

# 穀物粉粒体の品質管理のための迅速多成分分析装置の開発

食品・環境科 主任研究員 三 木 伸 一  
電子情報科 研 究 員 田 尻 健 志  
電子情報科 研 究 員 田 中 博 樹

小麦粉、米等の穀物粉粒体においては、タンパク質、水分等の成分量が、食味や加工品の品質に影響を及ぼす。そこで、穀物の生産や加工時において、タンパク質、水分量等の含有成分量を分析し、定量的な評価を行うことが、品質管理に重要である。しかしながら、従来用いられているケルダール分析法等の化学的手法では、分析に手間と時間を要し、現場で迅速に測定することができない。一方、近年、非破壊、リアルタイム分析を可能とする近赤外分析装置が開発され、穀物の成分分析においても活用されるようになってきたが、穀物の品種、性状、また、分析環境等によって測定値に誤差が生じるため、使用場所や用途が制限されている。

そこで、本研究では、TFDRM(Three Fiber Based Diffuse Reflectance Measurement)法(光の伝播経路の補正技術)を用いて、品種、性状、分析環境に影響することなく、迅速に穀物粉粒体の多成分分析を達成できる近赤外分析装置の開発を目指す。

## 1. 緒 言

穀物粉粒体において、タンパク質、水分含量の定量は、食味や加工品の品質管理に重要な役割を果たす。小麦粉を例にとると、製粉業においては、タンパク質量によって、薄力粉、強力粉など、数十種類に粉体を分類し、また、製麺業においては、タンパク質量の異なる複数の小麦粉を、気温、湿度に合わせて混合、調整しており、安定した品質の製品を持続的に供給するには、タンパク質、水分等の成分分析を迅速に行い、適切な成分量を維持、管理することが重要となる。従って、穀物及び穀物関連の製品においては、ケルダール分析法等の化学的手法により品質検査を随時行っているが、化学的手法は、時間と手間がかかる、分析者により測定値にばらつきが生じやすい、などの欠点があり、現場で簡便に利用できるものではない。

そこで、1980年ごろから、透過性の高い近赤外光を用いて作物等の成分分析をリアルタイムで行う研究が数多く行われている。近赤外分析法は試料を破壊することなく、迅速な定量分析を可能とし、近年、農作物の品質管理や製業における工程管理に用いられるようになってきている。小麦粉については、タンパク質の成分分析装置として早くから実用化され、出荷時や製粉後の迅速な品質管理に用いられている。しかしながら、既存の近赤外分析装置は、①穀物の品種、粒度、形状及び試料温度によって、測定値にばらつきが生じるため、管理のいき届いた施設内で、性状が既知の試料し

か分析できない、②複数の品種が混合した試料では粒度が不均一であるため、正確に測定できない、③品種の違いや季節毎に煩雑なデータ調整(検量線の更新)が必要である、などの課題を有している。また、装置が高価であり、維持費も高いため、近赤外光を用いた分析装置は穀物粉粒体の成分分析に有用であることが認知されながらも、利用拡大には至らず、我国における公定分析法にも認定されていないのが現状である。

一方、当工業技術センターでは、散乱性のある物体を分光分析するうえで問題となる光の伝播経路の光路長差を補正する方式(TFDRM法)を考案しており、TFDRM法を用いた果実の糖度計測法の開発を行い、その有用性を実証している<sup>1)</sup>。このTFDRM法を用いることで、品種や形状等に由来する測定誤差を補正することができ、検量線の更新が不要、装置の低コスト化の実現など、従来の装置にない優れた長所を有することが可能である。本研究では、TFDRM法を穀物に応用し、穀物粉粒体の成分分析を迅速に実現できる分析装置の開発を行う。当初の対象は、小麦粉中のタンパク質、水分とし、平成20年度は、粉体の非破壊計測の問題点抽出、粉体用プローブの作製、粉体用実験装置の製作を行ったので報告する。

## 2. 研究内容と結果

### 2.1 TFDRM法の概要

図1にTFDRM法の概要を示す。光源から任意の波

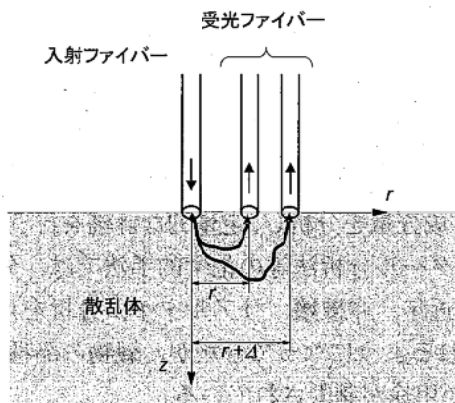


図1 TFDRM法の概要

長の光を、光ファイバーを通して散乱体（検体）に照射する。この散乱体に照射された光は散乱体内部で散乱、吸収を繰り返し、2本の受光ファイバーで受光される。このときの受光された光の強度比から相対反射率  $R$  を算出し、相対吸光度比  $\gamma$  を求める。相対吸光度比  $\gamma$  は検出距離  $\rho$ ,  $\Delta$  の変化、散乱係数の変化等で生じる散乱光路長の変化に左右されないことから、品種等に影響することなく定量分析が可能となる。

### 2.2 散乱係数

穀物の吸収特性を調べるには粉体の散乱特性を解明することが重要である。ただし、粉体は粉体容器中における充填率や構成成分の違いによって散乱性が大きく変化する<sup>3)</sup>。そこで、まず、小麦粉を構成するグルテン、デンプン等の主要成分及び加水率や品種の異なる小麦粉について、粒度分布、真密度、カサ密度、タツブ密度を測定し、これらの測定値及び屈折率等の物理パラメータから、Mie理論解析を行い、900-1100nmの範囲において各波長(1nmピッチ)の等価散乱係数を求めた(このMie理論とTFDRM法による光学特性の評価について、基礎となる概念は文献<sup>3)</sup>で報告している。)。この等価散乱係数  $\mu_s'$  は二つのパラメータ  $P1, P2$  及び波長  $\lambda$  を用いて

$$\mu_s' = P1 \times \lambda^{P2}$$

の近似式であらわすことができる。図2にMie理論解析の計算値から  $P1$  及び  $P2$  を算出した結果を示す。また、前述したように等価散乱係数は容器中への充填

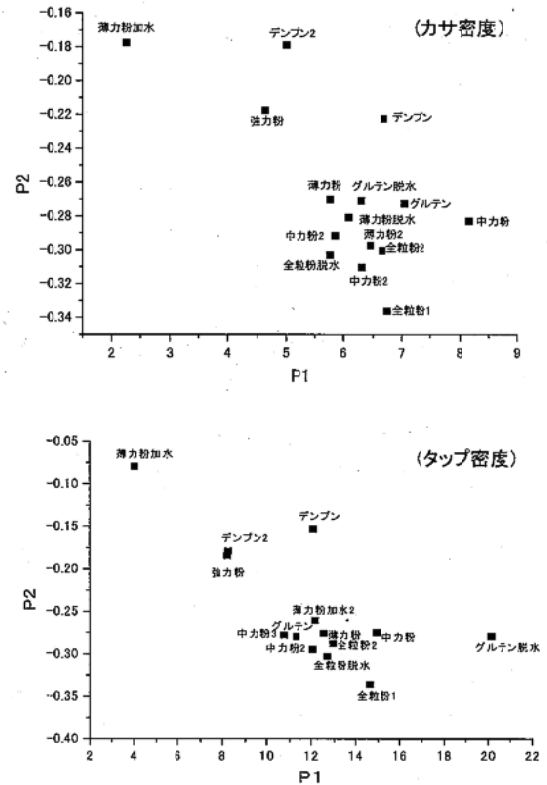


図2 Mie理論による散乱係数の算出

率によって変化する。その影響を調べるためカサ密度(自由に流動する粉体としての密度)とタツブ密度(圧縮した粉体の密度)の両方について計算している。この結果から  $P1$  の範囲は、カサ密度については2-9、タツブ密度については3-20に変化しており、粉体の種類や組成、充填率による散乱係数の変化の程度、傾向を把握した。

### 2.3 吸収係数

次に、小麦粉中の主要成分であるグルテン、でんぷんの反射スペクトルを取得し、2.2節で算出したグルテン、でんぷんの等価散乱係数から、フィッティング法により吸収係数を予測した。図3にこのときのグルテンとでんぷんの吸収係数の予測値を示す。ただし、この吸収係数の予測値は、前述のミー理論解析によって得られた等価散乱係数を基に算出しており、一方、ミー理論では、粒子の形状が球であることを前提としているため、穀物粉体のような粒子形状が複雑なものについては、真値と完全には一致しない。このため、粉体の散乱係数と吸収係数の実測方法を検討中であるが、ここでは、散乱性が被検体によって異なる粉体の成分分析の実現性を検証するために、図3の吸光度の予測値等を元に小麦粉の擬似スペクトルの合成、理論解析を行った。

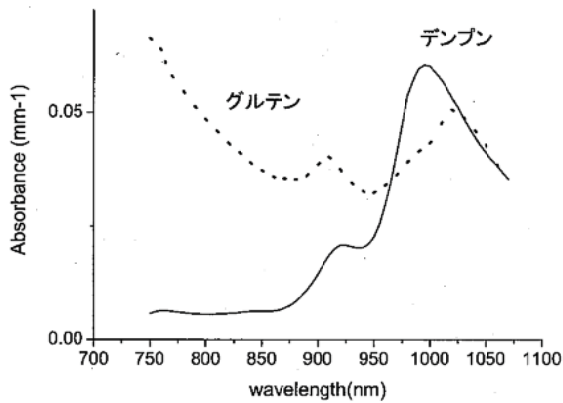


図3 グルテン、デンプンの吸光係数(予測値)

## 2.4 擬似スペクトルの合成、波長の抽出

2.2、2.3節の結果より得られた散乱係数、吸収係数及びグルテン、デンプン、水分量の割合、光源変動等のパラメータから、散乱性、吸収性の異なる小麦粉の擬似スペクトルを合成し(図4)、タンパク質量と相関のある波長およびその組み合わせ( $\gamma$ )を抽出した。この $\gamma$ を用いたシミュレーション結果を図5に示す。用いた波長は4波長であり、 $2\gamma$ 用いている。シミュレーションの結果、散乱性が異なっても、数波長で、高い定量性を有しており、本手法の実現性が高いことを示唆している。

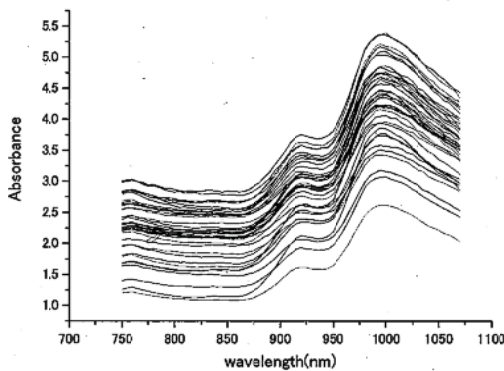


図4 グルテン、デンプンからの合成スペクトル

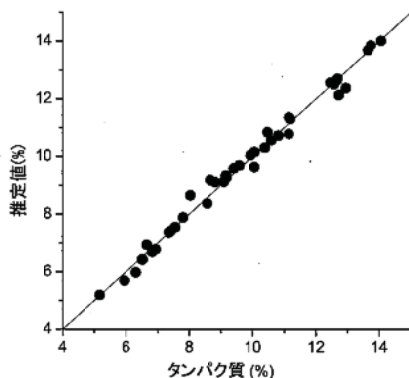


図5 シミュレーション結果

## 2.5 光学特性検証用粉体測定プローブ作製

次に、粉体測定用プローブの作製を行った。前述のミー理論解析及びモンテカルロシミュレーション等の結果から、粉体の散乱係数は大きく、充填率、組成等によって大きく変動することがわかったため、受光距離の最適化及び粉体の散乱性の検証を目的としたプローブ(図6)を作製した。このプローブでは粉体の特性に合わせ、受光距離を数ミリ間隔で多点配置しており、流動性のある粉体において、プローブの差し替えなしで、検出位置の異なるデータを得ることができる。また、相対反射率の対数値の差分をとることで任意の検出距離の相対反射率をとることができる。図7は図6のプローブを用いた相対反射率の測定結果である。



図6 粉体用プローブ

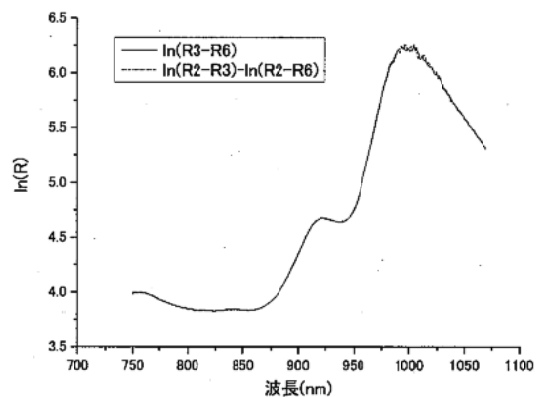


図7 粉体の反射率測定

## 2.6 小麦粉中のタンパク質量の実測

図8は2.4節でシミュレーションにより得られた波長と $\gamma$ を用いてTi:Sレーザーで実測した結果である。シミュレーション値と比較してばらつきが大きいですが、良好な相関が得られている。このばらつきは、パラメータを増やす、吸光係数のより正確な値を算出、設定すること等により、シミュレーションの精度向上を行い、より最適な波長、関数を見出すことで改善できる。

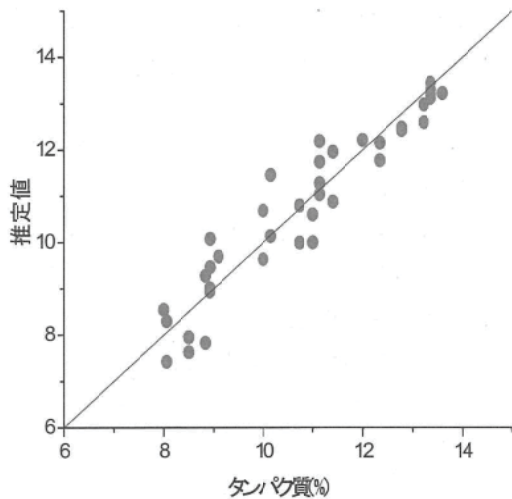


図8 Ti:Sレーザーによる実測結果

### 2.7 穀物粉粒体成分測定装置の製作

最適な波長、 $\gamma$ の抽出については、さらに取り組み、最適化する必要があるが、タンパク質、水分測定に必要な波長について、それぞれ数波長へ絞込みが可能で

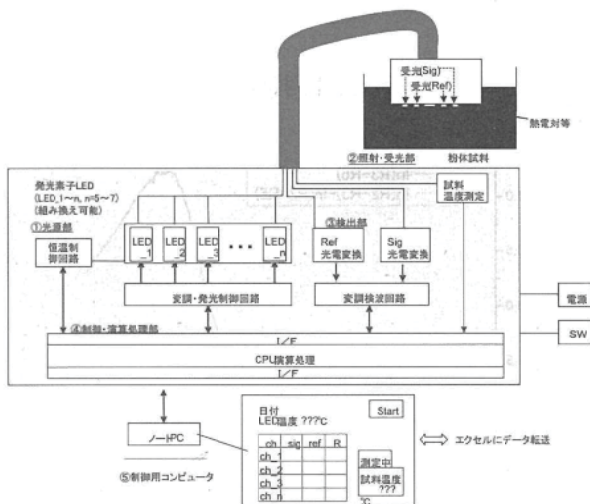


図9 委託実験装置の構成

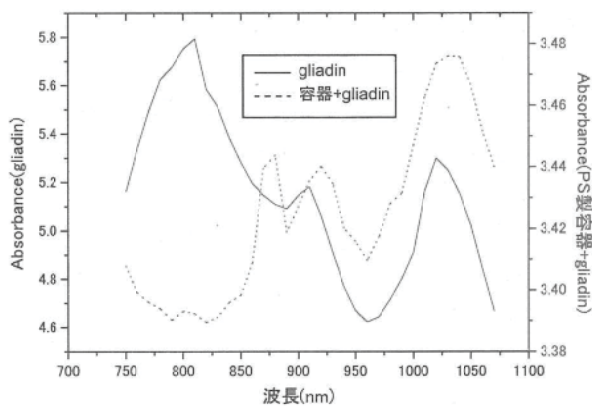


図10 容器の影響についての評価

あることが、現在までの得られた結果から結論づけられる。そこで、LEDを最大7つまで搭載し、また、LEDの組み換えが可能な（波長を自由に変えられる）穀物粉粒体用測定装置の製作を行った。図9に装置の概念図を示す。粉体は散乱係数が大きいので、入射-検出間を2mm程度と小さくすることとした。また、容器ごと測定する場合は、容器の反射の影響が大きく（図10）、直接粉体に差し込める構造とした。実際に製作した装置写真を図11に示す。また、粉体の充填率の変化に対応するためにプローブの加重の程度を測定できるようにしている。また、粉体の内部と表面の温度の影響を記録できる構造とした。

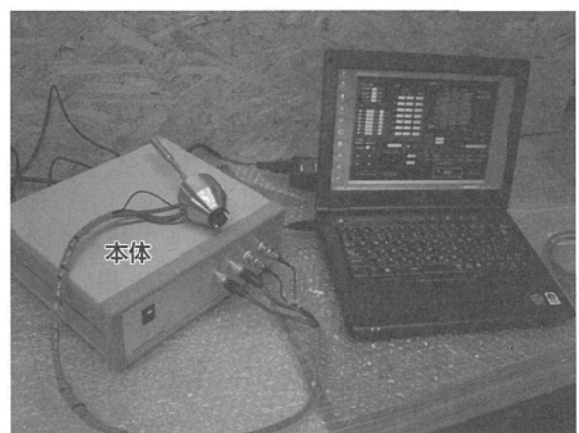


図11 作製した粉体測定用実験装置写真

### 3. 結言

粉体の散乱、吸収特性をミー理論、拡散近似式等を用いて解析し、これらの物性値を推定した。これらの推定値を元にシミュレーションを行いタンパク質と相関の高い波長、 $\gamma$ を算出し、理論解析を行った。また、散乱性の検証用のプローブを作成し、タンパク質を実測した。最後に、LEDを搭載した粉体の成分測定用装置を試作した。

#### 参考文献

- 1) 下村義昭, 岡田龍雄: レーザー研究 33, 620-625 (2005)
- 2) 尾崎幸洋, 河田聡編: 近赤外分光法 (日本分光学会測定法シリーズ 32, 学会出版センター, 東京, (1996)
- 3) S. Miki, S. Tanaka, and Y. Shimomura, "Determination of Optical Properties of Chicken Breast Tissue Using Three-Fiber Based Diffuse Reflectance Method," in Biomedical Optics, Technical Digest (CD) (Optical Society of America, 2006), paper Tu19.