炭の細孔径分布が 25～40 Å である請求項 1 又は 2 記載の製造方法。

## 【請求項 4】

ジンジャーオレオレジン 1 質量部に対して 0.125～0.5 質量部の活性炭を用いる請求項 1～3 の何れか 1 項記載の製造方法。

## 【請求項 5】

請求項 1～4 のいずれか 1 項記載の製造方法により得られたジンジャーオレオレジン精製物。

## 【請求項 6】

ジンジャーオレオレジン精製物であって、ショウガオールが 0.01 質量% になるように調整したエタノール溶液のガードナー色数が 1～4 であることを特徴とするジンジャーオレオレジン精製物。

## 【請求項 7】

ジンジャーオレオレジン精製物であって、ショウガオールが 4 質量% になるように調整したエタノール溶液の 20℃ における絶対粘度が 1～30 cP であることを特徴とするジンジャーオレオレジン精製物。

## 【請求項 8】

ジンジャーオレオレジン を 60～100 質量% の有機溶剤溶液に分散させ、15～40 Å の細孔径分布を有する活性炭と接触させることを特徴とする、ジンジャーオレオレジンの脱色方法。

## 【請求項 9】

有機溶剤溶液が 60～100 質量% のエタノール溶液である請求項 8 記載の脱色方法。

## 【請求項 10】

活性炭の細孔径分布が 25～40 Å である請求項 8 又は 9 記載の脱色方法。

## 【請求項 11】

ジンジャーオレオレジン 1 質量部に対して 0.125～0.5 質量部の活性炭を用いる請求項 8～10 の何れか 1 項記載の脱色方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明はジンジャーオレオレジン精製物の製造方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

ショウガは、その辛味と芳香により、香辛料や調味料として使用され、また、辛味作用の他、消化促進作用、緩下作用、鎮咳作用、血行促進作用、健胃腸作用、解熱作用、抗菌作用等の種々の薬理作用を示すことから生薬としても広く使用されている。

## 【0003】

ジンジャーオレオレジン (oleo-resin) は、ショウガから有機溶剤で抽出し、濃縮した樹脂状・粘稠状の物質である。これには、ジンゲロン、ジンゲロール、ショウガオール等の有効成分が含まれるが、抽出時に一緒に抽出された樹脂、色素類、多糖類やタンパク質等様々な不要成分も存在する。この不要成分の影響で、ジンジャーオレオレジンは、外観が暗褐色であり、ガム状となって高い粘性を有しているため、使用量や用途が制限されると云う問題点がある。また、ショウガ特有の強い刺激臭を有している。このため、これら

10

20

30

40

50

粘性成分、着色成分を除去し、刺激性を改善する必要がある。

【0004】

ところで、オレオレジンの精製方法としては、例えば粗唐辛子オレオレジンを水又は水・低級脂肪酸アルコール混合溶液で洗浄処理し、不要成分を除去し更に精製する方法（特許文献1参照）、粗マリーゴールドオレオレジンを超臨界抽出処理次いでケトン沈殿処理でルテイン含量の高いマリーゴールドオレオレジンに精製する方法（特許文献2参照）等が知られている。

また、一般に脱色に用いられる工業材料として活性炭が知られているが（非特許文献1参照）、一般に活性炭はその性質上、母溶媒が含水率の高い溶液の脱色には極めて有効である反面、母溶媒が含水率の低い溶液、言い換えれば、有機溶剤濃度の高い溶液の場合、ほとんどの有機化合物に対しての吸着効果は劣るとされている（非特許文献2参照）。具体的には、分離精製したい有機化合物が油溶性で除去したい不純物が油溶性の場合、分離精製する手段としてはあまり適していないとされている。

【0005】

従って、オレオレジンの精製に際し、抽出する原材料が異なるので除去すべき成分も個別具体的に異なっており、また精製したい有効成分が除去すべき成分と同じ油溶性の場合には工業的に簡便に精製し難いときもあり、しかもこの有効成分の中には精製工程中に揮発するもの、分解するもの、吸着されるもの等も存在するため、オレオレジンごとに最適な精製方法を検討する必要がある。

そして、ジンジャーオレオレジンについては、着色成分、粘着成分等を効果的に除去できる精製法は、これまでに見出されていない。

【0006】

【特許文献1】特開平8-168356号公報

【特許文献2】特開2004-131496号公報

【非特許文献1】立本英機、安部郁夫監修、「活性炭の応用技術」、株式会社テクノシステム発行、p65、2000年。

【非特許文献2】J. W. ハスラー著、「活性炭 効果的な応用への手引き」、江口良友、織田孝訳、共立出版、p16-17、1976年。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、粘性成分、着色成分が低減され、刺激性が改善されたジンジャーオレオレジンの精製方法を提供することに関する。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者等は、特許文献1を参考に、水／アルコール混液にてジンジャーオレオレジンから着色成分、粘着成分の除去を試みたものの、十分に着色成分や粘着成分を除くことができず、求める効果は得られなかった。

また、非特許文献2からすると、溶剤抽出により製造されるジンジャーオレオレジンは基本的に油溶性物質であり、含有するショウガオールや着色成分、粘性の原因となる樹脂類や刺激臭成分も油溶性物質であるため、ジンジャーオレオレジンを活性炭処理する場合、均一に分散・溶解させるため、母溶媒として含水率の低い溶剤を用いる必要があり、さらにその場合、目的とする有効成分であるショウガオールの回収率は高いものの、同時に除去すべき不純物である色素類、樹脂類も吸着せずに除去することができず、期待する効果が得られないものと考えられていた。

そして、本発明者等は、ジンジャーオレオレジンの精製方法を種々検討した結果、意外にもジンジャーオレオレジンを高濃度の有機溶剤溶液に分散し、この分散液を細孔径分布15～40Åを有する活性炭に接触させることによって、ショウガオール等の有効成分の損失を最低限に抑制しつつ、かつ粘性成分、着色成分等の不要成分が低減され、併せて刺激性が改善されたジンジャーオレオレジンの精製物が得られることを見出した。

## 【0009】

すなわち、本発明は、ジンジャーオレオレジン<sub>2</sub>を60～100質量%の有機溶剤溶液に分散させ、15～40Åの細孔径分布を有する活性炭と接触させることを特徴とする、ジンジャーオレオレジン精製物の製造方法を提供するものである。

## 【0010】

また、本発明は、上記製造方法により得られたジンジャーオレオレジンの精製物を提供するのである。

## 【0011】

また、本発明は、ジンジャーオレオレジン精製物であって、ショウガオールが0.01質量%になるように調整したエタノール溶液のガードナー色数が1～4であるジンジャーオレオレジンの精製物を提供するのである。

10

## 【0012】

また、本発明は、ジンジャーオレオレジン精製物であって、ショウガオールが4質量%になるように調整したエタノール溶液の20℃における絶対粘度が1～30cPであるジンジャーオレオレジンの精製物を提供するのである。

## 【0013】

また、本発明は、ジンジャーオレオレジン<sub>2</sub>を60～100質量%の有機溶剤溶液に分散させ、15～40Åの細孔径分布を有する活性炭と接触させることを特徴とする、ジンジャーオレオレジンの脱色方法を提供するのである。

## 【発明の効果】

20

## 【0014】

本発明によれば、ショウガオール、ジンゲロール等の有効成分を大幅に損失することなく、粘性成分や着色成分が低減され、かつ臭いが緩和されて刺激性が改善されたジンジャーオレオレジン精製物を得ることができる。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0015】

本発明に用いられるジンジャーオレオレジンとは、ショウガ科ショウガ (*Zingiber officinale* ROSC.) を、例えば、エタノール、アセトン又はヘキサン等の有機溶剤で抽出し、濃縮したものをいい、食品添加物、香料、呈味料等として用いられている。

市販品としては、ジボダン社製「GINGER OLEORESIN FCC」（商品名）、Bos Natural Flavors社製「GINGER OLEORESIN」（商品名）等が挙げられる。

30

## 【0016】

本発明に用いられるジンジャーオレオレジンは、性状として暗褐色かつ高粘性（ガム状）であり、ショウガ特有の強い刺激性を有しており、ショウガオールを約5質量%程度含有するものである。

## 【0017】

本発明のジンジャーオレオレジン精製物の製造において用いられる有機溶剤溶液は、有機溶剤の濃度が60～100質量%のものであり、すなわち有機溶剤のみの溶液又は水を0～40質量%含む有機溶剤溶液である。

当該濃度として、好ましくは60～90質量%であり、より好ましくは60～85質量%であり、更に好ましくは60～80質量%である。

40

## 【0018】

当該有機溶剤としては、メタノール、エタノールやプロパノール等の炭素数1～4の低級アルコール、アセトン、ジメチルエーテル、ヘキサン、クロロホルム、ジクロロメタン、トルエン、酢酸エチル、アセトニトリル等が挙げられるが、このうち水に溶解し、また溶剤除去が容易なことから、好ましくは低級アルコール及びアセトンであり、より好ましくはメタノール及びエタノールであり、更に好ましくはエタノールである。これらを単独で又は2種以上組み合わせて用いてもよい。

## 【0019】

有機溶剤溶液の使用量は、限定されないが、ジンジャーオレオレジン（固形分換算）1

50

質量部に対して、好ましくは5質量部以上、より好ましくは8～30質量部、更に好ましくは10～20質量部である。

#### 【0020】

ジンジャーオレオレジンの上記有機溶剤溶液への分散は、ジンジャーオレオレジンと上記濃度の有機溶剤溶液とを接触させればよく、具体的にはジンジャーオレオレジンを実有機溶剤溶液に溶解又は懸濁させればよく、必要に応じて攪拌、超音波処理等の手法が採用できる。

#### 【0021】

次いで、当該分散液と、15～40 Åの細孔径分布を有する活性炭と接触させるが、用いる活性炭は、脱色効果、粘性物質等の吸着効果の点から、細孔径分布が15～40 Åのもの、好ましくは15～25 Åのものが用いられる。

ここで、細孔径分布とは、細孔の大きさと細孔容積の関係を意味し、通常ガス吸着法や水銀圧入法、X線の小角散乱法で測定される。

#### 【0022】

当該細孔径分布を有する活性炭としては、木粉（おがくず）、ヤシ殻、石炭、ピッチ、コークス等の植物物質や鉱物物質の各種炭素質原料を、所定の細孔径分布を有するように炭化し、不活化したものが挙げられる。中でも、木粉（おがくず）やヤシ殻等の植物物質を原料とするものが好ましく、木粉（おがくず）を用いるのがより好ましい。

#### 【0023】

炭化及び不活化の方法は、所定の細孔径分布を形成できるものであればよいが、例えば、細孔径分布15～25 Åを有する活性炭を得る場合には木粉（おがくず）の原材料を水蒸気法によって炭化及び賦活化する方法（非特許文献2参照）、また、細孔径分布25～40 Åを有する活性炭を得る場合には木粉（おがくず）の原材料を塩化亜鉛法（薬品賦活化法）によって炭化及び賦活化する方法（非特許文献2参照）が挙げられる。

#### 【0024】

また、市販品としては、例えば、細孔径分布15～25 Åを有するものとして、白鷺A、白鷺B、白鷺M、白鷺P、粒状白鷺（いずれも日本エンバイアロケミカルズ社の商品名）；太閤Kタイプ、太閤Pタイプ（いずれも二村化学社の商品名）；大平梅峰印、大平MA印（太平化学産業社の商品名）等が挙げられる。また、細孔径分布25～40 Åを有するものとして、カルボラフィン、強力白鷺、精製白鷺、特製白鷺（いずれも日本エンバイアロケミカルズ社の商品名）；太閤Sタイプ（二村化学社の商品名）等が挙げられる。

#### 【0025】

当該活性炭の使用量は、吸着能を超えない範囲であれば特に制限はないが、有効成分の損失を低減しつつ、着色成分等の不要成分の除去効率を低下させないため、ジンジャーオレオレジン（固形分換算）1質量部に対して、好ましくは0.001～1質量部であり、より好ましくは0.0625～0.5質量部であり、更に好ましくは0.1～0.5質量部である。

#### 【0026】

活性炭の形態としては、粒状、粉状が挙げられ、いずれの活性炭を用いてもよいが、接触処理に応じて適宜選択すればよい。

#### 【0027】

分散液と活性炭との接触手段としては、パッチ式、カラムによる連続処理等のいずれの方法によって行ってもよい。例えば、ジンジャーオレオレジンを含む分散液に粉末状の活性炭を添加、攪拌し、不要成分を選択的に吸着後、ろ過操作により不要成分を除去したろ液を得る方法、又は顆粒状の活性炭等を充填したカラムを用いて連続処理により不要成分を選択的に吸着し、有効成分を溶出する方法等が挙げられる。連続的にジンジャーオレオレジンの精製を行うことができるので、活性炭カラムによる連続処理等の方法で行うことが好ましい。

このときの操作温度は、好ましくは5～60℃であり、より好ましくは20～40℃である。

10

20

30

40

50

## 【0028】

また、有効成分の回収率を高めるため、ジンジャーオレオレジンの分散液に接触させた活性炭を更に有機溶剤溶液に接触させて、得られた溶出液を回収してもよい。

ここで溶出に用いる有機溶剤溶液は、上記分散に用いた溶液と同様のものが好ましい。

## 【0029】

得られたジンジャーオレオレジンは、上記の方法で繰り返し更に精製してもよく、エタノール等の有機溶剤沈殿法等公知の方法を組み合わせで精製してもよい。

また、適宜、減圧濃縮、薄膜濃縮等の方法により有機溶剤を除去してもよい。

## 【0030】

斯様にして得られたジンジャーオレオレジンの精製物は、そのまま、これを濃縮又は希釈して使用することができる。

10

## 【0031】

本発明の方法を用いれば、後記実施例に記載のように、ジンジャーオレオレジン中に含まれるショーガオール、ジンゲロール等の有効成分、特に疎水性の有効成分を大幅に損失することなく、粘性成分、着色成分を低減することができる。また、同時に刺激臭の緩和を図ることができる。すなわち、斯様にして得られたジンジャーオレオレジンの精製物は、従来ジンジャーオレオレジンが着色、刺激性や粘性等によって大量に配合することができなかつたものにも使用することができる。

## 【0032】

従って、ジンジャーオレオレジンの精製物は、食品添加物、香料、呈味料等として幅広い製品に用いることが可能であり、製品としては、例えば、口腔用組成物（洗口剤、噴霧液、歯磨剤、錠剤等）、チューインガムや口中清涼菓子等の食品、口腔衛生器具（デンタルフロス、布等）等に用いることが好ましい。

20

## 【0033】

また、本発明の方法により得られたジンジャーオレオレジンのガードナー色数（ショーガオール0.01質量%エタノール溶液）（「JIS K0071-3 化学製品の色試験方法 第2部 ガードナー色数」参照）は、好ましくは1～4であり、より好ましくは1～3であり、更に好ましくは1～2である。

ショーガオールが0.01質量%になるように調整したエタノール溶液のジンジャーオレオレジン精製物のガードナー色数が1～4であれば、配合上優位である。

30

## 【0034】

また、本発明の方法により得られたジンジャーオレオレジンの精製物の粘性（絶対粘度）（ショーガオール4質量%エタノール溶液、温度20℃）は、好ましくは1cP～30cPであり、より好ましくは5cP～25cPであり、更に好ましくは10cP～25cPである。

ショーガオールが4質量%になるように調整したエタノール溶液のジンジャーオレオレジン精製物の20℃における絶対粘度が1～30cPであれば、ハンドリングが容易となり、かつ配合上、優位である。

## 【実施例】

## 【0035】

ジンジャーオレオレジンの有効成分の含有量、粘度、着色の測定は、公知の手段を用いればよい。例えば、当該有効成分の含有量を測定する場合は、高速液体クロマトグラフィー（HPLC）を用いればよい。このときの検出手段としては、UV検出装置やLC-MS/MS検出装置が挙げられる。また、ジンジャーオレオレジンの着色を測定する場合には、目視の他、「JIS K0071-3 化学製品の色試験方法 第2部 ガードナー色数」に記載の測定法、可視部（360nm～830nm）を測定可能な装置、例えば分光光度計や比色計等を用いればよい。また、ジンジャーオレオレジンの粘度を測定する場合には、絶対粘度を測定できる装置、例えば山一電気社製の振動式粘度計「VM-1A」を用いて測定すればよい。

40

## 【0036】

50

## 実施例 1

100mL容ガラス製スクリュースバイアルに、ジンジャーオレオレジン（ジボダン社製）2gを原料として入れ、95質量%のエタノール水溶液50mLに溶解した。

各種活性炭（白鷺WH2C、白鷺P、カルボラフィン、いずれも日本エンバイロケミカルズ社製）を各ジンジャーオレオレジン分散液にそれぞれ2g添加した。振盪機を用いて室温で2時間攪拌して着色成分、粘性成分や臭い成分を活性炭に吸着させた後、0.45  $\mu$ mのフィルターで溶液をろ過し、ろ液をHPLC（カラム：イナートシル-ODS-3（GL-Science, 2.1×150mm）、0.1%TFA(0min)→100%MeCN(30min)→100%MeCN(40min)、0.2mL/min, 40℃, UV254nm）で測定した（図1）。このとき、ジンジャーオレオレジン95質量%のエタノール水溶液50mLに分散させた際のショーガオール濃度を100%とした。

また、ろ液1.5mLを2mL容ガラス製スクリュースバイアルに入れ、パネラー（2人）を用いて、ニオイ（刺激臭）レベル及び着色の低減度合いをジンジャーオレオレジン溶液と比較した。

このとき、ジンジャーオレオレジン95質量%のエタノール水溶液50mLに分散させた際の着色及びニオイを基準とした。

ここで、「ニオイ」とは、ショウガ特有の強い刺激臭を意味する。

## 【0037】

HPLC分析の結果得られた、各処理品中のショーガオール回収率、並びに目視での着色低減度合い及びニオイレベルを下記表1に示した。

ここに示した通り、ショーガオール回収率は3種とも同等であるが、15 Å未満の白鷺WH2Cでは着色除去効果が殆ど認められず、刺激臭緩和効果も若干効果があるに過ぎなかった。

一方で、カルボラフィン（25-40 Å）及び白鷺P（15-25 Å）共に着色除去効果及び刺激臭緩和効果が認められ、着色除去効果という点では、カルボラフィン（25-40 Å）が最も優れていた。

従って、活性炭の細孔径分布は、15-40 Åが優れているという結果を得た。

## 【0038】

## 【表1】

| 活性炭種類                                                | 細孔径     | 脱色レベル | ニオイレベル | ショーガオール回収率 |
|------------------------------------------------------|---------|-------|--------|------------|
| カルボラフィン                                              | 25-40 Å | ++    | ++     | 79.4%      |
| 白鷺P                                                  | 15-25 Å | +     | ++     | 80.1%      |
| 白鷺WH2C                                               | 15 Å未満  | —     | +      | 80.2%      |
| —：効果が無い～弱い／＋：効果がある／++：望ましい効果がある<br>母溶媒のエタノール濃度：95質量% |         |       |        |            |

## 【0039】

## 実施例 2

ジンジャーオレオレジン2gを100mL容ガラス製スクリュースバイアルに入れたものを6個用意し、それぞれを50質量%、60質量%、70質量%、80質量%、90質量%、無水（99.5質量%）濃度のエタノール水溶液50mLに分散させた。

## 【0040】

各エタノール水溶液にカルボラフィン1.0gを添加し、室温で2時間攪拌後、0.45  $\mu$ mのフィルターでろ過し、上記実施例1と同様にして、ジンジャーオレオレジン95質量%のエタノール水溶液50mLに分散した溶液を基準とし、ショーガオールの回収率及び着色の低減度合いを比較した。この結果を下記表2に示した。

## 【0041】

分散させる際のエタノール溶液（母溶媒ともいう）のエタノール濃度がいずれであっても、明らかに脱色作用が認められた。また各処理品のニオイレベルを判定したところ、い

ずれも処理前と比べてマイルドな香りとなっていた。しかしながら、母溶媒のエタノール濃度が50質量%になると、ショーガオール回収率が極端に低下した。一方で、母溶媒のエタノール濃度が60質量%以上であれば、ショーガオール回収率が60%近くまで高まった。

#### 【0042】

上記のとおり、活性炭処理による脱色の場合には、一般的にいわれているようにエタノール濃度が低くなるにつれて脱色は効果的であったが、本来ジンジャーオレオレジンの有効成分であるショーガオールやジンゲロール等の疎水性成分までも同時に失われてしまった。ところが、意外にも60質量%以上のエタノール水溶液を用いれば、有効成分の回収率及び着色の低減度合いのすべてを満たすことができた。

従って、活性炭に分散液を接触させる場合、60質量%以上の有機溶剤溶液が分散液として優れているという結果を得た。

#### 【0043】

##### 【表2】

| カルボラフィン使用量                                                                            | 母溶媒のエタノール濃度(質量%) |       |       |       |       |       |
|---------------------------------------------------------------------------------------|------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
|                                                                                       | 無水               | 90%   | 80%   | 70%   | 60%   | 50%   |
| 1.00質量部                                                                               | 79.8%            | 76.5% | 72.5% | 67.0% | 56.7% | 37.1% |
|                                                                                       | ++               | +++   | ++++  | ++++  | +++++ | +++++ |
| 上段：ショーガオール回収率／下段：脱色レベル<br>－：効果が無い～弱い／＋：効果がある／++：望ましい効果がある／<br>+++～+++++：非常に望ましい効果がある。 |                  |       |       |       |       |       |

#### 【0044】

##### 実施例3

ジンジャーオレオレジン2gを100mL容ガラス製スクリュウバイアルに入れ、60質量%、70質量%、80質量%、90質量%、無水（99.5質量%）濃度のエタノール水溶液50mLに溶解した。カルボラフィン0.25gを添加した以外は実施例2と同様にして、ジンジャーオレオレジンを95質量%のエタノール水溶液50mLに分散させた溶液を基準とし、ショーガオールの回収率及び着色の低減度合いを比較した。また、カルボラフィン0.25gを0.5gに代えて同様にした。これらの結果を下記表3に示した。なお、カルボラフィン1.00質量部は上記実施例2の結果を記載した。

#### 【0045】

カルボラフィン0.25質量部使用時は母溶媒のエタノール濃度が60質量%以上の時、カルボラフィン0.50質量部使用時は母溶媒のエタノール濃度が70質量%以上の時に、それぞれショーガオール回収率が8割以上と高回収率であった。

#### 【0046】

また各処理品の脱色レベルについては、カルボラフィン0.25質量部使用時は母溶媒のエタノール濃度が70質量%以下の時、カルボラフィン0.50質量部使用時は母溶媒のエタノール濃度が80質量%以下の時に、明らかに脱色作用が認められた。

また各処理品のニオイレベルを判定したところ、いずれも処理前と比べてマイルドな香りとなっていた。

#### 【0047】

上記のとおり、回収率の点ではカルボラフィン0.25質量部が最も好ましく、着色低減効果の点ではカルボラフィン0.50質量部が最も好ましかった。

従って、活性炭の量は、ジンジャーオレオレジン2g当たり0.25質量部～0.50質量部が最も優れているという結果を得た。

#### 【0048】



【表 3】

| カルボラフィン<br>使用量                                                                                                       | 母溶媒のエタノール濃度(質量%) |              |               |               |               |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------|--------------|---------------|---------------|---------------|
|                                                                                                                      | 無水               | 90%          | 80%           | 70%           | 60%           |
| 0.25質量部                                                                                                              | N. T.            | 97.9%<br>+   | 96.7%<br>++   | 85.8%<br>+++  | 82.8%<br>++++ |
| 0.50質量部                                                                                                              | N. T.            | 92.8%<br>++  | 90.9%<br>+++  | 82.2%<br>+++  | 76.4%<br>++++ |
| 1.00質量部                                                                                                              | 79.8%<br>++      | 76.5%<br>+++ | 72.5%<br>++++ | 67.0%<br>++++ | 56.7%<br>++++ |
| 上段：ショーガオール回収率／下段：脱色レベル<br>ー：効果が無い～弱い／＋：効果がある／＋＋：望ましい効果がある／<br>＋＋＋～++++：非常に望ましい効果がある。<br>N. T. : Not test : 試験をしていない。 |                  |              |               |               |               |

10

## 【0049】

上記表 3 に示すショーガオール回収率が80%以上であり、かつ脱色レベルの良好な条件においてカルボラフィン処理して回収した溶液をロータリーエバポレーターを用いて溶剤を含む溶液を除去するため減圧濃縮し、前述のHPLC条件にて各サンプルのショーガオール濃度を測定した結果を下記表 4 に示した。いずれの条件においても、ショーガオールが濃縮されていた。

20

## 【0050】

【表 4】

| サンプル                         | ショーガオール濃度 |
|------------------------------|-----------|
| 原料オレオレジン                     | 4.73質量%   |
| 80質量%エタノール・0.5質量部カルボラフィン処理品  | 5.76質量%   |
| 70質量%エタノール・0.5質量部カルボラフィン処理品  | 6.16質量%   |
| 70質量%エタノール・0.25質量部カルボラフィン処理品 | 6.95質量%   |
| 60質量%エタノール・0.25質量部カルボラフィン処理品 | 7.32質量%   |

30

## 【0051】

更に、上記各処理品を、ショーガオール濃度が0.01質量%になるようにエタノールで希釈し、「J I S K 0 0 7 1 - 3 化学製品の色試験方法 第2部 ガードナー色数」に記載の方法に従って測定を行い、下記の表 5 に示した。

## 【0052】

本発明のいずれの処理品も、ガードナー色数が、原料オレオレジン溶液より大幅に低くなり、配合上優位である。

## 【0053】

【表 5】

| サンプル                                     | ガードナー色数 |
|------------------------------------------|---------|
| 原料オレオレジン                                 | 5       |
| 80質量%エタノール・0.5質量部カルボラフィン処理品              | 2       |
| 70質量%エタノール・0.5質量部カルボラフィン処理品              | 2       |
| 70質量%エタノール・0.25質量部カルボラフィン処理品             | 3       |
| 60質量%エタノール・0.25質量部カルボラフィン処理品             | 2       |
| 各サンプル：ショーガオール濃度0.01質量%になるようにエタノール希釈したもの。 |         |

40

50

## 【0054】

更に、上記各処理品を、ショーガオール濃度が4質量%になるようにエタノールで希釈し、1.5mL容バイアルに各サンプル溶液を1.5mL入れ、20℃にて山一電気社製の振動式粘度計「VM-1A」を用いて各サンプルの絶対粘度を測定し、下記の表6に示した。

## 【0055】

本発明のいずれの処理品も、絶対粘度が原料オレオレジン溶液より約1/6～1/10と大幅に低くなり、ハンドリングが容易になり、かつ配合上優位である。

## 【0056】

## 【表6】

| サンプル                                  | 絶対粘度 (cP) |
|---------------------------------------|-----------|
| 原料オレオレジン                              | 127.0     |
| 80質量%エタノール・0.5質量部カルボラフィン処理品           | 18.6      |
| 70質量%エタノール・0.5質量部カルボラフィン処理品           | 19.5      |
| 70質量%エタノール・0.25質量部カルボラフィン処理品          | 13.0      |
| 60質量%エタノール・0.25質量部カルボラフィン処理品          | 12.9      |
| 各サンプル：ショーガオール濃度4質量%になるようにエタノール希釈したもの。 |           |

10

## 【0057】

以上の結果を考慮すると、各種の有効な生理作用を示すショーガオールの活性炭への吸着による損失を2割以下に抑えつつ、かつ着色を良好なレベルまで低減し、かつショーガオール濃度を高め、かつ粘度を低減したジンジャーオレオレジンを得るための好ましい方法としては、カルボラフィンのような細孔径の大きな(25-40Å)活性炭を用い、かつ0.25質量部活性炭を使用した時はエタノール濃度が60質量%以上～70質量%以下の母溶媒を用い、また0.50質量部活性炭を使用した時はエタノール濃度が70質量%以上～80質量%以下の母溶媒を使用するといった方法が挙げられる。

20

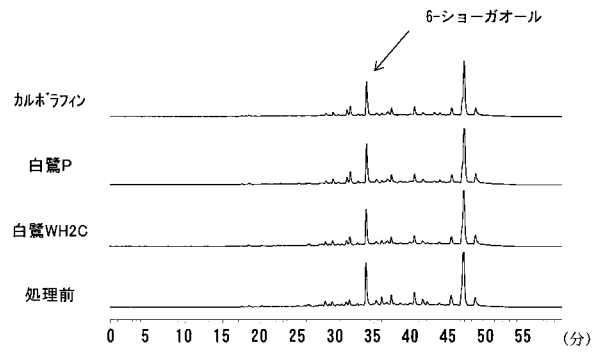
## 【図面の簡単な説明】

## 【0058】

【図1】ジンジャーオレオレジンの処理前、各種活性炭処理後のHPLC分析の結果を示す。

30

【図 1】



フロントページの続き

| (51)Int.Cl.    |               | F I              | テーマコード (参考)             |
|----------------|---------------|------------------|-------------------------|
| <b>A 6 1 P</b> | <b>9/00</b>   | <b>(2006.01)</b> | <b>A 6 1 P</b> 9/00     |
| <b>A 6 1 P</b> | <b>29/02</b>  | <b>(2006.01)</b> | <b>A 6 1 P</b> 29/02    |
| <b>A 6 1 P</b> | <b>31/04</b>  | <b>(2006.01)</b> | <b>A 6 1 P</b> 31/04    |
| <b>C 0 7 C</b> | <b>45/79</b>  | <b>(2006.01)</b> | <b>C 0 7 C</b> 45/79    |
| <b>C 0 7 C</b> | <b>49/255</b> | <b>(2006.01)</b> | <b>C 0 7 C</b> 49/255 Z |
| <b>A 6 1 K</b> | <b>8/97</b>   | <b>(2006.01)</b> | <b>A 6 1 K</b> 8/97     |
| <b>A 6 1 Q</b> | <b>11/00</b>  | <b>(2006.01)</b> | <b>A 6 1 Q</b> 11/00    |

(74)代理人 100111028

弁理士 山本 博人

(72)発明者 逆井 充好

栃木県芳賀郡市貝町赤羽 2 6 0 6 花王株式会社研究所内

F ターム(参考) 4B047 LB04 LG45 LP01

4C083 AA111 AA112 BB41 CC41 DD08 DD12 DD15 DD22 DD23 DD27  
DD31 DD38 DD39 EE06 EE31 FF01  
4C088 AB81 AC13 BA07 BA08 BA10 BA11 CA03 CA06 CA07 CA09  
CA11 CA13 CA17 MA57 NA06 NA09 NA14 NA20 ZA07 ZA36  
ZA62 ZA69 ZA72 ZB35  
4H006 AA02 AD17 BB14 BB31