

ノート

## コーヒーフレーバー中の香気性物質の分析

秋 枝 毅 , 加 藤 時 信\*

### Analysis of Aroma Components in Coffee Flavor

Takeshi AKIEDA, Tokinobu KATO\*

\*Central Customs Laboratory, Ministry of Finance  
531, Iwase, Matsudo-shi, Chiba-ken, 271 Japan

The identification and determination of aroma components in coffee flavor and roasted coffee beans was investigated.

The identification of aroma components was able to carry out by gas chromatography and mass spectrometry.

The determination of aroma components was done by the steam distillation, and it was found that vanillin, cycloten, maltol added to coffee flavor was not fully distilled by steam distillation.

- Received July 1, 1986 -

### 1 緒 言

輸入されるコーヒーフレーバーと称するものには、コーヒーエキスをベースとするものと、合成香料をベースとするものなどがあり、その組成によって関税率表における所属区分が異なり、税番第 21.02 号又は第 33.04 号に分類されることになる。

ここでは各種コーヒーフレーバーの性格付けの一助として香気性物質に着目し、焙焼コーヒー豆の香気性物質の検索と輸入コーヒーフレーバーに配合されている香気性物質の分析を行ったので報告する。

### 2 実 験

#### 2.1 試 料

試料は各国原産コーヒー豆を焙焼したもの及び輸入コーヒーフレーバーであり、以下のものを用いた。

コーヒー豆の産地名：中米，モカ，サントス，タンザニア（キリマンジャロ），マラゴ

コーヒーフレーバー

試料 A：コーヒーエキス，Vanillin の含水アルコール溶液。（オランダ産）

試料 B：Cycloten を主体とする香気性物質の粉末。（ベルギー産）

---

\* 大蔵省関税中央分析所 〒271 千葉県松戸市岩瀬 531

## 2.2 GC の設定条件

装置：島津 GC - 7AG, FID 検出器

カラム：PEG 20 MP (5%), Uniport HP, 80 ~ 100

メッシュ, 3mm × 2m

カラム温度：70 ~ 220, 6 /min, 昇温

注入口温度：240

キャリアーガス：He, 50ml/min

## 2.3 GC - MS の設定条件

装置：日立二重収束質量分析計 M - 80B 型

GC の条件は 2.2 とほぼ同じ条件で行った。

## 2.4 焙焼コーヒー豆からの香気性物質の捕集

焙焼コーヒー豆約 40g を採取し、常圧で水蒸気蒸留し留出液 800ml を捕集した。留出液は食塩を飽和させて塩析し、香気性物質をエチルエーテルで抽出した。

エチルエーテル抽出液に 5%  $\text{NaHCO}_3$  溶液 100ml を加えて振とうし酸性物質を抽出した。この抽出

液に塩酸を加えて酸性としたのち、エチルエーテルを用いて再び振とう抽出し、脂肪酸などの酸性成分を含む画分とした。

一方 5%  $\text{NaHCO}_3$  で抽出した残りのエチルエーテル抽出液は、2N - NaOH 溶液 50ml を加えて振とうし弱酸性物質をアルカリ液に転溶させた。このアルカリ液を分取し、塩酸を加えて酸性としたのちエチルエーテルで振とう抽出して抽出液を弱酸性成分とした。

さらに残ったエチルエーテル溶液に 2N 塩酸 50ml を加えて振とうし塩基性物質を塩酸溶液に吸収させた。この塩酸溶液を分取し、NaOH 溶液を加えてアルカリ性としたのちエチルエーテルで振とう抽出して、この抽出液を塩基性成分とした。

塩基性物質を分別した残りのエチルエーテル溶液を中性成分の画分とした。(Fig. 1 参照)

## 2.5 水蒸気蒸留法による香気性物質の定量

試料約 10g を正確に秤り取り、常圧で水蒸気蒸留し留出液約 1l を捕集した。留出液に塩化ナトリウムを飽和させて塩析し、香気性物質をエチルエーテルで抽出した。このエチルエーテル抽出液は無水硫酸ナトリウムで脱水した後、低温で濃縮し、定量用の検体とした。

## 3 結果及び考察

## 3.1 中性成分の分離確認

コーヒー豆の中で最多成分である中性成分を GC によって分離すると、Fig. 2 に示したような多数の成分が検出される。各ピークについて GC - MS により成分の同定を行った。

ピーク 5 はコーヒー豆の香気性物質の中で最多成分である。Fig. 3 に示したように、その質量スペクトルは  $m/e98 (M^+)$  に強い分子イオンピークが現われ、基準ピークとなっており、 $m/e81 (M^+ - OH)$ 、 $m/e97 (M^+ - H)$  などの開裂イオンが観察されることより Furfuryl alcohol と同定した。同様にピーク 1, 2, 3, 4 は Furfural, 2 - Acetylfuran, furfurylacetate, 5 - Methyl - 2 - furaldehyde と同定した。ピーク 6 はエチルエーテル中の酸化防止剤である。

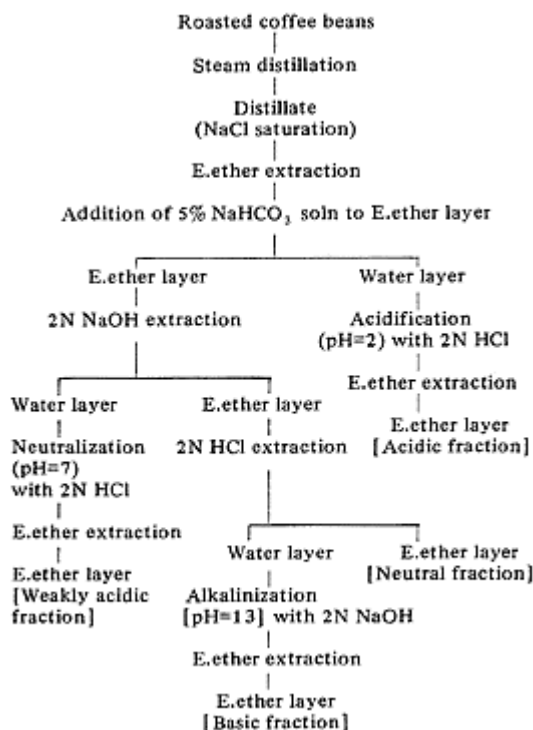


Fig. 1 Schematic diagram of fractionation of aroma compounds in roasted coffee beans

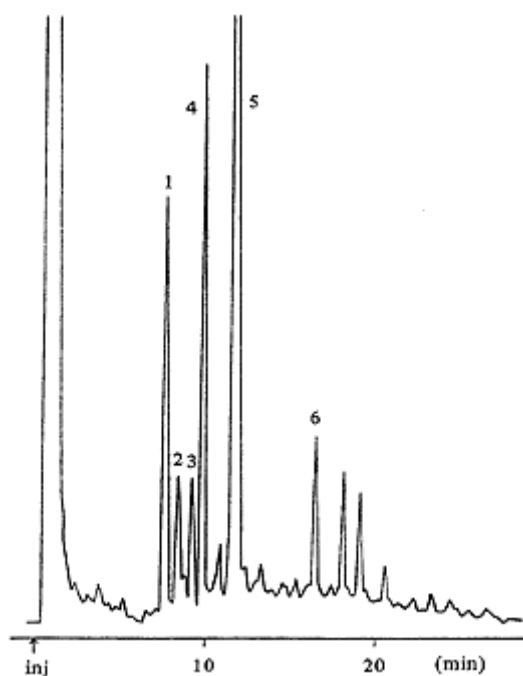


Fig. 2 Typical gas chromatogram of neutral fraction of coffee aroma .

Column : PEG 20 MP (5%), Glass : 3 mm × 2m ,

Column temperature : 70 - 200 (6 /min) ,  
Carrier gas (He) : 50 ml / min.

1. Furfural 2. 2 - Acetylfuran
3. Furfurylacetate
4. 5 - Methyl - 2 - furaldehyde
5. furfuryl alcohol 6. Antioxidant

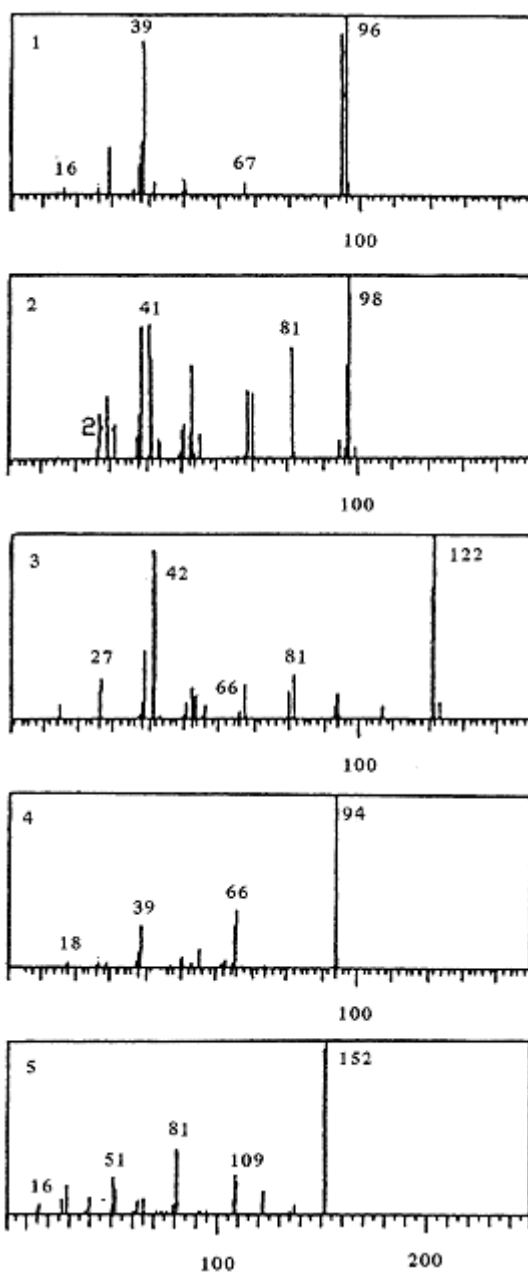


Fig. 3 Mass spectra of main aroma compounds of roasted coffee beans.

1. Furfural 2. Furfuryl alcohol
3. Trimethyl pyrazine
4. Phenol 5. Vanillin

### 3. 2 塩基性成分の分離確認

塩基性成分は焙焼物特有の焦臭が非常に強く、コーヒー焙焼物の香気に重要な寄与をしているものと考えられる。Fig. 4 に示したように、主としてピラジン化合物からなっている。

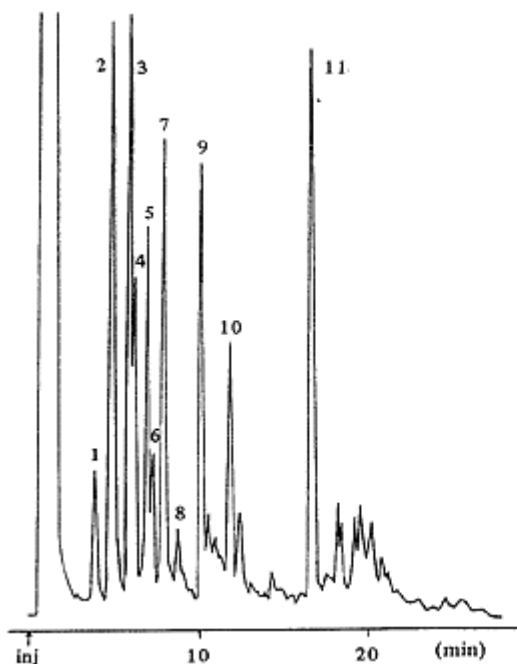


Fig. 4 Typical gas chromatogram of basic fraction of coffee aroma. GC operating conditions are same as cited in Fig. 2.

1. Methylpyrazine 2. Ethylpyrazine and 2, 6-Dimethylpyrazine
3. 2-Ethyl-5-methylpyrazine
4. Trimethylpyrazine
5. 2-Ethyl-3, 6-dimethyl-pyrazine
6. 2-Methyl-6-vinylpyrazine
7. Furfural 8. 2-Acetylfuran
9. 5-Methyl-2-furaldehyde
10. Furfuryl alcohol 11. Antioxidant

### 3. 3 酸性成分の分離確認

酸性成分は Fig. 5 に示したように、低級脂肪酸のほか中性成分が混在している。ピーク 8, 10 はそれ

ぞれ Cycloten, Maltol であることを GC の保持時間及び質量スペクトルから同定した。これらの成分はコーヒーフレーバーとして添加されるものであるが、焙焼コーヒー豆自体にも少量ながら含まれているものと考えられる。

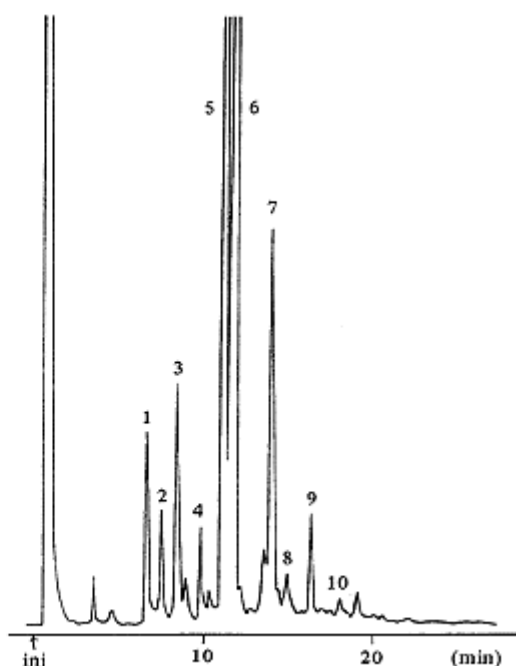


Fig. 5 Typical gas chromatogram of acidic fraction of coffee aroma. GC operating conditions are same as cited in Fig. 2.

1. Butyric acid 2. Furfural
3. 2-Acetylfuran
4. 5-Methyl-2-furaldehyde
5. Caproic acid 6. Furfuryl alcohol
7. Caprylic acid 8. Cycloten
9. Antioxidant 10. Maltol

### 3. 4 弱酸性成分の分離確認

弱酸性成分からは Fig. 6 に示したような成分が検出され、フェノール化合物を主体としていることがわかる。さらにピーク 7 は GC の保持時間、質量スペクトルから Vanillin と同定した。Vanillin は焙焼コーヒー豆自体にも少量ながら含有されているものと考えられる。

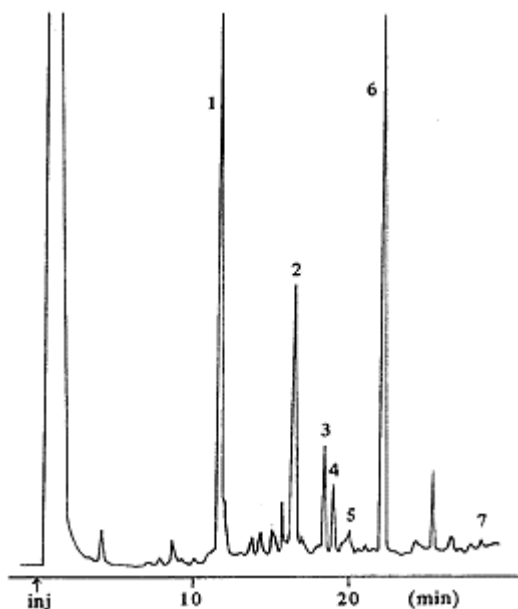


Fig. 6 Typical gas chromatogram of weakly acidic fraction of coffee aroma. GC operating conditions are same as cited in Fig. 2.

1. Furfuryl alcohol
2. Antioxidant
3. Phenol
4. 1-(2, 4-Dihydroxyphenyl)-ethanone
5. Crezole
6. 1-Acetyl-6-methylphenol
7. Vanillin

### 3. 5 焙焼コーヒー豆からの全香気成分

中米産, サントス産, モカ産のコーヒー豆からは Fig. 7 に示したように, Furfuryl alcohol が顕著に検出され, 次いで Butyric acid, Furfural, 5-Methyl-2-Furaldehyde が主な成分として検出される。各品種によりピーク強度に若干の差はあるが, Table 1 に示したように成分組成はほぼ類似している。焙焼コーヒー豆の水蒸気蒸留による香気性物質の捕集量は 0.3~0.5% である。

Table 1 Gas chromatogram relative peak intensity (%) of main aroma compounds of roasted coffee beans.

A = Butyric acid, B = Furfural,

C = 2-Acetylfuran,

D = Furfurylacetate,

E = 5-Methyl-2-furaldehyde,

F = Caproic acid, G = Furfuryl alcohol

	A	B	C	D	E	F	G
Malago	9.9	1.4	4.7	3.4	2.6	4.4	50.4
Kilimanjaro	15.1	6.6	4.1	1.5	4.1	9.0	42.7
Mocca	13.3	7.2	4.0	1.2	4.4	10.0	37.8
Santos NO.2-(1)	11.5	5.6	3.8	1.5	4.5	5.4	47.9
Santos NO.2-(2)	8.6	3.1	3.3	2.4	4.1	5.6	50.6
Central america	9.1	4.5	3.5	1.6	4.2	4.2	50.0
Average	11.3	4.7	3.9	1.9	4.0	6.4	46.6

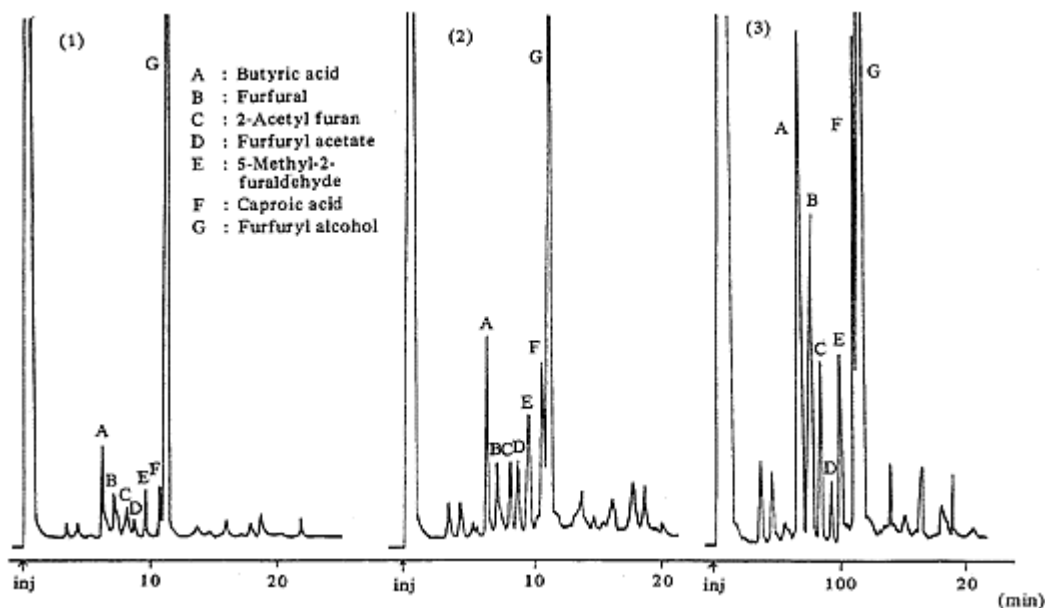


Fig. 7 Gas chromatogram of total aroma compounds of roasted coffee beans.

GC operating conditions are same as cited in Fig. 2.

Coffee beans ; (1)Central america, (2)Santos NO.2, (3)Mocca.

### 3.6 輸入コーヒーフレーバーの分析

輸入コーヒーフレーバーに配合される香料原料は主として Cycloten, Maltol, Vanillin 等である。Cycloten は水に溶けやすく、また、Maltol はエーテルに難溶でいずれも水蒸気蒸留後のエーテル抽出の際に抽出されにくくなることが考えられる。また Vanillin は沸点が 285 と極めて高いことから、水蒸気蒸留により留出しにくいことも考えられる。

輸入試料 A は Cycloten を主体とし、香気性物質 90% 以上を含む食品香料とされているが、水蒸気蒸留法による収率が 40% であった。このような水蒸気蒸留法による収率の低下の原因を知るために、蒸留残液、エチルエーテル抽出残渣、エーテル抽出物中の成分比較を行った結果、試料を水蒸気蒸留した残りの水溶液

及び水蒸気蒸留分をエチルエーテル抽出した残りの水溶液中に Cycloten が残っており、水蒸気蒸留法では香気性物質の定量的な捕集に問題のあることを示している。(Fig. 8)

輸入試料 B は少量のコーヒーエキスを含有する含水エチルアルコール溶液に少量の Vanillin を添加したカクテル用原料である。Fig. 9 に示したように試料のガスクロマトグラムでは焙焼コーヒー豆からの香気性物質の主成分である Furfuryl alcohol の小さいピークと Vanillin の強いピークが認められる。試料を水蒸気蒸留した残りの水溶液のガスクロマトグラムには、Furfuryl alcohol のピークは認められないが、Vanillin のピークが残っており、水蒸気蒸留が十分でなかったことを示している。

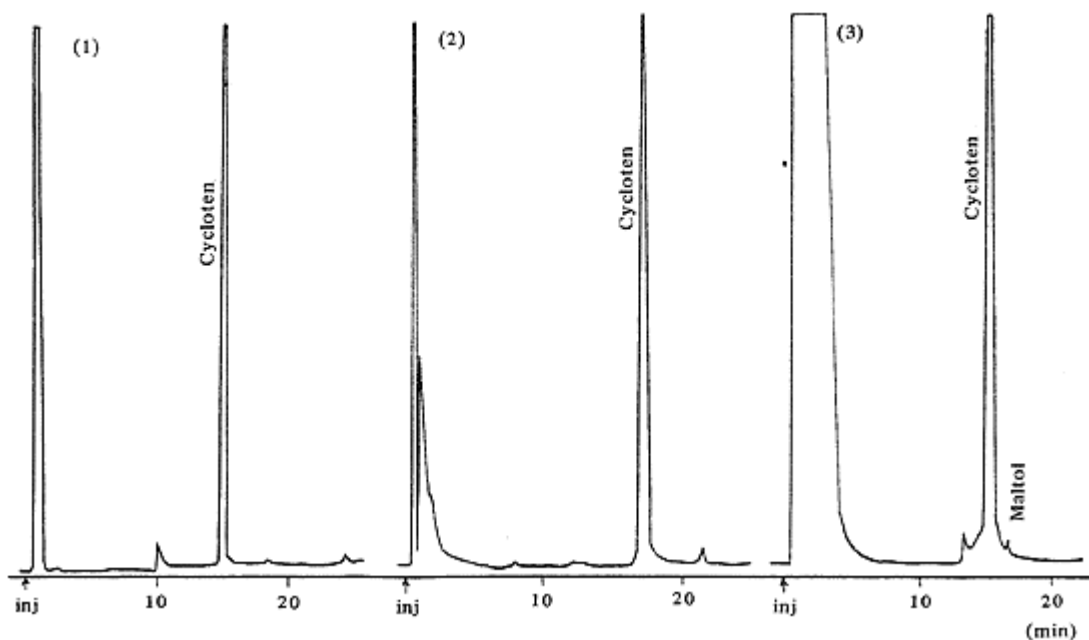


Fig. 8 Gas chromatogram of fractionated steam distillate from imported good A (Coffee flavor). GC operating conditions are same as cited in Fig. 2.

- (1) Steam distillation residue, (2) Ethyl ether extraction residue of steam distillate,
- (3) Ethyl ether extract of steam distillate.

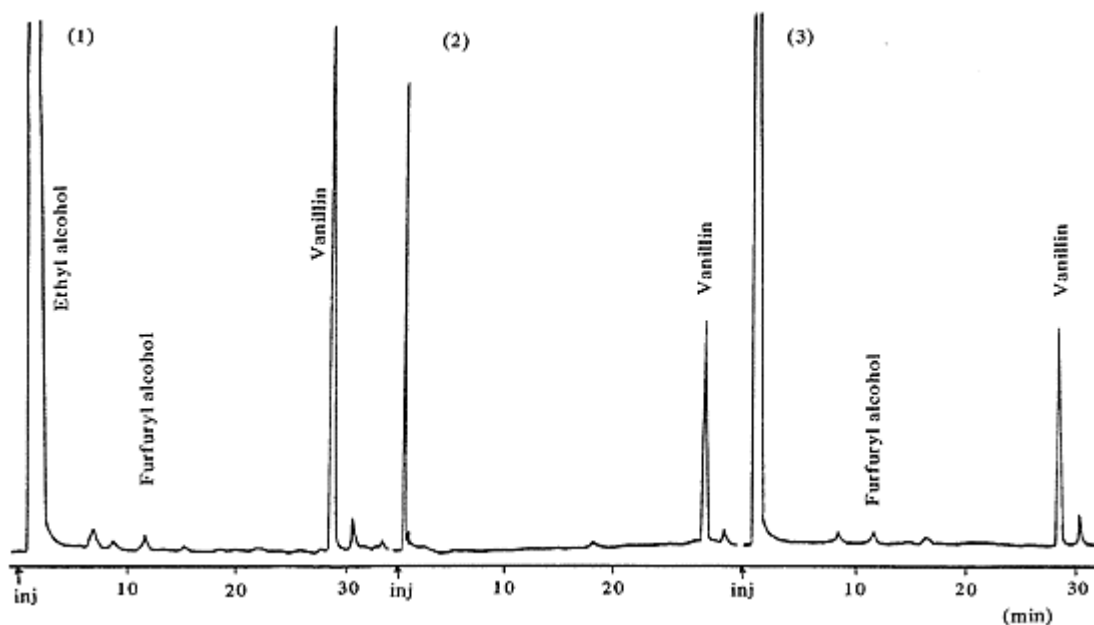


Fig. 9 Gas chromatogram of fractionated steam distillate from imported good B (coffee liqueur)

GC operating conditions are same as cited in Fig. 2

- (1) Direct injection of imported good B, (2) Steam distillation residue,  
(3) Ethyl ether extract of steam distillate.

#### 4 要 約

コーヒーフレーバーと焙焼コーヒー豆から得られる香気性物質について分析した。

香気性物質の同定についてはGC - MSによって行った。

香気性物質の定量については水蒸気蒸留法で行い、コーヒーフレーバーに添加されている Vanillin, Cyclo - ten, Maltol は、水蒸気蒸留によっては十分に捕集できないことを知った。

#### 文 献

- 1) J. Stoffelsma, G. Sipma, D. K. Kettens and J. Pypker J. AGR. FOOD. CHEM. 16, No.6, 1000 (1968)
- 2) 川端省三, 出来三男: 本誌, No. 17, 63 (1977)
- 3) 渡辺 進: 香料, No. 92, 53 (1969)