

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4955928号
(P4955928)

(45) 発行日 平成24年6月20日(2012.6.20)

(24) 登録日 平成24年3月23日(2012.3.23)

(51) Int.Cl.		F I	
C O 7 C 67/56	(2006.01)	C O 7 C 67/56	
C O 7 C 69/017	(2006.01)	C O 7 C 69/017	D
C O 7 C 69/757	(2006.01)	C O 7 C 69/757	C
A 6 1 K 31/216	(2006.01)	A 6 1 K 31/216	

請求項の数 7 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2005-55319 (P2005-55319)	(73) 特許権者	000000918 花王株式会社
(22) 出願日	平成17年3月1日(2005.3.1)		東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1 〇号
(65) 公開番号	特開2006-241006 (P2006-241006A)	(74) 代理人	110000084 特許業務法人アルガ特許事務所
(43) 公開日	平成18年9月14日(2006.9.14)	(74) 代理人	100068700 弁理士 有賀 三幸
審査請求日	平成19年10月24日(2007.10.24)	(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】 クロロゲン酸類組成物の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆から抽出した水溶性組成物を、吸着剤が充填されたカラムに吸着させ、次いで0.5~10vol%のエタノール水溶液を通液して溶出させることを特徴とするクロロゲン酸類組成物の製造方法。

【請求項2】

エタノール水溶液の通液量が吸着剤の充填体積量当り0.5~10[v/v]量である請求項1記載のクロロゲン酸類組成物の製造方法。

【請求項3】

エタノール水溶液の通液速度が、SV(空間速度)=0.5~10[h⁻¹]である請求項1又は2記載のクロロゲン酸類組成物の製造方法。

【請求項4】

エタノール水溶液を通液する前に吸着剤の充填体積量当り0.5~2.0[v/v]量の水でカラムを洗浄する請求項1~3のいずれか1項記載のクロロゲン酸類組成物の製造方法。

【請求項5】

生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆から抽出した水溶性組成物に塩析効果を有する物質を添加した後、吸着剤が充填されたカラムに吸着させることを特徴とする請求項1~4のいずれか1項記載のクロロゲン酸類組成物の製造方法。

【請求項6】

10

20

クロロゲン酸類の回収率が、生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆から抽出した水溶性組成物中のクロロゲン酸類に対して70質量%以上であることを特徴とする請求項1～5のいずれか1項記載のクロロゲン酸類組成物の製造方法。

【請求項7】

(A)モノカフェオイルキナ酸成分、(B)フェルラキナ酸成分及び(C)ジカフェオイルキナ酸成分としたときに、クロロゲン酸類組成物の質量比率((A)+(B))/(A)+(B)+(C))が0.85以上である請求項1～6のいずれか1項記載のクロロゲン酸類組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は高度に精製されたクロロゲン酸類組成物の製造法に関する。

【背景技術】

【0002】

狭心症、心筋梗塞、心不全などの心疾患あるいは脳梗塞、脳出血、クモ膜下出血などの脳血管疾患は、高血圧と非常に深い関係があり、日本人の死因のそれぞれ第二位と第三位を占める。また、厚生省国民生活基礎調査(平成10年度)によれば、高血圧症で通院する患者数は我が国で千人あたり64人であり、病因の第一位を占めている。高血圧の対策としては、利尿薬、交感神経抑制薬、血管拡張薬、アンジオテンシン交換酵素阻害薬などの血圧降下医薬品が挙げられ、これらは主として重症高血圧患者に適用される。それに対して、食事療法、運動療法、飲酒・喫煙の制限などの生活習慣改善を目的とした一般療法は、軽症者から重症者までの高血圧者に広く適用されることから、一般療法の重要性が認識されている。なかでも食習慣の改善は重要であるといわれ、伝承として血圧降下作用を有すると言われる食品は数多く存在する。また従来から食品由来の血圧降下素材の探索が盛んに行われ、血圧降下作用を有する有効成分の分離・同定が数多くなされている。

20

【0003】

特にコーヒー生豆中に約6～9%含まれるクロロゲン酸類は優れた血圧降下作用を有する(特許文献1、2)。しかし、コーヒー生豆中にはカフェイン成分も通常1～4%含まれており、過剰摂取による神経過敏、吐き気、不眠などの有害作用を引き起こす原因にもなるといわれている。このため、カフェインを含有するクロロゲン酸類組成物から、カフェインのみを選択的に除去する方法が検討されてきた。

30

【0004】

例えば、コーヒーの脱カフェイン方法として、120～250気圧下において、コーヒーを活性炭等のカフェイン吸着剤と接触させる方法(特許文献3)や、カフェインを含有する水溶液を活性白土または酸性白土と接触させることにより選択的にカフェインを除去する方法(特許文献4)が提案されている。

【0005】

しかしながら、前者は超臨界抽出技術に関するものであり、プロセス上の設備負荷が過大で工業レベルでの実施において簡易性に欠ける。また、この方法はカフェインのみを選択的に除去するのではなく、有効成分であるクロロゲン酸類組成も変化させてしまうという問題がある。一方、後者の方法は、活性白土または酸性白土を使用するだけで選択的にカフェインを除去できるが、クロロゲン酸類の回収率の点で問題もあった。

40

【0006】

又、コーヒー生豆から水性溶媒により抽出を行い、合成吸着剤を用いてクロロゲン酸類を吸着させ希アルカリで処理し、クロロゲン酸類を選択的に得る方法(特許文献5)や、強酸性陽イオン交換樹脂と接触処理してクロロゲン酸類を選択的に得る方法(特許文献6)が挙げられるが、煩雑なイオン交換を行う必要があった。

【特許文献1】特開2002-53464号公報

【特許文献2】特開2002-87977号公報

【特許文献3】特開昭53-18772号公報

50

【特許文献4】特開平6 - 1 4 2 4 0 5号公報

【特許文献5】特開平4 - 1 4 5 0 4 9号公報

【特許文献6】特開平4 - 1 4 5 0 4 8号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

従って本発明の目的は、血圧降下作用を有するクロロゲン酸類を高濃度で含有し、カフェインを低減させたクロロゲン酸類組成物を高収率で得る方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者らは、生コーヒー豆等の抽出液を吸着剤が充填されたカラムに吸着させ、低濃度エタノール水溶液を溶出することにより簡易にカフェイン量を軽減したクロロゲン酸類組成物が得られることを見出した。

【0009】

即ち、本発明は、生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆から抽出した水溶性組成物を、吸着剤が充填されたカラムに吸着させ、次いで0.5～20vol%のエタノール水溶液を通液して溶出させることを特徴とするクロロゲン酸類組成物の製造方法である。

【発明の効果】

【0010】

本発明により、従来のクロロゲン酸類組成物の製造法よりもカフェインが低減し、高収率で高純度のクロロゲン酸類組成物を低コストにて得ることが可能である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

本発明における生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆から抽出した水溶性組成物中には、(A)モノカフェオイルキナ酸成分、(B)フェルラキナ酸成分及び(C)ジカフェオイルキナ酸成分の三種を含有する。成分(A)としては、3-カフェオイルキナ酸、4-カフェオイルキナ酸及び5-カフェオイルキナ酸が挙げられる。成分(B)としては、3-フェルラキナ酸、4-フェルラキナ酸及び5-フェルラキナ酸が挙げられる。成分(C)としては、3,4-ジカフェオイルキナ酸、3,5-ジカフェオイルキナ酸及び4,5-ジカフェオイルキナ酸が挙げられる。

【0012】

本発明に用いる前記水溶性組成物は、常法に従いコーヒー生豆又は焙煎コーヒー豆及び/又はその粉碎物から水(冷水～熱水のいずれであってもよい)で抽出することにより得られる。生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆からの抽出時の温度はクロロゲン酸類の抽出効率を高くする観点から70～沸騰水が好ましく、さらに好ましくは80～沸騰水である。生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆から抽出する際の水の量は、生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆に対して5～60質量倍、特に5～40質量倍が好ましい。生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆からの抽出時間は10～120分が好ましく、より好ましくは20～90分、さらに好ましくは30～60分である。抽出時間は、短すぎるとクロロゲン酸類の溶出が不十分であり、長すぎると異臭が強くなる。

【0013】

本発明に用いる生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆の種類は、特に限定されないが、例えば、ブラジル、コロンビア、タンザニア、モカ等が挙げられる。豆の種類としては、アラビカ種、ロブスタ種が挙げられる。コーヒー豆は1種でもよいし、複数種をブレンドして用いてもよい。

【0014】

前記生コーヒー豆は乾燥物を使用することが可能であり、焙煎コーヒー豆は通常の焙煎方法で得られたものであれば使用可能である。通常、豆の焙煎度が高くなる程クロロゲン酸量が減少するため、L値25以上の軽度の焙煎が好ましく、さらに好ましくはL値30以上、特にL値35～40が好ましい。

10

20

30

40

50

【 0 0 1 5 】

本発明に用いる吸着剤としては、疎水性吸着剤が好ましく、さらにスチレン - ジビニルベンゼン、修飾スチレン - ジビニルベンゼン等のスチレン系合成吸着剤やメタクリル酸メチル系合成吸着剤等の合成吸着剤が好ましい。スチレン - ジビニルベンゼン系合成吸着剤の例としては、三菱化学社製の商品名ダイイオンHP - 20、HP - 21、セパビーズSP70、SP700、SP825、SP - 825やオルガノ社（供給元：米国ローム & ハース社）のアンバーライトXAD4、XAD16HP、XAD1180、XAD2000、住友化学（供給元：米国ローム & ハース社）のデュオライトS874、S876等が挙げられる。

また、臭素原子を核置換して吸着力を強めた修飾スチレン - ジビニルベンゼン系合成吸着剤の例としては、三菱化学社製の商品名セパビーズSP205、SP206、SP207等が挙げられる。修飾スチレン - ジビニルベンゼン系合成吸着剤は、修飾されていない合成吸着剤に比べ吸着容量が高く、また高比重である為に精製プロセスの中でアップフロー通液が可能となって好ましい。

メタクリル酸メチル系の合成吸着剤の例としては、三菱化学社製のセパビーズHP1MG、HP2MGやオルガノ社のXAD7HP、住友化学のデュオライトS877等が挙げられる。メタクリル酸メチル系合成吸着剤は吸着量が少ないものの高極性有機物の吸着の点で有利である。

【 0 0 1 6 】

本発明においては、まず生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆から抽出した水溶性組成物、例えば生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆抽出液を吸着剤が充填されたカラムに通液するが、予めSV（空間速度）= 1 ~ 5 [h⁻¹]、吸着剤の充填体積量に対する通液倍数として2 ~ 5 [v/v] の通液条件で95vol%エタノール水溶液による洗浄を行い、吸着剤の原料モノマーや原料モノマー中の不純物等を除去するのが良い。そして、その後SV（空間速度）= 1 ~ 5 [h⁻¹]、吸着剤の充填体積量に対する通液倍数として1 ~ 5 [v/v] の通液条件により水洗し、エタノールを除去して吸着剤の含液を水系に置換する方法によりクロロゲン酸類の吸着能が向上する。

【 0 0 1 7 】

さらに、吸着剤へのクロロゲン酸類の吸着保持力を向上させるため、生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆抽出液に食塩などの塩析効果を有する物質を添加することが好ましい。塩析効果を有する物質としては、食塩（塩化ナトリウム）、塩化カリウム、塩化マグネシウム、亜硫酸水素ナトリウム、亜硫酸水素カリウム、硫酸アンモニウム等を挙げられる。塩析効果を有する物質は生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆（生豆換算）に対し1 ~ 50質量%の割合で生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆抽出液に添加するのが好ましいが、さらに10 ~ 40質量%が好ましく、特に20 ~ 30質量%が好ましい。50質量%を超える添加量では食塩が残存する場合があり、風味上好ましくないからである。

【 0 0 1 8 】

生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆抽出液を、吸着剤を充填したカラムに通液する条件としては、吸着剤充填体積量に対する通液倍数として0.5 ~ 20 [v/v] が好ましく、さらに0.5 ~ 10 [v/v]、特に1 ~ 8 [v/v] で通液するのが好ましい。さらに通液速度はSV（空間速度）= 0.5 ~ 10 [h⁻¹] が好ましく、SV = 1 ~ 5 [h⁻¹] がより好ましい。

【 0 0 1 9 】

生コーヒー豆又は焙煎コーヒー豆抽出液を吸着剤に吸着後、溶出液であるエタノール水溶液を通液前に、さらに吸着剤充填体積量に対する通液倍数として0.1 ~ 2.0 [v/v] の水で洗浄することが好ましい。特に塩析効果を有する物質を添加して吸着剤へのクロロゲン酸類の吸着保持力を高めた場合には、残存する塩析効果を有する物質を除去する目的から水洗が有効である。

【 0 0 2 0 】

クロロゲン酸類をカラムに吸着後、エタノール水溶液により脱着する条件としては、0

10

20

30

40

50

．5～20 vol %のエタノール水溶液を通液することにより、カフェインを吸着剤に吸着保持でき、クロロゲン酸類を効率的に脱着、精製できる点で好ましい。さらに、エタノール水溶液の濃度を1～10 vol %で行った場合、カフェインをさらに低減できる点で好ましく、特に好ましくは2～8 vol %である。脱着する濃度として0.5 vol %以上としたのは、水や0.5%未満のエタノール水溶液で脱着する場合には、吸着剤に対する通液倍数が10倍量を超えてしまい、多量の溶出液を要するためクロロゲン酸類の回収率がやや低下するためである。一方、20 vol %を超えるエタノール水溶液で溶出する場合、カフェインとクロロゲン酸類の分離が悪くなる。

エタノール水溶液の通液量は吸着剤の充填体積量当たり0.5～10 [v/v]量であることが好ましく、さらに1～6 [v/v]量であることが好ましい。またエタノール水溶液の通液速度は、SV (空間速度) 0.5～10 (h^{-1})、特に2～8 (h^{-1})であるのが好ましい。

【0021】

本発明で使用される吸着剤は精製処理後に所定の方法を用いることにより再使用できる。具体的には、90～99.5 vol %エタノール水溶液を通液し吸着剤上に残存するカフェインを主成分とする水溶液組成物成分をすべて脱着させる。

【0022】

本発明により得られるクロロゲン酸類組成物は、(A)モノカフェオイルキナ酸成分、(B)フェルラキナ酸成分、(C)ジカフェオイルキナ酸成分、(D)カフェインの質量比率(D) / ((A) + (B) + (C))が1/10未満とカフェインを十分低減し、またクロロゲン酸類組成物の質量比率((A) + (B)) / ((A) + (B) + (C))が0.85以上としてジカフェオイルキナ酸成分を減少させることにより苦味を低減させることができる。また、本発明によりクロロゲン酸類の回収率は、生豆抽出液中のクロロゲン酸類に対して70質量%以上とすることができる。

【0023】

本発明で得られたクロロゲン酸類組成物はそのまま使用しても良く、減圧濃縮、薄膜濃縮などの方法によりエタノールを除去しても構わない。通常飲料への配合に使用する場合、エタノールを完全に除去した方が好ましい。またクロロゲン酸類組成物の製品形態として粉体が望ましい場合は、噴霧乾燥や凍結乾燥等の方法により粉体化できる。この場合、生豆由来の異臭も同時に低減できる。

【0024】

また、本発明の製造方法により得られたクロロゲン酸類組成物は、活性炭による脱臭処理により生コーヒー豆由来の異臭を除去することができる。用いる活性炭としては、工業レベルで使用可能であれば特に制限されず、例えば、ZN-50 (北越炭素社製)、クラレコールGLC、クラレコールPK-D、クラレコールPW-D (クラレケミカル社製)、白鷲AW50、白鷲A、白鷲M、白鷲C (武田薬品工業社製)などの市販品を用いることができる。活性炭の細孔容積は0.01～0.8 mL/gが好ましく、特に0.1～0.7 mL/gが好ましい。また、比表面積は800～1300 m^2/g 、特に900～1200 m^2/g の範囲のものが好ましい。なお、これらの物性値は窒素吸着法に基づく値である。

【0025】

活性炭は、本発明のクロロゲン酸類組成物の溶液100質量部に対して0.5～5質量部、特に0.5～3質量部添加するのが好ましい。活性炭の添加量が少なすぎると脱臭効果が十分でなく、多すぎるとクロロゲン酸類組成物が活性炭に吸着されて好ましくない。

【0026】

本発明で得られたクロロゲン酸類組成物は容器詰飲料に配合できる。使用される容器は一般の飲料と同様にポリエチレンテレフタレートを主成分とする成形容器(いわゆるPETボトル)、金属缶、金属箔やプラスチックフィルムと複合された紙容器、瓶などの通常の形態で提供することができる。ここでいう容器詰飲料とは希釈せずに飲用できるものをいう。

10

20

30

40

50

【0027】

また上記の容器詰飲料は、例えば、金属缶のように容器に充填後、加熱殺菌できる場合にあっては食品衛生法に定められた殺菌条件で製造される。PETボトル、紙容器のようにレトルト殺菌できないものについては、あらかじめ上記と同等の殺菌条件、例えばプレート式熱交換器などで高温短時間殺菌後、一定の温度迄冷却して容器に充填する等の方法が採用される。また無菌下で、充填された容器に別の成分を配合して充填してもよい。

【0028】

本発明で得られるクロロゲン酸類組成物を配合した容器詰飲料としては、コーヒー飲料、茶系飲料、果汁又は野菜汁添加のジュース飲料、炭酸入り清涼飲料等が挙げられる。

【実施例】

【0029】

(クロロゲン酸類、カフェインの測定法)

フィルター(0.8 μm)で濾過し、次いで蒸留水で希釈した容器詰めされた飲料を、島津製作所製、高速液体クロマトグラフ(型式SCL-10AVP)を用い、オクタデシル基導入液体クロマトグラフ用パッドカラム L-カラムTM ODS(4.6 mm × 250 mm:財団法人 化学物質評価研究機構製)を装着し、カラム温度35℃、流速1 mL/分、グラジエント法で行った。移動相A液は酢酸を0.1 mol/L含有の蒸留水溶液、B液は酢酸を0.1 mol/L含有のアセトニトリル溶液とし、試料注入量は20 μL、UV検出器波長は280 nmの条件で行った。

【0030】

実施例1

インドネシア産ロブスタ種生豆100gを粉碎し、95℃の脱イオン水2,000gで30分間抽出、冷却、搾汁、遠心分離後、金網及び2号濾紙により濾過し、抽出液1,530gを得た。抽出液中のクロロゲン酸類の濃度は369.0 mg/100 mLであり、5.65gのクロロゲン酸類が含まれていた。その内、モノカフェオイルキナ酸とフェルラキナ酸の合計濃度は、284.1 mg/100 mLであり、4.35gであった。又、カフェイン濃度は101.1 mg/100 mLであり、1.55gのカフェインが含まれ、カフェイン/クロロゲン酸類比は、0.274(-)であった。その後、吸着保持力を高めるため食塩30gを添加した。

【0031】

ステンレスカラム(内径33 mm × 高さ300 mm、容積292 mL)に充填した合成吸着剤セパビーズSP-207(三菱化学(株)製)252.4 mLを、予めSV=7.8(h⁻¹)にて95%(v/v)エタノール1,262 mL(5倍容積対合成吸着剤)による洗浄を行い、次いでSV=5.2(h⁻¹)にて1,136 mL(4.5倍容積対合成吸着剤)の水で洗浄した。

【0032】

得られた抽出液全量(6倍容積対合成吸着剤)をSV=5.2(h⁻¹)で通液した。通過液にはクロロゲン酸類は含まず、殆どのクロロゲン酸類は合成吸着剤に吸着された。

【0033】

次いでSV=5.2(h⁻¹)で126.2 mL(0.5倍容積対合成吸着剤)の水で洗浄した。洗浄液には、クロロゲン酸類5.3 mg/100 mLが含まれており、水洗によるクロロゲン酸類の溶出は僅かであった。又、水洗終了時の風味評価を行ったところ塩味は全く感じられなかった。

【0034】

水洗後、5%(v/v)エタノール水をSV=5.2(h⁻¹)で1,262 mLを通液した(5倍容積対合成吸着剤)。溶出液1,251 mLを回収し、減圧濃縮によりエタノールを除去して本発明のクロロゲン酸類組成物20.0gを得た。

この濃縮液中にはクロロゲン酸類4.53gが含まれており、モノカフェオイルキナ酸類とフェルラキナ酸類の合計量は4.12gであり、クロロゲン酸類中のモノカフェオイルキナ酸類及びフェルラキナ酸類の質量比率は、91.0%であった。又、生豆抽出液か

10

20

30

40

50

らのクロロゲン酸類の回収率は80.1%であり、カフェインは全く含まれていなかった。

【0035】

実施例2

実施例1と同様の操作で得られた抽出液を合成吸着剤に通液し、10%(v/v)エタノール水を $SV = 5.2 (h^{-1})$ で505mL(2倍容積対合成吸着剤)通液した以外は同様の操作を行い、本発明のクロロゲン酸類組成物を得た。

濃縮液中にはクロロゲン酸類4.99gが含まれており、モノカフェオイルキナ酸類とフェルラキナ酸類の合計量は4.35gであり、クロロゲン酸類中のモノカフェオイルキナ酸類及びフェルラキナ酸類の質量比率は87.2%であった。又、生豆抽出液からのクロロゲン酸類の回収率は88.3%であり、カフェインを0.07g含んでおりカフェイン/クロロゲン酸類は0.014(-)であった。

10

【0036】

実施例3

実施例1と同様の操作で得られた抽出液を合成吸着剤に通液し、20%(v/v)エタノール水を $SV = 5.2 (h^{-1})$ で505mL(2倍容積対合成吸着剤)通液した以外は同様の操作を行い、本発明のクロロゲン酸類組成物を得た。

濃縮液中にはクロロゲン酸類5.13gが含まれており、モノカフェオイルキナ酸類とフェルラキナ酸類の合計量は4.40gであり、クロロゲン酸類中のモノカフェオイルキナ酸類及びフェルラキナ酸類の質量比率は、85.8%であった。又、生豆抽出液からのクロロゲン酸類の回収率は90.8%であり、カフェインを0.2g含んでおりカフェイン/クロロゲン酸類は0.039(-)であった。

20

【0037】

実施例4

インドネシア産ロブスタ種をL値35に焙煎した豆を使用した以外は、実施例1と同様の抽出操作を行い、焙煎豆抽出液中にはクロロゲン酸類5.04gが含まれており、モノカフェオイルキナ酸とフェルラキナ酸の合計量は3.93gであった。又、1.65gのカフェインが含まれ、カフェイン/クロロゲン酸類比は、0.327(-)であった。

さらに、実施例1と全く同様の操作を行い、本発明のクロロゲン酸類組成物を得た。濃縮液中にはクロロゲン酸類3.69gが含まれており、クロロゲン酸類中のモノカフェオイルキナ酸類の質量比率は86.5%であった。又、焙煎豆抽出液からのクロロゲン酸類の回収率は76.5%であり、カフェインを全く含んでおらずカフェイン/クロロゲン酸類は0.0(-)であった。

30

【0038】

実施例5

ステンレスカラム(内径33mm×高さ300mm、容積584mL)に充填した合成吸着剤セパピーズSP-207(三菱化学(株)製)504.8mLを、予め $SV = 7.8 (h^{-1})$ にて95%(v/v)エタノール2,524mL(5倍容積対合成吸着剤)による洗浄を行い、次いで $SV = 5.2 (h^{-1})$ にて2,272mL(4.5倍容積対合成吸着剤)の水で洗浄した。

40

【0039】

実施例4と同様の抽出液を用い、得られた抽出液全量(3倍容積対合成吸着剤)を $SV = 3.2 (h^{-1})$ で通液した。次いで $SV = 3.2 (h^{-1})$ で504.8mL(1.0倍容積対合成吸着剤)の水で洗浄した。洗浄液には、クロロゲン酸類3.5mg/100mLが含まれており、水洗によるクロロゲン酸類の溶出は僅かであった。

【0040】

水洗後、5%(v/v)エタノール水を $SV = 3.2 (h^{-1})$ で5,048mLを通液した(10倍容積対合成吸着剤)。溶出液1,251mLを回収し、減圧濃縮によりエタノールを除去して本発明のクロロゲン酸類組成物22.0gを得た。濃縮液中にはクロロゲン酸類4.32gが含まれており、クロロゲン酸類中のモノカフェオイルキナ酸類とフ

50

エルラキナ酸類の合計質量比率は89.2%であった。又、焙煎豆抽出液からのクロロゲン酸類の回収率は85.8%であり、カフェインを全く含んでおらずカフェイン/クロロゲン酸類は0.0(-)であった。

【0041】

比較例1

実施例1と同様の抽出操作を行い、水を $SV = 5.2 \text{ (h}^{-1}\text{)}$ で5,048 mL (20倍容積対合成吸着剤) 通液した以外は同様の操作を行い、クロロゲン酸類組成物を得た。

【0042】

比較例2

実施例1と同様の抽出操作を行い、5質量%重炭酸ソーダ水溶液を $SV = 5.2 \text{ (h}^{-1}\text{)}$ で1265.8 mL (5倍容積対合成吸着剤) 通液した以外は同様の操作を行い、クロロゲン酸類組成物を得た。

【0043】

比較例3

実施例1と同様の抽出操作を行い、40vol%のエタノール水溶液を $SV = 5.2 \text{ (h}^{-1}\text{)}$ で505 mL (2倍容積対合成吸着剤) 通液した以外は同様の操作を行い、クロロゲン酸類組成物を得た。

【0044】

表1に分析結果を示す。

【0045】

10

20

【表 1】

<合成吸着剤処理後の分析値>

コーヒ-豆の種類	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	比較例1	比較例2	比較例3
合成吸着剤有無、種類	生豆	生豆	生豆	焙煎豆	焙煎豆	生豆	生豆	生豆
溶出液	SP-207 エタノール	SP-207 エタノール	SP-207 エタノール	SP-207 エタノール	SP-207 エタノール	SP-207 水	SP-207 5%重曹水	SP-207 エタノール
エタノール水溶液濃度	5	10	20	5	5	0	0	40
溶出液量対合成吸着剤	5	2	2	5	10	20	5	2
クロロゲン酸類含有量	4.53	4.99	5.13	3.69	4.32	4.00	1.98	5.15
モノカフェオイルキナ酸+フェルラキナ酸含有量	4.12	4.35	4.40	3.19	3.86	3.32	1.59	4.15
モノカフェオイルキナ酸+フェルラキナ酸含有率	91.0	87.2	85.8	86.5	89.2	83.1	80.1	80.6
カフェイン含有量	0	0.07	0.20	0	0	0	0	0.98
カフェイン/クロロゲン酸類比	0	0.014	0.039	0	0	0	0	0.190
クロロゲン酸類回収率	80.1	88.3	90.8	76.5	85.8	65.8	35.0	91.1

<生豆抽出液の分析値>

クロロゲン酸類濃度:369.0mg/100mL、クロロゲン酸含有量:5.65g、
 モノカフェオイルキナ酸+フェルラキナ酸濃度:284.1mg/100mL、モノカフェオイルキナ酸+フェルラキナ酸含有量:4.35g、
 カフェイン濃度:101.1mg/100mL、カフェイン含有量:1.55g、カフェイン/クロロゲン酸類比:0.274(-)

<焙煎抽出液の分析値>

クロロゲン酸類濃度:344.0mg/100mL、クロロゲン酸含有量:5.04g、
 モノカフェオイルキナ酸+フェルラキナ酸濃度:268.2mg/100mL、モノカフェオイルキナ酸+フェルラキナ酸含有量:3.93g、
 カフェイン濃度:118.0mg/100mL、カフェイン含有量:1.65g、カフェイン/クロロゲン酸類比:0.327(-)

【0046】

本発明方法により、処理前後において、カフェイン含有量が低く純度の高いクロロゲン酸組成物を高回収率で得ることができる。

フロントページの続き

- (74)代理人 100111028
弁理士 山本 博人
- (74)代理人 100101317
弁理士 的場 ひろみ
- (74)代理人 100134935
弁理士 大野 詩木
- (72)発明者 福田 昌弘
東京都墨田区文花2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内
- (72)発明者 高橋 宏和
東京都墨田区文花2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内
- (72)発明者 小西 敦
東京都墨田区文花2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内

審査官 神野 将志

- (56)参考文献 特表2004 - 528050 (JP, A)
中国特許出願公開第1398845 (CN, A)
特開2003 - 210119 (JP, A)
特開2003 - 171328 (JP, A)
P. CHAMBEL et al., Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies , 1997
年, 20(18), pp.2949-2957

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C07C 67/56、69/017、69/757