

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2006 年 6 月 22 日 (22.06.2006)

PCT

(10) 国際公開番号  
**WO 2006/064755 A1**

(51) 国際特許分類:  
A23L 1/22 (2006.01) A23L 1/221 (2006.01)  
A23F 5/24 (2006.01) A23L 2/00 (2006.01)  
A23F 5/46 (2006.01) A23L 2/38 (2006.01)

(74) 代理人: 北村修一郎 (KITAMURA, Shuichiro); 〒  
5300005 大阪府大阪市北区中之島二丁目 3 番 1 8 号  
Osaka (JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP2005/022757

(22) 国際出願日: 2005 年 12 月 12 日 (12.12.2005)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:  
特願 2004-360594  
2004 年 12 月 13 日 (13.12.2004) JP

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が  
可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR,  
BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,  
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU,  
ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK,  
LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW,  
MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO,  
RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR,  
TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可  
能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD,  
SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY,  
KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG,  
CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE,  
IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR),  
OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML,  
MR, NE, SN, TD, TG).

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): サン  
トリー株式会社 (SUNTORY LIMITED) [JP/JP]; 〒  
5308203 大阪府大阪市北区堂島浜二丁目 1 番 4 0 号  
Osaka (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 有田哲也 (ARITA,  
Tetsuya) [JP/JP]; 〒5202141 滋賀県大津市大江 4 丁目  
3 4 - 3 3 Shiga (JP). 横尾芳明 (YOKOO, Yoshiaki)  
[JP/JP]; 〒1830014 東京都府中市是政 1 - 4 9 - 1 -  
2 0 5 Tokyo (JP).

添付公開書類:  
— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される  
各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語  
のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: METHOD OF STORING FRAGRANT COMPONENT

(54) 発明の名称: 香気成分の保存方法

(57) Abstract: A method of storing a liquid containing a fragrant component derived from food material, wherein a pH adjusting agent is added to the liquid to thereby attain storing of the fragrant component.

(57) 要約: 食品素材由来の香気成分を含む液体を保存する方法であって、前記液体に pH 調整剤を添加する香気成分の保存方法。



WO 2006/064755 A1

## 明 細 書

### 香気成分の保存方法

### 技術分野

[0001] 本発明は、食品素材由来の香気成分を含む液体を保存する方法に関する。

### 背景技術

[0002] 食品香料(フレーバー)は、飲食品などに使用してその香味を強調する、あるいは香味にバリエーションを設けるなどして、主にその飲食品の嗜好性を高めるために使用する。食品香料としては、天然香料、合成香料及びそれらを組み合わせた調合香料などがある。最近では消費者の飲食品に対する本物志向に伴い、使用される食品香料は天然香料、もしくは天然香料に近いものが望まれる傾向にある。

[0003] しかし、一般的に、天然香料には多様な天然香気成分(以下、香気成分という)が混在しており、そのような香気成分の中には、水溶液中での保存安定性が非常に低いものもある。例えば、焙煎した食品素材(焙煎コーヒー豆、ハト麦、大麦、玄米、ゴマなど)から得られる天然香料は、化学的に不安定な含窒素化合物や含硫化合物等からなる香気成分を多量に含んでおり、水溶液中での保存安定性が低い。

従来、水溶液中の香気成分の保存安定性を高めるため、種々の安定剤(添加剤)が使用されている。例えば、一般的な安定剤(添加剤)として使用されているプロピレングリコールやエタノール等の有機溶媒、トレハロースやビタミンC(特許文献1参照)、あるいはクマリン誘導体(特許文献2参照)などが挙げられる。

[0004] また、香気成分の保存安定性を高めるための別の方法としては、香気成分を含む溶液を冷蔵保存あるいは冷凍保存することも行われる。

特許文献1:特開2001-292721号公報

特許文献2:特開2001-136931号公報

### 発明の開示

### 発明が解決しようとする課題

[0005] 上述した安定剤を、香気成分を含む溶液に添加することにより、当該香気成分が有する独特の香味に悪影響を及ぼす虞があり、本物志向の強い現代の消費者におい

ては好まれない傾向にある。

- [0006] そこで、香気成分を含む溶液に安定剤を添加せず、そのまま冷蔵保存あるいは冷凍保存する方法が考えられる。

冷蔵保存方法の場合、室温で保存する場合に比べて多少その保存安定性が向上するが、不安定な香気成分は十分な保存安定性は得られない虞がある。

- [0007] 一方、冷蔵保存より保存温度が低い冷凍保存方法の場合、香気成分を液体として回収し、回収した液体を袋などの容器に収容した後、密封(以下、密封体と称する)して冷凍する。これにより、かなり低い温度で保存でき、十分な保存安定性が得られる。

しかしながら、香気成分を焙煎食品素材から回収する場合、焙煎時にその表面に付着した二酸化炭素を香気成分と一緒に回収してしまう虞がある。二酸化炭素と香気成分とを含む液体を冷凍すると、液体が固化するに従い、液中に含まれる二酸化炭素が析出し、密封体の体積が膨張する。密封体の体積が膨張すると、それだけ広い保管スペースを確保する必要があり、輸送トラックなどに積載できる密封体の数が制限されて輸送効率が悪化する。そのため、保管場所や輸送の面でコスト高になる。

- [0008] 本発明は、上記実情に鑑みてなされたものであって、特別な安定剤を添加しなくとも、化学的に不安定な香気成分の保存安定性を向上させ、且つ、焙煎食品素材から回収された香気成分を含む密封体に対して、その保管や輸送の面においてコストダウンを図れる香気成分の保存方法を提供するものである。

#### 課題を解決するための手段

- [0009] 本発明の第1特徴構成は、食品素材由来の香気成分を含む液体を保存する方法であって、前記液体にpH調整剤を添加した点にある。

本構成によれば、特別な安定剤を使用しなくとも、香気成分の保存安定性を向上させることができる。

食品素材に由来する天然の香気成分は多種多様であり、水溶液中での安定性もそれぞれ異なる。例えば、塩基性化合物は、比較的低いpH値の水溶液中で安定に存在するが、酸性化合物は、比較的高いpH値の水溶液中で安定に存在する。従って、天然の香気成分の安定性は、その水溶液中のpH値にある程度依存する。その

ため、天然の香気成分を含む液体のpH値を調整すれば、特別な安定剤を使用しなくとも香気成分の保存安定性を向上させることができる。

尚、pH値の変更が、香気成分の香味や香り立ちの程度に影響を及ぼす場合があるが、容器入り飲料では、飲料のpH値を調整する必要があり、デメリットとはなり難い。

[0010] 本発明の第2特徴構成は、pH調整剤を添加した前記液体を非加熱のまま保存した点にある。

本構成によれば、香気成分を飛散させずに保存することができる。

[0011] 本発明の第3特徴構成は、前記液体に前記pH調整剤を添加してそのpHを6～10にした点にある。

本構成によれば、例えば、前記液体のpHを中性(pH7)付近に調整できるので、酸性側又はアルカリ性側において不安定な性質を有する香気成分を化学的に安定化させることができる。さらに、pH値が約6～10付近の液体においては、液体中に存在する二酸化炭素ガスのイオン化が促進されるので、凍結保存の際、密封体体積の膨張を防止できる。

[0012] 本発明の第4特徴構成は、pH調整剤を添加した前記液体を冷凍保存した点にある。

本構成によれば、香気成分の経時的劣化を遅延させることができ、保存安定性をさらに向上させることができる。更に、液体中に含まれる香気成分によっては、凍結時の香気成分の析出を抑制する効果も期待できる。

尚、pH値の変更が香気成分の香味や香り立ちの程度に影響を及ぼす場合があるが、解凍して使用する際、必要に応じて適切な酸やアルカリを加える等してpH値を元に戻すことができる。そのため、香気成分の香味や香り立ちに特に悪影響を及ぼすこともない。

[0013] 本発明の第5特徴構成は、前記pH調整剤をアルカリ性物質とした点にある。

本構成によれば、例えば、香気成分を含む液体が酸性を示す場合、アルカリ性物質のpH調整剤を添加することで、そのpH値を中性付近に調整することができる。そのため、酸性側において不安定な性質を有する香気成分を化学的に安定させること

ができる。

- [0014] 本発明の第6特徴構成は、前記アルカリ性物質が、水酸化ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、水酸化カリウム、リン酸三ナトリウムからなる群から少なくとも一つを選択した点にある。

本構成によれば、これらの試薬は、一般に市販されており、入手が容易である。

- [0015] 本発明の第7特徴構成は、前記食品素材を焙煎食品素材とした点にある。

本構成によれば、焙煎食品素材から回収した香気成分を化学的に安定化させることができると共に、二酸化炭素と前記香気成分とを含む液体を密封した密封体を冷凍した時、前記密封体の体積膨張を抑えることができる。

つまり、香気成分を焙煎食品素材から回収する場合、焙煎時にその表面に付着した二酸化炭素を香気成分と一緒に回収してしまう虞がある。二酸化炭素が香気成分を含む液体(回収液)中に溶解込み、その炭酸の作用によって回収液は酸性を示す。従って、pH調整剤(アルカリ性物質)を用いて回収液のpHを調整すれば、そのpH値を中性付近に調整することも可能であり、特に酸性側において不安定な性質を有する香気成分を化学的に安定化させることが可能となる。

- [0016] また、例えば、二酸化炭素と香気成分とを含む液体を冷凍すると、液体が固化するに従い、液中に含まれる二酸化炭素が析出し、そのような液体を袋などに入れて密封した密封体の体積が膨張する虞がある。しかしながら、前記液体にアルカリ性物質を添加して、前記液体のpH値を調整(高く)すると、二酸化炭素ガス( $\text{CO}_2$ )のイオン化( $\text{HCO}_3^-$ 、又は $\text{CO}_3^{2-}$ )を促して、凍結時の二酸化炭素ガスの析出を防止できる。その結果、密封体の体積の膨張が抑えられ、密封体の保管や輸送の面においてコストダウンを図れる。

- [0017] 本発明の第8特徴構成は、前記焙煎食品素材を、コーヒー豆、茶、ハト麦、大麦、玄米、ゴマからなる群より選択した点にある。

本構成によれば、これらの食品素材は、食生活に広く関わる食材であり、容易に(安価で)入手することが可能であり、工業的な原料としても適した食材である。

- [0018] 本発明の第9特徴構成は、前記冷凍保存の温度を $-50^{\circ}\text{C}$ ～ $-10^{\circ}\text{C}$ とした点にある。

本構成によれば、極端な低温環境で保存する必要性がなく、密封体の出し入れや保管管理も人為的な作業とすることができる。また、この温度範囲であれば、原料の安定供給の観点から、飲料の生産に支障を来たさない十分な原料保存期間である1.5ヶ月あるいは半年間程度の安定性を確保することができる。

- [0019] 本発明の第10特徴構成は、前記pH調整剤を添加した前記液体を、容器入り飲料に添加可能とした点にある。

本構成によれば、消費者の嗜好に適うような食品素材(焙煎食品素材)由来の香気成分を含む容器入り飲料(例えば、缶コーヒーなど)を製造することができる。

- [0020] 本発明の第11特徴構成は、第1特徴構成～第10特徴構成のいずれか一項に記載される香気成分の冷凍保存方法により保存された香気成分を添加して製造する容器入り飲料の製造方法とした点にある。

本構成によれば、消費者の嗜好に適うような食品素材(焙煎食品素材)由来の香気成分を含む容器入り飲料(例えば、缶コーヒーなど)を、工業的に生産して提供することができる。

- [0021] 本発明の第12特徴構成は、第11特徴構成に記載の製造方法により製造された容器入り飲料とした点にある。

本構成によれば、従来の容器入り飲料では再現することが困難であった天然の香気(アロマ)が再現された嗜好性の高い容器入り飲料となる。

- [0022] 本発明の第13特徴構成は、前記容器入り飲料をコーヒー飲料とした点にある。

本構成によれば、従来の缶コーヒー等では再現することが困難であった、焙煎したコーヒー豆本来の香りが再現されたより嗜好性の高いコーヒー飲料となる。

#### 発明を実施するための最良の形態

- [0023] 天然の食品素材から天然の香気成分を取得する方法について説明する。

本発明において、天然の食品素材としては、例えばコーヒー、茶、ハト麦、玄米、ゴマ等の焙煎食品素材が好適に例示される。

- [0024] 上記の天然の食品素材は、そのまま用いることもできるが、通常、食品製造などで使用される装置を用いて切断・粉碎・磨砕などの前処理を施した後、香気回収手段に供することにより、香気成分の留出が一層促進され効果的である。当該香気回収

手段は特に制限されるものではなく、例えば、水蒸気蒸留法、気-液向流接触抽出法といった公知の方法で使用される手段であればよい。

- [0025] 水蒸気蒸留法は、原料に水蒸気を通気し、水蒸気に伴われて留出してくる香気成分を水蒸気とともに凝縮させる方法である。原料の食品素材の種類等に応じて、加圧水蒸気蒸留・常圧水蒸気蒸留・減圧水蒸気蒸留のいずれかの蒸留手法を採用できる。

具体的には、例えば、上述の焙煎食品素材を仕込んだ水蒸気蒸留釜の底部から水蒸気を吹き込み、上部の留出側に接続した冷却器で留出蒸気を冷却する。これにより、凝縮物として揮発性香気成分を含有する留出液が捕集される。必要に応じて、香気成分の捕集装置の先に、冷媒を用いたコールドトラップを接続すると、より低沸点の揮発性香気成分を確実に捕集できる。

- [0026] 気-液向流接触抽出法はそれ自体既知の各種の方法で実施することができる。例えば、特公昭61-274705号公報に記載の装置を用いて抽出する方法を採用することができる。この装置を用いて香気成分を回収する手段を具体的に説明する。

まず、回転円錐と固定円錐が交互に組み合わせられた構造を有する気-液向流接触抽出装置の回転円錐上に、液状またはペースト状の天然食品材料を上部から流下させる。そして、下部から蒸気を上昇させると、天然食品素材に本来的に存在している香気成分を回収することができる。この気-液向流接触抽出装置の操作条件は、該装置の処理能力・天然食品素材の種類および濃度・香気の強度等によって任意に選択できる。具体例を以下に示す。

- [0027] 原料供給速度:300~700L/Hr

蒸気流量:5~50Kg/Hr

蒸発量:3~35Kg/Hr

カラム底部温度:40~100℃

カラム上部温度:40~100℃

真空度:大気圧~-100Kpa

- [0028] 必要に応じて、この装置の先に、冷媒を用いたコールドトラップを接続すると、より低沸点の揮発性香気成分を確実に捕集できる。

[0029] 本発明は、天然食品素材から、前記香気回収手段により得られる天然の香気成分を含む(場合によっては二酸化炭素を含有する)水溶液の保存方法に関する。

[0030] 香気成分を含む水溶液に配合するpH調整剤の種類は特に限定されるものではなく、原料に用いた天然食品素材の種類等に応じて変えることができる。香気成分を含む水溶液は酸性であることが多いことから、pH調整剤はアルカリ性物質であることが望ましく、例えば、水酸化ナトリウム・炭酸水素ナトリウム・水酸化カリウム・リン酸三ナトリウムなどが例示される。

pH調整剤の添加量はpH値を目安とする。pH値は、6～10、好ましくは7～9である。

[0031] 香気成分を含むpH調整された水溶液は、バグインボックスや、アルミ袋など密封性のある容器内で保存する。

その際、充填前に加熱殺菌すると微生物の繁殖を抑制するには好ましいが、一方で、香気成分や二酸化炭素の飛散に繋がる。従って、香気成分を含む水溶液の加熱殺菌などの加熱操作の要否は、適宜判断すれば良い。

尚、加熱操作により二酸化炭素の低減した香気成分を含む水溶液については、凍結時の体積膨張の程度が軽減されることから、本発明は、非加熱の場合により好適に適用することが出来る。

[0032] 保存温度は、保存期間などから適宜設定すればよいが、 $-50\sim-10^{\circ}\text{C}$ 程度が望ましい。本発明の技術を当該温度で行うことで、原料の安定供給の観点から飲料の生産に支障を及ぼさない十分な原料保存期間である、1.5ヶ月あるいは半年間程度の安定性を確保できる。

[0033] また、コーヒーなど焙煎した食品素材を原料とした場合、香気成分を含む水溶液には二酸化炭素が多く含まれる。それを密封容器にて凍結した場合には、二酸化炭素の水への溶解度と氷への溶解度の違いから、飽和となった二酸化炭素が析出して密封容器の体積が増大する。本発明に従って、凍結前にpHを6～10、好ましくは7～9に調整することで、析出する二酸化炭素量は低減し、密封容器の体積の膨張を抑えることができる。

[0034] 上述のように冷凍保存された香気成分は、飲料の原料に用いられる前に解凍して、

通常の容器入り飲料に添加することができる。これにより、天然の風味豊かな飲料を提供することができる。

[0035] [その他の実施形態]

本発明の香気成分の保存方法は、エタノール・プロピレングリコール・トレハロース・ビタミンC・クマリン誘導体といった安定剤を加えることにより、香気成分の安定性を高める従来の方法と組合わせて実施することも可能である。

実施例

[0036] 以下に実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれに限定されるものでない。

[0037] (実施例1)

10kgの焙煎コーヒー豆および純水を1:9で混ぜながら、粒径1mm程度まで粉碎した。この液を、気-液向流接触抽出装置の一種であるフレーバーテック社のSCC (Spining Corn Column)を用い以下の条件で運転し、揮発成分を水蒸気と共に回収した。得られた揮発成分は直ちに20℃以下に冷却し、香気成分を含む水溶液を5リットル得た。

[0038] 原料供給速度:350L/Hr

蒸気流量:17.5Kg/Hr

蒸発量:17.5Kg/Hr

カラム底部温度:98℃

カラム上部温度:98℃

真空度:大気圧

[0039] 発明品(1):得られた香気成分を含む水溶液に、水酸化ナトリウム(関東化学(株)製)をpH調整剤として用い、pH値を7.2とし、-80℃、-20℃1.5ヶ月冷凍保存した。

[0040] 発明品(2):得られた香気成分を含む水溶液に、炭酸水素ナトリウム(関東化学(株)製)をpH調整剤として用い、pH値を7.2とし、-80℃、-20℃で1.5ヶ月冷凍保存した。

[0041] 対象品(1):得られた香気成分を含む水溶液を冷凍し、-80℃、-20℃で1.5ヶ月

月冷凍保存した。

[0042] <評価1:官能評価>

官能評価は、訓練されたパネラー5名によって、香気成分の香立ちを以下の5段階により評価した。香立ちを非常に感じる:5点、香立ちを感じる:4点、香立ちをやや感じる:3点、香立ちをあまり感じない:2点、香立ちを全く感じない:1点とし、平均点を算出した。官能試験時の試料の温度は、20℃とした。

保存開始時および保存後に常温で解凍した試料について官能評価を行った。結果を表1に示す。

[0043] [表1]

| 官能評価結果 |           |          |       |              |              |
|--------|-----------|----------|-------|--------------|--------------|
|        | pH調整剤     | pH (保存前) | 保存開始時 | -80℃ / 1.5ヶ月 | -20℃ / 1.5ヶ月 |
| 発明品1   | 水酸化ナトリウム  | 7.2      | 5点    | 5点           | 4.4点         |
| 発明品2   | 炭酸水素ナトリウム | 7.2      | 5点    | 5点           | 4.2点         |
| 対象品1   | なし        | 4.5      | 5点    | 5点           | 3.9点         |

[0044] 表1の結果から、長期冷凍保管した際に、-20℃保存においては、pH調整による安定性改善効果が認められた。

[0045] <評価2:成分分析>

官能評価結果で差が認められた発明品1と対象品1について、-20℃で保存した試料を用いて、成分分析を行った。すなわち、コーヒーの香り成分(低沸点の揮発成分)の一種である、2メチルプロパナール・2メチルブタナール・3メチルブタナールの濃度を測定した。

[0046] 上記のサンプル10mlを20mlのガラス容器に入れ密栓し、ヘッドスペースサンプラー(Agilent社製)による試料導入、及び、ガスクロマトグラフィー(Agilent社製)を用いて分析を行った。ガスクロマトグラフィーの運転条件を以下に示す。

[0047] ヘッドスペースサンプラー(Agilent社製 HP7694)

サンプルループ:1ml

オープン条件60℃15分

ガスクロマトグラフィー(Agilent社製 HP6890)

カラム:DB-Wax(長さ60m、内径0.32mm、膜厚0.25 $\mu$ m:Agilent社製)

導入条件:注入口温度200℃、スプリット比7:1

検出器:FID(検出器温度250℃、水素30ml/分、空気400ml/分)

オープン温度:40℃5分保持し、2℃/分で昇温後、230℃20分保持

[0048] 結果を表2に示す。表2の結果から発明品1の方が対象品1よりも各成分の量が多い。即ち、長期冷凍保管した際に、通常の冷凍保存に比べてpHを調整したサンプルの方が、発明品1の方が対象品2よりも各成分の量が多く、保存中の劣化を防止しさせている事がわかる。

[0049] [表2]

|          | pH調整<br>剤    | 保存条件           | ピーク面積 (mV・秒)   |               |               |
|----------|--------------|----------------|----------------|---------------|---------------|
|          |              |                | 2メチルブ<br>ロパナール | 2メチルブ<br>タナール | 3メチルブ<br>タナール |
| 発明品<br>1 | 水酸化ナ<br>トリウム | -20℃/<br>1.5ヶ月 | 128            | 165           | 107           |
| 対象品<br>1 | なし           | -20℃/<br>1.5ヶ月 | 116            | 147           | 95            |

[0050] <評価3:色調の評価>

保存中の色の変化を評価した。

保存開始時および保存後の各試料について、外観変化(固形分の有無)および濁度の変化を評価した。

外観観察は、各試料400mLを500mLビーカーに入れ、目視で析出物の有無を確認することにより評価を行った。また、濁度の変化は吸光度計を用いて評価した。吸光度計は、島津製作所(株)島津紫外可視分光光度計UV-160Aを用い、セル長1cmのガラスセルを用いて440nmの吸光度を測定した。保存開始時の値と保存後の試料の値の差を計算し、濁度の変化の指標とした。結果を表3および表4に示す。

[0051] [表3]

## 外観観察

|          | 保存開始時 | − 8 0 ℃ / 1 . 5<br>ヶ月 | − 2 0 ℃ / 1 . 5<br>ヶ月 |
|----------|-------|-----------------------|-----------------------|
| 発明品<br>1 | ○     | ○                     | ○                     |
| 発明品<br>2 | ○     | ○                     | ○                     |
| 対象品<br>1 | ○     | ○                     | ×                     |

○ : 析出物なし

× : 析出物有り

[0052] [表4]

## 色差の評価結果

|          | 保存開始時試料と− 8 0 ℃<br>/ 1 . 5 ヶ月保存後試料と<br>の吸光度差 | 保存開始時試料と− 2 0 ℃<br>/ 1 . 5 ヶ月保存後試料と<br>の吸光度差 |
|----------|----------------------------------------------|----------------------------------------------|
| 発明品<br>1 | 0 . 0 0 1                                    | 0 . 0 0 4                                    |
| 発明品<br>2 | 0 . 0 0 2                                    | 0 . 0 0 8                                    |
| 対象品<br>1 | 0 . 0 0 1                                    | 0 . 0 1 7                                    |

[0053] これらの結果から、− 20℃保存においては、pH調整することにより、香気成分の安定性改善効果が認められた。

以上より、本発明の技術は、香気成分を含む水溶液の冷凍保存時の安定性を改善することが示された。

[0054] (実施例2)

冷凍時の体積の変化に対する、pH調整の影響を評価した。

発明品(3):実施例1で得られた香気成分を含む水溶液に、水酸化ナトリウム(関東化学(株)製)をpH調整剤として用い、pHを7.2に調整し、密閉性のある200Lバグインボックスに、72L充填し− 20℃で冷凍した。

対象品(2):実施例1で得られた香気成分を含む水溶液を、そのまま密閉性を有するバグインボックスに72L充填し、− 20℃で冷凍した。凍結後のバグインボックスの体積の測定は、目盛り付きのドラム缶に押し込めることによって測定した。

結果を表5に示す。pHを調整する事で、バグインボックスの体積の膨張が抑制されることが判った。これにより、香気成分を含む水溶液を凍結した際のハンドリングに優れている事が分かる。

[0055] [表5]

|          | 体積 ( L ) |           |
|----------|----------|-----------|
|          | 冷凍前      | 冷凍後       |
| 発明品<br>3 | 7 2 . 0  | 1 0 2 . 7 |
| 対象品<br>2 | 7 2 . 0  | 1 4 0 . 3 |

[0056] (実施例3)

各種pH値に調整した水溶液の冷凍時の膨張率を測定した。pH調整剤として、炭酸水素ナトリウムまたは水酸化ナトリウムをそれぞれ用いた。実施例1で得られた香気成分を含む液体をpH4.5～7.2に調整し、その100mLを円筒形のプラスチック容器に入れ、-20℃で冷凍した。凍結後の体積は、適量の水を張ったメスシリンダー中に氷塊を投入する方法で測定した。凍結前後における体積から液体の膨張率を算出した。結果を表6に示す。

[0057] [表6]

| p H   | 凍結時の液体の膨張率             |         |
|-------|------------------------|---------|
|       | N a H C O <sub>3</sub> | N a O H |
| 4 . 5 | 1 . 3 3                | 1 . 3 3 |
| 6 . 0 | 1 . 3 0                | 1 . 2 5 |
| 6 . 6 | 1 . 2 7                | 1 . 2 1 |
| 7 . 0 | 1 . 2 4                | 1 . 1 3 |
| 7 . 2 | 1 . 2 0                | 1 . 1 2 |

[0058] pH値が4.5の場合、膨張率は1.33と高かった。これは冷凍時に溶存している二酸化炭素が気相中に析出し、液体内に大きな空隙を作りつつ固化するためと考えられた。実際、氷を観察した結果、低pH値の試料で多くの空隙が認められた。

[0059] pH値が4.5の場合に比較して、pH値が6.0～7.2の範囲で、凍結時の体積膨張率は抑制された。特に、中性付近(pH6.6～7.2)でその効果は顕著であった。特に、pH調整剤として水酸化ナトリウムを用いた場合、純水の膨張率(約1.1)に遜色の無い程度まで膨張率を抑えることができた。

[0060] 従って、pHを調整することで、二酸化炭素の発生量の低減効果のほか、液体の凍結時の体積の膨張の抑制にも寄与することがわかった。

[0061] (実施例4)

各種のpH調整剤で調整した水溶液について、冷凍時の液体の膨張率を測定する

ことで、体積膨張の軽減効果を検討した。

pH調整剤として、水酸化カリウム(ナカライテスク社)またはリン酸三ナトリウム(ナカライテスク社)を用いた。実施例1で得られた香気成分を含む液体について、上述のpH調整剤を用いてpH値を6.5～9.8に調整した。その80mLを100mlの三角フラスコに入れ、三角フラスコの口をパラフィルムで覆い、-20℃で冷凍した。コントロールとしてpH調整剤を添加しないものを同様に調整した。

凍結後の固体の体積は、事前に正確に目盛りを記入した三角フラスコの目盛りから読み取った。凍結前後の体積から凍結時の液体の膨張率を算出した。その結果を表7に示す。

[0062] [表7]

|            | コントロール | 水酸化カリウム |      |      | リン酸三ナトリウム |      |      |
|------------|--------|---------|------|------|-----------|------|------|
| pH         | 4.5    | 6.5     | 7.2  | 9.8  | 6.5       | 7.1  | 9.4  |
| 凍結時の液体の膨張率 | 1.25   | 1.13    | 1.09 | 1.09 | 1.11      | 1.07 | 1.04 |

[0063] 冷凍時の液体の膨張率の低減は、水酸化カリウムやリン酸三ナトリウムでpH値を調整することで効果が認められた。実施例3の結果を合わせて考慮すると、pH調整剤の種類によらず、本発明の技術は有効であることが確認された。

[0064] (実施例5)

実施例2の発明品3を用いて、容器入りコーヒー飲料を製造した。実施例2の発明品3を-10℃で2ヶ月間、又は-50℃で6ヶ月間保管した。それらを室温で溶解したところ、いずれも容積は保存開始時とほぼ同等に減容した。バグインボックスを開封し、香気成分を含む水溶液を各72Lずつ得た。

一方、常法の缶入り入りコーヒー飲料の製造において、加熱滅菌前に、当該香気成分を含む水溶液をそれぞれ添加し、加熱滅菌後に密封し、2種類の缶入りコーヒー飲料を製造した。得られたコーヒー飲料を試飲した結果、いずれもコーヒー豆本来の香りを有する優れた飲料であった。

[0065] (実施例6)

本発明の香気成分を用いて、コーヒー飲料を調製した。

50kgの焙煎コーヒー豆(ブラジル、コロンビアおよびグアテマラを混合した)および純水を1:9で混ぜながら粒径1mm程度まで粉碎した。この液を気-液向流接触抽出装置の一種であるフレーバーテック社のSCC (Spining Corn Column、M1, 000型)を用いて以下の条件で運転し、揮発成分と抽出液を分取した。

[0066] 原料供給速度:350L/Hr

蒸気流量:17.5Kg/Hr

蒸発量:17.5Kg/Hr

カラム底部温度:100℃

カラム上部温度:100℃

真空度:大気圧

[0067] このうち揮発成分については、水蒸気と共に回収した。得られた揮発成分は直ちに20℃以下に冷却し、香気成分を含む水溶液(香り抽出物ブリックス0.2)を25リットル得た。これにpH調整剤として水酸化ナトリウムを用いて、pH6.5に調整し、バグインボックスにて-10℃で保存した。2ヶ月保存後、室温で溶解したところ、香気成分を含む水溶液は澄明であった。

[0068] 当該香気成分を含む水溶液を用いて、コーヒー飲料を調製した。別途、前述の操作と同様にSCCを用いて得られた抽出液(ブリックス値3.4)について、余剰固形分を除去するため遠心分離機による処理を行い、さらに減圧薄膜式の濃縮機にてブリックス値29.9まで濃縮し、濃縮コーヒー液を得た。

[0069] 当該濃縮コーヒー液を、クロスフロー濾過の一種である振動式クロスフロー濾過機(日本ポール社、商品名ポールセップ;型式PS-10、膜細孔径0.45 $\mu$ m、膜面積0.9 $\text{m}^2$ 、濾過流量13.3L/ $\text{m}^2$ /hr、濾過温度50℃)に供し、濾過された濃縮コーヒー液(高度清澄化コーヒー抽出液)を得た。更に濃度を調整することを目的として加水希釈して、ブリックス20の高度清澄化コーヒー抽出液を得た。

[0070] 更に、別途、通常濃度のコーヒー抽出液を常法に従ってによって得た。すなわち、コーヒー焙煎豆(ブラジル、コロンビアおよびグアテマラを混合した)を中挽きにした粉碎品410kgを95℃の湯で抽出して、約3000Lのコーヒー抽出液(通常濃度コーヒー抽出液:ブリックス3.5)を得た。

[0071] 上述の高度清澄化コーヒー抽出液480kgに、6倍量のコーヒー抽出液(通常濃度コーヒー抽出液)を添加混合した。更に、クリーム、砂糖、乳化剤、炭酸水素ナトリウムを適量添加するとともに、上述の高度清澄化コーヒー抽出液を約2.5重量%添加した。混合後、70℃に昇温してホモジナイザーにより20MPaで均質化をおこなった。これを190g容量の缶に充填して、125℃、20分間殺菌し、コーヒー飲料を調製した。本コーヒー飲料について、官能を評価したところ、コーヒーの香りが良好であって、且つ、コーヒー感が強く、雑味のないクリアなものであった。

#### 産業上の利用可能性

[0072] 本発明は、食品素材由来の天然の香気成分を含む液体を保存する方法に利用できる。

## 請求の範囲

- [1] 食品素材由来の香気成分を含む液体を保存する方法であって、  
前記液体にpH調整剤を添加する香気成分の保存方法。
- [2] pH調整剤を添加した前記液体を非加熱のまま保存する請求項1に記載の香気成分の保存方法。
- [3] 前記液体に前記pH調整剤を添加してそのpHを6～10にする請求項1～2のいずれか1項に記載の香気成分の保存方法。
- [4] pH調整剤を添加した前記液体を冷凍保存する請求項1～3のいずれか1項に記載の香気成分の保存方法。
- [5] 前記pH調整剤がアルカリ性物質である請求項1～4のいずれか1項に記載の香気成分の保存方法。
- [6] 前記アルカリ性物質が、水酸化ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、水酸化カリウム、リン酸三ナトリウムからなる群から少なくとも一つを選択される請求項5に記載の香気成分の保存方法。
- [7] 前記食品素材が焙煎食品素材である請求項1～6のいずれか1項に記載の香気成分の保存方法。
- [8] 前記焙煎食品素材が、コーヒー豆、茶、ハト麦、大麦、玄米、ゴマからなる群より選択される請求項7に記載の香気成分の保存方法。
- [9] 前記冷凍保存の温度が－50℃～－10℃である請求項4に記載の香気成分の保存方法。
- [10] 前記pH調整剤を添加した前記液体が、容器入り飲料に添加可能である請求項1～9のいずれか1項に記載の香気成分の保存方法。
- [11] 請求項1～10のいずれか1項に記載される香気成分の保存方法により保存された香気成分を添加して製造する容器入り飲料の製造方法。
- [12] 請求項11に記載の製造方法により製造された容器入り飲料。
- [13] 前記容器入り飲料がコーヒー飲料である請求項12に記載の容器入り飲料。

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/022757

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

**A23L1/22** (2006.01), **A23F5/24** (2006.01), **A23F5/46** (2006.01), **A23L1/221** (2006.01), **A23L2/00** (2006.01), **A23L2/38** (2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

**A23L1/22** (2006.01), **A23F5/24** (2006.01), **A23F5/46** (2006.01), **A23L1/221** (2006.01), **A23L2/00** (2006.01), **A23L2/38** (2006.01)

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  
JSTPlus (JOIS), WPI (DIALOG)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages      | Relevant to claim No.   |
|-----------|-----------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|
| X         | JP 2001-292721 A (HASEGAWA CO., LTD.),<br>23 October, 2001 (23.10.01)<br>(Family: none) | 1-13                    |
| X/A       | JP 59-109133 A (HASEGAWA CO., LTD.),<br>23 June, 1984 (23.06.84)<br>& JP 1-47984 B      | 1-2, 4, 7-13/<br>3, 5-6 |

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* 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  
06 January, 2006 (06.01.06)

Date of mailing of the international search report  
17 January, 2006 (17.01.06)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. A23L1/22(2006.01), A23F5/24(2006.01), A23F5/46(2006.01), A23L1/221(2006.01), A23L2/00(2006.01), A23L2/38(2006.01)

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. A23L1/22(2006.01), A23F5/24(2006.01), A23F5/46(2006.01), A23L1/221(2006.01), A23L2/00(2006.01), A23L2/38(2006.01)

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

JSTPlus(JOIS), WPI(DIALOG)

## C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の<br>カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示                              | 関連する<br>請求の範囲の番号        |
|-----------------|----------------------------------------------------------------|-------------------------|
| X               | JP 2001-292721 A (HASEGAWA CO LTD) 2001.10.23,<br>(ファミリーなし)    | 1-13                    |
| X/A             | JP 59-109133 A (HASEGAWA CO LTD) 1984.06.23,<br>& JP 1-47984 B | 1-2, 4, 7-13<br>/3, 5-6 |

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

06.01.2006

国際調査報告の発送日

17.01.2006

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

飯室 里美

4 B

2936

電話番号 03-3581-1101 内線 3448