

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2017年10月5日(05.10.2017)



(10) 国際公開番号
WO 2017/169680 A1

- (51) 国際特許分類:
G01M 3/20 (2006.01) *G01M 3/04* (2006.01)
F16J 15/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2017/009878
- (22) 国際出願日: 2017年3月13日(13.03.2017)
- (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 2016-065003 2016年3月29日(29.03.2016) JP
- (71) 出願人: 東洋製罐グループホールディングス株式会社(TOYO SEIKAN GROUP HOLDINGS, LTD.) [JP/JP]; 〒1418627 東京都品川区東五反田2丁目18番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 渡辺 学夫(WATANABE, Manabu); 〒1418627 東京都品川区東五反田2丁目18番1号 東洋製罐グループホールディングス株式会社内 Tokyo (JP). 新宮 充久(SHINGUU, Mitsuhisa); 〒1418627 東京都品川区東五反田2丁目18番1号 東洋製罐グループホールディングス株式会社内 Tokyo (JP). 赤路 康一(AKAJI, Kouichi); 〒

1418627 東京都品川区東五反田2丁目18番1号 東洋製罐グループホールディングス株式会社内 Tokyo (JP). 津野田 雅久(TSUNODA, Masahisa); 〒1418627 東京都品川区東五反田2丁目18番1号 東洋製罐グループホールディングス株式会社内 Tokyo (JP). 隅谷 栄伸(SUMITANI, Hidenobu); 〒6660026 兵庫県川西市南花屋敷4丁目23番2号 公益財団法人東洋食品研究所内 Hyogo (JP). 大木 伽耶子(OGI, Kayako); 〒6660026 兵庫県川西市南花屋敷4丁目23番2号 公益財団法人東洋食品研究所内 Hyogo (JP).

(74) 代理人: 小野 尚純, 外(ONO, Hisazumi et al.); 〒1050003 東京都港区西新橋三丁目5番2号 西新橋第一法規ビル Tokyo (JP).

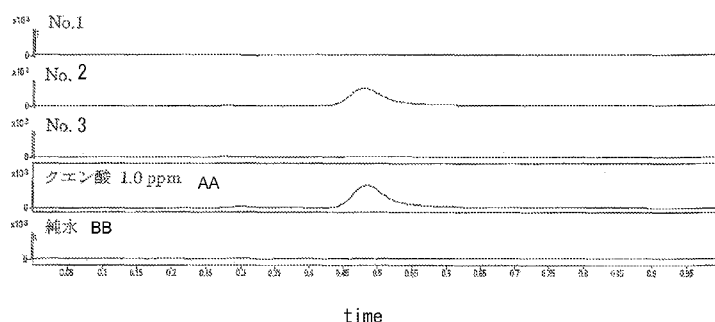
(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG,

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR DETECTING SEALING PROPERTIES OF CONTAINER

(54) 発明の名称: 容器の密封性検査方法

[図1]



AA Citric acid 1.0 ppm
BB Pure water

(57) Abstract: According to the present invention, there is provided a method for detecting the sealing properties of a container in which a liquid is filled and sealed, wherein: pure water is filled into and sealed in the container; the container in which the pure water is filled and sealed is held in an aqueous solution of a water-soluble organic compound, whereby a process in which the water-soluble organic compound infiltrates the container is performed; and subsequently the pure water filling the container is drawn out and the amount of the water-soluble organic compound that has infiltrated the pure water is measured by liquid chromatograph/mass spectrometer, whereby the sealing properties of the container are detected.

(57) 要約: 本発明によれば、液体を充填・密封する容器の密封性検査方法において、前記容器内に純水を密封・充填し; 前記純水が充填・密封された容器を、水溶性有機化合物の水溶液中に保持することにより該容器内への水溶性有機化合物の侵入処理を行い; この後、該容器内に充填された純水を取り出し、液体クロマトグラフ・質量分析計により、該純水中に混入した前記水溶性有機化合物の量を定量することにより、前記容器の密封性を検査する。



WO 2017/169680 A1



SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ,
UA, UG, US, UZ, VC, VN, 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, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユー
ラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨー
ロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE,

ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV,
MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称： 容器の密封性検査方法

技術分野

[0001] 本発明は、液体を充填・密封する容器の密封性検査方法に関する。

背景技術

[0002] 可撓性樹脂から成るボトル及びカップ等の容器は、容易に成形され且つ量産することが可能であるばかりか、軽量であることなどから、各種飲料等の液体が充填された飲料詰め容器として広く使用されている。

[0003] このような飲料詰め容器では、衛生上の観点から、飲料及び容器（蓋を含む）がいずれも殺菌されていることが必要である。例えば、飲料等の液体を加熱殺菌して高温のまま容器に充填・密封する、或いは液体を容器に充填・密封してレトルト殺菌する、という充填・殺菌法が一般に採用されている。また、容器及びキャップを殺菌剤や熱水によって殺菌しておき、加熱殺菌及び冷却された飲料等の液体を充填・密封するという充填・密封の全ての工程を無菌環境下で行うアセプティック充填法も広く採用されている。

[0004] さらに、加熱を伴わない殺菌方法として、高圧処理を利用する方法も知られている（例えば特許文献１）。

この方法は、まず、食品等の被処理液体が充填・密封されている可撓性容器を、高圧シリンダ内における圧媒を有していない空の処理室に前記容器を充填する。その後、前記容器を圧縮することで被処理液体を取り囲んでいる液体に等方圧を発生させて、被処理液体を高圧処理する。これにより殺菌或いは静菌（菌の不活性化）が行われるというものである。この方法では、食品等の被処理液体の加熱が不要であるため、被処理液体中の各種成分の加熱劣化が防止され、さらに異臭の発生もない。従って、このような高圧処理による殺菌方法は、非炭酸系の飲料、例えば各種の果汁や、トマトなどに代表される野菜のジュースなどの充填・密封に特に有用である。非炭酸系の飲料は、鮮度が要求されるため、加熱による鮮度低下を防止することが求められ

ているからである。

このような背景から、本出願人は、非炭酸系飲料が充填された容器を高圧処理する容器詰め飲料の製造方法を提案した（特開 2016-208966）。

[0005] ところで、飲料詰め容器としては、上述した種々の殺菌方法と同時に、容器の密封性を確保することが重要である。例えば、ヒートシールなどの融着によらず、蓋体を用いての物理的接触や嵌合などにより容器をシールする手段では、この密封状態を確認することが必要となる。特に、水を加圧媒体とする高圧処理を利用した殺菌方法では、液体（内容液）が充填・密封されている容器を、圧力室内で水中に保持して加圧される。そのため、加圧媒体である水の浸入が著しく微量の場合、具体的には僅か 1 滴程度の水の侵入であっても（マイクロリーク）、加圧媒体である水を介して微生物が容器内に侵入してしまう。その結果、内容液の変敗などを生じてしまうことがある。このため、液体が充填・密封される容器の密封性を精度よく検査することが極めて重要となる。

[0006] 容器の密封性を検査する方法としては、ジエチルパラフェニレンジアミン（D P D）が塩素による酸化によって発色することを利用して、比色によって塩素濃度を測定する方法（D P D 法）が一般に採用されている。

[0007] D P D 法での検出限界は、残留塩素濃度で 0.1 ppm であり、検出限界としては問題のないレベルにあるが、この反応の発色は極めて不安定であり、残留塩素が存在しない場合にも、数秒で発色してしまうという問題がある。即ち、残留塩素濃度による密封性の検査は、その精度が低い。また、残留塩素がある程度の濃度で存在するようなサンプルについての濃度測定には利用できるが、残留塩素を含んでいないか或いは残留塩素濃度が極めて低いサンプルについての濃度測定には利用できない。例えば、上述した水を加圧媒体とした高圧処理に適用し得るような密封性を有しているか否かを判断するための検査方法としては適当でない。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：特開平5－23118号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 従って、本発明の目的は、液体を充填・密封する容器について、僅かな密封不良（マイクロリーク）でも高精度で検出可能な容器の密封性検査方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明によれば、液体を充填・密封する容器の密封性検査方法において、
前記容器内に純水を密封・充填し、
前記純水が充填・密封された容器を、水溶性有機化合物の水溶液中に保持することにより該容器内への水溶性有機化合物の侵入処理を行い、
この後、該容器内に充填された純水を取り出し、液体クロマトグラフ・質量分析計により、該純水中に混入した前記水溶性有機化合物の量を定量する、
容器の密封性検査方法が提供される。

[0011] 本発明の検査方法においては、
（１）前記容器がボトルであり、該ボトルに前記純水を充填した後、該ボトルの口部にキャップを螺子装着することにより密封性を確保するものであること、
（２）前記容器は、前記純水を充填・密封した後、高圧処理が行われるものであること、
（３）前記純水が充填・密封された容器をパウチに挿入し、次いで、該パウチ内に前記水溶性有機化合物の水溶液を充填し、この後、該パウチの開口部をヒートシールし、この状態で高圧処理を行うことにより、前記水溶性有機化合物の侵入処理を行うこと、
（４）前記水溶性有機化合物が、20℃での水に対する溶解度（w／v％）が1g／100ml以上であること、

- (5) 前記水溶性有機化合物が、有機カルボン酸、アミノ酸またはポリフェノールであること、
 - (6) 前記水溶性有機化合物がクエン酸であること、
 - (7) 定量された純水中の前記水溶性有機化合物の量から、該純水中に侵入した水の量を算出すること、
- が好適である。

発明の効果

[0012] 本発明の容器の密封性検査方法では、純水を容器に充填・密封し、これを水溶性有機化合物の水溶液中に保持して水溶液有機化合物の容器内への侵入処理が行われる。容器内の純水中に移行した水溶性有機化合物の量は、液体クロマトグラフ・質量分析計により定量され、この量により容器の密封性が十分に確保できているか否かが検査される。

かかる検査方法によれば、極めて僅かな密封不良も確認することができる。例えば、定量された純水中の前記水溶性有機化合物の量から、該純水中に侵入した水の量を算出することにより、内容液の変敗を生じるような侵入水の量を算出することができる。これにより、内容液の変敗を生じないような密封性が確保されているか否かを検査することができる。具体的には、液体クロマトグラフ・質量分析計の検出限界が0.1 ppmであった場合、250 mlの容器に、20 w/v %の水溶性有機化合物の侵入水量を計算でき、その検出限界は0.125 μ lと計算できる。

また、僅かな密封不良を検出することができるため、例えば、螺子キャップを容器口部に装着して密封性を確保するような密封手段において、本発明の容器の密封性検査方法を適用することにより、螺子キャップの適正な巻き締め角度を判定することができる。これは、本発明の大きな利点である。

図面の簡単な説明

[0013] [図1]本発明の容器の密封性検査方法において、純水中に侵入した水溶性有機化合物（クエン酸）の量を定量するために使用される液体クロマトグラフ・質量分析計により得られた全イオンカレントクロマトグラムのチャートの例

を示す図。

発明を実施するための形態

[0014] 本発明の容器の密封性検査方法は、検査試料液として純水を使用し、検出液として水溶性有機化合物の水溶液を使用する。即ち、密封性を確認するための容器内に検査試料液である純水を充填し、密封した後、所定の侵入処理を行い、純水中に移行する水溶性有機化合物の量を定量することにより、密封性を検査するというものである。

[0015] 検査試料液として使用する純水は、各種の塩類（イオン）や残留塩素及びその他の不純物を蒸留、イオン交換、逆浸透等により除去したものであり、例えば導電率が $1 \sim 10 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ のものが使用される。

[0016] また、検出液に使用される水溶性有機化合物としては、 20°C での水に対する溶解度（ $w/v\%$ ）が $1 \text{ g} / 100 \text{ ml}$ 以上のものが好適に使用される。水に対する溶解度が低いものは、後述する侵入処理によって容器内（純水）への移行量が少なく、検出液として不適當である。

このような溶解度を有する水溶性有機化合物として、例えば、クエン酸、リンゴ酸、酒石酸等の有機カルボン酸類（好ましくは、液体クロマトグラフ・質量分析計の移動相として多用するギ酸、酢酸を除く）、グルタミン酸などのアミノ酸類、カテキンなどのポリフェノール類を挙げることができる。水に対する溶解度が最も高く且つ容易に入手できるという観点から、クエン酸が最も好適である。

[0017] また、検査対象の容器の形態や該容器に適用される密封手段は、特に限定されるものではない。例えばヒートシールにより密封されるカップ状容器などにも本発明を適用することは可能であるが、本発明は、容器の口部に蓋体を物理的に接触させて密封を形成するボトルに好適に適用される。このような密封形式を採用する場合、特に密封性が問題となるため、本発明の利点を効果的に活かすためにも、このような密封形式が採用されるボトルの密封検査に本発明は好適である。

また、上記のような蓋体による密封形式の中でも、螺子係合の蓋体である

キャップをボトルの口部に装着する螺子タイプのものが、本発明の利点を最大限に活用することができる。即ち、キャップをボトル口部に打栓して嵌め込むタイプの密封形式では、密封性を検査することはできたとしても、この結果に応じて密封性を調整することはできないが、螺子タイプのものでは、先にも述べたように、キャップの巻き締め角度を調整し、例えば設定よりも大きな巻き締め角度で巻き締めることにより、密封性を調整することが可能となるからである。

[0018] 本発明においては、上述した密封形式が採用される容器内に、検査試料液である純水を充填し、該容器を密封した後、この容器（以下、検査容器と呼ぶことがある）を検出液である水溶性有機化合物の水溶液中に保持して侵入処理を行う。

このとき、用いる水溶性有機化合物水溶液の濃度は、質量分析装置の検出感度を最大に活かす理由から、飽和濃度で行うことも良いが、クエン酸のような十分に溶解性の高い物質であれば、20 w/v %以下の濃度でも良い。

[0019] 侵入処理は、例えば、パウチ内に検査容器を入れ、さらに、上記の検出液をヘッドスペースが形成されないように充填した後、このパウチの開口部をヒートシールにより閉じ、この状態に、検査容器を一定時間保持することにより行われる。この保持条件は、検査しようとする容器が採用される殺菌方式等に応じて同等の負荷がかかるように設定される。

[0020] 例えば、高圧処理による殺菌が行われる容器では、高圧処理と同等の温度で且つ同等の圧力が同等時間加わるように保持する。また、内容液が熱間充填された後冷却される容器では、同等の温度に加熱し次いで冷却して検査容器内が減圧状態に維持されるようにして侵入処理が行われる。

[0021] 尚、上記の侵入処理に用いるパウチは、異物の侵入が防止され、水溶性有機化合物の酸化劣化が生じない程度の適度な密封性を示すものであればよく、その材質は制限されない。例えば、ポリエチレン等のポリオレフィンフィルムからなるものであってもよいし、エチレンビニルアルコール共重合体等のガスバリア性樹脂の中間層を備えた多層フィルムであってもよい。

[0022] 上記の侵入処理の終了後は、パウチから検査容器を取り出す。この容器表面に検出液（水溶性有機化合物の水溶液）が残存しないように、水洗し、乾燥した後、該容器内に充填されている純水の一部を汚染がないようにピペット等で、液体クロマトグラフィー測定用の試験管瓶に取り出す。具体的には、容器の底部或いは胴部に半田ゴテ等により孔をあけ、ピペットで取り出せばよい。

[0023] このようにして検査容器から取り出された純水中の水溶性有機化合物の濃度を、それ自体公知の液体クロマトグラフ・質量分析計を用いて定量する。

かかる定量は、例えば、既知の濃度の水溶性有機化合物の水溶液を用いて検量線を作成しておき、この検量線に基づいて水溶性有機化合物の濃度を算出することにより行われる。

[0024] 例えば、全イオンカレントクロマトグラムのチャートを示す図1を参照して、純水のチャートではピークが存在していないが、クエン酸濃度が1 ppmの水溶液のチャート0.5 min前後のところにクエン酸に由来するピークが存在している。このようにして、濃度既知のクエン酸水溶液を用いてピークの高さから検量線を作成しておく。

図1には、上記の純水及びクエン酸1 ppmのチャートと共に、試料No. 1～3のチャートが示されている。即ち、このチャートから、試料No. 1及び3は、クエン酸のピークが発現しておらず、液体クロマトグラフ・質量分析計の検出限界が1 ppmであった場合においてはクエン酸濃度が検出限界以下であり、クエン酸が侵入しておらず、従って密封性が有効に保持されていることが判る。

また、試料No. 2では、クエン酸のピークが発現しており、このピーク強度から、0.93 ppmのクエン酸が容器内に侵入しており、密封性を調整することが必要であることがわかる。また、このクエン酸量から、後述する水溶性化合物の定量からの侵入水量算出方法により、容器内に侵入した水の量（侵入水量）も算出することができる。例えば、検出液として20 w/v %濃度のクエン酸水溶液を使用し、容器の充填水量を250 mlとした場

合には、1.25 μ lの水が容器内に侵入していたと計算できる。

[0025] 本発明によれば、このようにして、検査対象の容器の密封性を精度よく検査することができ、この検査結果に応じて、密封性の調整を行うこともできる。

特に本発明は、各種の果汁やジュースなどの非炭酸飲料が充填・密封される容器において、鮮度を損なわずに殺菌するために高圧処理が行われる容器の密封性の確認のために好適に適用される。

実施例

[0026] 本発明の優れた利点を次の実験例で説明する。

液体クロマトグラフ・質量分析計による水溶性有機化合物の定量、水溶性有機化合物の定量から侵入水量を求めることの可否を確認するため、以下の分析、定量を行った。

[0027] <液体クロマトグラフ・質量分析計の分析条件>

(1) 分析機器・分析条件

液体クロマトグラフ装置：アジレントテクノロジー社製 1260 Infinity Series

質量分析装置：アジレントテクノロジー社製 6430 Triple Quad LS/MS

カラム：SB-C18 ZORBAX (ϕ 1.8 μ m, 2.1×50mm)

移動相：0.1%ギ酸、流速0.4 ml/min

フラグメンター電圧：75 V

乾燥ガス：窒素ガス (350°C)

乾燥ガス流量：12 l/min

ネブライザー圧：60 psig

キャピラリー電圧：3500 V

オープン温度：40°C

注入量：5 μ l

イオン化法：E S I（選択イオンモニタリング法（ m/z 191. 1））

測定：N e g a t i v e 検出モード

測定時間：1 分間

（２）クエン酸検量線の作成

和光純薬工業社製クエン酸試薬（特級、純度＞98%）を用いて10 ppmの標準溶液を作成し、段階的に希釈を行い、0. 1 ppm, 0. 25 ppm, 0. 5 ppm, 1. 0 ppmのクエン酸水溶液を作成した。その後、0. 45 μ mメンブランフィルタでろ過後、測定に供した。測定から得られたクエン酸由来シグナル（ m/z 191. 1）の積分値から、検量線を作成した。

（３）水溶性化合物の定量からの侵入水量算出方法

充填水量をX ml、水溶性化合物の濃度をY w/v%、液体クロマトグラフ・質量分析計による水溶性化合物の検出量をZ ppmとした時、下記計算式により侵入水量（ μ l）を算出できる。

<計算式>

$$\text{侵入水量（}\mu\text{l）} = Z / 10000 Y * 1000 X$$

例えば、容器の充填水量が250 mlであり、20 w/v%クエン酸水溶液を用いて後述する方法で試験を行った場合、クエン酸の検出量が1 ppmであった場合の侵入水量（ μ l）は、 $1 / (10000 * 20) * 1000 * 250 = 1. 25$ となる。

[0028] <実験1>

満注容積268 mlのPETボトルに3. 3℃の純水を250 ml充填し、38 ϕ ポリエチレン樹脂製キャップをボトル口部にゼロ位置で嵌合し、所定角度365度巻締めて密封した各種サンプルボトルを作成した。

その後、各種サンプルボトルをナイロン／ポリエチレンの多層フィルムから成るパウチに挿入し、20 w/v%濃度のクエン酸水溶液（検出液）を、ヘッドスペースを形成せずに充填してパウチの開口部をヒートシールした。これらのパウチを水温3. 3℃、600 MPa、2分の高圧加工処理を行っ

た。

[0029] 上記の高圧処理後、ボトルをパウチから取り出し、ボトル表面にクエン酸溶液が残存しないように水道水で洗浄、乾燥後、半田ごてで胴部に孔を空け、ピペットにてボトル内の純水を汚染が無いようにP Sスクリー管瓶に2 m l採取した。

この採取した純水を、液体クロマトグラフ・質量分析計を用いて分析し、上述した予め分析して求めた検量線からクエン酸濃度を定量した。このクエン酸濃度から侵入水量を求めたところ、定量限界のクエン酸濃度0. 1 p p m以下、侵入水量0. 1 2 5 μ l以下であった。

なお、1 p p mのクエン酸標準溶液の測定データからS / N（信号 / ノイズ）比を求め、その3倍を検出限界として算出した結果、上述した分析機器と分析方法を用いた試験法での検出限界は0. 1 p p m以下であった。即ち、充填水量が2 5 0 m lであり、2 0 w / v %濃度のクエン酸水溶液が使用された場合においては、計算により、侵入水量は0. 1 2 5 μ l以下となる。ただし、上述した検出限界については、分析機器の検出感度に依存するため、高感度な装置を用いた場合の検出限界は上述の限りではなく、更に低い濃度を検出限界としても良い。

[0030] 一方、上記キャップの所定角度を1 8 0度まで1 0度ずつ緩めて巻締めたサンプルを作成し、同様にクエン酸濃度を定量し、このクエン酸濃度から侵入水量を求めた。その結果、所定角度が2 5 0度でクエン酸濃度5 6 p p m、侵入水量0. 0 7 m l、所定角度が2 0 0度でクエン酸濃度2 4 0 p p m、侵入水量0. 3 m lとなることが判明した。

[0031] <実験2>

それぞれ γ 線で殺菌した満注容積2 6 8 m lのP E Tボトルと3 8 ϕ ポリエチレン樹脂製キャップとを用意した。

上記のP E Tボトルに、殺菌済み加糖ブイヨン培地2 5 0 m lを無菌的に充填し、前記実験1の液体クロマトグラフ・質量分析計で求めた侵入水量の0. 0 7 m lとなるように、上記のキャップを、所定角度2 5 0度で巻締め

て無菌的に密封したサンプルボトルを100本作成した。

これらのサンプルボトルを、*Bacillus subtilis* 芽胞 10^5 cell/ml 液が充填されたナイロン/ポリエチレンの多層フィルムから成るパウチに挿入した。その後、ヘッドスペースを形成せずにヒートシールし、水温3.3℃、600Mpa、2分の高圧加工処理を行った。

この結果、サンプルボトル100本全て変敗が生じなかった。

[0032] <実験3>

実験2において、前記実験1の液体クロマトグラフ・質量分析計で求めた侵入水量の0.3mlになるように、キャップを所定角度200度で巻締めた以外は、同様にサンプルボトルを100本作成して高圧加工処理を行った。

この結果、サンプルボトル100本中、11本の変敗が観察された。

[0033] <実験4>

それぞれ、 γ 線で殺菌した満注容積268mlの耐熱PETボトルと38φポリエチレン樹脂製キャップとを用意した。

次いで、120℃で殺菌済みの加糖ブイヨン培地250mlを88℃で、上記の耐熱PETボトルに充填し、前記実験1の液体クロマトグラフ・質量分析計で求めた侵入水量の0.07mlになるように、上記のキャップを、所定角度250度で巻締めて密封したサンプルボトルを100本作成した。

これらのサンプルボトルを、*Lactobacillus brevis* 10^5 cell/ml 液を注入したバケツにそれぞれ入れて3.3℃に冷却した。

この結果、サンプルボトル100本全て変敗が生じなかった。

[0034] <実験5>

実験4において、前記実験1の液体クロマトグラフ・質量分析計で求めた侵入水量の0.3mlになるように、キャップを所定角度200度で巻締めた以外は、同様にサンプルボトルを100本作成して冷却を行った。

この結果、サンプルボトル100本中、20本の変敗が観察された。

[0035] 尚、上記の実験において、侵入水量と変敗の関係については、J. Gilchristらの金属缶内への水侵入量と変敗の関係を求める研究（Lactobacillusを用いたバイオテスト）での水侵入量が0.069mlで変敗がなく、0.265mlで膨張変敗が発生したとの報告を基準とした。

[0036] <考察>

上記実験1乃至5によれば、水溶性有機化合物を用いた液体クロマトグラフ・質量分析計によって水溶性有機化合物を定量し、この水溶性有機化合物濃度から侵入水量を求めることにより、ボトルとキャップの巻締めの所定角度と、水溶性有機化合物濃度、侵入水量の関連付けが極めて容易に行われる。その結果、ボトル詰め飲料の製造等のボトルとキャップの密封性の確認に適用することにより、その密封性の確認を高精度、迅速に行えることが判る。

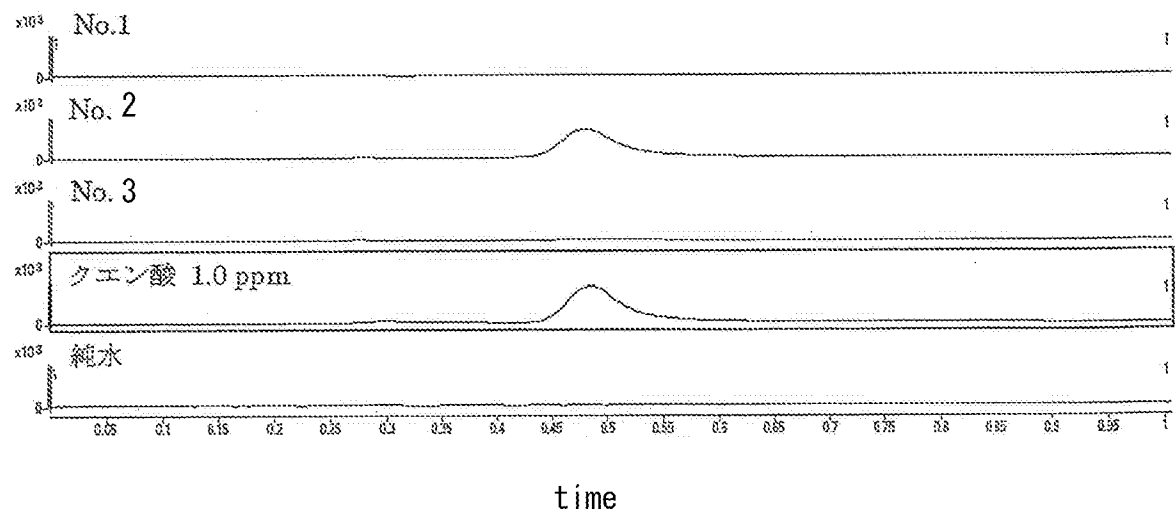
[0037] また、上記実験2、3によれば、例えば、10℃以下の低温条件下で調製された非炭酸系飲料をボトルに充填・密封し、前記飲料が充填されたボトルを高圧加工処理するボトル詰め飲料の製造において、上述した実験1の関連付けを適用することにより、高圧加工処理時のマイクロリークと処理水の汚染等による飲料の変敗を防止するボトルとキャップの密封性の確認方法として、高精度、迅速に行えることが判る。

さらに、上記実験4、5によれば、例えば、熱間充填される飲料をボトルに充填するボトル詰め飲料の製造において、上述した実験1の関連付けを適用することにより、冷却後の負圧吸い込みによる飲料の変敗を防止するボトルとキャップの密封性の確認方法として、高精度、迅速に行えることが判る。

請求の範囲

- [請求項1] 液体を充填・密封する容器の密封性検査方法において、
前記容器内に純水を密封・充填し、
前記純水が充填・密封された容器を、水溶性有機化合物の水溶液中に保持することにより該容器内への水溶性有機化合物の侵入処理を行い、
この後、該容器内に充填された純水を取り出し、液体クロマトグラフ・質量分析計により、該純水中に混入した前記水溶性有機化合物の量を定量する、容器の密封性検査方法。
- [請求項2] 前記容器がボトルであり、該ボトルに前記純水を充填した後、該ボトルの口部にキャップを螺子装着することにより密封性を確保するものである請求項1に記載の容器の密封性検査方法。
- [請求項3] 前記容器は、前記純水を充填・密封した後、高圧処理が行われるものである請求項1に記載の容器の密封性検査方法。
- [請求項4] 前記純水が充填・密封された容器をパウチに挿入し、次いで、該パウチ内に前記水溶性有機化合物の水溶液を充填し、この後、該パウチの開口部をヒートシールし、この状態で高圧処理を行うことにより、前記水溶性有機化合物の侵入処理を行う請求項3に記載の容器の密封性検査方法。
- [請求項5] 前記水溶性有機化合物が、20℃での水に対する溶解度（w／v％）が1g／100ml以上である請求項1の何れかに記載の容器の密封性検査方法。
- [請求項6] 前記水溶性有機化合物が、有機カルボン酸、アミノ酸またはポリフェノールである請求項5に記載の容器の密封性検査方法。
- [請求項7] 前記水溶性有機化合物がクエン酸である請求項6に記載の容器の密封性検査方法。
- [請求項8] 定量された純水中の前記水溶性有機化合物の量から、該純水中に侵入した水の量を算出する請求項1に記載の容器の密封性検査方法。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/009878

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01M3/20(2006.01)i, F16J15/00(2006.01)i, G01M3/04(2006.01)i

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)

G01M3/20, F16J15/00, G01M3/04

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2017
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2017	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2017

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 10-288613 A (Kabushiki Kaisha Kinosui Kenkyusho), 27 October 1998 (27.10.1998), paragraphs [0002] to [0003] (Family: none)	1-8
A	JP 2000-97799 A (Ishida Co., Ltd.), 07 April 2000 (07.04.2000), entire text; all drawings (Family: none)	1-8
A	JP 2013-533494 A (Wilco AG), 22 August 2013 (22.08.2013), entire text; all drawings & US 2012/0037795 A1 & WO 2011/012730 A2 & EP 2603783 A2 & CN 103210293 A & KR 10-2013-0103504 A	1-8

☒ 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
15 May 2017 (15.05.17)

Date of mailing of the international search report
23 May 2017 (23.05.17)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/009878

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2-138845 A (Elmex Ltd.), 28 May 1990 (28.05.1990), entire text; all drawings & WO 1989/002588 A1	1-8
A	JP 2007-121012 A (Shimazu System Solutions Co., Ltd.), 17 May 2007 (17.05.2007), entire text; all drawings (Family: none)	1-8

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. G01M3/20(2006.01)i, F16J15/00(2006.01)i, G01M3/04(2006.01)i

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. G01M3/20, F16J15/00, G01M3/04

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

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2017年
日本国実用新案登録公報	1996-2017年
日本国登録実用新案公報	1994-2017年

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)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の 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 請求項の番号
A	JP 10-288613 A (株式会社機能水研究所) 1998. 10. 27, 段落 [0002] - [0003] (ファミリーなし)	1-8
A	JP 2000-97799 A (株式会社インダ) 2000. 04. 07, 全文全図 (ファミリーなし)	1-8

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
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

15. 05. 2017

国際調査報告の発送日

23. 05. 2017

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)

素川 慎司

2 J

4844

電話番号 03-3581-1101 内線 3252

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の 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 請求項の番号
A	JP 2013-533494 A (ヴィルコ・アーゲー) 2013. 08. 22, 全文全図 & US 2012/0037795 A1 & WO 2011/012730 A2 & EP 2603783 A2 & CN 103210293 A & KR 10-2013-0103504 A	1-8
A	JP 2-138845 A (株式会社エルメツクス) 1990. 05. 28, 全文全図 & WO 1989/002588 A1	1-8
A	JP 2007-121012 A (島津システムソリューションズ株式会社) 2007. 05. 17, 全文全図 (ファミリーなし)	1-8