

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B1)

(11) 特許番号

特許第5216942号
(P5216942)

(45) 発行日 平成25年6月19日(2013.6.19)

(24) 登録日 平成25年3月8日(2013.3.8)

(51) Int. Cl.		F I
C 1 1 B 3/10 (2006.01)		C 1 1 B 3/10
A 2 3 D 9/02 (2006.01)		A 2 3 D 9/02
B 0 1 J 20/12 (2006.01)		B 0 1 J 20/12

請求項の数 7 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2012-543823 (P2012-543823)	(73) 特許権者	000227009 日清オイリオグループ株式会社 東京都中央区新川1丁目23番1号
(86) (22) 出願日	平成24年5月15日(2012.5.15)	(74) 代理人	100106002 弁理士 正林 真之
(86) 国際出願番号	PCT/JP2012/062383	(72) 発明者	平井 浩 神奈川県横須賀市神明町1番地 日清オイリオグループ株式会社 横須賀事業場内
審査請求日	平成24年9月26日(2012.9.26)	(72) 発明者	生稲 淳一 神奈川県横須賀市神明町1番地 日清オイリオグループ株式会社 横須賀事業場内
(31) 優先権主張番号	特願2011-166894 (P2011-166894)	審査官	井上 恵理
(32) 優先日	平成23年7月29日(2011.7.29)		
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		
早期審査対象出願			

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 精製グリセリド組成物及び該精製グリセリド組成物の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

脱臭工程を経ていないグリセリド組成物と、
アルカリ白土と、
を接触させるアルカリ白土処理工程を含むことを特徴とする精製グリセリド組成物の製造方法。

【請求項2】

前記アルカリ白土処理工程が脱色工程であり、前記アルカリ白土処理工程の後に、さらに脱臭工程を含むことを特徴とする請求項1に記載の精製グリセリド組成物の製造方法。

【請求項3】

前記脱臭工程は、100～260の温度条件下にて行われることを特徴とする請求項2に記載の精製グリセリド組成物の製造方法。

【請求項4】

前記脱臭工程の後に、さらに再精製工程を含むことを特徴とする請求項2又は3に記載の精製グリセリド組成物の製造方法。

【請求項5】

前記再精製工程は、再脱色工程を含むことを特徴とする請求項4に記載の精製グリセリド組成物の製造方法。

【請求項6】

前記再脱色工程は、酸性白土と接触させることを特徴とする請求項5に記載の精製グリ

セリド組成物の製造方法。

【請求項 7】

前記グリセリド組成物は、パーム油であることを特徴とする請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の精製グリセリド組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、精製グリセリド組成物及び該精製グリセリド組成物の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、風味や安定性等、油脂の品質を向上させるための試みが種々行われている。油脂の品質の低下には、様々な要素が関係している。例えば、3員環のエーテルであるオキシラン構造は、化学的に不安定であるため反応性に富み、重合等の化学反応を起こしやすいことが知られている。このような化学反応が、油脂の品質の低下を引き起こす可能性がある。

【0003】

一部のグリセリド組成物には、かかるオキシラン構造を有するエポキシドの1種であるグリシドールの脂肪酸エステルから誘導される可能性がある3-クロロプロパン-1,2-ジオールの脂肪酸エステルが極微量であるが存在する。3-クロロプロパン-1,2-ジオールの脂肪酸エステルは、脂肪酸の遊離により、3-クロロプロパン-1,2-ジオールを生じる可能性がある。3-クロロプロパン-1,2-ジオール及びその誘導体が高濃度で存在すると健康に悪影響を及ぼすといわれている。しかし、長年にわたって摂取されてきた植物油等の油脂中に存在する微量の3-クロロプロパン-1,2-ジオールが健康に直ちに悪影響を及ぼすとは考えられず、また、3-クロロプロパン-1,2-ジオールの摂取基準値等は定められていないものの、グリセリド組成物中におけるその存在を可能な限り下げることが求められている。

【0004】

上記課題に対して、例えば特許文献1には、3-クロロプロパン-1,2-ジオール、3-クロロプロパン-1,2-ジオールの脂肪酸エステル、グリシドール及びグリシドールの脂肪酸エステルからなる群より選ばれる少なくとも1種を含有し、及び/又は、ジグリセリドを3質量%以上含有するグリセリド組成物を、特定の温度条件にて脱臭処理等する方法が開示されている。この方法によれば、グリセリド組成物中のグリシドールの脂肪酸エステルや3-クロロプロパン-1,2-ジオールの脂肪酸エステル等の含有量を低減できる。

【0005】

このように、グリセリド組成物中の3-クロロプロパン-1,2-ジオール、及び3-クロロプロパン-1,2-ジオールの脂肪酸エステルの含有量をより効果的に低減する方法が検討されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献1】特開2011-74358号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、かかる事情に鑑みてなされたものであり、3-クロロプロパン-1,2-ジオール、及び3-クロロプロパン-1,2-ジオールの脂肪酸エステルの少ない精製グリセリド組成物、及び該精製グリセリド組成物の製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

10

20

30

40

50

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究した結果、脱臭工程を経ていないグリセリド組成物と、アルカリ性の白土（以下、「アルカリ白土」ともいう）と、を接触させることで、精製グリセリド組成物中の3-クロロプロパン-1,2-ジオール、及び3-クロロプロパン-1,2-ジオールの脂肪酸エステル生成が抑制され、これらの含有量が低減することを見出し、本発明を完成するに至った。具体的には、以下のようなものを提供する。

【0009】

(1) 脱臭工程を経ていないグリセリド組成物と、アルカリ白土と、を接触させるアルカリ白土処理を含むことを特徴とする精製グリセリド組成物の製造方法。

【0010】

(2) 上記アルカリ白土処理が脱色工程であり、上記アルカリ白土処理の後に、さらに脱臭工程を含むことを特徴とする(1)に記載の精製グリセリド組成物の製造方法。

【0011】

(3) 上記脱臭工程は、100～260の温度条件下にて行われることを特徴とする(2)に記載の精製グリセリド組成物の製造方法。

【0012】

(4) 上記脱臭工程の後に、さらに再精製工程を含むことを特徴とする(2)又は(3)に記載の精製グリセリド組成物の製造方法。

【0013】

(5) 上記再精製工程は、再脱色工程を含むことを特徴とする(4)に記載の精製グリセリド組成物の製造方法。

【0014】

(6) 上記再脱色工程は、酸性白土と接触させることを特徴とする(5)に記載の精製グリセリド組成物の製造方法。

【0015】

(7) 上記グリセリド組成物は、パーム油であることを特徴とする(1)～(6)のいずれかに記載の精製グリセリド組成物の製造方法。

【0016】

(8) (1)～(7)のいずれかに記載の製造方法により得られることを特徴とする精製グリセリド組成物。

【発明の効果】

【0017】

本発明によれば、3-クロロプロパン-1,2-ジオール、及び3-クロロプロパン-1,2-ジオールの脂肪酸エステルが少ない精製グリセリド組成物を得ることができる。

【発明を実施するための形態】

【0018】

以下、本発明の実施形態について具体的に説明する。なお、本発明では、グリセリド組成物は、グリセリンに脂肪酸が1～3個エステル結合したグリセリドを含むものであり、油脂の主要成分であるトリグリセリド（トリアシルグリセロール）のほか、ジグリセリド（ジアシルグリセロール）、モノグリセリド（モノアシルグリセロール）も含むものとする。また、動植物油脂由来のグリセリド以外の成分、例えば、植物ステロール、レシチン、抗酸化成分、色素成分等が含まれてもよいが、95質量%以上はグリセリドであることが好ましい。

【0019】

(アルカリ白土処理工程)

本発明の精製グリセリド組成物の製造方法は、脱臭工程を経ていないグリセリド組成物と、アルカリ白土と、を接触させることを特徴とする。好ましくは、上記グリセリド組成物の脱色工程がアルカリ白土を使用して行われる。

【0020】

[アルカリ白土(アルカリ性の白土)]

10

20

30

40

50

従来、グリセリド組成物中の色素等の除去のために、酸性白土が使用されてきた。しかし、本発明者が鋭意研究した結果、酸性白土ではなくアルカリ性の白土（アルカリ白土）を使用することにより、グリセリド組成物中の色素等の除去だけではなく、グリセリド組成物中の3-クロロプロパン-1,2-ジオール（以下、3-MCPDと称する）及び/又は3-クロロプロパン-1,2-ジオールの脂肪酸エステル（以下、3-MCPDの脂肪酸エステルと称する）の生成が抑制され、これらの含有量の低減を効果的に実現できることを見出した。

【0021】

この作用は明らかでないが以下のように推定される。脱酸工程までのいずれかの工程において、グリセリド組成物中に微量の塩素化合物が存在し、この塩素化合物がその後の脱臭工程における加熱条件下で反応して3-MCPDを生成すると考えられる。しかし、本発明においては、アルカリ白土を使用したアルカリ白土処理工程を経ることにより、この塩素化合物をアルカリ白土が効果的に吸着又は分解し、その結果、脱臭工程において生成する可能性のある3-MCPDの量を顕著に低減できるものと考えられる。このような塩素化合物の吸着能もしくは分解能は、白土や酸性白土にはなく、アルカリ白土が有するものであるため、本発明の効果を奏するものと推定される。

10

【0022】

本発明の精製グリセリド組成物の製造方法で使用されるアルカリ白土とは、水中に白土を添加した場合に、当該アルカリ白土を含む水溶液のpHがアルカリ性を呈する白土（すなわち、アルカリ性の白土）であれば特に限定されるものではないが、pHが8.5以上を呈する白土が、塩素化合物に対する吸着能及び分解能が高いため好ましい。

20

【0023】

本発明の精製グリセリド組成物の製造方法で使用されるアルカリ白土としては、特に限定されないが、例えば、下記の組成（単位：質量%）を有するものを使用できる。

SiO₂ (50~60)

Al₂O₃ (10~20)

Fe₂O₃ (3~10)

MgO (2~9)

CaO (1~5)

【0024】

アルカリ白土処理工程において使用されるアルカリ白土の量は、グリセリド組成物中の塩素化合物を有効に吸着もしくは分解し、精製グリセリド組成物中の3-MCPD及び/又は3-MCPDの脂肪酸エステルの生成を抑制し、これらの含有量についての十分な低減効果を得るために、グリセリド組成物の量に対して0.5質量%以上、0.6質量%以上、0.7質量%以上、0.8質量%以上、であることが好ましい。

30

【0025】

アルカリ白土処理工程において使用されるアルカリ白土の量は、過大でなくとも、有効にグリセリド組成物中の塩素化合物を有効に吸着又は分解し、精製グリセリド組成物中の3-MCPD及び/又は3-MCPDの脂肪酸エステルの生成を抑制し、これらの含有量を十分に低減できるため、グリセリド組成物の量に対して3.0質量%以下、2.9質量%以下、2.8質量%以下、2.5質量%以下、であることが好ましい。

40

【0026】

アルカリ白土処理工程における条件は特に制限されず、通常の油脂の製造方法で使用される脱色工程の条件であってもよい。例えば、グリセリド組成物にアルカリ白土を加えた後に、減圧下、80~150で5~60分間加熱してもよい。アルカリ白土処理工程を終えた後は、ろ過等によりアルカリ白土を除去し、アルカリ白土処理されたグリセリド組成物（脱色油）を得ることができる。

【0027】

グリセリド組成物と、アルカリ白土と、を接触させる方法は特に限定されず、例えば、白土や活性炭で脱色工程を行った後に、アルカリ白土を用いて処理を行うこともできる。

50

また、アルカリ白土処理工程（この工程が脱色工程であってもよい）においてアルカリ白土以外の白土や活性炭を共存させて行うこともできる。また、ろ過器やカラムの中にアルカリ白土を充填し、グリセリド組成物を通液させることによっても接触させることができる。

【0028】

[グリセリド組成物]

本発明の精製グリセリド組成物の製造方法では、グリセリド組成物として、脱臭工程を除く精製工程（例えば、脱ガム工程、脱酸工程、水洗工程等）を経た精製油を用いてもよい。脱臭工程を経ていないグリセリド組成物は、3-MCPD、及び/3-MCPDの脂肪酸エステルが生成していない点で好ましい。特に未精製の粗油、定法に従って精製された脱ガム油、脱酸油、もしくは脱色油が好ましく、脱酸油もしくは脱色油がより好ましい。例えば、菜種油、大豆油、米油、サフラワー油、ぶどう油、ひまわり油、小麦はい芽油、とうもろこし油、綿実油、ごま油、落花生油、フラックス油、エゴマ油、オリーブ油、パーム油、ヤシ油等の植物油、これら2種以上を混合した調合植物油、又は、これらを分別したパームオレイン、パームステアリン、パームスーパーオレイン、パームミッドフラクション等の食用分別油、これらの水素添加油、エステル交換油等のほか、中鎖脂肪酸トリグリセリドのような直接エステル化反応により製造された食用油を用いることができる。なお、3-MCPD、及び/又は3-MCPDの脂肪酸エステルは、部分グリセリドが比較的多い油脂において多く発生する傾向にあることから、パーム由来の油脂、米油、エステル交換油等を原料に用いることが本発明の3-MCPD、及び/又は3-MCPDの脂肪酸エステルの低減効果が高いという理由から特に好ましい。本発明のアルカリ白土処理工程の前後の精製方法は、定法を用いることができる。具体的には、ケミカル精製（ケミカルリファイニング）と、フィジカル精製（フィジカルリファイニング）とがあるが、いずれの精製方法を用いてもよい。なお、前者のケミカル精製は、原料となる植物を圧搾・抽出した原油が、脱ガム処理、脱酸処理、脱色処理、脱ろう処理、脱臭処理を経ることで精製され、精製油となる。これに対し、後者のフィジカル精製は、パーム油やヤシ油等にてよく行われている方法であり、原料となるパームやヤシ等を圧搾した原油が、脱ガム処理、脱色処理、脱酸・脱臭処理を経ることで精製され、精製油となる。

【0029】

[精製グリセリド組成物中の3-MCPD及び/又は3-MCPDの含有量の特定]

本発明においては、上記のアルカリ白土処理工程により、精製グリセリド組成物中の3-MCPD及び/又は3-MCPDの脂肪酸エステルの生成を抑制し、これらの含有量を低減させることができる。精製グリセリド組成物中の3-MCPD及び/又は3-MCPDの脂肪酸エステルの含有量は、ドイツ公定法（DGF Standard Methods C-II-18(09)）の変法を用いて、これらを遊離3-MCPD換算量として特定する。

【0030】

具体的には、サンプル油脂を採取し、内部標準物質を加えた後、ナトリウムメトキシドのメタノール溶液を加え、室温にて反応させ、エステルのけん化分解を行う。次いで、これに酢酸を微量に含んだ臭化ナトリウム水溶液とヘキサンとを加えて混合した後、ヘキサンを除去する。なお、この際に3-MCPD及び3-MCPD脂肪酸エステルが、全て遊離3-MCPDに変換される。その後、フェニルホウ酸で誘導体化し、ヘキサンにて抽出し、ガスクロマトグラフ質量分析装置にて測定する。そして、ガスクロマトグラフ質量分析装置の測定にて得られたクロマトグラムを用い、内部標準と3-MCPDのイオン強度を比較することで、油脂中の3-MCPD及び3-MCPD脂肪酸エステルの総量を遊離3-MCPD換算にて算出する。

【0031】

なお、従来のドイツ公定法における測定試料の調製方法では、3-MCPD、3-MCPDの脂肪酸エステル、グリシドール、及びグリシドールの脂肪酸エステルが、全て遊離3-MCPDに変換される。このため、ドイツ公定法による測定値は、3-MCPD、3

10

20

30

40

50

- M C P Dの脂肪酸エステル、グリシドール、及びグリシドールの脂肪酸エステルの合計含有量の3 - M C P D換算値となる。従って、かかる方法では、3 - M C P D、及び3 - M C P Dの脂肪酸エステルのみ合計含有量を測定したい場合は、グリシドール及びグリシドールの脂肪酸エステルの含有量も含まれてしまうという問題があった。

【 0 0 3 2 】

そこで、本発明者らが鋭意検討した結果、従来法のように、酢酸を微量に含んだ塩化ナトリウム水溶液を使用するのではなく、上記の通り、酢酸を微量に含んだ臭化ナトリウム水溶液を使用することによってかかる問題を解決できることが見出された。従って、上記のドイツ公定法の変法によれば、3 - M C P D、及び3 - M C P Dの脂肪酸エステルのみが遊離3 - M C P Dに変換されるため、3 - M C P D、及び3 - M C P Dの脂肪酸エステルのみ合計含有量を3 - M C P D換算値にて算出できる。

10

【 0 0 3 3 】

(脱臭工程)

本発明の精製グリセリド組成物の製造方法においては、上記アルカリ白土処理工程を経たグリセリド組成物の脱臭工程を含んでもよい。この場合、上記アルカリ白土処理工程は、グリセリド組成物の脱色工程に相当する。脱臭は、通常の油脂の製造方法で用いられる100 ~ 260 の温度条件下で行ってもよく、より低い100 ~ 250 の温度条件にて行ってもよい。脱臭工程において好ましい温度条件は150 ~ 230 であり、より好ましくは180 ~ 220 である。通常の油脂の製造方法で用いられる温度条件よりも低い温度条件下でグリセリド組成物の脱臭を行うことにより、精製グリセリド組成物中の3 - M C P D及び/又は3 - M C P Dの脂肪酸エステルの生成抑制効果、及びこれらの含有量の低減効果が大きくなることが期待できる。

20

【 0 0 3 4 】

脱臭工程におけるその他の条件は、特に限定されるものではないが、減圧又は水蒸気吹込を行うことが好ましく、減圧及び水蒸気吹込を行うことがより好ましい。また、脱臭時間は、15 ~ 150分であることが好ましく、20 ~ 100分であることがより好ましい。

【 0 0 3 5 】

(再精製工程)

本発明の精製グリセリド組成物の製造方法においては、上記脱臭工程を経た精製グリセリド組成物を再度精製してもよい。再精製工程は、前述の精製工程を行うことができ、例えば、再脱臭工程、再脱色工程、又は再脱臭工程を含むことができる。特に、再脱色工程を行うことが好ましい。再脱色工程において使用される白土としては特に制限されず、アルカリ白土、酸性白土、又は、活性化処理を施されている酸性白土である活性白土等であってもよい。

30

【 0 0 3 6 】

再脱色工程の前の最初の脱色工程(アルカリ白土処理工程)において、グリセリド組成物と、アルカリ白土と、を接触させていれば、精製グリセリド組成物中の塩素化合物の残留量が十分に低減される。そのため、再脱色工程において使用する白土の種類に関わらず、再脱色工程後の再脱臭工程において生成する可能性のある3 - M C P Dの量を顕著に低減できる。

40

【 0 0 3 7 】

再脱色工程における条件は特に制限されず、再脱色工程の前の最初の脱色工程同様、通常の油脂の製造方法で使用される条件であってもよい。例えば、精製グリセリド組成物に白土を加えた後に、減圧下、80 ~ 150 で5 ~ 60分間加熱してもよい。再脱色を終えた後は、ろ過等により白土を除去し、再脱色油を得ることができる。

【 0 0 3 8 】

再脱色工程後に得られた再脱色油を、さらに再脱臭してもよい。再脱臭工程における条件は特に制限されず、最初の脱臭工程同様、通常の油脂の製造方法で使用される条件であってもよい。

50

【0039】

(本発明の製造方法により得られる精製グリセリド組成物)

本発明の精製グリセリド組成物は、上述の本発明の精製グリセリド組成物の製造方法により得られることを特徴とする。本発明の精製グリセリド組成物によれば、精製グリセリド組成物中の3-MCPD、及び3-MCPDの脂肪酸エステル含有量が低減していることが期待できる。

【実施例】

【0040】

以下、本発明の実施例に基づいてさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの記載に何ら限定されるものではない。

【0041】

下記条件にて、精製グリセリド組成物中の3-MCPD、及び3-MCPDの脂肪酸エステルの生成抑制効果、及びこれらの含有量の低減可能性の検討を行った。

【0042】

<白土処理工程において使用する白土の検討>

白土処理工程において使用する白土が、精製グリセリド組成物中の3-MCPD、及び3-MCPDの脂肪酸エステルの生成抑制に対して及ぼす影響について検討した。

【0043】

(白土のpHの測定)

イオン交換水20gに、実施例において使用するアルカリ白土又は比較例において使用する酸性白土を0.1g加え、スターラーを用いて攪拌しながら、携帯型pHメータ(機種名:PH-81、東京硝子器械株式会社製)を用いて、白土のpHを測定した。その結果、酸性白土(製品名:Super A、Wantotik Clay Products Sdn Bhd社製)のpHは6.05であり、アルカリ白土(製品名:NB14000、Natural Bleach Sdn Bhd社製)のpHは9.53だった。

【0044】

[比較例1]

粗パーム油(3-MCPD換算量 0.0ppm)に、粗パーム油の量に対して1質量%の酸性白土(製品名:Super A、Wantotik Clay Products Sdn Bhd社製)を添加し、減圧下、110で30分間脱色した後、ろ過により酸性白土を除去して、脱色油を得た。次いで、該脱色油に水蒸気を吹き込みながら、減圧下、260で1時間脱臭処理し、比較例1の精製グリセリド組成物を得た。

【0045】

[実施例1]

1質量%の酸性白土の代わりに、1質量%のアルカリ白土(製品名: Bleaching Earth、Natural Bleach Sdn Bhd社製)を用いる以外は、比較例1と同様の方法にて、実施例1の精製グリセリド組成物を得た。

【0046】

[実施例2]

脱臭処理の温度を230とする以外は、実施例1と同様の方法にて、実施例2の精製グリセリド組成物を得た。

【0047】

[比較例2]

酸性白土の量を2質量%にする以外は、比較例1と同様の方法にて、比較例3の精製グリセリド組成物を得た。

【0048】

[実施例3]

アルカリ白土の量を2質量%にする以外は、実施例1と同様の方法にて、実施例3の精製グリセリド組成物を得た。

【0049】

10

20

30

40

50

[実施例 4]

アルカリ白土量を 2 質量 % にする以外は、実施例 2 と同様の方法にて、実施例 4 の精製グリセリド組成物を得た。

【 0 0 5 0 】

(定量法)

精製グリセリド組成物中の 3 - M C P D、3 - M C P D 脂肪酸エステルを、ドイツ公定法 (D G F S t a n d a r d M e t h o d s C - I I I 1 8 (0 9)) の変法に準拠して行った。この方法では、測定試料を調製する際に、3 - M C P D 及び 3 - M C P D 脂肪酸エステルが遊離 3 - M C P D に変換されるため、3 - M C P D 及び 3 - M C P D 脂肪酸エステルの総量を遊離 3 - M C P D として測定できる。

10

【 0 0 5 1 】

比較例 1 ~ 3 及び実施例 1 ~ 6 におけるグリセリド組成物のサンプル 1 0 0 m g に、5 0 μ L の内部標準物質 (3 - M C P D - d 5 2 0 μ g / m L 溶液) を加えた後、1 m L のナトリウムメトキシド溶液 (0 . 5 m o l / L メタノール) を加え、室温にて反応させ、エステルのけん化分解を行った。次いで、これに酢酸を微量に含んだ 3 m L の臭化ナトリウム水溶液 (5 0 %) と 3 m L のヘキサンとを加えて混合した後、ヘキサンを除去した。なお、この際に 3 - M C P D 及び 3 - M C P D 脂肪酸エステルが、全て遊離 3 - M C P D に変換される。その後、5 0 0 μ L のフェニルホウ酸水溶液 (1 2 . 5 %) により誘導体化し、2 m L のヘキサンにて抽出し、ガスクロマトグラフ質量分析装置にて測定した。

20

【 0 0 5 2 】

上記ガスクロマトグラフ質量分析装置の測定にて得たクロマトグラムを用い、内部標準である 3 - M C P D - d 5 と、3 - M C P D のイオン強度を比較することで、グリセリド組成中の 3 - M C P D 及び 3 - M C P D 脂肪酸エステルの総量を遊離 3 - M C P D 換算にて算出した。

【 0 0 5 3 】

(G C - M S 分析条件)

分析装置 : 島津製作所株式会社製、機種名 : Q P - 2 0 1 0

カラム : 製品名 : H P - 5 M S、A g i l e n t T e c h n o l o g y 社製 (長さ 3 0 m、径 0 . 2 5 m m)

30

カラム温度 : 6 0 (1 分) ~ 1 2 0 (昇温速度 1 0 / 分) ~ 1 9 0 (昇温速度 6 / 分) ~ 2 8 0 (昇温速度 2 0 / 分)

検出器 : M S (E I , S I M モード)

スプリットレス : 1 μ L 注入

キャリアガス : H e

【 0 0 5 4 】

比較例 1 ~ 2、及び実施例 1 ~ 4 における結果を表 1 に示す。以下、表中の「 3 - M C P D 換算量」は、遊離 3 - M C P D 量に換算された、精製グリセリド組成物中の 3 - M C P D、及び 3 - M C P D の脂肪酸エステルの総量を示す。

【 0 0 5 5 】

40

【表 1】

表 1	脱色条件	脱臭温度条件	3-MCPD 換算量 (ppm)
比較例 1	酸性白土 110°C, 30 分, 1 質量%	260°C	3.4
実施例 1	アルカリ白土 110°C, 30 分, 1 質量%	260°C	1.4
実施例 2	アルカリ白土 110°C, 30 分, 1 質量%	230°C	1.3
比較例 2	酸性白土 110°C, 30 分, 2 質量%	260°C	2.4
実施例 3	アルカリ白土 110°C, 30 分, 2 質量%	260°C	1.1
実施例 4	アルカリ白土 110°C, 30 分, 2 質量%	230°C	0.7

10

【0056】

白土処理工程において、粗パーム油をアルカリ白土と接触させることにより、酸性白土と接触させた場合と比較して、得られた精製グリセリド組成物中の 3-MCPD、及び 3-MCPD の脂肪酸エステル の総量 (3-MCPD 換算量) が、著しく低減することが確認された (表 1 : 実施例 1 ~ 4)。また、白土処理工程の後の脱臭工程において、脱臭温度条件が 230 である場合は、260 である場合と比較して、3-MCPD、及び 3-MCPD の脂肪酸エステル の総量 (3-MCPD 換算量) の低減効果が大きかった (表 1 : 実施例 1 ~ 4)。

20

【0057】

<再脱色工程における白土処理の検討>

本発明における白土処理工程は脱色工程であってもよい。この場合、さらなる脱色工程 (すなわち再脱色工程) を設けることができる。そこで、白土処理工程 (脱色工程) において使用する白土が、グリセリド組成物をさらに再脱色した場合に、精製グリセリド組成物中の 3-MCPD、及び 3-MCPD の脂肪酸エステル の生成抑制に対して及ぼす影響について検討した。

30

【0058】

[比較例 3]

比較例 2 で得た精製グリセリド組成物に対して、1.5 質量% の酸性白土 (水澤化学工業株式会社製) を添加し、減圧下、110 で 20 分間、再脱色した後、ろ過により酸性白土を除去し、再脱色油を得た。次いで、該再脱色油に水蒸気を吹き込みながら、減圧下、260 にて 90 分間、再脱臭し、比較例 3 の精製グリセリド組成物を得た。

【0059】

[実施例 5]

実施例 4 で得た精製グリセリド組成物に対して、比較例 3 と同様の方法にて実施例 5 の精製グリセリド組成物を得た。

40

【0060】

[実施例 6]

温度を 240 とする以外は、実施例 5 と同様の方法にて、実施例 6 の精製グリセリド組成物を得た。

【0061】

3-MCPD 換算量の算出は、上記定量法の記載に従った。比較例 3、実施例 5 及び 6 における結果を表 2 に示す。

【0062】

【表 2】

表 2	再脱色時の 3-MCPD 換算量(ppm)	再脱臭時の 3-MCPD 換算量(ppm)
比較例 3	3.2	3.3
実施例 5	0.8	0.9
実施例 6	0.8	0.9

【 0 0 6 3 】

粗パーム油を、脱臭工程の前において、アルカリ白土と接触させていると、得られた精製グリセリド組成物を、再脱色工程においては酸性白土と接触させても、3-MCPD、及び3-MCPDの脂肪酸エステルの総量(3-MCPD換算量)が抑えられていた(実施例5及び6)。

10

【要約】

3-クロロプロパン-1,2-ジオール、及び3-クロロプロパン-1,2-ジオールの脂肪酸エステルの少ない精製グリセリド組成物、該精製グリセリド組成物の製造方法を提供すること。

【解決手段】本発明の精製グリセリド組成物の製造方法は脱臭工程を経ていないグリセリド組成物と、アルカリ白土と、を接触させるアルカリ白土処理を行う工程を含むことを特徴とする。上記アルカリ白土処理工程は脱色工程であってもよく、上記アルカリ白土処理工程の後に、さらに脱臭工程を含んでいてもよい。

20

フロントページの続き

- (56)参考文献 再公表特許第2010/126136(JP,A1)
国際公開第2011/040539(WO,A1)
国際公開第2011/081119(WO,A1)
特開2011-074358(JP,A)
国際公開第2010/063450(WO,A1)
特開2011-147436(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C11B 1/00 - 15/00
C11C 1/00 - 5/02
A23D 7/00 - 9/06
B01J 20/12
CA/REGISTRY(STN)
JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamII)