

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2017-504343

(P2017-504343A)

(43) 公表日 平成29年2月9日(2017.2.9)

(51) Int.Cl. F I テーマコード (参考)  
**A 2 3 L 2/00 (2006.01)** A 2 3 L 2/00 A 4 B 1 1 7

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2016-549101 (P2016-549101)	(71) 出願人	500159680 カーギル・インコーポレイテッド
(86) (22) 出願日	平成27年1月29日 (2015.1.29)		アメリカ合衆国55391-2399ミネ
(85) 翻訳文提出日	平成28年8月31日 (2016.8.31)		ソタ州ミネアポリス、ポスト・オフィス・
(86) 国際出願番号	PCT/US2015/013457		ボックス5624、マクギンティ・ロード
(87) 国際公開番号	W02015/116785		15407番
(87) 国際公開日	平成27年8月6日 (2015.8.6)	(74) 代理人	100081422
(31) 優先権主張番号	61/933,059		弁理士 田中 光雄
(32) 優先日	平成26年1月29日 (2014.1.29)	(74) 代理人	100084146
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 山崎 宏
		(74) 代理人	100156122
			弁理士 佐藤 剛

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 濃縮シロップ中のステビオール配糖体の安定懸濁液

## (57) 【要約】

1つまたは2つ以上のステビオール配糖体を水溶液に加えて、ステビオール混合物をもたらす工程と、周囲温度でステビオール混合物のpHを約7~9の範囲のpHに調整する工程と、次いで、十分な量の水溶液を使用して、ステビオール混合物のpHを約2~4の範囲のpHに再調整して、約10~80μmの長さおよび約0.1~2μmの厚さのサイズを有し、最大約1000~3000ppmの濃度を有する、1つまたは2つ以上の固体ステビオール配糖体粒子の安定懸濁液を含む液体飲料濃縮物をもたらす工程と、を含む、ステビオール配糖体の1つまたは2つ以上の安定懸濁液を含むシロップまたは濃縮物を調製する方法を提供する。シロップまたは濃縮物組成物も提供する。

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

少なくとも 500 ppm の濃度で、約 10 μm ~ 約 80 μm の長さおよび約 0.1 μm ~ 約 2.0 μm の厚さのサイズを有する、1 つまたは 2 つ以上の固体ステビオール配糖体粒子を含む、約 2 ~ 4 の範囲の pH の安定な水性懸濁液を含む、液体飲料濃縮物。

## 【請求項 2】

前記 1 つまたは 2 つ以上のステビオール配糖体粒子の濃度が約 1000 ppm ~ 約 3000 ppm の範囲である、請求項 1 に記載の濃縮物。

## 【請求項 3】

前記ステビオール配糖体がレバウジオシド B である、請求項 1 に記載の濃縮物。

10

## 【請求項 4】

安息香酸ナトリウムを更に含む、請求項 1 に記載の濃縮物。

## 【請求項 5】

1 つまたは 2 つ以上の乳化剤を約 0.1 ~ 1.0 重量% の濃度で更に含む、請求項 1 に記載の濃縮物。

## 【請求項 6】

前記乳化剤が、アラビアゴム、モノグリセリドもしくはジグリセリドエステル、ショ糖エステル、メチルセルロース、他の界面活性剤、またはこれらの組み合わせである、請求項 5 に記載の濃縮物。

## 【請求項 7】

香味料を更に含み、前記香味料が、レモン、ライム、オレンジ、ブドウ、レモンライム、コーラ、ルートビア、モモ、キウイ、およびこれらの混合物である、請求項 1 に記載の濃縮物。

20

## 【請求項 8】

前記懸濁液の NTU が少なくとも 1200 である、請求項 1 に記載の濃縮物。

## 【請求項 9】

前記懸濁液の NTU が 1600 ~ 2200 である、請求項 1 に記載の濃縮物。

## 【請求項 10】

前記粒子が針を含み、前記濃縮物が 3 μm を超える厚さの針を含まない、請求項 1 に記載の濃縮物。

30

## 【請求項 11】

1 つまたは 2 つ以上のステビオール配糖体を水溶液に加えて、ステビオール混合物をもたらす工程と、

前記ステビオール混合物の pH を 7 超の pH に調整する工程と、

十分な量の酸性水溶液を使用して前記ステビオール混合物を約 4.0 未満の pH に調整して、任意追加的に、乳化剤の存在下で、約 10 μm ~ 約 80 μm の長さおよび約 0.1 μm ~ 約 2.0 μm の厚さのサイズを有し、少なくとも 500 ppm の濃度を有する、1 つまたは 2 つ以上のステビオール配糖体粒子の安定懸濁液を含む液体飲料濃縮物をもたらす工程と、を含む、安定懸濁液または 1 つもしくは 2 つ以上のステビオール配糖体を含む液体飲料濃縮物の製造方法。

40

## 【請求項 12】

前記ステビオール混合物の pH が約 7 ~ 9 の範囲に調整される、請求項 11 に記載の方法。

## 【請求項 13】

前記懸濁液の NTU が 1600 ~ 2200 である、請求項 11 に記載の方法。

## 【請求項 14】

前記液体飲料濃縮物の pH が約 2 ~ 4 の範囲である、請求項 11 に記載の方法。

## 【請求項 15】

前記 1 つまたは 2 つ以上のステビオール配糖体粒子の濃度が約 1000 ppm ~ 約 3000 ppm の範囲である、請求項 11 に記載の方法。

50

## 【請求項 16】

前記 1 つまたは 2 つ以上のステビオール配糖体がレバウジオシド B を含む、請求項 11 に記載の方法。

## 【請求項 17】

前記酸性水溶液がクエン酸、リン酸、乳酸、酒石酸、リンゴ酸、およびこれらの組み合わせである、請求項 11 に記載の方法。

## 【請求項 18】

前記乳化剤が、アラビアゴム、モノグリセリドエステル、ジグリセリドエステル、ショ糖エステル、またはこれらの組み合わせである、請求項 11 に記載の方法。

## 【請求項 19】

前記乳化剤が約 0.1 ~ 1 重量%の濃度で存在する、請求項 18 に記載の方法。

## 【請求項 20】

前記粒子が針を含み、前記濃縮物が 3 μm を超える厚さの針を含まない、請求項 11 に記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

(関連出願の相互参照)

本願は、2014年1月29日に出願された、米国特許仮出願第 61/933,059 号、名称「STABLE SUSPENSION OF A STEVIOL GLYCOSIDE IN CONCENTRATED SYRUP」の利益を主張し、その全体を参照として本明細書に組み込む。

## 【0002】

(発明の分野)

本発明は、ステビオール配糖体に関する。より具体的には、本発明は、濃縮シロップ中でステビオール配糖体の安定な懸濁液を提供することに関する。

## 【背景技術】

## 【0003】

砂糖代用品は、様々な食品および飲料製品での使用が大いに求められる。ステビオール配糖体は、ステビア属植物(ステビア・レバウディアナ・ベントニ(Stevia rebaudiana Bertoni))から抽出される、特に関心の高い甘味のある化合物である。

## 【0004】

米国特許出願公開第 2013/0189399号は、増加した粘度を有して、液体濃縮物の安定性を向上させる液体飲料を説明する。この濃縮物は、加水分解速度および酸化速度を遅らせる、1つまたは2つ以上の増粘剤を含む。

## 【発明の概要】

## 【課題を解決するための手段】

## 【0005】

濃縮シロップ中でのステビオール配糖体、例えば、レバウジオシド B の使用は、かかるシロップから調製される最終製品の結果として得られる甘味および香味プロファイルのため、特に望ましい。レバウジオシド B などステビオール配糖体を含むかかる濃縮シロップの調製は、該シロップが大多数の飲料用途で適切に使用されるために低い pH を有さなければならないので、特に難題である。ステビオール配糖体を濃縮シロップに取り入れるためには該シロップ中のこの成分の溶解度は、通常、最終飲料中の該成分の所望濃度より約 6 倍は高くなければならない。濃縮シロップ中におけるステビオール配糖体、具体的には、レバウジオシド B の安定懸濁液は、本発明の方法によって調製し得ることが判明している。

## 【0006】

具体的には、レバウジオシド B を含む液体飲料濃縮物中で安定懸濁液を調製する方法が提供され、この方法では、プロセスの第 1 工程におけるレバウジオシド B のステビオール

10

20

30

40

50

主鎖のC<sub>19</sub>-カルボキシル基は、少なくとも約99%が解離カルボキシル形態であり、プロセスの第2工程においては、少なくとも99%がプロトン化されており、非イオン化カルボン酸形態である。この方法は、1つまたは2つ以上のステビオール配糖体を水溶液に加えて、ステビオール混合物をもたらす工程と、ステビオール混合物のpHを約7~9の範囲のpHに調整する工程と、次いで、十分な量の水溶液を使用して、ステビオール混合物を約2~4の範囲のpHに調整して、約10~80μmの長さおよび約0.1~2μmの厚さを有し、約1000~3000ppmの濃度を有する、1つまたは2つ以上の固体ステビオール配糖体粒子の安定懸濁液を含む液体飲料濃縮物をもたらす工程と、を含む。

#### 【0007】

本方法によって製造される濃縮シロップ中のステビオール配糖体の安定懸濁液は、それらの安定性および固有の組成プロファイルのため、「スローシロップ(throw syrup)」など飲料の前駆物質として特に有用である。驚くべきことに、ステビオール配糖体の安定懸濁液は、可溶化困難なステビオール配糖体(レバウジオシドB)を組み込むため、優れた香味プロファイルを有する本方法を使用することによって配合され得る。安定懸濁液の一部としてレバウジオシドBを提供することにより、これまでに可能であったよりも高濃度でレバウジオシドBを含む液体飲料濃縮物を製造できる。

#### 【0008】

本発明は、少なくとも500ppmの濃度で1つまたは2つ以上のステビオール配糖体を含む安定懸濁液を含む、液体飲料濃縮物を更に提供する。この安定懸濁液は、約2~4の範囲のpHにおいて、約10~80μmの長さおよび0.1~2μmの厚さの範囲のサイズの懸濁粒子を含む。いくつかの実施形態では、この粒子は、針状の結晶形状を有する。本明細書において、かかる粒子は「針」と呼ばれる。ある実施形態では、この安定懸濁液は、3μmを超える厚さの針を実質的に含まない。他の実施形態では、この安定懸濁液は、3μmを超える厚さの針を含まない。

#### 【発明を実施するための形態】

#### 【0009】

以下において説明する本発明の実施態様はすべてを網羅しているわけではなく、または、以下の発明を実施するための形態において開示されるそのままの形態に本発明を限定するものでもない。もっと正確に言えば、選択し、説明する実施形態の目的は、本発明の原理および実施についての当業者による深い認識および理解を助長できるようにすることである。

#### 【0010】

本明細書に開示する1つの実施形態は、約10~80μmの長さおよび0.1~2μmの厚さのサイズである、1つまたは2つ以上のステビオール配糖体粒子を含む、約2~4のpHの安定懸濁液を含む、液体飲料濃縮物である。いくつかの実施形態では、1つまたは2つ以上のステビオール配糖体は、少なくとも500ppmの濃度であってよい。他の実施形態では、1つまたは2つ以上のステビオール配糖体粒子は、少なくとも800ppmの濃度であってよい。更に他の実施形態では、1つまたは2つ以上のステビオール配糖体粒子は、少なくとも1000ppmの濃度であってよい。更に他の実施形態では1つまたは2つ以上のステビオール配糖体粒子は、約1000~3000ppmの範囲の濃度であってよい。この液体飲料濃縮物は、任意追加的に、約0.1~1重量%の濃度で乳化剤を含んでよい。

#### 【0011】

好ましい実施形態では、ステビオール配糖体はレバウジオシドBである。他のステビオール配糖体粒子も存在してよく、かかる更なる粒子としては、レバウジオシドA、レバウジオシドC、レバウジオシドD、レバウジオシドF、ステビオールバイオシド、ステビオールモノシド、ステビオシド、ズルコシドA(dulcoside A)、ルブソシド(ruboside)、他のステビオール配糖体、またはこれらの組み合わせが挙げられる。別の好ましい実施形態では、ステビオール配糖体は、レバウジオシドAおよびレバウジオシドBの組み合

10

20

30

40

50

わせである。レバウジオシド A 対レバウジオシド B の比率は、10 : 90、20 : 80、30 : 70、40 : 60、50 : 50、60 : 40、70 : 30、80 : 20、もしくは 90 : 10、またはこれらの比率の任意の範囲であってよい。

【0012】

安定懸濁液は、任意追加的に、アラビアゴム、モノグリセリドおよび/もしくはジグリセリドエステル、ショ糖エステル、メチルセルロース、他の界面活性剤、またはこれらの組み合わせから選択される乳化剤を含んでよい。

【0013】

任意追加的に、液体飲料濃縮物は、香味料を更に含む。香味料は、レモン、ライム、オレンジ、ブドウ、レモンライム、コーラ、ルートビア、モモ、キーウィ、およびこれらの混合物から選択されてよい。

10

【0014】

いくつかの実施形態では、粒子は、針状の結晶形状を有する。本明細書において、かかる粒子は「針」と呼ばれる。いくつかの実施形態では、この安定懸濁液は、3 μm を超える厚さの針を実質的に含まない。更に他の実施形態では、この安定懸濁液は、3 μm を超える厚さの針を含まない。

【0015】

他の実施形態では、ネフェロメ濁度単位 (NTU) として機器で測定したとき、安定懸濁液の濁度は少なくとも 100 である。他の実施形態では、NTU は少なくとも 400 である。更に他の実施形態では、NTU は少なくとも 800 である。更に他の実施形態では、NTU は少なくとも 1200 である。更に他の実施形態では、NTU は少なくとも 1600 である。更に他の実施形態では、NTU は少なくとも 1800 である。更に他の実施形態では、NTU は 1000 ~ 2500 の範囲である。更に他の実施形態では、NTU は 1600 ~ 2200 の範囲である。更に他の実施形態では、NTU は 1700 ~ 2000 の範囲である。

20

【0016】

他の実施形態では、本方法は、1つまたは2つ以上のステビオール配糖体を水溶液に加えて、ステビオール混合物をもたらす工程と、ステビオール混合物の pH を 7 超の pH に調整する工程と、十分な量の酸性水溶液を使用して、ステビオール混合物を調整して、約 10 ~ 80 μm の長さおよび約 0.1 ~ 2 μm の厚さのサイズを有し、少なくとも 500 ppm の濃度を有する、1つまたは2つ以上のステビオール配糖体粒子の安定懸濁液を含む、pH が 4 未満である液体飲料濃縮物をもたらす工程と、を含む。他の実施形態では、1つまたは2つ以上のステビオール配糖体粒子は、少なくとも 800 ppm の濃度であってよい。更に他の実施形態では、1つまたは2つ以上のステビオール配糖体粒子は、少なくとも 1000 ppm の濃度であってよい。更に他の実施形態では、1つまたは2つ以上のステビオール配糖体粒子は、約 1000 ~ 3000 ppm の範囲の濃度であってよい。

30

【0017】

本方法の実施形態では、ステビオール混合物の pH は、約 7 ~ 9 の範囲または約 7.5 ~ 8.5 の範囲であってよい。

【0018】

本方法の別の実施形態では、濃縮物の最終 pH は、約 2 ~ 4 の範囲、または約 3 であってよい。

40

【0019】

本方法のいくつかの実施形態では、粒子は、針状の結晶形状を有する。本明細書において、かかる粒子は「針」と呼ばれる。他の実施形態では、この安定懸濁液は、3 μm を超える厚さの針を実質的に含まない。更に他の実施形態では、この安定懸濁液は、3 μm を超える厚さの針を含まない。

【0020】

本方法の他の実施形態では、ネフェロメ濁度単位 (NTU) として機器で測定したとき、安定懸濁液の濁度は少なくとも 100 である。他の実施形態では、NTU は少なくとも

50

400である。更に他の実施形態では、NTUは少なくとも800である。更に他の実施形態では、NTUは少なくとも1200である。更に他の実施形態では、NTUは少なくとも1600である。更に他の実施形態では、NTUは1000～2500の範囲である。更に他の実施形態では、NTUは1600～2200の範囲である。更に他の実施形態では、NTUは1700～2000の範囲である。

#### 【0021】

好ましい実施形態では、ステビオール配糖体はレバウジオシドBである。任意追加的に、液体飲料濃縮物は、1つまたは2つ以上の追加のステビオール配糖体を含む。ステビオール配糖体の例としては、レバウジオシドA、レバウジオシドC、レバウジオシドD、レバウジオシドE、レバウジオシドF、ステビオシド、ルブソシド、ステビオールピオシド、およびズルコシドA、他のステビオールグリコシド、ならびにこれらの混合物が挙げられる。これらの更なるステビオール配糖体は、場合により、各々、約10～約8000ppmの濃度で存在する。

10

#### 【0022】

任意追加的に、ステビオール混合物は、乳化剤の存在下で、十分な量の酸性水溶液と混合されてよい。乳化剤の例としては、アラビアゴム、モノグリセリドおよび/またはジグリセリドエステル、ショ糖エステル、メチルセルロース、他の界面活性剤、ならびにこれらの混合物が挙げられる。これらの乳化剤は、任意追加的に約0.1～1.0重量%の濃度で存在する。

20

#### 【0023】

最終工程では、4未満のpHに飲料濃縮物のpHを下げて、ステビオール配糖体の安定懸濁液を形成する。一実施形態では、約2～4のpH範囲にpHを下げて、ステビオール配糖体の安定懸濁液を形成する。一実施形態では、約3のpHにpHを下げる。別の実施形態では、酸性水溶液を使用してpHを下げ、この酸は、クエン酸、リンゴ酸、乳酸、リン酸、酒石酸およびこれらの混合物からなる群から選択される。一実施形態では、この混合は、周囲温度の穏やかな混合条件下で行われる。

#### 【0024】

任意追加的に、ステビオール混合物は、乳化剤の存在下で酸性水溶液を使用して調整される。

30

#### 【0025】

ステビオール配糖体粒子は、針、楕円形、円筒形、および当該技術分野において周知の他の形状など様々な形状で存在してよい。好ましい実施形態では、ステビオール配糖体粒子は、針形状である。

#### 【0026】

別の実施形態では、液体飲料濃縮物から液体飲料を製造する方法が提供される。本明細書に記載のように、液体飲料濃縮物が液体で希釈されて、液体飲料がもたらされる。いくつかの実施形態では、液体は水である。他の実施形態では、液体は炭酸水である。液体の例としては、炭酸ソフトドリンク、レディ・トゥ・ドリンク茶、スポーツドリンク、乳製ドリンク、ヨーグルト含有ドリンク、アルコール飲料、栄養ドリンク、フレーバーウォーター、ビタミンドリンク、フルーツドリンクおよびフルーツジュースが挙げられる。

40

#### 【0027】

任意追加的に、安定懸濁液は、香味料、防腐剤、乳化剤、着色剤、栄養甘味料および他の高甘味度甘味料、ビタミン、無機塩、および白濁剤など追加成分を含んでよい。一実施形態において、香味料は、レモン、ライム、オレンジ、ブドウ、レモンライム、コーラ、ルートビア、モモ、キーウィおよびそれらの混合物からなる群から選択される。

#### 【0028】

これらの任意追加成分は、ステビオール配糖体の安定懸濁液の調製プロセスにおける任意の段階で加えられてよい。

#### 【実施例】

50

## 【0029】

本発明の例示的な実施形態は、本発明の原理および実施を図示する以下の実施例に関して記載する。

## 【0030】

(実施例1)

レバウジオシドBの第1溶液は、50mgのレバウジオシドB固体を47.5mLの純水に加えることによって1000ppmで調製した。この溶液を、90℃に5分間加熱して、レバウジオシドBを完全に溶解させた。加熱後、2.5mLの1Mクエン酸pH3溶液をこの溶液に加えて、混合した。

## 【0031】

第2溶液は、加熱せずに、レバウジオシドBを可溶化して調製した。1M NaOHを使用してpHを8.1に調整して、1% (10,000ppm)のレバウジオシドB溶液を水中で調製した。レバウジオシドBが完全に溶解し、溶液が透明になるまで、この溶液を攪拌した。5mLの1%レバウジオシドB溶液を42.5mLの水に加えて、混合した。2.5mLの1Mクエン酸pH3溶液をこの溶液に加えて混合し、約3.1の最終pHをもたらした。

## 【0032】

観察するために両溶液を室温で30分間置き、次いで、翌日観察するために一晚4℃に置いた。当初、レバウジオシドBの非加熱溶液が最初に沈殿したが、数分内に加熱溶液がただちにそれに続いた。水酸化ナトリウムを使用して可溶化したレバウジオシドBの溶液は、溶液中で均質懸濁液を形成した。加熱溶液はより大きい粒子を形成し、バイアルの底部に沈殿した。懸濁液の特性は、今回も4℃で保持してから16時間後に確認した。

## 【0033】

Hach 2100AN Turbidimeterを使用して、溶液中の懸濁物の濁度を測定した。より高いNTU値を有する溶液は、より多い量の懸濁物を示す。加熱レバウジオシドB溶液は、多数の粒子がバイアルの底部に沈殿しているために、最小のNTU値を示した。更に、加熱レバウジオシドB溶液は、3μmを超える厚さを有する多数の針を含んだ。それに対して、非加熱溶液は、著しく小さい針を含み、3μmを超える厚さの針は1つもなかった。

## 【0034】

この結果は、プロセスに連続pH調整工程が含まれる場合、非常に小さいレバウジオシドB粒子が形成され、水中で懸濁し得ることを示した。連続pH調整工程が含まれない場合、レバウジオシドB粒子は著しく大きくて、水中で懸濁できない。

## 【表1】

表1

試料	NTU
1000ppmのレバウジオシドB加熱溶液	12.5
1000ppmのレバウジオシドB NaOH溶解液	1860

## 【0035】

(実施例2)

ステビオール配糖体の3%溶液(レバウジオシドAおよびレバウジオシドBの比率は6:4)および0.9%安息香酸ナトリウムを水中で調製した。NaOHを使用して、溶液のpHをpH7.8に調整した。溶液を1:10で希釈して、0.05Mクエン酸緩衝液の最終pHを3.0にした。溶液は、ただちに不透明になった。混合中に、10個の連続試料を溶液から取り出した。脱イオン水で各試料を6倍に希釈し、レバウジオシドAおよびレバウジオシドBの濃度をHPLCで測定した。

## 【0036】

Shiseido Capcell PAK C18カラム、MGII型(5μm、4

10

20

30

40

50

・ 6 × 250 mm) をステピオール配糖体分析に使用し、この分析に以下に記載の勾配を用いる。カラムを 55 で維持する。

【表 2】

時間(分)	0.01Mリン酸緩衝液 (phosphate buffer)、 pH=2.6	アセトニトリル
0	80%	20%
5.5	80%	20%
8	70%	30%
11	70%	30%
14.5	65%	35%
23	65%	35%
26.5	20%	80%
29	20%	80%
31.5	80%	20%
33.5	80%	20%

10

20

## 【0037】

10個の試料のレバウジオシドBの濃度は、時間0および4での96時間保存後において、最小偏差に極めて一致していた。この結果は、ステピオール配糖体の均質懸濁液がレバウジオシドAおよびレバウジオシドBで構成され、乳化剤または添加剤を使用せずに安息香酸ナトリウムを得ることができることを示した。

【表 3】

表 2. 10個の連続試料の均質懸濁液中のレバウジオシドBの濃度

ppm	T0	T96
試料	rebB	rebB
1	1141.11	1128.40
2	1145.52	1123.13
3	1168.59	1127.92
4	1155.58	1136.25
5	1155.97	1137.10
6	1146.48	1137.22
7	1164.88	1142.01
8	1161.56	1130.50
9	1159.74	1135.86
10	1146.85	1142.38

30

40

## 【0038】

(実施例 3)

水中に溶解させた1000ppmのレバウジオシドBを90で2分間加熱して、第1溶液(溶液A)を調製した。溶液を冷却し、5%の1Mクエン酸緩衝液(pH2.0)と混合した。400倍の倍率の光学顕微鏡で溶液中の粒子を観察した。

## 【0039】

水(pH7.5)中に溶解させた1000ppmのレバウジオシドBを90で2分間加熱して、第2溶液(溶液B)を調製した。溶液を冷却し、5%の1Mクエン酸緩衝液(pH2.0)と混合し、室温で3時間置いた。400倍の倍率の光学顕微鏡で溶液中の粒

50

子を観察した。結果を表 3 に示す。

【表 4】

表 3

溶液	針の長さ	針の厚さ	>3 $\mu$ mの厚さの針の存在
A	20~100 $\mu$ m	1~3 $\mu$ m	あり
B	10~60 $\mu$ m	>1 $\mu$ m	なし

【0040】

(実施例 4)

水中に溶解させた 1000 ppm のレバウジオシド B および 0.1 重量% のアラビアゴムを 90 で 2 分間加熱して、第 1 溶液 (溶液 A) を調製した。溶液を冷却し、5% の 1 M クエン酸緩衝液 (pH 2.0) と混合した。400 倍の倍率の光学顕微鏡で溶液中の粒子を観察した。

10

【0041】

水 (pH 7.5) 中に溶解させた 1000 ppm のレバウジオシド B および 0.1 重量% のアラビアゴムを 90 で 2 分間加熱して、第 2 溶液 (溶液 B) を調製した。溶液を冷却し、5% の 1 M クエン酸緩衝液 (pH 2.0) と混合し、室温で 3 時間置いた。400 倍の倍率の光学顕微鏡で溶液中の粒子を観察した。

20

【0042】

次いで、各溶液を混合せずに 4 で 3 日間保管した。

【0043】

結果を表 4 に示す。溶液 B は、バイアル内で紐状の網状組織を形成した。溶液 A は、3 日後に 2 相に分離したが、溶液 B は均質懸濁液のままであった。

【表 5】

表 4

溶液	針の長さ	針の厚さ	>3 $\mu$ mの厚さの針の存在
A	20~100 $\mu$ m	2~3 $\mu$ m	あり
B	40~80 $\mu$ m	0.1~1 $\mu$ m	なし

30

【0044】

表 4 に示すように、溶液 B では、針が著しく小さい。加えて、溶液 B は、3 $\mu$ m 超える厚さの針を 1 つも有さない。

【0045】

(実施例 5)

水中に溶解させた 1050 ppm のレバウジオシド B を混合し、80 で 3 分間加熱して、第 1 溶液 (溶液 A) を調製した。溶液 A は、ただちに 5% の 1 M クエン酸 (pH 3.2) と混合し、室温まで 18 時間冷却した。

40

【0046】

水 (8.0 pH に調整) 中に溶解させた 1050 ppm のレバウジオシド B を混合して、第 2 溶液 (溶液 B) を調製した。溶液 B は、5% の 1 M クエン酸と混合し、室温で 18 時間沈殿させた。

【0047】

光学顕微鏡で結晶を観察した。結果を表 5 に示す。溶液 A は懸濁を停止し、バイアルの底部に集められるが、溶液 B は、紐状の網状組織として形成された安定懸濁液であった。

## 【表 6】

表 5

溶液	針の長さ	針の直径	>3 $\mu$ mの厚さの針の存在
A	25~800 $\mu$ m	最大12 $\mu$ m	あり
B	10~80 $\mu$ m	0.5~2 $\mu$ m	なし

## 【0048】

表 5 に示すように、溶液 b では、溶液 A と比較して、針が著しく小さい。溶液 A は、極めて長い針であって、溶液 B の針よりも著しく厚い針を含む。加えて、溶液 B は、3 $\mu$ m を超える厚さの針を 1 つも有さない。

10

## 【0049】

本明細書で用いる場合、用語「約」または「おおよそ」は、当業者によって決定されるような、指定された特定のパラメータについての許容され得る範囲内を意味し、この範囲は、一部は、値の測定または判定の仕方、例えば、試料調製および測定システムの制限に依存することになる。そのような制限の例は、湿潤対乾燥環境での試料の調製、異なる計器、試料の高さのばらつき、および信号対雑音比が挙げられる。例えば、「約」は、述べられている値または値範囲より、その述べられている値の 1 / 10 まで大きいまたは小さいという意味をもつことができるが、いずれかの値または値範囲をより広いこの定義に限定することを意図したものではない。例えば、約 30% の濃度値は、27% ~ 33% の間の濃度を意味する。用語「約」が先行する各値または値範囲は、述べられている絶対値または値範囲の実施形態を包含することを意図したものでもある。あるいは、特に生物学的システムまたはプロセスに関して、この用語は、値の 1 桁以内、好ましくは 5 倍以内、より好ましくは 2 倍以内を意味することができる。

20

## 【0050】

本明細書および特許請求の範囲を通して、文脈上他の意味に解すべき場合を除き、「含む (comprise)」ならびに語尾変化形、例えば「含む (comprises)」および「含む (comprising)」は、述べられている整数もしくは工程または整数もしくは工程群の包含を含意するが、いずれかの他の整数もしくは工程または整数もしくは工程群を排除することを含意しない。本願において用いる場合、「からなる」は、請求項構成要素に明記されていない一切の要素、工程または成分を除外する。本願において用いる場合、「から本質的になる」は、請求項の基本および新規特徴に大きな影響を及ぼさない材料または工程を除外しない。様々な実施形態の本開示では、実施形態の説明に用いる用語「含む」、「から本質的になる」および「から成る」を、他の 2 つの用語のいずれかと置き換えてもよい。

30

## 【0051】

本明細書に引用するすべての特許、特許出願（仮出願を含む）および刊行物は、あらゆる目的で個々に組み込まれているかのごとく参照により組み込まれている。別段の指示がない限り、すべての部および百分率は、重量部および重量百分率あり、すべての分子量は、重量平均分子量である。上述の発明を実施するための形態は、理解を明確にするためにのみ提示してきた。本明細書から無用の限定を解するべきではない。本発明はここに示し、記載した厳密な細部に限定されるものではなく、当業者にとって明らかな変形形態は、請求項によって規定される本発明の中に含まれるものとする。

40

## 【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US 15/13457
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> IPC(B) - A23L 2/00 (2015.01) CPC - A23L 2/52; A23V 2002/00; A23L 2/38 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) cpc-A23L 2/52; A23V 2002/00; A23L 2/38 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched uspc- 426/29; 426/103; 426/590 (see search terms below) Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) PatBase, PubWest, ProQuest Dialog, Google Scholar, Google Search Terms: steviol glycoside, rebaudioside B, reb B, beverage, drink, particle, suspension, PH, size, sodium benzoate, NTU, ppm, dimension, micrometer, crystal, needle, solid		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2013/0323379 A1 (Bernal et al.) 5 December 2013 (5.12.2013) para [0013], [0033], [0056], [0061], [0068], [0065], [0070], [0079]-[0080], [0092]	1-10
Y		11-20
Y	US 2011/0189360 A1 (Yoo et al.) 4 August 2011 (4.8.2011) para [0007]	11-20
Y	WO 2011/094702 A1 (Furlano et al.) 4 August 2011 (4.8.2011) abstract	1,11
Y	US 2012/0269954 A1 (Bridges et al.) 25 October 2012 (25.10.2012) para [0009]-[0011]	1, 11
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		
* 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 31 March 2015 (31.03.2015)		Date of mailing of the international search report <b>15 APR 2015</b>
Name and mailing address of the ISA/US Mail Stop PCT, Attn: ISA/US, Commissioner for Patents P.O. Box 1450, Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. 571-273-3201		Authorized officer: Lee W. Young PCT Helpdesk: 571-272-4300 PCT OSP: 571-272-7774

## フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US

(72)発明者 ティン・リウ・カールソン

アメリカ合衆国 2 9 6 6 1 サウスカロライナ州マリエッタ、レイクス・エッジ・ウェイ 5 5 番

(72)発明者 アロン・ブロマン・エリクソン

アメリカ合衆国 8 0 3 0 1 コロラド州ボルダー、ウィルダネス・プレイス 2 8 3 0 番

Fターム(参考) 4B117 LC15 LE03 LG01 LG02 LG18 LK06 LK08 LK11 LK13 LL02  
LL06