

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6858516号
(P6858516)

(45) 発行日 令和3年4月14日(2021.4.14)

(24) 登録日 令和3年3月26日(2021.3.26)

(51) Int.CI.

A23F 5/28 (2006.01)

F 1

A 2 3 F 5/28

請求項の数 7 (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2016-176847 (P2016-176847)
 (22) 出願日 平成28年9月9日 (2016.9.9)
 (65) 公開番号 特開2018-38367 (P2018-38367A)
 (43) 公開日 平成30年3月15日 (2018.3.15)
 審査請求日 令和1年7月17日 (2019.7.17)

(73) 特許権者 000000033
 旭化成株式会社
 東京都千代田区有楽町一丁目1番2号
 (74) 代理人 100099759
 弁理士 青木 篤
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敏
 (74) 代理人 100087413
 弁理士 古賀 哲次
 (74) 代理人 100108903
 弁理士 中村 和広
 (74) 代理人 100122404
 弁理士 勝又 秀夫
 (74) 代理人 100135895
 弁理士 三間 俊介

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】液状食品の濃縮方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

正浸透プロセスによって濃縮を行う、液状食品の濃縮方法であって、
 前記液状食品がコーヒー抽出液であり、
 前記正浸透プロセスにおける透水量を、 $0.1 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ 以上 $20 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ 以下の範囲に制御する、
 液状食品の濃縮方法。

【請求項 2】

前記透水量を、 $0.5 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ 以上 $10 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ 以下の範囲に制御する、請求項1に記載の濃縮方法。

10

【請求項 3】

前記正浸透プロセスが、中空糸膜状の支持膜と、前記支持膜の外表面もしくは内表面、
 またはこれらの双方の面上の分離活性層とを有する、中空糸状の正浸透膜を用いて行われるものであり、

前記支持膜が、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリアクリロニトリル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリアミド、ポリフッ化ビニリデン、および酢酸セルロースから選ばれる少なくとも1種を主成分とし、

前記分離活性層が、ポリアミドからなる、
 請求項1または2に記載の濃縮方法。

【請求項 4】

20

前記正浸透プロセスを、前記中空糸状の正浸透膜がモジュール化された中空糸膜モジュールを用いて行う、請求項3に記載の濃縮方法。

【請求項5】

前記正浸透プロセスが、支持層と、前記支持層上の分離活性層とを有する、平膜状の正浸透膜を用いて行われるものであり、

前記支持層が、不織布からなり、

前記分離活性層が、支持膜とポリアミドとからなり、

前記支持膜が、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリアクリロニトリル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリアミド、ポリフッ化ビニリデン、および酢酸セルロースから選ばれる少なくとも1種を主成分とする、

請求項1または2に記載の濃縮方法。

【請求項6】

前記正浸透プロセスを、前記平膜状の正浸透膜がモジュール化されたプリーツ型モジュールまたはスパイラル型モジュールを用いて行う、請求項5に記載の濃縮方法。

【請求項7】

正浸透プロセスに用いられる誘導溶液が、塩類、糖類、モノアルコール類、グリコール類、または重合体から選ばれる誘導溶質の水溶液である、請求項1～6のいずれか一項に記載の濃縮方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、液状食品、特にコーヒー液の濃縮方法に関する。詳しくは、例えばコーヒー抽出液から濃縮コーヒーを製造する過程において、香気成分の損失を最小限にし、香気量の多い濃縮コーヒーを製造する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

一般に、香味（香気および／または味）成分を有する食品は、その成分を適度に含有することが重要である。消費者は、製品の味とともに、香気にも敏感であり、これを欠くと製品に対する感覚に悪影響を及ぼす。

香気成分の含有量は、特に液状食品の濃縮加工時に減少する可能性が大きい。各種ジュース、乳酸菌飲料などの乳製品、だし汁、コーヒーなどの分野において、濃縮加工時に香気成分を維持することは、重要な問題である。特にコーヒーの分野では、可溶性粉末コーヒーを調製する際に淹れたての香りを保つことは、最大の課題とされている。

【0003】

コーヒー抽出液の水分を単純に加熱蒸発させて濃縮すると、コーヒーの香気成分が蒸発して失われ、風味の低下した濃縮コーヒーしか得られない。

香気に優れる濃縮コーヒーを製造するために、散逸したコーヒーの香気成分を回収して濃縮したコーヒーと混合する方法、コーヒー豆粉碎物から直にコーヒー香気成分を取り出して濃縮したコーヒー抽出液と混合する方法などが検討されている。

【0004】

例えば、コーヒー豆粉碎物の水性スラリーをガスでストリッピングして香気成分を回収する方法が開示されている（特許文献1）。この方法では、ストリッピングされた香気成分を低温で凝縮し回収する。しかし、ストリッピング操作で香気成分を完全に取り出すことは難しく、凝縮工程でも完全回収は難しい。その結果、香気成分の回収率は不十分になる。それに加えて、ストリッピングガスの熱履歴で、香気成分が劣化するおそれがある。

また、コーヒー豆粉碎物を、加湿、加熱、および減圧して香気成分を取り出し、低温凝縮で回収する方法も開示されている（特許文献2）。この方法によつても、香気成分の取り出し、および凝縮による完全回収は難しい。熱による香気成分の劣化の懸念があることも、特許文献1と同様である。

【0005】

10

20

30

40

50

さらに、ろ過膜を使って香気成分を分離回収する方法も提案されている。特許文献3では、コーヒー抽出液を逆浸透膜によって濃縮する。しかしこの方法によると、除去した水分中に香気成分が含まれるため、濃縮除去液を減圧下で蒸発させて蒸散した香気成分を低温凝縮させて回収する工程を要する。この方法でも、蒸散した香気成分の凝縮による完全回収は難しい。コーヒー抽出液の逆浸透膜による濃縮では、コーヒーの固形成分が膜の目詰まりを起こし、十分な濃縮倍率が得られないという問題もある。

特許文献4には、逆浸透膜により得た濃縮除去液に、低圧の操作圧力の逆浸透膜処理を施すことにより、香気成分を逃さずに濃縮する方法が開示されている。しかしこの場合でも、最初の逆浸透膜による濃縮でコーヒーの固形成分が膜の目詰まりを起こし、十分な濃縮倍率が得られないという問題を有している。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献1】国際公開第99/52378号

【特許文献2】特開2011-217756号公報

【特許文献3】特開2003-319749号公報

【特許文献4】特開2003-204757号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

20

本発明の課題は、香気成分を有する液状食品、特にコーヒー抽出液から濃縮コーヒーを製造する過程において、香気成分の損失を最小限にし、香気量の多い濃縮コーヒーを製造する方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者らは、上記の問題点を解消するために鋭意検討を進め、本発明を完成させた。

本発明は以下のとおりである。

[1] 正浸透プロセスによって濃縮を行うことを特徴とする、液状食品の濃縮方法。

[2] 前記液状食品がコーヒー抽出液である、[1]に記載の濃縮方法。

[3] 前記正浸透プロセスにおける透水量を、 $0.1 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ 以上 $20 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ 以下の範囲に制御する、[1]または[2]に記載の濃縮方法。

30

[4] 前記透水量を、 $0.5 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ 以上 $10 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ 以下の範囲に制御する、[3]に記載の濃縮方法。

【発明の効果】

【0009】

本発明の方法によると、液状食品を濃縮する際の香気成分の損失を最小限にし、香気量に優れる液状食品濃縮物を製造することができる。

本発明の方法は、特にコーヒー抽出液の濃縮に適する。本発明の方法によってコーヒー抽出液の濃縮を行うと、淹れたてと変わらない香気量を有する濃縮コーヒーを製造することができる。

40

【図面の簡単な説明】

【0010】

【図1】本発明の濃縮方法に用いる中空糸膜モジュールの一例を示す断面図である。

【図2】本発明の濃縮方法に用いられる濃縮装置の一例の概念図である。

【発明を実施するための形態】

【0011】

以下、本発明の実施形態の一例について詳細に説明する。

本明細書における香味成分とは、消費者が味覚として感じる食品の味および香りを発現する成分のことをいい、特に香りを発現する成分を香気成分という。

本発明は、正浸透プロセスにより、液状食品、特にコーヒー抽出液を、香気成分の劣化

50

、飛散などによる損失を最小限に抑えながら、効率よく高倍率に濃縮することを可能にするものである。

【0012】

正浸透プロセスにおいては、処理液と誘導溶液とを、正浸透膜を介して接触させ、濃度が相対的に低い処理水から、濃度が相対的に高い誘導溶液に、両液の浸透圧差を駆動源として水が移動する。

従って、正浸透膜に印加される圧力は、送液のために必要な圧力のみでよい。そのため、処理水に浸透圧差以上の圧力を加える逆浸透による濃縮と比べて、濃縮に要するエネルギー（電力）を低減できることの他、高い圧力の印加に起因する膜の目詰まり（ファウリング）がほとんどなく、安定した透水量で長時間運転することが可能となる。

10

また、処理水を濃縮するために用いられる誘導溶液としては、海水など、自然界に存在する水も使用可能である。そのため、誘導溶液を準備するために要するエネルギーを低減できる。

さらに、正浸透プロセスを濃縮に用いることにより、濃縮工程における加熱が不要となるので、食品を加熱することによる香味成分の劣化がなく、香氣成分の損失が少ない濃縮が可能になる。

【0013】

本発明の、正浸透プロセスを用いる濃縮方法は、例えばコーヒー抽出液、ジュース類（例えば、オレンジジュース、トマトジュースなど）、乳製品（例えば、乳酸菌飲料、生乳など）、出汁（例えば、昆布出汁、鰹出汁など）などの濃縮に好適に用いられる。特に、コーヒー抽出液の濃縮に好適である。

20

【0014】

本発明における正浸透プロセスに使用される正浸透膜の形状としては、例えば、平膜、中空糸膜などが可能である。

【0015】

平膜状の正浸透膜は、例えば、支持層と、該支持層上の分離活性層とを有することができる。

平膜状の正浸透膜における支持層としては、不織布からなるものが一般的である。

不織布の素材としては、例えば、ポリエステル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリアミドなどが挙げられる。

30

【0016】

平膜状の正浸透膜における分離活性層としては、支持膜とポリアミドとからなる分離活性層が好適である。

分離活性層における支持膜の素材としては、例えば、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリアクリロニトリル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリアミド、ポリフッ化ビニリデン、および酢酸セルロースから選ばれる少なくとも1種を主成分とすることが好ましく、より好ましくはポリスルホンおよびポリエーテルスルホンから選ばれる少なくとも1種を主成分とすることであり、さらに好ましくはポリエーテルスルホンである。

分離活性層におけるポリアミドは、多官能性酸ハライドおよび多官能性芳香族アミンの界面重合により形成されることができる。

40

【0017】

多官能性芳香族酸ハライドとは、一分子中に2個以上の酸ハライド基を有する芳香族酸ハライド化合物である。具体的には、例えば、トリメシン酸ハライド、トリメリット酸ハライド、イソフタル酸ハライド、テレフタル酸ハライド、ピロメリット酸ハライド、ベンゾフェノンテトラカルボン酸ハライド、ビフェニルジカルボン酸ハライド、ナフタレンジカルボン酸ハライド、ピリジンジカルボン酸ハライド、ベンゼンジスルホン酸ハライドなどを挙げることができ、これらの単独または混合物を用いることができる。本発明においては、特にトリメシン酸クロリド単独、またはトリメシン酸クロリドとイソフタル酸クロリドとの混合物、もしくはトリメシン酸クロリドとテレフタル酸クロリドとの混合物が好ましく用いられる。

50

【0018】

多官能性芳香族アミンとは、一分子中に2個以上のアミノ基を有する芳香族アミノ化合物である。具体的には、例えば、m-フェニレンジアミン、p-フェニレンジアミン、3,3'-ジアミノジフェニルメタン、4,4'-ジアミノジフェニルアミン、4,4'-ジアミノジフェニルエーテル、3,4'-ジアミノジフェニルエーテル、3,3'-ジアミノジフェニルアミン、3,5-ジアミノ安息香酸、4,4'-ジアミノジフェニルスルホン、3,3'-ジアミノジフェニルスルホン、3,4'-ジアミノジフェニルスルホン、1,3,5,-トリアミノベンゼン、1,5-ジアミノナフタレンなどを挙げることができ、これらの単独または混合物を用いることができる。本発明においては、特に、m-フェニレンジアミンおよびp-フェニレンジアミンから選ばれる1種以上が好適に用いられる。

【0019】

中空糸状の正浸透膜は、例えば、中空糸状の支持膜と、該支持膜の外表面もしくは内表面、またはこれらの双方の面上の分離活性層とを有することができる。

中空糸状の正浸透膜における支持膜および分離活性層としては、平膜状の正浸透膜の分離活性層における支持膜およびポリアミドと、それぞれ同じ素材から構成されていてよい。

【0020】

本発明における正浸透プロセスは、正浸透膜をモジュール化したうえで適用することができる。

モジュールの形態としては、正浸透膜が平膜状である場合には、例えば、プリーツ型モジュール、スパイラル型モジュールなどであることができ、正浸透膜が中空糸状である場合には、中空の糸束を円筒に充填した中空糸膜モジュールなどであることができる。

以下、中空糸膜モジュールを例として、その構成について詳細に説明する。

【0021】

本発明における中空糸膜モジュールの構成の一例を図1に示す。

中空糸膜モジュール1は、筒状体に中空糸4の複数からなる糸束を充填し、前記中空糸束の両端を接着剤固定部5および6で筒に固定した構造を有している。前記筒状体は、その側面にシェル側導管2および3を有し、ヘッダー7および8により密閉されている。ここで接着剤固定部5および6は、それぞれ、中空糸の孔を閉塞しないように固化されている。

上記ヘッダー7および8は、それぞれ、中空糸4の内側(中空部)に連通し、外側には連通しないコア側導管9および10を有する。これらの導管により、中空糸4の内側に、液を導入し、または液を取り出すことができる。

上記シェル側導管2および3は、それぞれ、中空糸4の外側に連通し、内側には連通していない。これらの導管により、中空糸4の外側に、液を導入し、または液を取り出すことができる。

【0022】

中空糸膜モジュール1は、中空糸4の複数で構成される中空糸糸束を有する。中空糸糸束の合計膜面積は、0.001m²以上であることが好ましく、0.001m²以上1,000m²以下であることが、実用的な見地からより好ましい。

【0023】

中空糸膜モジュール1は、中空糸支持膜の表面に形成した分離活性層が、ガイドロールとの接触、モジュール形成時のハンドリングなどの際に損傷されることを避けるため、先ず中空糸支持膜をモジュール化した後に、該中空糸支持膜の表面に分離活性層を形成することによって作製することが好ましい。このような工程を経由することにより、形成された分離活性層が損傷を受けることを避けることができる。

【0024】

本発明における処理液の正浸透プロセスによる濃縮方法につき、図2を用いて説明する。

10

20

30

40

50

処理液タンク 11 には、処理液（濃縮すべき液状食品）が充填される。処理液は、ポンプ 14 により配管 12 を通って正浸透膜モジュール 15 に入り、該モジュール 15 を通過した後、配管 13 を通って処理液タンク 11 に戻る。

誘導溶液タンク 16 には、誘導溶液が充填される。誘導溶液は、ポンプ 19 により配管 8 を通って正浸透膜モジュール 15 に入り、該モジュール 15 を通過した後、配管 18 を通って誘導溶液タンク 16 に戻る。

ここで、処理液はコア側導管（図 1 における符号 9 および 10）を介して中空糸側を構成する中空糸の内側を通り、誘導溶液はシェル側導管（図 1 における符号 2 および 3）を介して中空糸の外側を通り。このときに処理液と誘導溶液とは、正浸透膜である中空糸の壁を介して接するが、両者が直接交わることはない。そして、処理液と誘導溶液とが中空糸の壁を介して接したときに、処理液中の水が正浸透膜を通って誘導溶液側に移動して、処理液が濃縮される。
10

処理液および誘導溶液のうちの少なくとも一方は、系内を循環させる運転により濃縮を行ってもよいし、ワンパス運転により濃縮してもよい。

【0025】

誘導溶液とは、処理液と比較して高い浸透圧を示し、正浸透膜を介して処理液から水を移動させる機能を有する溶液を指す。この誘導溶液は、誘導溶質を高濃度で含有することにより、高い浸透圧を発現する。溶媒は、処理液の溶媒と同じであることが好ましく、液状食品の場合、典型的には水である。

前記誘導溶質としては、例えば、塩化ナトリウム、塩化カリウム、塩化マグネシウム、塩化カルシウム、硫酸ナトリウム、硫酸マグネシウム、チオ硫酸ナトリウム、亜硫酸ナトリウム、塩化アンモニウム、硫酸アンモニウム、炭酸アンモニウムなどの、水に易溶な塩類；
20

ショ糖、果糖、ブドウ糖などの一般的な糖類；

オリゴ糖、希少糖などの特殊な糖類；

メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノールなどのモノアルコール類；

エチレングルコール、プロピレングリコールなどのグリコール類；

ポリエチレンオキシド、プロピレンオキシドなどの重合体；

上記重合体の共重合体などが挙げられる。
30

【0026】

正浸透膜を介して誘導溶液に移動した水を、該誘導溶液から回収する方法としては、例えば、

誘導溶液における溶質として、上記重合体のうち、水溶液が温度誘起相分離を示すものを用い、水移動後の誘導溶液の温度を変えることにより水を回収する方法；

水移動後の誘導溶液を、NF 膜、逆浸透膜などを用いて濃縮することにより水を回収する方法；

誘導溶液における誘導溶質として磁性体微粒子を用い、水移動後の誘導溶液に磁力を印加することにより水を回収する方法；

などが挙げられる。
40

上記のようにして回収された水、もしくは水除去後の誘導溶液、又はこれらの双方は、適宜に再利用してよい。

【0027】

正浸透膜モジュール 15 の透水量は、大きければ大きいほど好ましい。しかしながら、処理すべき原水（処理水）を、できるだけ圧損のない条件下で流すときに、処理水が枯渇して沈殿が発生するおそれを回避するため、透水量を $200 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ 以下に調整することが好ましい。

本明細書における正浸透膜モジュール 15 の透水量とは、正浸透膜を挟んで処理液と誘導溶液を配置したときに、両液の浸透圧差によって処理液から誘導溶液に移動する水の量を、正浸透膜の単位面積当たり、および単位時間当たりに割り付けた量を意味しており、
50

下記式(1)により定義される。

$$F = L / (M \times H) \cdots (1)$$

ここで、Fは透水量($\text{kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$)、Lは透過した水の量(kg)、Mは正浸透膜の表面積(m^2)、Hは時間(hr)である。

【0028】

本発明の濃縮方法において、透水量は、誘導溶液の濃度を調整することにより制御可能である。透水量を高くするほど濃縮効率は高くなるが、濃縮工程中に食品の成分が膜の表面に付着して透水量が低下するおそれがある。

例えばコーヒー抽出液を濃縮する場合の透水量としては、 $0.1 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ 以上 $20 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ 以下の範囲で濃縮するのが好ましい。濃縮効率、および膜の寿命を考慮すると、 $0.5 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ 以上 $10 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ 以下の範囲で濃縮するのがより好ましい。これより透水量が小さいと濃縮の効率が低下する場合があり、これより透水量が大きいと膜の寿命が低下する場合がある。

【0029】

本発明の方法に使用される濃縮装置の材質は、濃縮工程中に、液状食品(特にコーヒー)の香気成分の吸着、透過などが起こり難く、該香気成分の雰囲気中への蒸散などによる逸失が起こり難い材質であることが好ましい。濃縮装置は、例えば、ペルフルオロアルコキシフッ素樹脂(PFA)、ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)などのフッ素系材料;これらを内部にコーティングした金属などから構成されることが好ましい。

【0030】

本発明の正浸透プロセスを用いる濃縮方法では、系外部から印加することが必要な圧力は、処理液および誘導溶液を送液するための圧力のみである。従って、本発明の方法は、逆浸透プロセスを用いる濃縮方法のように高い操作圧力で通過する必要がないから、処理液中の食品成分が膜表面へ吸着することによる目詰まり(ファウリング)が小さく、膜の寿命が長いのが特長である。

【実施例】

【0031】

以下、実施例に基づいて本発明を具体的に説明する。しかし、本発明は実施例によって限定されるものではない。

【0032】

[実験方法]

(正浸透モジュールの作製)

ポリエーテルスルホン(BASF社製、商品名「Ultron」)をN-メチル-2-ピロリドン(和光純薬(株)製)に溶解して20質量%の中空糸原液を調製した。二重糸口を装備した湿式中空糸機に上記の原液を充填し、水を満たした凝固槽中に押し出し、相分離により中空糸を形成した。得られた中空糸は巻き取り機に巻き取った。得られた中空糸の外径は1.0mm、内径は0.7mm、内表面の微細孔の径は0.05μm、透水性能は $1,020 \text{ kg} / \text{m}^2 / \text{hr} / 100 \text{ kPa}$ であった。この中空糸を支持膜として用いた。

上記中空糸支持膜130本を、2cm径、10cm長の円筒状プラスチックハウジングに充填し、両端部を接着剤で固定することにより、図1に示した構造を有する、有効膜内表面積 0.023 m^2 の中空糸支持膜モジュールを作製した。

0.5L容器に、m-フェニレンジアミン10gおよびラウリル硫酸ナトリウム0.8gを入れ、さらに純水489.2gを加えて溶解し、界面重合に用いる第1溶液を0.5kg調製した。

別の0.5L容器に、トリメシン酸クロリド0.8gを入れ、n-ヘキサン399.2gを加えて溶解し、界面重合に用いる第2溶液0.4kgを調製した。

上記で製造した中空糸支持膜モジュールのコア側(中空糸の内側)に第1溶液を充填し、30分静置した後に液を抜いて、中空糸の内側に第1溶液の薄い液膜を形成した。この状態で、第2溶液をコア側に0.15L/分の流量で3分送液し、界面重合を行った。重

10

20

30

40

50

合温度は 25 とした。

次いで、中空糸支持膜モジュールのコア側に 50 の窒素を 30 分流して n -ヘキサンを蒸散除去した。さらに、シェル側およびコア側の双方を純水により洗浄することにより、正浸透モジュールを作製した。

この正浸透モジュールの透水量は、処理液として純水を用い、誘導溶液として 3.5 質量% 食塩水を用いた場合、 $10.12 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ であった。

【0033】

(コーヒーの抽出)

ドリップ式コーヒーフィルター付きの容量 1.2 L の S U S 304 製密閉容器を十分予熱して、コーヒー豆粉碎物（ドトールコーヒー製）70 g を入れ、85 の湯 100 mL を入れて 1 分間蒸らした後、85 の湯 900 mL を加えて 10 分間コーヒー成分を抽出した。得られた抽出液の 0.5 L を、密閉系のままフィルターでろ過しながら容量 1 L PTFE 製タンクに移送して 25 まで冷却することにより、コーヒー抽出液を得た。

10

【0034】

(コーヒーの香気成分の分析)

測定サンプルとしては、上記のコーヒー抽出液、および濃縮後のコーヒー抽出液を水で所定倍率に希釀したものをそれぞれ用いた。各サンプル 1 mL を容量 20 mL のヘッドスペースボトルに入れ、窒素バージし、80 にて 1 時間加熱した後、気相部分について 15 分間の固相マイクロ抽出 (SPME) を行って、GC/MS 分析に供した。本開示においては、上記の気相部分に存在する全有機成分を香気成分として、その定量を行い、濃縮前後の香気成分の維持率（重量%）を調べた。

20

【0035】

[実施例 1]

正浸透処理は、図 2 に示した正浸透濃縮装置を用いて行った。図 2 における正浸透モジュール 15 は、図 1 に示した構造を有する中空糸膜モジュールである。

処理液タンク 11 にコーヒー抽出液 0.5 kg を入れ、誘導溶液タンク 16 に、濃度 2 重量% の食塩水 1 kg を入れた。誘導溶液である食塩水を、送液ポンプ 19 により配管 17 を通して 370 mL / 分の流速で正浸透モジュール 15 のシェル側に送液した。モジュール 15 を出た食塩水は、配管 18 を通ってタンク 16 に戻して循環使用した。処理液であるコーヒー抽出液を、送液ポンプ 14 により配管 12 を通して 170 mL / 分の流速で正浸透モジュール 15 のコア側に送液した。モジュール 15 を出たコーヒー抽出液は、配管 13 を通ってタンク 11 に戻して循環させた。この操作により、処理液タンク 11 中のコーヒー抽出液は徐々に濃縮されることになる。

30

【0036】

濃縮初期の透水量は $4.1 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ であった。

透水量が $4.0 \pm 1 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ の範囲内を維持するように、食塩水の濃度を処理液タンク 11 中のコーヒー抽出液の濃縮度に合わせて変えながら正浸透処理を継続し、最終的に 50 g までコーヒーを濃縮した（濃縮倍率 10 倍）。上記の透水量を維持するために、食塩水の濃度は 2 重量% から 5 重量% まで変化させた。

40

【0037】

濃縮前のコーヒー抽出液、および濃縮後のコーヒー抽出液に純水を加えて 10 倍に希釀した希釀液をそれぞれサンプルとし、上記の方法によってコーヒー成分の分析を実施し、濃縮前後のコーヒー香気量の維持率を調べた。結果を表 1 に示す。

また、コーヒー抽出液の濃縮後、濃縮処理に使用した正浸透濃縮装置における正浸透膜の目詰まり（ファウリング）の有無を、以下の方法によって確認した。

濃縮処理後の正浸透濃縮装置をそのまま用い、処理液を元の濃縮前のコーヒー抽出液とし、誘導溶液を濃縮初期と同じ 2 重量% 食塩水としたときの透水量を調べたところ、 $3.9 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ であった。この透水量の値は、濃縮処理初期の値とほとんど変わらないことから、濃縮処理による正浸透膜の目詰まりがほとんどないことが確認された。

【0038】

50

【実施例 2】

処理液タンク 1 にコーヒー抽出液 4 kg を入れ、誘導溶液を 20 重量% 食塩水 5 kg とし、さらに濃縮途中における食塩水の濃度調整を行わなかったこと以外は実施例 1 と同様にして、コーヒー抽出液の濃縮を実施した。

抽出初期の透水量は $15.1 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ であった。

処理液の量が 0.2 kg になるまで濃縮されたところで、濃縮操作を停止した（濃縮倍率 20 倍）。濃縮後のコーヒー抽出物の希釈倍率を 20 倍とした他は実施例 1 と同様の方法により、濃縮前後のコーヒー香気量の維持率を調べた。結果を表 1 に示す。

濃縮処理に使用した正浸透膜モジュールを用い、処理液を元の濃縮前のコーヒー抽出液とし、誘導溶液を 20 重量% 食塩水としたときの透水量は、 $5.1 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ 10 であった。

【0039】

【比較例 1】

コーヒー抽出液 3 kg を、分離活性層がポリアミド系重合体であり、支持層がポリスルホンである逆浸透膜（日東電工（株）製、品番「NTR-759HR」）を用い、3.0 MPa の操作圧力で 10 倍に濃縮した。

濃縮後のコーヒー抽出液を 10 倍希釈し、実施例 1 と同様の方法により、濃縮前後のコーヒー香気量の維持率を調べた。結果を表 1 に示す。

濃縮初期の透水量は $26.2 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ であり、濃縮後、処理液をもとのコーヒー抽出液に戻した時の透水量は $4.2 \text{ kg} / (\text{m}^2 \times \text{hr})$ であり、濃縮操作による逆浸透膜の目詰まりが大きいことが確認された。20

【0040】

【比較例 2】

比較例 1 と同様の逆浸透膜処理により、コーヒー抽出液 3 kg を 10 倍に濃縮して、濃縮液を得るとともに、このときの濃縮除去液を採取した。

この採取した濃縮除去液を、51.3 MPa の圧力下、82 において蒸発させ、蒸散した成分を凝縮器にて 5 で冷却して、濃縮香気液を捕集した。

捕集した濃縮香気液を前記 10 倍濃縮液に混合することにより、9.5 倍濃縮の濃縮コーヒー抽出液（316 g）を得た。

得られた濃縮コーヒー抽出液の希釈倍率を 9.5 倍とした他は実施例 1 と同様の方法により、濃縮前後のコーヒー香気量の維持率を調べた。結果を表 1 に示す。30

【0041】

【表 1】

表 1.

	濃縮率 (倍)	香気成分 維持率 (重量%)
実施例 1	10	98
実施例 2	20	90
比較例 1	10	36
比較例 2	9.5	55

【0042】

逆浸透膜を用いてコーヒーを濃縮した場合は香気成分の保持率は 36 % であった。濃縮除去液中の香気成分を加熱蒸発させて凝縮器で回収して濃縮液と合わせる方法によっても、香気成分の維持率は 55 重量% にとどまった。

これに対して本発明の正浸透膜を用いるコーヒーの濃縮方法では、濃縮倍率 10 倍で 9 8 % 重量の香気成分が保持されていた。濃縮倍率 20 倍でも 90 重量% の香気成分が保持 50

されていた。

【産業上の利用可能性】

【0043】

本発明の正浸透膜を用いる濃縮方法は、香気成分を含有する液状食品の濃縮に適用することができる。特に、コーヒー抽出液から濃縮コーヒーを製造する過程において、香気成分の損失を最小限にし、香気量の多い濃縮コーヒーを製造する場合に好適に用いられる。

【符号の説明】

【0044】

1 中空糸膜モジュール

2、3 シェル側導管

4 中空糸

5、6 着接着剤固定部

7、8 ヘッダー

9, 10 コア側導管

11 处理液タンク

12、13 送液配管

14 送液ポンプ

15 正浸透モジュール

16 誘導溶液タンク

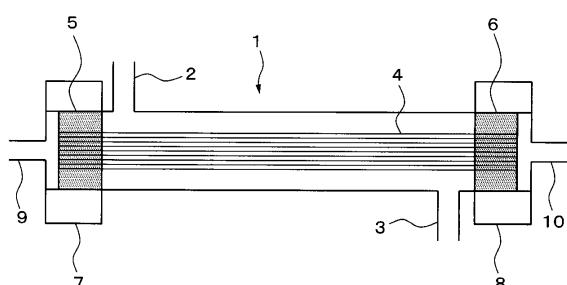
17、18 送液配管

19 送液ポンプ

10

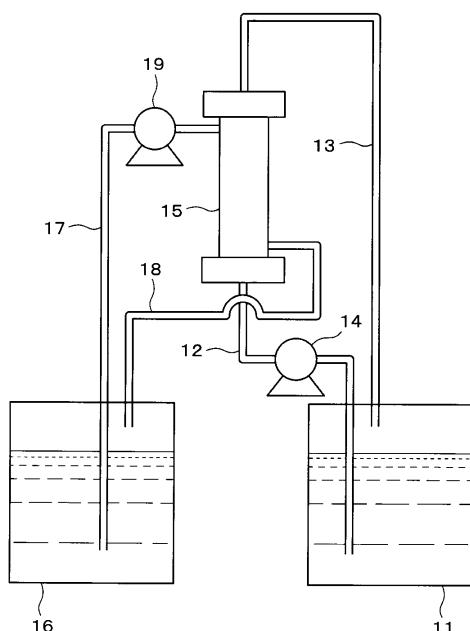
20

【図1】



【図2】

図2



フロントページの続き

(74)代理人 100142387

弁理士 斎藤 都子

(72)発明者 木口 昌

東京都千代田区神田神保町一丁目105番地 旭化成株式会社内

(72)発明者 大豊 武彦

東京都千代田区神田神保町一丁目105番地 旭化成株式会社内

(72)発明者 川島 政彦

東京都千代田区神田神保町一丁目105番地 旭化成株式会社内

審査官 茅根 文子

(56)参考文献 特開2016-155078 (JP, A)

特開2016-150308 (JP, A)

特開2014-039915 (JP, A)

特表2013-545593 (JP, A)

特表2014-514150 (JP, A)

国際公開第2016/027869 (WO, A1)

特開平03-098563 (JP, A)

特開昭50-039682 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

A23F 3/00 - 5/50

A23L 2/00 - 2/84

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII)

Caplus/WPIIDS/FSTA/AGRICOLA(STN)