

技術報告

製塩工程における水分のインライン測定法の検討

古賀明洋・新野 靖

要 旨

製塩工程における水分管理として、インライン用マイクロ波水分計の性能調査を行った。塩への適用性を検討した結果、粒径の影響は見られず、検量線の直線性や繰り返し精度も良好であったが、品温や設置法によって測定値に差が見られた。そこで、現場に設置した状態で多くのデータを収集し、検量線や重回帰式を作成することによって、インラインにおける水分管理に適用できると考える。

1. 緒 言

製塩工場において生産塩の水分管理は重要であり、いくつかの製塩工場ではインラインで管理する多波長型赤外線水分計（JE-500）が用いられているが、必ずしも良好な結果が得られているとは限らない。また、この水分計を導入していない工場では、「塩試験方法」の140°C乾燥法の代替法としてマイクロ波（電子レンジ）による方法や卓上型赤外線水分計が用いられているが、データのフィードバックに時間を要し、製品の水分管理としては不十分な状態にある。

近年、粉体の水分管理に適用できる水分計として、微弱なマイクロ波を用いた装置（インライン用およびラボ用）が市販されている。この装置は、微弱マイクロ波を塩層に照射し、反射されたマイクロ波の強度を測定し、塩の水分に吸収されたマイクロ波の量を水分値として表示するものであり、ドイツの製塩工場（Kali & Salz 社）で使用されている。

そこで、日本国内の製塩工場における、マイクロ波水分計の適用を検討することを目的とし、TEWS 製（ドイツ）のインライン用水分計「MW2160」を用い、基本性能及び、工場での実用性を検討した。

2. 原 理

電磁波の分類を Fig. 1 に示す。我々が普段目に見えている光は波長 780 nm～380 nm の可視光線と呼ばれている電磁波であり、マイクロ波は赤外線よりも波長が長く、数 10 cm～1 mm 程度の電磁波である¹⁾。

マイクロ波は、金属に当たると完全に反射されて、その金属に影響を及ぼすことはできない。しかし、非金属である誘電体にマイクロ波が照射されると、誘電体の内部へ浸透し、そこに高周波電界や磁界を与える。

マイクロ波のある誘電体に照射した場合、誘電体内部に電界が生じ、熱の発生と共にマイクロ波の振幅は減少

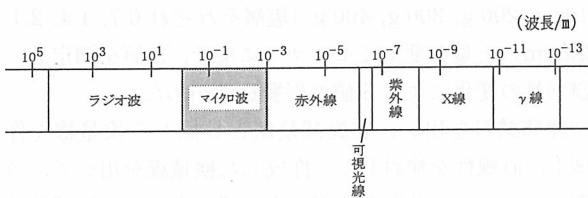


Fig. 1 電磁波の分類

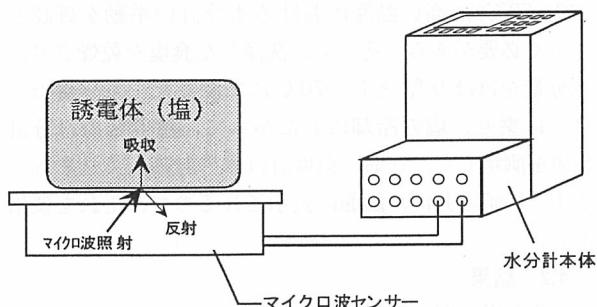


Fig. 2 水分計の概略

し、マイクロ波が誘電体に吸収され、一部は誘電体の表面で反射される。この反射量を測定することによって、吸収量（SIGNAL 値）を求め、水分量を予測するのがこのマイクロ波水分計の原理である。

3. マイクロ波水分計の仕様

水分計の簡易図を Fig. 2 に示す。マイクロ波センサーは、マイクロ波の照射と、反射マイクロ波測定の両方の機能を兼ね備えている。

- 製造会社 : TEWS (ドイツ)
 - 製品名 : MW2160
 - 本体 : 縦 × 横 × 高さ = 240 × 265 × 390 (mm)
 - センサー (皿形) : 直径 180 mm, 高さ 48 mm
- 水分量（乾燥減量値）とマイクロ波吸収量（SIGN-

AL値：以下S値とする）による検量線を作成し、この検量線をもとに目的試料の水分を測定する。

4. 実験室内での基本性能調査

水分計の塩への適用性を検討するために、実験室内で（塩は静止した状態）以下の試験を行った。

4.1 実験方法

食塩を飽和食塩水とエタノールで洗浄後、乾燥させ、蒸留水を段階的に加え、よく振り混ぜて標準試料を調整した。試料をセンサーに乗せ、S値を3回測定した。一旦、試料を取り除いた後、再び同試料をセンサーに乗せ、S値を3回測定した。この操作を合計3回繰り返し、S値のバラツキを見た。

また、試料量の影響を確認するために、標準試料を100g, 200g, 300g, 400g（塩層それぞれ0.7, 1.4, 2.1, 2.8cm）と量を変えてセンサーに乗せ、S値を測定し、試料量の変化によるS値の影響を確かめた。

標準試料を用い、乾燥減量値とS値から検量線を作成し、直線性を検討した。作成した検量線を用いて、各製造メーカーの並塩と食塩の水分値を求め、乾燥減量値と比較した。

また、工場のライン上の塩は、品温が常温よりも高く（40~60°C）、高い温度における水分計の挙動を確認しておく必要がある。そこで、洗浄した食塩を乾燥させ、水分量をほぼ0%とし、70°Cに加温した。水分計センサーに乗せ、塩の冷却にしたがって、温度毎の水分計S値を測定した。なお、温度計は水分計に組み込まれており、S値と共に、画面に表示されるので、それを使用した。

4.2 結果

S値を繰り返し測定した結果、ほぼ一定の値を示しており、機器による測定値の再現性に問題点は無いと判断した。乾燥減量値と、試料量を変化させたときのS値の関係をFig.3に示す。この結果、100gの高水分域に若干の差が見られるが、試料量の増加に伴う一定の傾向が見られないことから、試料量及び、塩層高さによるS値への影響はないものと判断した。

「食塩」、「並塩」、「粗粒子塩」を試料として用い、得られたS値と乾燥減量値の関係（検量線）をFig.4に示す。この粒径範囲での検量線は、ほぼ同一線上に存在し、粒径の影響は見られないと判断した。

この検量線をもとに、各製造メーカーの並塩・食塩の水分計測定値を求め、乾燥減量値と共にTable 1, 2に示す。この結果、乾燥減量値と水分計測定値の差は、並塩では±0.1%以内、食塩では一点を除き±0.01%程度と良好な結果であった。

試料の温度変化におけるS値の挙動をFig.5に示す。温度の増減と共にS値も増減し、本水分計は温度

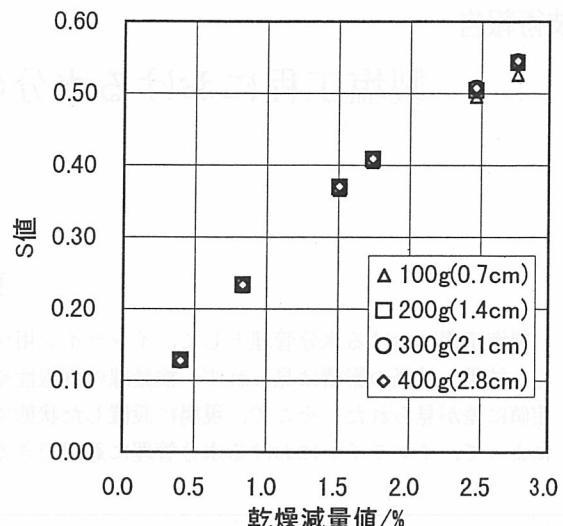


Fig. 3 層厚による影響

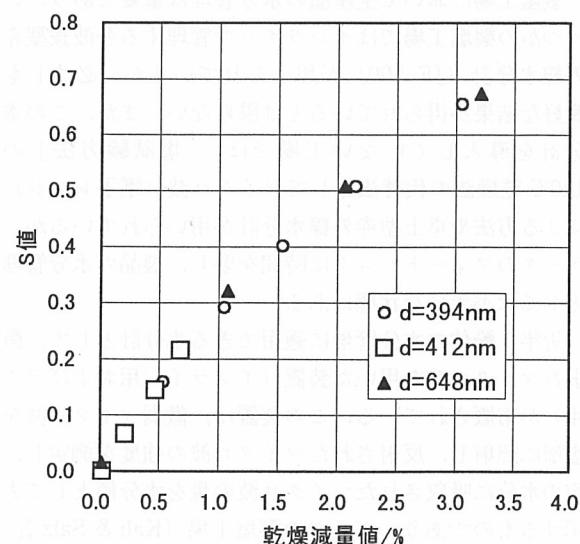


Fig. 4 粒径による影響

Table 1 並塩測定値

製造メーカー	乾燥減量値/%	水分計測定値/%
A	1.13	1.05
B	1.35	1.34
C	0.95	1.00
D	1.25	1.15
E	1.36	1.30

Table 2 食塩測定値

製造メーカー	乾燥減量値/%	水分計測定値/%
F	0.18	0.17
G	0.12	0.11
H	0.19	0.19
I	0.25	0.18

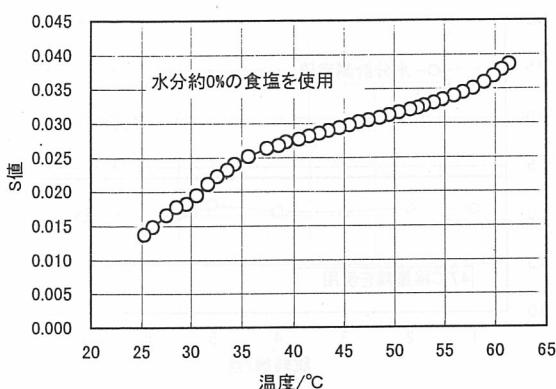


Fig. 5 温度変化に伴う S 値の挙動

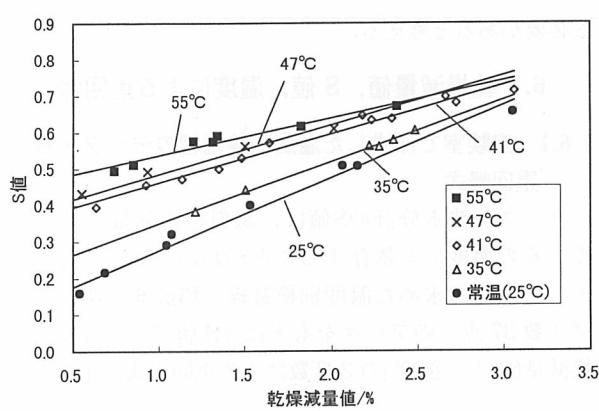


Fig. 6 温度別検量線

による依存性が大変高いことが確認された。従って、ライン上の塩を測定する際には、常温で作成した検量線は適用できず、温度ごとの検量線を作成することを試みた。

食塩を用いて標準試料を作成し、それぞれ密封用袋(キューパック)に入れ、袋内をほとんど真空状態にして密封した。これらを恒温槽に入れ、加温した。加温した塩を袋から取り出し、水分計センサーに乗せて、温度と S 値を測定した。なお、センサー自体が温まるのに時間がかかり、センサー内の温度計で正確な温度が測定できず、また S 値も安定しないので、あらかじめ加温した塩を乗せ、センサーを温めておいた。S 値を 3 回測定後、直ちに塩を袋に移し、乾燥減量用の検塩をはかり取った。

以上の試験から得られた温度毎の検量線を Fig. 6 に示す。温度の増加に伴う検量線の変化が明確に現れている。このことより、品温に近い温度での検量線が必要であることを確認した。なお、水分量 0.5% 以下の範囲では、S 値と乾燥減量値との間に相関性の良い直線は得られなかった。水分量の少ない塩は、測定時の若干の蒸発量が、大きな誤差となって現れてくることに起因してい

ると思われる。

5. 現場への適用試験

以上の結果、常温においては S 値のバラツキが無く、検量線の直線性も良好であり、マイクロ波水分計「MW2160」の有用性が示された。しかし、温度の影響を受けやすく、ライン上の高温の塩を測定する際には、品温に近い温度での検量線を使用しなければならない。そこで、実験室で作成した温度別検量線の有効性を調べ、現場の環境への適応性を検討するために、製塩会社の協力を得、工場試験を行った。なお、現場の担当者からは、乾燥減量値との差が 0.2% 以内に収まっている事が必要との話を伺った。

5.1 試験方法

試験対象は食塩、並塩、粗粒子塩である。食塩は乾燥機出口で測定を行い、並塩は分離機出口と包装前のコンベアー上の 2ヶ所で行った。粗粒子塩は並塩と同様のラインだが、製造時間が限られているので、分離機出口でのみ試験を行った。

5.1.1 食塩(乾燥機出口)

食塩乾燥機出口に水分計センサーを設置し、水分計 S 値を測定した。食塩がセンサーから落ちる際に、試料を採取し、乾燥減量を測定した。

5.1.2 並塩(分離機出口)

分離機出口のコンベアーに水分計センサーを設置し、5.1.1 と同様に S 値を測定した。S 値を測定した塩が下のコンベアーに落ちてから検塩を採取し、乾燥減量値を求めた。また、分離機の回転数を変化させて同様の測定を行い、水分計測定値への影響を見た。

なお、湿塩ではセンサー上に塩が付着する現象が起こった。しかし、これはセンサーの上に摩擦の少ないテフロンシートを張り付けることにより改善された。また、テフロンシートの張り付けによる S 値への影響は見られなかった。

5.1.3 並塩(包装前コンベアー)

次に、並塩の包装前コンベアーにおいて、S 値の測定を行った。装置の設置法は今までと異なり、センサーをコンベアーの上方に取り付け、流れる塩を押さえた。乾燥減量用の検塩を先に採取し、その付近の塩がセンサーに接触する際の S 値を測定した。

5.2 結果

5.2.1 食塩(乾燥機出口)

乾燥減量値と水分計 S 値の関係を Fig. 7 に示す。乾燥減量値にわずかな変動が見られるが、これに伴った S 値の変動は見られず、小数第 2 位までの測定はできないと判断した。また、塩の温度 55°C 付近で、低水分(0~0.5%) の検量線を作成する事を試みたが、直線性の良い検量線は得られなかった。さらに、品温が高温の

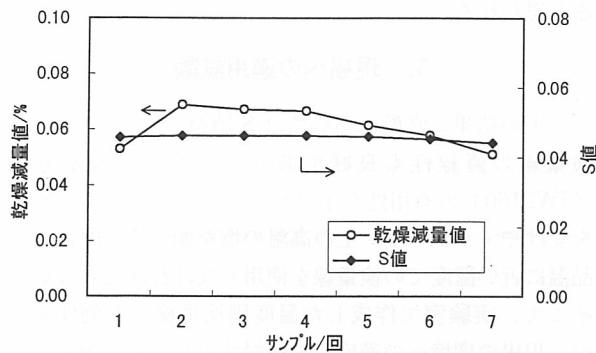


Fig. 7 乾燥機出口で測定した食塩の乾燥減量値と S 値の比較

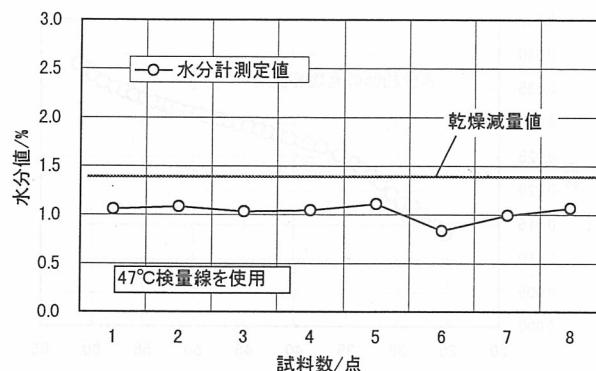


Fig. 9 包装前コンベアー上で測定した並塩の乾燥減量値と水分計測定値の比較

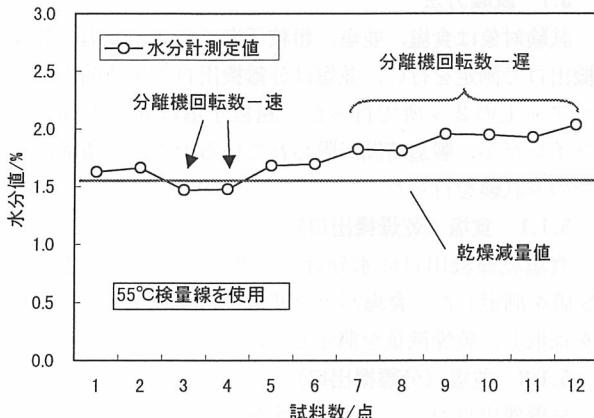


Fig. 8 分離機出口で測定した並塩の乾燥減量値と水分計測定値の比較

ため、水分計本体が熱を発し、長時間の測定は機器の故障の恐れがあると予想された。これらのことから、乾燥機出口での食塩の測定は困難であると判断した。

5.2.2 並塩（分離機出口）

得られた S 値から 55°C 検量線によって水分値を算出し、Fig. 8 に示す。分離機の回転数を速めたときは水分計測定値が低下し、回転数を遅くしたときは測定値が上昇するといった傾向が見られ、本水分計の有用性が確認された。

5.2.3 並塩（包装前コンベアー）

流れる塩を上からセンサーで押さえて S 値を測定し、47°C 検量線（品温 46°C 程度）によって水分値を算出し、乾燥減量値との比較を Fig. 9 に示す。乾燥減量値と比較すると、水分計水分値との間に、ほぼ一定の差が見られた。この原因としては、塩を上から押さえつけた際のかさ密度の影響、または、試料とセンサーとの隙間などが考えられる。従って、今までのような、センサーの上に塩を乗せて作成した検量線は使用できない。測定時と同様に、センサーで塩を押さえた状態で検量線を作成す

る必要があると考える。

6. 乾燥減量値、S 値、温度による重回帰

6.1 実験室で作成した温度別検量線のデータからの重回帰式

マイクロ波水分計の S 値は、試料の水分量だけでなく、その温度にも依存することがわかつている。そこで、実験室で求めた温度別検量線（Fig. 6 参照；サンプル数 37 点）のデータをもとに「S 値」、「水分値（乾燥減量値）」、「温度」の 3 変数による重回帰式を求めた。

$$Y = -0.0320 + 0.152X + 0.00750T \quad (1)$$

Y : SIGNAL 値

T : 品温 / °C

X : 水分値 / %

R²=0.946 (自由度調整済の寄与率)

工場試験で得られたデータを用いて、(1) 式に Y (S 値) と T (品温) を入力し、水分値を算出した。なお、回転数変動の際のデータや、誤差と思われるものは除き、計 20 点のデータ（品温 47°C~57°C）を使用した。結果を Fig. 10 に示す。全体的に計算値の方が低い値となり、最大で 0.32% の差が見られた。

(1) 式の計算値と、乾燥減量値との有意差の判定 (t 検定) を行った結果、有意水準 5 % で、計算値と乾燥減量値との間に有意差があった³⁾。よって、(1) 式は利用できず、より良い計算値を求める必要がある。そこで、工場で得られたデータを用いて重回帰式を求めた。

6.2 工場試験で得られたデータからの重回帰式

実際に測定した並塩と粗粒子塩のデータ（Fig. 10 に用いた 20 点のデータ）を使用し、重回帰式を求めた。その結果、次式を得た。

$$Y = 0.0388 + 0.214X + 0.00433T \quad (2)$$

R²=0.967

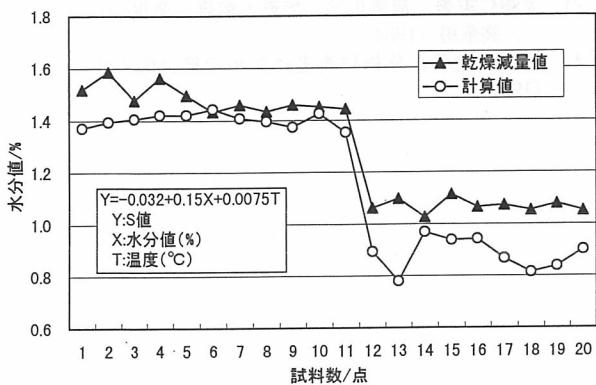


Fig. 10 実験室データから求めた重回帰式の計算値と乾燥減量値の比較

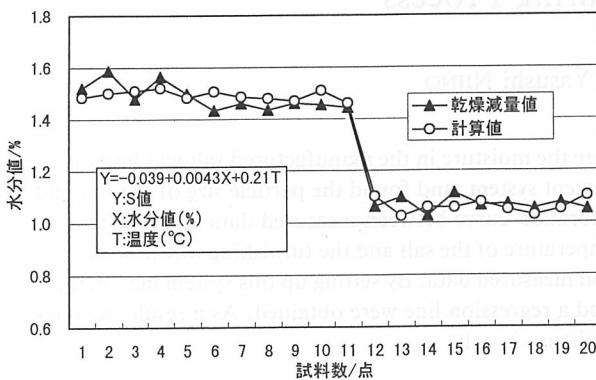


Fig. 11 現場データから求めた重回帰式の計算値と乾燥減量値の比較

先記した実験室での重回帰式(1)よりも、相関性が良好であった。(2)式にS値(Y)と品温(T)を入力し、水分値を算出した。その結果をFig. 11に示す。

乾燥減量値と、算出値の差は±0.1%以内であった。

有意水準5%で、乾燥減量値と計算値に有意差は無かった。よって、実際に測定する環境下でのデータを用いて重回帰式を求める必要がある。

しかし、重回帰式は水分計本体では処理することができず、PCへの接続が必要となる。現場で使用する際には、水分計から出力されたデータを回線によってPCへ転送し、管理する方法が適していると考える。実際に使用する際には、より多くのデータから重回帰式を求め、さらに相関の良い式を求めることが望まれる。

6.3 重回帰式の並塩（包装前コンベア）への適用性

(2)の重回帰式を、5.2.3で得られた並塩（包装前コンベア）データへ当てはめた。(2)の重回帰式にS値、温度を代入し、水分値を算出した。乾燥減量値、(2)式、47°C検量線を用いたときの、それぞれの水分値をFig. 12に示した。47°C検量線より、重回帰式を用

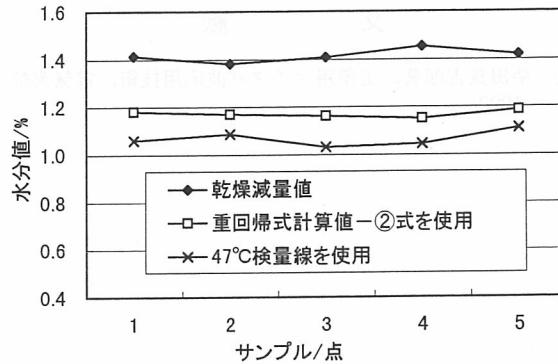


Fig. 12 包装前コンベア上で測定した並塩の水分計測定値、乾燥減量値、重回帰式計算値の比較

いた計算値の方が乾燥減量値との差が縮まったが、それでも差は0.3%程度であり、(2)式をそのまま使用することはできない。前述したように、実際の測定状態と同様の方法で検量線を作成する必要がある。即ち、センサーを下向きに設置し、塩を押しつけた状態で温度との関係を求め、重回帰式を求ることにより、相関が向上すると考える。

7. 要 約

ドイツのメーカーTEWSで開発されたマイクロ波水分計（製品名：MW2160）の製塩工程におけるオンライン水分計としての適用性を検討し、以下の結果を得た。

室温における、S値のバラツキ、試料量の影響、検量線の直線性、いずれも問題は無かった。各製造メーカーの「並塩・食塩」の水分計測定値と乾燥減量値の差は±0.1%以内に収まった。なお、温度による影響が大きく、品温が高い試料を測定するには、品温に近い温度での検量線が必要である。

実工程で試験を行った結果、乾燥機出口の製品は高温の為、測定は不可能であった。湿塩に関しては良好な結果が得られたが、実験室で作成した検量線は使用することができず、現場に設置した状態で、データを収集して検量線を作成する必要がある。

本実験における実測データを用いて重回帰式を求めた結果、相関が良好な式($R^2=0.967$)が得られ、乾燥減量値と重回帰式計算値の差は±0.1%以内であり、有意水準5%で計算値と乾燥減量値との間に有意差は無かった。しかし、重回帰式は水分計本体では計算できず、PC等の処理が必要となる。

以上の結果から、マイクロ波水分計は、品温に近い温度での検量線を作成し、水分値の測定を行うか、若しくは、PC操作を含めた回帰式の作成により、湿塩の水分管理に適用できると考えられる。

文 献

1) 柴田長吉郎著, 工業用マイクロ波応用技術, 電気書院
(1993)

- 2) 大瀧仁志著, 溶液化学—溶質と溶媒の微視的相互作用
一, 裳華房 (1984)
- 3) 藤森利美著, 分析技術者のための統計的方法, 丸善
(1995)

Abstract

Studies of Inline Moisture Measuring System in the Manufacturing Process

Akihiro KOGA and Yasushi NIINO

The performance of the inline-microwave system to measure the moisture in the manufactured salt was investigated. We studied the applicability of the salt moisture measurement system, and found the particle size of the salt had no effect on measured data, and that the linearity of the calibration curve between measured data and the value of moisture and its reproducibility were good. However, the temperature of the salt and the furnishing way in which the microwave moisture sensor was used exerted various effects on measured data. By setting up this system in a factory, much data were gathered, from which a calibration curve and a regression line were obtained. As a result, we concluded that this system could be used for controlling the moisture in salt.

1. 研究目的と方法

製造工程における塩の水分測定法として、従来は、主に熱伝導式水分測定装置が用いられてきた。しかし、この方法では、測定精度が低く、また、測定時間も長いなどの欠点がある。そこで、本研究では、製造工程における塩の水分測定法として、マイクロ波を用いた水分測定装置の開発を行った。この装置は、マイクロ波を用いて、塩の水分を測定するものである。測定原理は、マイクロ波が塩に吸収されると、その吸収量が水分量によって変化するという現象を利用している。この装置は、製造工程における塩の水分測定法として、測定精度が高められ、測定時間が短縮されることが期待される。

本研究では、まず、この装置の測定原理を確認するため、実験室で測定を行った。測定結果によると、測定精度は高いことが確認された。次に、この装置を製造工程に設置し、実際に水分測定を行った。測定結果によると、測定精度は高いことが確認された。また、測定時間も短縮された。以上の結果から、この装置は、製造工程における塩の水分測定法として、有用であることが示された。