

(様式 5)

指導教員 承認印	
-------------	--

平成 29 年 6 月 9 日

学位（博士）論文の和文要旨

論文提出者	工学府博士後期課程 応用化学専攻 平成 27 年度入学 学籍番号 15832704 氏名 稲垣 孝二 印
主指導教員 氏 名	山下 善之
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
論文要旨（2000 字程度） <p>本論文は、食品の製品および製造工程中の成分組成の連続モニタリング技術として、フーリエ変換型近赤外分光法 FT-NIRS（Fourier Transform Near-Infrared Spectroscopy）のインライン測定に着目して研究をおこない、まとめたものである。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、および乾燥終点の自動判定、そして、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と解析をおこなった。各製造プロセス中の NIR スペクトルをインライン測定して、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 回帰分析 (Partial Least Squares Regression) 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の外的確認法として、別途用意した試料を使用して FT-NIRS によりインライン測定し、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はよく一致していることが確認できた。</p> <p>第 1 章「序論」では、本論文の目的と概要、研究取り組みの背景について述べ、近赤外分光法の概要、既往の研究の概要についてまとめた。</p> <p>第 2 章「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」では、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 FT-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することを目的とした。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。つぎに、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</p>	

FT-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、FT-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。

第3章「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」では、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ことを目的として、第2章で使用したラボスケール実験機の100倍以上の規模の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。分光方式の違いによる測定精度を比較検討するため、簡易型のフィルター型近赤外分光法(3波長, SF-NIRS)、およびフーリエ変換型近赤外分光法(FT-NIRS)を用いて実験を行った。まず、SF-NIRS では、ラクチュロース結晶粉の静止状態での水分量の測定は高い予測精度が得られたが、粉密度が激しく変動する流動層乾燥プロセスでのインライン水分量の測定で十分な予測精度を得るにはさらなる工夫が必要であることがわかった。つぎに、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1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、検量モデル1作成時とは異なる流動化条件で流動層乾燥を行ったところ、検量モデル1で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。さらに乾燥終点の見極めに必要な水分量1.00%以下に特化した検量モデル2を作成した。別途用意したラクチュロース三水和物結晶粉の原料を使用して、検量モデル2作成時とは異なる流動化条件で流動層乾燥を行ったところ、検量モデル2で予測した水分量とリファレンス水分量は極めて精度よく一致していることが確認できた。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。

第4章「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」では、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。

第5章「総括」では、本論文で得られた結果を総括した。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り、各成分の純度と収率の向上が可能であると考えられる。