

(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
2014 年 11 月 13 日 (13.11.2014)



(10) 国際公開番号
WO 2014/181599 A1

- (51) 国際特許分類 :
G01N 1/00 (2006.01) G01N 30/72 (2006.01)
- (21) 国際出願番号 : PCT/JP2014/058795
- (22) 国際出願日 : 2014 年 3 月 27 日 (27.03.2014)
- (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 2013-099874 2013 年 5 月 10 日 (10.05.2013) JP
- (71) 出願人 : 株式会社島津製作所 (SHIMADZU CORPORATION) [JP/JP]; 〒6048511 京都府京都市中京区西ノ京桑原町 1 Kyoto (JP).
- (72) 発明者 : 岡村 嘉之 (KAMURA, Yoshiyuki); 〒6048511 京都府京都市中京区西ノ京桑原町 1 株式会社島津製作所内 Kyoto (JP).
- (74) 代理人 : 鹿島 義雄 (KASHIMA, Yoshio); 〒5300052 大阪府大阪市北区南扇町 7-2 ユニオン東梅田 409 号 新生国際特許事務所内 Osaka (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, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, 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, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

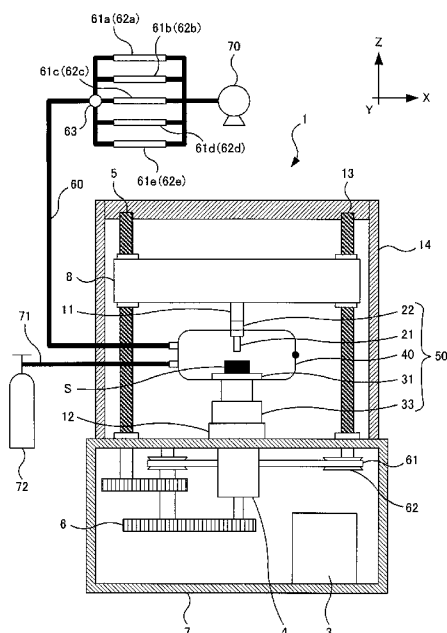
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーロシヤ (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, 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))

(54) Title: MATERIAL-ODOR-ASSAYING DEVICE AND MATERIAL-ODOR-TESTING METHOD USED THEREWITH

(54) 発明の名称 : 材料臭気試験装置及びそれに用いられる材料臭気検査方法

【図1】



(57) Abstract: This invention provides a material-odor-assaying device that can measure changes over time in the odor released by a sample. Said material-odor-assaying device (1) is provided with the following: a sample-placement platform (31a) on which a sample (S) is placed; a pressing part (21b) that applies a load to the sample (S); a container (40); and a control unit (3) that controls the pressing part (21b). The pressing part (21b), the sample-placement platform (31a), and the sample (S) are laid out inside the container (40). An introduction duct (71) via which a gas is introduced and a removal duct (60) via which said gas is removed are connected to the container (40). The removal duct (60) branches into a plurality of removal channels (61) and is provided with a switching mechanism (63) that is capable of connecting to one removal channel (61) selected from among the plurality of removal channels (61).

(57) 要約 : 試料の放散臭気の時間変化を測定できる材料臭気試験装置を提供する。試料 S が載置される試料載置台 31a と、試料 S に荷重を負荷する押圧部 21b と、容器 40 と、押圧部 21b を制御する制御部 3 とを備え、容器 40 内に押圧部 21b と試料載置台 31a と試料 S とが配置される構成とした材料臭気試験装置 1 であって、容器 40 には、気体を導入するための導入管 71 と、気体を排出するための排出管 60 とが連結されており、排出管 60 は、複数の排出流路 61 に分岐され、複数の排出流路 61 の内から選択された一の排出流路 61 に連結することが可能な切替機構 63 を備えるようにする。

明 細 書

発明の名称：

材料臭気試験装置及びそれに用いられる材料臭気検査方法

技術分野

[0001] 本発明は、食品等の試料の放散臭気を測定する材料臭気試験装置及びそれに用いられる材料臭気検査方法に関する。

背景技術

[0002] ヒトが食品を咀嚼すると、口腔内で食品から香気成分が放散され、それが呼気流によって鼻腔内へと達して嗅覚刺激が生じる。また、咀嚼特性はヒトそれぞれである。

そこで、このような咀嚼特性を把握した上で、咀嚼中の放散臭気を測定することができる咀嚼モデル装置（材料臭気試験装置）が開示されている（例えば、非特許文献１参照）。このような咀嚼モデル装置では、ガラスやアクリル等の透明な材料で形成された円筒形状の密閉容器内で対象試料の強度試験を行い、その後、その密閉容器内にテナックス（登録商標）チューブが接続されるか、或いは、PTR—MS等が連結されて不活性ガス（例えば窒素ガス）や清浄な空気等にてパージさせることで、模擬咀嚼中の放散臭気を測定している。

[0003] 一方、試験装置としては、３点曲げ強度試験を行う材料試験装置が開示されている（例えば、特許文献１参照）。図８は、３点曲げ強度試験を行うための材料試験装置を示す概略構成図である。なお、地面に水平な一方向をＸ方向とし、地面に水平でＸ方向と垂直な方向をＹ方向とし、Ｘ方向とＹ方向とに垂直な方向をＺ方向とする。

材料試験装置１０１は、機台７と、上下方向（Ｚ方向）が回転軸となる２本のネジ軸５、１３を回転可能に支持する筐体１４と、機台７上面の中央部に固設された支持台１１２と、ネジ軸５、１３に螺合してネジ軸５、１３の回転に伴い機台７に対して上下方向に移動することが可能なクロスヘッド８

と、クロスヘッド8下面の中央部に固設されたロードセル111と、制御や演算処理を行う演算制御部103とを備える。

[0004] 機台7の内部には、演算制御部103からの制御信号により制御されるモータ4と、モータ4からの回転力をネジ軸5、13に伝達するベルト61と、連動用プーリ62を連結したギア機構6とが配置されている。これにより、モータ4が回転することで、2本のネジ軸5、13が回転して、クロスヘッド8を機台7に対して上下方向に移動させるようになっている。

[0005] 支持台112上面には、X方向に並ぶように互いに平行な2個の板状体の支持体130が取り付けられている。一方、ロードセル111下面には、1個のプランジャ（押圧部）120が取り付けられている。このような支持体130とプランジャ120とによって、板形状の試験片Sは2個の支持体130の上端部を支点として載置されるとともに、プランジャ120の下端部を荷重点として、荷重Wが試験片Sの所定部位に負荷されるようになっている。

[0006] このような材料試験装置101を用いて、試験片Sにクラックが発生して破壊する瞬間を検出している。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特開2012_251901号公報

非特許文献

[0008] 非特許文献1：「食品阻嚼中の香気フレーバーリリースの測定」化学と生物Vol. 47, No. 9, 2009, p. 624～p. 629

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] しかしながら、上述したような阻嚼モデル装置では、試料の放散臭気の時間変化を測定することができないという問題点があった。つまり、ヒトが食品を阻嚼すると、口腔内で食品から香気成分が放散されるが、始めの頃の放

散臭気と終わりの頃の放散臭気とは異なっているとしても、阻嚙モデル装置では、始めの頃の放散臭気と終わりの頃の放散臭気とが密閉容器内にたまっていき、その密閉容器内に存在する放散臭気が測定されていた。

課題を解決するための手段

[001 0] 本件発明者は、上記課題を解決するために、試料の放散臭気の時間変化を測定することができる材料臭気試験装置について検討を行った。そこで、密閉容器を用いることに代えて、容器内に気体を導入するための導入管と、容器内から気体を排出するための排出管とを連結して、排出管を複数の排出流路に分岐して、設定時間毎や設定流通体積毎に複数の排出流路の内から一の排出流路を選択し連結することを見出した。

[001 1] すなわち、本発明の材料臭気試験装置は、試料が載置される試料載置台と、前記試料に荷重を負荷する押圧部と、容器と、前記押圧部を制御する制御部とを備え、前記容器内には、前記押圧部と前記試料載置台と前記試料とが配置されるようになっている材料臭気試験装置であって、前記容器には、前記容器内に気体を導入するための導入管と、前記容器内から気体を排出するための排出管とが連結されており、前記排出管は、複数の排出流路に分岐され、当該複数の排出流路の内から選択された一の排出流路に連結することが可能な切替機構を備えるようにしている。

発明の効果

[001 2] 本発明の材料臭気試験装置によれば、切替機構を備えるので、設定時間毎や設定流通体積毎に複数の排出流路の内から一の排出流路を選択し連結することができ、その結果、一度の材料試験の中での発生ガスの変化を捉えることができる。

[001 3] (他の課題を解決するための手段および効果)

また、上記の発明において、各排出流路中には、前記気体に含有される成分を吸着する吸着部がそれぞれ配置されており、前記排出流路の出口には、吸引ポンプが配置されているようにしてもよい。

ここで、「吸着部」としては、気体に含有される成分を吸着することがで

きるものであればよく、例えば、内部に吸着剤等（例えばT e n a x（登録商標）等）が収納された試験管等が挙げられる。

[0014] また、上記の発明において、各排出流路の出口には、袋体がそれぞれ配置されており、前記導入管の入口には、押出ポンプが配置されているようにしてもよい。

また、上記の発明において、前記制御部は、設定時間、設定流通体積又は前記押圧部の押圧回数に基づいて、前記切替機構によって前記気体が流通する排出流路を切り替えるようにしてもよい。

[001 5] また、上記の発明において、前記制御部は、前記吸引ポンプ又は前記押出ポンプを制御するようにしてもよい。

本発明の材料臭気試験装置によれば、吸引ポンプや押出ポンプを、試験開始と同じタイミングで始動させたり、予め始動させたりしておくことができる。

[001 6] また、上記の発明において、X Y ステージを備え、前記試料載置台は、前記X Y ステージに取り付けられているようにしてもよい。

本発明の材料臭気試験装置によれば、試料に対して押圧部が当接する位置を、X Y ステージでスライドさせて変更することができる。

[001 7] また、上記の発明において、前記容器は、透明な樹脂製の袋体であり、前記容器内には、前記押圧部と前記試料載置台と前記試料とが配置されるようにしてもよい。

ここで、袋体に用いられる透明な樹脂としては、例えば、フッ素樹脂等が挙げられる。

[001 8] そして、本発明の材料臭気検査方法は、試料が載置される試料載置台と、前記試料に荷重を負荷する押圧部と、容器と、前記押圧部を制御する制御部とを備え、前記容器内には、前記押圧部と前記試料載置台と前記試料とが配置されるようになっている材料臭気試験装置に用いられる材料臭気検査方法であって、前記容器に、前記容器内に気体を導入するための導入管と、前記容器内から気体を排出するための排出管とを連結する連結ステップと、前記

排出管を、複数の排出流路に分岐して、当該複数の排出流路の内から選択された一の排出流路に連結することが可能な切替機構を配置して、当該切替機構及び前記押圧部を制御する検査ステップとを含むようにしている。

[0019] さらに、上記の発明において、各排出流路中を流通した気体を分析装置に個別に導入する分析ステップとを含むようにしてもよい。

ここで、「分析装置」とは、試料の放散臭気を測定することができるものであればよく、例えば、ガスクロマトグラフィ (GC) や、ガスクロマトグラフィ質量分析計 (GCMS) や、高速液体クロマトグラフィ (HPLC) や、におい識別装置 (FF) 等が挙げられる。

図面の簡単な説明

- [0020] [図1] 本発明の実施形態に係る材料臭気試験装置を示す概略構成図。
[図2] 図1の試料ホルダとXYステージとを示す拡大断面図。
[図3] 図1に示す押圧体の拡大断面図。
[図4] 試料ホルダとXYステージとを示す平面図。
[図5] 図2の分解断面図。
[図6] 図3の分解断面図。
[図7] サンプルバックとクリップとを示す斜視図。
[図8] 3点曲げ強度試験を行うための材料試験装置を示す概略構成図。
[図9] 各香料成分についてのピーク面積値の変化を示すグラフ。

発明を実施するための形態

[0021] 以下、本発明の実施形態について図面を用いて説明する。なお、本発明は、以下に説明するような実施形態に限定されるものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で種々の態様が含まれることはいうまでもない。

[0022] 図1は、本発明の実施形態に係る材料臭気試験装置を示す概略構成図であり、図2は、図1の試料ホルダとXYステージとを示す拡大断面図であり、図3は、図1に示す押圧体の拡大断面図である。なお、材料試験装置101と同様のものについては、同じ符号を付している。この実施形態における試料Sは直径40mm、高さ15mmの円柱形状のものであり、GCMSによ

り試料sの放散臭気の時間変化を測定する場合について説明する。

[0023] 材料臭気試験装置1は、機台7と、上下方向(Z方向)が回転軸となる2本のネジ軸5、13を回転可能に支持する筐体14と、機台7上面の中央部に形成された第一取付部12と、ネジ軸5、13に螺合してネジ軸5、13の回転に伴い機台7に対して上下方向に移動することが可能なクロスヘッド8と、クロスヘッド8下面の中央部に固設されたロードセル11と、試料ホルダ31とXYステージ33と押圧体21とアダプタ体22と2L容量サンプルバック(容器)40等を有する試験持具50と、不活性ガス供給源72が連結された導入管71と、吸引ポンプ70等と連結された排出管60と、制御や演算処理を行う演算制御部3とを備える。

[0024] 第一取付部12の上面には、XYステージ33が4本のネジ12a等を用いて固定されることが可能となっている。また、ロードセル11の下面の中央部には、上方に彫られたネジ穴11a(例えば直径6mm)が形成されており、アダプタ体22がネジ機構によって取り付け取り外し可能となっている。

[0025] 図4は、試料ホルダ31とXYステージ33とを示す平面図であり、図5は、図2の分解断面図である。XYステージ33は、第一取付部12に固定されるためのアルミニウム(金属)製の直方体形状(例えば60mm×40mm×8mm)のXステージ33cと、Xステージの上方に配置されたアルミニウム(金属)製の直方体形状(例えば40mm×60mm×22mm)のYステージ33aとを有する。Xステージ33cには、Y方向に突出するハンドル33dが形成されており、測定者等がハンドル33dを回転させることで、Xステージ33cの下部に対してXステージ33cの上部をX方向に移動させることができるようになっている。また、Yステージ33aには、X方向に突出するハンドル33bが形成されており、測定者等がハンドル33bを回転させることで、Yステージ33aの下部に対してYステージ33aの上部をY方向に移動させることができるようになっている。そして、Yステージ33aの上面の中央部には、下方に彫られた1個のネジ穴33e

(例えば直径6 mm) が形成されており、試料ホルダ3 1がネジ機構によって取り付け取り外し可能となっている。

[0026] 試料ホルダ3 1は、ポリテトラフルオロエチレン (PTFE) 製の円板形状 (例えば直径60 mm、高さ10 mm) の試料載置台3 1aと、試料載置台3 1aの下面の中央部から下方に突出したPTFE製のネジ部 (例えば直径6 mm) 3 1bとを有する。そして、試料載置台3 1aの上面には、試料S高さの15%の深さと、試料S径より2 mm大きくなる直径を有する円柱形状 (例えば直径42 mm、深さ3 mm) の溝3 1cが形成されている。これにより、直径40 mm、高さ15 mmの試料Sが溝3 1c内に載置されるようになっている。

[0027] また、試料載置台3 1aの側面には、側方に彫られた円柱形状のハンドル穴3 1dが形成されている。

このような試料ホルダ3 1では、ネジ部3 1bが、PTFE製の円環形状 (例えば厚さ2 mm) のワッシャ3 2に挿入され、サンプルバック4 0の第一穴4 2内に挿入され、ゴム製のOリング3 4に挿入された後、ネジ穴3 3e内に挿入されるようになっている。このとき、測定者等はネジ部3 1bをネジ穴3 3e内に固定するために、棒状のハンドル6 0をハンドル穴3 1d内に挿入して、ハンドル6 0を用いてネジ部3 1bを回転させることになる。

[0028] 次に、図6は、図3の分解断面図である。アダプタ体2 2は、アルミニウム (金属) 製の円柱形状 (例えば直径22 mm、高さ15 mm) の本体部2 2aと、本体部2 2aの上面の中央部から上方に突出したアルミニウム製のネジ部2 2b (例えば直径6 mm) とを有する。そして、本体部2 2aの下面の中央部には、上方に彫られた1個のネジ穴2 2c (例えば直径6 mm) が形成されており、押圧体2 1がネジ機構によって取り付け取り外し可能となっている。

また、本体部2 2aの側面には、側方に彫られた円柱形状のハンドル穴2 2dが形成されている。

このようなアダプタ体 2 2 では、ネジ部 2 2 b が、ロードセル 1 1 のネジ穴 1 1 a 内に挿入されるようになっている。このとき、測定者等はネジ部 2 2 b をネジ穴 1 1 a 内に固定するために、棒状のハンドル 6 0 をハンドル穴 2 2 d 内に挿入して、ハンドル 6 0 を用いてネジ部 2 2 b を回転させることになる。

[0029] 押圧体 2 1 は、P T F E 製の円柱形状（例えば直径 2 2 mm、高さ 5 mm）の本体部 2 1 a と、本体部 2 1 a の下面の中央部から下方に突出した P T F E 製の円柱形状（例えば直径 8 mm、高さ 2 0 mm）のプランジャ（押圧部）2 1 b と、本体部 2 1 a の上面の中央部から上方に突出した P T F E 製のネジ部（例えば直径 6 mm）2 1 c とを有する。

また、本体部 2 1 a の側面には、側方に彫られた円柱形状のハンドル穴 2 1 d が形成されている。

このような押圧体 2 1 では、ネジ部 2 1 c が、P T F E 製の円環形状（例えば厚さ 2 mm）のワッシャ 2 3 に挿入され、サンプルバック 4 0 の第二穴 4 1 内に挿入され、ゴム製の O リング 2 4 に挿入された後、ネジ穴 2 2 c 内に挿入されるようになっている。このとき、測定者等はネジ部 2 1 c をネジ穴 2 2 c 内に固定するために、棒状のハンドル 6 0 をハンドル穴 2 1 d 内に挿入して、ハンドル 6 0 を用いてネジ部 2 1 c を回転させることになる。

[0030] 次に、図 7 は、サンプルバック 4 0 とクリップ 4 9 とを示す斜視図である。サンプルバック 4 0 は、透明なビニール製の袋体（例えば 2 1 5 mm X 2 5 0 mm の第一のビニールの三辺と 2 1 5 mm X 2 5 0 mm の第二のビニールの三辺とが貼り合わされて開口 4 3 が形成されたもの）であり、第一のビニールの中央部にはネジ部 3 1 b が貫通するための円形状（例えば直径 6 mm）の第一穴 4 2 と、第二のビニールの中央部にはネジ部 2 1 c が貫通するための円形状（例えば直径 6 mm）の第二穴 4 1 とが形成されている。また、サンプルバック 4 0 の底には、導入管 7 1 と連結するための導入管連結管 4 5 と、排出管 6 0 と連結するための排出管連結管 4 4 とが形成されている。なお、クリップ 4 9 は開口 4 3 を塞ぐためのものである。

[0031] 不活性ガス供給源 7 2 (図 1 参照) は、不活性ガス (例えば窒素ガス) が貯蔵されたタンク (容器やボンベ等) である。そして、導入管 7 1 の一端部は不活性ガス供給源 7 2 と連結されるとともに、導入管 7 1 の他端部は導入管連結管 4 5 と連結されている。

[0032] 排出管 6 0 の一端部は排出管連結管 4 4 と連結されるとともに、排出管 6 0 の他端部は吸引ポンプ 7 0 と連結されている。排出管 6 0 は、一端部と他端部と間で 5 本の排出流路 6 1 a 〜 6 1 e に分岐した後、再び集合して 1 本の管となっている。各排出流路 6 1 a 〜 6 1 e 中には、吸着剤を内部に収納した試験管 6 2 a 〜 6 2 e がそれぞれ取り付け取り外し可能となっている。また、5 本の排出流路 6 1 a 〜 6 1 e に分岐する分岐地点には、切替機構 (流路切替バルブ) 6 3 が配置されている。切替機構 6 3 は、演算制御部 3 からの制御信号によって、5 本の排出流路 6 1 a 〜 6 1 e の内から選択された一の排出流路 6 1 に連結することが可能となっている。

[0033] 演算制御部 3 は、測定者等によって測定開始信号が入力されると、測定を開始させる制御を行う。

例えば、測定開始信号 (設定時間 (0 . 3 0 分間隔) で 4 回の押圧回数等の設定情報) が入力されると、まず吸引ポンプ 7 0 を作動させるとともに、切替機構 6 3 を切り替えることにより、排出流路 6 1 a と連結することで、不活性ガス供給源 7 2 からサンプルバック 4 0 を経て排出流路 6 1 a の順に一定量の気体を流通させる。その後、すなわち測定開始信号が入力されてから 0 . 3 0 分が経過したとき、切替機構 6 3 を切り替えて排出流路 6 1 b と連結し、不活性ガス供給源 7 2 からサンプルバック 4 0 を経て排出流路 6 1 b の順に一定量の気体を流通させる。また、それと同時に、押圧体 2 1 を一定速度 (例えば 1 0 0 m m / m i n) で下降させ始め、一定速度で 0 . 1 5 分間下降させた後、一定速度で 0 . 1 5 分間、上昇させる。

次に、測定開始信号が入力されてから 0 . 6 0 分が経過すると、切替機構 6 3 を切り替えて排出流路 6 1 c と連結し、不活性ガス供給源 7 2 からサンプルバック 4 0 を経て排出流路 6 1 c の順に一定量の気体を流通させる。ま

た、それと同時に、押圧体 21 を一定速度（例えば 100 mm/min）で下降させ始め、一定速度で 0.15 分間下降させた後、一定速度で 0.15 分間、上昇させる。

そして、測定開始信号が入力されてから 0.90 分が経過すると、切替機構 63 を切り替えて排出流路 61d と連結し、不活性ガス供給源 72 からサンプルバック 40 を経て排出流路 61d の順に一定量の気体を流通させる。また、それと同時に、押圧体 21 を一定速度（例えば 100 mm/min）で下降させ始め、一定速度で 0.15 分間下降させた後、一定速度で 0.15 分間、上昇させる。

そして、測定開始信号が入力されてから 1.20 分が経過すると、切替機構 63 を切り替えて排出流路 61e と連結し、不活性ガス供給源 72 からサンプルバック 40 内を経た排出流路 61e の順に一定量の気体を流通させる。また、それと同時に、押圧体 21 を一定速度（例えば 100 mm/min）で下降させ始め、一定速度で 0.15 分間下降させた後、一定速度で 0.15 分間、上昇させる。

その後、すなわち測定開始信号が入力されてから 1.50 分が経過すると、吸引ポンプ 70 の作動を停止させる。

[0034] ここで、本発明の実施形態に係る材料臭気試験装置 1 を用いて試料 S の放散臭気を測定する材料臭気検査方法について説明する。材料臭気検査方法は、試料 S とサンプルバック 40 と試験持具 50 とを準備して所定の位置に配置する配置ステップ (A) と、サンプルバック 40 に導入管 71 と排出管 60 とを連結する連結ステップ (B) と、押圧体 21 を試料 S に対して上下方向に移動させる検査ステップ (C) と、試験管 62a～62e 内に存在する成分を GCMS に導入する分析ステップ (D) とを含む。

[0035] (A) 配置ステップ

測定者等は、試料 S とサンプルバック 40 と試験持具 50 とを準備する。そして、測定者等は、試料 S とサンプルバック 40 と試験持具 50 とを所定の位置に配置する。具体的には、まず、XY ステージ 33 を第一取付部 12

に取り付けるとともに、アダプタ体 2 2 をロードセル 1 1 に取り付け。次に、溝 3 1 c 内に試料 S を載置して、ネジ部 3 1 b をワッシャ 3 2 に挿入して、サンプルバック 4 0 の開口 4 3 からサンプルバック 4 0 内に収納した後、ネジ部 3 1 b をサンプルバック 4 0 の第一穴 4 2 内に挿入して、○リングに挿入して、ネジ穴 3 3 e 内に固定する。次に、ネジ部 2 1 c をワッシャ 2 3 に挿入して、サンプルバック 4 0 の開口 4 3 からサンプルバック 4 0 内に収納した後、ネジ部 2 1 c をサンプルバック 4 0 の第二穴 4 1 内に挿入して、○リングに挿入して、ネジ穴 2 2 c 内に固定する。次に、サンプルバック 4 0 の開口 4 3 を、クリップ 4 9 等を用いて塞ぐ。最後に、プランジャ 2 1 b を試料 S の上面に接触する位置に配置し、X Y ステージ 3 3 を用いて位置合わせを行う。

[0036] (B) 連結ステップ

測定者等は、サンプルバック 4 0 の導入管連結管 4 5 に、不活性ガス供給源 7 2 が連結された導入管 7 1 を連結するとともに、排出管連結管 4 4 に、吸引ポンプ 7 0 等と連結された排出管 6 0 を連結する。

[0037] (C) 検査ステップ

測定者等は、押圧体 2 1 を試料 S に対して上下方向に移動させる。具体的には、測定者等は、演算制御部 3 に測定開始信号を入力して測定を開始させる。測定開始信号が入力されると、演算制御部 3 は、押圧体 2 1 を一定速度（例えば 100 mm/min）で下降させ始め、一定速度で 0.15 分間下降させた後、一定速度で 0.15 分間、上昇させることを複数回（例えば 4 回）繰り返させる。また、吸引ポンプ 7 0 を作動させるとともに、所定のタイミングで切替機構 6 3 を切り替えることにより、5 本の排出流路 6 1 a ~ 6 1 e の内から選択された一の排出流路 6 1 に連結していく。これにより、気体に含有される成分が、各試験管 6 2 a ~ 6 2 e 内の吸着剤にそれぞれのタイミングで吸着される。

[0038] (D) 分析ステップ

試験管 6 2 a ~ 6 2 d 内の吸着剤に吸着された成分を加熱脱着 GCMS や

溶媒用抽出GCMSに導入する。

具体的には、検査ステップ (C) の終了後、測定者等は、5本の試験管62a～62eを取り外し、1本の試験管62aをGCMSに連結して、試験管62a内の吸着剤に吸着された成分をGCMSに導入する。これにより、0回目の押圧時の試料Sの放散臭気が測定される。

次に、1本の試験管62bをGCMSに連結して、試験管62b内の吸着剤に吸着された成分をGCMSに導入する。これにより、1回目の押圧時の試料Sの放散臭気が測定される。

次に、1本の試験管62cをGCMSに連結して、試験管62c内の吸着剤に吸着された成分をGCMSに導入する。これにより、2回目の押圧時の試料Sの放散臭気が測定される。

次に、1本の試験管62dをGCMSに連結して、試験管62d内の吸着剤に吸着された成分をGCMSに導入する。これにより、3回目の押圧時の試料Sの放散臭気が測定される。

次に、1本の試験管62eをGCMSに連結して、試験管62e内の吸着剤に吸着された成分をGCMSに導入する。これにより、4回目の押圧時の試料Sの放散臭気が測定される。

[0039] 以上のように、本発明の材料臭気試験装置1によれば、切替機構63を備えているので、設定時間毎に5本の排出流路61a～61eの中から一の排出流路61を選択して連結することができ、その結果、一度の材料試験中における設定時間(0.30分間)毎や押圧回数毎の発生ガスを測定することができる。

[0040] < 他の実施形態 >

(1) 上述した材料臭気試験装置1では、排出管60の他端部は吸引ポンプ70と連結されるとともに、各排出流路61a～61e中には試験管62a～62eがそれぞれ取り付けられる構成を示したが、導入管の一端部は押出ポンプと連結されるとともに、各排出流路の出口にはサンプルバック(袋体)がそれぞれ取り付けられるような構成としてもよい。

[0041] (2) 上述した材料臭気試験装置 1 では、設定時間毎に排出流路 6 1 を切り替える構成を示したが、排出流路を流通する気体の設定流通体積毎に排出流路を切り替えるような構成としてもよい。

[0042] (3) 上述した材料臭気試験装置 1 では、初期段階で X Y ステージ 3 3 を用いて位置合わせを行う構成を示したが、押圧体の押圧回数毎に試料に対して押圧部が当たる位置を、X Y ステージでスライドさせ変更するような構成としてもよい。

実施例

[0043] 以下に、本発明を実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

[0044] < 試料 >

試料 S として、100 ml の 2.5 重量%寒天ゲルに、10 種類の香料 (Compound 1、Compound 2、Compound 3、Compound 4、Compound 5、Compound 6、Compound 7、Compound 8、Compound 9、Compound 10) を添加して、直径 40 mm、高さ 15 mm の円柱形状の試料を作製した。

[0045] < 試験方法 >

試料 S に対して押圧体 2 1 を一定速度 (例えば 100 mm/min) で下降させ始め、一定速度で 0.15 分間下降させた後、一定速度で 0.15 分間上昇させることを複数回 (例えば 4 回) 繰り返した。このとき、切替機構 6 3 を切り替えることにより、0 回目の押圧体 2 1 の制御時には排出流路 6 1 a と連結し、1 回目は排出流路 6 1 b と連結し、2 回目は排出流路 6 1 c と連結し、3 回目は排出流路 6 1 d と連結し、4 回目は排出流路 6 1 e というように連結した。

そして、試験管 6 2 a ~ 6 2 e 内の吸着剤に吸着された成分を加熱脱着 GCMS に導入した。

[0046] < 評価方法 >

各試験管 6 2 a ~ 6 2 e における各香料成分についてピーク面積値を求めた。その結果を表 1 及び図 9 に示す。なお、表 1 における横軸は押圧体 2 1

の押圧回数であり、縦軸はピーク面積値である。

[0047] [表 1]

	0	1	2	3	4
Compound 1	208000	2804455	3130948	3641417	4025391
Compound 2	369701	1703916	1231281	1096071	1050435
Compound 3	330114	2173709	1829297	1609714	1599985
Compound 4	48465	262196	223819	201379	172371
Compound 5	69565	38939 フ	332851	296229	255202
Compound 6	605672	646150	6121 15	822079	61071 フ
Compound 7	549001	813599	795091	1323778	912479
Compound 8	136618	260346	261770	266541	237780
Compound 9	140982	73814	86716	125884	95615
Compound 10	191266	23392	21660	40960	47065

[0048] 以上のように、本実施例によれば、香料成分によって増加の度合いが異なるという結果が得られた。

産業上の利用可能性

[0049] 本発明は、食品等の試料の放散臭気を測定する材料臭気試験装置等に利用することができる。

符号の説明

- [0050]
- 1 材料臭気試験装置
 - 1 1 ロー ドセル
 - 1 2 第一取付部
 - 2 1 押圧体
 - 2 1 b プランジャ (押圧部)
 - 3 1 試料ホルダ
 - 3 1 a 試料載飯台
 - 4 0 サンプルバック (容器)
 - 4 1 第二力

- 4 2 第一穴
- 6 0 排出管
- 6 1 排出流路
- 6 3 切替機構
- 7 1 導入管

請求の範囲

- [請求項1] 試料が載置される試料載置台と、
前記試料に荷重を負荷する押圧部と、
容器と、
前記押圧部を制御する制御部とを備え、
前記容器内には、前記押圧部と前記試料載置台と前記試料とが配置されるようになっている材料臭気試験装置であつて、
前記容器には、前記容器内に気体を導入するための導入管と、前記容器内から気体を排出するための排出管とが連結されており、
前記排出管は、複数の排出流路に分岐され、当該複数の排出流路の内から選択された一の排出流路に連結することが可能な切替機構を備えることを特徴とする材料臭気試験装置。
- [請求項2] 各排出流路中には、前記気体に含有される成分を吸着する吸着部がそれぞれ配置されており、前記排出流路の出口には、吸引ポンプが配置されていることを特徴とする請求項1に記載の材料臭気試験装置。
- [請求項3] 各排出流路の出口には、袋体がそれぞれ配置されており、前記導入管の入口には、押出ポンプが配置されていることを特徴とする請求項1に記載の材料臭気試験装置。
- [請求項4] 前記制御部は、設定時間、設定流通体積又は前記押圧部の押圧回数に基づいて、前記切替機構によって前記気体が流通する排出流路を切り替えることを特徴とする請求項1～請求項3のいずれか1項に記載の材料臭気試験装置。
- [請求項5] 前記制御部は、前記吸引ポンプ又は前記押出ポンプを制御することを特徴とする請求項2～請求項4のいずれか1項に記載の材料臭気試験装置。
- [請求項6] X Y ステージを備え、
前記試料載置台は、前記X Y ステージに取り付けられていることを特徴とする請求項1～請求項5のいずれか1項に記載の材料臭気試験装

置。

[請求項7]

前記容器は、透明な樹脂製の袋体であり、
前記容器内には、前記押圧部と前記試料載置台と前記試料とが配置されるようになっていることを特徴とする請求項1〜請求項6のいずれか1項に記載の材料臭気試験装置。

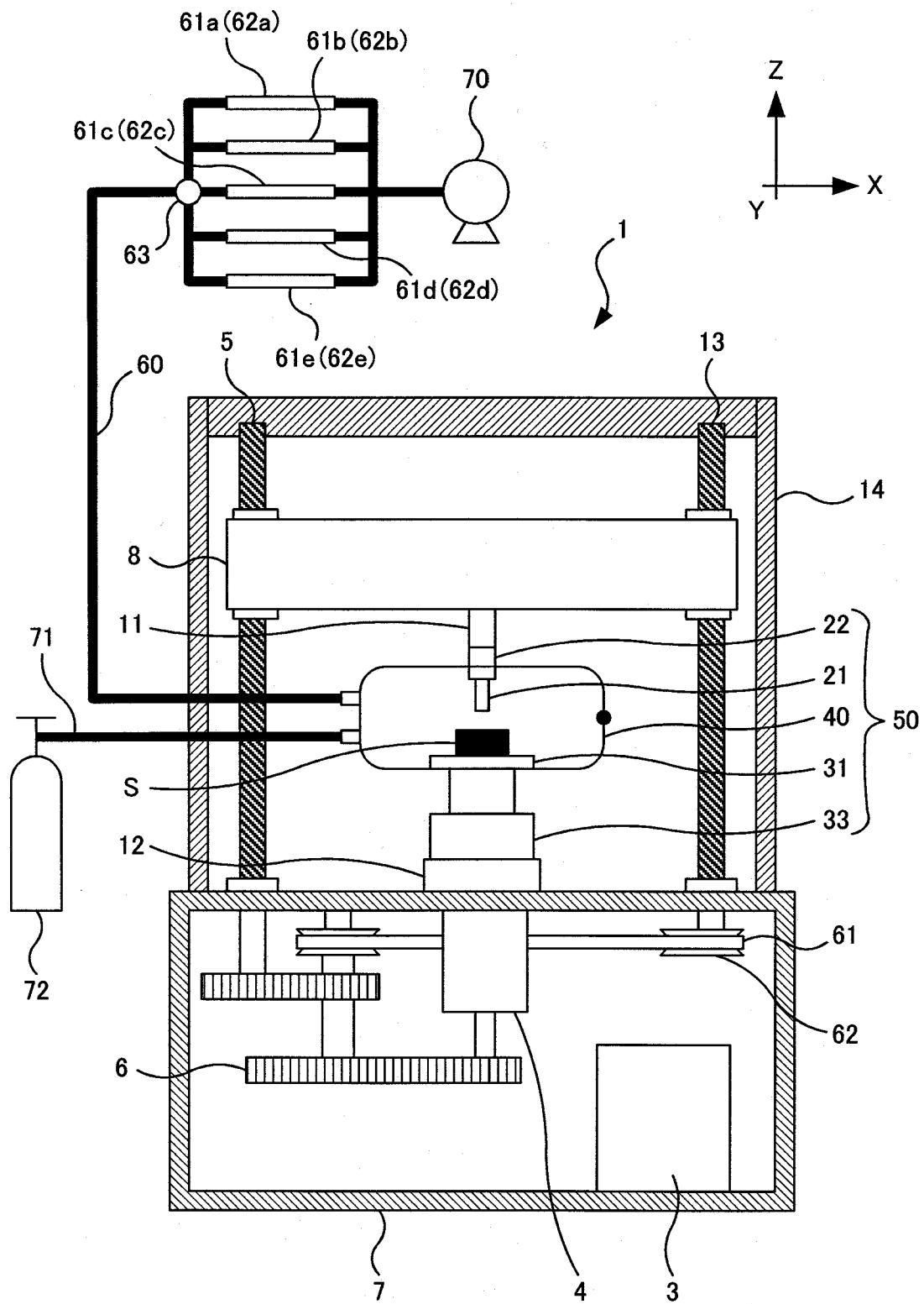
[請求項8]

試料が載置される試料載置台と、
前記試料に荷重を負荷する押圧部と、
容器と、
前記押圧部を制御する制御部とを備え、
前記容器内には、前記押圧部と前記試料載置台と前記試料とが配置されるようになっている材料臭気試験装置に用いられる材料臭気検査方法であって、
前記容器に、前記容器内に気体を導入するための導入管と、前記容器内から気体を排出するための排出管とを連結する連結ステップと、
前記排出管を、複数の排出流路に分岐して、当該複数の排出流路の内から選択された一の排出流路に連結することが可能な切替機構を配置して、当該切替機構及び前記押圧部を制御する検査ステップとを含むことを特徴とする材料臭気検査方法。

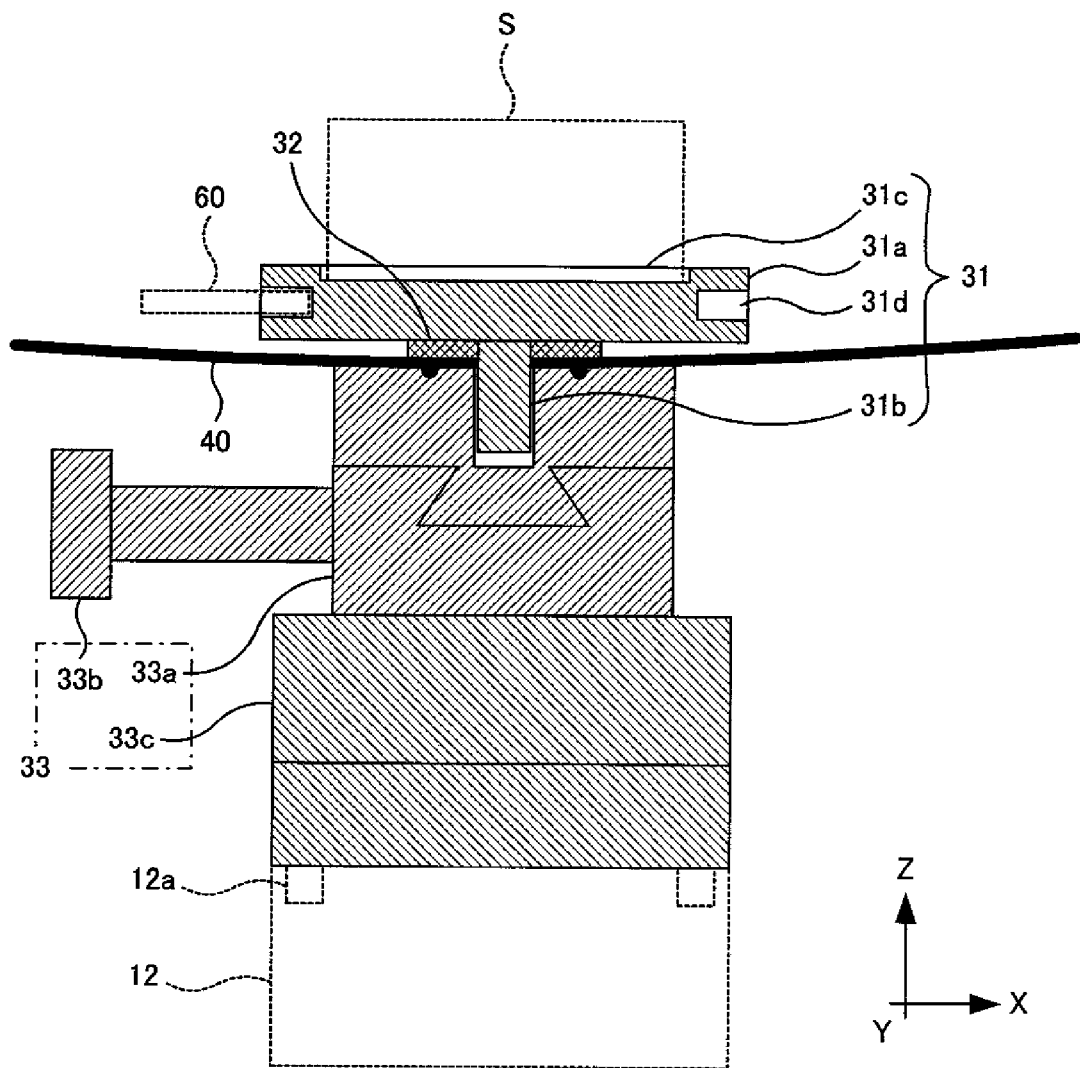
[請求項9]

各排出流路中を流通した気体を分析装置に個別に導入する分析ステップとを含むことを特徴とする請求項8に記載の材料臭気検査方法。

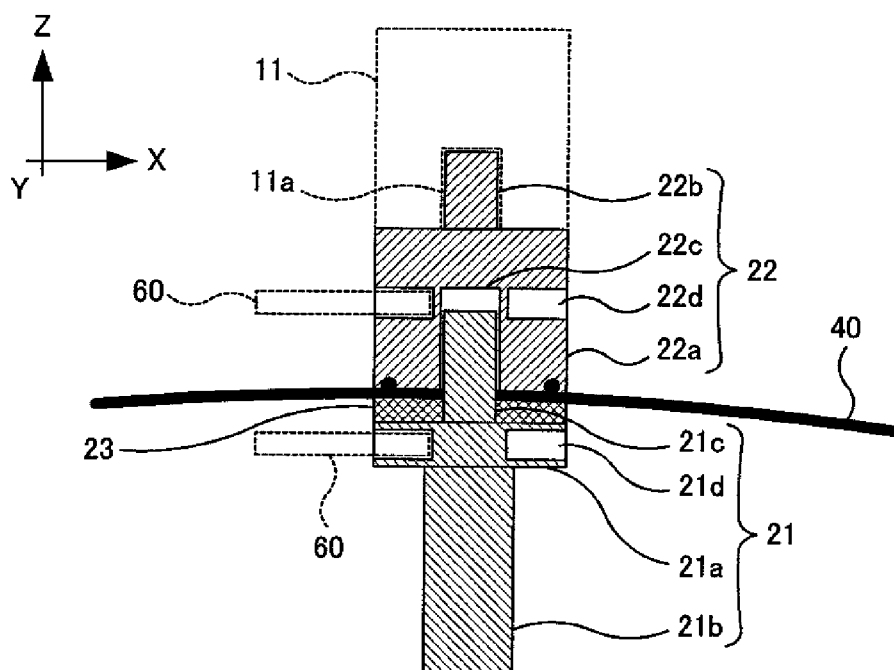
[図1]



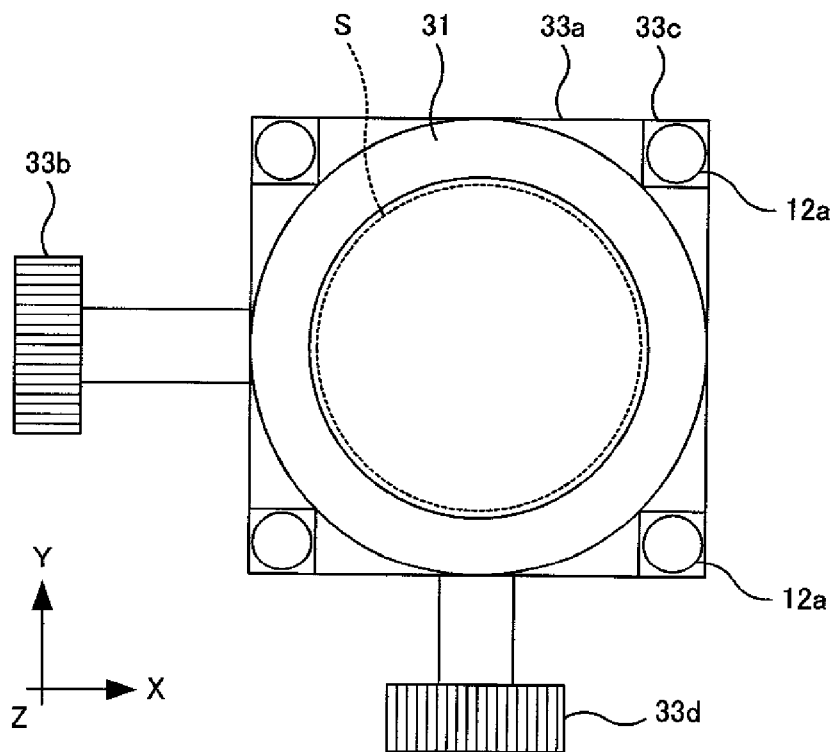
[図2]



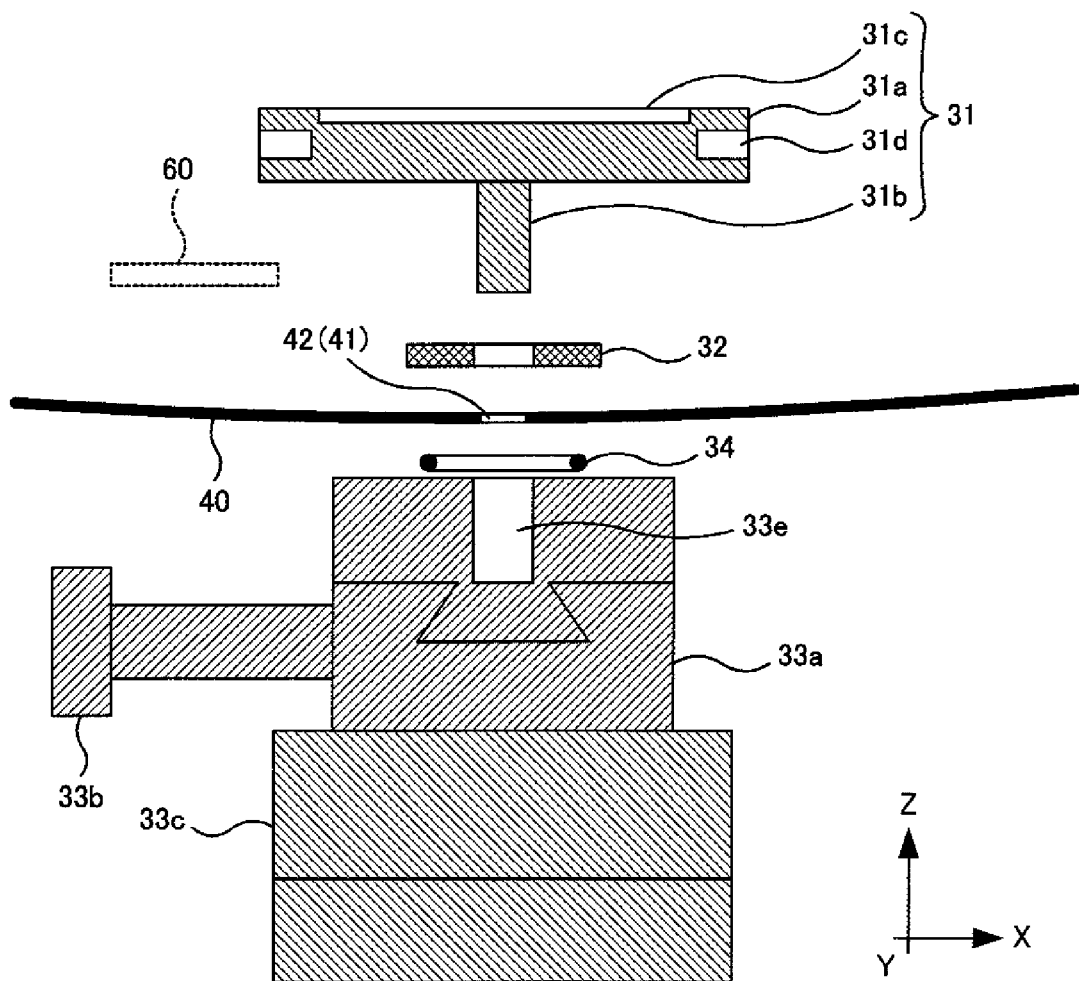
[図3]



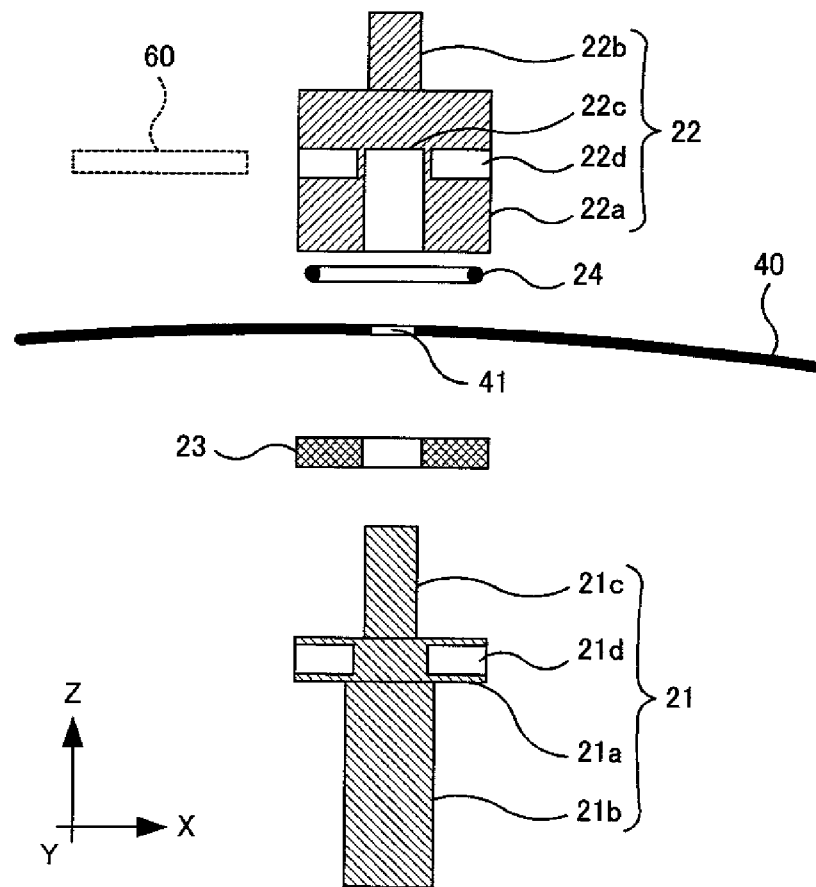
[図4]



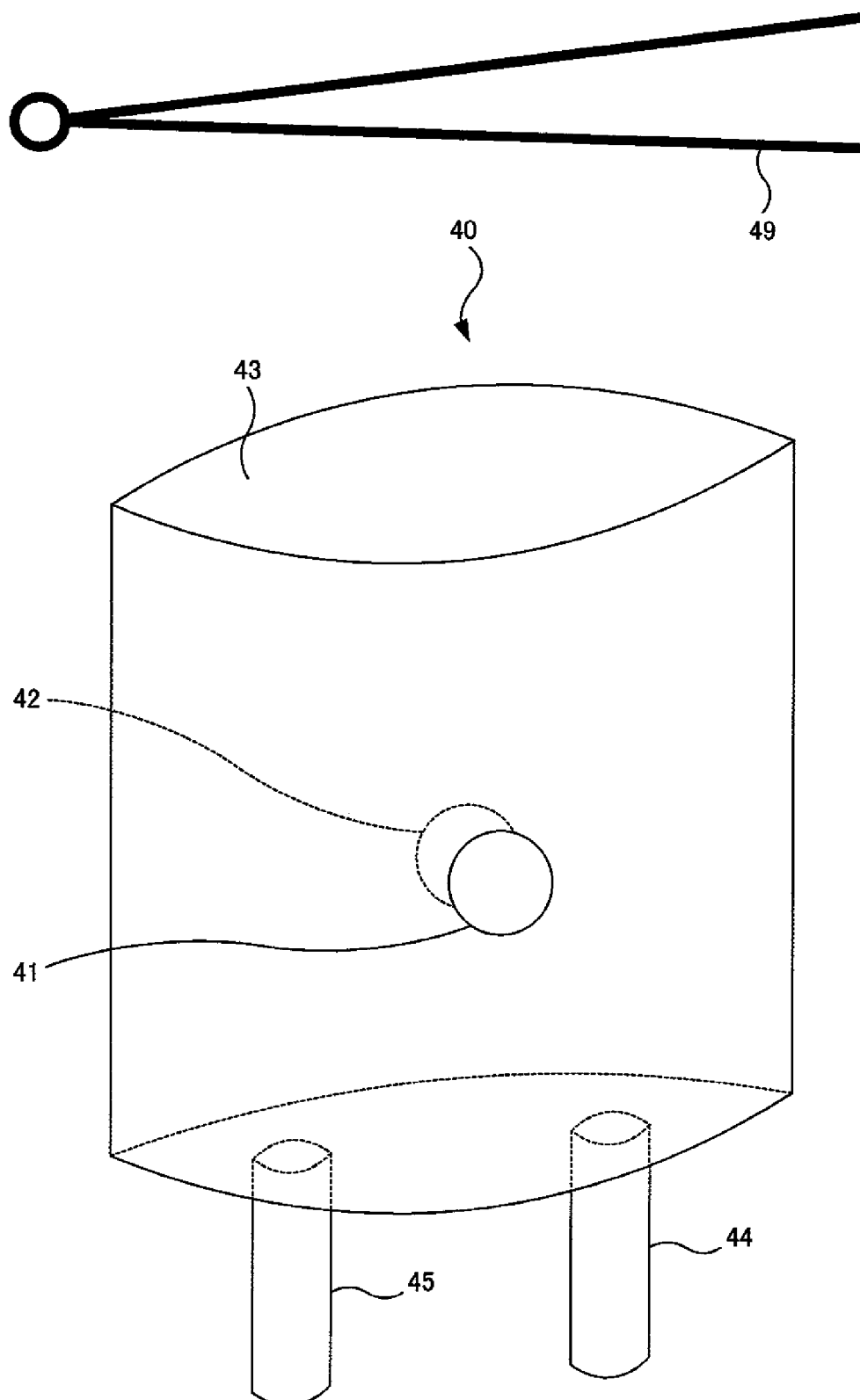
[図5]



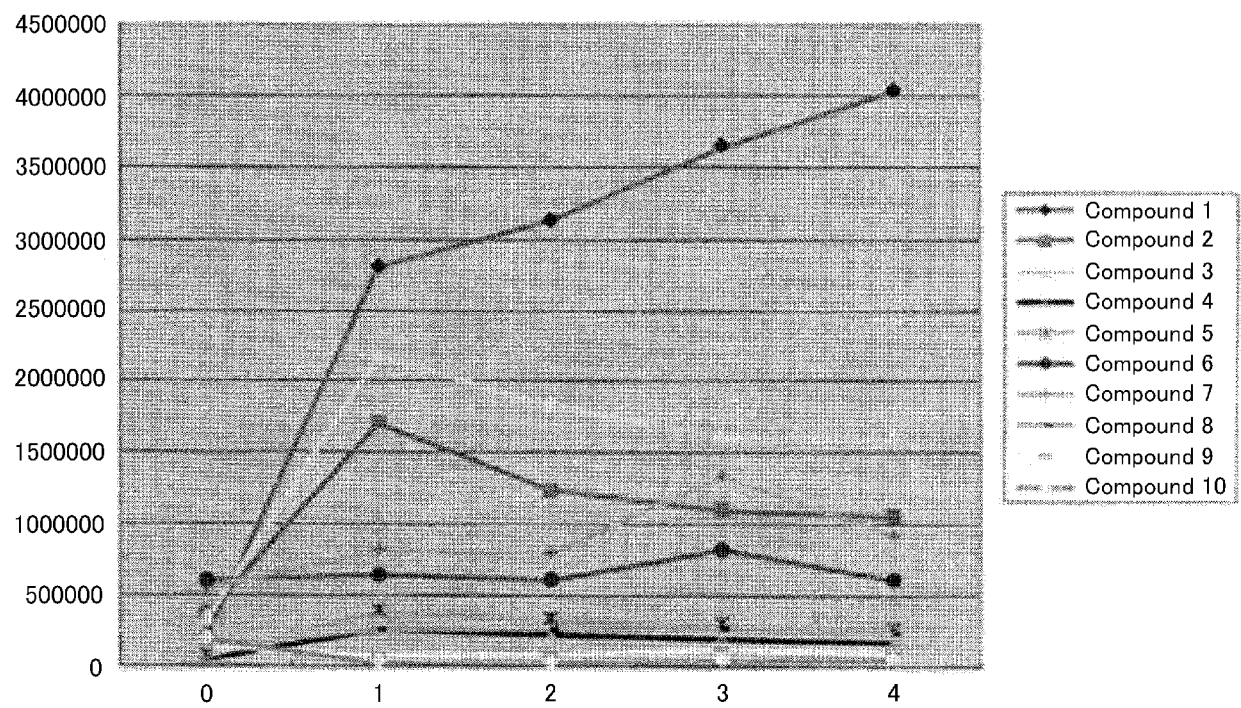
[図6]



[図7]



[図9]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT / JP2 014 / 058795

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G 0 1 N 1 / 0 0 (2 0 0 6 . 0 1) i , G 0 1 N 3 0 / 7 2 (2 0 0 6 . 0 1) 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)

G 0 1 N 1 / 0 0 , G 0 1 N 3 0 / 7 2

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	1996-2014	
Kokai	Jitsuyo	Shinan	Koho	1971-2014	Toroku	Jitsuyo	Shinan	Koho	1994-2014

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

JST Plus / JMEDPlus / JST 7 5 8 0 (J D r e a m l I I)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	J P 2 0 0 9 - 1 6 2 7 3 1 A (N i p p o n M e d i c a l S c h o o l) , 2 3 J u l y 2 0 0 9 (2 3 . 0 7 . 2 0 0 9) , entire text ; all drawings (F a m i l y : n o n e)	1 - 9
Y	J P 2 0 0 2 - 0 0 5 7 9 5 A (H a a r m a n n & R e i m e r G m b H) , 0 9 J a n u a r y 2 0 0 2 (0 9 . 0 1 . 2 0 0 2) , paragraph [0 0 2 3] & U S 2 0 0 1 / 0 0 4 5 4 7 5 A I & E P 1 1 5 0 2 6 9 A I & D E 1 0 0 2 0 6 1 7 A	1 - 9
Y	J P 0 6 - 3 0 8 1 0 7 A (S e i k o I n s t r u m e n t s I n c .) , 0 4 N o v e m b e r 1 9 9 4 (0 4 . 1 1 . 1 9 9 4) , paragraphs [0 0 2 6] , [0 0 2 7] ; fig . 2 & U S 5 4 4 2 9 4 9 A	2 , 5



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

0 9 J u n e , 2 0 1 4 (0 9 . 0 6 . 1 4)

Date of mailing of the international search report

2 4 J u n e , 2 0 1 4 (2 4 . 0 6 . 1 4)

Name and mailing address of the ISA/

J a p a n e s e P a t e n t O f f i c e

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT / JP2 014 / 058795

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2000-187027 A (GL Science Inc.), 04 July 2000 (04.07.2000), paragraph [0018]; fig. 3 & US 6460401 B1	2, 5
Y	JP 07-035660 A (GL Science Inc.), 07 February 1995 (07.02.1995), paragraphs [0014] to [0016]; fig. 3, 4 (Family: none)	3, 5
Y	Yoshiyuki OKAMURA, Naoshi KAKIO, Toshie SEZAKI, "New Evaluation Method of Food Flavor Release by Flavor Analysis and Texture", Shimadzu Review, 30 September 2012 (30.09.2012), vol. 69, no. 1/2, pages 85 to 95	7
A	Sachiko ODAKE, "Shokuhin Sosha kochu no Koki Flavor Release Kenkyu no Kiso to sono Sokutei Jitsurei no Shokai", Journal of Cookery Science of Japan, 2008, vol. 41, no. 2, 84 to 92	1-9
A	JP 2009-031138 A (Ogawa & Co., Ltd.), 12 February 2009 (12.02.2009), entire text; all drawings (Family: none)	1-9
A	JP 2679854 B2 (AB Leo), 19 November 1997 (19.11.1997), entire text; all drawings & JP 2-502576 A & US 5087424 A & EP 344267 A & WO 1989/005970 A1 & DE 3874728 D & SE 8704963 A & CA 1329022 A & AT 80728 T & SE 8704963 AO	1-9

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. G01N1/00 (2006. 01) i, G01N30/72 (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 (I P C))

Int.Cl. G01N1/00, G01N30/72

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	1 9 2 2 -	
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 -	1
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 -	1
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 -	2 1

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)

J S T P l u s / J M E D P l u s / J S T 7 5 8 0 (年 Dream I I I)

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
Y	JP 2009-162731 A (学校法人日本医科大学) 2009. 07. 23, 【全文】、 【図】 (ファミリーなし)	1 - 9
Y	JP 2002-005795 A (ハーマン・ウント・ライマー・ゲゼルシヤフト・ ミット・ベシュレンクテル・ハフツング) 2002. 01. 09, 【0 0 2 3】 & US 2001/0045475 AI & EP 1150269 AI & DE 10020617 A	1 - 9
Y	JP 06-308107 A (セイコー電子工業株式会社) 1994. 11. 04, 【0 0 2 6 1】、【0 0 2 7】、【図 2】 & US 5442949 A	2, 5

☒ 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」
- F 「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)」
- G 「口頭による開示、使用、展示等に言及する文献」
- H 「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

- I 「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」
- J 「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」
- K 「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」
- L 「同一パテントファミリー文献」

国際調査を完了した日

0 9 . 0 6 . 2 0 1 4

国際調査報告の発送日

2 4 . 0 6 . 2 0 1 4

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

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)

土岐 和雅

2 J

4 4 5 9

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 2 5 2

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
Y	JP 2000-187027 A (ジェールサイエンス株式会社) 2000. 07. 04, 【0018】、図3】 & US 6460401 B1	2, 5
Y	JP 07-035660 A (ジェールサイエンス株式会社) 1995. 02. 07, 【0014】 - 【0016】、図3】、図4】 (ファミリーなし)	3, 5
Y	岡村嘉之, 垣尾尚史, 妹崎淑恵, テクスチャー試験と香気分析を融合した新たな食品フレーバー リリース評価法, 島津評論, 2012. 09. 30, Vol. 69 No. 1/2, Page. 85-95	7
A	小竹佐知子, 食品咀嚼中の香気フレーバー リリース研究の基礎 とその測定実例の紹介, 日本調理科学会誌, 2008, Vol. 41, No. 2, 84-92	1 - 9
A	JP 2009-031138 A (小川香料株式会社) 2009. 02. 12, 全文】、全図】 (ファミリーなし)	1 - 9
A	JP 2679854 B2 (アクチエボラゲット・レオ) 1997. 11. 19, 全文】、全図】 & JP 2-502576 A & US 5087424 A & EP 344267 A & WO 1989/005970 AI & DE 3874728 D & SE 8704963 A & CA 1329022 A & AT 80728 T & SE 8704963 AO	1 - 9