

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4876179号  
(P4876179)

(45) 発行日 平成24年2月15日(2012.2.15)

(24) 登録日 平成23年12月2日(2011.12.2)

(51) Int.Cl.

F 1

A 2 3 F 5/28 (2006.01)

A 2 3 F 5/28

請求項の数 5 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2010-97722 (P2010-97722)	(73) 特許権者	000000918
(22) 出願日	平成22年4月21日 (2010.4.21)		花王株式会社
(65) 公開番号	特開2010-273674 (P2010-273674A)		東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1
(43) 公開日	平成22年12月9日 (2010.12.9)		〇号
審査請求日	平成23年6月16日 (2011.6.16)	(74) 代理人	110000084
(31) 優先権主張番号	特願2009-109211 (P2009-109211)		特許業務法人アルガ特許事務所
(32) 優先日	平成21年4月28日 (2009.4.28)	(74) 代理人	100068700
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		弁理士 有賀 三幸
早期審査対象出願		(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】濃縮コーヒー抽出液の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

コーヒー抽出液を蒸留により濃縮液と留分に分離し、前記濃縮液を活性炭で処理した後、活性炭処理濃縮液と前記留分を混合する、濃縮コーヒー抽出液の製造方法。

【請求項 2】

前記コーヒー抽出液中の固形分量が1～10%である、請求項1記載の濃縮コーヒー抽出液の製造方法。

【請求項 3】

前記コーヒー抽出液を、5～100kPaの減圧下、20～100にて蒸留する、請求項1又は2記載の濃縮コーヒー抽出液の製造方法。

【請求項 4】

前記コーヒー抽出液に対する前記留分の質量比が0.3～0.9である、請求項1～3のいずれか1項に記載の濃縮コーヒー抽出液の製造方法。

【請求項 5】

前記活性炭の使用量が前記濃縮液の固形分量に対して0.1～2質量倍である、請求項1～4のいずれか1項に記載の濃縮コーヒー抽出液の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、濃縮コーヒー抽出液の製造方法に関する。

**【背景技術】****【0002】**

コーヒー飲料は嗜好品として広く愛好されている。コーヒー飲料の風味には、コク、キレ、香り等多くの要素があり、バランスの取れたものが求められている。深い味わいを求める場合には、高濃度のコーヒー抽出液を用いることが有効であるが、この場合、コクが強いコーヒー飲料が得られるものの後味に雑味が残しやすいということがあった。

後味をすっきりさせるために活性炭等の吸着剤で処理を行う方法が知られているが、コクの低下や香りの低下が起きる場合があった。

また、香りを維持するために、コーヒー抽出液を逆浸透膜により濃縮して濃縮液と濃縮除去液に分別し、次いで濃縮除去液を減圧下で蒸発させて濃縮除去液から3～25質量%の濃縮香氣液を得、次いで濃縮香氣液を上記濃縮液と混合する、濃縮コーヒー抽出液の製造方法が提案されている(特許文献1)。しかし、この方法では香りは維持されるものの、後味については改善されず、コク、香り及び後味のキレの両立について、なお改善が求められていた。

10

**【先行技術文献】****【特許文献】****【0003】**

**【特許文献1】**特開2003-319749号公報

**【発明の概要】****【発明が解決しようとする課題】**

20

**【0004】**

本発明の課題は、コクと香りに富み、かつ後味のキレの良い濃縮コーヒー抽出液の製造方法を提供することである。

**【課題を解決するための手段】****【0005】**

コーヒー抽出液の香りは、その揮発度の面から、トップノート、ミドルノート及びラストノートの3つのパートに分類することができるが、本発明者らは、コーヒー抽出液を香味の観点から分析した結果、コーヒー抽出液の香りはトップノート及びミドルノートにより特徴付けられ、コーヒー抽出液の味はラストノートと密接に関連するとの知見を得た。そして、本発明者らは、コーヒー抽出液を蒸留により濃縮液と留分に分離し、次いで濃縮液を多孔質吸着体で処理し、次いで多孔質吸着体処理濃縮液と上記留分を混合することで、コクと香りが豊かで、かつ後味のキレの良い濃縮コーヒー抽出液が得られることを見出した。ここで、本明細書において「後味」とは、JIS Z 8144:2004に記載の「口内に残る感覚」をいう。

30

**【0006】**

すなわち、本発明は、コーヒー抽出液を蒸留により濃縮液と留分に分離し、濃縮液を多孔質吸着体で処理した後、多孔質吸着体処理濃縮液と留分を混合する、濃縮コーヒー抽出液の製造方法に関する。

**【発明の効果】****【0007】**

40

本発明の方法によれば、コクと香りに富み、かつ後味のキレの良い濃縮コーヒー抽出液を得ることができる。

**【発明を実施するための形態】****【0008】**

本発明で原料として用いられるコーヒー抽出液は、焙煎コーヒー豆からの抽出液、インスタントコーヒーの水溶液などから調製することができる。

本発明で用いるコーヒー抽出液は、100gあたりコーヒー豆を生豆換算で1g以上、好ましくは2.5g以上、更に好ましくは5g以上使用しているものである。

**【0009】**

本発明においてコーヒー抽出液を得るのに用いるコーヒー豆種としては、アラビカ種、

50

ロブスタ種などがある。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、キリマンジェロ、マンデリン、ブルーマウンテン等が挙げられる。中でも、コーヒー豆としては、コク、香り及び後味のキレのバランスの観点から、ブラジル産アラビカ種が好ましい。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。

#### 【0010】

コーヒー豆を焙煎により焙煎コーヒー豆とする方法については、特に制限はなく、焙煎温度、焙煎環境についても制限はないが、好ましい焙煎温度は100～300であり、更に好ましくは150～250である。好ましい焙煎方法としては直火式、熱風式、半熱風式があり、回転ドラムを有している形式が更に好ましい。また、風味の観点より焙煎後1時間以内に0～100まで冷却することが好ましく、更に好ましくは10～60である。

10

焙煎コーヒー豆の焙煎度としては、ライト、シナモン、ミディアム、ハイ、シティ、フルシティ、フレンチ、イタリアンがあり、ライト、シナモン、ミディアム、ハイ、シティが好ましい。焙煎度を色差計で測定したL値としては、通常10～35、好ましくは15～25である。なお、焙煎度の異なるコーヒー豆を混合しても良い。

#### 【0011】

焙煎コーヒー豆からの抽出方法についても制限はなく、例えば焙煎コーヒー豆又はその粉碎物から冷水～熱水(0～100)などの抽出溶媒を用いて10秒～30分抽出する方法が挙げられる。粉碎度合いは、極細挽き(0.250-0.500mm)、細挽き(0.300-0.650mm)、中細挽き(0.530-1.000mm)、中挽き(0.650-1.500mm)、中粗挽き、粗挽き(0.850-2.100mm)、極粗挽き(1.000-2.500mm)、あるいは平均粒径3mm、同5mm又は同10mm程度のカット品が挙げられる。抽出方法は、ポイリング式、エスプレッソ式、サイホン式、ドリップ式(ペーパー、ネル等)等が挙げられる。

20

#### 【0012】

抽出溶媒としては、水、アルコール含有水、ミルク、炭酸水などが挙げられる。抽出溶媒のpH(25)は通常4～10であり、風味の観点からは5～7が好ましい。尚、抽出溶媒中にpH調整剤、例えば重炭酸水素ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、L-アスコルビン酸、L-アルコールビン酸Naを含有させ、pHを適宜調整しても良い。

抽出器としては特に限定はなく、加熱可能な釜、攪拌機付釜及び攪拌可能な釜、コーヒーカップへ実質的に懸架可能なペーパー又は不織布の袋状構造体、上部にスプレーノズルを有し下部に実質的にコーヒー豆を固液分離可能な構造体(メッシュやパンチングメタルなど)を有するドリップ抽出器、上部及び下部に実質的にコーヒー豆の固液分離可能な構造体(メッシュやパンチングメタルなど)を有するカラム抽出器等が挙げられる。抽出器に加熱又は冷却可能な構造(例えば、電気ヒーター、あるいは温水、蒸気又は冷水が通液可能なジャケット)を有していても良い。

30

抽出方法としてはバッチ式抽出法、半バッチ式抽出法、連続式抽出法が挙げられる。バッチ式抽出法又は半バッチ式抽出法の抽出時間は風味の観点より10秒～120分が好ましく、更に30秒～40分が好ましい。

#### 【0013】

本発明においては、コーヒー抽出液として、焙煎コーヒー豆から抽出により得られたコーヒー抽出液をそのまま使用することが可能である。なお、コーヒー抽出液中の固形分量は、好ましくは1～10%、より好ましくは2～7%、特に好ましくは3～5%である。ここで、本明細書において「固形分量」とは、後掲の実施例に記載の「Brixの測定方法」により測定されるものをいう。

40

#### 【0014】

本発明では、まず、コーヒー抽出液を蒸留により濃縮液と留分に分離する。これにより、コーヒー抽出液は、ミドルノートの一部とトップノートを含む留分と、ミドルノートの一部とラストノートを含む濃縮液とに分離される。例えば、(A)ピラジン類等の香気成分は留分に回収され、後味の雑味成分である(B)グアヤコール類等の不要成分は濃縮液

50

に回収される。

コーヒー抽出液の蒸留は、公知の方法及び装置で行えばよく、特に制限されるものではない。

蒸留は、香気成分の確保、分離速度等の面から、絶対圧で5～100kPa、好ましくは10～50kPa、より好ましくは10～40kPa、特に好ましくは10～30kPaの減圧下で行うことが望ましい。

蒸留の温度条件としては、香気成分の確保、蒸発速度の確保の観点から、20以上が好ましく、30以上がより好ましく、35以上が更に好ましく、40以上が更に好ましく、55以上が特に好ましい。また、コーヒー抽出液の品質を維持するため、100以下が好ましく、80以下がより好ましく、70以下が特に好ましい。

10

#### 【0015】

本発明では、ピラジン類等の香気成分及び多孔質吸着体処理において除去を望まない風味成分を十分に留分に移動させるという観点より、コーヒー抽出液に対する留分の質量比は0.3以上であることが好ましく、0.4以上がより好ましく、0.5以上が更に好ましい。また、濃縮液の多孔質吸着体への物質移動速度を確保し、吸着処理の効率を良好にするという観点より、コーヒー抽出液に対する留分の質量比は0.9以下が好ましく、0.85以下がより好ましく、0.8以下が更に好ましい。

#### 【0016】

次いで、分離された濃縮液を多孔質吸着体で処理する。これにより、ラストノートに含まれる(B)グアヤコール類やヒドロキシヒドロキノン等の不要成分を除去することができる。

20

本発明に用いる多孔質吸着体の種類としては、吸着技術便覧 プロセス・材料・設計(平成11年1月11日、エヌ・ティー・エス発行、監修者：竹内 雍)に記載されている、炭素質吸着材、シリカ・アルミナ系吸着材、高分子吸着材、キトサン樹脂などが使用できる。コーヒー風味を残存させる観点から、炭素質吸着材が好ましい。

炭素質吸着材としては、ヒドロキシヒドロキノンを高い選択性をもって吸着する観点から、粉末状活性炭、粒状活性炭、活性炭繊維が好ましい。

#### 【0017】

粉末状及び粒状活性炭の由来原料としては、オガコ、石炭やヤシ殻などがあるが、ヤシ殻由来のヤシ殻活性炭が好ましく、特に、水蒸気などのガスにより賦活した活性炭が好ましい。このような水蒸気賦活活性炭の市販品としては、白鷺WH2c(日本エンバイロケミカル株式会社)、太閤CW(二村化学工業株式会社)、クラレコールGL(クラレケミカル株式会社)等を用いることができる。

30

#### 【0018】

当該多孔質吸着体の使用量は、後味の雑味の原因物質を十分に除去するために、濃縮液の固形分量に対して0.1質量倍以上が好ましく、0.2質量倍以上がより好ましく、0.3質量倍以上が更に好ましく、0.4質量倍以上が特に好ましく。また、コクを残すために、2質量倍以下が好ましく、1質量倍以下がより好ましく、0.8質量倍以下が更に好ましく、0.7質量倍以下が特に好ましい。

#### 【0019】

40

接触処理手段としては、バッチ法又はカラム通液法が挙げられる。

バッチ法としては、濃縮液に、多孔質吸着剤を加え-10～100で0.5分～5時間攪拌した後、吸着剤を除去すればよい。処理時の雰囲気としては、空気下、不活性ガス下(窒素ガス、アルゴンガス、ヘリウムガス、二酸化炭素)が挙げられるが、風味の観点より不活性ガス下が好ましい。

カラム通液法としては、吸着カラム内に吸着剤を充填し、濃縮液をカラム下部又は上部から通液させ、他方から排出させる。吸着剤の充填高さL及びD(径)の比L/Dは0.1～10が好ましい。吸着剤のカラム内への充填量は、通液前に吸着カラムに充填できる量であれば良い。吸着カラムは、その上段又は下段の少なくとも1つにメッシュ(網)又はパンチングメタルなどの、実質的に吸着剤が漏れ出さない分離構造体を有していること

50

が好ましい。分離構造体の開口径は、吸着剤の平均粒径より小さければ特に限定されず、好ましくは吸着剤の平均粒径の  $1/2$  以下、特に好ましくは  $1/3$  以下の目開きが良い。具体的な開口径は、 $0.1 \sim 1000 \mu\text{m}$  が好ましい。

【0020】

濃縮液の吸着処理温度は  $-10 \sim 100$  が好ましく、風味の観点より  $0 \sim 40$  がより好ましい。吸着カラム内の吸着剤量 ( $K[\text{g}]$ ) に対する濃縮液の液流量 ( $QC[\text{g}/\text{分}]$ ) の滞留時間 ( $K/QC$ ) は  $0.5 \sim 300$  分が好ましい。

【0021】

次いで、多孔質吸着体処理濃縮液と留分を混合する。これにより、濃縮コーヒー抽出液を得ることができる。多孔質吸着体処理濃縮液と留分の混合比率は、それぞれ全量混合してもよく、あるいは、求める風味に応じて任意に変えても良い。また、留分についてはそのまま混合してもよいが、適宜濃縮して用いることもできる。

10

【0022】

多孔質吸着体処理濃縮液は、(B) グアヤコール類の含有量が十分低減されているため、濃縮コーヒー抽出液の後味のキレを改善することができる。他方、留分には、香氣成分として (A) ピラジン類が豊富に含まれている。そして、多孔質吸着体処理濃縮液と留分とを混合することで、香ばしさに富む (A) ピラジン類の存在比率が高められ、濃縮コーヒー抽出液のコクと香りが増強される結果、コク、香りが豊かで、かつ後味のキレの良い濃縮コーヒー抽出液とすることができる。

【0023】

20

ここで、(A) ピラジン類とは、2 - メチルピラジン、2 , 5 - ジメチルピラジン、2 , 6 - ジメチルピラジン、エチルピラジン、2 - エチル - 5 - メチルピラジン、2 - エチル - 6 - メチルピラジン、2 - エチル - 3 - メチルピラジン、2 - エチル - 3 , 5 - ジメチルピラジン及び 3 , 5 - ジメチル - 2 - メチルピラジンを包含する概念であり、本発明においてはこれらのうち少なくとも 1 種を含有すればよい。なお、本発明の濃縮コーヒー抽出液中の (A) ピラジン類含量は、上記 9 種の合計量に基づいて定義される。

また、(B) グアヤコール類とは、グアヤコール、4 - エチルグアヤコール及び 4 - ビニルグアヤコールを包含する概念であり、本発明においてはこれらのうち少なくとも 1 種を含有すればよい。なお、本発明の濃縮コーヒー抽出液中の (B) グアヤコール類含量は、上記 3 種の合計量に基づいて定義される。

30

【0024】

本発明においては、濃縮コーヒー抽出液中の成分 (A) と成分 (B) との含有質量比  $[(B)/(A)]$  が、コク及び香ばしさの増強、キレ改善の観点から、好ましくは  $0.6$  以下、より好ましくは  $0.55$  以下、より好ましくは  $0.5$  以下、より好ましくは  $0.45$  以下、更に好ましくは  $0.4$  以下、特に好ましくは  $0.35$  以下である。ここで、本明細書において、成分 (A) と成分 (B) との含有質量比  $[(B)/(A)]$  の測定法は、後掲の実施例の「ピラジン類及びグアヤコール類の分析法」に従うものとする。なお、上記質量比  $[(B)/(A)]$  は  $0$  であってもよいが、製造効率の観点から、 $0.0001$  以上、更に  $0.001$  以上であることが好ましい。

【0025】

40

また、本発明の製造方法により得られた濃縮コーヒー抽出液は (C) クロロゲン酸類を含有しており、濃縮コーヒー抽出液中の (C) クロロゲン酸類の含有量は、コク、香り及び後味のキレのバランス、生理効果の観点から、 $0.01 \sim 1$  質量%、更に  $0.05 \sim 0.5$  質量%、特に  $0.1 \sim 0.3$  質量%であることが好ましい。ここで、「クロロゲン酸類」とは、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のモノカフェオイルキナ酸と、3 - フェルラキナ酸、4 - フェルラキナ酸及び 5 - フェルラキナ酸のモノフェルラキナ酸と、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のジカフェオイルキナ酸を併せての総称である。クロロゲン酸類含量は上記 9 種の合計量に基づいて定義される。

【0026】

50

更に、本発明の製造方法により得られた濃縮コーヒー抽出液は、(D)ヒドロキシヒドロキノンを含むとしてもよく、濃縮コーヒー抽出液中の(D)ヒドロキシヒドロキノンの含有量は、風味及び生理効果の観点から、クロロゲン酸類量に対して0.1質量%未満、0.05質量%未満、更に0.03質量%未満、特に0.01質量%未満であることが好ましく、他方下限は特に限定されず0質量%であってもよい。

【0027】

濃縮コーヒー抽出液の形態としては、水溶液、固体(例えば、乾燥物)、液体又はスラリー(例えば、濃縮物)等の種々のものが例示され、適宜選択することが可能である。

【0028】

本発明の濃縮コーヒー抽出液は、ソリュブルコーヒー、容器詰コーヒー飲料とするのに好適である。

本発明のソリュブルコーヒーは、上記濃縮コーヒー抽出液を乾燥して得ることが可能である。乾燥方法としては、噴霧乾燥、凍結乾燥等が例示される。ソリュブルコーヒーの形態としては、粉末、粒状、錠剤等が例示される。

【0029】

また、本発明の容器詰コーヒー飲料は、上記濃縮コーヒー抽出液をそのまま容器に充填するか、あるいは必要により濃縮又は希釈して容器に充填することで調製することができる。

本発明の容器詰コーヒー飲料は、容器詰ブラックコーヒー飲料としても良く、容器詰ミルクコーヒー飲料としても良い。容器詰ミルクコーヒー飲料とする場合、乳成分としては、生乳、牛乳、全粉乳、脱脂粉乳、生クリーム、濃縮乳、脱脂乳、部分脱脂乳、練乳等を配合できる。

本発明のソリュブルコーヒー及び容器詰コーヒー飲料は、(C)クロロゲン酸類を0.01~1質量%、更に0.05~0.5質量%、特に0.1~0.3質量%含有することが好ましい。

【0030】

本発明の容器詰コーヒー飲料には、必要により、苦味抑制剤、酸化防止剤、香料、各種エステル類、有機酸類、有機酸塩類、無機酸類、無機酸塩類、無機塩類、色素類、乳化剤、保存料、調味料、酸味料、品質安定剤などの添加剤を単独、あるいは併用して配合しても良い。

苦味抑制剤としては、特に限定はないが、サイクロデキストリンが好ましい。サイクロデキストリンとしては、 $\alpha$ -、 $\beta$ -、 $\gamma$ -サイクロデキストリン及び分岐 $\alpha$ -、 $\beta$ -、 $\gamma$ -サイクロデキストリンが使用できる。サイクロデキストリンは容器詰コーヒー飲料中に0.01~0.5質量%、好ましくは0.01~0.3質量%含有するのがよい。

【0031】

容器詰コーヒー飲料は、F0値(致死値)を一定値以上に設定して加熱殺菌処理を行うことにより製造される。F0値は、微生物学的安定性の点で、5~60、好ましくは10~50、より好ましくは15~45、更に好ましくは20~40である。ここで、F0値とは、缶詰コーヒー飲料を加熱殺菌した場合の加熱殺菌効果を評価する値で、基準温度(121.1)に規格化した場合の加熱時間(分)に相当する。F0値は、容器内温度に対する致死率(121.1で1)に、加熱時間(分)を乗じて算出される。致死率は致死率表(藤巻正生ら、「食品工業」、恒星社厚生閣、1985年、1049頁)から求めることができる。F0値を算出するには、一般的に用いられる面積計算法、公式法等を採用することができる(例えば谷川ら《缶詰製造学》頁220、恒星社厚生閣 参照)。

本発明において、F0値を所定の値になるよう設定するには、例えば、予め得た致死率曲線から、適当な加熱温度・加熱時間を決定すればよい。

【0032】

殺菌機はレトルト釜、チューブ式殺菌機、プレート式殺菌機、HTSTプレート式殺菌装置、UHT殺菌機などがある(改訂新版ソフトドリンクス、546-558頁、633-638頁)。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 3 3 】

また、殺菌温度は、微生物学的安定性の点で 1 2 3 以上が好ましく、更に 1 2 3 ~ 1 5 0 、より好ましくは 1 2 6 ~ 1 4 1 、更に好ましくは 1 3 0 ~ 1 4 0 である。

## 【 0 0 3 4 】

当該加熱殺菌処理は、上記条件の他、金属缶のように容器に充填後、加熱殺菌できる場合にあつては適用されるべき法規（日本にあつては食品衛生法）に定められた殺菌条件で行われる。また加熱殺菌設定条件までの昇温及び冷却は速やかに行ない、過剰な熱履歴を伴わないように留意すべきである。尚、金属缶においても加熱殺菌後の充填でもよい。また、紙、瓶等においても同様であり、容器の耐熱性を勘案し、充填後加熱殺菌でも加熱殺菌後充填でも可能である。

10

## 【 0 0 3 5 】

容器詰コーヒー飲料は、缶（アルミニウム、スチール）、紙、レトルトパウチ、瓶（ガラス）等の容器に詰めて製造することができる。この場合、容器に詰めて 5 0 ~ 5 0 0 m L の缶詰コーヒー飲料とすることができる。缶詰コーヒー飲料は、シングルストレングスであることが好ましい。ここでシングルストレングスとは、容器詰飲料を開封した後、そのまま飲めるものをいう。

## 【 0 0 3 6 】

容器としては、コーヒー中の成分の変化を防止する観点から、酸素透過度の低い容器が好ましく、例えば、アルミニウムや、スチールなどの缶、ガラス製の瓶等を用いるのが良い。缶やビンの場合、リキャップ可能な、リシール型のものも含まれる。ここで酸素透過性とは、2 0 、相対湿度 5 0 % の環境下で測定した酸素透過度（ $\text{cc} \cdot \text{mm} / \text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{atm}$ ）であり、酸素透過度が 5 以下が好ましく、更に 3 以下、特に 1 以下が好ましい。

20

## 【実施例】

## 【 0 0 3 7 】

（B r i x の測定方法）

2 0 における糖用屈折計示度（B r i x ）で表される。Atago RX-5000（Atago社製）にて測定を行った。

## 【 0 0 3 8 】

（クロロゲン酸類の分析法）

30

コーヒー抽出液、濃縮コーヒー抽出液又は容器詰コーヒー飲料のクロロゲン酸類の分析法は次の通りである。分析機器は H P L C を使用した。

装置の構成ユニットの型番は次の通り。

UV - V I S 検出器：L - 2 4 2 0 （（株）日立ハイテクノロジーズ）、

カラムオープン：L - 2 3 0 0 （（株）日立ハイテクノロジーズ）、

ポンプ：L - 2 1 3 0 （（株）日立ハイテクノロジーズ）、

オートサンプラー：L - 2 2 0 0 （（株）日立ハイテクノロジーズ）、

カラム：C a d e n z a C D - C 1 8 内径 4 . 6 m m × 長さ 1 5 0 m m 、粒子径 3  $\mu\text{m}$ （インタクト（株））。

## 【 0 0 3 9 】

40

分析条件は次の通りである。

サンプル注入量：1 0  $\mu\text{L}$ 、

流量：1 . 0 m L / m i n 、

UV - V I S 検出器設定波長：3 2 5 n m 、

カラムオープン設定温度：3 5 、

溶離液 A：0 . 0 5 M 酢酸、0 . 1 m M 1 - ヒドロキシエタン - 1 , 1 - ジホスホン酸、1 0 m M 酢酸ナトリウム、5（V / V）%アセトニトリル溶液、

溶離液 B：アセトニトリル。

## 【 0 0 4 0 】

濃度勾配条件

50

時間	溶離液 A	溶離液 B
0 . 0 分	1 0 0 %	0 %
1 0 . 0 分	1 0 0 %	0 %
1 5 . 0 分	9 5 %	5 %
2 0 . 0 分	9 5 %	5 %
2 2 . 0 分	9 2 %	8 %
5 0 . 0 分	9 2 %	8 %
5 2 . 0 分	1 0 %	9 0 %
6 0 . 0 分	1 0 %	9 0 %
6 0 . 1 分	1 0 0 %	0 %
7 0 . 0 分	1 0 0 %	0 %

10

## 【 0 0 4 1 】

H P L C では、試料 1 g を精秤後、溶離液 A にて 1 0 m L にメスアップし、メンブレンフィルター（G L クロマトディスク 2 5 A , 孔径 0 . 4 5  $\mu$  m , ジーエルサイエンス（株））にて濾過後、分析に供した。

クロロゲン酸類の保持時間（単位：分）9 種のクロロゲン酸類

（C<sup>1</sup>）モノカフェオイルキナ酸：5 . 3、8 . 8、1 1 . 6 の計 3 点

（C<sup>2</sup>）フェルラキナ酸：1 3 . 0、1 9 . 9、2 1 . 0 の計 3 点

（C<sup>3</sup>）ジカフェオイルキナ酸：3 6 . 6、3 7 . 4、4 4 . 2 の計 3 点。

ここで求めた 9 種のクロロゲン酸類の面積値から 5 - カフェオイルキナ酸を標準物質とし、質量%を求めた。

20

## 【 0 0 4 2 】

（カフェインの分析法）

コーヒー抽出液、濃縮コーヒー抽出液又は容器詰コーヒー飲料のカフェインの分析法は次の通りである。分析機器は H P L C を使用した。

装置の構成ユニットの型番は次の通り。

UV - V I S 検出器：L - 2 4 2 0 （（株）日立ハイテクノロジーズ）、

カラムオープン：L - 2 3 0 0 （（株）日立ハイテクノロジーズ）、

ポンプ：L - 2 1 3 0 （（株）日立ハイテクノロジーズ）、

オートサンプラー：L - 2 2 0 0 （（株）日立ハイテクノロジーズ）、

カラム：C a d e n z a C D - C 1 8 内径 4 . 6 m m × 長さ 1 5 0 m m、粒子径 3  $\mu$  m（インタクト（株））。

30

## 【 0 0 4 3 】

分析条件は次の通りである。

サンプル注入量：1 0  $\mu$  L、

流量：1 . 0 m L / m i n、

UV - V I S 検出器設定波長：2 7 0 n m、

カラムオープン設定温度：3 5 、

溶離液 C：0 . 0 5 M 酢酸、0 . 1 m M 1 - ヒドロキシエタン - 1 , 1 - ジホスホン酸、1 0 m M 酢酸ナトリウム、5（V / V）%アセトニトリル溶液、

40

溶離液 D：アセトニトリル。

## 【 0 0 4 4 】

濃度勾配条件

時間	溶離液 C	溶離液 D
0 . 0 分	1 0 0 %	0 %
1 0 . 0 分	1 0 0 %	0 %
1 5 . 0 分	9 5 %	5 %
2 0 . 0 分	9 5 %	5 %
2 2 . 0 分	9 2 %	8 %
5 0 . 0 分	9 2 %	8 %

50



52.0分	10%	90%
60.0分	10%	90%
60.1分	100%	0%
70.0分	100%	0%

## 【0045】

試料1gを精秤後、溶離液Aにて10mLにメスアップし、メンブレンフィルター（GLクロマトディスク25A、孔径0.45μm、ジーエルサイエンス（株））にて濾過後、HPLC分析に供した。

カフェインの分析は、UV-VIS検出器設定波長：270nm、カフェインを標準物質とした以外はクロロゲン酸類と同様に実施した。カフェインの保持時間は18.9分。

10

## 【0046】

（ヒドロキシヒドロキノンの分析法）

コーヒー抽出液、濃縮コーヒー抽出液又は容器詰コーヒー飲料のヒドロキシヒドロキノンの分析法は次の通りである。

分析機器はHPLC-電気化学検出器（クーロメトリック型）であるクーロアレイシステム（モデル5600A、開発・製造：米国ESA社、輸入・販売：エム・シー・メディカル（株））を使用した。

装置の構成ユニットの名称・型番は次の通りである。

アナリティカルセル：モデル5010、クーロアレイオーガナイザー、  
クーロアレイエレクトロニクスモジュール・ソフトウエア：モデル5600A、  
溶媒送液モジュール：モデル582、グラジエントミキサー、  
オートサンプラー：モデル542、パルスダンパー、  
デガッサー：Degassys Ultimate DU3003、  
カラムオープン：505。

20

カラム：CAPCELL PAK C18 AQ 内径4.6mm×長さ250mm、粒子径5μm（（株）資生堂）。

## 【0047】

分析条件は次の通りである。

サンプル注入量：10μL、

流量：1.0mL/min、

30

電気化学検出器の印加電圧：0mV、

カラムオープン設定温度：40℃、

溶離液E：0.1（W/V）%リン酸、0.1mM 1-ヒドロキシエタン-1, 1-ジ  
ホスホン酸、5（V/V）%メタノール溶液、

溶離液F：0.1（W/V）%リン酸、0.1mM 1-ヒドロキシエタン-1, 1-ジ  
ホスホン酸、50（V/V）%メタノール溶液。

## 【0048】

溶離液E及びFの調製には、高速液体クロマトグラフィー用蒸留水（関東化学（株））、高速液体クロマトグラフィー用メタノール（関東化学（株））、リン酸（特級、和光純薬工業（株））、1-ヒドロキシエタン-1, 1-ジホスホン酸（60%水溶液、東京化成工業（株））を用いた。

40

## 【0049】

濃度勾配条件

時間	溶離液 E	溶離液 F
0.0分	100%	0%
10.0分	100%	0%
10.1分	0%	100%
20.0分	0%	100%
20.1分	100%	0%
50.0分	100%	0%

50

## 【 0 0 5 0 】

分析試料の調製は、試料 5 g を精秤後、0.5 (W/V) % リン酸、0.5 mM 1-ヒドロキシエタン-1, 1-ジホスホン酸、5 (V/V) % メタノール溶液にて 10 mL にメスアップし、この溶液について遠心分離を行い上清を得た。この上清について、ボンドエルト SCX (固相充填量: 500 mg、リザーバ容量: 3 mL、ジーエルサイエンス (株)) に通液し、初通過液約 0.5 mL を除いて通過液を得た。この通過液について、メンブレンフィルター (GL クロマトディスク 25 A, 孔径 0.45 μm, ジーエルサイエンス (株)) にて濾過し、速やかに分析に供した。

## 【 0 0 5 1 】

HPLC - 電気化学検出器の上記の条件における分析において、ヒドロキシヒドロキノンの保持時間は、6.38 分であった。得られたピークの面積値から、ヒドロキシヒドロキノン (和光純薬工業 (株)) を標準物質とし、質量 % を求めた。

10

## 【 0 0 5 2 】

## 実施例 1

## ( コーヒー抽出液の調製 )

ブラジル産アラビカ種の焙煎コーヒー豆 (ブラジル No. 2 焙煎度 L 34 / L 16, 5 = 58 / 42) 400 g を 93 の熱水にて抽出し、2400 g のコーヒー抽出液を得た。

得られたコーヒー抽出液の各成分の分析値は以下の通りであった。

Brix (%) : 4.76

20

クロロゲン酸類 (CGA) (mg / 100 g) : 437.9

カフェイン (mg / 100 g) : 205

ヒドロキシヒドロキノン (HHQ) (mg / kg) : 22.12

## ( コーヒー抽出液の蒸留 )

コーヒー抽出液 (2318 g、固形分量 4.75 %) を 60 で 18.7 kPa の減圧下にて濃縮し、留分を液温 8 で凝縮させ、32.2 質量 % の濃縮液 (固形分量 14.28 %) と、67.8 質量 % (固形分量 0.22 %) の留分を得た。

## ( 濃縮液の活性炭処理 )

上記濃縮液のみを活性炭 (白鷺 WH2C 42/80LSS、日本エンバイロケミカルズ (株)) で 25 にて処理を行った。なお、活性炭の使用量は、濃縮液の固形分量に対して 0.5 質量倍とした。

30

## ( 活性炭処理濃縮液と留分の混合 )

得られた活性炭処理濃縮液 (732 g、固形分量 10.9 %) と、前記留分 (1570 g、固形分量 0.22 %) を全量混合して濃縮コーヒー抽出液を得た。

## ( 容器詰コーヒー飲料 )

上記濃縮コーヒー抽出液をイオン交換水で希釈して Brix 1.85 に調整し、缶容器に充填後、134、90 秒の加熱殺菌を行い、容器詰コーヒー飲料を得た。

## 【 0 0 5 3 】

## 実施例 2

表 1 に記載の蒸留条件に変えたこと以外は、実施例 1 と同様にして容器詰コーヒー飲料を得た。

40

## 【 0 0 5 4 】

## 実施例 3

表 1 に記載の濃縮液の活性炭処理条件に変えたこと以外は、実施例 1 と同様にして容器詰コーヒー飲料を得た。

## 【 0 0 5 5 】

## 比較例 1

濃縮液に対して活性炭処理を行わなかったこと以外は、実施例 1 と同様にして容器詰コーヒー飲料を得た。

## 【 0 0 5 6 】

50

## 比較例 2

コーヒー抽出液の蒸留を行わず、そのまま活性炭処理を行ったこと以外は、実施例 1 と同様にして容器詰コーヒー飲料を得た。

【 0 0 5 7 】

## 比較例 3

ブラジル産アラビカ種の焙煎コーヒー豆（焙煎度 L 3 4 / L 1 6 . 5 = 5 8 / 4 2 の混合物）4 0 0 g を 9 3 の熱水にて抽出し、2 4 0 0 g のコーヒー抽出液を得た。コーヒー抽出液をイオン交換水で希釈して B r i x 1 . 8 5 に調整し、缶容器に充填後、1 3 4、9 0 秒の加熱殺菌を行い、容器詰コーヒー飲料を得た。

【 0 0 5 8 】

10

（試飲評価）

実施例 1 ~ 3、比較例 1 ~ 3 の容器詰コーヒー飲料について、1 3 人による試飲を行い、味と香りを評価した。

基準：

- （ i ）コクが強い・コクがやや強い・普通・コクがやや弱い・コクが弱い
- （ ii ）キレが良い・キレがやや良い・普通・後味がやや残る・後味が強く残る
- （ iii ）香り（焙煎香）が強い・香りがやや強い・普通・香りがやや弱い・香りが弱い
- （ iv ）苦味が強い・苦味がやや強い・普通・苦味がやや弱い・苦味が弱い

【 0 0 5 9 】

実施例 1 ~ 3 及び比較例 1 ~ 3 の濃縮コーヒー抽出液の製造条件及び成分分析、並びに容器詰コーヒー飲料の試飲評価の結果を表 1 に示す。なお、試飲評価の結果においては、上位 2 群、普通、及び下位 2 群の人数を表 1 に示した。

20

【 0 0 6 0 】

【表 1】

	実施例			比較例		
	1	2	3	1	2	3
<濃縮>						
温度(℃)	60	50	60	60	—	—
圧力(kPa)	18.7	34.7	18.7	18.7	—	—
留分／コーヒー抽出液(質量%)	67.8	45.2	67.8	67.8	—	—
濃縮液／コーヒー抽出液(質量%)	32.2	54.8	32.2	32.2	—	—
濃縮液のBrix(%)	14.3	8.7	14.3	14.3	—	—
活性炭処理の有無	有	有	有	無	有	無
活性炭使用量(対濃縮液固形分)	0.5	0.5	0.25	—	0.5	—
<留分回収>						
留分回収の有無	有	有	有	有	無	無
留分回収・希釈後のBrix(%)	1.85	1.84	1.85	1.85	1.85	1.85
濃縮コーヒー抽出液の成分分析						
CGA(mg/100g)	191.1	191.3	180.1	170.2	176.6	170.2
HHQ(mg/kg)	0.32	0.33	0.40	8.6	0.40	8.6
<試飲評価(13人)>						
(i)コク						
コクが強い／やや強い	10	8	10	8	2	8
普通	3	5	3	1	5	1
コクが弱い／やや弱い	0	0	0	4	6	4
(ii)後味のキレ						
後味のキレが良い／やや良い	4	3	3	1	3	1
普通	4	5	3	3	5	3
後味が強く残る／やや残る	5	5	7	9	5	9
(iii)香り						
香りが強い／やや強い	8	6	9	6	5	7
普通	5	7	4	5	5	4
香りが弱い／やや弱い	0	0	0	2	3	2
(iv)苦味						
苦味が強い／やや強い	7	6	8	8	6	8
普通	2	3	2	4	3	4
苦味が弱い／やや弱い	4	4	3	1	4	1

## 【0061】

本発明品による容器詰コーヒー飲料(実施例1及び3)は、10名(約77%)が、コーヒー本来のコクが強いと評価し、8名(約62%)が焙煎香も強く、更に4名(約30%)が後味のキレが良いという良好な評価を得た。同様に実施例2も良好な評価を得たが、本発明の優れた特徴は、濃縮過程の留分回収率がより高い実施例1及び3で顕著に見られた。

一方、比較例1及び3においては、焙煎香はあるものの、8名(約62%)が苦味が強すぎると感じ、更に9名(約69%)が後味が悪いと評価した。また、比較例2においては6名がコクが弱いと評価し、3名が香りが弱いという悪い評価であった。

## 【0062】

[香気の比較]

# ピラジン類及びグアヤコール類の分析法

試料 2 g をバイアルにサンプリングし、S P M E ファイバーによりヘッドスペースの香気成分を吸着し、G C / M S 測定に供した。そして、ピラジン類及びグアヤコール類の面積値から質量比  $[(B)/(A)]$  を求めた。

## 【 0 0 6 3 】

H S - G C / M S 条件 ( 質量分析計付きヘッドスペースガスクロマトグラフ法 )

測定機器 ; H P 6 8 9 0 ( A g i l e n t 社製 )

カラム ; B C - W A X ( 5 0 m × 0 . 2 5 m m I . D . × 0 . 2 5 μ m d f 、 ジーエルサイエンス ( 株 ) )

温度プログラム ; 6 0 ( 5 m i n . ) 2 3 0 、 5 / m i n で昇温

ヘッド圧 ; 1 4 . 8 p s i

注入口温度 ; 2 1 0

検出器温度 ; 2 0 0

s p l i t 比 ; 3 0 : 1

キャリアガス ; ヘリウム

スキャンモード ; イオン化電圧 7 0 e V

## 【 0 0 6 4 】

### 【表 2】

	実施例			比較例		
	1	2	3	1	2	3
(A)ピラジン類(Area × 10 <sup>7</sup> )						
2-メチルピラジン	0.99	0.46	0.90	0.75	0.09	1.07
2, 5-ジメチルピラジン	0.64	0.24	0.55	0.55	0.05	0.73
2, 6-ジメチルピラジン	0.55	0.33	0.49	0.51	0.07	0.69
エチルピラジン	0.45	0.24	0.37	0.34	0.05	0.46
2-エチル-5-メチルピラジン	0.70	0.41	0.57	0.59	0.08	0.81
2-エチル-6-メチルピラジン	0.58	0.34	0.48	0.49	0.07	0.63
2-エチル-3-メチルピラジン	0.49	0.30	0.43	0.50	0.06	0.64
2-エチル-3, 5-ジメチルピラジン	0.98	0.60	1.02	1.13	0.12	1.42
3, 5-ジメチル-2-メチルピラジン	0.31	0.15	0.25	0.26	0.03	0.40
合計(Area × 10 <sup>7</sup> )	5.69	3.07	5.06	5.12	0.62	6.85
(B)グアヤコール類(Area × 10 <sup>7</sup> )						
グアヤコール	0.39	0.26	0.34	0.42	0.08	0.55
4-エチルグアヤコール	0.66	0.40	0.60	0.90	0.18	1.07
4-ビニルグアヤコール	0.78	0.51	0.97	2.34	0.47	2.94
合計(Area × 10 <sup>7</sup> )	1.83	1.17	1.91	3.66	0.73	4.56
質量比(B)/(A)	0.32	0.38	0.38	0.71	1.18	0.67

## 【 0 0 6 5 】

表 2 から、実施例 1 ~ 3 の濃縮コーヒー抽出液は、( A ) ピラジン類を豊富に含む一方で、( B ) グアヤコール類量が十分に低減されており、( A ) ピラジン類と( B ) グアヤコール類の含有質量比  $[(B)/(A)]$  が 0 . 6 以下に制御されていることが確認された。

表 2 の結果から、本発明の製造方法により、コクと香りに富み、かつ後味のキレが良い容器詰コーヒー飲料が得られる要因を、本発明者らは次のように推察する。

( 1 ) 濃縮液を多孔質吸着体処理することで、後味の雑味成分である( B ) グアヤコール類が除去され、後味のキレが改善される。

( 2 ) 後味の雑味成分の低減により、香味成分である( A ) ピラジン類の存在比率が高め

られ、コクと香りが増強される。

---

フロントページの続き

- (74)代理人 100111028  
弁理士 山本 博人
- (72)発明者 早川 義信  
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 土門 さや香  
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 小倉 義和  
東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内

審査官 清水 晋治

- (56)参考文献 特開 2 0 0 5 - 0 4 0 0 6 8 ( J P , A )  
特開 2 0 0 7 - 2 8 2 5 7 1 ( J P , A )  
特開 2 0 0 6 - 0 2 0 5 2 6 ( J P , A )  
特開平 0 9 - 5 0 5 4 7 8 ( J P , A )  
特開 2 0 0 0 - 1 6 6 4 7 4 ( J P , A )  
特開平 0 7 - 3 1 3 0 6 3 ( J P , A )  
特開平 0 6 - 2 7 6 9 4 1 ( J P , A )  
渡会聡美 他, S C C アロマの特徴を強化したコーヒー香料の紹介, F F I ジャーナル. 2008,  
Vol.213, No.2,

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)  
A 2 3 F 5 / 0 0 - 5 / 5 0  
J S T P l u s / J S T 7 5 8 0 ( J D r e a m I I )  
G - S e a r c h