(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第4170473号
(P4170473)

(45)発行日　平成20年10月22日(2008.10.22)　(24)登録日　平成20年8月15日(2008.8.15)

(51)Int.Cl.		F I	
A61K 47/36	(2006.01)	A61K	47/36
A61K 9/20	(2006.01)	A61K	9/20
A61K 8/73	(2006.01)	A61K	8/73
C08B 31/00	(2006.01)	C08B	31/00

請求項の数 9　外国語出願　(全 24 頁)

(21)出願番号　特願平10-311942
(22)出願日　平成10年11月2日(1998.11.2)
(65)公開番号　特開平11-236338
(43)公開日　平成11年8月31日(1999.8.31)
審査請求日　平成14年5月22日(2002.5.22)
(31)優先権主張番号　08/962282
(32)優先日　平成9年10月31日(1997.10.31)
(33)優先権主張国　米国(US)
(31)優先権主張番号　09/178087
(32)優先日　平成10年10月23日(1998.10.23)
(33)優先権主張国　米国(US)

(73)特許権者　590000824
ナショナル　スターチ　アンド　ケミカル　インベストメント　ホールディング　コーポレイション
アメリカ合衆国，デラウェア　１９７２０，ニューキャッスル，ユニケマ　ブールバード　１０００
(74)代理人　100077517
弁理士　石田　敬
(74)代理人　100108110
弁理士　日野　あけみ
(74)代理人　100088269
弁理士　戸田　利雄
(74)代理人　100082898
弁理士　西山　雅也

最終頁に続く

(54)【発明の名称】封入剤としての酵素転化澱粉誘導体の使用

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

封入剤であって、疎水性基または疎水性基と親水性基の両方を含有する、澱粉分子の１，４－結合を非－還元性末端から開裂可能な酵素により酵素分解されていない糊化澱粉誘導体、並びにモノサッカリド、ジサッカリド、オリゴサッカリド及びマルトデキストリンからなる群から選択される少なくとも１つの化合物を含む、前記封入剤。

【請求項２】

請求項１の封入剤を用いて活性剤を封入する方法であって、

ａ）前記封入剤の溶液を形成し、

ｂ）前記活性剤を前記溶液中に乳化することを含む、前記方法。

【請求項３】

活性剤及び請求項１の封入剤を含む、封入された活性剤。

【請求項４】

請求項３の封入された活性剤を含む、食物組成物。

【請求項５】

請求項３の封入された活性剤を含む組成物であって、医薬品、パーソナルケア製品、ヘアケア製品、紙製品、動物ケア製品及び家事製品からなる群から選択される、前記組成物。

【請求項６】

ａ）請求項１の封入剤、及び

ｂ）活性剤
を含む、錠剤。
【請求項７】
ａ）高耐酸化性を与えるために澱粉分子の１，４－結合を非－還元性末端から開裂可能な少なくとも１つの酵素により分解されると同時に封入特性を与えるために澱粉ベースの実質的に高分子量部分を維持している、疎水性基または疎水性基と親水性基の両方を含有する糊化澱粉誘導体を含む封入剤、及び
ｂ）活性剤
を含む、錠剤。
【請求項８】
前記糊化澱粉誘導体が２０～８０のデキストロース当量を有する、請求項７の錠剤。
【請求項９】
少なくとも３キロパスカルの硬度を有する、請求項６～８のいずれかの錠剤。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、疎水性基または疎水性基と親水性基の両方を含有する澱粉誘導体の製造後に、澱粉分子の酵素加水分解により製造される加工澱粉に関する。上記加工澱粉は、特に高配合量及び保留性の活性成分、低い表面油にじみ出し及び優秀な耐酸化性が望まれる系において、封入剤として有用である。この封入剤は錠剤を含む多数の用途において有用である。
【０００２】
【従来の技術】
チュー（ｃｈｉｎ）に発行された米国特許第４，９７７，２５２号及び米国特許第５，１８５，１７６号は、エキソ－酵素によって酵素分解された、疎水性基または疎水性基と親水性基の両方を含有する澱粉誘導体を開示している。これらの加工澱粉は乳化剤として有用である。
【０００３】
多数の化学組成物が封入剤として、特に、食品、化粧品、塗料、医薬品、パーソナルケア、家事及びポリマー産業で慣用されている。従来の封入剤としての機能を果たす典型的な組成物は、アラビアゴム、デキストリン、低粘度加工澱粉、アラビノガラクタン、アカシアゴム、カゼイン、ゼラチン、カルボキシメチルセルロース並びにトラガカント、カラヤ、アルギン酸ナトリウム、タンニン及びセルロースを包含する。
【０００４】
しかしながら、これらの典型的な組成物は、高活性剤配合量（ｌｏａｄｉｎｇ）及び高保留性、低表面油並びに優秀な耐酸化性を両立させて与えない。一般に、慣用の封入剤を用いて製造された粉末は、高レベルの活性剤を含有しない。１５～２０％よりも高レベルの油を配合すると、上記慣用の封入された粉末は乾燥工程の間にかなりの量の油を失い、粉末の表面上ににじみ出た多量の油を有し及び／または一般に不十分な耐酸化性を有する。
【０００５】
ブレンナー（Ｂｒｅｎｎｅｒ）等に発行された米国特許第３，９７１，８５２号は、油を隔離する固体の水感受性、好ましくは水溶性保護マトリックスの粒子中に、その粒子を湿気にさらすことにより使用のために油が放出されるまで、油を封入する方法を開示している。マトリックス形成性封入材料は、油と水性エマルションを形成できる多糖類とポリヒドロキシ化合物の混合物を包含する。この特許は比較的に高配合量であって、８０容量％までの効率的な封入と共に実質的に５％を越えない表面油を請求しているけれども、封入された油含量が６０重量％を越える時に、この公知の方法は、乾燥の間の過度の油の喪失及び１０～２４％もの抽出し得る油を伴い、効率的な封入油回収率を与えることができない。さらに、これらのマトリックスが良好な耐酸化性を与えることは示されていない。
【０００６】

レビン（Ｌｅｖｉｎｅ）等に発行された米国特許第５，０８７，４６１号は、２以下のデキストロース当量を有する化学的に加工された澱粉、マルトデキストリン、コーンシロップ固形分またはポリデキストロース及びモノまたはジサッカリドからなる押し出されたガラス状マトリックス中に封入された噴霧乾燥された組成物を開示している。しかしながら、これらの封入された生成物は、高配合量を達成できず、酸化を受けやすい。

【０００７】

欧州特許出願第５５００６７号（Ａ１）は、封入されるべき油、乾燥の間に架橋を受ける非架橋の親油性に加工された澱粉、及び油が非連続相として分散可能な水性連続相を多糖類と共に形成するポリヒドロキシ化合物を含有する水性エマルションを乾燥させることにより、水感受性多孔性固体マトリックス中に油を封入する方法が開示されている。この封入方法は食品には許容できず、そして、慣用の方法を用いて処理加工しにくいシリコーンベースの材料を取り込む必要がある。さらに、これらの材料が良好な耐酸化性を与えることは証明されていない。

【０００８】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、３％未満の表面油にじみ出し（ｅｘｐｏｓｕｒｅ）と共に少なくとも９０％の活性剤の保留性を維持しつつ、少なくとも４０％の高配合量及び多様な種類の封入剤のための優秀な耐酸化性を与える封入剤は当技術分野においては公知ではない。

【０００９】

圧縮錠剤も特に医薬産業において周知である。錠剤化の公知の方法は、直接圧縮及び湿式または乾式粒状化後の圧縮を包含する。錠剤配合物は、特徴として、さらさらして、凝集性で、かつ、滑沢性であるべきである。時々、錠剤の成分を封入することが所望され、多くの産業においてゼラチンが標準的な封入剤と考えられている。

【００１０】

しかしながら、厳格なユダヤ教徒、イスラム教徒または菜食主義者の規範に合致する規定食を含む、多様な理由のために、消費者はゼラチンを含有しない所望の製品を望むかもしれない。多くの消費者は、最近のウシスポンジ形脳障害（狂牛病）に関する恐怖のために、牛製品を避けることをも望む。さらに、ゼラチンは高価な補形剤であり、製品のコストを低下させるためにその置換が望ましい。

【００１１】

ある澱粉は優秀な封入剤であることがこの技術分野において公知である。しかしながら、澱粉は通常錠剤の圧縮及び硬度を妨げる崩壊剤として用いられるので、澱粉封入剤は、通常、錠剤中に多量には用いられない。消費者の消費の前の貯蔵、輸送及び取り扱い条件下での耐チッピング性、耐磨滅性及び耐破損性を与えるので、硬度は錠剤において必要である。

【００１２】

他の封入剤は一般に、活性剤の高配合量及び保留性並びに耐酸化性を与えると同時に、良好な圧縮性を与えない。

【００１３】

【課題を解決するための手段】

さて、驚くべきことに、疎水性基または疎水性基と親水性基を含有する澱粉誘導体の製造後に、澱粉を酵素転化することによって製造された加工澱粉を封入剤として用いる本発明は、優秀な耐酸化性を与えると同時に多数の活性成分の非常に高配合量及び保留性並びに低い油のにじみ出しを両立させて与えることができることを発見した。上記加工澱粉を含む封入剤は、錠剤配合物中で、ゼラチンと同様な圧縮性及びその結果として得られた硬度を与えることも発見した。

【００１４】

本発明は、疎水性基または疎水性基と親水性基の両方を含有する澱粉誘導体の製造後に、澱粉分子の酵素加水分解により製造される加工澱粉を目的としている。上記加工澱粉は、封入剤として、高配合量及び保留性の活性剤成分、低表面油にじみ出し及び優秀な耐酸化

性が望まれる系において特に有用である。
本発明は錠剤、特に医薬投薬形（前記封入剤を含有する）も目的とする。この封入剤は錠剤の良好な圧縮性及び硬度を可能にする。さらに、それは多様な活性剤の高配合量及び保留性並びに耐酸化性を可能にする。
【００１５】
本発明の目的は、封入剤として有用な、疎水性基または疎水性基及び親水性基を含有する酵素転化澱粉誘導体及び上記澱粉を製造する方法を提供することである。
本発明の他の目的はβ－アミラーゼまたはグルコアミラーゼ加水分解された、疎水性に誘導体化された澱粉を提供することである。
【００１６】
本発明のさらなる目的はβ－アミラーゼまたはグルコアミラーゼ加水分解された、アルケニルコハク酸澱粉を提供することである。
本発明のさらなる目的は、封入剤としての、疎水性基または疎水性基と親水性基を含有する酵素転化澱粉誘導体を含有する製品及び上記製品を製造する方法を提供することである。
【００１７】
本発明の他の目的は封入剤としてのβ－アミラーゼまたはグルコアミラーゼ加水分解された、疎水性誘導体化澱粉を含有する製品を提供することである。
本発明のさらなる目的は、封入剤としてのβ－アミラーゼまたはグルコアミラーゼ加水分解された、アルケニルコハク酸澱粉を含有する製品を提供することである。
【００１８】
本発明のさらなる目的は、封入剤として有用な、疎水性基または疎水性基と親水性基を含有する澱粉誘導体と、モノ、ジもしくはオリゴサッカリドまたはマルトデキストリンとのブレンドを提供することである。
本発明の追加の目的は、錠剤、たとえば、上記封入剤を含有する医薬の錠剤を提供することである。
【００１９】
本発明のこれらの及び他の目的は、次の詳細な説明及び下記の例から当業者に明らかとなるであろう。
本発明は、疎水性基または疎水性基と親水性基の両方を含有する澱粉誘導体の製造後の、澱粉分子の酵素加水分解により製造される加工澱粉を目的としている。上記加工澱粉は封入剤として、特に、高配合量及び保留性の活性成分、低表面油にじみ出し及び優秀な耐酸化性が望まれる系において有用である。さらに、上記封入剤は封入工程の間、高固形分量で加工することができる。
【００２０】
本発明は、錠剤、特に封入剤を含有する、医薬の投与形をも目的としている。この封入剤は錠剤の良好な圧縮性及び硬度を与える。さらに、この封入剤は多数の活性剤の高配合量及び保留性並びに耐酸化性を可能にする。
すべての澱粉及び粉（ｆｌｏｕｒ）が本発明で用いるのに適切であり、そして、いかなる天然源から由来するものでもよい。本明細書では、天然の澱粉及び粉は、植物育成により開発されたものを包含する天然に見い出されるもの及び遺伝子工学的に作成された澱粉に用いる。澱粉及び粉のための典型的な源は、穀物、塊茎、根菜類、マメ科の植物及び果実である。前記天然源は、コーン、えんどう、ジャガイモ、甘藷、バナナ、大麦、小麦、米、サゴ、アマランサス、タピオカ、クズウコン、カンナ、ソルガム及びそれらのワキシー種または高アミロース種であってもよい。本明細書では、用語「ワキシー」は少なくとも約９５重量％のアミロペクチンを含有する澱粉を含むことを意図しており、用語「高アミロース」は少なくとも約４５重量％のアミロースを含有する澱粉または粉を含むことを意図する。特に、コーン、ワキシーメイズ、タピオカ、ジャガイモ及び米は本発明において有用である。
【００２１】

有用なベース澱粉物質としては、酸化、α－アミラーゼ転化、穏やかな酸加水分解または熱デキストリン化により製造された流動性澱粉または低粘性変性澱粉を含む上記任意の澱粉から由来する転化澱粉並びにエーテル及びエステルのような誘導体化澱粉を包含する。特に有用澱粉は糊化澱粉、すなわち、予備加熱された非粒状澱粉であり、当業界で周知の穏やかな酸分解または熱デキストリン化方法により転化された流動性澱粉でもあってもよい。たとえば、Davidson編「Handbook of Water-Soluble Guius and Resins」第22～36頁（McGraw-Hill, Inc. ニューヨーク州ニューヨーク、1980年）、Rutenberg.『澱粉およびその加工』参照。これらの転化技術の１以上の組み合わせを用い得る。転化は典型的には疎水性試薬または疎水性試薬／親水性試薬を用いる処理の前及び酵素処理の前に行なわれる。所望なら、米国特許第４，０３５，２３５号に開示された方法で、澱粉ベースをα－アミラーゼ酵素を用いる処理により転化して、流動性澱粉を生成させることができる。高粘度系を望む場合、ベース澱粉を転化する必要はない。

【００２２】

澱粉は、澱粉に封入特性を与える任意の試薬または試薬の組み合わせを用いる処理により誘導体化し得る。試薬は疎水性部分を含有しなければならず、親水性部分を含有してもよい。疎水性部分は少なくとも５個の炭素原子を含有するアルキル基またはアルケニル基であるか、または少なくとも６個の炭素原子、特に約２４個までの炭素原子を含有するアルアルキル基またはアルアルケニル基であるべきである。親水性部分は試薬により与えられるか、あるいは澱粉自身の水酸基が親水性部分として役立ち、試薬は疎水性部分にのみ寄与し得る。

【００２３】

本発明の加工澱粉を製造するのに、澱粉分子上に所望の疎水性機能または疎水性機能及び親水性機能の混合物を生じ、それにより安定な封入特性を生じる澱粉誘導体化のあらゆる方法を用いることができる。適切な誘導体及びそれらの製造方法は当業界で公知で、かつ米国特許第４，６２６，２８８号に開示されており、その記載を参照により本明細書に組み入れる。特に有用な態様では、澱粉は、米国特許第２，６１３，２０６号及び２，６６１，３４９号（参照により本明細書に組み入れる）に開示された方法により、アルケニル環状ジカルボン酸無水物とのまたはプロピレンドとの反応により、より詳細にはオクテニルコハク酸無水物との反応により誘導体化される。

【００２４】

低粘度が望ましいところでは、特に有用な態様はアミロペクチン含有澱粉、たとえば、ワキシーメイズのオクテニルコハク酸半エステル誘導体であって、それは、約６０までの水流動度（ｗＦ）まで転化されていた。水流動度は０～９０のスチールで測定された粘度の実験的な試験であり、流動度は粘度の逆数である。澱粉の水流動度は典型的には３０℃で粘度２４．７３cps の標準油（この油は１００回転について、２３．１２±０．０５秒を要する）を用いて標準化された、トーマス回転剪断型粘度計（ペンシルベニア州、フィラデルフィアのＡｒｔｈｅｒ　Ａ．Ｔｈｏｍａｓ　ＣＯから市販されている）を用いて測定する。水流動度の正確で再現性のある測定は、澱粉の転化度に依存して（転化が増大すると、粘度が低下するので）、異なった固形分レベルで１００回転について経過する時間を測定することにより得られる。特に有用な態様においては、転化澱粉は、食品については約０．１％～約３．０％の、他の製品については少なくとも約０．１％のオクテニルコハク酸無水物で処理される。代りにヒドロキシプロピルオクテニルコハク酸誘導体を用いることができる。

【００２５】

他の製品については、所望の粘度及び封入特性をもたらす、いかなる程度の置換またはいかなるレベルの転化も用い得る。たとえば、米国特許第４，０３５，２３５号は、水不溶性物質、たとえば、揮発性のフレーバリング油及び香料を封入するのにアラビアゴムの代替品として用いられる澱粉の疎水性誘導体を製造する方法を含む適切な態様を開示した。

【００２６】

澱粉を誘導体化した後、封入特性を与えるために澱粉ベースの実質的に高分子量部分を維

持しながら、高耐酸化性を与えるために、澱粉分子の１，４－結合を非－還元性末端から開裂可能な少なくとも１つの酵素により、澱粉はさらに酵素加水分解されて、モノ－及び／またはジ－サッカリド、特に約３個のグルコース単位未満のものを生産する。したがって、本発明において有用な酵素は、β－アミラーゼ、グルコアミラーゼ、マルトゲナーゼ、プルラナーゼ、エキソ－β－１，４－グルコシダーゼ、エキソ－１，４－α－Ｄ－グルカン　マトルテトラヒドロラーゼ及びエキソ－１，４－α－Ｄ－グルカン　マルトヘキサヒドロラーゼ、特にβ－アミラーゼ、グルコアミラーゼであるが、これらに限定されるわけではない。

【００２７】

澱粉ベースの酵素加水分解は当業界で公知の技術を用いて行なわれる。用いられる酵素の量は、酵素源及び活性、用いられるベース材料並びに所望の加水分解の量に依存する。典型的には、酵素は澱粉の約０．０１～約１．０重量％、特に約０．０１～０．３重量％の量で用いられる。

酵素活性のための最適パラメーターは用いられる酵素に依存して変わるだろう。酵素分解の速度は酵素濃度、基質濃度、pH、温度、阻害剤の存在または不存在並びに加工の程度及び型を含む、当業界で公知の因子に依存する。これらのパラメーターは澱粉ベースの消化速度を最適化するために調整することができる。

【００２８】

澱粉はグルコアミラーゼ加水分解の前に糊化することができる。糊化過程は、澱粉分子を粒状構造から開いて、それにより酵素が澱粉分子をより容易にそして均一に分解することを可能にする。

一般に酵素処理は、処理されるベース澱粉に依存して、澱粉固形分レベルの約１０～約４０％で水性スラリーまたは緩衝化スラリー中で行なわれる。本発明においては、約１５～３５％の固形分レベルが特に有用であって、約１８～２５％はさらに特に有用である。代りに、前記方法は固体支持体上に固定化された酵素を利用することができる。

【００２９】

典型的には、酵素消化は澱粉組成物の任意の所望の連続する乾燥を容易にするために反応速度を低下させることなく実行できる最も高い固形分含量で行なわれる。反応速度は、撹拌が困難にまたは効果的でなくなり、澱粉分散液がさらに取り扱いにくくなるので、高固形分含量により低下するかもしれない。

スラリーのpH及び温度は効果的な酵素加水分解を与えるために調整すべきである。これらのパラメーターは用いられる酵素に依存し、そして、当業界で公知である。一般に、約２２～約６５℃、特に約５０～約６２℃が用いられる。一般に、pHは当業界で公知の技術を用いて約３．５～約７．５、特に約４．０～約６．０に調整する。

【００３０】

酵素反応は、少なくとも約２０で約８０まで、特に約３０～約５０のデキストロース当量が達成されるまでまたは所望の終点（すなわち、特定の用途に対して所望の機能性を与えるのに十分な分解）に到達するまで、継続される。終点は、粘度変化、還元性糖含量の低下（たとえば、デキストロース当量により測定された）または澱粉分子の酵素分解のレベルを測定するために当業界で公知のあらゆる方法により測定できる。一般に酵素反応は約０．１～約２４時間、特に約０．５～約４時間かかるだろう。反応の時間は用いられる澱粉及び酵素の型、用いられる酵素の量並びに固形分％、pH及び温度のパラメーターに依存する。

【００３１】

次に、酵素分解を当業界で公知のあらゆる技術、たとえば、酸または塩基失活、熱失活、イオン交換及び溶媒抽出により終結させる。たとえば、酸失活はpHを２．０未満に少なくとも３０分間調整することにより達成でき、または熱失活は温度を約８５～約９５℃に上げて、その温度で少なくとも約１０分間維持させて酵素を完全に失活させることにより達成できる。熱失活は、酵素を失活させるのに必要な熱が一般に澱粉をも糊化させるので、粒状製品を望むなら適切ではない。

【００３２】
得られた溶液は典型的にはその目的とする最終用途に従って、所望のpHに調整される。一般に、pHは当業界で公知の技術を用いて、約５．０～約７．５、特に約６．０～約７．０に調整される。次に加工澱粉は典型的には当業界で公知の方法、特に噴霧乾燥を用いて乾燥される。しかしながら、加工澱粉は液状濃縮物としても用い得る。
【００３３】
得られる澱粉は、比較的に低い粘度、適度に高いデキストロース当量、特徴のない味及びその封入剤として特有の機能性を特徴とする。
得られる澱粉の粘度は漏斗法により測定した時、約３０秒未満、特に約８～約２５秒、より詳細には約８～約１５秒、であるべきである。粘度は効率的封入に貢献する重要なパラメーターである。
【００３４】
澱粉の粘度を漏斗法により測定するために、試験される澱粉分散液は、屈折計によって測定された１９％または２５％（ｗ／ｗ）に調整される。分散液の温度は２２℃に制御される。総計１００mlの澱粉分散液を目盛をしたシリンダー中に計り取る。次に、指を用いてオリフィスを閉じながら、澱粉分散液を目盛りを調整された漏斗に注ぐ。少量をメートルグラス中に流れ込ませ、あらゆる取り込まれていた空気を取り除き、不足分を漏斗中に注ぎ戻す。試料を流しながら、次に内容物が漏斗中に通る（流れる）ように、目盛をしたシリンダーを漏斗上に転倒させる。タイマーを用いて、漏斗の頂点を通って１００mlの試料が流れるのに必要な時間を記録する。
【００３５】
漏斗のガラス部分は標準の５８°、厚壁、耐久性ガラス漏斗で、その頂部直径は約９～約１０cmで、足の内径は約０．３８１cmである。漏斗のガラスの足は頂点から約２．８６cmの長さに切断され、注意深く口焼きされ、外径約０．９５２５cmで長さ約５．０８cmの長いステンレススチールのチップで再装備される。スチール製チップの内径は、ガラス製の足に結合している上端で約０．５９５２cmで、末端から約２．５４cmで存在する幅に制限を有し、流出端で約０．４４４５cmである。スチール製のチップはテフロン製管によりガラス漏斗に取り付けられる。漏斗は、上記手順を用いて６秒で１００mlの水が流れるように目盛が決められる。
【００３６】
得られる澱粉は、少なくとも約２０で約８０まで、特に約３０～約５０のデキストロース当量を持つべきである。グルコアミラーゼを誘導体化澱粉を加水分解するのに用いる時、ＤＥは特に約３０～約５０である。β－アミラーゼを用いる時、ＤＥは特に約２０～約５０、より詳細には約２５～約３８である。デキストロース当量（ＤＥ）は、水解物の還元力として定義される。各澱粉分子は１個の還元端を有する。したがって、ＤＥは分子量に反比例する。無水Ｄ－グルコースのは１００と定義され、未加水分解澱料のＤＥは事実上０である。
【００３７】
代りに、誘導体化澱粉を、現場で糖類を生産する代りに、糖類、たとえば、モノ－、ジ－またはオリゴサッカリドまたはマルトデキストリンとブレンドすることができる。モノ－、ジ－及びオリゴ－サッカリドは、約１０グルコース単位までのすべてのサッカリド、特に約３グルコース単位までのもの、たとえば、グルコース、フルクトース、ガラクトース、マルトース、イソマルトース、スクロース、ラクトース、ラフィノース、スタキオース、フルクトシルスクロース及びマルトオリゴサッカリド、特にグルコース、フルクトース及びマルトースを含む。マルトデキストリンは約２～約５０、特に約５～約１５のデキストロース当量のものを包含する。
【００３８】
得られた澱粉／糖ブレンドは、比較的に高いパーセントのグルコースとして測定された糖類、少なくとも約２０で約８０重量％、特に約４０～約６０重量％の糖類を含有するべきである。

得られた澱粉（または澱粉／糖ブレンド）は封入剤として用いる時に、両立させて高配合量、低油にじみ出し及び優秀な耐酸化性を達成し、そして維持するという利点を有する。

【００３９】

活性剤は、本発明の加工澱粉及び、噴霧乾燥、押し出し、噴霧冷却及び流動床被覆を含むが、これらに限定されない、当業界で公知の技術を用いて封入される。たとえば、澱粉を水に分散し、活性剤を添加及び乳化し、次にエマルションを噴霧乾燥して、封入された製品を形成できる。

澱粉／糖ブレンドを用いる場合、噴霧乾燥効率は、特にモノサッカリドを用いる時、系の高粘度及びドライヤー付着物が多くなるため、減少するかもしれない。噴霧効率は、当技術分野で公知の方法、たとえば、高い乾燥塔を用いること、室壁に軽く油を塗ることまたは、実質的に湿分を除去した予備状態調節された空気を用いることにより増加させることができる。

【００４０】

活性剤は澱粉系と反応しない物質ならいかなるものでもよく、油、脂肪、フレーバー、着色剤、芳香剤、ビタミン及び医薬品を含むが、これらに限定するわけではない。特に本発明の加工澱粉は油をベースとする活性剤、たとえば、フレーバー油及びビタミンを封入するのに有用である。これらの油は揮発性または非揮発性でよく、一般に、水不混和性であるが、封入剤の存在で水中に分散性（乳化性）であることを特徴とする。

【００４１】

本封入剤を用いて製造された封入された製品は、両立させて比較的に高配合レベルの活性剤を達成及び維持する。認識された活性剤の配合レベルは封入剤の４０重量％よりも大で、特に５０重量％より大であり、さらに特に６０重量％より大である。保留された活性剤のレベルは、当技術分野で公知の方法、たとえば、フレーバー油の場合には、水蒸気蒸留（ｈｙｄｒｏ－ｄｉｓｔｉｌｌａｔｉｏｎ）またはビタミンの場合には溶媒抽出のみにより決定し得る。

【００４２】

封入剤はしばしば高価であるので、活性剤の高配合レベルは、最終製品のコストを下げるために望ましい。さらに、封入剤には最終系に悪いまたは望ましくない性質を与えるものもあるかもしれず、したがって、用いられる封入剤の量を減らすことは望ましい。

封入剤の配合量は、最終使用形態の処理によりある場合には制限を受ける。たとえば、直接圧縮錠剤においては、高圧縮力は封入された油のもれをもたらし、得られた錠剤の硬度及び耐酸化性を低下させるので、配合量は制限されるかもしれない。

【００４３】

高配合量の活性剤を達成するだけではなく、長い貯蔵寿命を維持することも重要である。多くの活性剤、特にフレーバー及び芳香剤は揮発性及び／または化学変化を起こしやすい。活性剤が封入されていない時、活性剤はなくなることがあり、消費者によって知覚される時、最終製品の味及び芳香に望ましくない変化を生じる。さらに上記成分の喪失は、生じる喪失を補償するために揮発性／化学変化を受けやすい成分の量を増加させることを必要とさせ、多くは高価であるから、最終製品のコストを増加させる。

【００４４】

活性剤として油の場合、本封入剤は低表面油をもたらすために、また、油を保留する。これは、澱粉を酵素加水分解するのにグルコアミラーゼが用いられる時、特に該当する。表面油は、当業界で公知の方法、たとえば、封入された粉末を適切な溶媒で洗浄することにより測定し得る。表面油の低下は、増加した表面油は、活性剤の配合量が維持されないこと及び封入の非効率性を示すので重要である。このように、表面油の減少は、より良い貯蔵寿命をもたらす。

【００４５】

本封入剤は、比較的に高いレベルの耐酸化性も与え、それにより封入された製品の貯蔵安定性及び最終製品の貯蔵寿命を長くする。耐酸化性は、当技術分野で公知の方法により測定し得る。たとえば、柑橘類の油を含有する封入剤の耐酸化性は、ガスクロマトグラフィ

ー（ＧＣ）を用いて、５０℃で２週間老化された粉末から抽出された油中に存在するリモネンの酸化生成物、たとえば、カルボン、カルビオールまたはリモネンオキシドの量を測定することにより決定し得る。すなわち、約０．８％未満のカルボンは典型的に許容し得るレベルの酸化である。耐酸化性は油のフレーバーのことにを考慮するだけでなく、種々のビタミンの活性を維持するためにも重要である。さらに耐酸化性を増加させるために、酸化防止剤を油に加えることができる。

【００４６】

粉末として貯蔵する時、封入された製品は効果があり、湿気にさらすと、自然に活性剤を放出する。得られた封入製品は、任意の所望のレベルで食品に用いることができ、その量は組み込むべき活性剤の量に依存する。一般に、澱粉は食品の約０．０１～約１０重量％、特に約０．１～約５重量％の量で用いられるだろう。

【００４７】

得られた澱粉は、シリアル、粉末飲料ミックス、インスタントコーヒー及び茶、粉末ソース及びグレービーミックス、インスタントスープ、粉末ドレッシング、ベーカリー製品、フレーバー、芳香剤、着色剤並びに他の乾燥食品を含むが、これらに限定されない種々の食品に用いられる。これらの粉末化されたインスタント製品の製造に当り、湿気は放出メカニズムのきっかけとなり、消費者に活性剤を与える。

【００４８】

得られた澱粉は、ビタミンを含む多様な医薬品、発汗抑制剤、デオドラント、石けん、芳香剤及び化粧品を含むパーソナルケア製品、ヘアケア製品、たとえば、ヘアスプレー、ムース、シャンプー、クリームリンス及びゲル、紙製品、たとえば、おむつ、生理用ナプキン、ペーパータオル、ティッシュ、トイレットペーパー、動物ケア製品、たとえば、子猫の寝わら、並びに家事製品、たとえば、カーペット洗浄剤及び空気清涼化剤にも用いられる。

【００４９】

封入された製品は、洗剤、飲食物、浴用油、農業製品及び医薬品を包含する種々の用途に固体の錠剤様の形でも用いられる。封入された製品は、発泡錠を含む、医薬錠剤に特に適切である。

封入された製品は一般に所望のレベルで用いることができ、その量は、組み込まれる活性剤の量、錠剤の所望の硬度及び所望の耐酸化性に依存する。一般に、封入された製品は、錠剤の約１～約９５重量％の量で用いられ、活性剤は錠剤の約１～約６０重量％、特に約１０～約５０重量％量で組み込むことを可能とする。

【００５０】

封入された製品は特に圧縮錠剤に有用である。圧縮錠剤は当技術分野で公知の任意の方法を用いて、特に錠剤組成物の直接圧縮により作成し得る。代りに、錠剤は、封入された製品と配合物の他の成分とを乾式ブレンドし、混合物を、たとえば、流動床技術、ローラー圧縮機、押し出しまたは高剪断粗砕機により混合物を粒状化し、そして錠剤に乾式圧縮することにより製造し得る。

【００５１】

当技術分野で公知の医薬補形剤を、配合物に申し分ない加工特性、圧縮特性及び崩壊特性を与えるために医薬投与形に加えることができる。そのような補形剤は、希釈剤、流動促進剤、結合剤、滑沢剤及び滑り剤、崩壊剤、着色剤、フレーバー並びに甘味剤を含むが、これらに限定するものではない。これらの補形剤は当技術分野で周知であり、適合性と所望の特性によってのみ限定される。

【００５２】

本発明の結合剤は、ゼラチン、ミクロ結晶セルロース、糖類、カルボキシメチルセルロース、メチルセルロース、ポリビニルピロリドン、アカシア、アルギン酸、グアーガム、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、ポリエチレンオキシド及びエチルセルロースを包含する。

滑沢剤及び滑り剤は、タルク、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸カルシウム、ス

テアリン酸、ベヘン酸グリセリル、鉱油、ポリエチレングリコール、フマル酸ステアリルナトリウム、ステアリン酸、植物油、ステアリン酸亜鉛及び２酸化ケイ素を包含する。

【００５３】

本発明に適切な崩壊剤は、澱粉、アルギン、ゴム、クロスカルメロース（ｃｒｏｓｃａｒｍｅｌｏｓｅ）、クロスポビドン（ｃｒｏｓｐｏｖｉｄｏｎｅ）、グリコール酸澱粉ナトリウム、硫酸ローレルナトリウム、ミクロ結晶セルロース、ポラクリリン（ｐｏｌａｃｒｉｌｉｎ）カリウム及びメチルセルロースを包含する。

【００５４】

本発明に適切な希釈剤はリン酸二カルシウム、硫酸カルシウム、ラクトース、セルロース、カオリン、マニトール、塩化ナトリウム、澱粉、糖類、炭酸カルシウム、リン酸カルシウム、デキストレート（ｄｅｒｔｒａｔｅ）、デキストリン、デキストロース、フルクトース、ソルビトール、スクロース及びミクロ結晶セルロースを包含する。

【００５５】

特に錠剤配合物に結合剤を加えて、所望の硬度の錠剤を与える。一般に得られる錠剤の硬度は少なくとも約３、より詳細には少なくとも約４、最も詳細には少なくとも約６キロパスカル（kP）である。

所望の最終製品が医薬投与形以外であるなら、その技術分野で公知の代りの添加剤が存在し得る。たとえば、浴用油錠中のフレーバー及び芳香剤または洗剤錠中の界面活性剤である。

【００５６】

水と接触すると、湿気が放出メカニズムのきっかけとなり、封入された澱粉から活性剤を放出させる。たとえば、医薬投与形の消化により、活性剤は体に放出される。

【００５７】

【発明の実施の形態】

この発明は次の態様を包含する、これに限定するものではない。

１．封入剤であって、高耐酸化性を与えるために澱粉分子の１，４－結合を非－還元性末端から開裂することができる少なくとも１つの酵素により分解されて、短鎖サッカリドを生成すると同時に、封入特性を与えるために澱粉ベースの実質的に高分子量部分を維持している、疎水性基または疎水性基と親水性基の両方を含有する澱粉誘導体を含む加工澱粉を含む前記封入剤。

【００５８】

２．前記澱粉が約２０～約８０までのデキストロース当量まで分解されている、１の封入剤。

３．前記澱粉が約２０～約５０までのデキストロース当量まで分解されている、２の封入剤。

４．前記酵素が、β－アミラーゼ、グルコアミラーゼ、プルラミナーゼ、マルトゲナーゼ、エキソ－α－１，４－グルコシダーゼ、エキソ－１，４－α－Ｄ－グルカン　マルトテトラヒドロラーゼ及びエキソ－１，４－α－Ｄ－グルカン　マルトヘキサヒドロラーゼからなる群から選択される、１～３のいずれか１つの封入剤。

５．前記酵素がβ－アミラーゼまたはグルコアミラーゼである、４の封入剤。

【００５９】

６．前記酵素がβ－アミラーゼである、５の封入剤。

７．前記澱粉が約２０～約５０のデキストロース当量まで分解される、６の封入剤。

８．前記澱粉が約２５～約３８のデキストロース当量まで分解される、７の封入剤。

【００６０】

９．前記澱粉が漏斗法で測定した時、約３０秒未満の粘度を有する、１～８のいずれか１つの封入剤。

１０．前記澱粉が約８～約２５秒の粘度を有する、９の封入剤。

１１．前記澱粉が約８～約１５秒の粘度を有する、１０の封入剤。

１２．前記澱粉誘導体が糊化されており、前記疎水性基が、少なくとも５個の炭素原子を

含有するアルキル基もしくはアルケニル基であるか、または少なくとも６個の炭素原子を含有するアルアルキル基もしくはアルアルケニル基を含む、１～１１のいずれか１つの封入剤。

【００６１】

１３．前記澱粉が糊化され、澱粉乾燥重量をベースとして少なくとも０．１％オクテニルコハク酸無水物を用いる処理により誘導体化されている、１２の澱粉。

１４．１の封入剤を含む、活性剤を封入する方法であって、

ａ）封入剤の溶液を形成し、

ｂ）前記溶液中に前記活性剤を乳化することを含む、前記方法。

【００６２】

１５．さらにエマルションから水を除去するためにエマルションを乾燥させることを含む、１４の方法。

１６．前記乾燥工程が噴霧乾燥により達成される、１５の方法。

１７．活性剤及び１～１３のいずれか１つの封入剤を含む封入された活性剤。

１８．前記活性剤がフレーバー、着色剤、芳香剤、ビタミン及び医薬からなる群から選択される、１７の封入された活性剤。

【００６３】

１９．少なくとも４０％の配合量、低表面油及び高耐酸化性を有する、１７または１８の封入された活性剤。

２０．少なくとも５０％の配合量、低表面油及び高耐酸化性を有する、１７～１９のいずれか１つの封入された活性剤。

２１．少なくとも６０％の配合量、低表面油及び高耐酸化性を有する、２０の封入された活性剤。

【００６４】

２２．１７～２１のいずれか１つの封入された活性剤を含む、食物組成物。

２３．１７～２１のいずれか１つの封入された活性剤を含む組成物であって、医薬品、パーソナルケア製品、ヘアケア製品、紙製品、動物ケア製品及び家事製品からなる群から選択される前記組成物。

２４．封入剤であって、疎水性基または疎水性基と親水性基の両方を含有する澱粉誘導体並びにモノサッカリド、ジサッカリド、オリゴサッカリド及びマルトデキストリンからなる群から選択される少なくとも１つの化合物を含む前記封入剤。

【００６５】

２５．ａ）１～１３のいずれか１つまたは２４の澱粉を含む封入剤及び、

ｂ）活性剤

を含む錠剤。

２６．前記活性剤が、ビタミン、医薬品、殺虫剤、油、タンパク質、脂肪、フレーバー、着色剤、触媒及び芳香剤からなる群から選択される、２５の錠剤。

【００６６】

２７．前記活性剤が、植物油、精油、ビタミンＡ、ビタミンＤ、ビタミンＥ、ビタミンＫ、ペプチド、アミノ酸、酵素及び油溶性医薬品、油溶性殺虫剤からなる群から選択される、２５または２６の錠剤。

２８．前記活性剤がビタミンＥである、２７の錠剤。

２９．前記錠剤が少なくとも約３キロパスカルの硬度を有する、２５～２８のいずれか１の錠剤。

【００６７】

３０．前記錠剤が少なくとも約４キロパスカルの硬度を有する、２５～２８のいずれか１の錠剤。

次の例は本発明をさらに説明するために提示され、いかなる点においても限定するものととるべきではない。次の分析結果は例の種々のパラメーターを測定するために用いられた。

【００６８】
デキストロース当量（ＤＥ）の測定
澱粉のデキストロース当量は、「Ｆｏｏｄ　Ｃｈｅｍｉｃａｌｓ　Ｃｏｄｅｘ」第４版（１９９６年７月１日）第５節、一般的試験及び分析、付録Ｘ：炭水化物（澱粉、糖類及び関連物質）の還元糖類試験または、トウモロコシ精製連合（Ｃｏｒｎ　Ｒｅｆｉｎｅｒｓ　Ａｓｓｏｃｉａｔｉｏｎ）からのデキストロース当量のための標準分析法＃Ｅ－２６を用いることにより測定できる。
【００６９】
耐酸化性の分析
２０ｇのゆるく充填された加工澱粉粉末を１リットルのびんに１：２５の粉末対空気の比で入れた。びんをテフロンで堅くふたをした。試料を５０℃のオーブンに２週間置いた。次に油を水蒸気蒸留（ｈｙｄｒｏ－ｄｉｓｔｉｌａｔｉｏｎ）を用いて蒸留した。次に蒸留された油を新しい成分（リモネン）及び酸化された成分（カルボン）についてガスクロマトグラフィーを用いて分析した。
【００７０】
表面油の分析
粒子の表面上に存在する封入されてない油を有機溶媒、たとえば、ペンタンを用いて、すべての表面油を除去するために繰り返し抽出し、抽出された油を当技術分野で公知のガスクロマトグラフィー技術を用いて、量的に測定する。
油保留性（配合量）分析
封入された製品の油保留性を測定するために、１５ｇの噴霧乾燥され、封入された油及び１５０mlの蒸留水を混合してエマルションを再構成する。エマルションを乾留まで加熱し、４時間保持した。次に混合物を冷却し、分離された油を取り除き、計量した。
【００７１】
【数１】

$$保留\% = \frac{抽出された油の容積 \times 油の比重}{理論的な油の重量} \times １００$$

【００７２】
例１－誘導体化澱粉の製造
５００ｇのワキシーメイズ澱粉を７５０mlの水にスラリー化した。３％の水酸化ナトリウムを用いてpHを７．５に調整した。１５ｇのオクテニルコハク酸無水物（ＯＳＡ）を、絶えず撹拌しながら、３％の水酸化ナトリウムを用いてpHを７．５に維持しながら、３０分ごとに段階的に１／３増量しながら加えた。次いで澱粉をろ過し、７５０mlの水で洗った。次いで澱粉を５００mlの水中に再スラリー化し、３：１の塩酸でpHを５．５に調整した。次いで澱粉をろ過し、７５０mlの水で洗浄し、空気乾燥してＯＳＡ澱粉を生成させた。
【００７３】
例２－加工澱粉の製造
ａ．グルコアミラーゼを用いて
１００ｇの例１のＯＳＡ澱粉を３００mlの水にスラリー化し、希塩酸を用いてpHを５．５に調整した。スラリーを、ナショナル　スターチ　アンド　ケミカルカンパニーから市販されているＣｌ－３３９ジェットクッカー中で、約１４９℃（３００°Ｆ）で、約３．９kg／cm^2（５５psi)の室圧で、６ml／分のスラリー速度で水蒸気バルブを７５％の能力で開けながら、ジェットクックにより糊化した。
【００７４】
次いで澱粉溶液の温度を５５℃に低下させた。澱粉の重量に基づき、０．０５％のグルコアミラーゼ（ノボ　ノルディスクから市販されているＡＭＧ２００Ｌ）を加え、デキストロース当量３６及び漏斗法を用いて、固形分２５％、２２℃で、１７秒の粘度まで、反応

を５５℃で絶えず混合しながら約２．５時間進行させた。次に分散液を９０℃に加熱し、上昇した温度で３０分間維持することにより酵素を失活させた。次いで、分散液を室温まで冷却し、入口温度２００℃出口温度１００℃及び供給量６５ｍ／分を用いて噴霧乾燥させた。

【００７５】

ｂ．β－アミラーゼを用いて

１００ｇの例１のＯＳＡ澱粉を３００mlの水にスラリー化し、希塩酸を用いてpHを５．５に調整した。スラリーを、ナショナル　スターチ　アンド　ケミカルカンパニーから市販されているＣｌ－３３９ジェットクッカー中で、約１４９℃（３００°Ｆ）で、約３．９kg／cm^2 （５５psi)の室圧で、６ml／分のスラリー速度で水蒸気バルブを７５％の能力で開けながら、ジェットクックにより糊化した。

【００７６】

次いで澱粉溶液の温度を５５℃に低下させた。澱粉の重量に基づき、０．２％のβ－アミラーゼ（Ｇｅｎｅｎｅｏｒから市販されているＳｐｅｚｙｍｅ　ＢＢＡ　１５００）を加え、デキストロース当量３６及び漏斗法を用いて、固形分２５％、２２℃で、１７秒の粘度まで、反応を５５℃で絶えず混合しながら約４時間進行させた。次に分散液を９０℃に加熱し、上昇した温度で３０分間維持することにより酵素を失活させた。次いで、分散液を室温まで冷却し、入口温度２００℃出口温度１００℃及び供給量６５ｍ／分を用いて噴霧乾燥させた。

【００７７】

ｃ．β－アミラーゼとプルラミナーゼの組み合せを用いて

１００ｇの例１のＯＳＡ澱粉を３００mlの水にスラリー化し、希塩酸を用いてpHを５．２５に調整した。スラリーを、ナショナル　スターチ　アンド　ケミカル　カンパニーから市販されているＣｌ－３３９ジェットクッカー中で、約１４３℃（２９０°Ｆ）で、約２．８kg／cm^2 （４０psi)の室圧で、３．５ml／分のスラリー速度で水蒸気バルブを７５％の能力で開けながら、ジェットクックにより糊化した。

【００７８】

次いで澱粉溶液の温度を５８℃に低下させた。澱粉の重量に基づき、５．０％のプルラアミラーゼ（ノボ　から市販されているＰｒｏｍｏｚｙｍｅ）を加え、絶えず混合しながら約１８時間反応させた。次いで、澱粉の重量に基づいて０．１％のβ－アミラーゼ）を加え、デキストロース当量３２及び漏斗法を用いて、固形分２５％、２２℃で、１４秒の粘度まで、反応を５８℃で絶えず混合しながら約２．５時間進行させた。次に分散液を９５℃に加熱し、上昇した温度で３０分間維持することにより酵素を失活させた。次いで、分散液を室温まで冷却し、入口温度２００℃、出口温度１００℃及び供給量６５ｍ／分を用いて噴霧乾燥した。

【００７９】

例３－４０％配合量のオレンジ油の封入

２４０ｇの例２ｂで製造された加工澱粉を高分散ミル中で６００mlの水に分散させた。澱粉の溶解が完了したようにみえるまで、温度を６０℃に上げ、次いで、４０℃まで下げた。Ｇｉｖａｕｄａｎ－Ｒｏｕｒｅから市販されている１回圧搾した１６０ｇのオレンジ油を加え、約３分間高速で乳化した。エマルションの粘度をブルックフィールド粘度計モデル１＋を用いて、スピンドル＃１８を備えた小さい試料アダプターを用いて測定した時、４０℃で８５cps である。エマルションを噴霧乾燥して粉末とした。

【００８０】

得られた封入されたオレンジ油は製品の重量に基づいて３８％の油、系に用いられた油の９５％の封入物を保留した。表面油（抽出し得る油）は０．３％であった。酸化は、老化後、許容し得るレベル、すなわち、カルボン０．８％であることが見い出され、製品の湿気はカール・フィッシャー法で測定した時、１．９％であった。

【００８１】

例４－オレンジ飲料ミックスの製造

【００８２】
【表１】

成分	量(g)
例３の封入された油	2.18
砂糖	95.58
クエン酸	1.74
FD&C Yellow #15	0.03
FD&C Yellow #6	0.03
安息香酸	0.44

【００８３】
成分を乾式ブレンドして粉末化オレンジ飲料ミックスを製造した。１１．５１ｇのミックスを８８．５mlの水で再構成して、酸化フレーバーのない、さっぱりした味のオレンジ飲料を生産した。
例５－ビタミンＥの封入
ａ．１６５ｇの例２ｂの澱粉を高分散ミル中で６７０ｇの水中に分散させた。澱粉の溶解が完了したようにみえるまで、温度を６０℃に上げ、次いで４０℃まで下げた。１６５ｇのビタミンＥを加え、高速度で約３分間乳化した。エマルションを噴霧乾燥させ、５０％の１００ＩＵのビタミンを含有する粉末とした。
【００８４】
ｂ．例２ａの澱粉を用いて例５ａを繰り返した。
ｃ．例５ａを光沢のない（ｚｅｒｏ　ｂｌｏｏｍ）魚ゼラチンを用いて繰り返した。
ｄ．例５ａをニュージャージー州ブリッジウォーターのナショナル　スターチアンド　ケミカル　カンパニーから市販されている封入用澱粉であるＣＡＰＳＵＬ（登録商標）を用いて繰り返した。
【００８５】
例６－ビタミンＥ錠中の加工澱粉の使用
例５ａの封入されたビタミンＥを次の配合を用いて圧縮錠剤とした。
【００８６】
【表２】

成分	量(mg)
例5aの封入されたビタミンE	4000.0
ステアリン酸マグネシウム[1]	25.0
無定形ヒュームドシリカ[2]	25.0
ミクロ結晶セルロース[3]	950.0

[1]ステアリン酸マグネシウムはWitco から市販されている。

[2]無定形ヒュームドシリカはCabot から商品名Cab-O-Sil M5 P で市販されている。

[3]ミクロ結晶セルロースはFMC から商品名Aviel PH 102で市販されている。

【００８７】
成分を乾式ブレンドし、５００mgの部分を計量して取り出し、Ｒｉｖａ　Ｐｉｃｃｏｌａ　１０－座の実験室規模の圧縮機を用いて、約２９６kg（６００ポンド）、約７４１kg（１５００ポンド）及び約２９１０kg（５９００ポンド）の力で、圧縮機に装填し錠剤を形成する。
これらの錠剤の硬度をＰｈａｒｍａｔｒｏｎ　Ｍｏｄｅｌ　６ｄ錠剤テスターを用いて試験し、崩壊をＥｒｗｅｋａ　ＺＴ７１崩壊テスターを用いて試験した。結果を表１に挙げる。
【００８８】
【表３】

表 1

圧縮力 kg(lb)	硬度(kP)	崩壊（時間：分：秒）
約296(600)	4.5	0:24:33
約741(1500)	4.0	1:36:01
約2910(5900)	3.1	1:04:16

【００８９】
表Ｉから分かるように、本発明の封入用澱粉は良好な圧縮性と適切な錠剤硬度を与える。
例７－ビタミンＥ錠における加工澱粉の使用
例６を次の配合を用いて繰り返した。
【００９０】
【表４】

成分	量(mg)
封入されたビタミンE	4450.0
ステアリン酸マグネシウム[1]	25.0
無定形ヒュームドシリカ[2]	25.0
ミクロ結晶セルロース[3]	500.0

【００９１】
ａ．例５ａの封入されたビタミンＥを用いた。結果を下記表IIに挙げる。
ｂ．例５ｂの封入されたビタミンＥを用いた。結果を下記表IIに挙げる。
ｃ．例５ｃの封入されたビタミンＥを用いた。結果を下記表IIに挙げる。
ｄ．例５ｄの封入されたビタミンを用いた。結果を下記表IIに挙げる。
【００９２】
【表５】

表II

例	圧縮力kg（ポンド）	硬度(kP)	崩壊（時間：分：秒）
7a	約260(573)	5.6	0:49:16
	約769(1695)	6.1	0:40:20
	約2127(4691)	5.6	0:35:24
7b	約244(494)	3.3	0:23:01
	約906(1835)	3.7	0:16:43
	約2206(4466)	3.6	0:16:47
7c	約382(773)	4.7	0:25:59
	約874(1770)	4.6	0:24:25
	約2182(4417)	5.8	0:22:01
7d	約230(467)	1.5	0:10:38
	約433(877)	1.3	0:16:04
	約2053(4156)	1.1	0:09:34

【００９３】
表IIから分かるように、本発明の封入用澱粉は良好な圧縮性及び適切な錠剤硬度を与える。多くの場合、本発明は少なくとも標準的なゼラチンに匹敵した。さらに、配合及び圧縮力を変えることにより種々の硬度を達成し得る。
例８－ビタミンＥ錠における加工澱粉の使用
例６を次の配合を用いて繰り返した。
【００９４】
【表６】

成分	量(mg)
封入されたビタミンE	4700.0
ステアリン酸マグネシウム[1]	25.0
無定形ヒュームドシリカ[2]	25.0
ミクロ結晶セルロース[3]	250.0

【００９５】
ａ．例５ａの封入されたビタミンＥを用いた。結果を下記表III に挙げる。
ｂ．例５ｂの封入されたビタミンＥを用いた。結果を下記表III に挙げる。
ｃ．例５ｃの封入されたビタミンＥを用いた。結果を下記表III に挙げる。
ｄ．例５ｄの封入されたビタミンを用いた。結果を下記表III に挙げる。
【００９６】
【表７】

表III

例	圧縮力kg（ポンド）	硬度(kP)	崩壊（時間：分：秒）
8a	約216(477)	3.0	0:29:35
	約586(1293)	3.26	0:35:38
	約2308(5089)	3.12	0:26:13
8b	約280(566)	1.4	0:11:29
	約685(1386)	1.68	0:13:33
	約2629(5322)	1.28	0:11:46
8c	約279(565)	1.34	0:23:21
	約604(1223)	1.92	0:24:39
	約2738(5543)	2.16	0:18:46
8d	約249(504)	0.32	0:11:53
	約804(1627)	0.46	0:13:55
	約2631(5326)	0.18	0:15:28

【００９７】
表III から分かるように、本発明の封入用澱粉は良好な圧縮性及び適切な錠剤硬度を与える。多くの場合、本発明は少なくとも標準的なゼラチンに匹敵した。さらに、配合及び圧縮力を変えることにより種々の硬度を達成し得る。
例９－オレンジ油錠の製造及びその耐酸化性
例３の封入されたオレンジ油の５００mg部分を計り取り、１０－座実験室規模の圧縮機を用いて、約１１３kg（２５００ポンド）の力で、錠剤を形成するために圧縮機を配合した

。

【００９８】

錠剤の耐酸化性を２mlの水中に１００mgの錠剤を再乳化させることにより試験した。試料をリモネン（オレンジ油）の酸化を示す化合物のレベルを測定するために静止（ａｔａｔｉｃ）ヘッドスペース－ＧＣ／ＦＩＤを用いて分析した。結果を下記表IVに示す。

【００９９】

【表８】

表IV

錠剤	リモネンエポキシド%	カルボン%	カルベオール%
1	0.26	0.36	0.40
2	0.29	0.30	0.41

【０１００】

表IVから分かるように、錠剤化されたオレンジ油の酸化は低く、封入用澱粉は錠剤中で優秀な耐酸化性を与えることを示している。

例１０－誘導体化澱粉／糖混合物の製造

ａ．６００ｇの例１のように製造されたＯＳＡ誘導体化澱粉を４００ｇのグルコースと混合した。

【０１０１】

ｂ．例１の澱粉を用い、酸を用いて約６０の流動度まで加水分解し、澱粉を噴霧乾燥することにより、冷水溶解性、穏やかに酸分解されたＯＳＡ澱粉を製造した。６００ｇのこの澱粉を４００ｇのグルコースと混合した。

ｃ．５００ｇの例１０ｂのように製造された澱粉を５００ｇのマルトースと混合した。

【０１０２】

ｄ．３４０ｇの例１のように製造されたＯＳＡ誘導体化澱粉を６６０ｇのマルトースと混合した。

ｅ．５５０ｇの例１のように製造されたＯＳＡ誘導体化澱粉を４５０ｇのグルコースと混合した。

ｆ．５００ｇの例１のように製造されたＯＳＡ誘導体化澱粉を５００ｇのグルコースと混合した。

【０１０３】

ｇ．４００ｇの例１のように製造されたＯＳＡ誘導体化澱粉を６００ｇのグルコースと混合した。

例１１－封入の分析

加工澱粉及び澱粉／糖ブレンドを次の条件／パラメーターを用いて、例３のようにオレンジ油を封入するのに用いた。

【０１０４】

【表９】

		乳化特性			噴霧乾燥機の条件		
封入例	澱粉	固形分%	エマルションの粘度(cps)	粒径（μ）	供給速度(ml/分)	入口温度(℃)	出口温度(℃)
11a	例10a	37.0	357	1.0	150.0	195	103
11b	例10b	35.0	400	0.9	175	191	105
11c	例10c	40.0	357	1.0	175	193	106
11d	例10d	29.0	110	1.3	150	194	104
11e	例10e	22.0	155	1.1	150	193	115
11f	例10f	33.0	460	1.2	150	185	90
11g	例10e	35.8	400	1.0	175	185	92
11h	例10g	37.0	425	1.4	150	185	98

【０１０５】
封入の結果を下記に挙げる。
【０１０６】
【表１０】

	時間=0		時間50℃で2週間	
	保留%	表面油%	保留%	カルボン%
例11a	97.0	0.1	96.0	0.50
例11b	98.5	0.3	95.7	0.40
例11c	94.7	1.2	93.3	0.30
例11d	83.0	1.9	80.0	0.50
例11e	91.0	0.3	83.0	1.00
例11f	96.0	0.1	92.0	0.70
例11g	95.0	0.1	92.0	0.80
例11h	96.0	0.1	94.5	0.40

【０１０７】
例１２－封入の分析
種々のグルコアミラーゼ、β－アミラーゼ及びプルラミナーゼ／β－アミラーゼＯＳＡ澱粉を、加水分解を異なった程度まで進ませた以外は例２の方法を用いて製造した。この加工澱粉を例３のようにオレンジ油を封入するのに用いた。封入の結果を次に報告する。
【０１０８】
【表１１】

酵素	DE	22℃での粘度（秒）		保留%		表面油%	カルボン%
		19% 固形分	25% 固形分	時間=0	時間=50℃ で2週間		
β－アミラーゼ	19.8	…	…	68.42	50.00	13.71	3.55
β－アミラーゼ	32.0	18.6	…	84.21	84.21	1.55	0.83
β－アミラーゼ	32.8	9.5	14.9	91.86	87.08	1.33	0.33
β－アミラーゼ	32.8	8.2	11.2	89.89	84.27	1.59	0.64
β－アミラーゼ	36.0	7.9	10.1	96.05	94.63	0.22	0.33
β－アミラーゼ	34	15.4	18.5	97.77	93.58	0.40	0.47
β－アミラーゼ	32	…	…	89.20	81.25	1.90	0.85
β－アミラーゼ	32	…	…	91.90	87.70	1.33	0.38
プルラナーゼ β－アミラーゼ	32.2	9.6	13.9	94.14	98.92	1.05	0.18
グルコアミラーゼ	19.7	…	…	84.21	73.68	3.87	2.10
グルコアミラーゼ	30.3	10.7	19.8	86.61	78.95	1.31	1.12
グルコアミラーゼ	37.7	9.7	15.3	98.31	95.51	0.08	0.36
グルコアミラーゼ	48.3	7.7	9.5	91.62	89.47	0.19	0.58
グルコアミラーゼ	48.3	7.7	9.5	91.62	89.24	0.05	.029
グルコアミラーゼ	30	…	…	98.20	81.24	1.94	1.06
グルコアミラーゼ	45	…	…	91.60	91.20	0.05	0.52

【０１０９】

例１３－配合量５０％のオレンジ油の製造及び分析

１１０ｇの例１の誘導体化澱粉と９０ｇのグルコースをブレンドし、高分散ミル中で６００mlの水に分散させた。澱粉の溶解が完全なように見えるまで温度を６０℃に上げ、次いで４０℃に低下させた。２００ｇのＧｉｖａｕｄａｎ－Ｒｏｕｒｅから市販されている１回圧搾オレンジ油を加え、高速で約３分間乳化させた。ブルックフィールド粘度計型１＋を用い、スピンドル＃１８を備えた小さい試料アダプターを用いて測定したエマルションの粘度は４０℃で４２５cps である。エマルションを噴霧乾燥して細い粉末とした。

【０１１０】

得られた封入されたオレンジ油は製品の重量に基づいて３８％の油、系に用いられた油の封入の９５％を保留した。表面油（抽出可能な油）は０．３％で、酸化は老化後に許容できるレベルである、カルボン０．８％であることを見い出し、製品の湿気はカール－フィッシャー法で測定した時１．９％であった。

例１４－他の封入用澱粉との比較

澱粉例１４ａはコーンシロップ固形分と、澱粉が例１のＯＳＡ澱粉を約６５の水流動度まで酸加水分解し、次いで噴霧乾燥することにより製造される、水溶解性、酸分解ＯＳＡ澱

粉の５０：５０ブレンドである。

【０１１１】

例１４ｂは例１のＯＳＡ澱粉である。

この加工澱粉を例３のようにオレンジ油を封入するのに用いた。封入の結果を下記に報告する。

【０１１２】

【表１２】

例	DE	保留%		表面油%	カルボン%
		時間=0	時間=50℃で2週間		
14a	23	84.20	74.40	4.54	1.03
14b	0	56.0	…	12.0	…

【０１１３】

例１４ｂについては、不十分な保留性のため安定性試験を実施しなかった。上記の結果と例８及び９の結果の比較は本発明の澱粉が保留性に優れ、表面油及び酸化が減少していることを示す。

例１５－発汗抑制薬品の製造

【０１１４】

【表１３】

成分	量（ｇ）
封入された芳香剤	1.00
Dow Corning Fluid 344	49.0
Cyclochem EDGS	1.00
Arlacel 165	1.00
Promyristyl PM3	5.00
Crodacol S-95NF	17.00
Rezal 36 GP Suf	20.00
DRY-FLO® PC 澱粉	6.00

【０１１５】

封入された芳香剤をオレンジ油を芳香剤に置き換えて、例３の手順により製造する。

Ｄｏｗ Ｃｏｒｎｉｎｇ Ｆｌｕｉｄ ３４４はＤｏｗ Ｃｏｒｎｉｎｇから市販されているシクロメチコーンである。

Ｃｙｃｌｏｃｈｅｍ ＥＤＧＳはＡｌｃｏｌａｃから市販されているジステアリン酸グリコールである。

【０１１６】

Ａｒｌａｃｅｌ １６５はＩＣＩから市販されているステアリン酸グリコール及びステアリン酸ＰＥＧ１００である。

Ｐｒｏｍｙｒｉｓｔｙｌ ＰＭ３はＣｒｏｄａから市販されているＰＰＧ－３ミリスチル

エーテルである。
Ｃｒｏｄａｃｏｌ　Ｓ－９５ＮＦは Ｃｒｏｄａから市販されているステアリルアルコールである。
【０１１７】
Ｒｅｚａｌ　３６　ＧＰ　ＳｕｆはＲｅｈｅｉｓから市販されているテトラクロルハイドレックス（ｔｅｔｒａｃｈｌｏｒｏｈｙｄｒｅｘ）　アルミニウム　ジルコニウムである。
ＤＲＹ－ＦＬＯ（登録商標）澱粉である、ダスチング剤及び滑沢剤として用いられる加工食品澱粉は、ナショナル　スターチ　アンド　ケミカル　カンパニーから市販されている。
【０１１８】
Ｄｏｗ　Ｃｏｒｎｉｎｇ　Ｆｌｕｉｄ　３４４，　Ｃｙｃｌｏｃｈｅｍ　ＥＤＧＳ，Ａｒｌａｃｅｌ　１６５及びＰｒｏｍｙｒｉｓｔｙｌ　ＰＭ３を混合し、６５℃に加熱する。Ｃｒｏｄａｃｏｌ　Ｓ－９５ＮＦを完全に混合する。Ｒｅｚａｌ　３６　ＧＰ　Ｓｕｆを加え、１０分間混合する。ＤＲＹ－ＦＬＯ（登録商標）澱粉を加え、完全に混合する。次いで封入された芳香剤を加え、完全に混合する。混合物を５０℃に冷却し、型に注ぎ、室温まで冷却する。
【０１１９】
例１６－洗剤の製造
【０１２０】
【表１４】

成分	量（g）
硫酸ラウリルナトリウム	15
硫酸ラウリルエーテルナトリウム	10
ケイ酸マグネシウム　アルミニウム	30
炭酸ナトリウム	19.5
二ケイ酸ナトリウム	2
過ホウ酸ナトリウム	15
ポリカルボン酸ナトリウム（アクリル／マレイン）	3
ポリエステルテレフタレート	2
プロテアーゼ酵素	0.5
封入された芳香剤	0.75
光学増白剤	0.2
リン酸ナトリウム	1.55
漂白活性剤	0.5

【０１２１】
芳香剤を例２ｂの澱粉及び芳香剤をオレンジ油と置換した例３の方法を用いて封入する。

成分をいっしょにブレンドする。

例１７－リン酸塩を含まない洗剤の製造

【０１２２】

【表１５】

成分	量（g）
ケイ酸マグネシウム　アルミニウム	30
過炭酸ナトリウム	15
硫酸アルキルナトリウム	15
アルコールエトキシ化ナトリウム	10
ジメチルアミンオキシド	6.75
炭酸ナトリウム	15
硫酸ナトリウム	7
封入された芳香剤	1.25

【０１２３】

芳香剤を例２ｂの澱粉及びオレンジ油を芳香剤に置き換えた例３の方法を用いて封入する。成分をいっしょにブレンドする。

フロントページの続き

(74)代理人 100081330
弁理士 樋口 外治
(72)発明者 エミリー ケラー ブルー
アメリカ合衆国, インディアナ ４６２６８, インディアナポリス, アパートメント 1シー, ランブルウッド ドライブ ３１８０
(72)発明者 チュンーワイ チュー
アメリカ合衆国, ニュージャージー ０７０９０, ウエストフィールド, ウッズ エンド ロード ３０５
(72)発明者 ザッヘラ ハッサン
アメリカ合衆国, ニューヨーク １２５３８, ハイド パーク, ケイル リッジ ロード １０
(72)発明者 ロジャー ジェフコート
アメリカ合衆国, ニュージャージー ０８８０７, ブリッジウォーター, ダウ ロード ８４７
(72)発明者 ヒマンシュ シャー
アメリカ合衆国, ニュージャージー ０８８７６, ブランチバーグ, バッファロー ホロー ロード ２１
(72)発明者 ポール トルビアーノ
アメリカ合衆国, ニュージャージー ０８８７６, ソマービル, バーナード ストリート ７０
(72)発明者 デニス ボイド
アメリカ合衆国, ニュージャージー ０８８５３, ネシャニック ステーション, クローソン アベニュ ７５５

審査官 ▲高▼岡 裕美

(56)参考文献 特開平０２－０５５７０２（ＪＰ, Ａ）
国際公開第９７／０３１６２７（WO, Ａ１）
特開平０８－２７７２３０（ＪＰ, Ａ）
特開平０７－０５３３２４（ＪＰ, Ａ）
米国特許第０４０３５２３５（ＵＳ, Ａ）
米国特許第０４９８５０８２（ＵＳ, Ａ）
米国特許第０５３５４５５９（ＵＳ, Ａ）
特開平０４－２３０６３７（ＪＰ, Ａ）
特表平１０－５０６６２７（ＪＰ, Ａ）
特開昭６０－２３３０１９（ＪＰ, Ａ）
特開平１１－２４０９０１（ＪＰ, Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl., ＤＢ名)
A61K 47/00-47/48
A61K 9/00-9/72