



Title	透過型近赤外分光法による精麦粒の総食物繊維測定
Author(s)	清水, 直人; Sandra, Kays; Barton, Franklin II 他
Citation	日本食品科学工学会誌, 49(9), 620-623 https://doi.org/10.3136/nskkk.49.620
Issue Date	2002-09
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/68427
Type	journal article
File Information	49_620.pdf



透過型近赤外分光法による精麦粒の 総食物繊維測定

清水直人*, **, Sandra Kays***,
Barton Franklin, II***, 藤田雅也****,
石川直幸*****, 小田俊介*****,
木村俊範*, 大坪研一**

Measurement of Total Dietary Fiber in Milled Barley Using Near-Infrared Transmittance Spectroscopy

Naoto Shimizu*, **, Kays Sandra***,
Franklin Barton, II***, Masaya Fujita****,
Naoyuki Ishikawa *****, Syunsuke Oda *****,
Toshinori Kimura* and Ken'ichi Ohtsubo**

* University of Tsukuba, 1-1-1

Tennoudai, Tsukuba, 305-8572

** National Food Research Institute, 2-1-12

Kannondai, Tsukuba, 305-8642

*** USDA-ARS-RRC, P.O.Box 5677, Athens,

GA 30604-5677, USA

**** National Agricultural Research Organization,

National Institute of Crop Science, 2-1-18

Kannondai, Tsukuba, 305-8518

***** National Agricultural Research Organization,

National Agricultural Research Center for

Western Region, 6-12-1,

Nishifukatumachi, Fukuyama, 721-8514

***** Agricultural, Forestry and Fisheries

Research Council, 1-2-1

Kasumigaseki Chiyodaku Tokyo, 100-8950

Whole-grain milled barley (n=56) was scanned using a near-infrared transmittance spectroscopy (NIT) (850-1048nm) and total dietary fiber (TDF) was determined for each cultivar by AOAC enzymatic-gravimetric method (Method 991.43). The validation statistics of PLS models

using calibration (n=28) and validation (n=28) sets were the standard error of performance (SEP) of 0.89~1.03, the coefficient of determination (R^2) of 0.83~0.88, Bias of -0.25~0.17 and the ratio of the SEP to the standard deviation of the original data (RPD) of 2.5~2.9. This method could be applied to rough screening in barley breeding programs.

(Received Dec. 11, 2001; Accepted May 29, 2002)

世界の大麦利用では醸造原料や飼料として用いられていることが多く、これまで食用への利用の割合は少なかった。我国の機能性食品科学に関する研究¹⁾を端緒に、繊維質を多く含む野菜、果物そして全粒穀物が見直され、このような食品素材の消費拡大が米国、欧州においても推奨²⁾されてきている。日本では古くから大麦を米の補助食として摂取してきた。精麦には食物繊維が約9.6%³⁾含まれ、その機能性としてコレステロール低下効果や癌の予防効果に関する研究も紹介され⁴⁾、大麦の利用が見なおされてきている。食物繊維が重要な品質測定項目として位置付けられているが、Association of Official Analytical Chemists (AOAC) の酵素分解を用いた食物繊維測定法は一試料の測定日数が2日間、測定に労力と時間を要する。総食物繊維 (TDF) の簡易測定法については、複数種類の穀物を試料とした、TDFの反射型近赤外分光装置 (波長域: 1100~2500 nm, 分光方式: 回折格子, 測定対象試料: 粉末) によるモデルがSandra ら⁵⁾によって開発され、部分最小2乗回帰 (PLS: partial least squares regression) モデルにおける予測誤差 (SEP) が1.51%と報告されている。しかし、本研究で用いた透過型近赤外分光装置 (NIT) (波長域: 850~1050 nm, 分光方式: 回折格子, 測定対象試料: 全粒) による大麦や精麦の幅広い TDF 測定範囲のモデルの提案は今までになされていない。そこで、本研究では育種や生産段階における利便性を考え、品質変動幅の広い精麦全粒を試料とし、NIT による TDF 測定のための PLS モデル (TDF モデル) を開発した。

1. 実験方法

(1) 試料

大麦試料は、玄皮麦 (24 試料) および玄裸麦 (32 試料)

* 筑波大学農林工学系 (〒305-8572 つくば市天王台 1-1-1)

** 独立行政法人食品総合研究所 (〒305-8642 つくば市観音台 2-1-12)

*** アメリカ農務省リチャードラッセルリサーチセンター (P.O.Box 5677, Athens, GA 30604-5677, USA)

**** 農業技術研究機構作物研究所 (〒305-8518 つくば市観音台 2-1-18)

***** 農業技術研究機構近畿中国四国農業研究センター (〒721-8541 福山市西深 6-12-1)

***** 農林水産省農林水産技術会議 (〒100-8950 千代田区霞が関 1-2-1)

(平成 11 年産, 四国農試および栃木県農試) を使用した。

(2) 調製

試験用テスト精米機 ((株) 佐竹製作所製, TM-5) によって玄皮麦試料を歩留 55%, 玄裸麦試料を歩留 60% に調製した。

(3) スペクトル分析

透過型近赤外分光装置 (Foss-Tecator 社製, Infratec 1241) によって全粒精麦試料 100 g を装置ホッパーに投入し, 光路長 18 mm のセルを用いて 850~1 050 nm の近赤外領域において 2 nm 間隔で精麦試料スペクトルを測定した。装置仕様における測定繰返し精度は $\pm 0.1\%$ 以内であり, スペクトルデータは, 分光走査を 10 回行い, それらの平均値を用いた (標準偏差: SD 0.025 以下)。

(4) TDF の測定

TDF は酵素分解に基づく AOAC 法 991.43 (AOAC, 1990)⁶⁾ によって測定した。精麦試料の水分はオープン乾燥法 (AOAC, 1990)⁷⁾ によって求め (9.0~15.3%), TDF を乾物換算した。精麦の TDF 測定の標準誤差 (Windham ら⁸⁾ の計算法) は 0.37% であった。

(5) 多変量解析

全粒精麦スペクトル前処理として多変量解析ソフトウェア (Camo 社製, Unscrambler Ver. 6.11b) を用いて乗算的散乱因子の除去 (MSC: multiplicative scatter correction, Unscrambler の MSC 処理条件では Full MSC を選択), 微分処理 (アルゴリズム: Savitky Golay, パラメータ: 1 次および 2 次微分, Averaging Number of Left Side Points および Number of Left Side Points では 5 を選択, Polynomial Order では 2 を選択), および MSC 処理と微分処理を組み合わせた処理を行った。スペクトルデータとして原スペクトル, MSC スペクトル, 1 次微分スペクトル, 2 次微分スペクトル, MSC+微分スペクトルをそれぞれ用い, さらに AOAC 法で測定した TDF 基準値に基づいて PLS モデル⁹⁾ を作成した。回帰計算は Center Data のオプションを ON にして実行した。内部検定は leave-one-out 法¹⁰⁾ (56 試料の中から 1 試料を除いて PLS モデルを計算し, 除いた 1 試料の予測値と実測値を比較する¹¹⁾) を用いて実行し, PLS 成分を増加させながら予測誤差 (SEP) を観測し, SEP が最小になる成分数を求めた。また, 学習データ (n=28) と未知試料 (n=28) の 2 群に分けたモデルの検討を行った。

2. 実験結果および考察

(1) 精麦における TDF の変動幅

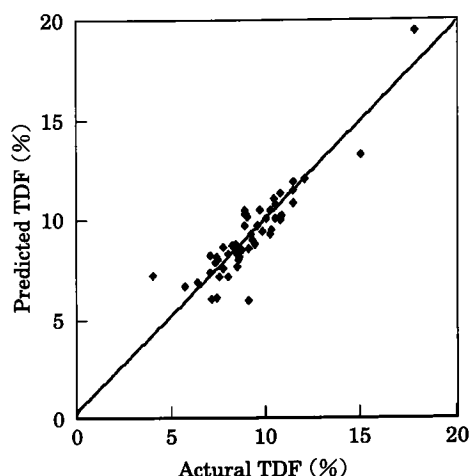


Fig. 1 Relationship between actual TDF and predicted TDF of milled barley
Number of PLS components, 10; R^2 , 0.87;
Bias, 0.08; SEP, 0.98; RPD, 2.7.

精麦のモデリング全試料の AOAC 法による TDF の変動幅は 5.8~19.7%, 平均が 9.5%, 標準偏差 (SD) が 2.6% であった。玄皮麦からの精麦の TDF 変動幅が 5.8~14.7%, 玄裸麦からの精麦の TDF 変動幅が 8.4~19.7% であった。Sandra ら⁵⁾ によって開発された TDF モデルは複数の穀物 (小麦, カラス麦, トウモロコシ, 米, ライムギ, 大麦, ミレット, キビ, そば) を試料としており, 大麦試料の TDF の変動幅は 12.4~19.4% であった。したがって, 本研究における精麦試料の TDF の変動幅は Sandra ら⁵⁾ より広いが, TDF の大部分は 7~12% に入っていた (Fig. 1)。

(2) 精麦の TDF モデルの検討

Table 1 に TDF モデリングの結果を示した。各 TDF モデルの最適 PLS 成分数は 8~13 の値を示した。TDF モデル群における最適 PLS 成分は, 原スペクトルのものと比較してスペクトル前処理を行うことにより小さくなった。

Rober と Bertrand¹²⁾ は粒度の異なる数種類の粉碎穀物のスペクトルについて, 原スペクトルでは粒度の変動が寄与率 96% の第 1 主成分に対応すると報告している。こうしたことから, MSC スペクトルは, 原スペクトルにおける乗算的散乱因子が除去されており, この MSC スペクトルの性質がキャリブレーション時の最適 PLS 成分数の低減に影響したものと考えられる。

微分処理の場合, 1 次微分スペクトルにおいては加算

Table 1 Partial least squares regression (PLS) modeling results

Treatment*	Validation set statistics									
	Leave-one-out					Calibration (n=28) and validation (n=28) sets				
	NC**	R ²	Bias	SEP	RPD	NC**	R ²	Bias	SEP	RPD
Standard	13	0.88	0.02	0.87	3.0	13	0.85	-0.02	1.01	2.6
MSC***	11	0.88	0.03	0.89	2.9	9	0.83	-0.25	1.02	2.5
1st Derivative	12	0.87	0.02	0.91	2.9	12	0.85	0.04	0.99	2.6
2nd Derivative	10	0.87	0.03	0.92	2.8	9	0.88	0.17	0.89	2.9
MSC+1st Derivative	11	0.88	0.01	0.90	2.9	10	0.87	0.08	0.98	2.7
MSC+2nd Derivative	9	0.86	0.02	0.91	2.9	8	0.84	0.06	1.03	2.5

*, Mathematical pretreatment of the spectra ;

**, Number of PLS components ;

***, Multiplicative scatter correction.

的なベースラインの変動, 2 次微分スペクトルにおいては波長の 1 次関数で表される線形なベースラインの変動が除去される¹³⁾。微分処理で変動因子が除去されたため TDF モデルの最適 PLS 成分数が低く抑えられたものと推察された。

TDF モデルの性能は, leave-one-out 法によるクロスバリデーションの結果が SEP : 0.87~0.92, 決定係数 (R²) : 0.86~0.88, バイアス : 0.01~0.03, 標準偏差 (SD) を SEP で除したパラメーター (RPD)¹⁴⁾ : 2.8~3.0 を示した。56 試料を学習データと未知試料の 2 群に分けて行った場合には, SEP : 0.89~1.03, R² : 0.83~0.88, バイアス : -0.25~0.17, RPD : 2.5~2.9 を示した。

TDF モデル群の RPD は, 2.5~5.0 の範囲¹⁴⁾にあることが明らかになり, これらのモデルの性能は育種段階での大まかなスクリーニングに適用できる水準 (RPD : 2.4~3.0)¹⁴⁾にある。モデルのクロスバリデーションの結果と, 試料を学習データと未知試料の 2 群に分けて行った場合の結果 (Table 1) から, R² が大きく, Bias, SEP が小さく, 変数の少ないモデルを良いモデルとすると, MSC+1 次微分スペクトルによる TDF モデルの性能が最も安定していた (Fig. 1)。

3. 要 約

透過型近赤外分光法による精麦粒のスペクトル分析を行い, AOAC 法によって精麦の TDF を測定した。TDF モデルの性能は, 56 試料を学習データ (n=28) と未知試料 (n=28) の 2 群に分けた場合では, SEP : 0.89~1.03, 決定係数 (R²) : 0.83~0.88, バイアス : -0.25~0.17, RPD : 2.5~2.9 を示した。本研究で用いた透過型近赤外分光装置 (波長域 : 850~1050 nm, 分光方式 : 回折

格子, 測定対象試料 : 全粒) に基づく TDF モデルは大麦の大まかな品種選抜などの育種プログラムに適用できる水準にある。

本研究において, 精麦を調製していただきました独立行政法人食品総合研究所の小松崎典子氏, 藤久保万里子氏に感謝いたします。本研究の一部は, 農林水産省 21 世紀プロジェクトに基づいて行われた。

文 献

- 1) Arai, S., *Biosci. Biotech. Biochem.*, **60**, 9 (1996).
- 2) *Code of Federal Regulations*, FDA, HHS ; 21, part 101.9 (1995).
- 3) 五訂食品成分表 2002, 科学技術庁資源調査会編 (女子栄養大学出版社), p. 28 (2002).
- 4) 大坪研一, 大麦, 大麦製品, 流通利用技術, 農林水産技術会議事務局編 ((財)農林統計協会), p. 100 (2001).
- 5) Sandra, E.K., Windham, W.R. and Barton, F.E., II., *J. Agric. Food Chem.*, **44**, 2266 (1996).
- 6) *AOAC Official Methods of Analysis*, 15th, ed., Total Dietary Fiber in Foods, Enzymatic-gravimetric Method ; AOAC : Arlington, VA, (1990 b).
- 7) *AOAC Official Methods of Analysis*, 15th, ed., Moisture in Cereal Adjuncts, Air Oven Method (103-104^o), AOAC, Arlington, VA, (1990 a).
- 8) Windham, W.R., Mertens, D.R. and Barton, F.E., J., Protocol for NIRS calibration, sample selection and equation development and validation. In, *Near Infrared Reflectance Spectroscopy (NIRS), Analysis of Forage quality*, Marten, G.C.,

- Shenk, J.S. and Barton, F.E., J. eds., USDA Agriculture Handbook 643, p. 96 (1989).
- 9) Lindberg, W., Person, J.A. and Wold, S., *Anal. Chem.*, **55**, 643 (1983).
- 10) Stone, M., *J.R. Statist. Soc., B*, **36**, 111 (1974).
- 11) 宮下吉勝, 佐々木慎一, ケモメトリックス, 化学パターン認識と多変量解析 (共立出版, 東京), p. 5 (1995).
- 12) Robert, P. and Bertrand, D., *Sciences des Aliments*, **5**, 501 (1985).
- 13) 岩元睦夫, 河野澄夫, 魚住 純, 近赤外分光法入門 (幸書房, 東京), p. 71 (1994).
- 14) Williams, P.C. and Sobering, D.C., *J. Near Infra-red Spectrosc.*, **1**, 25 (1993).
- (平成 13 年 12 月 11 日受付, 平成 14 年 5 月 29 日受理)
-