(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第6938382号
(P6938382)
(45)発行日　令和3年9月22日(2021.9.22)　(24)登録日　令和3年9月3日(2021.9.3)

(51)Int.Cl.		F I		
G01N 7/00	(2006.01)	G01N	7/00	B
G01N 21/3504	(2014.01)	G01N	21/3504	
G01N 33/14	(2006.01)	G01N	33/14	

請求項の数 17　(全 15 頁)

(21)出願番号	特願2017-549689(P2017-549689)
(86)(22)出願日	平成28年3月31日(2016.3.31)
(65)公表番号	特表2018-511800(P2018-511800A)
(43)公表日	平成30年4月26日(2018.4.26)
(86)国際出願番号	PCT/US2016/025229
(87)国際公開番号	WO2016/161091
(87)国際公開日	平成28年10月6日(2016.10.6)
審査請求日	平成31年3月28日(2019.3.28)
審判番号	不服2021-854(P2021-854/J1)
審判請求日	令和3年1月21日(2021.1.21)
(31)優先権主張番号	14/678,258
(32)優先日	平成27年4月3日(2015.4.3)
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)

(73)特許権者　591235706
ペプシコ・インク
アメリカ合衆国・ニューヨーク・パーチェス・アンダーソン・ヒル・ロード・７００
(74)代理人　100106518
弁理士　松谷　道子
(72)発明者　アレクセイ・バハレフ
アメリカ合衆国１０５７７ニューヨーク州パーチェス、アンダーソン・ヒル・ロード７００番、ペプシコ・インコーポレイテッド内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】開口容器の飲料中の炭酸化レベルを測定するための方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
開口容器の飲料中の二酸化炭素体積レベルを測定するための方法であって、
開口容器の飲料を開口容器に入れて提供することと、
ある量の前記飲料を、少なくとも槽を部分的に満たすように、前記開口容器から、前記開口容器とは異なる槽に移送することと、
前記槽に対して蓋を固定して、前記ある量の飲料を含む封入体積を形成することと、
プローブを前記蓋に挿貫して、前記飲料に接触させることと、
前記飲料のサンプルを、前記槽から二酸化炭素測定器具へ移送することと、
前記サンプルの二酸化炭素体積レベルを定量的に決定することとを含む、方法。
【請求項２】
前記槽に含まれている前記飲料の温度を低下させる工程を更に含む、請求項１に記載の方法。
【請求項３】
前記飲料の温度の低下は、前記槽を氷浴中に配置することによって行われる、請求項２に記載の方法。
【請求項４】
前記サンプルの二酸化炭素レベルの決定は、
前記サンプルを、膨張可能な測定チャンバ内に配置する工程と、
前記測定チャンバの体積を膨張させる工程と、

前記膨張した体積の平衡圧を測定する工程とによって行われる、請求項１に記載の方法。

【請求項５】

前記測定チャンバの体積の膨張は、前記測定チャンバに流体密封的に取り付けられたピストン式インジェクタを変位させることにより行われる、請求項４に記載の方法。

【請求項６】

前記測定チャンバの体積の膨張は、可塑性膜を変位させることにより行われる、請求項４に記載の方法。

【請求項７】

前記膜はエラストマーから構成されている、請求項６に記載の方法。

【請求項８】

前記測定チャンバの体積を第２の膨張体積まで膨張させる工程と、前記第２の膨張体積における平衡圧を測定する工程とを更に含む、請求項４に記載の方法。

【請求項９】

前記測定チャンバに超音波エネルギーを印加する工程を更に含む、請求項４に記載の方法。

【請求項１０】

前記槽の上部空間に加圧ガスを与える工程を更に含む、請求項１に記載の方法。

【請求項１１】

前記サンプルの二酸化炭素体積レベルの決定は、

前記サンプルを、CO_2選択膜に接触させる工程と、

前記膜を通過する透過液の量を測定する工程とによって行われる、請求項１に記載の方法。

【請求項１２】

前記サンプルの二酸化炭素体積レベルの決定は、

前記サンプル中に赤外放射を通過させる工程と、

屈折角を測定して二酸化炭素体積レベルを決定する工程とによって行われる、請求項１に記載の方法。

【請求項１３】

前記飲料は炭酸清涼飲料水である、請求項１に記載の方法。

【請求項１４】

前記飲料は炭酸水である、請求項１に記載の方法。

【請求項１５】

前記飲料は開口缶に入れて提供される、請求項１に記載の方法。

【請求項１６】

前記飲料は開口ボトルに入れて提供される、請求項１に記載の方法。

【請求項１７】

前記飲料はファウンテン分注装置から分注される、請求項１に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【０００１】

飲料中の二酸化炭素レベルは、味及び他の特性（例えば、口あたり）に大きな影響を与え得る。このため、通常、ボトリング作業中に炭酸化レベルが注意深くモニタリングされる。ボトル詰めされた飲料中の二酸化炭素量を決定するための多くの器具が市販されている。ある１つの一般的な技術は、密封された容器（例えば、飲料を充填した缶又はボトル）の蓋（closure）にプローブを挿貫することと、液体のサンプルを測定チャンバに移送することとを含む。測定チャンバを閉じた後で、チャンバに流体密封的に取り付けられた可塑性膜又はピストン式インジェクタにより、その体積が膨張される。その後、膨張後に確立した平衡圧及びサンプル温度が測定される。そして、ヘンリーの法則に基づいて二酸化炭素の含有量が計算され得る。Ｂｌｏｄｅｒらによる米国特許第６，８７４，３５１号

に、二酸化炭素レベルをより正確に測定できるようにするために、酸素及び窒素の溶解量を把握するように適合された器具が記載されている。

【０００２】

このような比較的精密な測定技術は、ボトル詰めされた飲料中の炭酸化レベルの測定に使用することができる。しかし、これらの技術は、例えば、開口容器内に存在する飲料又はファウンテン設備から分注された飲料など、大気開放条件における飲料中の炭酸化レベルの測定には不向きである。開口容器内の飲料の炭酸化レベルを測定するための技術は、概して、液体サンプルを測定槽（measurement vessel）内に配置することと、その後シェイクして平衡圧を得ることとを含む、いわゆる「ハンドシェイク」法を採用している。この槽は、圧力計及び温度計を備えていることが多く、これらからの読み取り値を用いて炭酸化レベルを計算することができる。このような技術は、概して、ボトル詰めされた飲料に用いられる上述の技術よりも精度及び信頼性が低い。用いられる機器からだけでなく、測定を行う個人（ある操作者と次の操作者間の技術面での差異を含む）からも、測定誤差が生じる場合がある。開口容器の飲料中の炭酸化レベルをより精度及び信頼性高く測定するための方法の開発が望まれている。

【発明の概要】

【０００３】

一態様において、開口容器の飲料中の二酸化炭素レベルを測定するための方法が提供される。ある量の飲料が、少なくとも槽を部分的に満たすように、この槽に移送される。そして、槽に対して蓋を固定して、飲料を含む封入体積を形成する。プローブを蓋に挿貫して飲料に接触させて、サンプルを、槽から、二酸化炭素レベルを決定するために使用する測定器具へと移送する。

【０００４】

測定器具は、二酸化炭素レベルを測定するための数多くの異なる法則を採用し得る。ある技術によると、測定チャンバの体積を膨張させて、膨張した体積の平衡圧を測定する。測定した平衡圧及び温度に基づいて、サンプルの二酸化炭素レベルを確認することができる。

【０００５】

別の技術によると、測定器具は選択膜を使用して二酸化炭素レベルを決定することができる。膜は二酸化炭素に対して透過性であるが、その他のガス（窒素、酸素など）に対しては不透過性である。選択膜を通過する二酸化炭素の量を測定することにより、サンプル中に存在する二酸化炭素の量を決定することができる。

【０００６】

二酸化炭素レベルを測定するための更に別の技術は、赤外（ＩＲ）光を利用している。この技術では、液体サンプル中にＩＲ光ビームを透過させる。屈折角を測定して、測定した屈折角に基づいてサンプルの炭酸化レベルを決定することができる。

【０００７】

本明細書に記載の方法によれば、開口容器の飲料の炭酸化レベルの測定における精度及び信頼性が、現在利用可能なハンドシェイク技術と比較して著しく向上する。本明細書に記載の方法によれば、これまでボトル詰めされた飲料にのみ有用であった、より精度の高い測定器具の使用が可能になる。更に、飲料サンプルを手で撹拌（シェイク）して平衡圧を得る必要がなくなるので、測定の信頼性がより高くなり、かつ、ヒューマンエラーの可能性が少なくなる。

【図面の簡単な説明】

【０００８】

本発明及びその利点については、添付図面を考慮しながら以下の発明を実施するための形態を参照することによって、より完全に理解することができる。

【０００９】

【図１】本発明の一実施形態による、飲料中の二酸化炭素レベルを測定するための方法を説明するためのフロー図である。

【００１０】
【図２】二酸化炭素レベルの測定中に酸素及び窒素などの溶解ガスに対する補正を行うための技術を説明するためのグラフである。
【００１１】
【図３】本発明の一実施形態において用いられ得る測定チャンバの概略図である。
【００１２】
【図４】本発明の別の実施形態による、二酸化炭素レベルの測定に用いられ得る選択膜の概略図である。
【００１３】
【図５】本発明の更に別の実施形態による、二酸化炭素レベルの測定に用いられ得る赤外（ＩＲ）センサの概略図である。
【００１４】
【図６】本発明の一実施形態において用いられ得る炭酸化測定槽の等角図である。
【００１５】
【図７】ネジ付き蓋が外された状態の炭酸化測定槽の等角図である。
【発明を実施するための形態】
【００１６】
概して、本明細書に記載の方法は、具体的には、開口容器の飲料中の炭酸化（二酸化炭素）レベルを測定するために適合されたものである。本明細書で使用するとき、「開口容器」とは、ボトリング作業後に開口された飲料のことを指し、例えば、再封止可能な蓋（例えば、ネジ蓋）で再封鎖されている場合のある、開口缶又は開口プラスチック若しくはガラスボトルのことを指す。いくつかの場合において、これは、規定された時間間隔後に炭酸化ロスを確認するために、開口缶中の炭酸化レベルを測定するのに有用であり得る。これは、炭酸化ロスを測定するために、規定された時間間隔後に、開口後に再封止された炭酸清涼飲料（carbonated soft drink、ＣＳＤ）又は炭酸水のボトル中の炭酸化レベルを測定するのにも有用であり得る。「開口容器」という用語及び同様の表現はまた、ファウンテン設備などから分注される飲料などの、容器に入っていない飲料のことも指す。本明細書に記載の方法は、例えばソフトドリンク、果汁飲料、炭酸水など、アルコール飲料及びノンアルコール飲料を含むあらゆる種類の炭酸飲料の炭酸化レベルの測定に有用であり得る。
【００１７】
本明細書に記載の方法は、市販の炭酸化測定器具と、用いられる特定の器具と共に使用されるように適合され得る好適な炭酸化槽とを採用することができる。用いられ得る好適な炭酸化測定器具及び炭酸化槽については、以下で詳細を述べる。ただし、本発明は、本明細書に記載の特定の装置の詳細に特定されないことに留意されたい。むしろ、本明細書に記載の原理は、本開示を読めば当業者に明らかな好適な適合が必要に応じて為された、様々な他のタイプの測定器具及び炭酸化槽に適用することができる。
【００１８】
炭酸化測定器具
種々の炭酸化測定器具（本明細書では、「測定器具」又は「器具」と呼ばれることがある）を、本明細書に記載の方法に用いることができる。器具の３つの一般的なカテゴリーを以下で説明するが、本発明はこれら特定のタイプの器具に限定されないことが理解される。第１のタイプの測定器具は、測定チャンバの体積が膨張されて、膨張した体積の平衡圧及び平衡温度が測定される、ヘンリーの法則に基づいて二酸化炭素レベルを決定することを含む。測定した平衡圧、平衡温度、及び既知の体積に基づいて、サンプルの二酸化炭素レベルを確認することができる。
【００１９】
この特定のタイプの器具において、測定チャンバは膨張可能であり、それによって、サンプルの平衡圧を１つ以上の膨張体積で測定することができる。このような器具の一例が、参照によってその全体が本明細書に援用される、Ｂｌｏｄｅｒらによる米国特許第６，

８７４，３５１号に記載されている。このような器具は、Ａｎｔｏｎ　ＰａａｒからＣａｒｂｏＱＣ（登録商標）という商品名で市販されている。この器具により、二酸化炭素含有量に対する、サンプル液中の他の溶解ガス（特に、窒素及び酸素）の影響を最小化することができる。サンプル液中に溶解している個々のガスの実際の溶解度及び／又は飽和圧力を確認することができ、それによって、これらのガスの含有量を決定することもできる。

【００２０】

測定チャンバ内で液体のサンプルが膨張されると、液相及びガス相が、原物（original）から、全てのガスが溶解した単一の液相を形成する。サンプル液中の二酸化炭素、酸素、及び窒素は全く異なる溶解度を有しているため、ガス相における各ガスの分圧の割合は、元の（膨張前の）サンプル液中の溶解ガスの飽和圧力の割合とは実質的に異なる。一般的な法則によると、液中のガスの溶解度が低いと、体積が増加した場合、液中に溶解しているガスの分圧はより小さくなる。

【００２１】

サンプル液中に溶解している２種類以上のガスの量を決定するために、２つ以上の増加工程が実施される。各体積増加工程が終わる度に、確立された平衡圧及び支配的温度がそれぞれ測定される。確認した値から、含有量と、所望により、各ガス成分の溶解度及び／又は飽和圧力とが計算される。体積増加の結果、ヘンリーの法則及びボイルの法則に基づいて、ガス相中で以下の分圧が生じる。

$$p' = p / (1 + k / (L * p_s))$$

ｐ’は、測定チャンバの体積が増加した後のガスの分圧であり、

ｐは、液体中のガスの元の飽和圧力であり、

ｋは、体積増加因子であり、

Ｌは、サンプル液中のガスの溶解度であり、

p_sは、標準圧力（１ｂａｒ）である。

【００２２】

Ｂｌｏｄｅｒらによる米国特許第６，８７４，３５１号に記載の多段階体積膨張法を用いて、サンプル液中に溶解している二酸化炭素及び／又は他のガスの溶解度を決定することもできる。このことは、サンプル液中に溶解しているいくつかのガスの含有量を求める必要があり、かつ、求める対象の各溶解ガスの実際の液体中の溶解度が正確に分かっていない場合、特に重要となる。このことは、サンプル液中の成分の残余が、溶解ガスの溶解度に対して強い影響力を有している場合、しばしば当てはまる。例えば、酸性飲料中の前述のガスの溶解度は、純水中の同一ガスの溶解度と大幅に異なる場合がある。

【００２３】

サンプル液中に溶解しているガスが、他の溶解ガスの全てよりも著しく多い量で存在しており、かつ、それら他のガスの溶解度が当該溶解ガスより実質的に低い場合、また、同様である場合でも、これらの他のガスは、単一のガス成分として扱われ得る。このことは、例えば、サンプルの二酸化炭素含有量と同様に、例えば空気含有量のみを求める場合、あるいは、確認済みの二酸化炭素含有量に対する他の全溶解ガスの影響のみを取り除く必要がある場合に有益である。この場合、「他の」溶解ガスの「仮の」溶解度についての方程式において、それらの実際の溶解度の加重平均値を用いることができる。

【００２４】

例えば、CO_2の含有量及び溶解度のみが必要であり、かつ、２つの次第に大きくなる体積増加（例えば１０％及び２０％）により酸素及び窒素がわずかに溶解しているのみである場合、酸素及び窒素の影響を無視できる程度に抑えることができ、その影響を考慮するための特定の体積増加工程が不要となる。酸素及び窒素の溶解度が非常に低いので、体積増加の結果、ガス相中のこれらの分圧が著しく低下し、有意なものでなくなる。

【００２５】

液体中のガスの溶解度は温度に大いに依存するため、温度条件が実質的に一定なままで行われるルーチン的な測定を除いては、サンプル液の温度を測定してその結果を計算に含

めることが望ましい場合がある。この手順において、測定チャンバを１つだけ用いてその中で体積増加工程を逐次行う場合、測定条件の一定性がシンプルな方法で確保される。

【００２６】

図２は、測定結果に対する溶解空気及び／又は窒素の影響を取り除くための多段階体積膨張の原則を、図によって説明する。CO_2含有量が、測定チャンバの２つの異なる体積膨張（例えば、１０％及び３０％）にて測定される。２つの結果が同じ場合、溶解空気も窒素も存在しないと結論付けることができ、そのため、補正は不要である。溶解空気又は窒素が存在する場合、２回目の結果は１回目の結果より低い。２つの結果の間の差異は、補正の計算に使用することができる。それによって、測定結果に対する溶解空気又は窒素の影響を取り除く。

【００２７】

いくつかの例では、測定チャンバの体積増加に、ピストン式インジェクタを使用することができる。他の例では、測定チャンバの体積増加に、再現性良く変形可能な膜（例えば、エラストマーなどでできた膜）を使用することができる。体積膨張中の流体密封性が保持されてさえいれば、測定チャンバの体積増加に、更に他の技術を使用することもできる。前述したように平衡圧を測定することに加えて、液体中に溶解している各ガスの含有量を、選択的ガスセンサを使用して決定することもできる。

【００２８】

所望により、電力制御式超音波トランスデューサを使用して、測定チャンバ内で平衡圧を適切に確立させながら、キャビテーション効果を促進することができる。使用される超音波エネルギーの量は、分析対象の特定の液体に適合され得る。

【００２９】

使用中、流体密封的な測定チャンバは、サンプル液で完全に満たされ、流体密封的に閉じられ得る。その内部空間の境界又は壁部のある部分的な領域を用いて、内部空間の体積を変化させることができる。流体密封性を完全に維持しながら、この部分的な領域の位置及び／又は表面ジオメトリーが変化する。この部分的な領域として膜を使用する場合、膜はまず標準位置及び標準ジオメトリーに配置され得る。膜は、少なくとも１つの定義済みの配置位置及び／又は表面ジオメトリーへと移動可能及び／又は変形可能であり得る。これには、それぞれの場合における調整可能な体積増加因子に対応して、測定チャンバの内部空間の体積を増加させる効果がある。液体中に溶解している２種類以上のガスを選択的に決定する場合、測定チャンバの内部空間の境界又は壁部の部分的な領域は、少なくとも２つの互いに異なる定義済みの配置位置及び／又は表面ジオメトリーへと移動可能及び／又は変形可能なように、その位置及び／又は表面ジオメトリーを変化させることができる。

【００３０】

サンプルの体積膨張を生じさせるためにピストンを採用している炭酸化測定装置の別の非限定的な例が、参照によってその全体が本明細書に援用される、Ｗｉｅｌａｎｄらによる米国特許第４，２７６，７６９号に記載されている。

【００３１】

図３に、サンプルを測定チャンバ６５内に送るための入口バルブ６４ａを有する炭酸化測定装置６０を概略的に示す。測定チャンバ６５の体積は、ピストン６３が作動することによって膨張され得る。フローバルブ６２により、測定チャンバ６５へのサンプルの流れを制御することができる。測定が完了すると、サンプルは、出口バルブ６４ｂを通って測定チャンバ６５から放出される。

【００３２】

用いられ得る第２のタイプの測定器具は、選択膜、具体的には、二酸化炭素に対して透過性であるがその他のガスに対しては不透過性であるものを用いている。サンプル中の残りの液体及びガス成分から二酸化炭素を分離した後で、好適な装置を使用して二酸化炭素レベルを決定することができる。例えば、Ｈａｃｈ　Ｏｒｂｉｓｐｈｅｒｅから入手可能なあるタイプの装置は、選択膜を透過するCO_2の量を、熱伝導率を用いて測定する。選

択膜は、図４に概略的に示すように、サンプルから二酸化炭素を分離してＣＯ$_2$リッチな透過液を生成するためのフィルタとして作用する。膜の性能は、２つの重要な特徴により決定される。それは、透過性（膜を通過する特定のガスの流れ）及び選択性（ある種のガスは通過させて別のガスは透過させないという膜による選択）である。膜分離の可能なメカニズムはいくつか存在する。例えば、クヌーセン（Knudson）拡散、分子ふるい、溶液分散による分離、表面拡散、及び毛管凝縮である。分子ふるい及び溶液分散が、多くのガス分離膜における主なメカニズムである。クヌーセン分離は、ガス分子がバルク拡散を妨げる程小さな膜細孔を通過することに基づいている。分子量に関連する、細孔壁への衝突によるガス分子の平均パス（path）の差異に基づいて、分離が行われる。具体的には、任意のガス対の選択性は、それらの分子量の平方根に逆比によって決定される。ＣＯ$_2$／Ｎ$_2$分離の場合、例えば、クヌーセン拡散では、選択性は単位元（unity）未満となることが予測される。

【００３３】

分子ふるいは、サイズ排除を利用してガス混合物を分離する。膜内の細孔は、ガス分子の動的分子（ふるい）径に対して制御されたサイズを有している。これにより、より小さなガスが、より大きなガス分子と比較してはるかに速く拡散することができる。この場合、ＣＯ$_2$／Ｎ$_2$、選択性は単位元より大きくなる。というのも、ＣＯ$_2$はＮ$_2$よりも小さい動的分子径を有しているためである。表面拡散とは、吸着されたガスが多孔質膜の細孔壁に沿って移動することである。表面拡散率は、吸着されたガスと細孔表面との間の相互作用のレベルによって決定される。したがって、分子は、相互作用の力と相対的に細孔壁に沿って拡散する。また、分離は、主に、各ガスの相互作用の程度の差異によって達成される。表面拡散は、蒸気圧が低くなったときに拡張され、吸着されたガスは細孔内で分縮される。この凝縮された成分は、ガスよりも速やかに細孔を通って拡散する。その結果、凝縮性ガスが分離される。これは、毛管凝縮として知られている。

【００３４】

高分子膜は、概して無孔質である。そのため、高分子膜に対するガスの透過は、溶液分散メカニズムによって特徴付けられる。これは、特定のガスの膜内における溶解度と、これらのガスが高密度膜マトリックスを通って拡散することとに基づいている。したがって、分離は、拡散にのみ依存しているわけではなく、膜のポリマーマトリックスに蓄積し得るガスの量を決定する、各種のガスとポリマーとの間の物理的－化学的相互作用にも依存している。

【００３５】

用いられ得る第３のタイプの測定器具は、液体サンプル中に赤外（ＩＲ）光ビームを通過させることと、屈折角を測定してサンプルの炭酸化レベルを決定することとを含む。赤外放射が、原子レベル及び分子レベルでガスに吸収される。ＣＯ$_2$の場合、多原子分子構造により、光子励起モード及びエネルギー交換率が決定される。つまり、光エネルギー吸収が起こる波長が決定される。この吸収効果は分子レベルで起こるため、所与の伝送路に沿った赤外放射の吸収は、存在する分子数によって決まる。４．２６マイクロメートルにおける吸収量は、存在するＣＯ$_2$の分子分画に正比例する。更に、圧力及び温度がガスの濃度に影響するため、吸収は、赤外吸収測定が行われる圧力及び温度にも依存する。

【００３６】

この選択的な光吸収現象は、液体中に溶解したガス成分の存在及び量を確認するための方法として応用される。例えば、一般に使用されている基本的なＣＯ$_2$感知技術は、赤外放射源（典型的には、白熱灯）及び赤外検出器（典型的には、半導体フォトダイオード）を採用しており、これらは、試験のためにガスサンプルが導入され閉鎖されたチャンバ内にある。狭帯域干渉フィルタが、フォトダイオード検出器の光窓として使用され、４．２６マイクロメートルの吸収波長に対してのみ選択的となっている。試験チャンバ内の所与の光路長に対して、既知のＣＯ$_2$ガス濃度を有するガス混合物を使用して、光検出器の出力を較正することができ、それによって、液体サンプル中に溶解したＣＯ$_2$を感知するための有用な器具が提供される。この構成の基本的な感度は、検出器に到達するＣＯ$_2$吸収

に関係しない赤外放射の量を最小化するための干渉フィルタの鋭さ、CO_2分子を含む光路長、赤外放射源の輝度安定性、及びフォトダイオード検出器の検出応答の安定性によって決まる。この方法の感度及び較正精度に影響を与え得る他の因子としては、試験チャンバを通過するガスサンプル中で起こり得る乱流、赤外放射源及び検出器の経年変化、及び放射源及び検出器の光窓上の汚れの蓄積が挙げられる。

【００３７】

ＩＲに基づく測定器具の一例が、図５に概略的に示されている。補正済みのＩＲ　CO_2センサ１００は、２つの光路を有しているが、ＩＲ放射源１０２及びＩＲ放射検出器１０３はそれぞれ１つずつ有している。一対の固定型光学干渉フィルタ１０６ａ及び１０６ｂと光チョッパ１０８との組み合わせにより、４．２６マイクロメートル（ガス減衰波長）及び３．９マイクロメートル（参照波長）における別個の独立した測定が行われる。４．２６マイクロメートルの吸収測定を３．９マイクロメートルの測定で正規化することにより、ＩＲ源１０２及び検出器１０３における経年変化の影響と、ある程度の光窓の汚れの影響とが補正される。

【００３８】

サンプルは、入口１０１ａを通ってチャンバ１０１内に導入され得、測定後は出口１０１ｂを通過し得る。チャンバ１０１は、概して筒型の形状を有し、円形の断面積を有していることがある。内部要素、すなわち、コリメータレンズ１０５、フィルタ１０６ａ及び１０６ｂ、チョッパ１０７、及び集束レンズ１０８は、チャンバ１０１の内径に概ね適合するように形状を円形とすることができる。コリメータレンズ１０５は、源１０２からの赤外放射をコリメートする。集束レンズ１０８は、放射物を検出器１０３に集中させる。レンズ１０５及び１０８は、典型的には、サファイア又はゲルマニウムのレンズである。

【００３９】

チャンバ１０１が円筒形である場合、フィルタ１０６ａ及び１０６ｂはそれぞれ半円形のジオメトリーを有し得る。一方のフィルタは、コリメートされた放射の断面の第１の半分を、チャンバ１０１の長さに沿ってフィルタリングする。他方のフィルタは、コリメートされた放射の断面の残りの半分をフィルタリングする。一方のフィルタは３．９マイクロメートルの波長に対して選択的であり、他方のフィルタは４．２６マイクロメートルの波長に対して選択的である。フィルタ１０６ａ及び１０６ｂの効果により放射路が２つに分割され、一方の半分が４．２６マイクロメートルの波長の放射を含み、他方の半分が３．９マイクロメートルの波長の放射を含む。

【００４０】

チョッパ１０７ａ及び１０７ｂは、それぞれ、フィルタ１０６ａ及び１０６ｂを通過する放射物をチョッピングする。チョッパ１０７ａ及び１０７ｂのジオメトリーはフィルタ１０６ａ及び１０６ｂのジオメトリーに適合されており、各チョッパが半円形のジオメトリーを有するようになっている。チョッパ１０７ａ及び１０７ｂは、フィルタ１０６ａ及び１０６ｂを通って送られてくる放射物を遮断したり透過させたりする交互的なシャッターとして作用する。これらは、検出器１０３が、フィルタ１０７ａからの参照信号及びフィルタ１０７ｂからのCO_2減衰信号（又はその逆）を順次周期的に受け取るように、連続的に作動する。

【００４１】

チョッパ１０７ａ及び１０７ｂは、例えば二区分液晶チョッパのように、液晶装置（liquid crystal device、ＬＣＤ）と共に提供されることもある。ＬＣＤアレイは、その上部がフィルタ１０６ａからの放射物をチョッピングするのに用いられ、その底部がフィルタ１０６ｂからの放射物をチョッピングするのに用いられるように使用され得る。このように、これら２つの部分は独立して動作可能である。

【００４２】

従来の電子回路及び処理装置（図示せず）を、チョッパ１０７ａ及び１０７ｂを制御して４．２６マイクロメートルの信号を３．９マイクロメートルの信号で正規化するために用いることができる。チョッパ１０７ｂを通る信号の減衰は、チャンバ１０１内の光路に

存在するＣＯ$_2$の量によって決まる。ＩＲ　ＣＯ$_2$センサのその他の詳細は、参照によってその全体が本明細書に援用される、Ｏｗｅｎの米国特許第６，９６９，８５７号に開示されている。

炭酸化測定槽

【００４３】

開口容器の飲料を収集して、分析に適した状態で炭酸化測定器具に提示するために、好適な炭酸化槽を用いることができる。概して、炭酸化槽は、ガスが溶解した液体の状態を保ち、ガスがサンプルから漏れることと液体サンプルに雰囲気ガスが溶解することとを回避するための好適な蓋（例えば、ネジ蓋など）を有するように構成されているべきである。

【００４４】

図６及び図７に、用いられ得る炭酸化槽５０の例を示す。槽５０は、ＴａｐＲｉｔｅから市販されている炭酸化槽（部品番号２７０１－１６Ａ及び２７０１－１５）の変形バージョンである。炭酸化槽５０は、ある体積の飲料を保持するための概して円筒形の容器５６と、流体密封的な封入体積を形成するために固定され得る蓋５４とを有している。この（市販の）槽は、ネジ蓋５４に３つの開口を有しており、これらの開口を通って計器（図示せず）が受けられる。図６に示す変形バージョンでは、３つの開口は、カバー５２ａ～５２ｃによって密封的に閉鎖されている。別の変形では、蓋５４のほぼ中央に開口が形成されており、この開口を通ってバルブ５３が配置される。バルブ５３により、流体密封状態を維持しつつ、プローブ（図示せず）を封入体積内へ挿入して容器５６からサンプルを抽出することができる。図７に示すように、ネジ５５を上でねじることにより、蓋５４を容器本体５６に固定することができる。流体密封環境を更に促進するために、ワッシャー５１を設けることができる。

【００４５】

市販の槽に対する更なる変形では、槽５０の底部５８の形状が、用いられるサンプル移送装置のレセプタクルにこの底部５８が嵌まるように変形され得る。例えば、サンプル移送装置が標準サイズの１２オンス缶を受けるように構成されている場合、槽５０がサンプル移送装置のレセプタクル内で受けられるように、炭酸化槽５０の底部５８は標準サイズの１２オンス缶の底部に対応する形状を有し得る。

【００４６】

ネジ付き筐体５４が図示されているが、ラッチ又は他のロック機構などの任意の他の好適な手段が、蓋の固定に用いられ得る。多くの場合、飲料のサンプルは、その既存の容器から（又はファウンテン分注装置から直接）槽５０内へ移送される。しかし、所望により、飲料は、その既存の容器（例えば、蓋付き又は蓋無しの使い捨てカップ）と共に槽５０内に配置され得る。この場合、プローブを、バルブ５３と使い捨てカップの蓋（もしあれば）とに挿貫して、飲料に接触させる。

【００４７】

更に、バルブ５３を受けるための開口は、筐体５４の上面の中央にあるように描かれているが、その他の様々な構成が可能であることが理解されるべきである。例えば、この開口は、上面の中央以外の筐体５４における位置に配置されることもある。この開口は、液体サンプルの移送を適切に行うことさえできれば、どの場所に配置されてもよい。

【００４８】

炭酸化槽を冷却するために、氷／水の混合物を保持する小型の浴槽（図示せず）又は他の好適なタイプの熱交換器を使用することができる。飲料サンプルを冷却することは、可能な限り多くの溶解ＣＯ$_2$をサンプル体積内に保つのに有利であり得る。

サンプル移送装置

【００４９】

特に開口容器の飲料において炭酸化レベルを測定する場合の課題の１つに、サンプルの移送における、二酸化炭素のロス及び／又は液体サンプル中への外部ガスの溶解のリスクがある。これらのリスクを最小限にするために、液体サンプルへのガス移動及び液体サン

プルからのガス移動を防止するように設計された充填システムを使用して、サンプルの移送を行うことが有益である。容器の上部空間に加圧ガスを与えることにより、例えば、サンプルからのCO_2ロスのリスクが低減される。用いられ得る市販の装置の例としては、Ａｎｔｏｎ　Ｐａａｒから入手可能なピアシング・充填システム（Piercing and Filling Device、ＰＦＤ）が挙げられる。ＰＦＤは、炭酸化槽のバルブ５３に挿貫されるプローブ（図示せず）を有している。飲料のサンプルは、移送中に二酸化炭素及び酸素などの溶解ガスの量への影響がないように、圧縮不活性ガスを用いて移送される。

【実施例】

【００５０】

（実施例１）

以下の実施例は説明を目的として提供されており、本発明の範囲を限定するものとして見なされるべきではない。図１に示すフロー図を参照して、本実施例では、前述のピアシング・充填装置（ＰＦＤ）を備えたＡｎｔｏｎ　ＰａａｒのＣａｒｂｏＱＣ器具を用いて、開口清涼飲料水の缶中の炭酸化レベルを測定するための方法について説明する。

【００５１】

最初に、サンプルの流れを確認する必要がある。図３を参照して、測定チャンバ６５を通過する流れは、充填時間が約３０秒に設定されたときに約１５０ｍＬのサンプルが消費されるようであるべきである。流量の調製は、サンプルの流れを減少させるときはフローバルブ６２を時計周りに回し、増加させるときは反時計周りに回すことによって行うことができる。流量が著しく低い又は高い場合、測定チャンバ６５内のサンプル残余又は気泡によって誤測定となることがある。流量の調整は、必要に応じて、試験を開始する前に行うべきである。しかし、操作の前の確認を毎回行う必要はない。最小流れ（flush）体積は少なくとも１５０ｍＬが必要であり、同一サンプルに対しては１００ｍＬが必要である。最小流れ時間は２０秒以上又は３５秒を超えている必要がある。

【００５２】

ビーカー又はメスシリンダーを用いて、以下のように流量を確認してもよい。サンプル出口ホース６４ｂのＴホースコネクタを、少なくとも１５０ｍＬのＤＩ水で満たされたビーカーに挿入する。「器具＞洗浄（instrument > rinse）」メニューを選択して、洗浄時間を３０秒に設定する。フローバルブ６２を約１０％の流れの位置にする、すなわち、最小流れの位置へと閉じる。以下に記載の要領で測定を行う。消費された液体の体積を確認する（１５０ｍＬであること）。体積が所要の範囲内でない場合、フローバルブ６２を少し開いて若しくは閉じて又は洗浄時間を調整して、体積が所要の範囲内となるまで上記工程を繰り返す。

【００５３】

マークボトルを用いて、以下のように流量を確認してもよい。透明の０．５Ｌ（１６オンス）又は同様のサイズのペットボトルに、「０」及び「１５０ｍＬ」の体積の印をマークする。これらの印を、水及びメスシリンダー又は秤を用いて、ボトルに正確にマークする。ボトルの「０」印まで脱イオン水を満たし、ボトルを閉じる。ボトルをＰＦＤに挿入する。「器具＞洗浄（instrument > rinse）」メニューを選択して、洗浄時間を３０秒に設定する。フローバルブ６２を約１０％の流れの位置にする、すなわち、最小流れの位置へと閉じる。以下に記載の要領で測定を行う。消費された液体の体積を確認する（１５０ｍＬであること）。体積が所要の範囲内でない場合、フローバルブ６２を少し開いて若しくは閉じて又は洗浄時間を調整して、体積が所要の範囲内となるまで上記工程を繰り返す。

【００５４】

計量により、以下のように流量を確認してもよい。飲料のボトル又は缶全体の重さを測定し、重さを記録する。パッケージをＰＦＤに挿入する。「器具＞洗浄（instrument > rinse）」メニューを選択して、洗浄時間を３０秒に設定する。フローバルブ６２を約１０％の流れの位置にする、すなわち、最小流れの位置へと閉じる。以下に記載の要領で測定を行う。パッケージをＰＦＤから取り出し、再度重さを測定する。重さが１５０ｇ減少し

ていること。
測定手順
【００５５】
炭酸化サンプルをシステムから炭酸化槽内に収集するとき、移送手順が炭酸化の読取値に影響を与える可能性があることが理解されるべきである。読取値を確実に一定とするために、サンプルをシステムから収集するための方法は、そのシステム用に標準化されているべきである。容器の上部までサンプルを満たすことが好ましい。サンプルを炭酸化槽内に収集した後、ＰＦＤへと移動させるときには炭酸化槽をとても丁寧に取り扱い、炭酸化への影響を少なくする。
【００５６】
小型の氷／水浴を準備することから開始する。炭酸化槽の底を、氷／水浴中に少なくとも１０分間置く。
【００５７】
ＰＦＤのサンプルチューブを、最も高い位置へと移動させる。安全シールドを完全に押し上げる。ペットボトルアダプタを取り外す。必要に応じて、ピアシングヘッドの位置を調整する。炭酸化槽の底を氷浴から取り出す。炭酸化槽の底に残っている水を振り落とす。測定が行われているシステムから炭酸化サンプルを取得する。炭酸化槽の底を水平面に載置し、キャップをねじって固く締める。炭酸化槽をＰＦＤに挿入する（底が切り欠き部にぴったり嵌まっていること）。安全ピンが噛み合うまで安全シールドを押し下げる。安全シールドを下方で保持して、作動レバーを引く。ＰＦＤのサンプルチューブを、炭酸化槽の底から約１／４インチのところまで下ろして（底への接触は避ける）、炭酸化槽に入れる。そして、サンプルチューブを固定する。
【００５８】
次に、炭酸化測定器具において、試験を行うサンプル（例えば、砂糖入り清涼飲料水、ダイエット清涼飲料水など）に対して適切な方法を選択する。異なる方法が、異なる飲料中の二酸化炭素の異なる溶解度に対応する。ボトル又は缶内に存在する上部空間のガスと液体との間の二酸化炭素の配分に対応する、カスタムな方法を作成することができる。
【００５９】
＜開始（Start）＞を押して測定を開始する。まず測定チャンバを洗浄し、新しいサンプル１５０ｍＬで満たす。測定チャンバを目視点検して、サンプルの流れに泡がないことを確認する。約１５秒後に泡が消えない場合は、フィルタの掃除が必要な場合がある。圧縮ガス供給の圧力を確認する。この圧力は、６±０．５ｂａｒ相対（８７±７ｐｓｉ）であるべきである。
【００６０】
洗浄が終了すると、分析が開始する。ピストンが第１の停止まで下方に移動し、その後第２の停止まで移動する。この間、撹拌器は連続的に作動している。サンプルにおける微粒子（例えば、パルプ）の含有量が多い場合、フィルタの目が詰まりやすくなる。これにより、測定チャンバ内の圧力が低下する傾向にあることがある。サンプル充填中の圧力を確認すること。ＰＦＤを使用する場合、圧力は５ｂａｒ（７０ｐｓｉ）を下回るべきではない。完全に目詰まりした場合、フィルタと測定チャンバとの間のホース及び測定チャンバ自体の中で泡及び気泡が形成される。
【００６１】
測定結果が得られるまで約９０秒待つ。測定結果が表示され、メモリに記憶され、所望によりプリントアウトされる。その後、ピストンが上に移動する。ただし、測定チャンバは閉じたままである。
【００６２】
ＰＦＤにおいて、サンプルチューブを最も高い位置まで上に移動させて固定する。作動レバーを押して、システムの通電をオフにする。安全シールドを最も高い位置まで上に移動させて、炭酸化槽を取り出す。任意で、正確な量のサンプルがボトル又は缶から取り出された否かを、秤を用いて確認する。

【００６３】
更なる測定を行わない場合は、システムを掃除する。最後のサンプル測定から３０分より長くこの器具を使用しない場合は、器具を脱イオン水で洗浄する。脱イオン水を用いた通常のゼロ点チェックは、器具の適正な機能を確保する助けとなる。脱イオン水を用いて行われるゼロ点チェックは、０±０．０２ｖｏｌ（０±０．０３ｇ／Ｌ）であるべきである。ゼロ点チェック及び調整がCO_2を含有する水を用いて行われると、不当なオフセットが生じる。

【００６４】
平衡化されたサンプルのみを測定チャンバに移送するべきである。分析を行う前にサンプルが平衡化（シェイク）されていないと、誤った結果又は不十分な再現性が得られることになる。

【００６５】
ＣａｒｂｏＱＣのディスプレイに表示される充填圧は５．５～６ｂａｒ相対（７９ｐｓｉ～８７ｐｓｉ）であるべきであり、測定チャンバは泡のない状態で充填されるべきである。サンプル充填中のサンプル圧力が低すぎると、サンプルチャンバ内に泡が生じることがある。その結果、開始時の体積に気泡が含まれ、得られる結果が不正確になる。

【００６６】
以下の表１に、缶入りのＰｅｐｓｉ（登録商標）ブランドの清涼飲料水に基づく、単一及び多重実験室検証（single-and multi-laboratory validation）データを示す。缶を使用した多重実験室において、平均ガス体積が３．６及び２％　ＲＳＤが１％（標準的なＣａｒｂｏＱＣ手順、ＴＭ２００．０８２で測定）のとき、この手順（ＡＭＳ－００１）により測定される炭酸化は、缶が冷蔵されている状態で、２％　ＲＳＤが２．７１％で平均ガス体積が３．４となることが予期される。単一実験室の結果も同様である。ＴＭ２００．０８２によれば２％　ＲＳＤが１．０７％で平均ガス体積が３．６２、ＡＭＳ－００１によれば２％　ＲＳＤが２．２６％で平均ガス体積が３．４３である。

【００６７】
以下の表２に、Ｍｏｕｎｔａｉｎ　Ｄｅｗ（登録商標）ブランドの清涼飲料水に関するデータを示す。多重実験室の結果により、これら２つの結果の間の差異が最小であることが示唆される。ＴＭ２００．０８２では、２％　ＲＳＤが１．６８％で平均ガス体積が２．４１となり、ＡＭＳ－００１では、２％　ＲＳＤが１．６９％で平均が２．３５であった。

【００６８】
【表１】
表１：Ｐｅｐｓｉ（登録商標）

	多重実験室		単一実験室	
	TM200.082	AMS−001	TM200.082	AMS−001
平均	3.60	3.40	3.62	3.43
プールした標準偏差	0.0179	0.0460	0.0194	0.0387
2% RSD	1.00%	2.71%	1.07%	2.26%

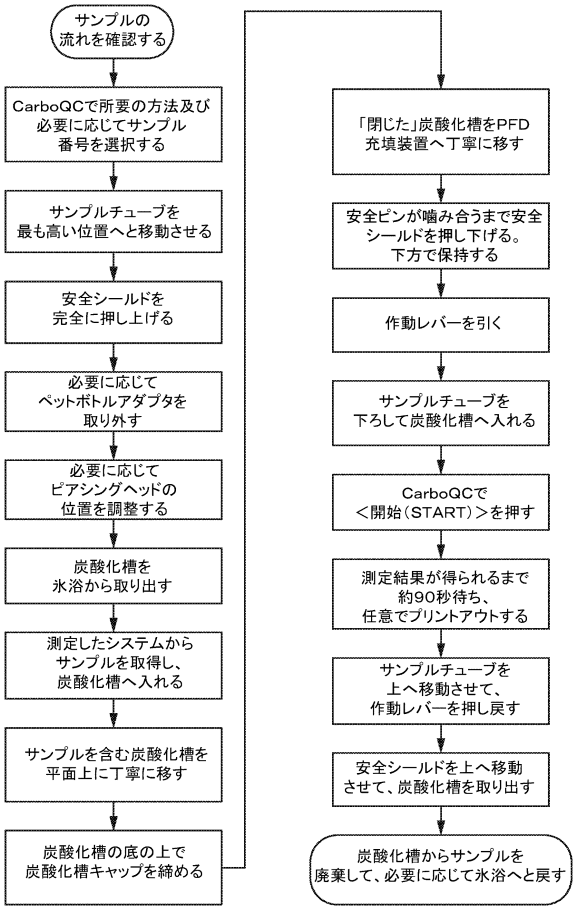
【００６９】
【表２】
表２：Ｍｏｕｎｔａｉｎ　Ｄｅｗ（登録商標）

	多重実験室	
	TM200.082	AMS−001
平均	2.41	2.35
プールした標準偏差	0.0202	0.0199
2%RSD	1.68%	1.69%

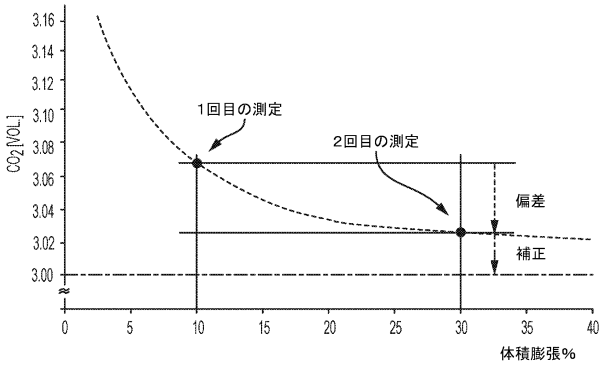
【００７０】
上述の説明は説明のためのものであり、限定を意図したものではないことが理解されるべきである。本明細書において記載及び特許請求される発明の精神又は範囲から逸脱しな

い限りにおいて、様々な変形が可能であることが理解されるべきである。

【図１】



【図２】



【図３】

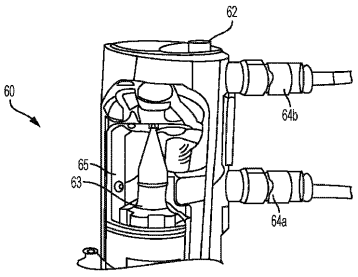
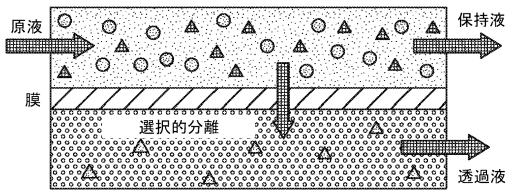
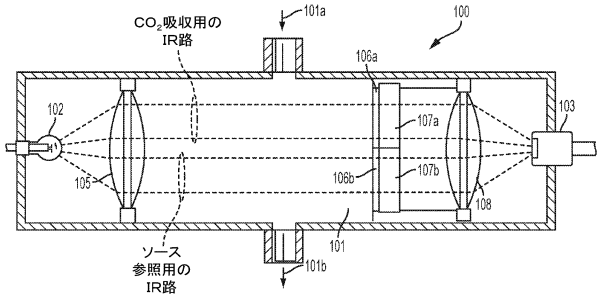


FIG. 3

【図４】



【図５】



【図６】

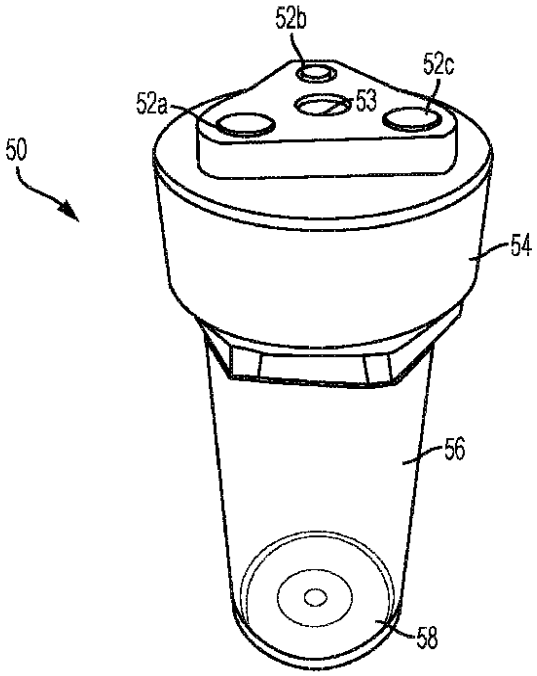


FIG. 6

【図７】

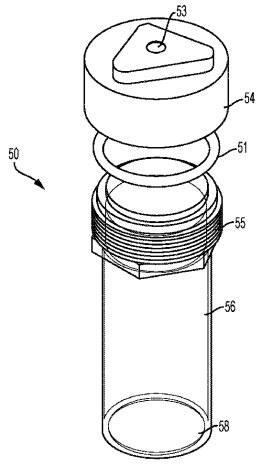


FIG. 7

フロントページの続き

(72)発明者 ヘリオット・モイズ
アメリカ合衆国１０５７７ニューヨーク州パーチェス、アンダーソン・ヒル・ロード７００番、ペプシコ・インコーポレイテッド内
(72)発明者 ミン・フォン・ジェン
アメリカ合衆国１０５７７ニューヨーク州パーチェス、アンダーソン・ヒル・ロード７００番、ペプシコ・インコーポレイテッド内

合議体
審判長 福島 浩司
審判官 蔵田 真彦
審判官 井上 博之

(56)参考文献 特開２００９－１５６６４７（ＪＰ，Ａ）
米国特許出願公開第２００３／００２９２２８（ＵＳ，Ａ１）
特開２００１－２７８３１２（ＪＰ，Ａ）
特開２００８－８９６０４（ＪＰ，Ａ）
独国特許出願公開第１０３５２９２４（ＤＥ，Ａ１）
米国特許第３８４９０７０（ＵＳ，Ａ）
ＯＮＯ ｅｔ ａｌ.、Ｆｏａｍｉｎｇ ａｎｄ Ｂｅｅｒ Ｆｌａｖｏｒ、ＪＯＵＲＡＮＬ ｏｆ ｔｈｅ ＡＭＥＲＩＣＡＮ ＳＯＣＩＥＴＹ ｏｆ ＢＲＥＷＩＮＧ ＣＨＥＭＩＳＴＳ、米国、１９８３発行、Ｖｏｌ．４１、Ｎｏ．１、１９－２３
ＫＯＳＩＮ ｅｔ ａｌ.、Ｈｏｗ ｔｈｅ Ｍｅｔｈｏｄ ｏｆ Ｂｅｅｒ Ｄｉｓｐｅｎｓｅ Ｉｎｆｌｕｅｎｃｅｓ ｔｈｅ Ｓｅｒｖｅｄ ＣＯ2 Ｃｏｎｔｅｎｔ ａｎｄ ｔｈｅ Ｓｅｎｓｏｒｙ Ｐｒｏｆｉｌｅ ｏｆ Ｂｅｅｒ、Ｊｏｕｒｎａｌ ｏｆ ｔｈｅ ＡＳＢＣ、米国、２０１２発行、Ｖｏｌ．７０、Ｎｏ．２、１０３－１０８
ＷＨＩＴＥＡＲ ｅｔ ａｌ.、Ａ ＮＥＷ ＩＮＳＴＲＵＭＥＮＴＡＬ ＭＥＴＨＯＤ ＦＯＲ ＭＥＡＳＵＲＩＮＧ ＴＨＥ ＣＡＲＢＯＮ ＤＩＯＸＩＤＥ ＣＯＮＴＥＮＴ ＯＦ ＣＡＲＢＯＮＡＴＥＤ ＢＥＶＥＲＡＧＥＳ、Ｊ．Ｉｎｓｔ．Ｂｒｅｗ、米国、１９８０発行、Ｖｏｌ．８６、２２４－２２５

(58)調査した分野(Int.Cl., ＤＢ名)
G01N1/00-1/44, 5/00-9/36, 21/3504, 33/14