

多様な用途への適用を目指した近赤外分光プローブ

Near-Infrared Spectroscopic Probe for Diverse Applications

石井 健知^{*1}

Takeaki Ishii

猿谷 敏之^{*1}

Toshiyuki Saruya

原 理紗^{*1}

Risa Hara

稲村 一彦^{*1}

Kazuhiko Inamura

寛 和之^{*2}

Kazuyuki Kakehi

透明度の低い原材料を測定対象とするインライン測定技術は、分野を横断した展開が見込まれる。我々は、その実現に向け、インライン測定の課題を解決するために近赤外分光プローブの機能を検討した。このプローブの1つ目の特徴は、配管やタンクの窓越しにプローブを設置することによる脱着の容易性である。これにより、製造を中断することなくプローブを装置から取り外すことができ、分析室での検量線の作成・管理が可能となる。2つ目の特徴は、製造装置に組み込まれた状態で測定系の状態変化を補償するための、定期的なリファレンス測定機能である。本稿では、この機能を評価し、分光器の温度が変化する条件下でも吸光度の変動を抑えられることを確認した。

Inline measurement technologies for low-transparency process streams of raw materials have potential applications across a wide range of industries. Toward this end, we investigated a near-infrared spectroscopic probe to address key challenges in inline analysis. The probe's first feature is a window-mounted design for pipes or tanks that enables quick installation and removal. This design allows the probe to be removed from the production line without interrupting production. As a result, calibration models can be developed and maintained in the laboratory. The second feature is a periodic reference measurement function that enables correction for changes in the measurement system while the probe remains installed. We experimentally evaluated this function and confirmed that it suppresses absorbance fluctuations under variations in spectrometer temperature.

1. はじめに

横河電機は、製造プロセス中の原材料の成分や物性をインラインで測定することにより、今なお人に依存している工程の自動化に貢献することを目指している。

インライン測定技術の中でも、我々は、透明度の低い原材料を対象とするものに着目している。その理由は二つあり、一つは、透明度の高い原材料と同じ手法では管理できない原材料が存在し、その測定手法が求められていることである。もう一つは応用範囲の広さにある。透明度の低い原材料は、食品、化粧品、医薬品、樹脂をはじめ広い分野で扱われているため、その測定技術は分野を横断した展開を期待できる。

本稿ではこうした背景を踏まえ、まず、透明度の低い原材料の特徴と、その製造プロセス中での状態を把握する上で欠かせないインライン測定の一般論について述べる。次に、横河電機が食品製造業界向けに提供するソリューションにおけるインラインセンサの役割に触れ、インラインセ

ンサの活用例とそれにより得られる価値を示す。最後に、インラインセンサの検討事例として、透明度の低い原材料を測定対象とする近赤外分光器用インラインプローブに関する取り組みを紹介する。

2. 透明度の低い原材料（分散系）の特徴

透明度の低い原材料は分散系やコロイドと呼ばれ、分散させる媒質（分散媒）と分散する物質（分散質）の状態によって、粉体、エマルジョン、ゲル、サスペンションなどに分類される。

分散系の例は身近な食品に見ることができる⁽¹⁾。例えば、小麦粉や大豆粉は粉体である。また、牛乳はO/W（oil-in-water）エマルジョン、バターはW/O（water-in-oil）エマルジョン、ヨーグルトはゲルであり、同じ乳製品でも分散系としての状態は様々である。

透明度の低い原材料の測定において注意すべき点は、分散質の分散状態が希釈や時間経過によって変化し得ることである。以下に述べるインライン測定は、こうした変化を避け、製造プロセス中における原材料の状態そのものを把握する手法である。

*1 マーケティング本部イノベーション統括部

*2 横河ソリューションサービス株式会社

3. 分析方法の種類とインライン測定的位置づけ

生産工程では、原材料の状態の把握と、把握した状態に応じた調整が必要となる。なかでも、原材料の成分がばらつく工程や、不安定な反応や生成物を伴う工程は、特に管理が重要である。例えば、農産物を原材料とする食品製造プロセスは、原材料の成分が季節や産地に依存するため、管理が重要な工程に分類される。逆に、原材料のばらつきが小さくプロセス再現性の高い工程では、原材料を連続的にモニタリングする必要性は低い。

原材料の分析方式は、分析機器の設置場所によってインライン、オンライン、アットライン、オフラインに分類される(図1)⁽²⁾⁽³⁾。先に挙げたものほどリアルタイム性に優れる一方、分析精度は低くなる傾向にある。

リアルタイム性に最も優れるインライン方式は製造装置に分析機器を組み込んで測定する方式であり、その他の方式はサンプリングを伴う。自動でサンプリングを行うのがオンライン方式である。残る2つは、人手でサンプリングを行う方式であり、サンプリング場所の近くで分析するのがアットライン方式、離れた場所で分析するのがオフライン方式である。

連続的なモニタリングや制御を目的とする測定では、インラインまたはオンラインの方式を採用する必要がある。インライン測定のメリットは製造装置内にあるサンプルの状態そのものを把握できることであり、オンライン測定のメリットはサンプルの前処理によって分析精度を改善できることである。

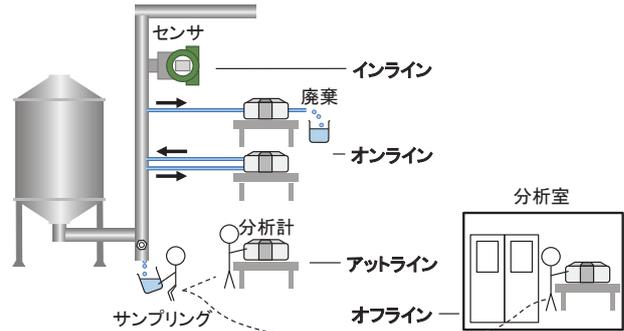


図1 分析方法の種類

4. インラインセンサを活用したソリューション例

インラインセンサを上位システムと連携させる例として、食品製造業向けのソリューションを紹介する。

4.1 食品製造業向けソリューションにおけるインラインセンサの役割

横河電機のライフ事業では、製造プロセスを「はかる」、製造指示・実績を「みる」、現場と経営を「つなぐ」ことによる課題解決をビジョンに掲げている。食品製造業を例に、具体的な実現手段を図2に示す⁽⁴⁾。

食品製造業界では、品質とコストの両立や、人手不足の解消など難しい課題があり、その背景には、紙の指示書や手書きの実績記録の存在、計量・投入・サンプリング作業の自動化の遅れといった要因がある。インラインセンサが活用されるのは、後者に対するソリューションの「はかる」

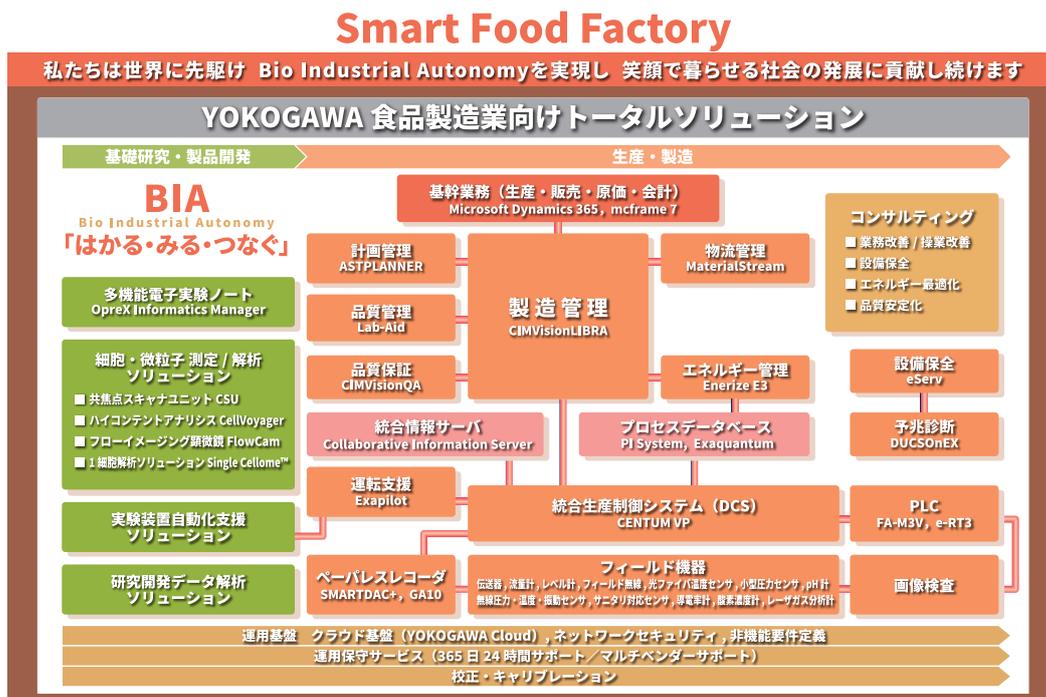


図2 YOKOGAWA 食品製造業向けトータルソリューション⁽⁴⁾

領域である。以下では、その具体例として、サンプリング検査とその結果に基づく調整の自動化について述べる。

4.2 インラインセンサを用いた自動制御の実現

製造装置から測定対象をサンプリングして成分濃度を測定し、測定値に応じて濃度を調整する工程は、インライン濃度測定が実現できれば自動制御が可能となる（図3）。ここで、製造実行システムMES（Manufacturing Execution System）は、製造している製品の規格濃度を、コントローラであるDCS（Distributed Control System）やPLC（Programmable Logic Controller）に設定する。DCSやPLCは、インラインセンサから受け取った成分濃度とMESから受け取った規格濃度とを比較し、製造装置内の原材料濃度をリアルタイムに制御する。

こうした自動制御の実現により、人手不足の解消だけではなく、品質の安定化、規格外品の発生防止、調整時間の短縮、コンタミネーションのリスク低減など、広い範囲での価値を期待できる。

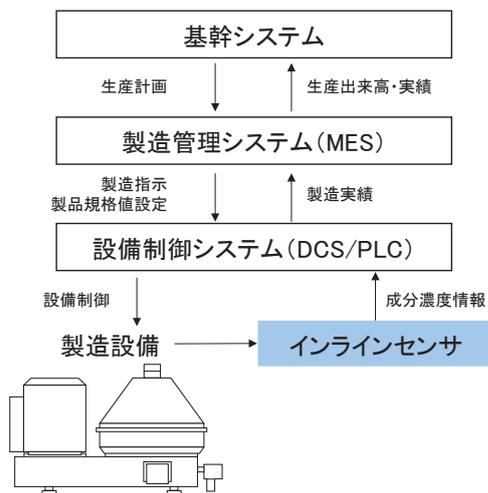


図3 インラインセンサによる自動化例

5. 近赤外分光法

近赤外分光法はオフライン分析に用いられることが多い手法であるが、インライン・オンライン分析や、その分析値に基づく制御にも利用できる。例えば、横河電機の近赤外分光分析計NR800⁽⁵⁾は、分析にとどまらず制御にも活用されている⁽⁶⁾。

5.1 近赤外分光法の特徴⁽³⁾⁽⁷⁾

近赤外分光法は、測定対象が引き起こす近赤外域（波長800 nm～2500 nm）の光の強度変化から情報を得る手法である。光の強度変化は、測定対象中の物質による光の吸収や散乱に起因し、その波長依存性（スペクトル）は分子の構造や相互作用に関する情報を含んでいる。こうした情報を引き出す手段として利用されるのが、多変量解析によ

り構築される「スペクトルから測定対象の成分や物性を予測するモデル（検量線）」である。

測定項目ごとに検量線を作ることが前提である近赤外分光法の特徴は、温度計や圧力計といった計測器との明確な相違をもたらす。それによる近赤外分光法のメリットとして、様々な予測対象に対応できること、検量線を作りさえすれば複数の測定項目を同時に予測できることが挙げられる。一方でデメリットは、検量線作成に時間と手間がかかること、導入前に予測性能を予測できるとは限らないこと、運用中に予測性能が悪化した場合に検量線の保守（メンテナンス）が必要となることなどである。また、近赤外分光法の予測性能が、測定方法やハードウェアの性能だけではなく、検量線の作成方法にも依存することに留意が必要である。

近赤外分光法には複数の測定手法があり、測定対象ごとに適切な方法を選択する。透過法は、原材料を透過した光の強度を測定する手法であり、測定対象の透明度が高い場合に用いる。例えば、横河電機の近赤外分光分析計NR800は主として透明度の高い原材料を透過法で測定する装置である。一方、拡散反射法は、原材料内部で散乱を繰り返し外に出てきた光を測定する手法であり、測定対象の透明度が低い場合に用いる。本稿で検討したプローブは、透明度の低い原材料を測定対象とするため、拡散反射法を採用した。

5.2 インライン測定における課題

近赤外分光法を用いたインライン測定の用途拡大を阻む課題として、用途に応じたコストと性能（費用対効果）の装置が入手できるとは限らないこと、検量線作成や保守に手間がかかること、十分な予測性能が達成できず従来のオフライン分析を置き換えられない場合があること、が考えられる。以下で、これらの課題について考察する。

- 1) 費用対効果：インライン測定器のコストが高くなる要因として、取付箇所以外の測定ができないため測定点ごとに装置が必要になること、現場環境に対応するための構造（防塵防水や防爆）や付属品（光ファイバやサンプリング装置）が必要になること、が挙げられる。また、装置構成の自由度が低いことで、必要以上に性能（測定波長範囲、波長分解能、信号対雑音比など）が高い分光器を採用せざるを得ない場合にも費用対効果が悪化する。
- 2) 検量線の作成・保守：インライン測定器を生産設備の配管やタンクに取り付けた状態で検量線のためのデータを取得するには、大量の原材料が必要になる。また、予測性能の良い検量線を作成するためには予測項目の測定レンジをカバーするデータが必要となるが、規格値から外れる組成を含む幅広いデータを生産中に収集することは容易ではない。
- 3) 予測性能：インライン測定器は、温度、湿度、振動と

いった現場環境の影響を受ける。これにより、近赤外分光法では、分析室よりもインラインの方が、スペクトル測定精度が悪くなる。こうしたスペクトルへの悪影響や、測定サンプルの前処理ができないことによる測定条件のばらつきは、最終的に検量線による予測性能を悪化させる。

6. 拡散反射プローブの試作

本稿では、透明度の低い原材料を測定対象とするインライン拡散反射プローブの機能を検討し、上で挙げた課題の一部を解決しようと試みた。

- 1) 費用対効果：装置全体として用途に応じた適切なコストと性能を実現できるよう、分光器や光学系を交換できる構造を目指した。さらに、分光器の能力を最大限引き出すため、プローブに補償機能（リファレンス測定機能）を備えた。定期的なリファレンス測定を前提とすることで、選択できる分光器の幅が広がり、コストダウンやシステムの簡素化を期待できる。
- 2) 検量線の作成・保守：現場のインラインプローブを分析室に移動させ、調合した様々な組成のサンプルを測定することで検量線を作成するコンセプトとした。これを実現するため、配管やタンクに取り付けたサイトガラスの窓越しにプローブを設置する構造とし、製造を中断せずにプローブを脱着できるようにした。
- 3) 予測性能：現場環境下でも安定した予測性能を得るため、プローブが配管に接続された状態であっても定期的にリファレンスを測定できる構造を実現した。

6.1 プローブの特徴

試作したプローブには、脱着が容易であること、およびリファレンス測定機能を有すること、の2つの特徴がある。

脱着容易性は、サイトガラス内部のサンプルを、クランプで取り付けたプローブで測定する構造によって実現した（図4）。この非接液構造により、プローブ脱着時に製造を中断したり配管を分解したりする必要がなくなり、装置立ち上げ時のオペレーションや予測性能悪化時のメンテナンスが容易になる。

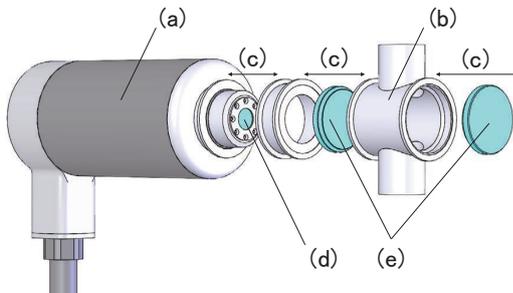


図4 プローブとサイトガラスの接続方法。(a) プローブ、(b) サイトガラス、(c) クランプ取付箇所、(d) プローブ窓、(e) サイトガラス窓

図5に、プローブ内部の光学系である照射部と受光部の位置関係を示す。光学系取付部品(a)は、照射部(b)と受光部(c)を取り付ける部品である。ここで、照射部は測定対象に光を照射する機能、受光部は測定対象からの散乱光を取り込む機能を持つ光学系である。

受光部が取り込んだ散乱光は、分光器に導光される。分光器の配置場所は、プローブの内部と外部のいずれも選択できる。プローブ内部に配置するとコンパクトな構成になる一方、分光器がプローブ設置環境の影響を受けやすい。プローブ外部に配置すればこの影響を避けられるが、散乱光を光ファイバで分光器に導光するため、光ファイバのコストがかかるほか、光ファイバによる減衰や光ファイバの曲げが測定に悪影響を及ぼし得る。

サイトガラスの窓は測定対象に触れるため、割れのリスクを考慮して厚さ12mmのサファイアを採用した。リファレンス測定(B)とサンプル測定(C)の測定条件を揃えるためには、サイトガラス窓の厚みに応じて光学系の配置を変える必要がある。この配置を切り替える動作は、2つ目の特徴であるリファレンス測定機能の一部として実現した。以下で、この特徴について説明する。

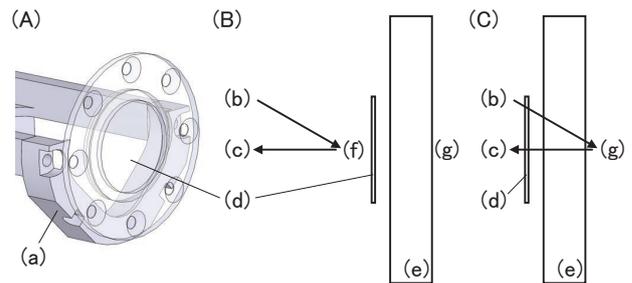


図5 照射と受光の位置関係（矢印は光路を表す）。(A) プローブの一部、(B) リファレンス測定時の配置、(C) サンプル測定時の配置。(a) 光学系取付部品、(b) 照射部、(c) 受光部、(d) プローブ窓、(e) サイトガラス窓、(f) リファレンス、(g) サンプル

リファレンス測定機能を実現するため、プローブ内部にリファレンス測定用の反射板を取り付けたシャッターを内蔵した。これにより、プローブを配管に取り付けた状態でも定期的にリファレンス測定を行い、装置の状態変化を補償できる。図6にシャッターの動作を示す。リファレンス測定時の配置(A)からサンプル測定時の配置(B)に移行する際、円筒カムは光学系の直線運動と同期したシャッターの回転動作を引き起こす。サンプル測定では、シャッターが光学系を避ける位置に移動し、光学系がプローブ窓の際まで近づく構造になっている。配置の切り替えは圧縮空気を動力としており、電磁弁による制御が可能である。以下の評価では、この機能を用いて、リファレンスとサンプルを交互に自動測定した。

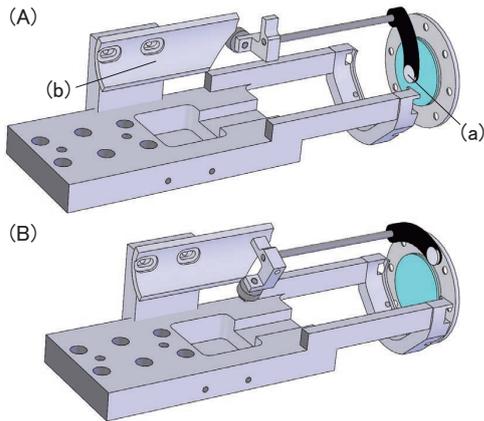


図6 光学系の直線運動とシャッターの回転運動。(A) リファレンス測定時の配置、(B) サンプル測定時の配置、(a) リファレンス測定用の反射板、(b) 円筒カム

6.2 リファレンス測定の効果の検証

同じサンプルを測定し続けた場合の吸光度（下式）の変動幅を指標とし、リファレンス測定機能の効果の評価した。

$$A = -\log_{10} \frac{I}{I_0}$$

ここで、 I_0 はリファレンス測定における受光強度、 I はサンプル測定における受光強度を表す。

同じサンプルを測定し続けた場合、理想的には吸光度は変化しない。しかし、測定装置の状態が変化する場合に吸光度が変化し得る。測定装置の状態変化には、リファレンス測定とサンプル測定に共通するもの（例、分光器の温度や照射光量の変化）と、それぞれに固有のものがあり、リファレンス測定によって吸光度を補償できるのは前者である。本稿では、前者に分類される分光器の温度変化に伴う吸光度変化を、定期的なリファレンス測定によって補償できるかを評価した。

評価系を図7に示す。2つの恒温槽を用い、一方で分光器の周囲温度を20°C～30°Cの間で変化させ、もう一方でプローブとサンプルの周囲温度を30°Cに保った。恒温槽内の気流による影響を緩和するため、分光器やプローブは箱の中に設置した。測定サンプルはサイトグラス内部から窓部に貼りつけた白色板とし、光源はタングステンランプ、近赤外分光器はフーリエ変換型の市販品を用いた。分光器の測定データとしてリファレンスとサンプルのそれぞれについて64回平均したスペクトルを交互に取得し、測定後のデータ処理において約17秒に1回の頻度で吸光度を算出した。

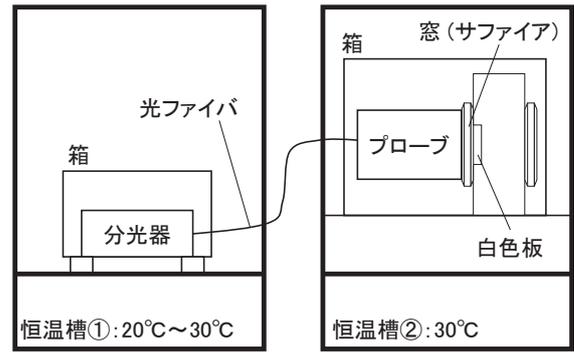


図7 評価系。恒温槽①で分光器を温度変化させ、恒温槽②でプローブと測定対象を一定温度に保った。

分光器を入れた恒温槽の温度設定は、20°Cから30°Cに10°C/60分の温度変化速度で昇温、30°Cで30分間保温、30°Cから20°Cに10°C/60分の温度変化速度で降温、20°Cで30分間保温、というサイクルを2回繰り返した。分光器を入れた恒温槽の雰囲気温度と分光器の内部温度の実測値は図8に示す通りであった。

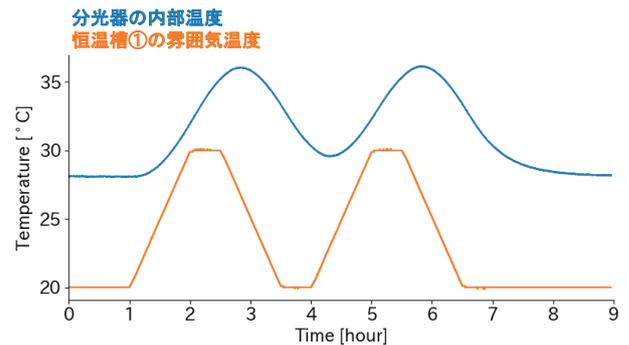


図8 分光器を入れた恒温槽の雰囲気温度と分光器内部温度の実測値

吸光度変化について、初回のみリファレンスを測定した場合と、毎回リファレンスを測定した場合を比較したものを図9に示す。測定開始後、分光器の内部温度が一定に保たれている間は、リファレンス測定の頻度に依らず吸光度は一定に保たれていた。その後、分光器の内部温度が変化し始めると、初回のみリファレンスを測定した場合は吸光度が大きく変化したのに対し、毎回リファレンスを測定した場合は吸光度変化を目標値（ $\pm 10^{-3}$ ）よりも小さい幅（ $\pm 10^{-4}$ 程度）に抑えることができた。

以上より、分光器の内部温度変化による吸光度変化を補償する上で、プローブのリファレンス測定機能が有効であることを確認できた。

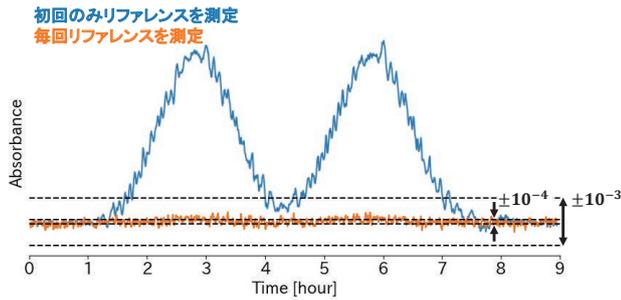


図9 吸光度変化 (5000 cm^{-1}) のリファレンス測定の種類による違い。吸光度は、1分間の窓幅で移動平均処理を施した。

7. おわりに

本稿では、透明度の低い原材料を扱う多様な製造プロセスに適用できる近赤外分光プローブを実現するため、オンライン測定を阻む課題に対してプローブの機能面からアプローチした。試作したプローブの特徴は、配管やタンクの窓越しに原材料を測定する非接液構造による脱着容易性と、配管に取り付けた状態でも定期的にリファレンス測定ができる機能である。本稿では、このプローブのリファレンス測定機能により、分光器の温度が変化する状況であっても、吸光度の変動を目標値に対して十分小さな幅に抑えられた評価事例を紹介した。

最後に、本稿で検討したプローブを活用するにあたり、さらに検討が必要な項目を列挙する。まず、現場環境下での性能向上のためには、リファレンス測定とサンプル測定

の両方の配置で、外部環境変化により生じるそれぞれに固有の変化が小さくなるプローブ構造を見出す必要がある。次に、装置全体として用途に応じた適切なコストと性能を実現するためには、与えられた要求仕様に対して、それを達成するための分光器性能を見積もる手法が必要になる。そして、運用面では製造現場の多様な原材料や予測項目への対応力を高める必要があり、そのためには検量線を簡易に作成・管理する手法が求められる。

参考文献

- (1) 松村康生, 松宮健太郎, 他 監修, 食品分散系の制御技術と応用, シーエムシー出版, 2024
- (2) 山崎弘郎, “オフライン分析からオンライン分析へ”, 計測と制御, Vol. 27, No. 11, 1988, p. 961-967
- (3) 岩元睦夫, 河野澄夫, 他, 近赤外分光法入門, 幸書房, 1994
- (4) 横河電機株式会社, 食品製造業様向けソリューションマップ紹介, <https://www.yokogawa.co.jp/expo/webinar/247>, (参照 2025-08-29)
- (5) 南光智昭, 関行裕, 他, “近赤外分光分析計 InfraSpec NR800”, 横河技報, Vol. 45, No. 3, 2001, p. 41-44
- (6) 田中秀子, 大原寿樹, 他, “近赤外分析計 NR800 を用いた気液両相高速分析”, 横河技報, Vol. 53, No. 2, 2010, p. 55-58
- (7) 尾崎幸洋, 近赤外分光法, 講談社, 2015

* Microsoft Dynamics 365 は、米国 Microsoft Corporation の米国およびその他の国における登録商標です。

* mcframe はビジネスエンジニアリング株式会社の登録商標です。

* PI System は AVEVA Solutions Limited の登録商標または商標です。

* その他、本文中で使用されている会社名、団体名、商品名、サービス名およびロゴ等は、横河電機株式会社、各社または各団体の登録商標または商標です。