

粉末の結晶化度及び粒度代表値の 迅速推定法とその装置

一関工業高等専門学校物質化学工学科

○教授 貝原巳樹雄
教授 戸谷 一英
教授 二階堂 満



一関高専は「4プロジェクト研究」を推進しています。

一関工業高等専門学校地域共同テクノセンター

〒021-8511岩手県一関市萩荘字高梨

TEL0191-24-871, FAX0191-24-2146

研究背景

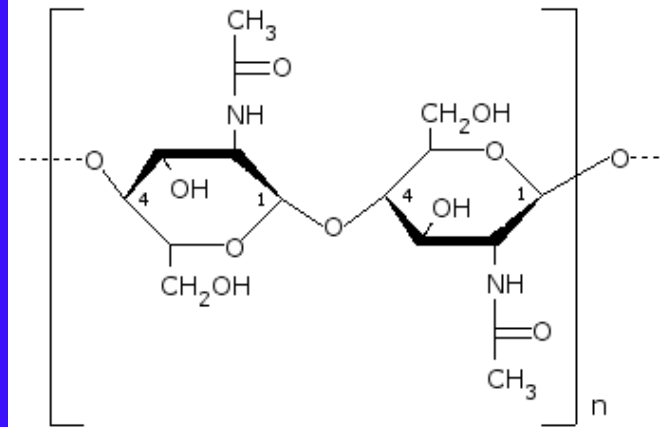
- 健康食品、機能的食品等の製造プロセスでは、製品検査のために、迅速な粉末の性状（結晶化度、粒度など）の情報取得が望まれている。

しかし粉末性状の測定は、一般にXRD等で行われ、簡便な測定方法がなかった。

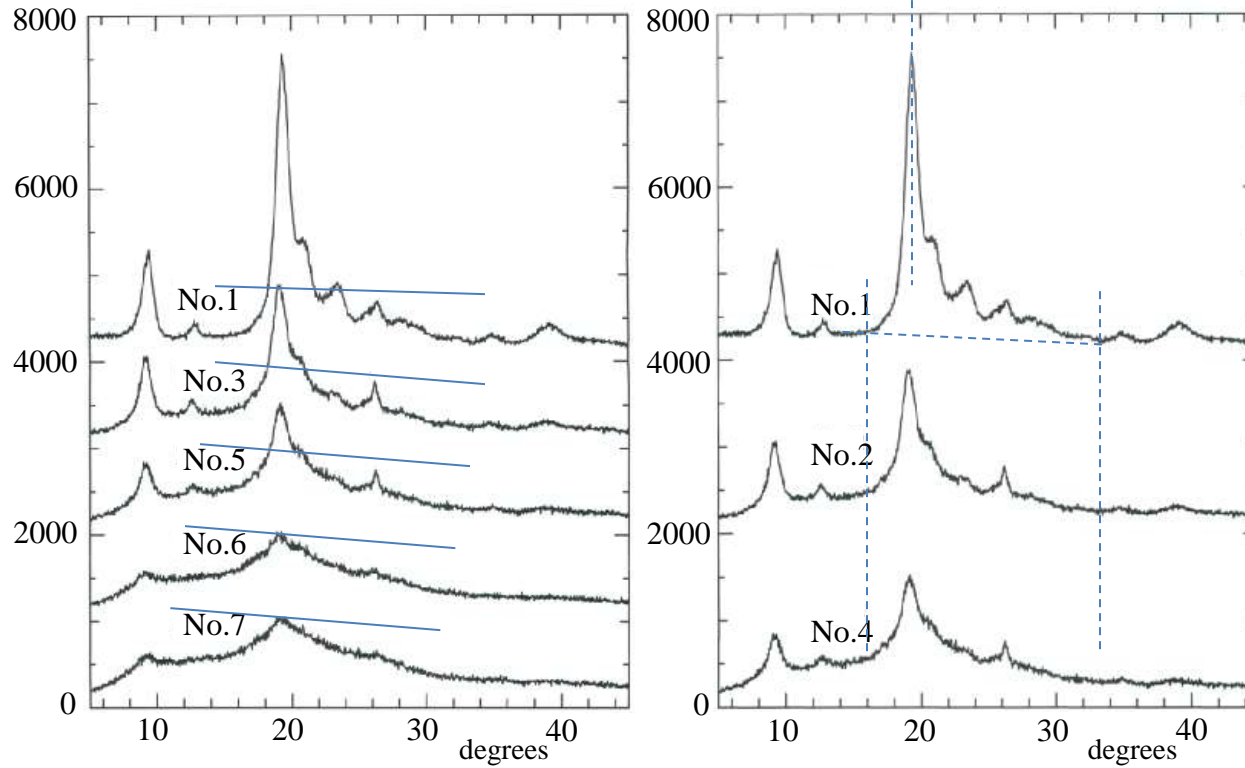
- このため、製造現場の製品検査のベルトコンベア上で、リアルタイムに使える「新たな粉末粒状の測定方法」の開発をめざした。

キチンと結晶化度について

- N-アセチル-D-グルコースが鎖状に長く(数百から数千)繋がったアミノ多糖。
- 高度な機能(様々な形態に加工できる、生体に対して無害、化学処理により新たな機能を持った素材に変化する。)
- 枯渇の恐れが無く、安全性の高いバイオマス資源
- 工業的にはエビやカニの甲羅から抽出されている。



XRDによる計測例



キッチンの結晶化度とXRDのチャート

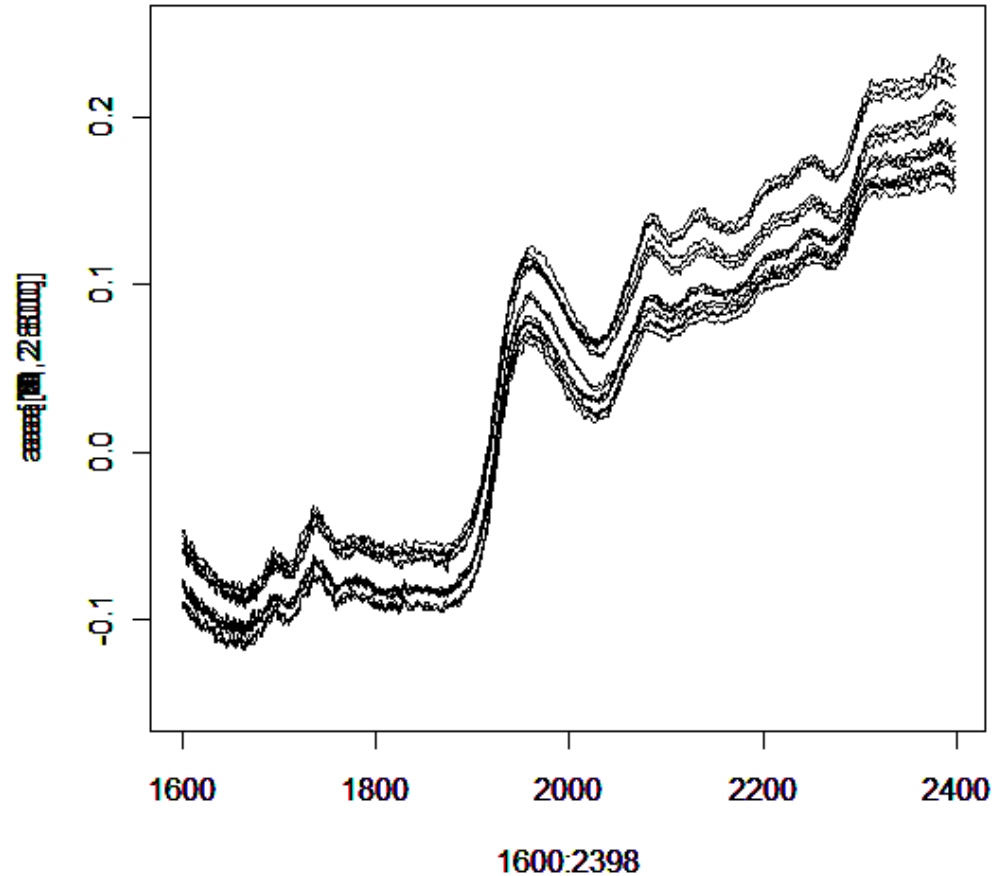
使用する近赤外線と特徴

使用波長 約800～2500nm

計測対象の表面状態に大きく影響を受けず、凹凸、多少の汚れがあっても迅速に計測出来る特徴がある。

- 近赤外線を用いることにより、調査対象物に対して透過性に優れ、「非破壊分析・無侵食分析」を行うことができる。

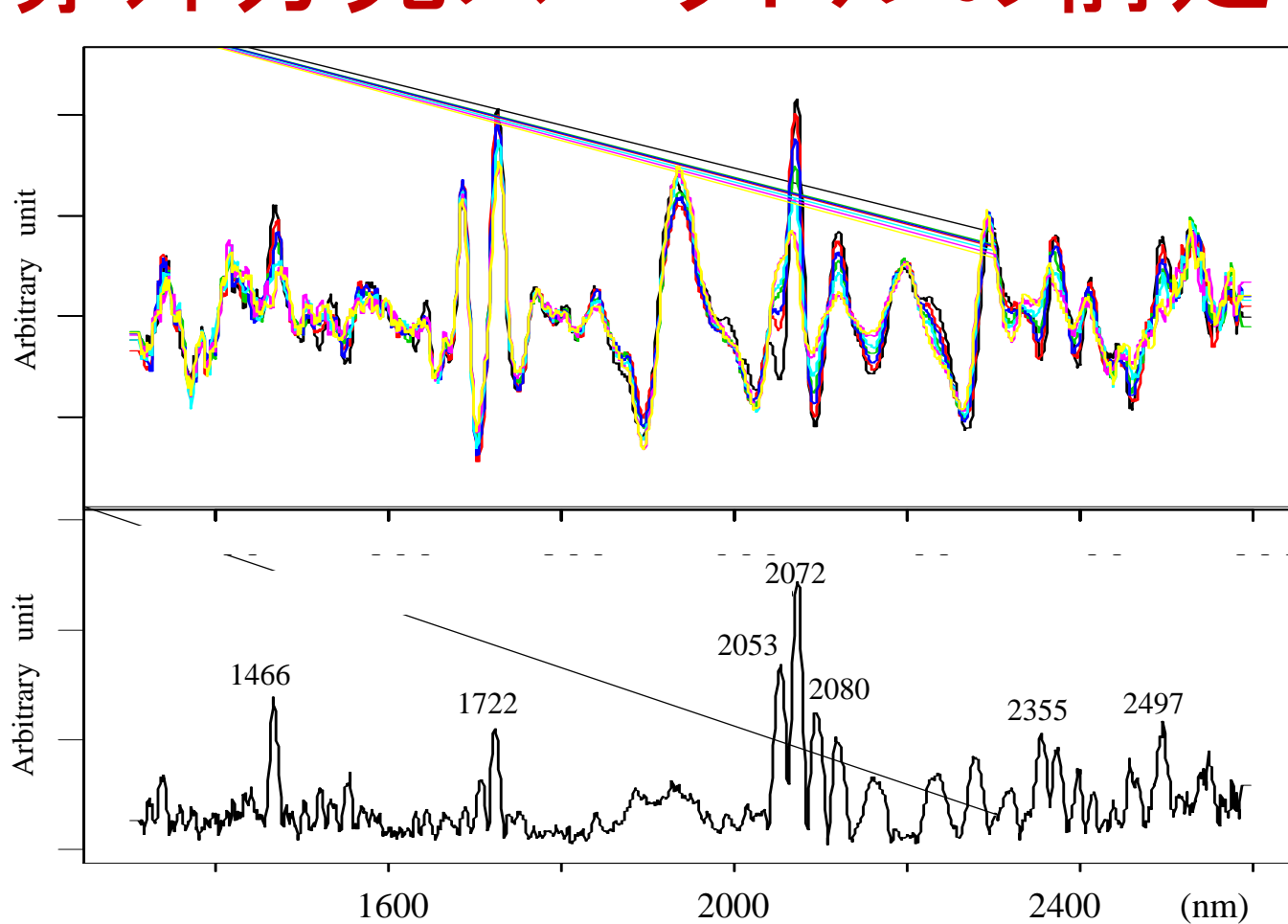
近赤外分光計測の事例



キッチンの結晶化度と近赤外スペクトル

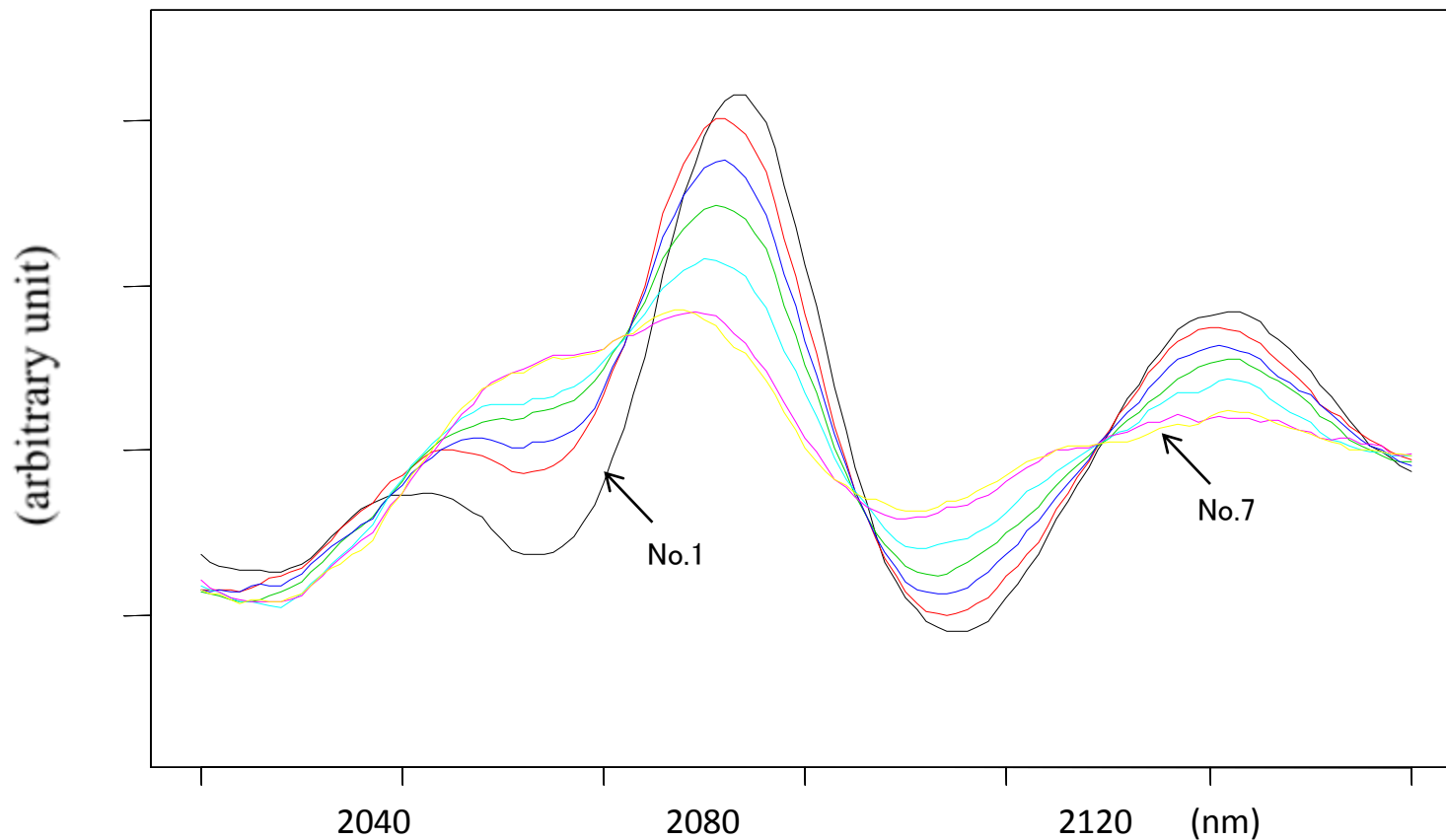
● XRDに替えて「近赤外線」による計測が可能

近赤外分光スペクトルの前処理



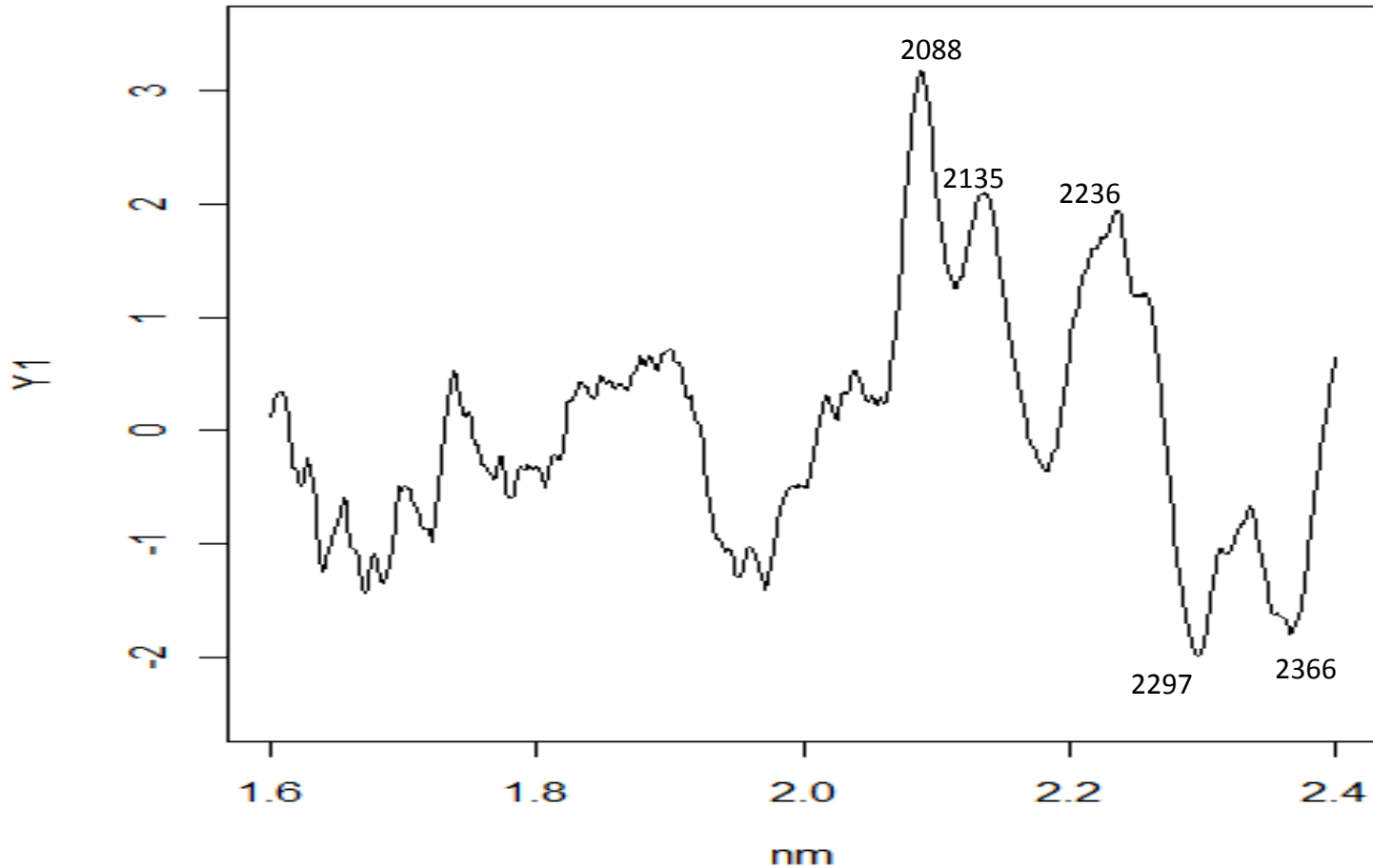
キッチンの結晶化度と近赤外スペクトルの相違(上段)
近赤外スペクトルの分散の様子(下段)

近赤外分光スペクトルの拡大表示



キチンの結晶化度と近赤外スペクトルの相違
(拡大)

近赤外線による回帰スペクトル



近赤外スペクトルによる結晶化度推定
(PLS回帰モデルの回帰ベクトル)



計測の手順1

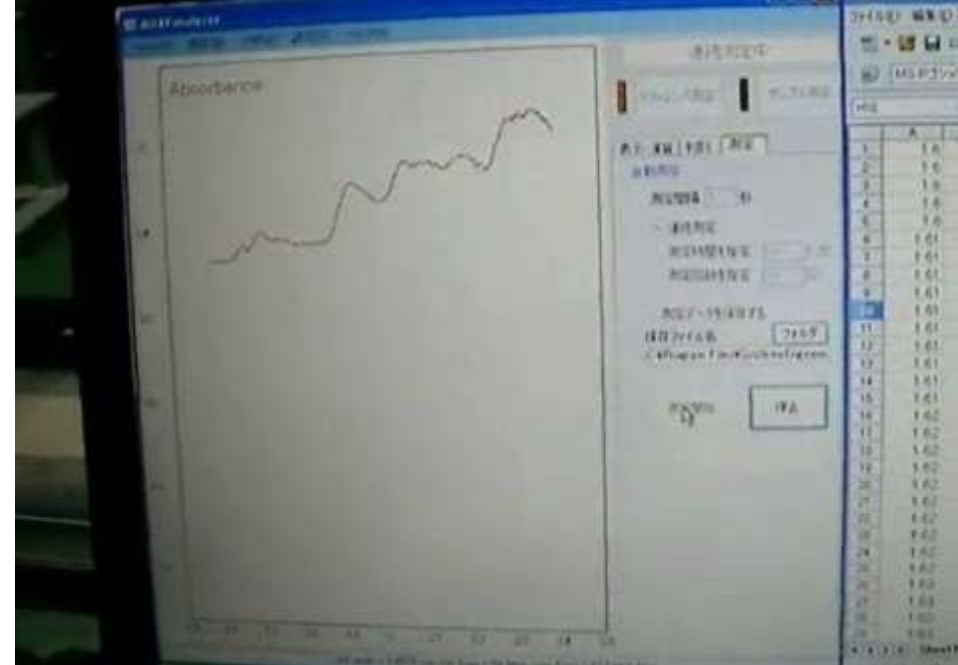
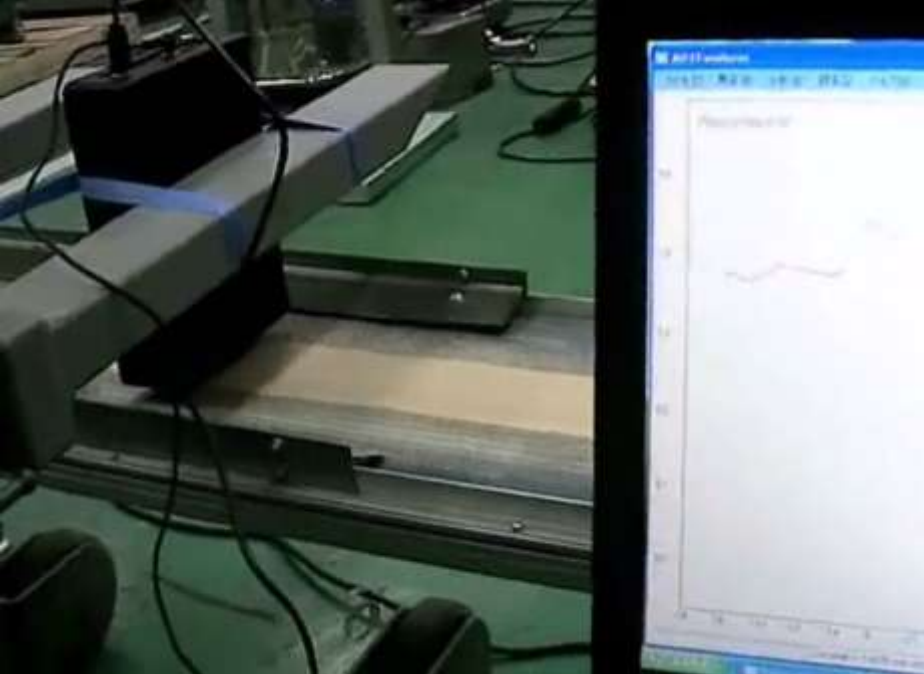
写真

左上:コンバージミルへの試料投入

右上:コンバージミル回転の様子

左下:ベルトコンベヤー上の

モニタリング



	A	B	C	D	E	F	G	H	I
1	1.0	0.1	0.37	6.94	1.31				
2	1.0	0.25	0.37	6.96	1.31				
3	1.0	0.31	0.37	6.97	1.34				
4	1.0	0.35	0.37	6.97	1.42				
5	1.0	0.4	0.37	6.95	1.35				
6	1.01	0.43	0.37	6.94	1.3				
7	1.01	0.45	0.37	6.94	1.21				
8	1.01	0.49	0.37	6.94	1.26				
9	1.01	0.51	0.37	6.93	1.22				
10	1.01	0.52	0.37	6.94	1.22				
11	1.01	0.53	0.37	6.94	1.26				
12	1.01	0.53	0.37	6.94	1.3				
13	1.01	0.53	0.37	6.92	1.27				
14	1.01	0.53	0.37	6.92	1.24				
15	1.01	0.54	0.37	6.92	1.25				
16	1.01	0.51	0.37	6.93	1.25				
17	1.01	0.51	0.37	6.94	1.24				
18	1.01	0.47	0.37	6.94	1.26				

計測の手順2

写真

左上: ベルトコンベヤー上の
モニタリング

右上: モニター画面

左下: 結晶化度の表示

キッチン粉末の粒度測定

- 粉末の粒度は、その後のプロセスに大きく影響を与える。
 - 現在の測定はXRD回折を利用しているが、手間がかかってしまう。
- そこで、近赤外線を用いた簡便な粒度分布の測定法を確立する。
- 対象としたものは、バイオマス資源として重要な、キッチンの粒度分布の測定を行った。

粒度による散乱光量の変化

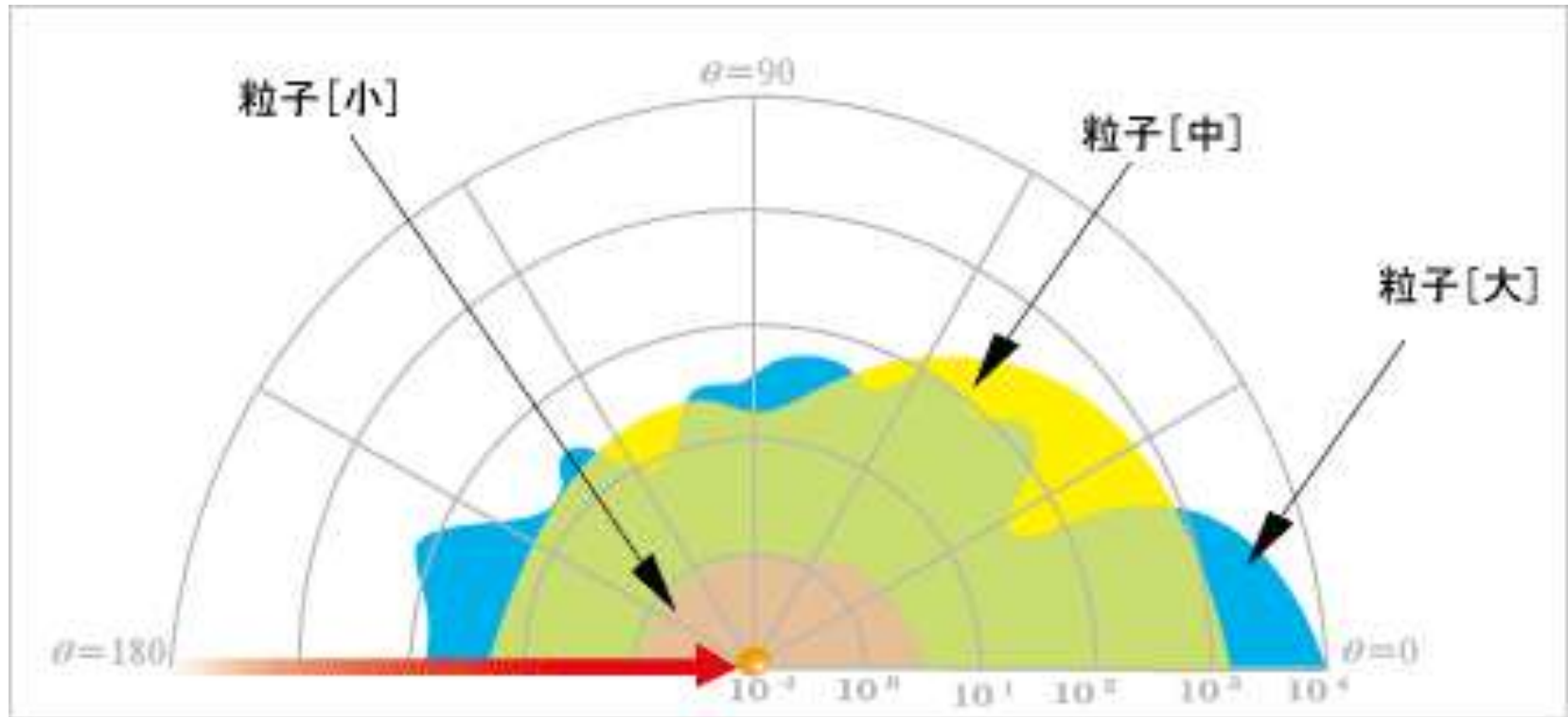


図-1 散乱光量とパターンの違い

粒度測定の実験方法

- ふるいで分級したキッチン粉末0.1gをセルに入れる
- セルには反射板を入れたものと入れないものを準備する
- 紫外可視近赤外分光光度計V-670を使用し、波長領域200～2500[nm]で測定する
- 測定するサンプルは8つ準備する



積分球用粉体セルPSH-001型



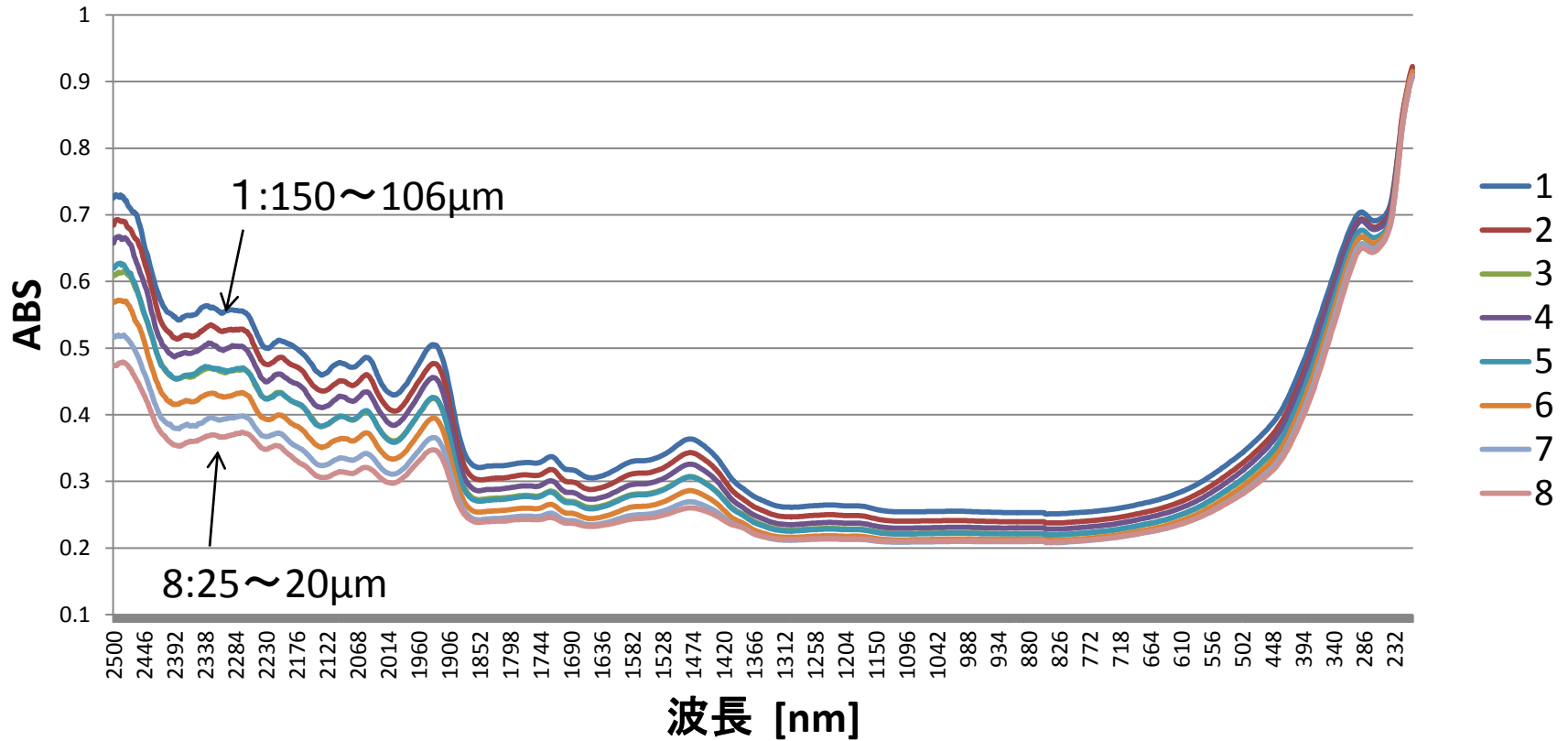
反射板

測定したキチン粉末試料

Sample No.	粒度の範囲[μm]	メジアン径[μm]
1	150~106	128
2	106~90	98
3	90~63	76.5
4	63~53	58
5	53~45	49
6	45~38	41.5
7	38~25	31.5
8	25~20	22.5

注：表の「メジアン径」は、変量の階級値を意味する。

キチン粉末の粒度測定結果



想定する用途・業界・課題

- 水産資源の加工工場でのリアルタイムでの粉末粒径測定、自動選別機、高品質管理

食品加工、水産加工業、水産物の流通分野の企業を想定

● 課題

- ・精度の向上
- ・低コスト化技術

本技術に関する知的財産権

- 【公開番号】特開2010-190746(P2010-190746A)
【公開日】平成22年9月2日(2010. 9. 2)
【出願番号】特願2009-35741(P2009-35741)
【出願日】平成21年2月18日(2009. 2. 18)
【国等の委託研究の成果に係る記載事項】(出願人による申告)平成20年度 生物系特定産業技術研究センター「イノベーション創出基礎的研究推進事業」、産業技術力強化法第19条の適用を受ける特許出願
【出願人】(504237050) [独立行政法人国立高等専門学校機構](#)
【出願人】(503245465) [株式会社アーステクニカ](#)
- 【発明者】貝原 巳樹雄、戸谷 一英、二階堂 満

本技術の問い合わせ先

一関工業高等専門学校
地域共同テクノセンター長(コーディネータ)
佐藤 清忠

〒021-8511岩手県一関市萩荘字高梨

TEL 0191-24-4738

FAX 0191-24-2146

e-mail satok@ichinoseki.ac.jp