

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2012年9月27日(27.09.2012)



(10) 国際公開番号

WO 2012/127617 A1

- (51) 国際特許分類:
G01N 21/35 (2006.01) A24B 3/18 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/056805
- (22) 国際出願日: 2011年3月22日(22.03.2011)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 日本たばこ産業株式会社(JAPAN TOBACCO INC.) [JP/JP]; 〒1058422 東京都港区虎ノ門二丁目2番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 勝山 則男(KATSUYAMA, Norio). 湯浅 弘(YUASA, Hiroshi).
- (74) 代理人: 特許業務法人原謙三国際特許事務所(HARAKENZO WORLD PATENT & TRADEMARK); 〒5300041 大阪府大阪市北区天神橋2丁目北2番6号 大和南森町ビル Osaka (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA,

BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

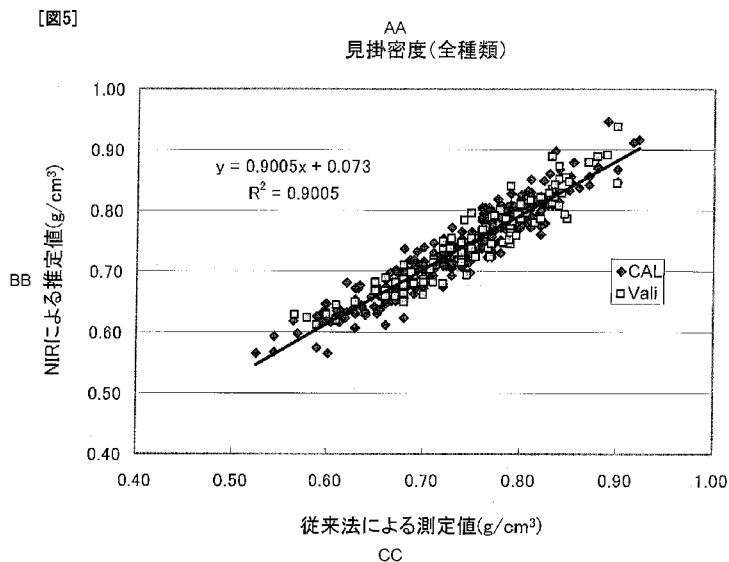
- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ユーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告(条約第21条(3))

(54) Title: METHOD FOR MEASURING BULK DENSITY

(54) 発明の名称: 見掛密度測定方法



AA... BULK DENSITY (ALL TYPES)

BB... ESTIMATED VALUE FROM NIR (g/cm³)

CC... ESTIMATED VALUE FROM CONVENTIONAL METHODS (g/cm³)

(57) Abstract: In order to provide a method for measuring the bulk density of a tobacco starting material without performing a complex operation, the present invention is characterized by containing: a step for radiating near-infrared rays at a sample of the tobacco starting material, and measuring the diffuse reflection spectrum or the transmittance/absorption spectrum; and a step for using the measured diffuse reflection spectrum or transmittance/absorption spectrum to calculate an estimated bulk density value from a calibration curve produced ahead of time.

(57) 要約: 煩雑な作業を行うことなくたばこ原料の見掛密度を測定する方法を提供するため、本発明は、たばこ原料の試料に近赤外線を照射し、透過吸収スペクトルまたは拡散反射スペクトルを測定する工程と、測定された上記透過吸収スペクトルまたは上記拡散反射スペクトルを用いて、予め作成された検量線から見掛密度推定値を算出する工程とを含むことを特徴とする。

WO 2012/127617 A1

明 細 書

発明の名称： 見掛密度測定方法

技術分野

[0001] 本発明は、たばこ刻の見掛密度を測定する方法に関し、詳細には近赤外分光法を利用してたばこ刻の見掛密度を測定する方法に関する。

背景技術

[0002] シガレット（紙巻きたばこ）の製品設計にあたっては、葉たばこの種々の化学特性および物理特性を考慮する必要がある。葉たばこの物理特性の一つとしてたばこ刻の見掛密度がある。見掛密度は紙巻きたばこにおける通気抵抗や巻き硬さを推定するために用いられる。したがって、たばこ刻の見掛密度は、製品設計上不可欠な要素である。

[0003] ところで、試料に近赤外線を照射し、その透過吸収スペクトルや拡散反射スペクトルなどを測定する近赤外分光法は、非破壊かつ迅速にその測定が可能であることから、様々な分野において広く利用されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：日本国公開特許公報「特開2001-17084号公報（2001年1月23日公開）」

特許文献2：日本国公開特許公報「特開2000-74828号公報（2000年3月14日公開）」

非特許文献

[0005] 非特許文献1：五月女英平ら、「イチゴ果実硬度の非破壊推定モデルの開発」、農業環境工学関連学会合同大会講演要旨集（CD-ROM）、2006年、1428頁

非特許文献2：VERRIER J.L. et al, Contribution of near infrared spectroscopy(NIRS) to detect nicotine conversion to nornicotine in Burley tobacco, CORESTA Meeting, 2009.

非特許文献3 : HANA M. et al, J. of Near Infrared Spectrosc., 1995, 3, 133-142.

非特許文献4 : MA X. et al, Determination of chemical components in tobacco leaves by FT-NIR spectroscopy : study of influence of spectral ranges on PLS modeling, Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory 2003-02.

非特許文献5 : DUAN Y.-q. et al, FT-NIR Spectroscopic Determination of Five Key Chemical Components in Tobacco Sheets, Laser & Infrared 2007-10.

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0006] 従来の見掛密度の測定方法では、刻状にした葉たばこを、一定温度および一定湿度に厳密に調節された調和室で平衡状態になるまで2日間調和した後、測定器により測定している。さらに、正確な測定値を得るためには最低3回繰り返し測定し、その平均で表すのが一般的である。すなわち、これまでの見掛密度の測定では、非常に多くの手間および時間がかかってしまう。
- [0007] また、従来の見掛密度の測定方法では、毒物である水銀を用いている。そのため、見掛密度を測定するために被爆防止対策が必要となるという問題がある。
- [0008] 一方、葉たばこの特性の測定に近赤外分光法を利用している従来の技術は、たばこ刻または葉中の化学物質（灰分、全揮発性酸または塩基、ニコチン、全糖、全窒素、カリウム、塩素、還元糖、および有機物等）を測定するものである。葉たばこの物理特性の測定に利用する例は知られておらず、また葉たばこの物理特性の測定に利用できるか否かについて知られていない。
- [0009] そこで、本発明は上記の問題点に鑑みてなされたものであり、その目的は、煩雑な作業を行うことなくたばこ刻の見掛密度を測定することができる方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明者らは、上記課題に鑑み鋭意検討した結果、近赤外分光法を利用してたばこ刻の見掛密度を測定できることを見出し、本発明を完成するに至った。

[0011] 本発明に係る見掛密度測定方法は、上記課題を解決するために、たばこ原料の試料に近赤外線を照射し、透過吸収スペクトルまたは拡散反射スペクトルを測定する工程と、測定された上記透過吸収スペクトルまたは上記拡散反射スペクトルを用いて、予め作成された検量線から見掛密度推定値を算出する工程とを含むことを特徴とする。

発明の効果

[0012] 本発明に係る見掛密度の測定方法によれば、煩雑な作業を行うことなく迅速に、かつ毒物である水銀を用いることなく、たばこ刻の見掛密度を測定することができる。

図面の簡単な説明

[0013] [図1]重回帰分析を行い作成した検量線を用いて近赤外分光法により測定した見掛密度と、従来の測定方法により測定した見掛密度との相関を示す図である。

[図2]重回帰分析を行い作成した検量線を用いて近赤外分光法により測定した見掛密度と、従来の測定方法により測定した見掛密度との相関を示す図である。

[図3]重回帰分析を行い作成した検量線を用いて近赤外分光法により測定した見掛密度と、従来の測定方法により測定した見掛密度との相関を示す図である。

[図4]重回帰分析を行い作成した検量線を用いて近赤外分光法により測定した見掛密度と、従来の測定方法により測定した見掛密度との相関を示す図である。

[図5] P L S 回帰分析を行い作成した検量線を用いて近赤外分光法により測定した見掛密度と、従来の測定方法により測定した見掛密度との相関を示す図である。

発明を実施するための形態

[0014] 本発明に係る見掛密度の測定方法の一実施形態について説明すれば以下の通りである。

[0015] 本発明に係る見掛密度の測定方法は、たばこ原料の試料に近赤外線を照射し、透過吸収スペクトルまたは拡散反射スペクトルを測定する工程と、測定された透過吸収スペクトルまたは拡散反射スペクトルを用いて、予め作成された検量線から見掛密度推定値を算出する工程とを含むことを特徴とするたばこ原料の見掛密度測定方法である。

[0016] 以下、近赤外線照射による透過吸収スペクトルおよび拡散反射スペクトルのことを「近赤外スペクトル」と称する。

[0017] 見掛密度は、「 g/cm^3 」の単位で表される物理特性量である。従来の測定法による見掛密度の定義は以下の通りである。

$$\text{見掛密度} (\text{g}/\text{cm}^3) = W \times 13.54 / (H - H_w + W)$$

H：ピクノメータと呼ばれる容器に水銀を満杯に充填したときの重量（g）

W：測定試料の重量（g）

H_w：試料が投入されたピクノメータに水銀を満杯に充填したときの重量（g）。

[0018] 本発明の測定方法が適用される試料として使用できるたばこ原料の形態は、特に限定されないが、例えば刻形態、粉末形態、ラミナ形態（除骨葉部分）またはシート片形態等を挙げることができる。

[0019] 測定に用いられるたばこ原料および原料のタイプに制限はなく、黄色種、バーレー種、オリエント種または在来種等のたばこ刻、シートタバコおよび緩和刻（膨化処理した刻）等、従来紙巻きたばこに用いられている任意の原料および原料タイプについて測定することができる。

[0020] 測定に用いる試料は6～13%の水分含量であることが好ましい。通常のたばこ刻の水分含量はこの範囲内に含まれるものである。そのため、本測定方法の使用にあたっては、後述する従来の測定方法のような厳密な水分調整を必要としない。

- [0021] 本発明に係る測定方法において、たばこ原料の試料は、検量線を作成したときに用いられたたばこ原料の試料と同一形態であればよい。試料の均一性を高める観点からは、たばこ刻を粉砕機で粉状にした試料であることが好ましい。試料の均一性を高くすることにより、測定の精度をより向上させることができる。
- [0022] 見掛密度未知試料の測定に際してたばこ原料の試料に照射する近赤外線は、800nm～2500nmの波長領域であり、少なくとも、検量線から見掛密度を算出する際に用いられる特定の波長が含まれていればよい。スペクトルの測定には、近赤外分光法に一般的に用いられている近赤外分光測定装置（NIR）を用いることができる。
- [0023] 測定された近赤外スペクトルからどの波長を実際の見掛密度測定に用いるかは、たばこ原料および原料タイプまたは検量線により異なるものである。どの波長を見掛密度の測定に用いるかは、後述する検量線の作成手法により決定することができる。例えば、後述する実施例1における推定式A5を利用して、見掛密度を測定する場合には、少なくとも波長1160.0nm、1420.5nm、1495.0nm、1963.5nm、および2428.5nm付近の近赤外線が照射されていればよい。なお、検量線がPLS（Partial Least Squares）回帰分析により得られたものである場合には、PLS回帰分析に利用したすべての波長を近赤外分光法による見掛密度の測定に利用する。
- [0024] 近赤外分光法を利用した他の項目の測定法（例えば、近赤外分光法を利用したニコチンの測定法、近赤外分光法を利用した葉中化学物質の測定法等）が知られている場合に、当該測定に用いられる波長を含めておくことにより、見掛密度の測定と同時に、当該他の項目の測定も行うことができる。
- [0025] 本発明に係る測定方法において見掛密度の算出に用いられる検量線は、見掛密度が既知である複数のたばこ原料の試料の近赤外スペクトルを用いて、多変量解析によって作成されたものであることが好ましい。そのため、当該検量線が存在しない場合には、本発明に係る測定方法において、見掛密度が

既知である複数のたばこ原料の試料の近赤外スペクトルを測定後、多変量解析によって上記検量線を作成する工程をさらに含むことが好ましい。

[0026] 多変量解析としては、重回帰分析（MLR：Multiple Linear Regression）、PLS（Partial Least Squares）回帰分析、主成分回帰分析、およびフーリエ変換解析を利用することができ、中でも、重回帰分析およびPLS回帰分析が好ましい。

[0027] 検量線を作成するために用いられる、見掛密度が既知である複数のたばこ原料の試料の数としては、30サンプル以上であることが好ましく、70サンプル以上であることがより好ましい。サンプル数が多いほど検量線の精度が高まるため、上限に制限はなく、例えば、2000サンプル以下であり得るが、それ以上であってもよい。

[0028] 本明細書において、「見掛密度が既知であるたばこ原料」とは、従来の測定方法により見掛密度を測定したたばこ原料のことを指す。従来の測定方法は、葉たばこを裁刻し、刻状にしたたばこを、 22 ± 2 、 0°C 、 60 ± 5 、 $0\% \text{RH}$ に厳密に調節された調和室で平衡状態になるまで2日間調和し、同室内にて見掛密度測定装置により測定するものである。正確な測定値を得るために、最低3回繰り返し測定して、その平均を取得する方法が一般的である。なお、見掛密度測定装置による測定には、1サンプルあたり30分程度要する。なお、測定原理としては、1) ピクノメータに先ず水銀を満杯に充填し、重量（H）を測定する。2) 1～2 gの測定試料を秤量（W）し、空のピクノメータに投入する。3) 測定試料が投入されたピクノメータに水銀を満杯に充填し、重量（H_w）を測定する。4) 以下の算出式により見掛密度を求める。

$$\text{見掛密度 (g/cm}^3\text{)} = W \times 13.54 / (H - H_w + W)$$

検量線を作成するための近赤外スペクトルの波長領域は、適宜選択すればよく、例えば800 nm～2500 nmである。しかしながらこの波長領域に限定されるものではなく、より狭い波長領域であってもよい。また、近赤外スペクトルは、上記波長範囲内で任意の一定波長間隔毎、例えば0.5 n

m毎に走査して測定することができる。

[0029] 次に、検量線の具体的な作成方法について説明する。

[0030] まず、見掛密度が既知であるたばこ原料の試料に対して、分光されて単色光となった近赤外線を、ある波長領域内（例えば、800 nm～2500 nm）、一定間隔（例えば、0.5 nm間隔）で照射する。試料において近赤外線の透過吸収および／または拡散反射が起こるため、試料に吸収されなかった単色光強度を検出器によって測定する。事前に測定したレファレンス強度との違いから試料における各波長の吸収強度のスペクトルを表示し、表示したスペクトル情報をデータとして取得する。複数の試料、好ましくは30サンプル以上について上記の処理を行い、これにより、複数のスペクトル情報のデータを取得する。それぞれのデータについて、透過吸収スペクトルまたは拡散反射スペクトルを測定した後、これらを2次微分スペクトルに変換する。得られた2次微分スペクトルおよび従来の測定法を用いて測定された見掛密度を用いて主成分分析を行い、目的変数（見掛密度）に寄与する主成分（主波長）を選択する。次いで、重回帰分析およびPLS回帰分析などの多変量解析を行うことによって、検量線を作成する。

[0031] なお検量線が作成されれば、その次の測定からはこの検量線を用いればよく、検量線を作成する工程は不要となる。

[0032] 以上のように、本発明に係る見掛密度の測定方法によれば、従来の測定方法に比べ、処理が煩雑でなく、短時間（約1／20）で測定を完了することができるとともに、毒物である水銀を使用しなくて済む。また、得られる測定結果は、従来の測定方法により得られる結果と高い相関がある。

[0033] 以下に実施例を示し、本発明の実施の形態についてさらに詳しく説明する。もちろん、本発明は以下の実施例に限定されるものではなく、細部については様々な態様が可能であることはいうまでもない。さらに、本発明は上述した実施形態に限定されるものではなく、請求項に示した範囲で種々の変更が可能であり、それぞれ開示された技術的手段を適宜組み合わせて得られる実施形態についても本発明の技術的範囲に含まれる。また、本明細書中に記

載された文献の全てが参考として援用される。

実施例

[0034] 〔実施例 1：黄色種の見掛密度測定〕

（検量線の作成）

従来の見掛密度測定法を用いて見掛密度を測定した、国内外のたばこ黄色種のたばこ刻を、粉砕機で粉状にした。編み目約 1 mm の粉砕機のふるいを通して葉たばこ粉末を、検量線作成試料として用いた。検量線作成試料について、800～2500 nm の近赤外波長領域に関し、0.5 nm 間隔で透過吸収スペクトルを測定した。具体的には、石英製バイアル瓶（29 mm 径）に検量線作成試料を 1～2 g 程度詰め、専用具で鎮圧した後、近赤外線分光測定装置（FOSS NIRSystems 社製、型式：XM-1100）を用いて、バイアル瓶の底面から近赤外線を照射し、波長毎に反射する近赤外線を検出してレファレンス強度との違いから透過吸収スペクトルを測定した。

[0035] 検量線作成試料 187 サンプルについて透過吸収スペクトルを測定した後、当該スペクトルと、従来の測定方法により得られていた見掛密度との相関を多変量解析手法を用いて解析して、検量線を作成した。詳細には、上記近赤外線分光測定装置に内蔵された汎用 VISION ソフト（FOSS NIRSystems 社製）を用いて、各透過吸収スペクトルを 2 次微分法でスペクトル変換し、目的変数を既知見掛密度、主成分を主波長として主成分分析を行った後に、重回帰分析によって検量線を作成した。その結果、以下の推定式（A1）～（A5）を得ることができた。下記推定式によって得られる Y が見掛密度の推定値である。K（1）～K（5）は、それぞれ、スペクトル測定後に微分処理された、波長 2428.5 nm、1495.0 nm、1420.5 nm、1963.5 nm、および 1160.0 nm における吸光度を示している。

[0036] これらの推定式は、決定係数（ R^2 ）が 0.6274～0.8162 であり、標準誤差が 0.0313～0.0441 であった。

[0037] [表1]

推定式	決定係数	標準誤差
(A1): $Y = 61.3517K(1) + 0.1562$	0.6274	0.0441
(A2): $Y = 61.3517K(1) + 181.2118K(2) + 0.1562$	0.6850	0.0406
(A3): $Y = 61.3517K(1) + 181.2118K(2) - 23.6395K(3) + 0.1562$	0.7760	0.0344
(A4): $Y = 61.3517K(1) + 181.2118K(2) - 23.6395K(3) - 23.0342K(4) + 0.1562$	0.8055	0.0321
(A5): $Y = 61.3517K(1) + 181.2118K(2) - 23.6395K(3) - 23.0342K(4) + 49.3635K(5) + 0.1562$	0.8162	0.0313

各検量線作成試料について、従来の測定法により得られた見掛密度と、推定式（A5）を用いて近赤外分光法により得られた見掛密度推定値との関係を図1に示す（図1中、「CAL」）。

[0038] （近赤外分光法による見掛密度の測定）

見掛密度が未知である黄色種たばこ刻について、近赤外分光法によりスペクトル測定を行い、上記検量線を用いて見掛密度を推定した。まず、検量線作成試料の調製と同様にして、見掛密度が未知である黄色種たばこ刻を粉砕機で粉状にし、ふるいにかけて測定試料とした。透過吸収スペクトルを測定し、スペクトル測定後に微分処理した波長1160.0nm、1420.5nm、1495.0nm、1963.5nm、および2428.5nmにおける吸光度および推定式（A5）を用いて、測定試料59サンプルについて見掛密度推定値を算出した。なお、1サンプルの測定に要する時間は、1分以下である。

[0039] なお、各測定試料について近赤外分光法により見掛密度を推定した後、従来の測定法により同一試料の見掛密度を測定し、近赤外分光法により得られた見掛密度推定値と、従来の測定法により得られた見掛密度との相関関係を調べた。結果を図1に示す（図1中、「Vali」）。

[0040] 図1に示すとおり、従来の測定方法により得られた見掛密度と、近赤外分光法により得られた見掛密度の推定値との間には高い相関が見られた。すなわち、近赤外分光法を用いた本発明に係る見掛密度の測定方法により、精度よく、簡便に、たばこ刻の見掛密度を測定することができる。

[0041] 〔実施例 2：バーレー種の見掛密度測定〕

（検量線の作成）

検量線作成試料を、国内外のたばこバーレー種 92 サンプルとした以外は、実施例 1 と同様にして、重回帰分析によって検量線を作成した。その結果、以下の推定式（B1）～（B5）を得ることができた。下記推定式によって得られる Y が見掛密度の推定値である。K（1）～K（5）は、それぞれ、スペクトル測定後に微分処理された、波長 1455.0 nm、1221.5 nm、2118.5 nm、2315.0 nm、および 1266.0 nm における吸光度を示している。

[0042] これらの推定式は、決定係数（ R^2 ）が 0.6217～0.8555 であり、標準誤差は 0.0202～0.0319 であった。

[0043] [表2]

推定式	決定係数	標準誤差
(B1): $Y = -74.2332K(1) + 0.1169$	0.6217	0.0319
(B2): $Y = -74.2332K(1) + 436.5079K(2) + 0.1169$	0.7013	0.0285
(B3): $Y = -74.2332K(1) + 436.5079K(2) - 26.1911K(3) + 0.1169$	0.7923	0.0239
(B4): $Y = -74.2332K(1) + 436.5079K(2) - 26.1911K(3) - 17.5159K(4) + 0.1169$	0.8495	0.0205
(B5): $Y = -74.2332K(1) + 436.5079K(2) - 26.1911K(3) - 17.5159K(4) - 106.23K(5) + 0.1169$	0.8555	0.0202

各検量線作成試料について、従来の測定法により得られた見掛密度と、推定式（B5）を用いて近赤外分光法により得られた見掛密度推定値との関係を図 2 に示す（図 2 中、「CAL」）。

[0044] （近赤外分光法による見掛密度の測定）

見掛密度が未知であるバーレー種たばこ刻について、近赤外分光法によりスペクトル測定を行い、上記検量線を用いて見掛密度を推定した。まず、検量線作成試料の調製と同様にして、見掛密度が未知であるバーレー種たばこ刻を粉砕機で粉状にし、ふるいにかけて測定試料とした。透過吸収スペクトルを測定し、スペクトル測定後に微分処理した波長 1221.5 nm、1266.0 nm、1455.0 nm、2118.5 nm、および 2315.0

nmにおける吸光度および推定式（B5）を用いて、測定試料26サンプルについて見掛密度推定値を算出した。

[0045] なお、各測定試料について近赤外分光法により見掛密度を推定した後、従来の測定法により同一試料の見掛密度を測定し、近赤外分光法により得られた見掛密度推定値と、従来の測定法により得られた見掛密度との相関関係を調べた。結果を図2に示す（図2中、「Vali」）。

[0046] 図2に示すとおり、実施例1とは別のたばこ原料を用いた場合であっても、従来の測定方法により得られた見掛密度と、近赤外分光法により得られた見掛密度の推定値との間には高い相関が見られた。

[0047] 〔実施例3：オリエント種の見掛密度測定〕

（検量線の作成）

検量線作成試料を、国内外のたばこオリエント種71サンプルとした以外は、実施例1と同様にして、重回帰分析によって検量線を作成した。その結果、以下の推定式（C1）～（C5）を得ることができた。下記推定式によって得られるYが見掛密度の推定値である。K（1）～K（5）は、それぞれ、スペクトル測定後に微分処理された、波長2037.5nm、1492.5nm、1952.5nm、1721.0nm、および2159.0nmにおける吸光度を示している。

[0048] これらの推定式は、決定係数（ R^2 ）が0.5769～0.6956であり、標準誤差が0.0236～0.0270であった。

[0049] [表3]

推定式	決定係数	標準誤差
(C1): $Y = 48.4037K(1) + 0.4522$	0.5769	0.0270
(C2): $Y = 48.4037K(1) + 113.271K(2) + 0.4522$	0.6079	0.0261
(C3): $Y = 48.4037K(1) + 113.271K(2) - 14.6088K(3) + 0.4522$	0.6476	0.0250
(C4): $Y = 48.4037K(1) + 113.271K(2) - 14.6088K(3) + 15.1003K(4) + 0.4522$	0.6831	0.0239
(C5): $Y = 48.4037K(1) + 113.271K(2) - 14.6088K(3) + 15.1003K(4) - 14.3824K(5) + 0.4522$	0.6956	0.0236

各検量線作成試料について、従来の測定法により得られた見掛密度と、推

定式（C5）を用いて近赤外分光法により得られた見掛密度推定値との関係を図3に示す（図3中、「CAL」）。

[0050] （近赤外分光法による見掛密度の測定）

見掛密度が未知であるオリエント種たばこ刻について、近赤外分光法によりスペクトル測定を行い、上記検量線を用いて見掛密度を推定した。まず、検量線作成試料の調製と同様にして、見掛密度が未知であるオリエント種たばこ刻を粉砕機で粉状にし、ふるいにかけて測定試料とした。透過吸収スペクトルを測定し、スペクトル測定後に微分処理した波長1492.5nm、1721.0nm、1952.5nm、2037.5nm、および2159.0nmにおける吸光度および推定式（C5）を用いて、測定試料23サンプルについて見掛密度推定値を算出した。

[0051] なお、各測定試料について近赤外分光法により見掛密度を推定した後、従来の測定法により同一試料の見掛密度を測定し、近赤外分光法により得られた見掛密度推定値と、従来の測定法により得られた見掛密度との相関関係を調べた。結果を図3に示す（図3中、「Vali」）。

[0052] 図3に示すとおり、上述の実施例とは別のたばこ原料を用いた場合であっても、従来の測定方法により得られた見掛密度と、近赤外分光法により得られた見掛密度の推定値との間には高い相関が見られた。

[0053] 〔実施例4：黄色種、バーレー種およびオリエント種の見掛密度測定〕
（検量線の作成）

検量線作成試料をたばこ黄色種187サンプル、バーレー種92サンプルおよびオリエント種71サンプルの計350サンプルとした以外は、実施例1と同様にして、重回帰分析によって検量線を作成した。その結果、以下の推定式（D1）～（D5）を得ることができた。下記推定式によって得られるYが見掛密度の推定値である。K（1）～K（5）は、それぞれ、スペクトル測定後に微分処理された、波長1653.5nm、1730.0nm、1498.5nm、1910.0nm、および2319.5nmにおける吸光度を示している。

[0054] これらの推定式は、決定係数 (R^2) が 0.6867~0.8159 であり、標準誤差が 0.0314~0.0407 であった。

[0055] [表4]

推定式	決定係数	標準誤差
(D1): $Y = 21.7685K(1) + 0.121$	0.6867	0.0407
(D2): $Y = 21.7685K(1) - 51.8144K(2) + 0.121$	0.7288	0.0379
(D3): $Y = 21.7685K(1) - 51.8144K(2) + 62.8313K(3) + 0.121$	0.7666	0.0352
(D4): $Y = 21.7685K(1) - 51.8144K(2) + 62.8313K(3) - 5.1378K(4) + 0.121$	0.7969	0.0329
(D5): $Y = 21.7685K(1) - 51.8144K(2) + 62.8313K(3) - 5.1378K(4) - 10.4935K(5) + 0.121$	0.8159	0.0314

各検量線作成試料について、従来の測定法により得られた見掛密度と、推定式 (D5) を用いて近赤外分光法により得られた見掛密度推定値との関係を図4に示す (図4中、「CAL」)。

[0056] (近赤外分光法による見掛密度の測定)

見掛密度が未知である黄色種、バーレー種およびオリエント種それぞれのたばこ刻について、近赤外分光法によりスペクトル測定を行い、上記検量線を用いて見掛密度を推定した。まず、検量線作成試料の調製と同様にして、見掛密度が未知である黄色種、バーレー種またはオリエント種のたばこ刻を粉砕機で粉状にし、ふるいにかけて測定試料とした。透過吸収スペクトルを測定し、スペクトル測定後に微分処理した波長 1498.5 nm、1653.5 nm、1730.0 nm、1910.0 nm、および 2319.5 nm における吸光度および推定式 (D5) を用いて、黄色種 59 サンプル、バーレー種 26 サンプル、およびオリエント種 23 サンプルについて見掛密度推定値を算出した。

[0057] なお、各測定試料について近赤外分光法により見掛密度を推定した後、従来の測定法により同一試料の見掛密度を測定し、近赤外分光法により得られた見掛密度推定値と、従来の測定法により得られた見掛密度との相関関係を調べた。結果を図4に示す (図4中、「Vali」)。

[0058] 図4に示すとおり、検量線が複数の異なるたばこ原料を用いて作成されて

ものであっても、従来の測定方法により得られた見掛密度と、近赤外分光法により得られた見掛密度の推定値との間には高い相関が見られた。すなわち、測定試料におけるたばこの原料が相違しても、共通の検量線を用いて、精度よくたばこ刻の見掛密度を測定することができる。

[0059] 〔実施例 5：P L S 回帰分析を利用した、黄色種、バーレー種、オリエン
ト種および在来種の見掛密度測定〕

（検量線の作成）

検量線作成試料を、国内外のたばこ黄色種 1 3 8 サンプル、バーレー種 1 2 3 サンプル、オリエン種 3 1 サンプルおよび在来種 1 5 サンプルの計 3 0 7 サンプルとして、それぞれについて、実施例 1 の同様の手法により透過吸収スペクトルを測定した。測定した透過吸収スペクトルと従来の手法により測定した見掛密度との相関を P L S 回帰分析を用いて解析した。詳細には、上記近赤外線分光測定装置に内蔵された統計処理ソフトウェアを用いて、各透過吸収スペクトルを 2 次微分法でスペクトル変換し、主成分分析を行った後に、P L S 回帰分析によって検量線を作成した。その結果、決定係数（ R^2 ）が 0. 9 0 5 5 である実用上十分な相関が認められる検量線が得られた。

[0060] 各検量線作成試料について、従来の測定法により得られた見掛密度と、推定式を用いて近赤外分光法により得られた見掛密度の推定値との関係を図 5 に示す（図 5 中、「CAL」）。

[0061] （近赤外分光法による見掛密度の測定）

見掛密度が未知である黄色種、バーレー種、オリエン種および在来種のたばこ刻について、近赤外分光法によりスペクトル測定を行い、上記検量線を用いて見掛密度を推定した。まず、検量線作成試料の調製と同様にして、見掛密度が未知である黄色種、バーレー種、オリエン種または在来種のたばこ刻を粉砕機で粉状にし、ふるいにかけて測定試料とした。波長 8 0 0 n m ~ 2 5 0 0 n m の領域内で、0. 5 n m 毎に吸収スペクトルを測定し、上記で得た推定式を用いて、黄色種 5 0 サンプル、バーレー種 4 4 サンプル、

オリエント種 11 サンプルおよび在来種 5 サンプルの計 110 サンプルについて見掛密度の推定値を算出した。

[0062] なお、各測定試料について近赤外分光法により見掛密度を推定した後、従来の測定法により同一試料の見掛密度を測定し、近赤外分光法により得られた見掛密度の推定値と、従来の測定法により得られた見掛密度との相関関係を調べた。結果を図 5 に示す（図 5 中、「Val i」）。

[0063] 図 5 に示すとおり、多変量解析として PLS 回帰分析を行った場合であっても、従来の測定方法により得られた見掛密度と、近赤外分光法により得られた見掛密度の推定値との間には高い相関が見られた。また、PLS 回帰分析により検量線を作成した場合であっても、相違するたばこ原料の見掛密度について、共通の検量線を用いて精度よく測定できることが示された。

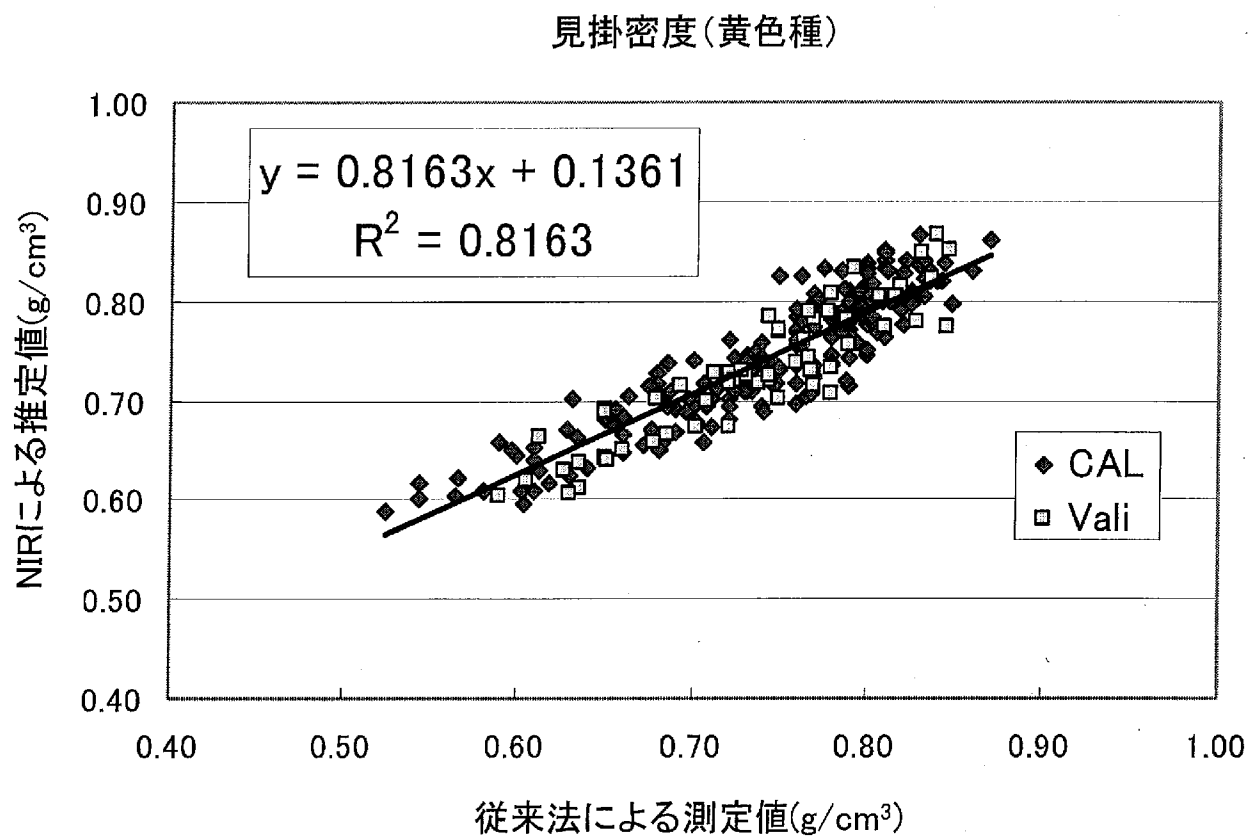
産業上の利用可能性

[0064] 本発明は、紙巻きたばこの設計および製造に利用することができる。

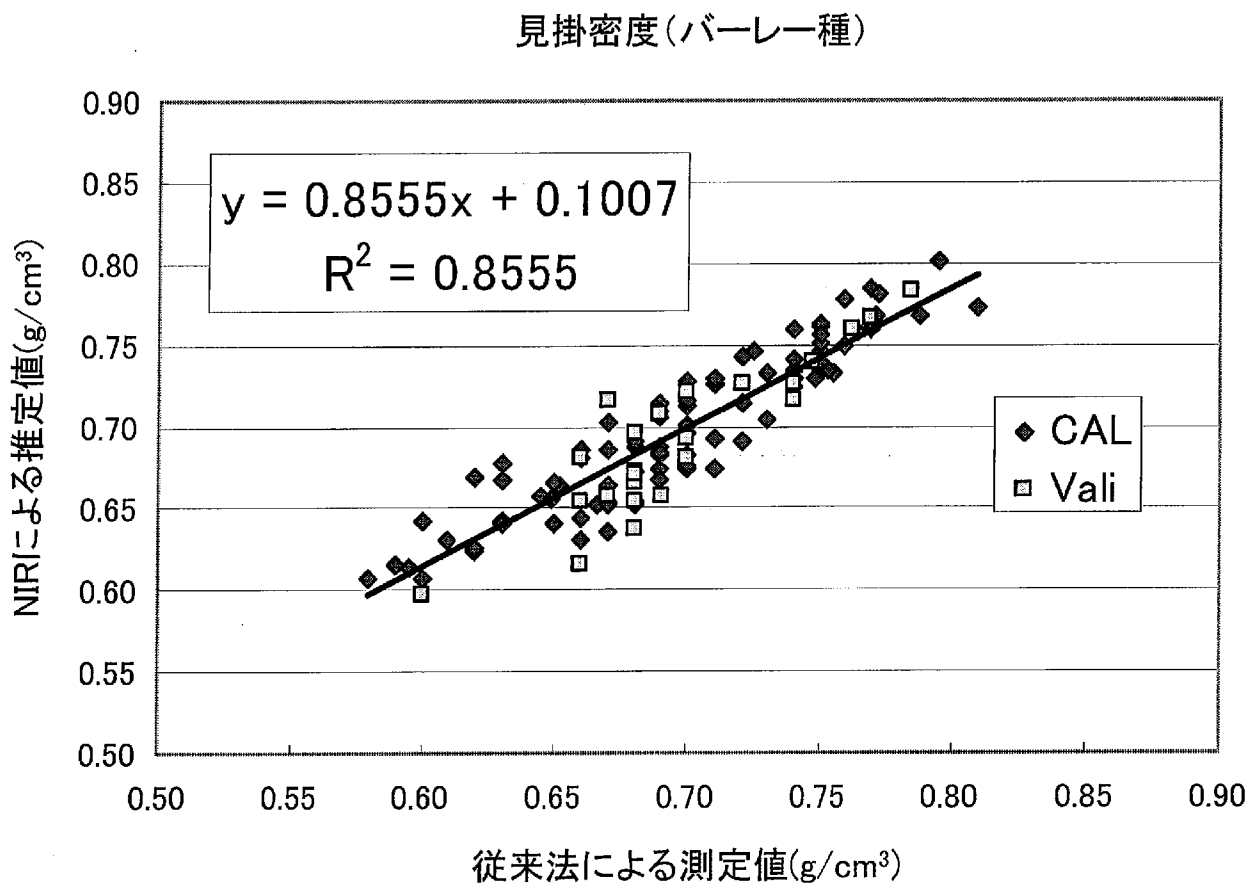
請求の範囲

- [請求項1] たばこ原料の試料に近赤外線を照射し、透過吸収スペクトルまたは拡散反射スペクトルを測定する工程と、
- 測定された上記透過吸収スペクトルまたは上記拡散反射スペクトルを用いて、予め作成された検量線から見掛密度推定値を算出する工程とを含むことを特徴とするたばこ原料の見掛密度測定方法。
- [請求項2] 見掛密度が既知である複数のたばこ原料の試料の透過吸収スペクトルまたは拡散反射スペクトルを用いて、多変量解析によって上記検量線を作成する工程をさらに含むことを特徴とする請求項1に記載の見掛密度測定方法。
- [請求項3] 上記多変量解析は、重回帰分析またはPLS回帰分析であることを特徴とする請求項2に記載の見掛密度測定方法。

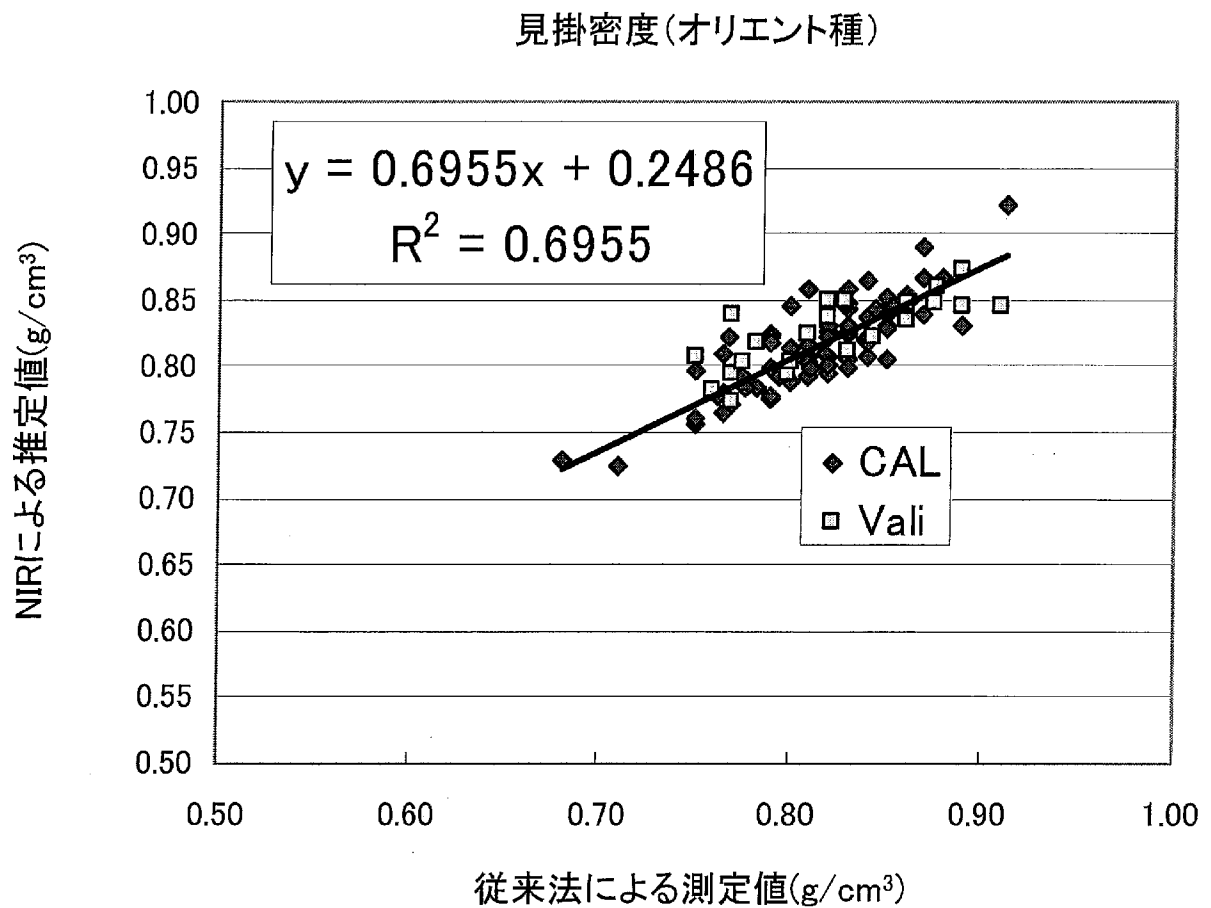
[図1]



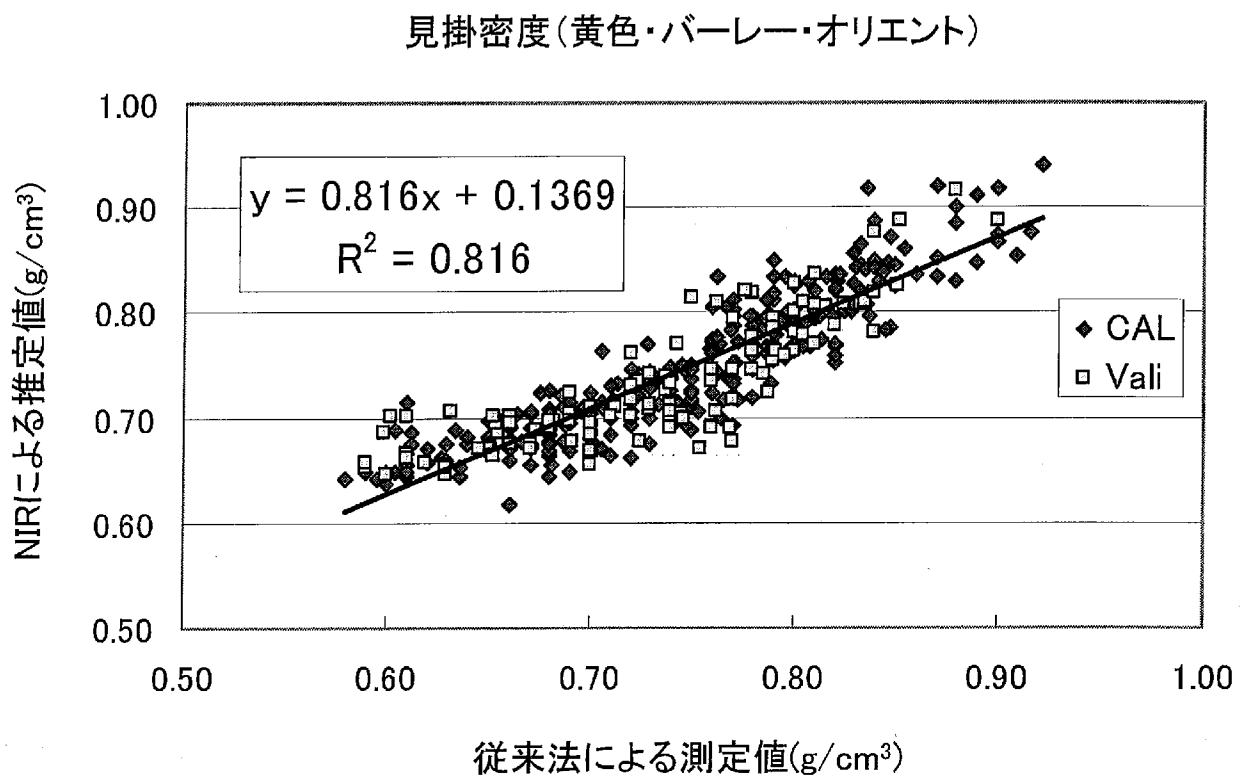
[図2]



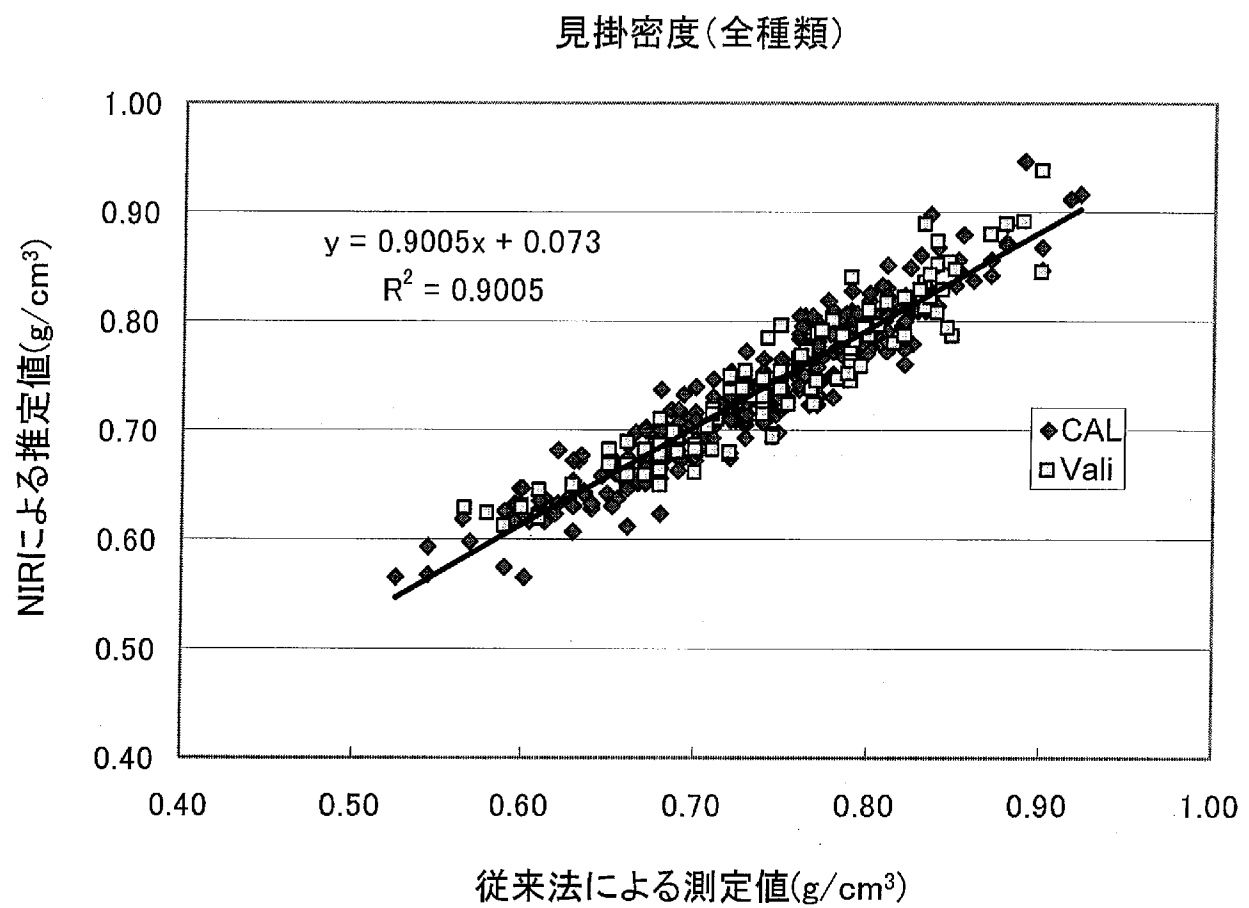
[図3]



[図4]



[図5]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/056805

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01N21/35(2006.01) i, A24B3/18(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G01N21/17-21/61, A24B1/00-15/42

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2011

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2011 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2011

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2009-275314 A (Mitsubishi Rayon Co., Ltd.), 26 November 2009 (26.11.2009), paragraphs [0001], [0002], [0007], [0012], [0022], [0023] (Family: none)	1 2, 3
Y	JP 6-288892 A (Japan Tobacco Inc.), 18 October 1994 (18.10.1994), paragraph [0017] (Family: none)	2, 3

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
09 May, 2011 (09.05.11)Date of mailing of the international search report
17 May, 2011 (17.05.11)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/056805

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 9-292338 A (Tohoku Electric Power Co., Inc.), 11 November 1997 (11.11.1997), paragraph [0018] & US 5873982 A & EP 803726 A3 & EP 803726 A2 & TW 393574 B & KR 10-0239851 B	2, 3
A	JP 7-310223 A (Toray Industries, Inc.), 28 November 1995 (28.11.1995), paragraph [0036] (Family: none)	1-3
A	JP 2002-340792 A (Opoto Giken Kabushiki Kaisha), 27 November 2002 (27.11.2002), entire text (Family: none)	1-3
A	JP 2011-17565 A (Nagoya University), 27 January 2011 (27.01.2011), entire text (Family: none)	1-3
A	WO 2002/035211 A1 (Japan Tobacco Inc.), 02 May 2002 (02.05.2002), entire text & EP 1236990 A1 & AU 7956800 A & CA 2370107 A & CN 1375056 A	1-3
A	JP 2000-333663 A (Japan Tobacco Inc.), 05 December 2000 (05.12.2000), entire text & US 2002/0030820 A1 & TW 500600 B	1-3
A	JP 63-200049 A (Korber AG.), 18 August 1988 (18.08.1988), entire text & US 4865054 A & GB 2200751 A & GB 2237636 A & DE 3801115 A & IT 1216707 A & IT 1216707 B & IT 8819205 D0	1-3
A	JP 62-32868 A (Hauni-Werke Korber & Co. KG.), 12 February 1987 (12.02.1987), entire text & US 4805641 A & US 4986285 A & GB 2179444 A & DE 3624236 A & IT 1191810 B & IT 1191810 A & IT 8620929 A0	1-3

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. G01N21/35(2006.01)i, A24B3/18(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. G01N21/17-21/61, A24B1/00-15/42

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 1 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 1 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 1 年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X Y	JP 2009-275314 A (三菱レイヨン株式会社) 2009. 11. 26, 【0001】, 【0002】, 【0007】, 【0012】, 【0022】, 【0023】 (ファミリーなし)	1 2, 3
Y	JP 6-288892 A (日本たばこ産業株式会社) 1994. 10. 18, 【0017】 (ファミリーなし)	2, 3
Y	JP 9-292338 A (東北電力株式会社) 1997. 11. 11, 【0018】 & US 5873982 A & EP 803726 A3 & EP 803726 A2 & TW 393574 B & KR 10-0239851 B	2, 3

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

0 9 . 0 5 . 2 0 1 1

国際調査報告の発送日

1 7 . 0 5 . 2 0 1 1

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

越柴 洋哉

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 2 9 2

2 W

4 4 6 2

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 7-310223 A (東レ株式会社) 1995. 11. 28, 【0036】 (ファミリーなし)	1-3
A	JP 2002-340792 A (オプト技研株式会社) 2002. 11. 27, 全文 (ファミリーなし)	1-3
A	JP 2011-17565 A (国立大学法人名古屋大学) 2011. 01. 27, 全文 (ファミリーなし)	1-3
A	WO 2002/035211 A1 (日本たばこ産業株式会社) 2002. 05. 02, 全文 & EP 1236990 A1 & AU 7956800 A & CA 2370107 A & CN 1375056 A	1-3
A	JP 2000-333663 A (日本たばこ産業株式会社) 2000. 12. 05, 全文 & US 2002/0030820 A1 & TW 500600 B	1-3
A	JP 63-200049 A (ケルベル・アクチエンゲゼルシャフト) 1988. 08. 18, 全文 & US 4865054 A & GB 2200751 A & GB 2237636 A & DE 3801115 A & IT 1216707 A & IT 1216707 B & IT 8819205 D0	1-3
A	JP 62-32868 A (ハウニイーウエルケ・ケルベル・ウント・コンパニー・コマンデイトゲゼルシャフト) 1987. 02. 12, 全文 & US 4805641 A & US 4986285 A & GB 2179444 A & DE 3624236 A & IT 1191810 B & IT 1191810 A & IT 8620929 A0	1-3