

近赤外分光分析法による干しそばのそば粉と小麦粉の 混合割合の推定法の検討

森 良種

Yoshitane Mori

要 約

これまで著者らは近赤外分光分析法を用いた粉末状態におけるそば粉と小麦粉の混合割合の推定について検討し、高精度に推定できることを確認している。今回は、市販品「干しそば」及び「干しめん」を購入し、棒状試料の状態のまま大型セルに試料を充填し、近赤外スペクトルを測定し、近赤外分光分析法による簡易・迅速測定の可能性について検討し開発し検量線を検証用試料で評価したところ、作成した検量線を用いた分析法はスクリーニング法として十分であると評価された。

以上により、近赤外分光分析法による市販品「干しそば」のそば粉混合割合の推定法は、簡易・迅速の定量分析に利用できることが示唆された。

1. はじめに

そば加工品は、加工食品品質表示基準（平成 12 年 3 月 31 日農林水産省告示第 513 号）に基づきその使用した原材料を多いものから順に記載する必要があるため、「そば粉」と「小麦粉」の配合割合によって両原料の記載順序が異なる。「干しそば」は、乾めん類の品質表示基準（平成 12 年 12 月 19 日農林水産省告示第 1639 号）に基づき、そば粉の配合割合が 30 %以上である場合を除いてそば粉の配合割合を、また、めんの原材料について、原材料に占める重量の多いものから順に記載することになっている。また、乾めん類の日本農林規格（昭和 61 年 6 月 9 日農林水産省告示第 911 号）の干しそばではそば粉の配合割合は上級では 50 %以上、標準で 40 %以上のそば粉の配合が必要であり、JASマークが表示された商品には該当の配合割合以上のそば粉の使用が必要となる。

現在、農林水産消費安全技術センターでは、干しそばのそば粉配合割合の推定には、アミノ酸分析によるアミノ酸構成比の類似率から換算しているが、この分析手法は煩雑かつ長時間かかることから、より簡易な検査技術が求められている。近赤外分光分析法は前処理等に係る時間を大幅に短縮することが可能であり、温州ミカン¹⁾、モモ²⁾、リンゴ³⁾等の水分、乾物量、糖度測定等の分析に活用されている。これまで著者らは近赤外分光分析法を用いた粉末状態におけるそば粉と小麦粉の混合割合の推定について報告している^{4), 5), 6)}。今回は、市販品「干しそば」を棒状試料の状態での近赤外分光分析法による簡易・迅速測定について検討し、予測精度の良いそば粉の混合割合を推定できる検量線の開発を行い、市販品「干しそば」のそば粉混合割合の推定が可能であることが示唆されたので報告する。

独立行政法人農林水産消費安全技術センター本部横浜事務所

2. 実験方法

2. 1 分析法の適用範囲、必要量及び保存方法

試料の適用範囲としては、干しそばの原材料としてそば粉、小麦粉と表示されているもの及び副原料食材として、やまいも、食塩を使用しているものを対象とするものに限ることとした。

試料の必要量は200 g以上になるようにした。試料の保存方法は常温下で保存して、測定1日前には近赤外分析装置を置いている部屋に入庫した。

2. 2 試料

検量線作成用試料には、そば粉混合割合 0 %から混合割合を順次漸増し、100 %までの総計 54 試料を用いた。また、検量線の検証用にはそば粉の混合割合の明らかな 34 試料を使用した。

2. 3 試料調製

机上にサランラップ又はキムワイプ等を一面に敷き、プラスチック製の手袋をつけて、市販品「干しそば」及び「干しめん」を開封し、棒状態の試料が折れないよう細心の注意を払いながら数分割して机上一面に置いた。次いで各分割した試料毎に数回程度かき混ぜて試料の均一化を図った。その次に各分割した均一試料を全体として1カ所に集めて再度細心の注意を払いながら数回程度繰り返しかき混ぜて試料の再均一化を十分に図った。この処理工程は今後の乾めんのそば粉の定量分析値に大きく影響する要因であると考えられるので、丁寧かつ細心の注意をもって行った。試料の採取は均一な部分から数カ所の場所を適宜抽出して試料を採取した。一カ所からまとめて採取するような偏った試料の採取方法は絶対に行わないようにした。

測定用の容器として、大型セル FOSS NIRSystem 社製の Coarse Sample Cell (内寸 W37 × D15 × H200 mm) を用い、試料を棒状態で充填した。セルの表面に試料の粉、ゴミ等が附着していた場合には、ハケ又はティッシュペーパーできれいに拭き取った。

2. 4 測定装置

近赤外スペクトルの測定は、近赤外分析装置 NIRS6500 (FOSS NIRSystems) を用いた。

2. 5 測定方法

2. 5. 1 操作

近赤外スペクトルの測定準備として、主電源を入れた後、光源ランプを点灯した。光源ランプを点灯後、最低1時間以上2時間以内の範囲内で機器が安定するまで待機した。次いで、パフォーマンステストを実行し、合格の表示が出た後に測定に移った。

本測定の前に、干しそばのそば粉の配合割合が明らかな既知の標準試料を用いてあらかじめ、測定して正常に測定できることを確認した。

2. 5. 2 近赤外スペクトルの測定

- (1) 測定条件は波長1150 nm ~2400 nmにかけて2 nm毎に、スキャン回数32回で測定した。
- (2) 最初に測定する試料を大型セルに充填した(1回目)。
- (3) リファレンスを測定した。
- (4) 次に試料の近赤外スペクトルを測定した(1回目)。
- (5) 1回目に測定した大型セルに充填している試料を2. 3 試料調製に従って、均一なサンプル群に戻したあと、再び試料を適宜採取して大型セルに充填した(2回目)。
- (6) 再度、リファレンスを測定した。
- (7) 再度、試料の近赤外スペクトルを測定した(2回目)。

2. 6 検量線の開発

検量線作成用試料のスペクトルデータとそば粉混合割合の値を基に、部分最小自乗回帰分析(PLS)法により検量線を改良・開発した。スペクトルデータは原スペクトルを乗算的散乱補正(MSC)処理した後、2次微分処理したものを採用した。上記データにおいて、前処理したスペクトルデータを用いて Vision ソフトウェア(FOSS NIRSystems)により検量線を開発・改良した。検量線の検証(prediction)は検量線予測標準誤差(SEP)、予測サンプル群においての測定データの標準誤差を SEP で割った値(RPD)から評価した。

3. 結果及び考察

3. 1 検量線の開発

そば粉混合割合の明らかな市販品「干しそば」及び「干しめん」54 試料を2回測定し、得られた近赤外スペクトルデータ(108 データ)を用いて検量の改良・開発を行った。測定波長範囲として、水分に帰属する1450 nm、1930 nmの吸収帯を除外し、そばタンパク質及びルチンの吸収帯である1200 nm付近、1700~1800 nm 付近及び2300~2400 nm 付近の波長領域を用いた(図1)。

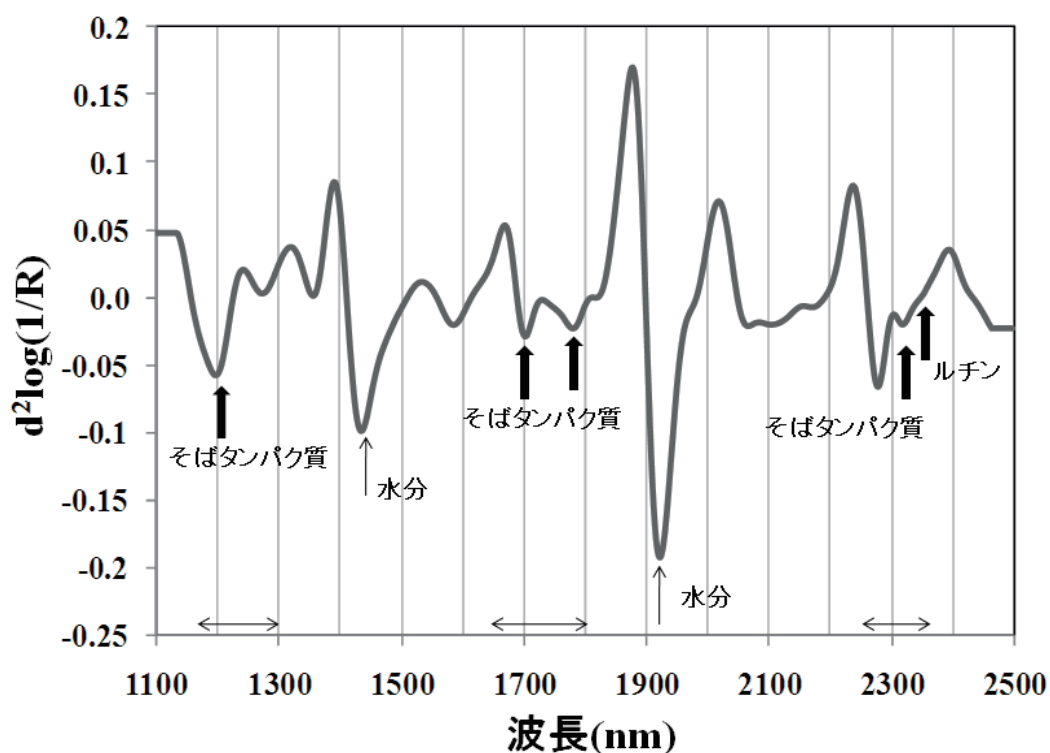


図1 干しそばの近赤外2次微分スペクトル
(矢印←→は解析に使用した波長域)

3. 2 検量線の検証

改良・開発した検量線を用いて34 試料を2 回測定して、検量線の検証(prediction)を実施した。その結果、新たに作成した検量線は、SEP が7.0、RPD が4.6 であった。既報の論文⁷⁾によると、「RPD の値が4.6 であることから検量線の評価はスクリーニングとしては十分である。」と判断された(図2、表1)。

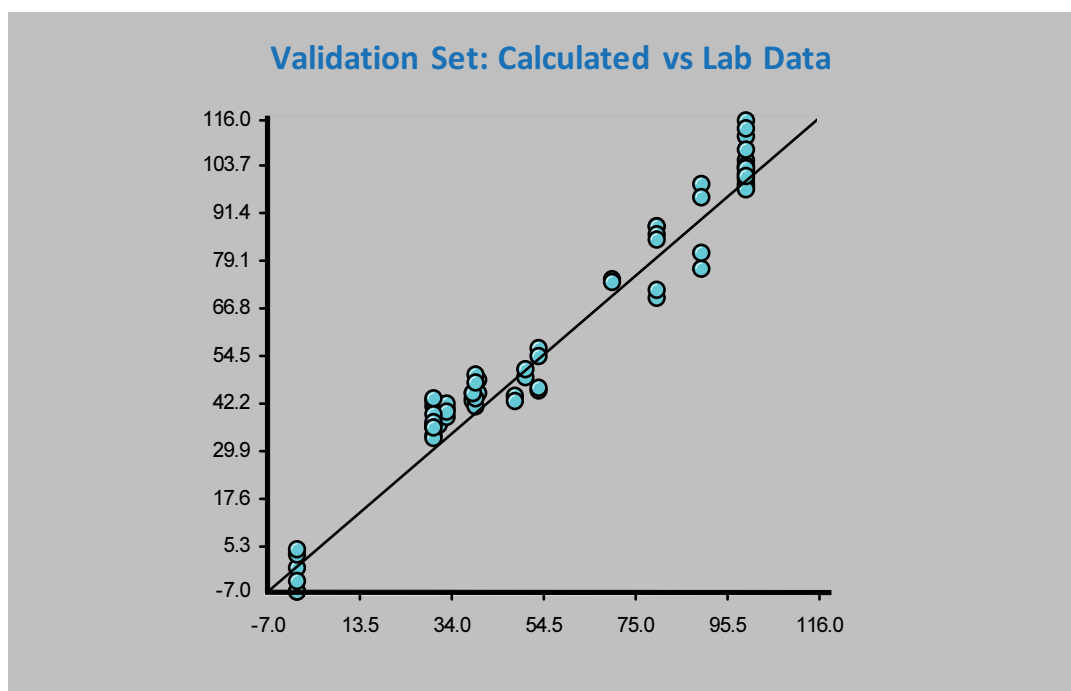


図2 検量線の評価(prediction)の結果
(縦軸：近赤外推定値、横軸：配合割合)

表1 検量線の評価結果のまとめ

prediction		
R^2	SEP	RPD
0.98	7.0	4.6

4. まとめ

今回、近赤外分光法分析による市販品「干しそば」のそば粉混合割合を推定する技術を確立するため、干しそばのそば粉混合割合を推定する検量線を開発した。開発した検量線は予測精度の良い検量線であることを明らかにした。開発した検量線を用い日常分析(prediction)を実施した結果、検量線の評価はスクリーニングとして、十分であると判断された。

以上により、近赤外分光分析法による市販品「干しそば」のそば粉混合割合の推定法は、簡易・迅速な定量分析に利用できることが示唆された。

5. 文 献

- 1) S.Kwano,T.Fujiwara,M.Iwamoto,園芸学会誌,62,465 (1993)
- 2) S.Kawno,H.Watanabe,M.Iwamoto,園芸学会誌,61,445 (1992)
- 3) 天馬毅,上田映介,松江一,篠木藤敏,第 6 回非破壊計測シンポジウム講演要旨集,日本食品工業会,p.98. (1990)
- 4) 森良種,坂部寛,河野純夫,Saranwong Sirinnpa,大日方洋,近赤外分光法によるソバ乾麺原料におけるソバ粉混合割合の推定,日本食品科学工学会第 55 回大会講演要旨集,142 (2008)
- 5) Y.Mori,H.Sakabe,Ohinata.H,S.Saranwong and S.Kawano,Prediction of Buckwheat Flour Mixture Ratio in Raw Material of Soba Dried Noodles by Near Infrared Spectroscopy,The 1st Asian NIR Symposium,218-219 (2008)
- 6) 森良種,近赤外分光法によるソバ乾麺原料におけるソバ粉混合割合の推定,日本分析化学会表示・起源分析技術研究懇談会第 2 回講演会 (2009)
- 7) Phil Willams,第 12 回非破壊計測シンポジウム講演要旨集,日本食品工業会,p.1-10. (1996)