

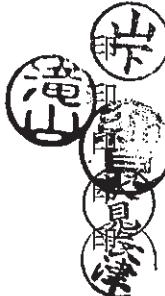
(様式 11)

平成 29 年 8 月 16 日

## 学位論文審査要旨（課程博士）

東京農工大学大学院工学府長 殿

審査委員 主査 山下 善之  
副査 滝山 博志  
副査 細見 正明  
副査 伏見 千尋  
副査 長津 雄一郎



学位申請者	応用化学専攻 平成 27 年度入学 学籍番号 15832704
	氏名 稲垣 孝二
申請学位	博士（工学）
論文題目	食品製造プロセスにおける先端的計測とモニタリングへの応用 に関する研究 Advanced Sensing and Monitoring in Food Manufacturing Process

### 論文審査要旨（2000 字程度）

本論文は、食品製造プロセスにおいて、これまで連続的な測定が困難であった成分組成をオンラインかつリアルタイムにモニタリングする手法とその応用についてまとめたものである。フーリエ変換型近赤外分光分析法 FT-NIRS (Fourier Transform Near-Infrared Spectroscopy) を用いた PLS (Partial Least Squares Regression) モデルによって、連続モニタリングを可能とした。この手法を用いて、(1)ラクチュロース結晶粉の流動層乾燥プロセスにおける水分量のリアルタイムモニタリング、(2)乾燥終点の自動判定、(3)擬似移動層式クロマトグラフィー分離プロセス (Simulated Moving-Bed Chromatography; SMBC) における糖濃度のリアルタイムモニタリングについて実験的検討をおこなった。各製造プロセス中の NIR スペクトルをオンライン測定して、波数領域を選択し、スペクトル前処理を適用して実測値と PLS 回帰によって検量モデルを構築した。検量モデルの性能を評価するために、別途用意した試料を使用して FT-NIRS によりオンライン測定結果を用いて評価したところ、採択した検量モデルによる予測値の連続モニタリング結果と実測値がよく一致していることが確認され、本手法の有効性が検証された。具体的なプロセスへの適用結果は以下の通りである。

#### （1）流動層乾燥プロセスにおける水分量のリアルタイムモニタリング

ラボスケールの流動層乾燥プロセス中のラクチュロース結晶粉の水分量変化、および乾燥終点を NIRS によるオンライン測定でリアルタイムにモニタリングするため、まずス

ペクトルにおよぼす影響因子について、流動層乾燥用空気の温度・湿度が NIR スペクトルにおよぼす影響、ラクチュロース結晶粉の粒子径が NIR スペクトルにおよぼす影響について調べた。次に、それらの影響因子を補償するラクチュロース結晶粉の水分量検量モデルを作成して、流動層乾燥プロセス中のラクチュロース結晶粉の水分量変化を NIRS によるインライン測定でリアルタイムにモニタリングした結果、予測水分量とリファレンス水分量はよく一致した。このことから、NIRS によるインライン測定で流動層乾燥プロセス中のラクチュロース結晶粉の水分量変化、および乾燥終点をリアルタイムでモニタリングすることが可能であることが確認できた。

### (2)近赤外分光法を用いた流動層乾燥プロセスにおける乾燥終点の自動判定

NIRS によるインライン測定で流動層乾燥プロセス中のラクチュロース結晶粉の水分量変化をリアルタイムでモニタリングするため、パイロットスケール実験機の流動層乾燥装置を用いて実験を行った。FT-NIRS によるラクチュロース結晶粉の流動層乾燥プロセスでのインライン水分量予測の検量モデルを作成した。別途用意した Test set のラクチュロース三水和物結晶粉の原料を使用して、モデル作成時とは異なる流動化条件 W/(Au) で流動層乾燥を行ったところ、予測した水分量とリファレンス水分量は水分量 10%以下の範囲ではよく一致していることがわかった。また、流動化条件 W/(Au) の違いによる精度への影響はほとんどないことがわかった。すなわち、FT-NIRS によるインライン測定で流動層乾燥プロセス中の流動化条件 W/(Au) に依存しないラクチュロース結晶粉の水分量変化、および乾燥終点をリアルタイムでモニタリングすることが可能な高精度な水分量検量モデルを構築することができ、乾燥終点の自動判定が可能になった。

### (3)SMBC における糖濃度のリアルタイムモニタリング

パイロットスケールの SMBC を用いた三種類の糖を含む溶液の分離精製プロセスにおいて、分離精製溶液を透過型フローセルの FT-NIRS によりインライン測定し、各糖の濃度変化をリアルタイムにモニタリングすることを目的として実験を行った。SMBC プロセスの分離精製溶液の NIR スペクトルを測定して、水のスペクトルの吸収バンドを除外した波数領域を使い、スペクトル前処理を適用して各糖濃度実測値 (HPLC 法) と PLS 回帰分析を行い、検量モデルを作成した。検量モデルを評価するため、外的確認法として、別途用意した Test set の原料溶液を使用して SMBC による分離精製を行った。分離精製溶液を FT-NIRS によりインライン測定し、採択した検量モデルで予測した各糖濃度の連続モニタリング結果と各糖濃度実測値 (HPLC 法) はよく一致していることが確認できた。三種類の糖を含む溶液を分離精製する SMBC プロセスで分離精製溶液の各糖の濃度変化を FT-NIRS によりインライン測定して、リアルタイムにモニタリングすることが可能となった。

以上のように、FT-NIRS によりインライン測定してリアルタイムにモニタリングする手法は、粉体の流動層乾燥プロセス、食品・医薬成分を複数含む溶液を分離精製する SMBC プロセスの制御に応用することが可能である。本論文の成果は、食品製造プロセスなどにおいて、各成分の純度と収率を向上を可能とするものであり、独創的かつ学問的価値も高く、プロセス産業における有用性も大きい。したがって、本研究は、本学の学位申請に充足し得る内容の論文であると判断される。